

BTS SESSION 1983 – 4h – Coefficient 3**PREPARATION DU SULFATE D'AMMONIUM****I - QUESTIONS DE COURS. — MESURE DES DÉBITS**

I.1 - Définir le débit d'un liquide dans une canalisation.

I.2 - Principe et schéma d'un dispositif Venturi. Établir l'expression du débit en fonction des diamètres, de la masse volumique du liquide et de la dépression provoquée.

Application :

Une canalisation de 8 cm de diamètre est parcourue par un liquide de densité 1,8. Un venturi dont la section contractée a un diamètre de 4 cm, est muni d'un manomètre différentiel à mercure sur lequel on lit une différence de niveau de 2 cm. Quel est le débit du liquide dans la canalisation?

Densité du mercure 13,6 $g = 9,81 \text{ m.s}^{-2}$.

II - EXERCICE (les trois parties de cet exercice sont indépendantes)

II.1 - Un évaporateur à simple effet chauffé à la vapeur sous 7 bars est alimenté en continu avec une solution aqueuse de nitrate de sodium de titre massique 15 % à la température d'ébullition égale à 105 °C. On désire obtenir un concentrât de 2 tonnes à l'heure de titre massique 60 %.

II.1.1 - Quelle est la masse horaire de solution fournie à l'évaporateur ?

II.1.2 - Quelle est la surface de l'évaporateur, son coefficient global de transfert étant 1 500 $\text{kJ.h}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{K}^{-1}$?

II.1.3 - Quel est le débit massique horaire de vapeur, sous 7 bars, consommé?

On rappelle les relations (on admettra leur validité pour la solution proposée) :

$$L = 2535 - 2,9 t \quad P = \left(\frac{t}{100} \right)^4$$

L : Chaleur latente d'évaporation de l'eau en kJ.kg^{-1} .

t : Température en °C.

P : Pression en bar.

II.2 - Le concentrât précédent est cristallisé à 10 °C. Quelle masse horaire de cristaux non hydratés obtient-on?

La solubilité du nitrate de sodium à 10 °C est 80 g de NaNO_3 pour 100 g d'eau.

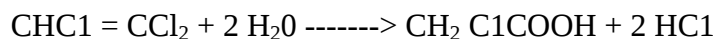
II.3 - Les cristaux précédents sont filtrés. Leur humidité rapportée à l'unité de masse de solide anhydre est de 30 %.

Après séchage l'humidité par rapport au solide anhydre est 5 %. Quelle masse de cristaux séchés obtient-on à partir d'une tonne de cristaux filtrés?

III - SCHÉMA

Fabrication de l'acide monochloracétique en continu.

L'acide monochloracétique CH_2ClCOOH peut être obtenu par hydrolyse du trichloréthylène en présence d'acide sulfurique comme catalyseur suivant la réaction globale :



Cette réaction exothermique est réalisée dans un réacteur où l'on maintient la température à 140 °C.

Le chlorure d'hydrogène formé est traité à contre courant par le trichloréthylène servant à la réaction dans une colonne de lavage. Cette opération a pour but d'éviter l'entraînement d'acide monochloracétique et de trichloréthylène par le fort débit gazeux de chlorure d'hydrogène produit.

Le rendement de cette réaction est de l'ordre de 90 % par rapport au trichloréthylène compte tenu du bref temps de séjour des réactifs dans le réacteur. Aussi se trouve-t-on à la sortie avec un mélange liquide comprenant :

- de l'acide monochloracétique : 46 % en masse;
- de l'acide sulfurique : 47 % en masse;
- du trichloréthylène qui n'a pas réagi : 7 % en masse.

Ce mélange est dirigé vers une colonne de rectification travaillant en continu sous vide, afin de récupérer en pied l'acide sulfurique et en tête un mélange d'acide monochloracétique et de trichloréthylène.

La séparation de ces deux constituants se fait dans une colonne de rectification sous pression atmosphérique qui n'est pas à représenter.

TRAVAIL DEMANDE (à réaliser sur copies quadrillées modèles 5 * 5)

III.1 - Réaction

Réacteur agité à double enveloppe où l'on maintient la température à 140 °C par une circulation d'eau :

- l'acide sulfurique provenant en majeure partie du recyclage est introduit à 140 °C dans le réacteur;
- l'eau servant à l'hydrolyse pénètre dans le réacteur à la température ambiante;
- le trichloréthylène nécessaire à la réaction est introduit dans le réacteur après passage dans la colonne de lavage.

III.2 - Colonne de lavage

C'est une colonne garnie d'anneaux de raschig placée au-dessus du réacteur d'hydrolyse. Avant de rentrer dans cette colonne, les gaz sortant du réacteur sont refroidis à 80 °C par de l'eau circulant à l'intérieur des tubes d'un échangeur à faisceau tubulaire horizontal (gaz dans la calandre)

Le trichloréthylène stocké en citerne est introduit dans cette colonne à la température ambiante par l'intermédiaire d'une pompe centrifuge montée en charge. Au cours de sa circulation dans la colonne le trichloréthylène s'échauffe tout en refroidissant le chlorure d'hydrogène à 60°C environ. A sa sortie de la colonne de lavage le chlorure d'hydrogène passe dans un condenseur partiel où on le refroidit à - 50 °C par un fluide frigorigère afin de piéger le trichloréthylène entraîné et de le retourner dans la colonne. On ne représente ni le circuit du frigorigère ni la récupération du chlorure d'hydrogène après le condenseur.

III.3 - Rectification en continu du mélange sortant du réacteur

Cette opération s'effectue dans une colonne à plateaux perforés travaillant sous 66 mbar. On récupère en pied l'acide sulfurique que l'on recyclera vers le réacteur et en tête le mélange acide monochloracétique trichloréthylène contenant 10 % de trichloréthylène (pourcentage masse).

Cette colonne sera équipée d'un bouilleur à faisceau tubulaire monté en thermosiphon et chauffé par un fluide thermique (gilotherm ALD par exemple) dont on représentera le circuit. (L'utilisation de la vapeur n'étant pas recommandée dans ce cas car pour obtenir 207 °C en pied de colonne il faudrait une vapeur saturante sous 30 bars minimum.).

Le distillat sera stocké à la pression atmosphérique sans refroidissement (risques de cristallisation) en attente de rectification pour séparer l'acide monochloracétique et le trichloréthylène. Cette dernière, séparation n'est pas à représenter.

Le candidat devra en outre mettre en place tous les organes de contrôle, de sécurité, de mise en mouvement des fluides, et de régulation qu'il jugera nécessaires pour le bon fonctionnement de l'installation.

Données :

- Trichloréthylène :

Température d'ébullition sous 1 bar : 87 °C; Température de fusion : - 87 °C.

- Mélange acide monochloracétique - trichloréthylène à 10 % massique en trichloréthylène

Température d'ébullition sous 1 bar : 162 °C;

Température d'ébullition sous 66 mbar : 68 °C.

- Thermofluide -gilotherm –ALD :

Température maximale d'utilisation en phase liquide : 310 °C ;

Température d'ébullition sous 1 bar : 342 °C.

- Acide monochloracétique :

Température d'ébullition sous 1 bar : 190 °C;

Température d'ébullition sous 66 mbar : 115 °C;

Point de fusion sous 1 bar : 63 °C.

- Acide sulfurique 95 % :

Température d'ébullition sous 1 bar : 290 °C;

Température d'ébullition sous 66 mbar : 207 °C.