

BTS SESSION 1993 – 2h – Coefficient 3

Technologie – Génie chimique – Schéma

REDUCTION DE LA PENTAN-3-ONE EN PENTAN-3-OL

I - PROCEDE

I.1 - Réaction

La pentan-3-one est réduite par le borohydrure de sodium en milieu basique. Dans une cuve agitée au sol A_1 , on a réalisé, à l'abri de l'air, le mélange d'une solution de soude à 10 % et de borohydrure de sodium. On soutire ce mélange et on l'achemine dans un réacteur A_2 par pompe centrifuge en charge (on ne représentera pas la cuve A_1 et la pompe).

La pentan-3-one, en solution dans de l'éthanol (préparation de la solution à ne pas représenter), se trouve dans un doseur situé au-dessus du réacteur A_2 .

On coule doucement cette solution sous agitation en maintenant la température constante par circulation d'eau froide dans la double enveloppe du réacteur.

Quand la réaction est terminée, on introduit du carbonate de potassium sous vive agitation dans le réacteur par l'intermédiaire d'une trémie.

I.2 - Soutirage et décantation

Le contenu du réacteur A_2 est soutiré et dirigé vers un décanteur D_1 . La décantation se fait en continu. La phase organique, légère, est soutirée par trop plein et envoyée vers une colonne de lavage D_3 (à ne pas représenter). La phase aqueuse, lourde, est acheminée par pompe centrifuge en charge à la tête d'une colonne d'extraction D_2 . Le débit de soutirage de la phase aqueuse est asservi au niveau de l'interface dans le décanteur D_1 .

I.3 - Extraction

Le pentan-3-ol restant dans la phase aqueuse est extrait dans la colonne à garnissage D_2 . On injecte en pied de colonne de l'éther diéthylique qui circule donc à contre-courant de la phase aqueuse. Le débit d'entrée de la phase étherée est régulé par le débit d'entrée de la phase aqueuse en tête de colonne. Les eaux résiduelles sortant en pied de colonne sont évacuées. La phase étherée sortant en tête de colonne est dirigée vers la colonne de lavage D_3 .

I.4 - Lavage, séchage, distillation

Les phases organiques provenant du décanteur D_1 et de la colonne d'extraction D_2 sont réunies et lavées dans une colonne D_3 . Elles sont ensuite séchées dans une colonne D_4 , puis introduites dans une colonne à distiller D_5 .

On procède alors à une distillation fractionnée pour finalement récupérer le pentan-3-ol pur (qui passe après l'éther et l'éthanol).

I.5 - Données

- Borohydrure de sodium : très caustique, réaction brutale avec l'eau acidulée.
- Ethanol : inflammable : $T = 78,5^{\circ}\text{C}$, soluble dans l'eau et dans l'éther.
- Pentan-3-one : inflammable : $T = 101,7^{\circ}\text{C}$, soluble dans l'eau et dans l'éthanol, insoluble dans l'éther.

$$M = 86\text{g.mol}^{-1}$$

- Pentan-3-ol : inflammable : $T = 116,1^{\circ}\text{C}$, soluble dans l'éther et dans l'éthanol, peu soluble dans l'eau. - **Vapeurs irritantes pour les yeux et les voies respiratoires.**

$$M = 88\text{ g.mol}^{-1}$$

II - Questions

II.1 - Schéma

Réaliser le schéma de procédé (format A4) de l'installation décrite précédemment en se limitant aux parties A, B, C. Le candidat prendra soin de bien indiquer toutes les mesures, régulations, sécurités nécessaires au bon déroulement du procédé.

II.2 - Acheminement de la phase aqueuse du décanteur D_1 vers la colonne D_2 .

Le liquide est envoyé en tête de la colonne d'extraction par pompe centrifuge en charge. A l'aide des données ci-dessous, déterminer la hauteur manométrique totale H_t de la pompe. Sur le trajet du liquide entre la pompe et la colonne, il y a : deux coudes à angle droit, une vanne automatique, un clapet antiretour.

La dénivellation est de 5 mètres.

La longueur totale de canalisation est de 9 mètres.

Equivalences :

- Un coude à angle droit : 1,8 m de canalisation
- un clapet antiretour : 3,9 m de canalisation
- une vanne automatique : 0,3 m de canalisation

Débit du liquide : 420 kg.h^{-1} .

Masse volumique du liquide : $\rho = 950\text{ kg.nr}^3$.

Pertes de charges linéaire : $\Delta P = \lambda \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot V^2 \cdot \frac{L}{D}$ avec :

- λ coefficient de perte de charge = 0,05
- L longueur totale de canalisation
- D diamètre de la canalisation, $D = 25\text{ mm}$
- V vitesse du fluide dans la canalisation

Le dispositif fonctionne sous pression atmosphérique.

On donne: $g = 9,81\text{m.s}^{-2}$

II.3 - Bilan matière au niveau de la colonne d'extraction

La phase aqueuse provenant du décanteur D_1 contient 7 % de pentan-3-ol et 12 % d'impuretés (en particulier de l'éthanol). Son débit d'entrée en tête de colonne est de 420 kg.h^{-1} . Le débit d'entrée de l'éther qui circule à contre-courant est de 172 kg.h^{-1} .

Le débit de la phase étherée sortant en tête de colonne est de 235 kg.h^{-1} .

Les eaux résiduelles sortant en pied de colonne contiennent 0,5 % de pentan-3-ol et des impuretés. On considérera l'eau et l'éther totalement non miscibles.

Calculer :

II.3.1 - Le débit de sortie des eaux résiduelles.

II.3.2 - Le pourcentage massique de pentan-3-ol dans la phase étherée sortant en tête de colonne.

II.3.3 - Le rendement en pentan-3-ol de l'extraction.

II.3.4 - Le pourcentage massique d'impuretés dans la phase étherée sortant en tête de colonne.

II.4 - Bilan final

Déterminer le rendement global en pentan-3-ol sachant que :

- on met en œuvre initialement 300 kg de pentan-3-one,
- le pentan-3-ol présent dans la phase aqueuse sortant du décanteur D_1 représente 5 % de tout le pentan-3-ol fabriqué,
- l'extraction dans la colonne D_2 dure une demi-heure,
- le rendement global des opérations de lavage, séchage, distillation dans les colonnes D_3 , D_4 , D_5 est de 80 %.

