

BACCALAURÉAT TECHNOLOGIQUE - SESSION 2004

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 SCHÉMA : DE L'HYDROPEROXYDE DE CUMYLE AU PHENOL

A - PRINCIPE

Le phénol est un intermédiaire de synthèse important de l'industrie chimique.

Le principal procédé de production du phénol utilise l'isopropylbenzène (cumène) dont la formule est $C_6H_5-CH(CH_3)_2$.

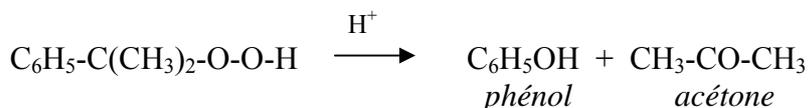
Ce procédé présente l'avantage de conduire à la production simultanée de deux substances importantes, le phénol et l'acétone (propanone). En revanche, il met en oeuvre un hydroperoxyde, composé explosif.

La fabrication du phénol, à partir du cumène est réalisée en deux étapes :

1^{ère} étape : oxydation du cumène :

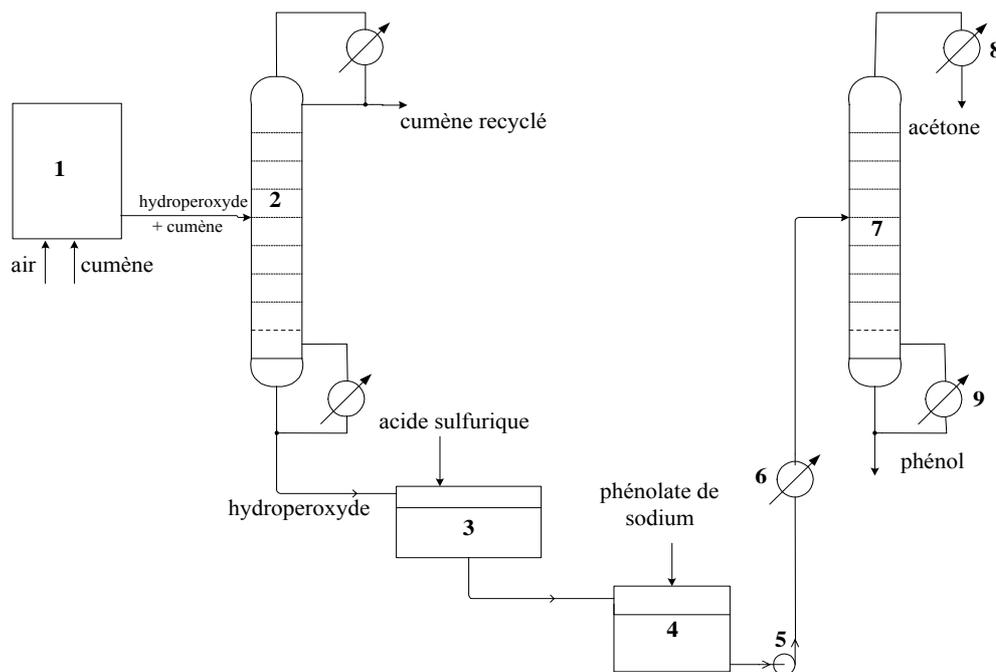


2^{ème} étape : décomposition de l'hydroperoxyde de cumyle en milieu acide :



B – DESCRIPTION DU PROCEDE :

la fabrication s'effectue en continu.



Oxydation du cumène

Le réacteur (1) permet d'obtenir l'hydroperoxyde de cumyle à partir de cumène liquide et d'air sous pression. La réaction n'est pas totale et la colonne (2) permet de séparer par distillation sous pression réduite le cumène non transformé, qui est recyclé.

Décomposition de l'hydroperoxyde de cumyle

L'hydroperoxyde de cumyle bouillant, récupéré en pied de la colonne (2), arrive en continu par le haut du réacteur agité (3), muni d'un serpentin interne permettant le refroidissement à l'eau. La température du réacteur doit être impérativement maintenue à 60 °C.

La réaction de décomposition de l'hydroperoxyde, très exothermique, est catalysée par l'acide sulfurique en solution dans le phénol. Cette opération, très délicate et dangereuse, nécessite aussi un contrôle précis du pH, ce dernier paramètre permettant d'ajuster le débit d'alimentation en acide. La pression régnant dans le réacteur doit être maintenue à 5 bar (régulation de pression), par action de diazote comprimé (alarme en cas de surpression). Une soupape de sécurité est nécessaire sur le couvercle du réacteur. Si cette soupape se déclenche, les vapeurs s'en échappant doivent être dirigées vers une installation de recyclage, à ne pas représenter.

Neutralisation

Le mélange obtenu est alors évacué par gravité en continu, en fonction du niveau dans le réacteur, vers une cuve de neutralisation agitée et fermée (4). La cuve est à pression atmosphérique et doit disposer d'un condenseur de vapeurs pour condenser les vapeurs d'acétone produites par la détente. La neutralisation de l'acide contenu dans le mélange s'effectue par ajout de phénolate de sodium pur, commandé par la mesure de pH du milieu.

Séparation du phénol et de l'acétone

Le mélange neutralisé est alors repris par une pompe centrifuge (5), à partir du fond de la cuve. Le débit dépend du niveau dans la cuve (4), qui est maintenu constant. Le mélange est envoyé dans un échangeur à faisceau tubulaire vertical (6) servant de préchauffeur. Le fluide de chauffe est de la vapeur circulant à l'extérieur des tubes. Le débit de vapeur est asservi à la température de sortie du mélange.

Le mélange arrive bouillant en milieu d'une colonne de distillation à plateaux à cloches (7) fonctionnant sous pression atmosphérique. Le chauffage à la vapeur d'eau est assuré par un échangeur à faisceau tubulaire monté en thermosiphon (9). Le débit de vapeur est asservi à la pression différentielle entre le pied et la tête de colonne.

Le phénol impur est récupéré en pied de colonne dont le niveau est maintenu constant.

Il est ensuite envoyé vers une autre unité de distillation afin d'être purifié (unité à ne pas représenter).

Le condenseur (8), échangeur à faisceau tubulaire horizontal et refroidi à l'eau réfrigérée, assure le reflux en tête de colonne. La température en tête de colonne impose le taux de reflux employé.

L'acétone soutirée sera refroidie pour être stockée (opérations à ne pas représenter).

C - TRAVAIL DEMANDE

I - SCHEMA

Représenter sur l'annexe (page 5/5, **à rendre avec la copie**) la partie de l'installation correspondant à la *décomposition de l'hydroperoxyde de cumyle, la neutralisation du mélange et sa séparation (appareils (3) à (9))*, en tenant compte des indications précédentes et en assurant le bon fonctionnement de l'installation.

Hydroperoxyde de cumyle :	Explosif à 170 °C.	
Acétone :	$T_{eb} = 56 \text{ °C}$	Toxique, inflammable.
Phénol :	$T_f = 42 \text{ °C}$	$T_{eb} = 182 \text{ °C}$ POISON.

II - COURS : les colonnes et la distillation

1. Expliquer le rôle général d'une distillation.
2. A l'aide d'un dessin qui représente un tronçon comportant deux plateaux de la colonne à plateaux (7) (chaque plateau comportant seulement quelques cloches), expliquer le principe de fonctionnement d'une telle colonne.
3. En haut de cette colonne (7), on a disposé un système permettant d'obtenir un reflux à l'intérieur de la colonne.
Donner la définition du taux de reflux et justifier l'utilisation du reflux.
4. Le mélange acétone-phénol est un mélange homogène idéal (zéotrope). Donner l'allure du diagramme isobare correspondant à un tel mélange, en identifiant les axes.

III - EXERCICES (les données sont rassemblées en page 4/5)

1. Pompe centrifuge

La pompe centrifuge envoie le mélange provenant de la cuve (4) dans le milieu de la colonne à plateaux par l'intermédiaire du préchauffeur avec un débit moyen de $1,8 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$.

Le mélange est ainsi élevé de 10 mètres à partir du niveau dans la cuve, maintenu constant.

La longueur totale de la canalisation est de 18 mètres. La perte de charge unitaire est de 6 cm de hauteur de liquide par mètre de canalisation.

La canalisation comporte 3 vannes, chacune équivalente à 3 mètres de canalisation et 4 coudes, chacun équivalent à 1,5 mètres de canalisation.

L'échangeur produit une perte de charge de 2 mètres de hauteur de liquide.

La canalisation a un diamètre intérieur constant égal à 2 cm.

- 1.1. Calculer la vitesse de circulation du mélange dans la canalisation.
- 1.2. Déterminer la hauteur manométrique totale de la pompe centrifuge dans les conditions d'utilisation précédentes.
- 1.3. Déterminer la puissance électrique de la pompe, sachant que son rendement est de 65 %.

2. Préchauffeur

Dans la cuve, le mélange est à une température de $50 \text{ }^\circ\text{C}$ et sous pression atmosphérique. Il est à $120 \text{ }^\circ\text{C}$ en entrée de colonne.

Le préchauffeur fonctionne avec de la vapeur surchauffée à $180 \text{ }^\circ\text{C}$ sous 4 bar (pression lue au manomètre). Les condensats sont évacués dès leur formation.

Le préchauffeur, dont la température moyenne des parois est de $170 \text{ }^\circ\text{C}$, est entouré d'une couche isolante d'épaisseur 10 cm. La température extérieure moyenne est de $15 \text{ }^\circ\text{C}$.

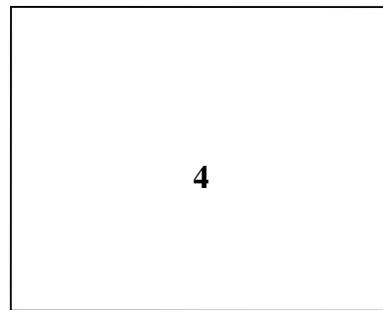
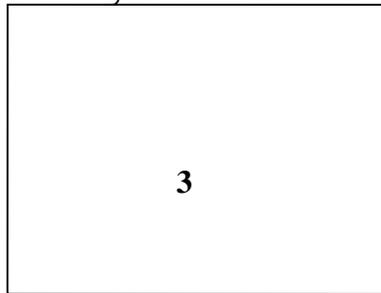
- 2.1. Déterminer le flux horaire de chaleur à fournir au mélange dans le préchauffeur.
- 2.2. En déduire le débit massique horaire de vapeur de chauffe nécessaire pour préchauffer le mélange, si on suppose que l'échangeur est adiabatique (les échanges se font sans perte de chaleur).
- 2.3. Préciser le mode de transfert de chaleur qui s'effectue à travers l'isolant du préchauffeur. A partir de la relation donnant l'expression du flux de chaleur traversant l'isolant du préchauffeur, calculer la perte d'énergie horaire produite au niveau de l'isolant.
- 2.4. Conclusion : peut-on considérer raisonnablement que le préchauffeur fonctionne sans perte de chaleur ?

DONNEES

- Mélange : masse volumique : $\rho = 9,4 \times 10^2 \text{ kg.m}^{-3}$
capacité thermique massique moyenne: $C = 3,0 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
- Relation de Bernoulli entre deux points A et B :
$$H_{MT} + \frac{P_A}{\rho g} + \frac{u_A^2}{2g} + z_A = \frac{P_B}{\rho g} + \frac{u_B^2}{2g} + z_B + J$$
- Accélération de la pesanteur : $g = 9,8 \text{ m.s}^{-2}$
- Expression du flux de chaleur traversant l'isolant du préchauffeur : $\Phi = \frac{\lambda \times S}{e} \times \Delta\theta$
avec : - coefficient de conductibilité thermique : $\lambda = 0,23 \text{ kJ.h}^{-1}.\text{m}^{-1}.\text{K}^{-1}$;
- surface moyenne de l'isolant : $S = 1,0 \text{ m}^2$;
- épaisseur de l'isolant : $e = 10 \text{ cm}$.
- Formule de Duperray : $P = (\theta/100)^4$ avec P : pression absolue en bar
 θ : température en °C
- Chaleur latente de vaporisation de l'eau pour le domaine de température considéré (en kJ.kg^{-1}) :
 $L_v = 2555 - 2,94 \times \theta$ avec θ : température en °C
- Capacité thermique massique moyenne de la vapeur d'eau : $c_v = 2,7 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
- Capacité thermique massique moyenne de l'eau liquide : $c_l = 4,2 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$

ANNEXE A RENDRE AVEC LA COPIE

hydroperoxyde de cumyle
provenant du pied de (2)



5/5

