

BACCALAUREAT PROFESSIONNEL

INDUSTRIES DES PROCEDES

**E2 : ETUDE ET CONDUITE
DES OPERATIONS UNITAIRES**

DUREE EPREUVE : 4 heures COEFFICIENT : 3

DOSSIER TRAVAIL

**Documents à rendre : copie(s) + feuilles 8/18, 9/18
+ annexes 12/18, 13/18 et 16/18.**

Code sujet : 0206-IP T

SOMMAIRE

Texte du sujet: Ce sujet comporte 18 pages numérotées de 1/18 à 18/18.

Annexes:

Ce sujet comporte 9 annexes dont 3 à compléter et à rendre avec la copie :

- Annexe 1 : Feuille 10/18 formulaire.
- Annexe 2 : Feuille 11/18 schéma de principe de la fabrication.
- Annexe 3 : Feuille 12/18 schéma de procédé de la rectification à compléter et à rendre avec la copie.
- Annexe 4 : Feuille 13/18 tableau des bilans matières sur la première colonne à compléter et à rendre avec la copie.
- Annexe 5 : Feuille 14/18 Diagramme de Mollier du CHF_3 .
- Annexe 6 : Feuille 15/18 Courbes de tensions de vapeur du CHF_3 du CHF_2Cl .
- Annexe 7 : Feuille 16/18 Papier millimétré et courbe d'équilibre pour la détermination du nombre d'étages théoriques de la colonne. A rendre avec la copie.
- Annexe 8 : Feuille 17/18 Schémathèque de symboles de régularisation.
- Annexe 9 : Feuille 18/18 Barème de notation.

***Assurez-vous que cet exemplaire est complet.
S'il est incomplet, demandez un autre exemplaire au chef de salle.***

BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires SUJET		Folio 1 /18

Etude d'une unité de fabrication de produits fluorés.

A Description du procédé.

Les diverses étapes du procédé sont rassemblées dans le schéma de principe.
(voir annexe 2)

1- REACTION EN PHASE GAZEUSE

entre l'acide fluorhydrique et le trichlorométhane .

2- ELIMINATION DE L'ACIDE FLUORHYDRIQUE résiduel,

par lavage à l'acide sulfurique .

3- ELIMINATION DE L'ACIDE CHLORHYDRIQUE formé,

par lavage à l'eau .

4- NEUTRALISATION DES TRACES D'ACIDE CHLORHYDRIQUE RESIDUELLES,

par lavage à la soude .

5- SECHAGE,

par passage du mélange gazeux sur une batterie de colonnes desséchantes.

On obtient un mélange gazeux constitué de:

Dichlorofluorométhane (CHCl₂F)

Difluorochlorométhane (CHF₂Cl)

Trifluorométhane. (CHF₃)

6- COMPRESSION BI-ETAGEE

jusqu'à 23 bars.

7- CONDENSATION DES TROIS GAZ

dans un échangeur tubulaire alimenté en saumure.

8- SEPARATION DU MELANGE LIQUIDE :

Par rectification en continu dans deux colonnes en série fonctionnant sous pression (22 bars puis 19 bars), les trois produits sont séparés.

Les données (compositions et débits molaires) concernant les deux colonnes à distiller sont rassemblées dans l'annexe 4.

BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires	SUJET	Folio 2 /18

B TRAVAIL A REALISER.

1 - Paramètres d'exploitation des deux colonnes de rectification en série.

1-1 BILAN MATIERE.

1-1-1 Calculer les débits molaires et massiques d'alimentation, de distillat et de soutirat de la première colonne.

Réaliser le calcul pour une production de 100 kmol/h de trifluorométhane (CHF_3) contenu dans le distillat de cette première colonne.

Données:

Masses molaires des constituants.

CHF_3 : 61 g/mol

CHCl_2F : 100 g/mol.

CHF_2Cl : 80,5 g/mol

CHCl_3 : 119,5 g/mol

Vous complétez le tableau 1-1-a en annexe 4 et le rendez avec la copie.

1-1- 2 Donner l'état de CHF_3 dans l'alimentation de la deuxième colonne.

On considérera le cas où celle-ci se fait à une pression absolue de 19 bars et à une température de 70°C.

Utiliser le diagramme de Mollier (annexe 5)

Est-il possible d'avoir du trifluorométhane présent dans le distillat de la deuxième colonne dans le cas où sa température de tête serait de 50°C? Justifier votre réponse en y associant le diagramme de Mollier et la courbe de tension de vapeur du CHF_3 .

(voir annexe 5 et 6)

1-2 DETERMINATION DES PRESSIONS EN TETE DES COLONNES DE RECTIFICATION.

1-2-1 Calculer les pressions partielles des deux constituants et la pression totale dans le pot répartiteur des condensats en tête de la première colonne.

La température en tête de cette première colonne est de -6°C. *Utiliser les données du diagramme de Mollier de CHF_3 et le graphe des courbes de tension de vapeur CHF_3 du CHF_2Cl (voir annexe 5 et annexe 6) et tenir compte de la composition molaire du distillat.*

1-2-2 Déterminer la tension de vapeur (P_3^0) du CHF_2Cl considéré pur en tête de la deuxième colonne.

La température en tête de cette deuxième colonne est de 50°C,
Utiliser le graphe des courbes de tension de vapeur (voir annexe 6)

BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires		Folio 3 /18

1-2-3 Déterminer les pressions partielles des deux constituants. (CHF₂Cl et CHCl₂F) dans le pot répartiteur des condensats en tête de la deuxième colonne.

Pour cette même température, la tension de vapeur de CHCl₂F considéré pur est $P_4^0 = 6$ bars.

1-3 ETUDE DE LA RECTIFICATION EN CONTINU DANS LA DEUXIEME COLONNE DU BINAIRE (CHCl₂F - CHF₂Cl) SOUS UNE PRESSION DE 19 BARS.

la courbe d'équilibre du mélange binaire idéal (CHCl₂F-CHF₂Cl) est donnée en **annexe 7**.

1-3-1 Représentation graphiques des droites opératoires pour un mélange CHCl₂F-CHF₂Cl introduit bouillant dans la colonne:

- a- Déterminer graphiquement le taux de reflux minimum.**
- b- Tracer la droite d'alimentation**
- c- Tracer les droites opératoires d'enrichissement et d'épuisement pour un taux de reflux $R = 1,5 R_{\min}$.**

Pour ces tracés on prendra:

$X_{F2} = 63,08\%$ molaire en CHF₂Cl

$X_{D2} = 98\%$ molaire en CHF₂Cl

et $X_{w2} = 99\%$ molaire en CHCl₂F

L'équation de la droite opératoire d'enrichissement est donnée dans le formulaire. **(annexe 1)**

1-3-2 Déterminer le nombre d'étages théoriques et réels de cette colonne dans le cas où les plateaux réels ont une efficacité de 66%.

*N.B. Le papier millimétré pour ces deux questions est fourni en **annexe 7**.*

BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires SUJET		Folio 4 /18

2 - Préparation du mélange alimentaire de la première colonne par compression polytropique bi-étagée et refroidissement intermédiaire du mélange gazeux.

N.B. Des informations complémentaires et relatives à cette deuxième partie sont fournies dans le formulaire (annexe 1).

2.1 COMPRESSION BI-ETAGEES.

Le mélange gazeux issu de la tour de séchage, constitué molairement de 52,3% de CHF₃, de 30,1% de CHF₂Cl et de CHCl₂F, arrive à l'aspiration du premier étage du compresseur dans les conditions suivantes:

Pression relative d'aspiration : $p_1 = 1,543$ bar relatif.

Température d'aspiration du mélange gazeux: $T_1 = 25^\circ\text{C}$.

Coefficient de compression polytropique : $k = 1,37$.

Taux de compression pour les deux étages : $\tau = 3$.

Pression atmosphérique: $p_{\text{atm}} = 1,013$ bar.

Température de refoulement du mélange gazeux: T_2 .

Pression de refoulement du mélange gazeux: p_2 .

A partir de la relation de compression polytropique ($p \cdot v^k = \text{constante}$), on sait que:

$$T_2 = T_1 \left(\frac{p_2}{p_1} \right)^{\frac{k-1}{k}}$$

2-1-1 Utiliser la relation de définition du taux de compression, pour calculer la pression de refoulement, et en déduire la température de refoulement des gaz à la sortie du premier étage de compression.

2-1-2 Calculer les débits volumiques du mélange gazeux à l'aspiration et au refoulement du premier étage.

pour un débit molaire du mélange gazeux $q_n = 190$ kmol/h et $R = 8,314$ J/(mol.K) (constante des gaz parfaits).

2-1-3 Calculer le débit volumique du gaz à l'aspiration et la pression au refoulement du deuxième étage de compression.

Sachant qu'à l'aspiration de ce deuxième étage le gaz a été refroidi à 30°C .

2-1-4 En déduire la température de refoulement à la sortie du deuxième étage.

BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires	SUJET	Folio 5 /18

2-2 REFROIDISSEMENT INTERMEDIAIRE DES GAZ COMPRIMES ENTRE LES DEUX ETAGES DE COMPRESSION.

Entre les deux étages de compression, un échangeur à faisceau tubulaire fonctionnant à contre courant, permet en effet de refroidir le mélange gazeux. Le gaz entre dans l'échangeur à 128°C et en ressort à une température de 30°C.

2-2-1 Calculer le débit massique d'eau de refroidissement circulant dans les tubes de cet échangeur à partir des données ci-dessous:

Ecart de température entrée et sortie d'eau: $\Delta T = 30^\circ\text{C}$.

Capacité thermique massique du mélange gazeux est $C_{pG} = 0,690 \text{ kJ}/(\text{kg} \cdot ^\circ\text{C})$.

Capacité thermique massique de l'eau: $C_{pe} = 4,18 \text{ kJ}/(\text{kg} \cdot ^\circ\text{C})$.

Débit molaire des gaz dans échangeur: $q_n = 190 \text{ kmol/h}$.

Débit massique des gaz dans échangeur: $q_m = 14009 \text{ kg/h}$.

2-2-2 Calculer la surface d'échange et le nombre de tubes dans cet échangeur

dans le cas où l'eau rentre dans l'échangeur à 16°C et en ressort avec le même écart de température que dans la question précédente.

Données sur l'échangeur:

Longueur des tubes en laiton de l'échangeur: $l = 2,2 \text{ m}$.

Epaisseur des tubes: $x = 2 \text{ mm}$

Coefficient global de transfert thermique: $K = 800 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$.

Coefficient de conduction thermique des tubes en laiton de l'échangeur:

$\lambda = 384,6 \text{ kJ}/(\text{m} \cdot \text{h} \cdot \text{K})$.

Coefficient de convection coté gaz: h_g

Coefficient de convection coté eau: $h_e = 0,5 h_g$.

2-2-3 justifier le mode de fonctionnement de cet échangeur.

3- Statique des fluides: Traitement des effluents gazeux toxiques par absorption.

L'arrivée d'acide chlorhydrique gazeux en pied de la colonne de lavage se fait par barbotage dans la solution diluée descendant de la colonne d'absorption. Ce qui permet de concentrer cette solution à 30% massique, avant sa sortie par la garde hydraulique. (Voir schéma ci-dessous).

3-1 Déterminer la hauteur h_3 de la garde hydraulique montée en pied de cette colonne qui permettrait d'avoir à 20°C, une hauteur de liquide de deux mètres.

BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 -- Etude et Conduite des Opérations Unitaires SUJET		Folio 6 /18

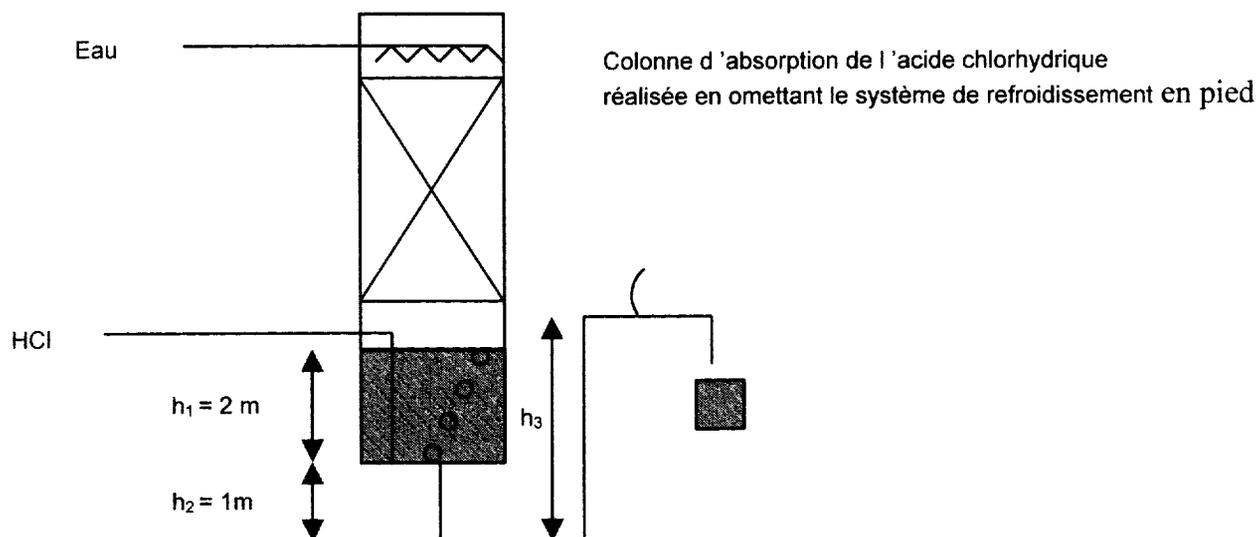
3-2 Calculer la pression minimale d'admission de l'acide chlorhydrique gazeux dans la solution.

Données :

Le tube d'admission plonge jusqu'au fond de la colonne.
 Perte de charge dans la colonne $\Delta p = 90 \text{ mmHg}$.

Masse volumique du mercure à 20°C : $\rho_{\text{Hg}} = 13600 \text{ kg/m}^3$

Densité à 20°C de la solution à 30 % massique en acide chlorhydrique: $d_4^{20} = 1,1492$.



4 Régulation.

4-1 REGULATION: ETUDE DES BOUCLES DE REGULATION DE LA PREMIERE COLONNE.

- Tête de colonne:

- PIC (split-range), les deux grandeurs réglantes étant le débit de saumure de refroidissement et le dégazage vers la bêche (le bac tampon).
- LIC (sur le pot répartiteur)
- TIC

-Fond de colonne:

- TIC
- LIC

4-1 Schématiser les cinq boucles de régulation ci-dessus sur le plan de circulation du procédé de rectification fourni en annexe 3. (Les symboles de régulation sont fournis en annexe 8)

BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires		Folio 7 / 18

4-2 Sachant que les objectifs à prendre en compte sont les suivants :

- Tête de colonne:
 - Condensation totale de CHF₃ et de CHF₂Cl.
 - Ne pas envoyer ces deux gaz (produits fluorés ou chlorofluorés) au toit.
- Fond de colonne:
 - Ne pas engorger la colonne.
 - Ne pas compromettre l'alimentation F₂ de la deuxième colonne.

a) -Déterminer pour les différentes vannes de la colonne 1:

- Le sens de sécurité de la vanne (ou des vannes)
- Le sens d'action du régulateur associé.
- Pour cela, compléter le tableau récapitulatif suivant.

b) - Dessiner le diagramme de commande des vannes en split-range

(PIC).

NB : La vanne de saumure sera placée sur l'axe de gauche

TABLEAU RECAPITULATIF DES BOUCLES DE REGULATION

BOUCLE	Repère	Sens de sécurité vanne	Sens d'action régulateur	Grandeurs réglées	Grandeurs réglantes
FOND DE COLONNE					
- Température.....
- Niveau.....
TETE DE COLONNE					
- Niveau
- Débit.....
- Pression.....
Saumure	
Bâche	

(A compléter et à rendre avec votre copie)

BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires		Folio 8 /18

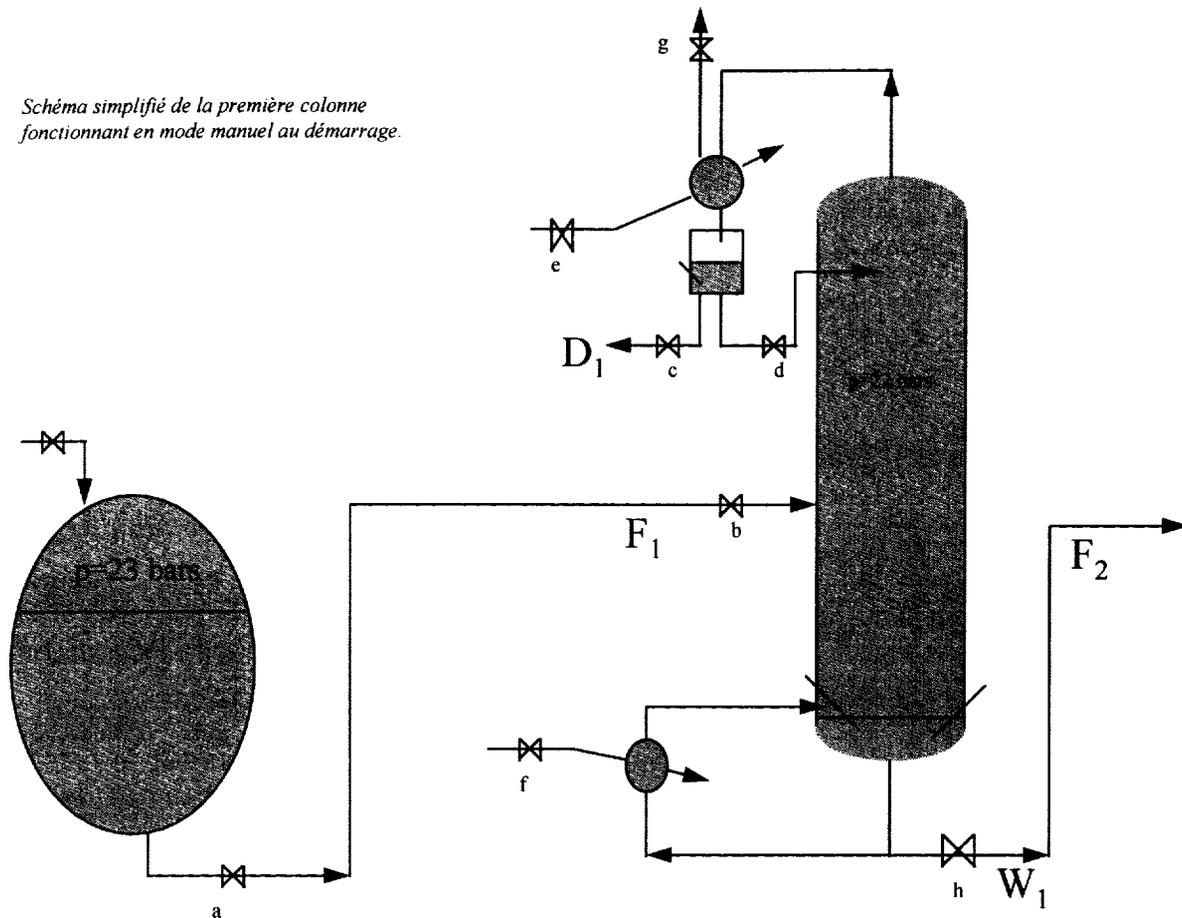
SUJET

5- Démarrage d'une opération de rectification en continu sur la première colonne.

Dans le tableau suivant, indiquer l'ordre des actions à réaliser pour le démarrage de la colonne N° 1 jusqu'à sa mise en régime et l'alimentation de la colonne N°2.

Tous les robinets sont préalablement fermés avant intervention, et la colonne contient déjà dans son bouilleur une charge suffisante du mélange liquide à rectifier sous une pression de 22 bars.

Schéma simplifié de la première colonne fonctionnant en mode manuel au démarrage.



On utilisera la convention suivante
 O: pour un robinet ouvert.
 F: pour un robinet fermé.
 Lettres pour la position des Robinets sur l'installation.

Repère des robinets	a	b	c	d	e	f	g	h
N°d'Ordre de l'action								
Ouvert : O								
Fermé : F								

Tableau A compléter et à rendre avec votre copie.

Annexe 1

Formulaire.

Loi de Raoult : $P_A = P_A^0 X_A$

Loi de Dalton : $P_A = P_T Y_A$

Avec :

P_A^0 la tension de vapeur du produit liquide A considéré pur.

P_A la pression partielle du produit A dans le mélange gazeux en équilibre avec le mélange liquide.

P_T la pression totale du mélange vapeur en équilibre avec le mélange liquide.

X_A la fraction molaire du produit A dans le mélange liquide.

Y_A la fraction molaire du produit A dans le mélange gazeux.

Loi des gaz parfaits : $PV = nRT$

Avec :

P : pression absolue du gaz (en pascal.)

V : volume du gaz (en m³.)

n : nombre de moles de gaz (en mol.)

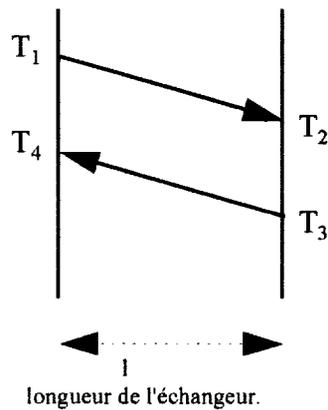
R = 8,314 J/(mol.°C) constante des gaz parfaits.

T : Température absolue en degré kelvin.

Taux de compression: $\tau = \frac{\text{pression absolue de refoulement}}{\text{pression absolue d'aspiration}}$

Différence de température logarithmique moyenne: $DTLM = \frac{A - B}{\ln\left(\frac{A}{B}\right)}$

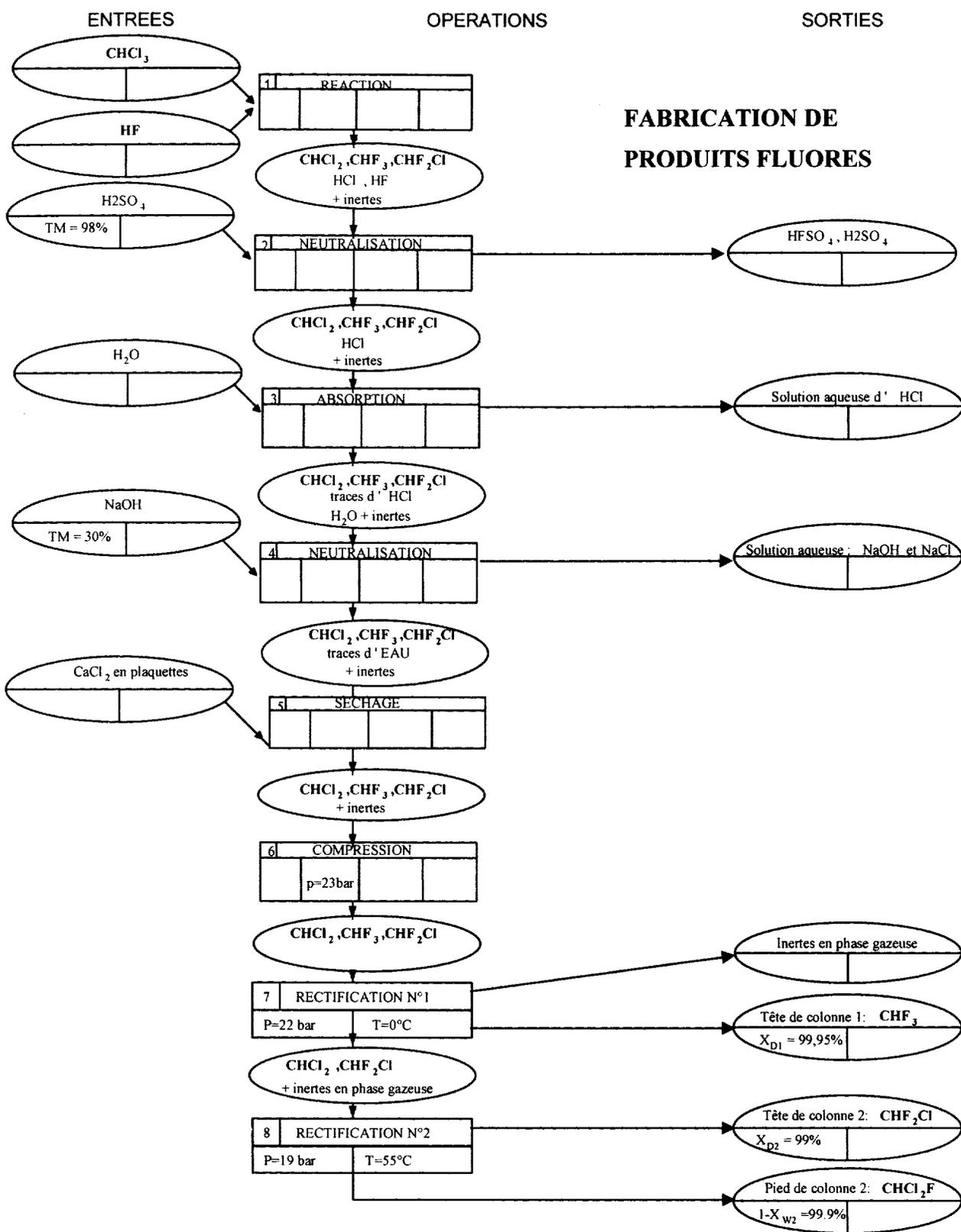
Avec: $A = (T_1 - T_4)$ et $B = (T_2 - T_3)$ voir représentation du modèle ci-dessous.



Coefficient global de transfert thermique: $K = \frac{1}{\frac{1}{h_g} + \frac{x}{\lambda} + \frac{1}{h_e}}$

Equation de la droite opératoire d'enrichissement: $Y = \frac{R}{R+1} X + \frac{X_D}{R+1}$

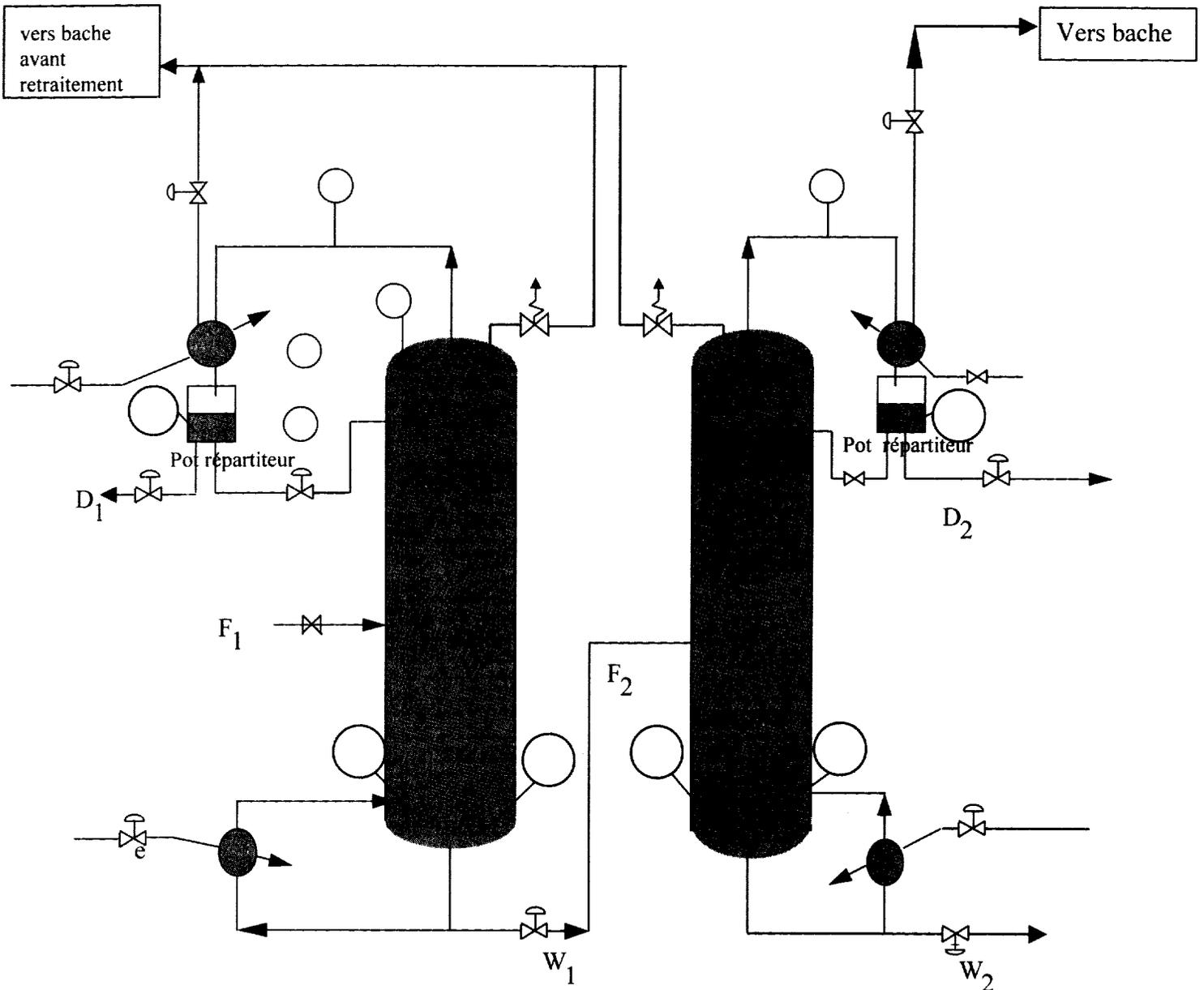
BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires		Folio 10 /18



BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires		Folio 11 /18

Annexe 3

Schéma de procédé du plan de circulation de la rectification d'hydroalcanes fluorés et chlorofluorés.



(A compléter et à rendre avec votre copie).

BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires	SUJET	Folio 12 / 18

Annexe 4

Tableau des bilans matières sur les deux colonnes de rectification d'hydroalcanes fluorés et chlorofluorés.

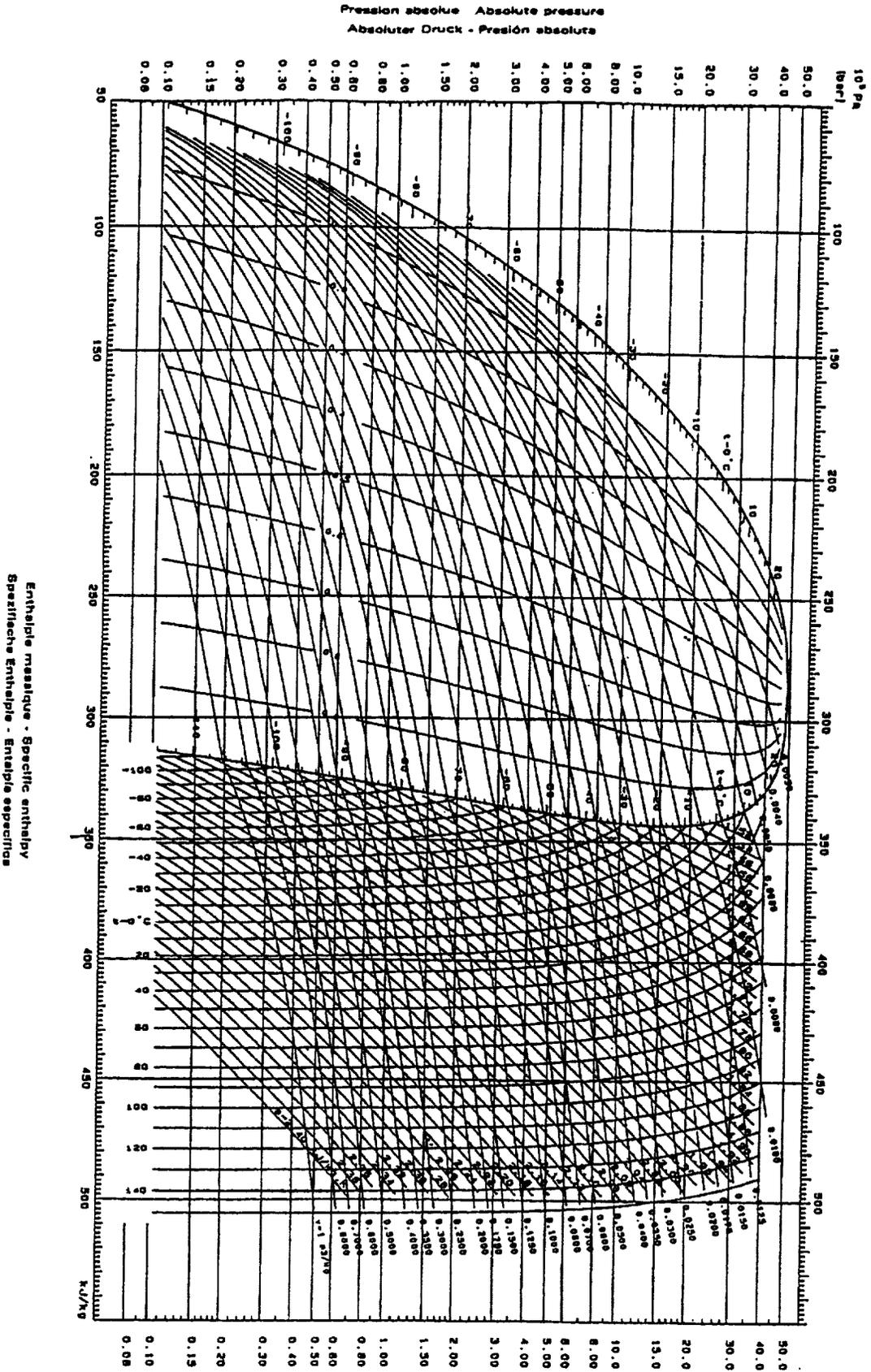
Tableau 1-1-a: Bilan matière sur la première colonne.

Première colonne fonctionnant à 22 bars									
	Distillat			Alimentation			Soutirât		
Constituants	Molaire	Débit Molaire	Débit Massique	Molaire	Débit Molaire	Débit Massique	Molaire	Débit Molaire	Débit Massique
	%	kmol/h	kg/h	%	kmol/h	kg.h ⁻¹	%	kmol/h	kg/h
CHF ₃	99,95	100		52,3			0,1		
CHF ₂ Cl	0,05			30,1					
CHCl ₂ F				17,6					
Total									

(A compléter et à rendre avec votre copie).

BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires		SUJET
			Folio 13 /18

Annexe-5 Diagramme de Mollier du CHF₃

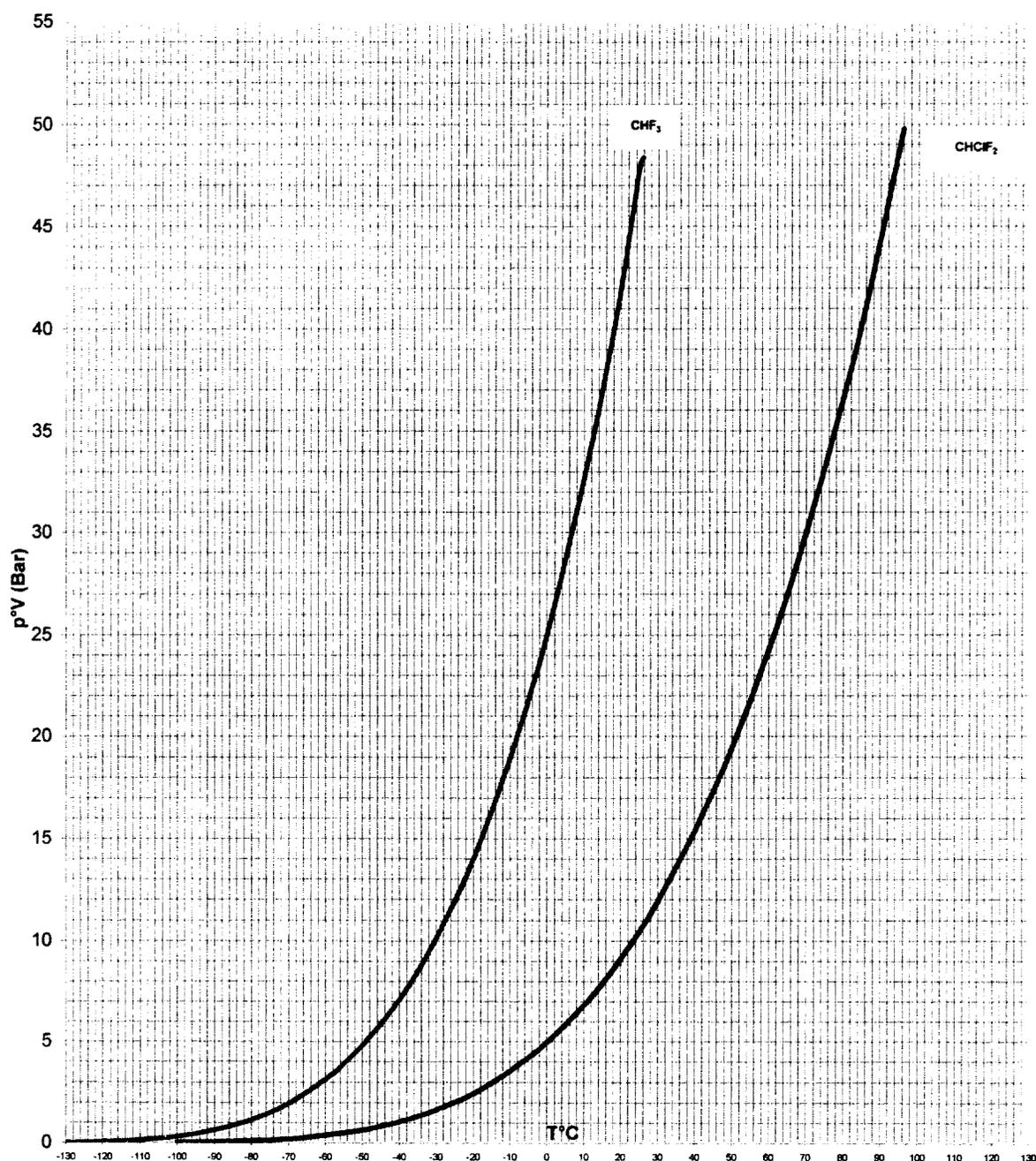


BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires	SUJET	Folio 14 /18

Annexe-6

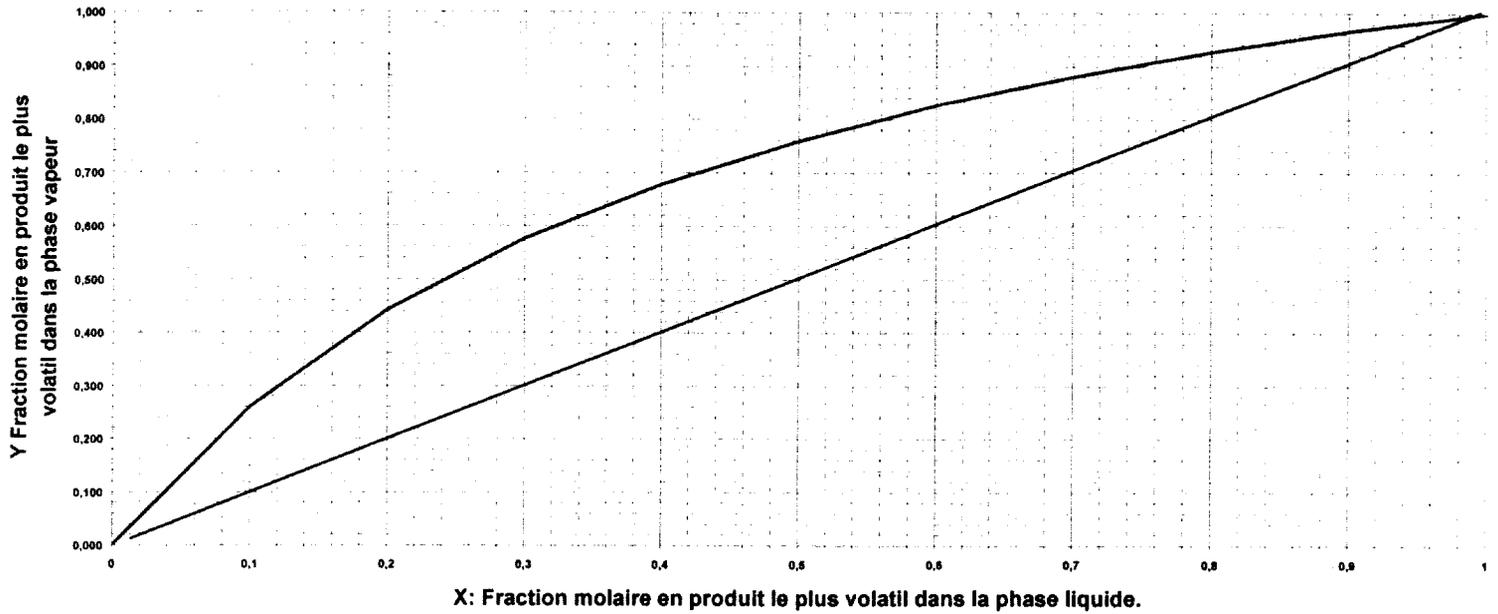
Courbes de tension de vapeur du CHClF_2 et du CHF_3 en fonction de la température.

$P^0 = f(T)$ (pression absolue en fonction de la température)



BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires	SUJET	Folio 15 /18

Annexe 7
Papier millimétré et courbe d'équilibre
sous une pression de 19 bar du binaire CHCl₂F - CHF₂Cl.

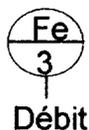
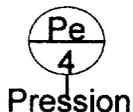
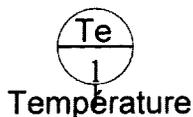


(A compléter et à rendre avec votre copie).

BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires		Folio 16 /18
SUJET			

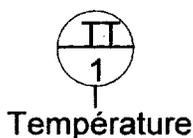
ANNEXE 8 SYMBOLES DE REGULATION

CAPTEURS



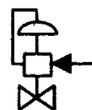
Le chiffre indique le numéro de boucle

TRANSMETTEURS

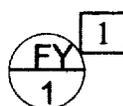


Le chiffre indique le numéro de boucle

ORGANES CORRECTEURS



OPERATEURS OU RELAIS DE CALCUL NON PILOTABLES



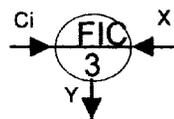
1 Mention de la fonction :

Σ : Sommateur

V : Extracteur de racine

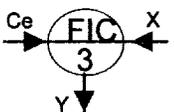
% : Proportionneur

REGULATEURS



X : mesure

Y : signal du régulateur



Ci : consigne interne

Ce : consigne externe

TYPES DE LIAISONS

Electrique

.....

Numérique

Pneumatique

— # — # — # — # —

BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires	SUJET	Folio 17 /18

Annexe 9

Barème de notation.

1-1 Bilan matière.	12/60
1-2 Détermination des pressions en tête des colonnes.	6/60
1-3 Etude de la rectification en continu dans la deuxième colonne.	6/60
2-1 Compression bi-étagées.	6/60
2-2 Refroidissement intermédiaire des gaz comprimés entre les deux étages de compression.	10/60
3-1 Hauteur de la garde hydraulique.	2/60
3-2 Pression minimale d'admission d'acide chlorhydrique.	3/60
4-1 Etude des boucles de régulation de la première colonne.	4/60
4-2 Dessin des boucles de régulation.	8/60
5 Démarrage d'une opération de rectification en continu sur la première colonne.	3/60
Total	60/60

BAC PRO	INDUSTRIES DE PROCEDES	Code sujet : 0206-IP T	Session : 2002
	Epreuve : E2 – Etude et Conduite des Opérations Unitaires SUJET		Folio 18 /18