

# BTS BLANC 2001

## EPREUVE de GENIE CHIMIQUE

Durée : 3 heures

### PURIFICATION DE L'ACIDE NITRIQUE

( tiré du BTS 1994 )

*La concentration par distillation de solutions d'acide nitrique est limitée par la formation d'un azéotrope à point d'ébullition maximum titrant 68 % masse en acide nitrique.*

*L'une des méthodes pour « casser » cet azéotrope est d'utiliser une distillation extractive, consistant à injecter dans la colonne de distillation du mélange eau-acide nitrique, un solvant ayant plus d'affinité pour l'eau que pour l'acide nitrique. On modifie ainsi la volatilité relative des deux produits.*

*Dans le cas présent, le solvant utilisé est de l'acide sulfurique concentré, qui entraîne l'eau, ce qui permet de récupérer en bas de colonne de l'acide sulfurique dilué qui est reconcentré et recyclé, tandis qu'en tête de colonne on récupère l'acide nitrique débarrassé de son eau.*

#### 1 - DESCRIPTION DU PROCEDE

##### 1 - 1 - Matières premières

♦ La solution aqueuse à 68 % masse en acide nitrique, stockée à température et pression ambiantes dans une citerne au sol R<sub>1</sub>, est envoyée à débit constant dans l'échangeur à faisceau tubulaire E<sub>1</sub> pour la préchauffer jusqu'à 50 °C. Elle est ensuite pulvérisée dans la colonne D<sub>1</sub> entre le 1<sup>er</sup> et le 2<sup>ème</sup> tronçon .

♦ La solution concentrée d'acide sulfurique à 85 % masse, stockée dans la citerne au sol R<sub>2</sub> est également préchauffée à 50 °C dans l'échangeur à faisceau tubulaire E<sub>2</sub>, puis pulvérisée à débit constant en tête de la colonne D<sub>1</sub>.

##### 1 - 2 - Purification de l'acide nitrique

Elle est réalisée dans la colonne de distillation D<sub>1</sub> fonctionnant sous pression ordinaire.

C'est une colonne à garnissage formée de 4 tronçons numérotés de 1 à 4 à partir du haut .

Chaque tronçon est constitué de 50 cm de garnissage posé sur une grille support. Une grille placée au dessus du garnissage permet de lui éviter de se soulever en cas d'engorgement. Des recentreurs cylindroconiques , placés entre les tronçons de la colonne permettent de recentrer la phase dispersée.

Le chauffage de la colonne est réalisé de deux manières:

♦ d'une part , par chauffage indirect grâce à un serpentin placé à l'intérieur de la colonne entre le 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> tronçon. Il est asservi à la température en tête de colonne qui doit être maintenue à 80 °C.

♦ d'autre part par injection de vapeur vive ( 12 bars ) entre le 3<sup>ème</sup> et le 4<sup>ème</sup> tronçon. Cette injection de vapeur est asservie à la température en bas de colonne qui doit être maintenue à 165 °C.

De l'air est injecté à 20 °C à débit constant au dessous du 4<sup>ème</sup> tronçon.

*L'injection de vapeur vive et d'air permet d'éliminer les traces d'acide nitrique qui pourraient être entraînées par l'acide sulfurique en bas de colonne.*

On évacue en bas de la tour la solution aqueuse diluée à 165 °C et titrant 70 % en masse d'acide sulfurique par trop-plein vers un récipient tampon R<sub>3</sub> équilibré en pression. Cette solution est reprise par pompe centrifuge et envoyée à la reconcentration .

En tête de colonne, le mélange gazeux contenant l'air et les vapeurs d'acide nitrique est envoyé dans un condenseur - refroidisseur E<sub>3</sub>.

### 1 - 3 - Récupération de l'acide nitrique

Le mélange gazeux sortant à 80 °C de la colonne D<sub>1</sub> est envoyé dans un condenseur vertical E<sub>3</sub> refroidi à la saumure, permettant ainsi de refroidir l'ensemble à - 10 °C et donc de condenser la majeure partie de l'acide nitrique.

L'air ainsi épuré est évacué à l'atmosphère.

Les condensats ( acide nitrique pur ) sont stockés dans une citerne tampon R<sub>4</sub>.

### 1 - 4 - Concentration de la solution sulfurique

L'acide sulfurique à 70 % sortant de la citerne R<sub>3</sub> est chauffé dans un échangeur E<sub>4</sub> pour vaporiser partiellement le mélange. Le mélange liquide -vapeur est envoyé dans un cyclone S qui permet de séparer la phase vapeur essentiellement constituée de vapeur d'eau et la phase liquide constituée d'acide à 85 %.

Le chauffage au niveau de E<sub>4</sub> est asservi à la concentration de cette phase liquide.

L'acide à 85 % est refroidi à 50 °C dans l'échangeur E<sub>5</sub> à faisceau tubulaire avant d'être recyclé à l'aspiration de la pompe alimentant la colonne D<sub>1</sub>.

L'atelier de fabrication dispose des utilités suivantes:

- ♦ Saumure à - 30 °C
- ♦ Air comprimé sous 6 bars
- ♦ Eau froide à 20 °C
- ♦ Vapeur d'eau sous 12 bars maximum

## 2 - TRAVAIL DEMANDE

SCHEMA : 25 points

Il sera réalisé sur format A4 ( 210 x 297 )

A l'aide des normes ( anciennes ou nouvelles ), représenter le schéma de cette fabrication, en incluant les organes de sécurité, mesures , régulations et robinetterie nécessaire à un fonctionnement correct.

Les appareils seront repérés clairement et en concordance avec l'énoncé.

ETUDE DU PROCEDE : 35 points

- ♦ On traite un débit N = 3000 kg / h de solution aqueuse à 68 % masse d'acide nitrique à 50 °C
- ♦ On injecte A = 1000 kg / h d'air à 20 °C
- ♦ On sort en bas de colonne B kg / h de solution aqueuse d'acide sulfurique à 70 % masse et à 165 °C
- ♦ On sort en tête de colonne G kg / h d'un mélange gazeux à 80 °C contenant l'air et tout l'acide nitrique
- ♦ On injecte V kg / h de vapeur d'eau sous 12 bars
- ♦ On injecte S kg / h de solution aqueuse à 85 % masse d'acide sulfurique à 50 °C
- ♦ Pour réaliser la séparation correctement , le rapport massique  $\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ pur} / \text{HNO}_3 \text{ pur}$  doit être égal à 3

### 1 - Bilans matière sur la colonne D<sub>1</sub>

- 1 - 1 - Faire le schéma de principe de cette colonne en le complétant au fur et à mesure des calculs.
- 1 - 2 - Calculer le débit S de solution aqueuse à 85 % d'acide sulfurique *rép : 7200 kg/h*
- 1 - 3 - Calculer le débit B de solution d'acide sulfurique à 70 % sortant en bas de colonne *rép : 8743 kg/h*
- 1 - 4 - Calculer le débit V de vapeur d'eau à injecter *rép : 583 kg/h*
- 1 - 5 - Calculer le débit de gaz G sortant en tête de colonne *rép : 3040 kg/h*
- 1 - 6 - En déduire leur débit volumique dans les conditions en tête de colonne ( P = 760 mm Hg et t = 80 °C )  
*rép : 0,538 m<sup>3</sup>/s*
- 1 - 7 - Sachant que la colonne a 1 m de diamètre et que le garnissage offre une fraction de vide égale à 75 % , calculer la vitesse réelle des gaz dans le garnissage. *rép : 0,913 m/s*

### 2 - Etude de la récupération de l'acide nitrique

2 - 1 - Calculer la pression partielle en vapeur d'acide nitrique dans les gaz G sachant qu'ils sont sous pression atmosphérique ( 760 mm Hg ). *rép : 368 mm Hg*

2 - 2 - En déduire la température à laquelle ils seront saturés en acide nitrique. *rép : 63 °C*

2 - 3 - Le condenseur E<sub>3</sub> permet de refroidir le mélange à - 10 °C. En supposant que l'air est saturé en acide nitrique à cette température et sous 760 mm Hg de pression totale, calculer la pression partielle en vapeurs d'acide nitrique. *rép : 4,76 mm Hg*

En déduire, le débit massique d'acide nitrique perdu dans l'air s'échappant de cet échangeur, la production d'acide nitrique pur récupéré et le rendement de la récupération.

*rép : 13,7 kg/h ; 2026 kg/h ; 99,3 %*

2 - 4 - Calculer la puissance thermique à évacuer par le condenseur E<sub>3</sub> *rép : 469,5 kW*

2 - 5 - Calculer le débit de saumure à utiliser sachant qu'elle entre à - 30 °C et sort à - 10 °C

*rép : 24145 kg/h*

2 - 6 - Calculer le nombre de tubes de 6 m de long et de 12 mm de diamètre nécessaire pour réaliser l'opération sachant que le coefficient global d'échange est de 1000 kJ / h . m<sup>2</sup> . K. *rép : 160 tubes*

### 3 - Bilan thermique sur la colonne D<sub>1</sub>

**On prendra pour bases des enthalpies  $H = 0$  pour tous les produits à 0 °C sous forme liquide, sauf pour l'air où  $H = 0$  à 20 °C à l'état gazeux. Elles seront exprimées en kJ / kg de mélange**

**Compte-tenu des données fournies, il n'existe qu'un seul chemin thermodynamique permettant le calcul de ces enthalpies massiques.**

3 - 1 - Calculer l'enthalpie massique de la vapeur d'eau saturante sous 12 bars absolus

*rép : 2774,4 kJ/kg*

3 - 2 - Calculer les enthalpies massiques des solutions aqueuses entrant et sortant de la colonne.

*rép : S: 91,5 kJ/kg N : 126,5 kJ/kg B : 371,25 kJ/kg*

3 - 3 - Calculer l'enthalpie massique du gaz G sortant de la colonne.

*rép : 537,1 kJ/kg*

3 - 4 - A l'aide d'un bilan enthalpique sur l'ensemble de la colonne, calculer la puissance thermique à fournir au serpentin de chauffage . *rép : 617,5 kW*

En déduire le débit de vapeur saturante sous 12 bars absolus qu'il faut envoyer dans le serpentin de chauffage sachant qu'elle ne libère que sa chaleur de condensation. *rép : 1113,5 kg/h*

### Données :

\* Les gaz et vapeurs sont supposés parfaits et occupent 22,4 litres / mol à 0 °C et sous 760 mm Hg

\* Masses molaires : Air = 29 g / mol HNO<sub>3</sub> = 63 g / mol

\* C<sub>p</sub> moyens des solutions aqueuses en kJ / kg . K pour toute température:

Solution à 85 % d'acide sulfurique : 1,83

Solution à 70 % d'acide sulfurique : 2,25

Solution à 68 % d'acide nitrique : 2,53

Acide nitrique pur liquide : 1,80 Vapeur : 0,9

Eau liquide : 4,18

Air : 1,00

Saumure : 3,5

Tensions de vapeur :

Eau :  $P ( bars ) = ( t °C / 100 ) ^4$

Acide nitrique :  $\log_{10} ( P mm Hg ) = 6,30455 - 813,10 / ( 154,5 + t °C )$

Chaleurs latentes de vaporisation en kJ / kg :

Eau :  $L_v = 2538 - 2,91 . t$  avec  $t$  en °C

Acide nitrique :  $L_v = 627$  à 80 °C

**BTS Blanc 2001**  
**Corrigé**  
**1 - 1**

SK/TS2C

