

BACCALAURÉAT TECHNOLOGIQUE - SESSION 2003

SÉRIE SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LABORATOIRE

Spécialité : chimie de laboratoire et de procédés industriels

Épreuve de GÉNIE CHIMIQUE

Partie écrite

Durée : 3 heures

Coefficient : 3

Le sujet comporte 5 pages dont une annexe (page 5/5) à rendre avec la copie.

Calculatrice autorisée.

TECHNOLOGIE ET SCHEMA : FABRICATION DE L'ANHYDRIDE ACÉTIQUE

A - PRINCIPE

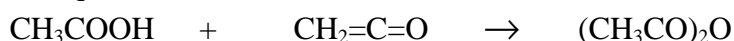
La fabrication de l'anhydride acétique est réalisée en deux étapes.

Étape 1 : craquage de l'acide acétique conduisant à la formation de cétène et d'eau :



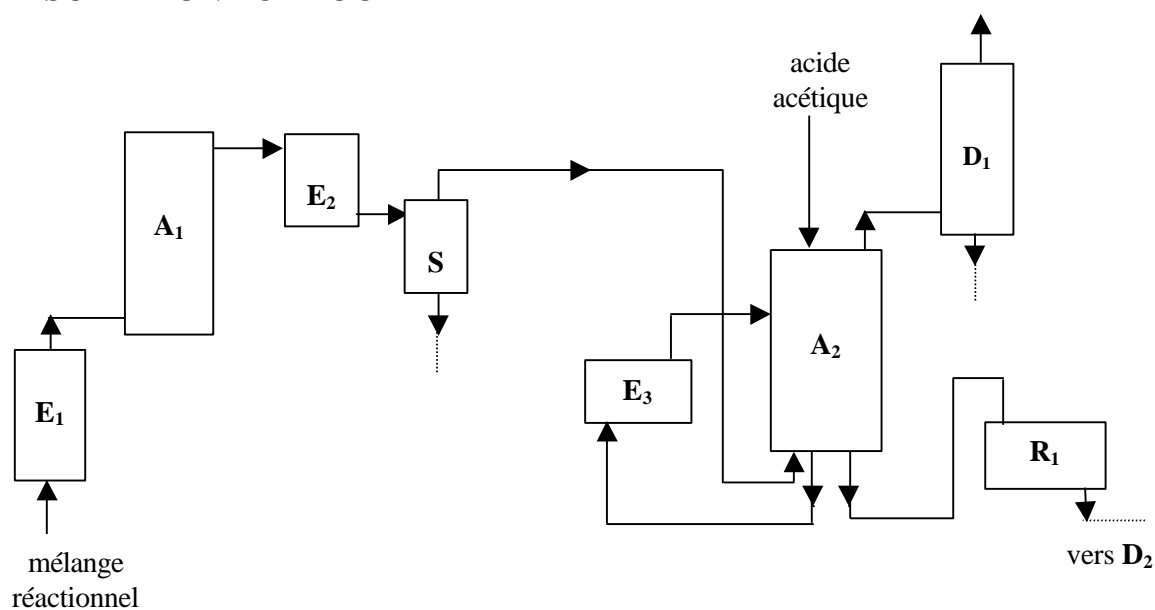
Cette réaction catalysée a lieu sous pression réduite et à 700 °C dans le réacteur **A₁**.

Étape 2 : l'anhydride acétique est obtenu lors de la réaction entre le cétène et l'acide acétique :



La réaction a lieu dans le réacteur **A₂** sous pression réduite et à 0 °C. L'acide acétique est présent en large excès et le cétène est entièrement transformé. Des réactions secondaires peuvent se produire et conduire à la formation de produits tels que l'éthylène, le méthane, le monoxyde de carbone, etc.

B - DESCRIPTION DU PROCÉDÉ



I - Réactions

Le mélange réactionnel, constitué d'acide acétique et de catalyseur, est introduit à débit constant dans un échangeur à faisceau tubulaire vertical **E₁** où il est vaporisé ; sa vapeur est surchauffée à 160 °C (régulation de température) à l'aide de vapeur de chauffe circulant dans la calandre.

Le craquage de l'acide acétique s'effectue sous pression réduite (la prise de vide est réalisée au niveau de **E₂**) dans le réacteur **A₁** qui est un cylindre équipé d'un serpentin intérieur dans lequel circule le mélange réactionnel. L'énergie nécessaire à la réaction est apportée par les gaz de combustion du gaz naturel qui circulent autour du serpentin. Cette combustion a lieu dans un brûleur placé dans la tubulure prévue à cet effet à la base du réacteur **A₁**. Le débit de gaz naturel permet de maintenir constante la température du mélange à la sortie du réacteur **A₁**. Au sommet du réacteur **A₁**, les fumées des gaz de combustion sont dirigées vers une chaudière produisant de la vapeur qui ne sera pas représentée. Le mélange est ensuite partiellement condensé dans un échangeur à faisceau tubulaire vertical **E₂**. Le débit de l'eau de refroidissement circulant dans les tubes est asservi à la température des condensats constitués d'eau et d'acide acétique. Ces condensats sont séparés du cétène gazeux dans un séparateur **S** du type cyclone avant d'être traités dans une unité de rectification qui ne sera pas représentée.

Le cétène barbotte à la base du réacteur **A₂** où a lieu la deuxième réaction en phase liquide sous pression réduite. Ce réacteur est un simple cylindre vertical. L'acide acétique est introduit au sommet du cylindre à débit constant. L'agitation et le refroidissement sont réalisés grâce à une circulation externe : le liquide, aspiré à la base du réacteur par une pompe centrifuge, traverse la calandre d'un échangeur à faisceau tubulaire **E₃** où il est refroidi jusqu'à 0 °C (régulation de température) grâce à la saumure avant d'être injecté dans la colonne au-dessus de la surface libre du liquide.

II - Traitements de la phase gazeuse et de la phase liquide

Les vapeurs issues de **A₂** contiennent les produits des réactions secondaires et des traces d'acide acétique. Elles sont traitées dans une colonne de lavage **D₁** à garnissage avec un liquide de lavage, introduit par le haut de **D₁** ; le débit du liquide de lavage est asservi à la composition de la phase gazeuse issue de **D₁**. La colonne est vidangée par l'intermédiaire d'une vanne de régulation de niveau. La solution obtenue est dirigée vers une unité de traitement qui ne sera pas représentée. L'installation fonctionne sous pression réduite, la prise de vide et sa régulation sont placées en tête de **D₁** ; un dispositif (à ne pas représenter) permet d'éliminer les vapeurs avant la pompe à vide.

Le mélange liquide issu de **A₂** est constitué d'acide acétique et d'anhydride acétique. Il est soutiré en continu à l'aide d'une pompe centrifuge avec un débit permettant de maintenir constant le niveau de liquide dans **A₂**. Il est ensuite collecté dans un bac tampon **R₁**, sous pression atmosphérique, avant d'être traité dans une unité de rectification **D₂** qui ne sera pas représentée.

Données sur les produits :

L'acide acétique et l'anhydride acétique sont des produits toxiques et inflammables.

C - TRAVAIL DEMANDÉ

I - Schéma

Sur le support joint (**annexe, page 5/5, à rendre avec la copie**), représenter l'installation décrite ci-dessus, c'est à dire les appareils **E₁**, **A₁**, **E₂**, **S**, **A₂**, **E₃**, **D₁** et **R₁** en respectant les règles de sécurité, et en assurant le bon fonctionnement de l'installation.

II - Cours

Les constituants du mélange « acide acétique - eau » issu du séparateur **S** sont séparés par rectification continue sous pression normale. Répondre brièvement aux questions ci-dessous.

1. Expliquer l'intérêt de la rectification en continue.
2. Indiquer la nature des produits obtenus en tête et en pied de colonne sachant que le mélange ne forme pas d'azéotrope. Justifier la réponse.
3. Définir le taux de reflux.
4. Préciser comment est assuré le reflux en tête de colonne. Citer deux méthodes de rétrogradation.
5. Citer un type de garnissage et un type de plateaux. Indiquer le rôle des plateaux ou du garnissage.

Données :

Les températures d'ébullitions sous pression atmosphérique normale sont :

- acide acétique	118 °C
- eau	100 °C

III - Exercices

1. Bilan matière réacteur **A₂** et colonne de rectification **D₂**

Les débits d'alimentation en réactifs dans le réacteur **A₂** sont 14 kmol.h⁻¹ de cétène et 75 kmol.h⁻¹ d'acide acétique. Le cétène est entièrement converti. On supposera que l'acide acétique non transformé et l'anhydride acétique sont entièrement présents dans la phase liquide. On ne prendra pas en compte les réactions secondaires.

- 1.1. Expliquer pourquoi le débit molaire d'anhydride acétique fabriqué est de 14 kmol.h⁻¹.
- 1.2. Calculer le débit molaire de l'acide acétique à la sortie du réacteur.

Les constituants, acide acétique et anhydride acétique issus du réacteur **A₂**, sont séparés par rectification. Le résidu, contenant un pourcentage molaire d'anhydride acétique de 96,3 %, est collecté. Le distillat est recyclé dans le réacteur **A₂**.

- 1.3. Sachant que tout l'anhydride acétique fabriqué est présent dans le résidu, calculer le débit molaire du résidu.
- 1.4. Calculer le débit molaire d'acide acétique présent dans le résidu.
- 1.5. Calculer la production massique journalière d'anhydride acétique sachant que l'installation fonctionne en continu.

Donnée :

Masse molaire de l'anhydride acétique : 102 g.mol⁻¹

2. Étude d'un condenseur

Les vapeurs obtenues en tête de colonne de rectification du mélange « acide acétique - anhydride acétique » sont condensées à température constante dans un échangeur à faisceau tubulaire horizontal alimenté avec de l'eau de refroidissement. L'eau est introduite à 16 °C avec un débit de 43 m³.h⁻¹. Le débit massique des vapeurs est de 8650 kg.h⁻¹.

2.1. Calculer le flux de chaleur cédé lors de la condensation des vapeurs.

2.2. Calculer la température de sortie de l'eau de refroidissement.

Lors du fonctionnement de l'installation, on note que la température de sortie de l'eau de refroidissement est de 33 °C, les autres paramètres étant inchangés.

2.3. Expliquer la différence de température entre la valeur calculée à la question **2.2.** et la valeur obtenue expérimentalement.

Données :

Masse volumique de l'eau liquide :

$$1000 \text{ kg.m}^{-3}$$

Capacité thermique de l'eau liquide :

$$4,18 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

Chaleur latente de condensation des vapeurs :

$$-394 \text{ kJ.kg}^{-1}$$

3. Étude d'une pompe centrifuge

Le liquide contenu dans le récipient **R₁** est injecté dans la colonne de rectification **D₂** à l'aide d'une pompe centrifuge. Le débit volumique du mélange est de 4,9 m³.h⁻¹.

Le récipient et la colonne de rectification sont à pression atmosphérique.

La dénivellation entre la surface libre du liquide dans le récipient et le point d'injection est de 10 m.

La longueur de la canalisation est de 35 m. La longueur équivalente des accidents (vannes, clapets, coudes, etc) est de 18 m.

3.1. Calculer la hauteur manométrique totale de la pompe (dans la relation de Bernoulli, les termes faisant intervenir la vitesse du fluide seront négligés devant les autres termes).

3.2. Calculer la puissance électrique à fournir sachant que le rendement de la pompe est de 60 %.

Données :

Masse volumique du mélange : 1060 kg.m⁻³

Le coefficient de pertes de charges est de 5 cm de liquide par mètre de canalisation.

$g \approx 10 \text{ m.s}^{-2}$

Pression atmosphérique : 1,013 bar

Relation de Bernoulli généralisée : $\frac{P_A}{\rho g} + h_A + \frac{v_A^2}{2g} + H_{MT} = \frac{P_B}{\rho g} + h_B + \frac{v_B^2}{2g} + J$

ANNEXE - DOCUMENT - RÉPONSE À RENDRE AVEC LA COPIE

