

BTS SESSION 1999 – 3h – Coefficient 3
Technologie – Génie chimique – Schéma
FABRICATION DU TRICHLOROMETHANE

I - PRINCIPE

Le trichlorométhane peut être préparé à chaud et en milieu aqueux par la réaction :



Propanone	hypochlorite de calcium	trichlorométhane	hydroxyde de calcium	éthanoate de calcium
-----------	----------------------------	------------------	-------------------------	-------------------------

Le trichlorométhane quitte le milieu réactionnel sous forme de vapeur avec de l'eau et de la propanone à recycler. Pour cela on condense ces vapeurs et on fait subir successivement au liquide obtenu :

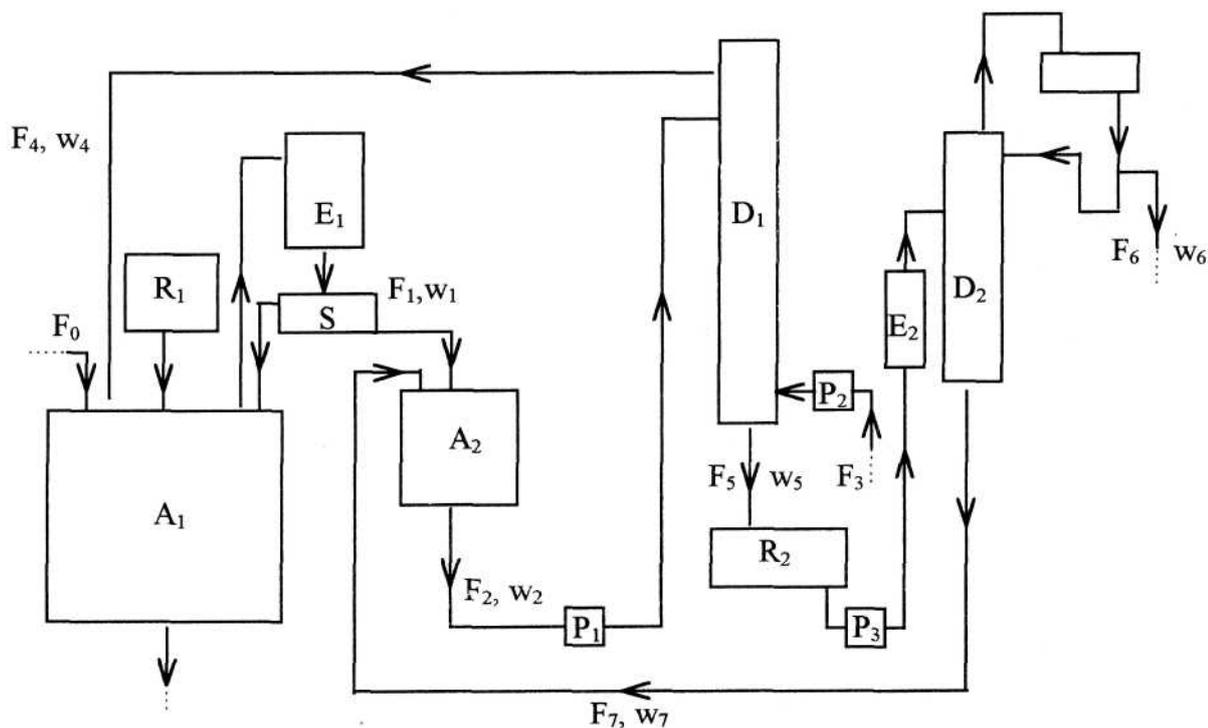
- une décantation ;
- une extraction liquide-liquide ;
- une rectification aboutissant à un distillat qui sera du trichlorométhane pratiquement pur.

La réaction et ces séparations se déroulent en continu

L'installation correspond au schéma de principe suivant où :

F_0, F_1, \dots, F_7 désignent des débits massiques.

w_1, w_2, \dots, w_7 représente des titres massiques en propanone.



II - TRAVAIL DEMANDE

II.1 - Schéma

Sur papier quadrillé, schématiser la partie de l'installation correspondant aux opérations de réaction, décantation et extraction soit les appareils A_1 , E_1 , R_1 , S , A_2 , P_1 , P_2 et D_1 ainsi que tous les organes de contrôle, sécurité et régulation nécessaires à son bon fonctionnement.

On tiendra compte des indications suivantes :

II.2 - Réaction et décantation

La réaction se déroule dans le réacteur A_1 , équipé d'une double enveloppe qui permet de maintenir constante la température du mélange réactionnel par chauffage à la vapeur

A_1 reçoit :

- un débit constant de propanone pure ;
- de l'hypochlorite de calcium solide stocké dans la trémie R_1 ,
- l'extrait sortant en tête de la colonne D_1 . Cette solution aqueuse de propanone permet de recycler vers le réacteur une partie de la propanone vaporisée avant d'avoir réagi et elle apporte l'eau servant de solvant au milieu réactionnel.

Le trichlorométhane, la propanone qui n'a pas réagi et une partie de l'eau quittent A_1 , sous forme de vapeurs qui sont condensées dans l'échangeur à faisceau tubulaire vertical E_1 . Le condensat hétérogène sortant de E_1 passe dans le décanteur florentin S . La phase « légère », solution aqueuse de propanone, retourne dans A_1 . La phase « lourde », mélange de propanone et de trichlorométhane, s'écoule dans la cuve A_1 .

La solution aqueuse d'éthanoate de calcium contenant en suspension de l'hydroxyde de calcium est soutirée en continu de A_1 de façon à maintenir constant le niveau du mélange réactionnel. Cet effluent va vers une installation de traitement à ne pas représenter.

II.3 - Extraction

Dans la cuve A_2 , équipée d'une alarme de niveau bas, on mélange la phase lourde avec le résidu sorti du pied de la colonne de rectification D_2 qui est un mélange binaire de propanone et de trichlorométhane.

La pompe centrifuge P_1 envoie en haut de la colonne à garnissage D_1 le contenu homogénéisé de A_2 avec un débit constant. Ce liquide constitue la phase dispersée de l'extraction.

En bas de D_1 la pompe doseuse P_2 injecte de l'eau pure, solvant de cette extraction. On ne représentera pas le stockage de ce liquide.

L'extrait, qui constitue la phase « légère » sortant en tête de D_1 , s'écoule par gravité dans le réacteur A_1 .

Le raffinat, qui constitue la phase « lourde » sortant du pied de D_1 , est soutiré par gravité de façon à maintenir constant le niveau de l'interphase dans le pied de D_1 . Ce liquide est stocké dans le réservoir R_2

III - Exercices de génie chimique

III.1 - Fonctionnement du réacteur A_1

Cet appareil reçoit de la propanone pure avec un débit $F_0 = 677 \text{ kg.h}^{-1}$ et de l'extrait sortant de la colonne D_1 , avec un débit $F_4 = 3\,102 \text{ kg.h}^{-1}$

Cet extrait est une solution aqueuse de propanone exempte de trichlorométhane dont le titre massique en propanone est $w_4 = 0,111$.

La phase légère sortant de S , solution aqueuse de propanone, est recyclée dans A_1 avec un débit et un titre massique en propanone constants.

La phase lourde sortant de S , mélange binaire de trichlorométhane et de propanone, s'écoule dans la cuve d'homogénéisation A_2 avec un débit $F_1 = 1739 \text{ kg h}^{-1}$ et un titre massique en propanone $w_1 = 0,198$

III.1.1 - Calculer le débit massique F'_1 , du trichlorométhane contenu dans la phase lourde sortant de S

III.1.2 - On admet que l'effluent quittant le fond de A_1 ne contient ni propanone ni trichlorométhane, en déduire le taux de conversion de la propanone.

III.2 - Fonctionnement de la colonne d'extraction P_i

Dans cet exercice on supposera que les phases aqueuses sont exemptes de trichlorométhane et que les phases contenant du trichlorométhane sont exemptes d'eau.

La pompe P_3 injecte dans D_1 le contenu homogénéisé de A_2 avec un débit $F_2 = 2\,000 \text{ kg h}^{-1}$ et un titre massique en propanone $w_2 = 0,197$

III.2.1 - Calculer le débit F_3 de l'eau pure injectée à la base de cette colonne.

III.2.2 - Calculer le débit massique F_5 du raffinat, mélange binaire de trichlorométhane et de propanone qui quitte le pied de D_2 et vérifier que le titre massique en propanone de ce liquide w_5 , peut être égal à $0,030$.

III.3 - Fonctionnement de la colonne de rectification D_1

Cet appareil reçoit un mélange de propanone et de trichlorométhane de titre massique w_5 en propanone égal à $3,0 \%$ avec un débit $F_5 = 1,66 \times 10^3 \text{ kg.h}^{-1}$ (valeur proche de celle demandée en III-2-2)

Ce liquide quitte la pompe P_3 à la température $\theta_0 = 19 \text{ }^\circ\text{C}$ et pénètre dans D_2 à sa température d'ébullition θ_A . Cet échauffement sans vaporisation est réalisé au cours de la traversée de l'échangeur de chaleur E_2 . La colonne D_2 sépare un résidu de titre massique en propanone $w_7 = 0,19$ et de débit massique $F_7 = 261 \text{ kg.h}^{-1}$ d'un distillat de débit massique F_6 et de titre massique en propanone pratiquement égal à zéro

III.3.1 - Calculer F_6 .

III.3.2 - Montrer que le liquide à traiter dans D_2 doit entrer dans cet appareil à une température voisine de $61,3 \text{ }^\circ\text{C}$.

III.3.3 - Calculer le flux de chaleur que ce liquide doit recevoir au cours de la traversée de E_2 .

III.3.4 - E_2 est alimenté en vapeur d'eau saturante utilisée sous $0,4 \text{ bar}$ effectif et est équipé d'un purgeur qui évacue le condensat à sa température de formation, calculer le débit massique F_V de vapeur de chauffe à injecter dans E_2 .

III.3.5 - Cette colonne aurait-elle pu isoler du trichlorométhane pratiquement pur si, l'étape d'extraction étant supprimée, on lui avait fait traiter un liquide à 40 % molaire en propanone ?

IV - DONNEES

Masses molaires (en g mol⁻¹) propanone : 58 trichlorométhane : 119,5

La propanone est un liquide inflammable, le trichlorométhane est un liquide toxique (densité > 1).
Le liquide injecté dans D₂ a une capacité thermique massique $c = 0,98 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$

Pour la vapeur d'eau saturante $P = \left(\frac{\theta}{100} \right)^4$

Avec P = pression absolue en bar et θ = température en degrés Celsius

Enthalpie massique de vaporisation, en kJ kg⁻¹ $L_v = 2535 - 2,9.\theta$ (en °C).

Le diagramme binaire propanone / trichlorométhane est donné en annexe.

**Diagramme d'ébullition et de rosée du mélange propanone – trichlorométhane,
sous pression normale.**

x et y représente des titres molaires en propanone

