

**BREVET TECHNICIEN SUPÉRIEUR  
CHIMISTE**

**Génie Chimique**

**Durée : 3 heures  
Coefficient : 3**

**Matériel autorisé :**

**Calculatrice de poche à fonctionnement autonome, sans imprimante et sans dispositif de communication externe (circulaire n° 99-186 du 16/11/99).**

**Dès que le sujet vous est remis, assurez-vous qu'il est complet.  
Le sujet comporte 6 pages, numérotées de 1 à 6.**

**L'annexe 3, page 6/6, est à rendre avec la copie.**

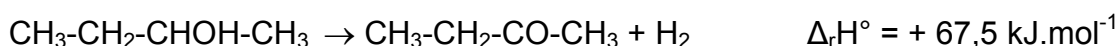
**Code sujet : CHGEN/N08**

La méthyléthylcétone, ou butanone (notée MEK) a un grand intérêt commercial. C'est un très bon solvant et elle intervient dans de nombreux procédés d'extraction. Ses propriétés sont utilisées dans le revêtement de surface, la fabrication de la cellulose et la production de résines acryliques et de polymères vinyliques.

Il existe trois principales méthodes de fabrication de la MEK : par synthèse à partir de gaz raffinés, par oxydation sélective de l'alcool butylique secondaire, et enfin par déshydrogénation du butan-2-ol, procédé le plus économique qui va être étudié par la suite.

### **A. Description du procédé** (cf. annexe 2, page 5/6)

La synthèse de la MEK s'opère par déshydrogénation du butan-2-ol en phase gazeuse, sous pression atmosphérique et à haute température (400 °C) :



Cette réaction endothermique est mise en œuvre dans un réacteur catalytique isotherme. La chaleur nécessaire à la réaction est apportée par un fluide caloporteur.

## **1. Unité de déshydrogénation du butan-2-ol**

### **1.1. Absorption**

Un courant constitué de butan-2-ol, d'eau et de MEK alimente une colonne d'absorption à garnissage **A** utilisée pour récupérer la MEK.

Le courant sortant en pied de la colonne d'absorption contenant la MEK, le butan-2-ol, l'eau et le dihydrogène, est envoyé par l'intermédiaire d'une pompe centrifuge **P1** dans un vaporiseur à faisceau tubulaire **E1** fonctionnant sous pression atmosphérique. La vapeur de chauffe circule dans la calandre de **E1** afin de réaliser l'évaporation. Les vapeurs sont ensuite surchauffées à pression atmosphérique jusqu'à 400 °C dans un échangeur à faisceau tubulaire **E2** par les gaz chauds provenant du réacteur **R**.

En tête de la colonne **A**, le mélange gazeux est envoyé vers un traitement non décrit ici.

### **1.2. Réaction / séparation gaz liquide**

Le réacteur **R** est un réacteur multitubulaire à lit fixe et isotherme, fonctionnant sous une pression de 1,50 bar. Un fluide caloporteur organique (une huile) circule dans la calandre du réacteur. La température et la pression dans le réacteur sont régulées.

L'effluent réactionnel sortant du réacteur est refroidi dans l'échangeur **E2** avant d'être introduit dans un condenseur partiel à faisceau tubulaire **E3** refroidi par de la saumure.

Le courant sortant de **E3** alimente un séparateur gaz-liquide **S** :

- la phase gazeuse constituée de la totalité du dihydrogène et d'une partie de la MEK produite dans le réacteur, alimente la colonne d'absorption ;
- la phase liquide contenant la MEK condensée, l'eau et le butan-2-ol n'ayant pas réagi, est envoyée, par l'intermédiaire d'une pompe centrifuge, vers l'unité de purification de la MEK.

## 2. Unité de purification de la MEK (à ne pas représenter)

Cette unité permet la récupération du butan-2-ol n'ayant pas réagi. Elle comporte deux colonnes de distillation :

- la colonne **D1** permet la récupération de la MEK en tête.
- le résidu de **D1** alimente une colonne **D2** dont le distillat est constitué de butan-2-ol que l'on recycle à l'entrée du procédé.

Le butan-2-ol bout à 99,5 °C sous pression atmosphérique ; c'est un produit inflammable et nocif par inhalation.

La MEK bout à 79,0 °C sous pression atmosphérique ; c'est un produit très inflammable, irritant pour les yeux et les voies respiratoires.

Le dihydrogène est un gaz très inflammable.

### B. Schéma

Représenter, à l'aide des normes fournies, le schéma de cette installation correspondant à l'unité de déshydrogénation du butan-2-ol. L'unité de purification de la MEK ne sera pas représentée. On inclura tous les éléments de sécurité et de régulation permettant un fonctionnement correct de l'installation.

### C. Exercices (les trois exercices sont indépendants)

#### 1. Le réacteur catalytique

Le réacteur utilisé est un réacteur multitubulaire à lit fixe. La réaction est endothermique ; elle a lieu sous une pression de 1,50 bar et à une température de 400 °C. Le flux thermique à fournir au milieu réactionnel sera apporté par un fluide caloporteur organique.

Les débits molaires des courants d'entrée et de sortie du réacteur sont donnés dans le tableau en **annexe 1, page 5/6**.

**1.1.** Calculer le flux thermique à fournir au réacteur pour assurer son fonctionnement isotherme.

**1.2.** Le réacteur est constitué de tubes dans lesquels est réparti le catalyseur.

Montrer que le réacteur doit contenir environ  $1,04 \times 10^3$  tubes.

**1.3.** Calculer la vitesse des réactifs dans les tubes. Les débits molaires des courants à l'entrée et à la sortie étant différents, on se basera pour le calcul sur le débit moyen :  $101 \text{ kmol.h}^{-1}$ .

Calculer le nombre de Reynolds dans les tubes. En déduire le régime d'écoulement.

**Données:** Température du fluide caloporteur à l'entrée : 450 °C  
Température du fluide caloporteur à la sortie : 440 °C  
Coefficient global d'échange entre le milieu réactionnel et le fluide caloporteur (calculé par rapport à la surface interne des tubes) :  $K = 128 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$   
Masse volumique du mélange réactionnel :  $1,66 \text{ kg.m}^{-3}$   
Viscosité du mélange réactionnel :  $1,60 \times 10^{-5} \text{ Pa.s}$   
Diamètre intérieur des tubes :  $d_i = 44,0 \text{ mm}$   
Longueur des tubes :  $L = 1,00 \text{ m}$   
Constante des gaz parfaits :  $R = 8,31 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$

## 2. Étude de la colonne d'absorption

La colonne d'absorption à garnissage permet la récupération de la MEK. Le mélange gazeux entrant à la base de la colonne est constitué de MEK et de dihydrogène.

Le solvant envoyé en tête de colonne est un mélange de butan-2-ol et d'eau. Il contient un peu de MEK (fraction molaire en MEK : 0,60 %).

Lors de l'extraction, on ne tient pas compte de la dissolution du dihydrogène dans le liquide ni de la vaporisation du butan-2-ol et de l'eau.

Le débit total de liquide sortant de la colonne (mélange de MEK, butan-2-ol et eau) est de  $78,6 \text{ kmol.h}^{-1}$ . Sa fraction molaire en MEK est égale à 6,00 %.

Le débit molaire de gaz sortant (mélange de dihydrogène et de MEK) est égal à  $45,0 \text{ kmol.h}^{-1}$ . Sa fraction molaire en MEK est égale à 0,14 %.

**2.1.** Calculer le débit molaire de liquide entrant dans la colonne d'absorption. En déduire le débit molaire de gaz à l'entrée de la colonne d'absorption ; montrer que la fraction molaire en MEK est d'environ 9 % dans ce gaz.

**2.2.** Donner l'équation de la droite opératoire et déterminer graphiquement le nombre d'étages théoriques de la colonne.

La hauteur équivalente à un plateau théorique étant de 0,60 m, en déduire la hauteur de garnissage dans la colonne.

**Données:** courbe de partage de la MEK (**annexe 3, page 6/6, à rendre avec la copie**).

## 3. Étude de la colonne de distillation D1

La phase liquide provenant du séparateur gaz-liquide alimente la colonne de distillation **D1**. Le distillat obtenu (débit  $D = 42,0 \text{ kmol.h}^{-1}$ ) est de la MEK pure.

Pour l'alimentation du séparateur, on se reportera à l'**annexe 1, page 5/6**.

### 3.1. Bilan matière

**3.1.1.** Dans cette question le débit de gaz sortant du séparateur vers la colonne d'absorption est pris égal à  $49,3 \text{ kmol.h}^{-1}$  et sa fraction molaire en MEK à 9,0 %. Déterminer le débit molaire d'alimentation de **D1** et sa fraction molaire en MEK.

**3.1.2.** Calculer le débit molaire du résidu et sa fraction molaire en MEK.

**3.1.3.** Déterminer le rendement de la récupération en MEK sur la colonne **D1**.

### 3.2. Bilan énergétique

La colonne **D1** est supposée adiabatique.

**3.2.1.** Calculer la puissance thermique à évacuer au condenseur. On considère qu'il n'y a pas de refroidissement du condensat.

**3.2.2.** Calculer la puissance thermique à fournir au bouilleur.

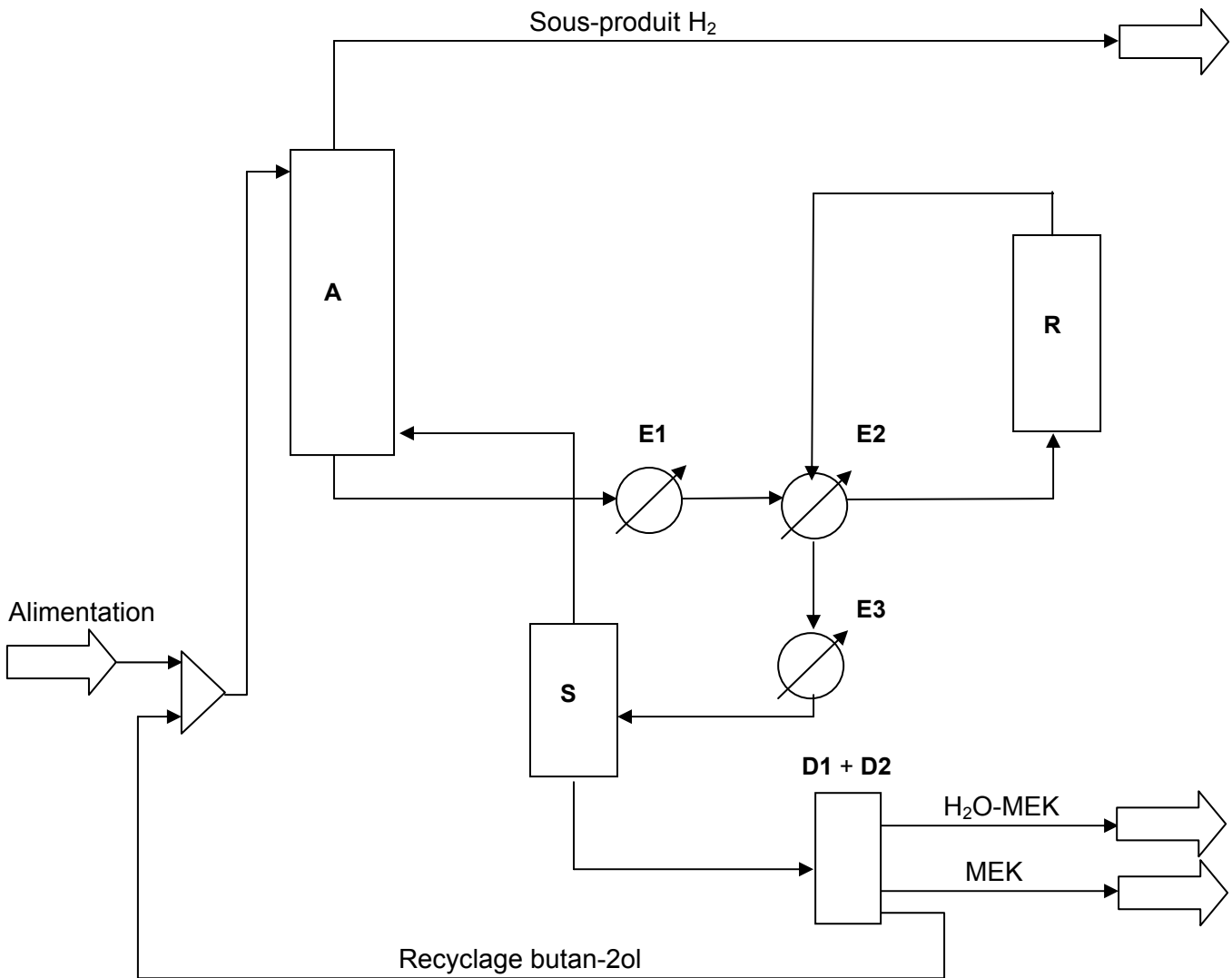
### Données

- Taux de reflux :  $R = 2,0$
- Enthalpie molaire de vaporisation de la MEK à  $79 \text{ °C}$  :  $L_V = 31,7 \text{ kJ.mol}^{-1}$
- Enthalpie molaire du courant d'alimentation :  $h_A = 1,60 \text{ kJ.mol}^{-1}$
- Enthalpie molaire du distillat :  $h_D = 4,80 \text{ kJ.mol}^{-1}$
- Enthalpie molaire du résidu :  $h_B = 6,50 \text{ kJ.mol}^{-1}$

**Annexe 1** : débits des courants en entrée et sortie du réacteur R

Constituants	Débits entrée réacteur (kmol.h <sup>-1</sup> )	Débits sortie réacteur (kmol.h <sup>-1</sup> )
butan-2-ol	73,3	29,3
MEK	4,80	48,8
eau	0,45	0,45
dihydrogène	0,09	44,1
<b>courant</b>	<b>78,6</b>	<b>123</b>

**Annexe 2** : unité de production de la MEK



**NB** : L'ensemble **D1 + D2** représente l'unité de purification de la MEK constituée de **deux** colonnes de distillation.

**Annexe 3 (à rendre avec la copie) : courbe de partage de la MEK**

X, rapport (ou teneur) molaire de la MEK / non volatils dans la phase liquide ;  $X = \frac{n_{MEK}}{n_{eau} + n_{butan-2-ol}}$

Y, rapport (ou teneur) molaire en MEK dans la phase gazeuse ;  $Y = \frac{n_{MEK}}{n_{H_2}}$

