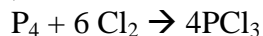


BAC BLANC 2004
Epreuve de génie chimique
Durée 3h

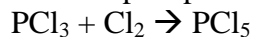
FABRICATION DU TRICHLORURE DE PHOSPHORE

A) PRINCIPE

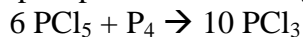
Le trichlorure de phosphore est obtenu par action du chlore sur du phosphore blanc, en continu, suivant la réaction :



Le milieu réactionnel est constitué par le trichlorure de phosphore déjà formé qui dissout partiellement le phosphore. Il se forme simultanément du pentachlorure de phosphore :



Mais le phosphore dissous réagit à son tour suivant la réaction :



Une distillation en continu permet de séparer le trichlorure de phosphore produit

B) DESCRIPTION DU PROCEDE

Réaction

La réaction est réalisée en continu dans le réacteur **A1** équipé d'une double enveloppe. La réaction est très fortement exothermique. Un débit d'eau de refroidissement permet de limiter l'ébullition du mélange. Le réacteur fonctionne à pression atmosphérique. Il est équipé d'une mesure de température.

Alimentation en chlore

Le chlore arrive sous forme liquide à $-20^{\circ}C$ et 0.6 Bar relatif. Il est préchauffé jusqu'à une température de $20^{\circ}C$ dans un échangeur tubulaire vertical **E1**. Le fluide procédé est coté tubes la vapeur de chauffe coté calandre. Le chlore gazeux est ensuite détendu jusqu'à 0.1 bar. Finalement il est introduit dans le réacteur par une rampe de pulvérisation.

Alimentation en phosphore

Le phosphore liquide est réchauffé dans une cuve **B1** munie d'une double enveloppe. La température est réglée par le débit d'eau chaude. Le phosphore est ensuite introduit par une pompe centrifuge **P1**. Le débit est régulé constant.

Distillation

La distillation est effectuée dans une colonne garnie **D1** située au-dessus du réacteur. Les vapeurs sont condensées et refroidies jusqu'à $60^{\circ}C$ dans un échangeur tubulaire **E2**. Le débit d'eau de refroidissement règle la température de sortie de condensat.

Le reflux passe par un bac tampon **B2**. Le trichlorure de phosphore produit est éliminé par surverse avant d'être stocké dans une citerne **B3**.

La température du sommet de colonne est réglée par le débit de reflux.

La différence de pression entre le sommet et le bas de la colonne est réglée par le débit d'eau de refroidissement sur la double enveloppe de **A1**

Données

Cl_2 et PCl_3 sont toxiques – PCl_3 réagit très violemment avec l'eau

PCl_3 est plus volatile que PCl_5 .

C) TRAVAIL DEMANDE

I-Schéma

Sur une feuille de bristol au format A4, représenter l'installation décrite ci-dessus, en respectant les règles de sécurité, et en assurant le bon fonctionnement de l'installation. (Seules les boucles de régulations décrites sont à représenter)

II- Cours

- 1- A l'aide d'un dessin fonctionnel décrire le fonctionnement d'une pompe volumétrique.
- 2- On considère la régulation effectuée au condenseur E2 de la colonne. Identifier la grandeur réglante, la grandeur réglée et la consigne.
- 3- La colonne D1 sépare le PCl_3 du PCl_5 . Un mélange riche en PCl_3 est distillé, un mélange riche en PCl_5 est renvoyé dans le réacteur. Comment évoluent les températures et les compositions des deux phases le long de la colonne ?

III- Exercices

1) pompes

Le condenseur E2 est alimenté en eau à un débit de $3 \text{ m}^3/\text{h}$ par la pompe P2 non représentée sur le schéma.

L'eau est pompée dans un puits, le niveau de l'eau est constant à moins 5 mètres. La pompe est placée au niveau du sol. La tubulure d'aspiration comprend un coude et un clapet de pied avec crépine. Sa longueur totale est de 20m.

Le retour à l'égout du condenseur est situé à 12 m de hauteur. La tubulure de refoulement mesure une longueur totale de 30m et possède 4 coudes, un clapet, une vanne et un diaphragme de mesure de débit.

Le condenseur impose une perte de charge de 2 m de fluides

Les longueurs équivalentes des différents obstacles sont (en mètre de canalisation)

| | |
|------------|------------------------|
| Coude | 0.70 m de canalisation |
| Clapet | 3 m de canalisation |
| Diaphragme | 0.4 m de canalisation |
| Vanne | 1 m de canalisation |
| Crépine | 25 m de canalisation |

Le diamètre de la canalisation est de 1 pouce c'est à dire de 2.54 cm

Le puits et l'égout sont à pression atmosphérique.

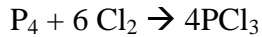
La perte de charge linéique est de 0.05 m de fluide par mètre de canalisation.

- a) Calculer la vitesse du fluide dans la canalisation.
- b) Calculer les pertes de charge à l'aspiration.
- c) Calculer les pertes de charge au refoulement.
- d) Calculer la hauteur manométrique totale de la pompe (en ne négligeant pas le terme de pression cinétique).

- e) Calculer la pression à l'entrée de la pompe.
- f) Calculer le NPSH disponible à l'entrée de la pompe
- g) Le NPSH requis est de 2 mcl. La pompe fonctionne t'elle correctement?

2) réacteur

L'équation bilan de la synthèse de PCl_3 est la suivante



Le rendement de la réaction est pratiquement de 100% et la stoechiométrie est respectée.

- a) Calculer les débits massiques de chlore et de phosphore nécessaires à la production de 1 t/h de trichlorure de phosphore.
- b) En considérant le chlore comme un gaz parfait calculer son débit volumique après le détendeur (0.1 bar effectif et 20°C).

3) distillation

Une vapeur, mélange de PCl_3 et PCl_5 , s'élève au dessus du réacteur. On suppose que l'on travaille à reflux total et que la courbe de distribution PCl_3 - PCl_5 est identique à celle donnée en annexe 1.

- a) Tracer la droite opératoire à reflux total.
- b) Déterminer graphiquement le nombre d'étages théoriques pour obtenir un distillat de PCl_3 à 99 % molaire (98.5% massique) en partant d'un mélange réactionnel à 17 % molaire (12% massique) en PCl_3 .
- c) La colonne comporte cinq éléments de garnissages de 0.87 m chacun, calculer la HEPT du garnissage dans les conditions du reflux total.

Formulaire

| | |
|---|------------------------------|
| Pression atmosphérique | $P_a = 10^5 \text{ Pa}$ |
| Pression vapeur saturante de l'eau à 20°C | $P^\circ = 2368 \text{ Pa}$ |
| Masse volumique de l'eau | $\rho = 1000 \text{ kg/m}^3$ |

Relation de Bernouilli généralisée appliquée de A vers B

$$(P_a - P_b) / \rho + (u_a^2 - u_b^2) / 2 + (h_a - h_b) - J + H_{mt} = 0 \quad \text{en m}_{cl}$$

$$\text{NPSH}_{\text{disponible}} = (P_{\text{aspiration}} - P_{\text{vap}}) / \rho \cdot g$$

Loi des gaz parfaits : $P V = n R T$ avec $R = 8.31 \text{ S.I.}$

| | |
|-----------------|--------------------------------------|
| Masses molaires | $\text{Cl}_2 = 71 \text{ g/mol}$ |
| | $\text{P}_4 = 124 \text{ g/mol}$ |
| | $\text{PCl}_3 = 137.5 \text{ g/mol}$ |
| | $\text{PCl}_5 = 208.5 \text{ g/mol}$ |

Accélération de la pesanteur : $g = 9.81 \text{ m/s}^2$

Annexe 1 (àagrafer avec une copie anonyme)

Courbe de distribution PCI 3 - PCL5

