

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.

DISTILLATION AZÉOTROPIQUE DE L'ÉTHANOL

A - PRINCIPE DU PROCÉDÉ

Le binaire eau – éthanol est particulièrement délicat à séparer du fait de la présence d'un azéotrope. Or, certaines utilisations demandent un degré de pureté de l'alcool plus important, comme par exemple l'usage comme additif dans l'essence.

Le principe de la distillation azéotropique hétérogène est couramment utilisé pour séparer des mélanges non idéaux. Dans cette technique, un "entraîneur" (appelé également "tiers corps") qui est ici le cyclohexane permet de former un azéotrope ternaire à température d'ébullition minimale. Ainsi, dans une colonne alimentée avec un mélange donné de ces trois constituants, en pied de colonne est obtenu l'un des trois corps pur, ici l'éthanol, et en tête de colonne est obtenu un mélange proche de l'azéotrope ternaire.

Ensuite, une seconde colonne à distiller va permettre de purifier l'eau et de recycler l'entraîneur (cyclohexane).

B - DESCRIPTION DU PROCÉDÉ

Première étape : séparation par distillation de l'éthanol pur

Le mélange d'alimentation eau-éthanol entre à débit constant aux deux tiers de la colonne **D1**, qui est une colonne de rectification à garnissage à deux tronçons fonctionnant à la pression atmosphérique. Une alimentation d'appoint en cyclohexane est introduite en tête de la colonne **D1**.

En pied de colonne **D1**, le liquide est maintenu à ébullition par un bouilleur à faisceau tubulaire monté en thermosiphon **E1**. Le débit de vapeur de chauffe utilisée par le thermosiphon régule la pression différentielle entre le pied et la tête de la colonne **D1**. L'éthanol pur obtenu comme résidu dans la colonne **D1** est dirigé par une pompe centrifuge vers un réservoir (à ne pas représenter). Le niveau de liquide en pied de **D1** est régulé.

En tête de colonne **D1**, l'hétéroazéotrope formé (eau-éthanol-cyclohexane) est condensé grâce à un échangeur à faisceau tubulaire horizontal **E2**. Le débit d'eau de refroidissement régule la température de sortie de l'eau de refroidissement.

Deuxième étape : décantation

Ces condensats sont ensuite dirigés vers un décanteur florentin **S**. La phase légère (mélange cyclohexane-éthanol) est évacuée par débordement et constitue le reflux de la colonne **D1** tandis que la phase lourde (mélange cyclohexane-eau-éthanol) s'écoule dans un réservoir **R**. Le niveau de l'interface est maintenu constant grâce au système du florentin.

Troisième étape : Séparation par distillation de l'eau et recyclage du cyclohexane

À partir d'une pompe centrifuge en charge sous le réservoir **R**, dont le niveau est régulé, ce mélange est envoyé dans un échangeur à faisceau tubulaire **E3** afin d'y être préchauffé. Cet échangeur est alimenté en vapeur d'eau, dont le débit permet de réguler la température du mélange avant son alimentation au milieu de la colonne **D2**.

La colonne **D2** est une deuxième colonne de rectification à garnissage à deux tronçons fonctionnant sous pression atmosphérique. Le bouilleur de la colonne **D2** est constitué d'un échangeur à faisceau tubulaire **E4** monté en thermosiphon. Le chauffage s'effectue grâce à de la vapeur d'eau dont le débit régule la pression différentielle entre le pied et la tête de la colonne **D2**. Le résidu de **D2** est constitué par de l'eau pratiquement pure envoyée par pompe centrifuge à un traitement (à ne pas représenter). Le niveau de liquide en pied de **D2** est régulé. En tête de la colonne **D2**, les vapeurs de l'hétéroazéotrope ternaire sont condensées dans un condenseur à faisceau tubulaire **E5** horizontal. Les condensats sont ensuite dirigés en partie en tête de colonne **D2**, ce qui constitue le reflux, dont le débit régule la température de tête de colonne. Le reste des condensats est renvoyé vers la colonne **D1**, se mélangeant ainsi à l'alimentation du décanteur florentin **S**.

C - DONNÉES SUR LES PRODUITS

- **Éthanol** : produit volatil et facilement inflammable.
- **Cyclohexane** : Produit volatil, facilement inflammable, nocif et dangereux pour l'environnement.

D - TRAVAIL DEMANDÉ

I – Schéma

En tenant compte des descriptions des appareils utilisés et du procédé, ainsi que des données ci-dessus, compléter le schéma de la fabrication (**annexe page 5/5, à rendre avec la copie**) en représentant les appareils et les accessoires nécessaires au bon fonctionnement et à la sécurité.

II - Cours

1. Les colonnes de rectification **D1** et **D2** utilisées sont des colonnes à garnissage. Citer et décrire un type de garnissage. Préciser également le rôle du garnissage.
2. Le décanteur **S** utilisé est un décanteur de type florentin. À l'aide d'un schéma légendé, donner le principe de fonctionnement du décanteur continu de type florentin. Expliquer pourquoi l'alimentation du décanteur doit se faire de préférence au niveau de l'interface. Indiquer quelle régulation aurait pu remplacer l'évacuation de la phase lourde par le système du florentin.

III - Exercices

1. Étude du décanteur

Sachant que la hauteur totale de liquide dans le décanteur florentin est de 1,4 m, déterminer à quelle hauteur doit remonter le déversoir de la phase lourde (col de cygne) pour que l'interface entre les deux phases se stabilise à 50 cm du fond du décanteur.

Les masses volumiques de la phase légère et de la phase lourde sont respectivement égales à $\rho_1 = 7,8 \times 10^2 \text{ kg.m}^{-3}$ et $\rho_2 = 8,1 \times 10^2 \text{ kg.m}^{-3}$.

Remarque : les hauteurs sont toutes mesurées à partir du fond du décanteur et on suppose que les vitesses des fluides de circulation sont suffisamment faibles pour appliquer le principe de la statique des fluides.

2. Étude de la pompe

La pompe en charge sous le réservoir **R** contenant la phase lourde, dont le niveau est régulé, permet d'alimenter la colonne **D2** avec un débit de $4,6 \times 10^3 \text{ kg.h}^{-1}$. Le réservoir **R** et la colonne **D2** sont placés sous la pression atmosphérique. La canalisation de diamètre intérieur constant égal à 4,0 cm est longue de 40 m et présente trois coudes, deux vannes et un clapet anti-retour.

La dénivellation entre le niveau dans le réservoir **R** et l'entrée dans la colonne **D2** est de 12 m.

2.1 Calculer la perte de charge totale J .

2.2 Calculer la vitesse de circulation du fluide à l'entrée de la colonne **D2**.

2.3 Calculer la hauteur manométrique totale de la pompe.

2.4 Calculer la puissance électrique consommée par la pompe, sachant que le rendement de la pompe est de 62 %.

3. Étude du préchauffeur E3

De la vapeur saturante sous 4,0 bar absolu est utilisée pour préchauffer, dans l'échangeur à faisceau tubulaire **E3**, avant distillation, $4,6 \times 10^3 \text{ kg.h}^{-1}$ du mélange contenu dans le réservoir **R**, pris initialement à 22 °C, jusqu'à la température de 92 °C. Les deux fluides circulent à contre-courant.

3.1 Montrer que la puissance thermique reçue par le mélange est égale à $1,29 \times 10^6 \text{ kJ.h}^{-1}$.

3.2 Sachant que la vapeur de chauffe sort du purgeur juste après condensation, et en considérant que le système est adiabatique (pas de pertes thermiques), calculer le débit-masse de vapeur d'eau nécessaire au préchauffage.

3.3 Calculer la surface d'échange. En déduire le nombre de tubes de l'échangeur.

DONNÉES

- Masse volumique de la phase légère : $\rho_1 = 7,8 \times 10^2 \text{ kg.m}^{-3}$
- Masse volumique de la phase lourde : $\rho_2 = 8,1 \times 10^2 \text{ kg.m}^{-3}$
- Accélération due à la pesanteur : $g = 9,8 \text{ m.s}^{-2}$
- Théorème de Bernoulli appliqué entre deux sections S_A et S_B :

$$H_{mt} + \frac{p_A}{\rho \cdot g} + \frac{v_A^2}{2g} + z_A = \frac{p_B}{\rho \cdot g} + \frac{v_B^2}{2g} + z_B + J$$

- Perte de charge régulière : 4,0 cm de hauteur de fluide par mètre de canalisation
- Longueur équivalente pour une vanne : 0,5 m de canalisation droite
- Longueur équivalente pour un coude : 1,5 m de canalisation droite
- Longueur équivalente pour un clapet anti-retour : 7,0 m de canalisation droite
- Formule empirique de Duperray :

$$p = \left(\frac{\theta}{100} \right)^4 \quad \text{avec } p, \text{ pression absolue en bar et } \theta, \text{ température en } ^\circ\text{C}$$

- Enthalpie massique de vaporisation de l'eau pour le domaine de température considéré (en kJ.kg^{-1}) : $\Delta h_v = 2535 - 2,9 \times \theta$, avec θ : température en $^\circ\text{C}$
- Capacité thermique massique du mélange (phase inférieure décantée) : $4,0 \text{ kJ.kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
- Coefficient de transmission thermique globale : $K = 5,4 \times 10^2 \text{ W.m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$
- Écart de température moyen logarithmique : $\Delta\theta_{ml} = \frac{\Delta\theta_1 - \Delta\theta_2}{\ln\left(\frac{\Delta\theta_1}{\Delta\theta_2}\right)}$
- Diamètre d'un tube du préchauffeur **E3** : $d = 2,0 \text{ cm}$
- Longueur d'un tube du préchauffeur **E3** : $L = 2,0 \text{ m}$

ANNEXE (À RENDRE AVEC LA COPIE)

