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 4 pages dont une annexe (page 4/4) à rendre avec la copie.

Calculatrice autorisée.

TECHNOLOGIE ET SCHÉMA: FABRICATION DE L'ÉTHANOATE DE BUTYLE

A-PRINCIPE

L'éthanoate de butyle est obtenu par estérification du butan-1-ol par l'acide éthanoï que ; on utilise comme catalyseur l'acide paratoluènesulfonique.

B-DESCRIPTION DU PROCÉDÉ

La fabrication s'effectue en discontinu.

Alimentation du réacteur

Les réactifs, stockés dans des réservoirs **R1** et **R2** sont introduits successivement dans le réacteur **A1** par des pompes centrifuges **P1** et **P2**; le catalyseur solide, introduit par écluse rotative, est dissous à froid sous agitation dans l'acide éthanci que avant l'introduction du butan-1-ol.

Réaction

Le réacteur agité A1 de type Grignard est surmonté d'un condenseur E1 à faisceau tubulaire vertical qui permet le chauffage à reflux pendant deux heures ; le débit de l'eau de refroidissement est asservi à sa température de sortie.

Le chauffage du réacteur est assuré par de la vapeur 5 bar dans une double enveloppe ; le débit de vapeur est régulé.

Neutralisation

Après refroidissement du contenu du réacteur jusqu'à une température de 30 °C par circulation d'eau froide dans la double enveloppe, le mélange réactionnel est coulé par gravité dans un neutraliseur agité **A2**. Le pH est ramené à 7 par addition d'une solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium.

Décantation

Le mélange est alors coulé dans un décanteur S muni d'un regard d'écoulement.

Après décantation, la phase aqueuse inférieure est dirigée vers un atelier de traitement (à ne pas représenter) et la phase organique supérieure est stockée dans un réservoir **R3**.

Purification

L'ester brut stocké dans **R3** est envoyé par une pompe centrifuge **P3** dans un bouilleur **B** surmonté d'une colonne à plateaux **C** pour une rectification en discontinu sous pression atmosphérique.

Le bouilleur est chauffé par une épingle alimentée en vapeur 5 bar (régulation de la chauffe par la perte de charge dans la colonne).

Les vapeurs sortant en tête de colonne passent dans un condenseur total **E2** à faisceau tubulaire.

Le reflux est assuré à partir d'un pot de recette **R4** dont le niveau est maintenu constant ; le débit de reflux est asservi à la température de tête de colonne.

Deux fractions F_1 et F_2 sont successivement recueillies : ce sont des azéotropes qui permettent d'éliminer le butan-1-ol n'ayant pas réagi et l'eau.

L'ester purifié contenu dans le bouilleur en fin de rectification est stocké dans un réservoir R5.

C-TRAVAIL DEMANDÉ

I- Schéma

Sur le support ci-joint (annexe à rendre avec la copie, page 4/4), réaliser un schéma détaillé de la fabrication en tenant des indications fournies, en respectant les règles de sécurité et en assurant le bon fonctionnement de l'installation.

L'acide éthanœ que, le butan-1-ol et l'éthanoate de butyle sont inflammables et toxiques.

II- Question de cours

- 1. À l'aide d'un schéma légendé, expliquer le fonctionnement de la pompe centrifuge P3.
- **2.** La vapeur saturée 5 bar utilisée pour le chauffage du réacteur est produite dans une chaudière alimentée en eau adoucie.

Expliquer, à l'aide d'un schéma légendé, le fonctionnement d'une installation d'adoucissement de l'eau par permutation ; préciser la nature des réactions se produisant sur les résines utilisées et justifier l'intérêt d'une telle opération.

III- Exercices

1. Étude du pompage de la pompe P1

La pompe P1 est montée en charge.

Le niveau de l'acide éthan $\ddot{\alpha}$ que dans **R1** est situé à 1,0 m au-dessus de l'axe de la pompe et, compte tenu du volume pompé, ce niveau peut être considéré comme constant. L'entrée de l'acide dans le réacteur **A1** s'effectue à 5,0 m au-dessus de l'axe de la pompe avec une vitesse v de 2,0 m.s⁻¹ par une canalisation de 5,0 cm de diamètre.

R1 et A1 respirent à l'atmosphère.

La perte de charge totale *J* du circuit est 1,2 m de liquide.

- **1.1.** Calculer la hauteur manométrique totale H_{MT} de la pompe **P1**.
- **1.2.** En supposant que la valeur de H_{MT} est de 5,4 m de liquide, calculer la puissance électrique consommée par la pompe sachant que son rendement h est de 0,80.

2. Étude du condenseur vertical E1.

Le condenseur **E1** est alimenté par de l'eau de refroidissement qui entre à 15 °C et sort à 25 °C. Les vapeurs issues du mélange en ébullition dans le réacteur **A1** se condensent à 91 °C. Leur enthalpie de condensation L vaut -1850 kJ.kg⁻¹ et leur débit massique D est égal à 20,0 kg.h⁻¹.

- **2.1.** Calculer le débit massique d'eau de refroidissement, en kg.s⁻¹.
- **2.2.** Calculer la surface d'échange S pour cette opération sachant que le coefficient d'échange global K du condenseur est de 145 W.m $^{-2}$.K $^{-1}$.
- **2.3.** Le condenseur est constitué d'un faisceau de tubes de 1,0 m de long et de 4,0 cm de diamètre ; il n'est utilisé que dans sa première moitié pour des raisons de sécurité. Calculer le nombre n de tubes qu'il doit comporter.

DONNÉES

• Relation de Bernoulli

$$H_{MT} + \frac{P_1}{\rho g} + \frac{u_1^2}{2g} + z_1 = \frac{P_2}{\rho g} + \frac{u_2^2}{2g} + z_2 + J$$

- Accélération de la pesanteur : $g = 9.8 \text{ m.s}^{-2}$
- Écart de température moyen logarithmique

$$\Delta \theta_{\rm m} = \frac{\Delta \hat{\mathbf{e}}_1 - \ddot{\mathbf{A}} \hat{\mathbf{e}}_2}{\ln \left(\frac{\Delta \theta_1}{\Delta \theta_2}\right)}$$

- Eau
- capacité thermique massique: $C_p=4,18 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
- masse volumique : $\rho = 1,00 \times 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$
- Acide éthana que
 - masse volumique : $\rho = 1.05 \times 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$

ANNEXE (À RENDRE AVEC LA COPIE)

E2

R4 **E1** \mathbf{C} **A1** В **A2** \mathbf{S}

R3

R2

R1

R5