

BTS SESSION 1994 – 2h – Coefficient 3

Technologie – Génie chimique – Schéma

PURIFICATION DE L'ACIDE NITRIQUE

La concentration d'une solution aqueuse d'acide nitrique par rectification est limitée en raison de la formation d'un azéotrope à 68 % en masse d'acide (sous pression normale).

Pour rompre l'azéotropisme, on se place en présence d'acide sulfurique concentré, à chaud.

On récupère en tête l'acide nitrique vaporisé (mélangé à de l'air), et en pied la solution d'acide sulfurique, diluée par l'eau issue de la solution aqueuse d'acide nitrique.

I - Schéma de procédé

La tour de concentration est en verre borosilicaté et a un diamètre de 60 cm. Elle est constituée de 4 tronçons numérotés de 1 à 4 du haut vers le bas, remplis chacun de 50 cm de garnissage.

Les solutions d'acide sulfurique à 85 % et d'acide nitrique à 68 % sont stockées au sol.

La solution d'acide nitrique est envoyée par pompe centrifuge à un débit régulé vers un préchauffeur à faisceau tubulaire chauffé par de la vapeur. Cette solution est pulvérisée dans **la tour entre le deuxième et le premier tronçon** à une température régulée à 50 ° C.

La solution d'acide sulfurique concentrée est introduite par pompe doseuse à une température régulée à 50° C. Elle est pulvérisée en haut de la colonne, au-dessus du premier tronçon.

Le chauffage de la colonne se fait :

- d'une part par chauffage indirect : la vapeur de chauffe circule dans un serpentin intérieur à la colonne, placé entre le deuxième et le troisième tronçon ; son débit est asservi à la température des vapeurs en tête de colonne ;
- d'autre part par injection directe de vapeur entre le troisième et le quatrième **tronçon ; son** débit est asservi à la température du liquide en pied de colonne.

Un compresseur injecte un débit d'air constant au-dessous du quatrième tronçon. L'injection de vapeur vive et d'air sert à éliminer les traces d'acide nitrique qui **pourraient être** retenues dans l'acide sulfurique.

Les pertes de charge subies par les vapeurs lors de la traversée de la tour sont mesurées.

En bas de la tour on évacue la solution d'acide sulfurique à 70 %. Le niveau du liquide en bas de colonne est régulé par une vanne automatique. L'acide sulfurique est stocké à chaud en attente de reconcentration (ne pas représenter le stockage).

En haut de la tour, les vapeurs formées d'acide nitrique, d'air et de traces de dioxyde d'azote sont envoyées en purification.

TRAVAIL DEMANDE

Représenter le schéma de cette tour de concentration d'acide nitrique sur la feuille de bristol quadrillée fournie (page 4).

Représenter les appareils, contrôles et régulations nécessaires au bon fonctionnement selon les symboles de la schémathèque 2004. Ne pas faire de nomenclature, mais **ANNOTER CLAIREMENT** le schéma.

II - Etude du procédé

On alimente la tour à un débit $F_1 = 3000 \text{ kg/h}$ de solution aqueuse de titre massique $x_1 = 68 \%$ en acide nitrique.

Le débit massique d'air injecté est $F_3 = 1000 \text{ kg/h}$.

On supposera négligeable la formation de traces de NO_2 .

II.1 - On préchauffe la solution d'acide nitrique de 15 à 50° C.

II.1.1 - Déterminer le débit de vapeur 12 bars (pression absolue) nécessaire.

II.1.2 - Déterminer le nombre de tubes nécessaires (diamètre 20 mm/27 mm, longueur 50 cm).

Le coefficient global d'échange thermique mesuré par rapport à la surface extérieure est $3500 \text{ kJ.h}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{K}^{-1}$.

II.2 - Pour rompre l'azéotropisme, le rapport entre la masse d'acide sulfurique pur et la masse d'acide nitrique pur doit être égal à 3.

Déterminer le débit massique horaire F_2 d'acide sulfurique de titre massique $w_2 = 85 \%$.

II.3 - Déterminer le débit massique horaire F_4 d'acide sulfurique de titre massique $w_4 = 70 \%$ quittant le bas de la tour.

II.4 - Déterminer le flux énergétique horaire Q (en kJ.h^{-1}) à fournir à cette installation.

On simplifiera les calculs en se limitant aux termes suivants :

- les solutions d'acide sulfurique, d'acide nitrique ainsi que l'air, entrent à 50° C et sont chauffés à une température moyenne de 120° C ;
- l'acide nitrique est totalement vaporisé.

II.5 - En déduire le débit massique global V de vapeur de chauffe 12 bars nécessaire.

(Seule la chaleur latente de condensation intervient).

II.6 - En faisant un bilan matière en eau sur la tour :

II.6.1 - Déterminer le débit massique de vapeur vive V_1 injectée dans la colonne.

II.6.2 - En déduire le pourcentage d'énergie apportée respectivement par le chauffage direct et le chauffage indirect.

II.7 - Sortie des gaz :

II.7.1 - Déterminer le débit volumique F_5 des gaz quittant le haut de la tour si la pression est de 10^5 Pa et la température 120° C.

II.7.2 - Préciser le titre volumique en acide nitrique des gaz de sortie.

III - Données

EAU : $M = 18 \text{ g/mol}$; $L_{\text{vap}} = 2535-2,9 t$ (en kJ/kg), t en ° C ; $P = \left(\frac{t}{100} \right)^4$ P en bar, t en °C

ACIDE NITRIQUE : PUR : $M = 63 \text{ g/mol}$; $T_{\text{eb}} = 83^\circ \text{ C}$ (sous 1 bar) ; $L_{\text{vap}} = 627 \text{ kJ.kg}^{-1}$
 SOLUTION A 68 % : $T_{\text{eb}} = 122^\circ \text{ C}$ (sous 1 bar) ; $\rho = 1507 \text{ kg/m}^3$
 $c = 2,53 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

ACIDE SULFURIQUE : $M = 98 \text{ g/mol}$

- Solution à 85 % $\rho = 1780 \text{ kg.m}^{-3}$ $c = 1,83 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.
- Solution à 70 % $\rho = 1610 \text{ kg.m}^{-3}$ $c = 2,25 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

AIR : $M = 29 \text{ g/mol}$ $\rho = 1,29 \text{ kg/m}^3$ (sous 101 325 Pa et 0° C) et $c = 1 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Le volume d'une mole de gaz sous 101 325 Pa et 0° C est $22.4.10^{-3} \text{ m}^3$

ρ : masse volumique

c : capacité thermique massique