

## TSCH2

**SYNTHESE DE L'ANHYDRIDE ACETIQUE.****1 - Principe.**

La synthèse s'effectue en deux étapes: pyrolyse de l'acétone en cétène et méthane, puis réaction du cétène avec l'acide acétique.

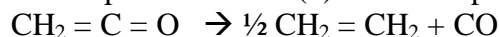
La pyrolyse (1) se fait à 700 °C dans un four tubulaire:



Cette réaction est endothermique:  $\Delta H_1 = 81,4 \text{ kJ/mol}$ .

Il est nécessaire de recycler l'acétone n'ayant pas réagi car son taux de conversion n'est que de 10 %.

D'autre part, 12 % du cétène formé par la réaction (1) est décomposé selon la réaction (2):



Cette réaction est exothermique:  $\Delta H_2 = -62,7 \text{ kJ/mol}$ .

Le gaz de la pyrolyse traité par l'acide acétique fournit l'anhydride selon la réaction (3):



(On considère que cette réaction est totale).

**2 - Description du procédé.**

La totalité de l'acétone (celle qui est ajoutée dans le procédé et qui est dite "fraîche", plus celle qui est recyclée) est introduite dans les tubes du four (F) et est portée à 700 °C par la combustion de gaz. A la sortie, on récupère un mélange gazeux formé d'acétone non transformée, de cétène et de gaz dits inertes (méthane, éthylène et monoxyde de carbone).

Ce mélange est introduit dans la colonne de réaction (D<sub>1</sub>) dans laquelle est pulvérisé de l'acide acétique qui réagit avec le cétène pour former l'anhydride acétique.

**Traitement des gaz sortant de D<sub>1</sub>:**

Les gaz sont refroidis à 80 °C dans l'échangeur E, et une condensation partielle se produit. On obtient donc une phase liquide constituée de tout l'anhydride acétique plus de l'acide acétique et de l'acétone, et une phase gazeuse qui contient tous les inertes plus des vapeurs d'acétone et d'acide acétique.

La phase gaz est lavée dans une colonne d'absorption (D<sub>2</sub>) où l'acétone est dissoute dans de l'acide acétique. Les inertes sont envoyés à la torche. La phase liquide sortant de D<sub>2</sub> est stockée dans un bac tampon avant d'être envoyée vers la première installation de rectification (colonne D<sub>3</sub>).

---

\*

La phase liquide quittant le condenseur E est envoyée également vers le bac tampon où arrive aussi un recyclage provenant de la deuxième rectification.

On récupère l'acétone en tête de D<sub>3</sub> et l'acide acétique en pied. Ces deux produits sont recyclés.

### **Traitement de la phase liquide sortant de D<sub>1</sub>:**

Le liquide sortant de la tour de réaction est envoyé dans la deuxième installation de rectification D<sub>4</sub>. En tête, on récupère l'acétone et l'acide acétique qui sont renvoyés vers D<sub>3</sub>, et en pied on récupère l'anhydride acétique.

## **TRAVAIL A EFFECTUER**

### ***Première partie: Schéma.***

Faire le schéma de procédé comprenant les appareils D<sub>1</sub>, E, D<sub>2</sub>, le bac tampon et D<sub>3</sub> en indiquant les mesures, régulations et sécurités nécessaires au bon fonctionnement. (Donc, ne pas représenter, ni le four F, ni la colonne D<sub>4</sub>).

En plus de la description du procédé (page 1) et du schéma de principe fourni en annexe, on tiendra compte des éléments suivants:

La tour de réaction D<sub>1</sub> est une colonne à garnissage. Le courant gazeux provenant du four F est introduit sous ce garnissage, tandis que l'acide est pulvérisé au-dessus.

L'échangeur E est un échangeur à faisceau tubulaire vertical.

La colonne D<sub>2</sub> est à ruissellement. Le débit de l'acide est fonction d'une analyse en ligne des inertes envoyés vers la torche.

La colonne D<sub>3</sub> est à plateaux perforés. Elle fonctionne sous la pression atmosphérique. Elle est équipée d'un bouilleur externe monté en thermosiphon. Le débit de la vapeur de chauffe est régulé. L'alimentation qui se fait à partir du bac tampon par une pompe centrifuge, est préchauffée. (Prévoir une régulation du débit de cette alimentation, ainsi que de sa température à l'entrée de D<sub>3</sub>). La température en tête de colonne est régulée grâce au débit du reflux.

### ***Deuxième partie: Technologie.***

On se propose de faire les bilans matières et énergétiques de cette fabrication.

Les calculs seront faits pour **produire 750 kg/h d'anhydride acétique**, en tenant compte de la formation des produits secondaires en partie dus à la décomposition partielle du cétène.

#### **1 - Étude du four de pyrolyse.**

Le craquage de l'acétone est effectué dans un four tubulaire chauffé au gaz.

##### **1-1) Bilan matière.**

a) Calculer le débit de cétène nécessaire pour produire 750 kg/h d'anhydride acétique.

Remarque: Tenir compte du taux de sélectivité de 88 % du cétène pour la réaction (3), lié au fait que 12 % est décomposé par la réaction (2).

b) Déterminer les débits massiques de l'acétone fraîche, de l'acétone recyclée et de l'acétone totale à l'entrée du four.

c) Déterminer les débits massiques de chaque produit à la sortie du four, et en déduire le débit pour l'ensemble des inertes

Compléter le schéma 1 de l'annexe 2 à rendre avec la copie.

## 1-2) Bilan énergétique

L'acétone est introduite à 25 °C, est vaporisée à 56 °C et est chauffée à 700 °C.

Rappel. La formation du cétène (réaction 1) est endothermique, et sa décomposition (réaction 2) est exothermique.

Déterminer le flux thermique à fournir au niveau du four.

## 2- Étude du condenseur.

Les gaz provenant de la tour de réaction sont dirigés vers un échangeur à faisceau tubulaire vertical parcouru par un courant d'eau froide. Les gaz passent de 80 °C à 50 °C. A la sortie de E, on obtient:

- une phase gaz qui contient 83 % de vapeur d'acétone et la totalité des inertes.
- Une phase liquide qui contient l'acide acétique et le reste de l'acétone.

## 2-1) Bilan matière

Déterminer le débit massique de chaque constituant de la phase gaz et de la phase liquide.

Les débits à l'entrée de l'échangeur sont donnés sur le **schéma 2 de l'annexe 2 qui devra être complété.**

## 2-2) Bilan énergétique

a) Déterminer le débit de l'eau de refroidissement qui entre à 20 °C et qui ressort à 40 °C. (**Pour simplifier**, on ne tiendra compte que des chaleur latentes de condensation).

b) Déterminer la surface d'échange sachant que le coefficient global pour cet échangeur fonctionnant à contre courant est  $K = 1730 \text{ kJ.h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ . (Pour tenir compte de la circulation en flux croisé, on introduira un coefficient multiplicateur:  $\alpha = 0.65$ ).

c) Sachant que les tubes ont une longueur de 3,50 m et un diamètre de 36 mm, et que chaque plaque tubulaire est équivalente à un tube, en déduire le nombre de tubes de cet échangeur.

## 3- Séparation de l'anhydride acétique par rectification

La phase liquide sortant de la tour de réaction D<sub>1</sub> contient les 750 kg/h d'anhydride acétique formé, plus de l'acide acétique et de l'acétone. Elle est envoyée dans la colonne de rectification D<sub>4</sub>.

Le distillat récupéré en tête contient l'acétone, de l'acide acétique et 1,7 % en masse d'anhydride acétique.

Le liquide soutiré en pied de colonne contient 98,8 % en masse d'anhydride acétique et 1,2 % d'acide acétique.

### **3-1) Bilan matière**

- a) Déterminer les débits massiques du distillat et du résidu.
- b) Préciser les débits massiques de chaque constituant dans le distillat et dans le résidu.

**Compléter le schéma 3 de l'annexe 2.**

### **3-2) Détermination du nombre de plateaux théoriques.**

Remarque: On traitera ce mélange comme un binaire, constitué d'une part d'un lourd (l'anhydride acétique), et d'autre part d'un léger (l'acide acétique plus l'acétone). Sur le diagramme d'équilibre liquide - vapeur, les titres  $x$  et  $y$  sont les titres molaires en léger, c'est-à-dire le rapport du nombre de moles « acide acétique + acétone » au nombre de moles total.

- a) Vérifier que les titres molaires en léger sont les suivants:  
alimentation:  $x_A = 0,91$       distillat:  $x_D = 0,99$       résidu:  $x_B = 0,02$

b) On fonctionne avec un taux de reflux de 1,5. Déterminer graphiquement le nombre de plateaux théoriques nécessaires pour réaliser cette rectification.