

**BACCALAURÉAT TECHNOLOGIQUE - SESSION 2008**  
**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 à rendre avec la copie.  
Calculatrice autorisée.*

<b>TECHNOLOGIE ET SCHÉMA : PURIFICATION DE L'ACIDE ÉTHANOÏQUE</b>
---

**A- PRINCIPE**

Pour utiliser de l'acide éthanoïque (encore appelé acide acétique) initialement en solution aqueuse dans la fabrication de certains polymères, il est nécessaire de le purifier. Les températures d'ébullition de l'eau et de l'acide éthanoïque étant trop proches, l'acide est tout d'abord extrait du mélange par de l'éther isopropylique. Le mélange acide-éther alors obtenu est ensuite séparé par distillation (hétéroazéotropique).

**B- DESCRIPTION DU PROCÉDÉ**

Une solution à 20 °C (contenant de l'éther isopropylique, de l'acide éthanoïque et un peu d'eau) issue d'une colonne d'extraction (à ne pas représenter) est envoyée grâce à une pompe centrifuge **P1** à débit constant vers le milieu d'une colonne de rectification en continu **D1**, après préchauffage dans un échangeur à faisceau tubulaire **E1**. Cette solution circule à l'intérieur des tubes alors que, circule dans la calandre, à contre-courant, une partie du liquide sortant en pied de colonne **D1**. Après passage dans la calandre, ce liquide sera stocké dans un réservoir horizontal **R1** fonctionnant sous pression atmosphérique.

La colonne **D1** est une colonne à garnissage qui comporte deux tronçons ; elle fonctionne sous pression atmosphérique.

**D1** est munie d'un bouilleur **E2** (chauffé à la vapeur) qui est un échangeur à faisceau tubulaire vertical monté en thermosiphon. Une régulation permet de réguler le niveau de liquide en bas de colonne. Ce liquide (de l'acide éthanoïque considéré comme pur) sera envoyé dans la calandre de l'échangeur **E1** grâce à une pompe **P2**.

En tête de colonne, les vapeurs (contenant principalement de l'éther isopropylique et un peu d'eau) sont condensées dans un échangeur à faisceau tubulaire horizontal **E3**.

Le mélange liquide est séparé par décantation dans un décanteur horizontal **S** de type florentin, muni d'un col de cygne. La phase légère est récupérée par débordement de **S** dans un bac tampon **R2** avant d'être renvoyée en partie en tête de colonne **D1**, à l'aide d'une pompe centrifuge, afin d'assurer le reflux. L'autre partie est évacuée vers le reste de l'installation de façon à maintenir le niveau constant dans **R2**. La phase lourde sortant du col de cygne est recyclée vers la colonne d'extraction (à ne pas représenter).

**R2** est muni d'une régulation de niveau et d'une respiration sur laquelle on collectera les respirations du décanteur **S** et de l'échangeur **E3**.

Les pertes de charge de la colonne **D1** seront régulées par action sur le chauffage du bouilleur.

- L'éther isopropylique est toxique, volatil et inflammable.
- L'acide éthanoïque est volatil et toxique mais peu inflammable dans les conditions du procédé.

## **C- TRAVAIL DEMANDÉ**

### **I- Schéma**

Représenter sur l'annexe (**page 5/5** à rendre avec la copie) le schéma détaillé du procédé décrit précédemment (c'est-à-dire entre autres les appareils **D1**, **E1**, **E3**, **R1**, **R2** et **S**) en tenant compte des indications fournies, en indiquant les organes de mesures nécessaires et en respectant les règles de sécurité.

### **II- Cours**

1. En régulation, préciser la signification des termes « grandeur à régler », « consigne » et « grandeur réglante ».
2. Indiquer ce qu'est une régulation « tout ou rien ». Donner un exemple simple pour illustrer la réponse.
3. Préciser quel est l'intérêt qualitatif en régulation de mettre en œuvre une action proportionnelle-intégrale-dérivée « PID » plutôt que proportionnelle « P ». Détailler la réponse.
4. Indiquer quel est l'intérêt d'utiliser un purgeur lors de l'utilisation de vapeur d'eau de chauffe. Expliquer pourquoi il est ici nécessaire de placer un purgeur.

### **III- Exercices**

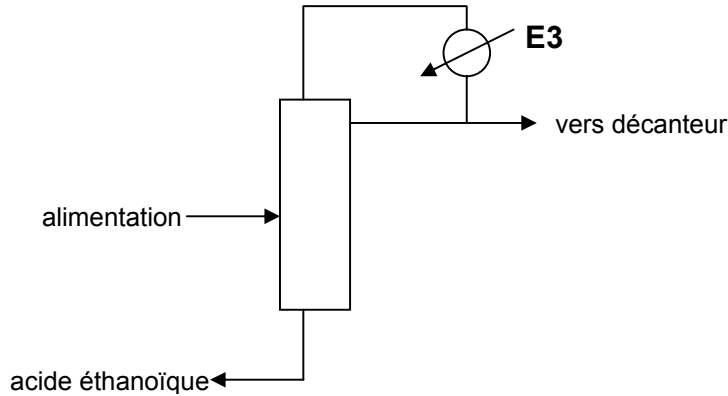
#### **1. Étude du col de cygne** (déversoir de phase lourde) du décanteur florentin **S**

Sachant que la hauteur totale  $H$  de phase liquide dans le décanteur fonctionnant sous pression atmosphérique est égale à 80 cm, calculer à quelle hauteur  $h$  (mesurée à partir du fond du décanteur) on devra faire remonter le col de cygne (déversoir de phase lourde) pour que l'interface entre les deux phases se stabilise à 35 cm du fond du décanteur. Un calcul détaillé est attendu.

Les masses volumiques de la phase lourde et de la phase légère sortant du décanteur **S** sont respectivement égales à  $1000 \text{ kg.m}^{-3}$  et  $720 \text{ kg.m}^{-3}$ .

## 2. Bilan matière sur la colonne D1

La solution qui alimente la colonne **D1** a un débit-masse de  $2,40 \times 10^3 \text{ kg.h}^{-1}$  et contient en masse 10,0 % d'acide éthanóique, 86,7 % d'éther isopropylique et 3,3 % d'eau.



**2.1.** Sachant que la totalité de l'acide éthanóique est récupérée en bas de colonne et que le résidu est de l'acide éthanóique pur, déterminer le débit-masse de solution d'acide soutirée en bas de colonne avant d'être envoyée dans **E1**.

**2.2.** En déduire le débit-masse de solution envoyée dans le décanteur ainsi que sa composition.

**2.3.** Sachant que le taux de reflux utilisé lors de la rectification est égal à 0,50, calculer le débit-masse du reflux en tête de colonne.

## 3. Bilan thermique sur le condenseur E3

Les vapeurs qui arrivent sur le condenseur **E3** avec un débit-masse de  $3,24 \times 10^3 \text{ kg.h}^{-1}$  se condensent sans se refroidir à la température de  $61 \text{ }^\circ\text{C}$ .

**3.1.** Calculer le flux de chaleur qu'il faut évacuer au condenseur ; donner le résultat en kW.

**3.2.** Sachant que l'eau de refroidissement rentre dans le condenseur **E3** à  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  et ressort à  $58 \text{ }^\circ\text{C}$ , déterminer en  $\text{kg.h}^{-1}$  le débit d'eau nécessaire à la condensation des vapeurs issues de la colonne **D1**.

**3.3.** La surface d'échange de **E3** est de  $6,0 \text{ m}^2$  : calculer le coefficient de transmission thermique globale  $K$  dans les unités du système international.

**3.4.** L'eau circule à l'intérieur de tubes de  $2,2 \text{ cm}$  de diamètre et de  $5,0 \text{ m}$  de long ; calculer alors le nombre de tubes de **E3** nécessaires pour réaliser cet échange.

**3.5.** Calculer en  $\text{m.s}^{-1}$  la vitesse de l'eau circulant dans les tubes de **E3**.

## DONNÉES

- Enthalpie massique de condensation des vapeurs dans **E3** :  $-371 \text{ kJ.kg}^{-1}$
- Enthalpie massique de vaporisation de l'eau à la température  $\theta$  (°C) :  
 $\Delta h_v = 2535 - 2,9 \times \theta$ , en  $\text{kJ.kg}^{-1}$
- Capacité thermique moyenne de l'eau :  $4,18 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
- Écart de température moyen logarithmique :  $\Delta\theta_{ml} = \frac{\Delta\theta_1 - \Delta\theta_2}{\ln\left(\frac{\Delta\theta_1}{\Delta\theta_2}\right)}$
- Masse volumique de l'eau :  $1,00 \times 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$   
(pour des températures comprises entre 20 °C et 60 °C)
- Température d'ébullition de l'acide éthanoïque : 118 °C  
(sous pression atmosphérique)

**ANNEXE (à rendre avec la copie)**

