

sept. 2004

**BACCALAUREAT PROFESSIONNEL
INDUSTRIES DE PROCEDES
Session 2004**

**EPREUVE : E1 – A1 : ETUDE
D'UN PROCEDE INDUSTRIEL**

Durée : 3 heures

Coefficient : 3

**DOSSIER
RESSOURCES**

I. PRINCIPE DU PROCÉDÉ

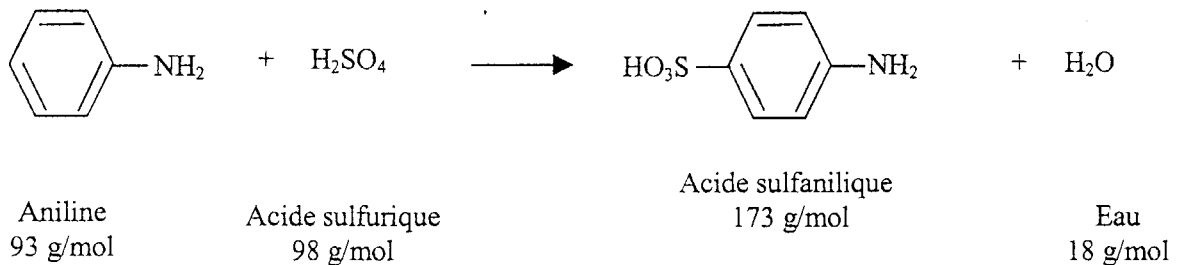
L'acide sulfanilique est un intermédiaire important de la chimie des spécialités. Il intervient entre autres dans la synthèse des colorants et dans des additifs pour les ciments.

L'acide sulfanilique technique est obtenu par sulfonation de l'aniline avec de l'acide sulfurique à 94% en masse.

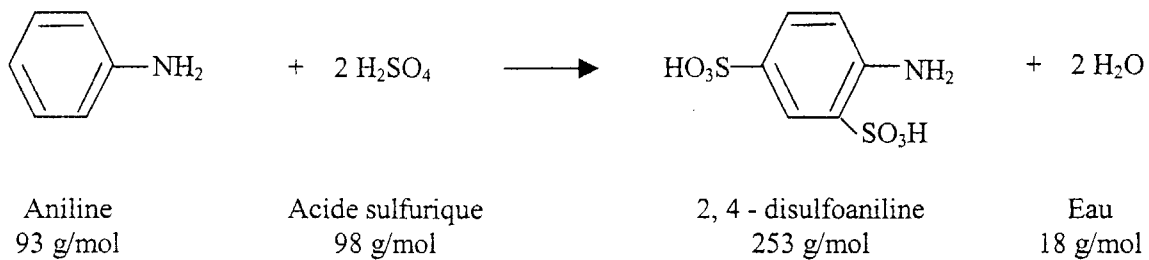
L'aniline engagé dans la réaction provient :

- D'une boucle de recyclage, dans laquelle elle a été purifiée par rectification.
- D'un appoint qui engage l'aniline à une pureté de 98% en masse.

Réaction principale :



Réaction secondaire :



Les caractéristiques de l'acide sulfanilique technique sont les suivantes (en % massiques) :

- Acide sulfanilique : 99,4 %
- Aniline : 0,2 %
- 2,4 - disulfoaniline : 0,4 %

2. DESCRIPTION DU PROCÉDÉ (annexe 2)

2.1 PRÉPARATION DE L'ACIDE SULFURIQUE A 94 %

L'acide sulfurique à 94% est préparé à partir d'oléum à 4% d'anhydride sulfurique. La réaction a lieu dans le réacteur R2 par ajout de glace. Comme la réaction est très exothermique, le réacteur est refroidi avec de la «saumure».

2.2 RÉACTION

La réaction de sulfonation s'effectue dans le réacteur R1 sous agitation.

L'aniline et l'acide sulfurique y sont introduits par des pompes doseuses. Le paramètre le plus important du procédé est le rapport d'acide sulfurique et d'aniline chargé. Celui-ci doit être de 0,8.

$$\text{RAPPORT} = \frac{\text{Nombre de moles de H}_2\text{SO}_4 \text{ pur}}{\text{Nombre de moles d'aniline pur}} = 0.8$$

Cette réaction étant exothermique, la température est maintenue à 220°C par refroidissement. Le mélange réactionnel est ensuite transféré pour être concentré par évaporation en R3.

2.3 ÉVAPORATION

L'excès d'aniline est entraîné à la vapeur d'eau (injection de vapeur vive) ; l'hétéroazéotrope entraîne l'impureté de départ, contenant ainsi 19,7% d'aniline et 79,2% d'eau. La température dans le réacteur est maintenue à 220°C.

L'acide sulfanilique, récupéré par « trop plein », sort du réacteur sous forme de billes de 1 cm de diamètre.

Il est refroidi et transporté jusqu'à un broyeur (B1). Une fois broyé, l'acide sulfanilique est conditionné en sac de 25 kg.

2.4 RECYCLAGE DE L'ANILINE

L'hétéroazéotrope est ensuite condensé puis refroidi en E1 à 30°C .

Après décantation dans S1, on obtient alors deux phases :

- La phase aqueuse contenant la totalité de l'eau et la quantité d'aniline soluble (3,6g pour 100g d'eau).
- La phase organique contenant l'aniline à recycler et la totalité des impuretés provenant de l'appoint en aniline.

La phase organique est purifiée par distillation :

- En tête de colonne, on récupère l'aniline que l'on recycle.
- En pied, on élimine les impuretés provenant de l'appoint en aniline.

BAREME

| | | |
|-----|--------------------------|-----------|
| 1°) | COMPREHENSION DU PROCEDE | 16 points |
| 2°) | MATIERE SUR LE PROCEDE | 18 points |
| 3°) | BILAN THERMIQUE | 10 points |
| 4°) | CONTROLE ET REGULATION | 9 points |
| 5°) | SECURITE ENVIRONNEMENT | 7 points |
| | | <hr/> |
| | | 60 points |