

PARTIE C

GENIE CHIMIQUE

Procédé de fabrication industrielle du phénol Étude de la séparation primaire du phénol et de l'acétone formés

Le sujet porte sur une partie de la quatrième étape de la synthèse industrielle du phénol par "la voie au cumène" : la séparation primaire des produits, phénol et acétone, sortant du réacteur de clivage.

Les questions 3,4,5 sont indépendantes entre elles et indépendantes des questions 1 et 2.

1. Description de l'étape de séparation primaire

Cette séparation est effectuée dans une colonne de distillation à plateaux.

La charge provenant du réacteur de clivage de l'hydroperoxyde de cumyle alimente, à sa température d'ébullition, la colonne à distiller. Cette charge est constituée essentiellement de phénol et d'acétone mais aussi d'hydroperoxyde de cumyle qui n'a pas réagi et de quelques produits secondaires :

- produits légers : acétaldéhyde
- produits lourds : cumène résiduaire de l'étape d'oxydation, cumylphénol, acétophénone, α -méthylstyrène, résidus polymériques et traces d'eau.

On supposera, pour simplifier, que cette colonne est alimentée par un mélange binaire phénol-acétone à son point d'ébullition. En effet, ces deux composés sont largement prépondérants, ils représentent, à eux deux, l'essentiel de la charge.

Le distillat et le soutirat sont prélevés à leur température d'ébullition.

2. Bilan matière de l'opération de distillation

Il va servir à calculer les différents flux de matière pour une capacité de traitement horaire A égale à 400 kmol.h^{-1} d'un mélange **équimolaire** d'acétone et de phénol.

Le schéma de la colonne de distillation est donné en **annexe I**.

Les caractéristiques incomplètes des lignes d'écoulement (débits molaires et caractéristiques physiques des mélanges) du schéma de la colonne sont données dans le tableau en **annexe II**. Ce tableau, **à rendre dans le Dossier-Réponses**, sera complété progressivement à l'aide des questions suivantes et en se servant des données.

- 2.1.** A l'aide d'un bilan de matière effectué sur l'ensemble de la colonne, calculer les débits molaires de distillat (D) et de soutirat (S).
- 2.2.** Déterminer le débit molaire de vapeur (V) alimentant le condenseur.
- 2.3.** Calculer le débit molaire de vapeur (V') produit par le bouilleur.
- 2.4.** En déduire le débit molaire de liquide (L') sortant du bas de la colonne.
- 2.5.** Calculer le tonnage journalier de mélange traité.

Données :

Fraction molaire en acétone dans le distillat est de : 0,99

Fraction molaire en acétone dans le soutirat est de : 0,02

Masses molaires : acétone $M = 58 \text{ g.mol}^{-1}$, phénol ; $M = 94 \text{ g.mol}^{-1}$

Définition du taux de reflux $R = \frac{L}{D} = \frac{\text{Débit de reflux}}{\text{Débit de distillat}}$

Définition du taux de rebouillag $e = R' = \frac{V'}{S} = \frac{\text{Débit des vapeurs produites dans le bouilleur}}{\text{Débit de soutirat}}$

Taux de reflux en marche normale : $R = 1$

Taux de rebouillage en marche normale $R' = 1,2334$

3. Bilans thermiques

Le bilan thermique effectué aux bornes de la colonne, va permettre de déterminer le coût énergétique de l'opération de distillation, par le calcul de :

- la quantité horaire de chaleur Q_C à enlever au niveau du condenseur et la consommation d'eau de refroidissement correspondante.
- la quantité horaire de chaleur Q_B à fournir au bouilleur et le débit de vapeur d'eau consommée correspondante,

3.1. Étude du condenseur C

3.1.1. Déterminer la quantité horaire de chaleur Q_C à enlever au niveau du condenseur en effectuant un bilan thermique aux bornes du condenseur.

3.1.2. Calculer alors le débit d'eau de refroidissement nécessaire si celle-ci entre à 15°C et sort à 40°C .

3.1.3. En déduire la surface d'échange du condenseur. On prendra, pour ce calcul, la moyenne arithmétique $\Delta\theta_m$ des différences de températures.

3.2. Étude du bouilleur B

3.2.1. Par l'intermédiaire d'un bilan thermique aux bornes de la colonne, déterminer la quantité horaire de chaleur Q_B à fournir au bouilleur.

3.2.2. Calculer alors le débit de vapeur d'eau sous 17 bar à utiliser dans cet appareil.

3.2.3. Déterminer la surface d'échange du bouilleur.

3.3. Comparer les valeurs calculées de Q_B et de Q_C . Qu'en concluez-vous ?

Données :

Températures des écoulements données dans le tableau de l'**annexe II**.

Capacité thermique massique de l'eau entre 15°C et 40°C : $C_{\text{peau}} = 4,18 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$

Chaleur latente ou enthalpie de vaporisation de l'eau à 205°C sous 17 bar : $L_{\text{veau}} = 2257 \text{ kJ.kg}^{-1}$

Coefficient d'échange global du condenseur : $U = 800 \text{ W.m}^{-2}.\text{C}^{-1}$.

Coefficient d'échange global du bouilleur : $U' = 900 \text{ W.m}^{-2}.\text{C}^{-1}$. (les deux fluides n'échangent que de la chaleur latente dans le bouilleur).

4. Dimensionnement de la pompe de reflux

Cette pompe évacue le liquide accumulé dans le bac placé à la sortie du condenseur de tête et permet le renvoi d'une partie en tête de colonne ; c'est le reflux, l'autre partie constituant le distillat. La pompe fait donc partie intégrante de l'appareillage de distillation. Le schéma du circuit est représenté en **annexe III**.

Le moteur électrique de la pompe est alimenté en courant triphasé : $U = 380 \text{ V}$, son facteur de puissance, $\cos \varphi$, est égal à 0,8 et, en marche normale, l'intensité I du courant qui traverse le moteur de la pompe est égale à 2,66 A.

Pour un débit de pompage de $30 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$, les pertes de charge j_a à l'aspiration sont égales à 1 m de colonne de liquide et les pertes de charge au refoulement j_r sont égales à 6 m de colonne de liquide

- 4.1. Calculer la hauteur manométrique totale H_T .
- 4.2. Déterminer la puissance fournie P_f par la pompe au liquide.
- 4.3. En déduire le rendement r de la pompe en marche normale.
- 4.4. Calculer la pression du liquide p_{asp} à l'aspiration de la pompe.
- 4.5. On définit le "N.P.S.H disponible" de la pompe par $N.P.S.H = (p_{asp} - p_a^\circ) / \rho g$.
 - 4.5.1. Calculer la valeur du "N.P.S.H disponible" de la pompe.
 - 4.5.2. Que représente le "N.P.S.H. requis" par la pompe ?
 - 4.5.3. Comparer le "N.P.S.H disponible" et le "N.P.S.H. requis" par la pompe. Que pouvez vous en conclure concernant le fonctionnement de la pompe ? Y-a-t-il lieu d'être vigilant durant le pompage ? Justifier.

Données :

Puissance électrique en courant triphasé : $P = U.I.\sqrt{3} \cos \varphi$

Pression de vapeur : $p_a^\circ = 99875 \text{ Pa}$ à la température du pompage

"N.P.S.H." : Net Positive Suction Head

"N.P.S.H. requis" par la pompe : 1,5 m

Masse volumique du liquide pompé : $\rho = 754 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$

Intensité de la pesanteur : $g = 9,81 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$

Unités de pression : 1 atmosphère $\sim 101300 \text{ Pa}$

5. Régulation des compositions des sorties

Dans ce procédé, acétone et phénol constituent les deux produits de base de la fabrication. Les compositions du distillat (acétone à **99%**) et du soutirat (phénol à **98%**) doivent donc être maintenues constantes au moyen notamment de boucles de régulation.

Représenter sur le schéma de l'**annexe IV**, à rendre dans le **Dossier-Réponses**, les boucles de régulation permettant de garder constantes les compositions du distillat et du soutirat.

Préciser la nature des grandeurs de réglage, la nature et la position des capteurs de mesure, la nature et la valeur numérique des consignes.