



Séquence n°8

Evaporation et cristallisation



Fiches de synthèse mobilisées :

Fiche n°4 : transferts thermiques et échangeurs

Fiche n°6 : transport des fluides

Fiche n°8 : évaporation et cristallisation



Sommaire des activités

Partie 1. Évaporation dans les procédés industriels	2
ACTIVITE 1. Production d'un concentré de tomate	2
ACTIVITE 2. Concentration d'une solution aqueuse d'engrais dans un évaporateur à deux effets ..	6
Partie 2. Cristallisation dans des procédés industriels	9
ACTIVITE 3. Cristallisation d'un engrais par refroidissement ou évaporation	9
ACTIVITE 4. Cristallisation de l'hydroquinone	14
Partie 3. Obtention de cristaux de du sulfate de cuivre pentahydraté par concentration et cristallisation d'une solution de sulfate de cuivre	16
ACTIVITE 5. Découverte du pilote de cristallisation	16
ACTIVITE 6. Phase de pré-concentration en discontinu	16
ACTIVITE 7. Phase de concentration – cristallisation en continu	18



Partie 1. Évaporation dans les procédés industriels

ACTIVITE 1. Production d'un concentré de tomate

La production d'un concentré de tomate à partir de jus de tomate est un procédé important de l'industrie agro-alimentaire. Les évaporateurs constituent les appareils de prédilection pour ces opérations.

Le procédé d'évaporation est schématisé dans le DOCUMENT 1. Le DOCUMENT 2 fournit certaines données du procédé. Le jus de tomate peut être assimilé à une suspension de « morceaux solides de tomates » dans de l'eau. La concentration de ce jus s'effectue en évaporant une certaine quantité d'eau : le jus se concentre alors en « morceaux solides de tomates » et on aboutit ainsi à la production de concentré de tomates.

L'évaporateur est un échangeur de chaleur à tubes verticaux. Le jus de tomate circule dans les tubes : la vaporisation par ébullition a lieu grâce à la vapeur de chauffe qui circule à l'extérieur des tubes. Par ce transfert thermique la vapeur de chauffe fournit, en se condensant, l'énergie nécessaire à la vaporisation d'une partie de l'eau du jus de tomate.

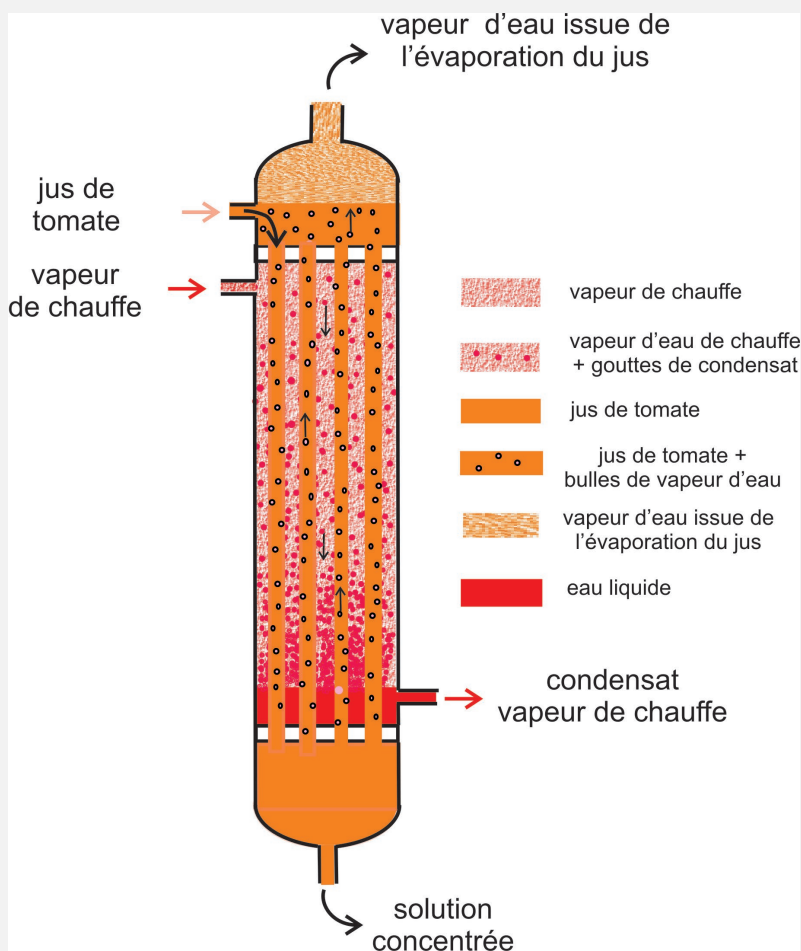
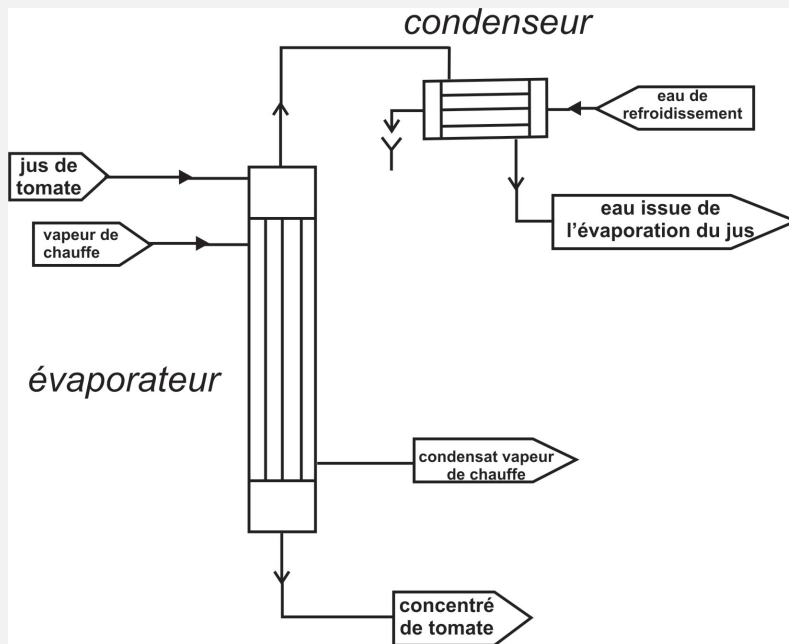
Des gouttes de condensat apparaissent dans l'enveloppe entourant les tubes et sont collectées en bas de l'échangeur : l'eau liquide est évacuée à ce niveau.

Le jus de tomate est introduit dans la partie haute de l'échangeur : il se concentre au fur et à mesure de sa progression vers le bas de l'évaporateur d'où il ressort plus concentré en « tomates ». L'évaporation produit des bulles de vapeur dans les tubes ; ces bulles se rassemblent au sommet de l'évaporateur. La vapeur créée par l'évaporation du jus est ensuite dirigée vers un condenseur. Cet échangeur tubulaire horizontal est alimenté en eau de refroidissement pour réaliser la transformation de la vapeur en condensat.

A l'intérieur des tubes de l'évaporateur, une pression inférieure à la pression atmosphérique est imposée à l'aide d'un dispositif non représenté sur le schéma de procédé. Le condenseur est alimenté en eau de refroidissement pour réaliser la transformation de la vapeur en condensat.



DOCUMENT 1 : schéma du procédé d'évaporation et d'un évaporateur



**DOCUMENT 2 : paramètres de fonctionnement du procédé et caractéristiques des tubes**

Alimentation de l'évaporateur en jus de tomate

débit : $3340 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$

fraction massique en « tomates » : 4,5 %

température : $60 \text{ }^\circ\text{C}$

Production de concentré de tomate

fraction massique en « tomates » : 28 %

Vapeur de chauffe

pression absolue de vapeur saturante : 1,70 bar

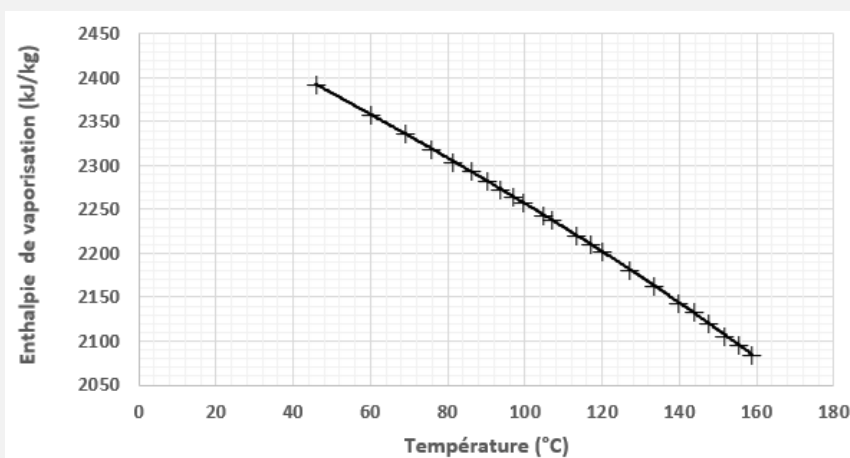
Pression absolue dans les tubes de l'évaporateur : 20000 Pascals

coefficient global d'échange des tubes U : $6 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{C}^{-1}$ **DOCUMENT 3 : données sur la vapeur d'eau**

Le tableau suivant indique la température de la vapeur d'eau saturante (température d'ébullition de l'eau) à différentes pressions.

Pression (bars)	Température ($^\circ\text{C}$)	Pression (bars)	Température ($^\circ\text{C}$)	Pression (bars)	Température ($^\circ\text{C}$)
0,03	24,0	0,34	72,0	1,30	107,1
0,04	29,0	0,37	74,0	1,60	113,3
0,06	36,0	0,40	75,9	1,80	116,9
0,09	43,0	0,45	79,0	2,00	120,2
0,10	45,8	0,50	81,3	2,50	127,4
0,15	54,0	0,60	86,1	3,00	133,5
0,18	58,0	0,70	90,0	3,60	139,9
0,20	60,1	0,80	93,5	4,00	143,6
0,23	63,0	0,90	96,7	4,50	147,9
0,26	66,0	1,00	99,6	5,00	151,8
0,30	69,1	1,20	104,8	5,50	155,5

Le graphique suivant décrit l'évolution de l'enthalpie de vaporisation de l'eau en fonction de la température.



**Partie 1 : Description du procédé**

1. A l'aide du DOCUMENT 3, déterminer la température de la vapeur de chauffe puis la température d'ébullition à l'intérieur des tubes de l'évaporateur.
2. Expliquer en quoi le processus d'évaporation permet d'augmenter la concentration d'urée.
3. Compléter le schéma du DOCUMENT 1 en faisant figurer les indications de débits massique, fractions massiques, pressions et températures.
4. Représenter les entrées et sorties des flux de matière traversant les tubes. L'évaporateur sera représenté par un simple rectangle avec des flèches aux entrées et sorties matérialisant les flux de matière. Indiquer les débits massiques de l'alimentation en jus de tomate (Q_{mA}), de l'eau évaporée (Q_{mV}) et du concentré de tomate (Q_{mC}).
5. L'évaporation s'effectue sous pression réduite dans ce procédé. Donner des arguments pour justifier ce choix.

Partie 2 : Bilan matière sur l'évaporateur

6. Calculer le débit massique de « tomate » à l'alimentation de l'évaporateur.
7. En utilisant l'hypothèse de conservation de la quantité de « tomate » dans l'évaporateur, en déduire le débit massique du concentré Q_{mC} .
8. Déterminer par un bilan de matière la relation entre Q_{mA} , Q_{mV} et Q_{mC} . En déduire Q_{mV} .
9. Calculer le rendement d'évaporation défini comme le rapport du débit massique d'eau évaporée sur le débit massique d'eau dans le jus de tomate.

Partie 3 : Etude thermique de l'évaporateur

10. Représenter sur un schéma l'évolution des températures du fluide chaud (vapeur de chauffe à l'entrée) et du fluide froid (jus de tomate à l'entrée) entre l'entrée et la sortie de l'évaporateur.
11. En utilisant les DOCUMENT 2 et 3, calculer la puissance thermique P_J reçue par le jus de tomate dans l'évaporateur.
12. En utilisant les DOCUMENT 2 et 3, déduire le débit massique de vapeur de chauffe $Q_{mV\text{chauf}}$ nécessaire.

La puissance thermique transférée dans l'évaporateur P_{trans} est donnée par la relation :

$$P_{trans} = U \cdot S \cdot (T_{vap\ chauffe} - T_{jus})$$

U est le coefficient global d'échange et S est la surface totale d'échange des tubes.

13. Calculer la surface totale d'échange des tubes.



ACTIVITE 2. Concentration d'une solution aqueuse d'engrais dans un évaporateur à deux effets

L'urée est utilisée en agriculture comme engrais azoté.

Il est obtenu par réaction du dioxyde de carbone CO_2 et l'ammoniac NH_3 sous forte pression et à des températures relativement élevées.

Après différentes opérations, on obtient une solution d'urée qu'il est nécessaire de concentrer avant de l'envoyer dans une tour de granulation de façon à obtenir l'urée solide. L'opération de concentration est réalisée dans deux évaporateurs montés en série et fonctionnant sous dépression.

Les deux évaporateurs sont assimilés à des échangeurs à faisceau tubulaire vertical. La solution d'urée arrive à l'intérieur des tubes et la vapeur d'eau de chauffe (apportant l'énergie nécessaire à l'évaporation) arrive dans la calandre. La solution d'urée est injectée dans le premier évaporateur avec un débit de $3000 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ et une fraction massique de 52 % en urée. La température d'entrée du mélange à traiter est de 65°C . La vapeur de chauffe qui alimente l'évaporateur est à une pression absolue de 7 bars.

Dans cet évaporateur, le débit d'eau évaporée est de $600 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$.

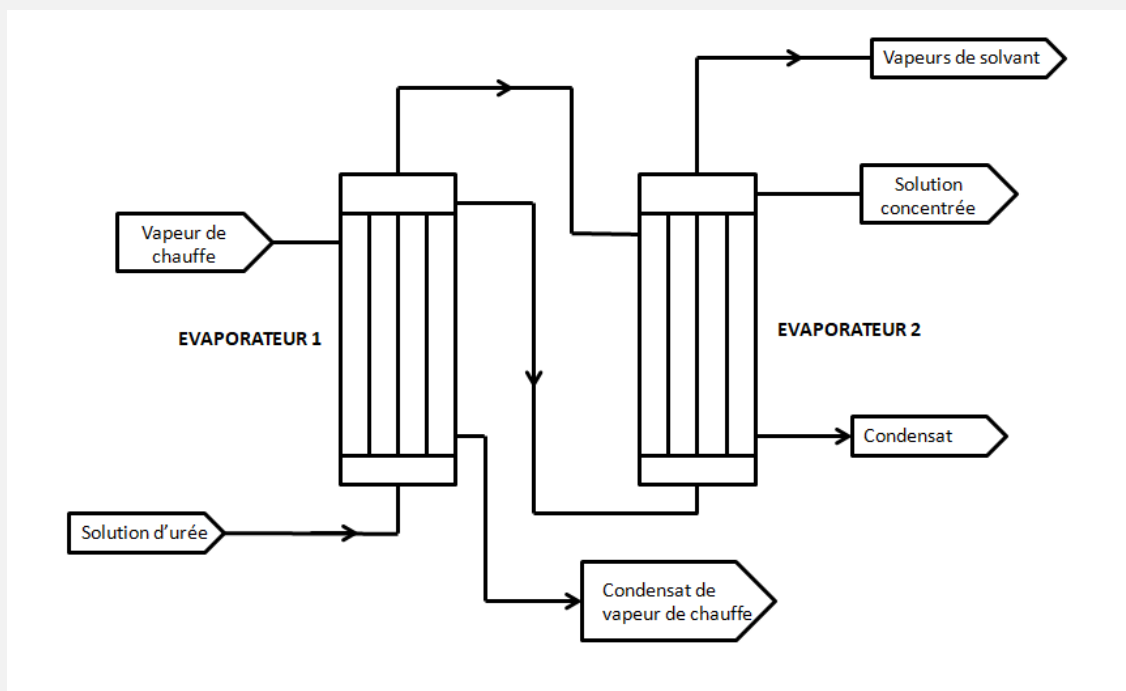
A la sortie de ce premier évaporateur, on récupère une solution concentrée à 65 % massique en urée qui est envoyée à la base du second évaporateur.

L'eau évaporée dans ce premier évaporateur est envoyée dans la calandre du second évaporateur afin d'apporter l'énergie nécessaire à l'évaporation de solvant.

Dans cet évaporateur, la solution entrant à une température de 92°C est concentrée grâce à l'énergie fournie par la vapeur issue du premier évaporateur. On obtient à la sortie de ce second évaporateur une solution plus concentrée en urée. Le débit d'eau que l'on peut évaporer dans ce second évaporateur est de $612 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$.

Le procédé d'évaporation est schématisé dans le DOCUMENT 1.

Le DOCUMENT 2 fournit certaines données du procédé.

**DOCUMENT 1 : schéma du procédé d'évaporation****DOCUMENT 2 : données sur les fluides**Caractéristiques de l'eau :

Détermination de la température d'ébullition : $P = \left(\frac{\theta_{eb}}{100}\right)^4$ avec P : pression de travail (bar)

θ_{eb} : température d'ébullition (°C)

Capacité thermique massique = $4,18 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$

Enthalpie de vaporisation de l'eau : à 162°C : $\Delta_{vap}h_{(160^\circ\text{C})} = 2085 \text{ kJ.kg}^{-1}$

à 92°C : $\Delta_{vap}h_{(92^\circ\text{C})} = 2276 \text{ kJ.kg}^{-1}$

à 75°C : $\Delta_{vap}h_{(75^\circ\text{C})} = 2318 \text{ kJ.kg}^{-1}$

Caractéristiques de l'urée :

Capacité thermique massique de la solution d'urée = $1,45 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (on la considérera constante quelque soit la concentration de la solution)

**DOCUMENT 3 : données sur les évaporateurs****Evaporateur 1:**

Fonctionnement sous la dépression $\Delta P = - 0,3$ bar par rapport à la pression atmosphérique

Température d'ébullition de la solution = 92 °C

Evaporateur 2:

Pour la vapeur d'eau de chauffe (provenant de l'eau évaporée dans l'évaporateur 1) on prendra une température de 92 °C.

Fonctionnement sous la dépression $\Delta P = - 0,7$ bar par rapport à la pression atmosphérique

Température d'ébullition de la solution = 75 °C

Partie 1 : Description du procédé

1. Expliquer en quoi le processus d'évaporation permet d'augmenter la concentration d'urée.
2. Recopier le schéma donné dans le DOCUMENT 1 et annoter les valeurs des débits d'entrée et de sortie des différents fluides.
3. Faire figurer sur le schéma les fractions massiques en urée des solutions.
4. En utilisant le DOCUMENT 2, déterminer la température d'ébullition de la vapeur de chauffe.
5. La solution se déplace de l'évaporateur 1 vers l'évaporateur 2 sans qu'il y ait besoin d'une pompe. Expliquer pourquoi.

Partie 2 : Bilans de matière

6. A l'aide d'un bilan de matière, calculer le débit massique de la solution concentrée sortant du premier évaporateur.
7. A l'aide d'un bilan de matière sur le second évaporateur, calculer le débit massique de la solution concentrée sortant de ce dernier évaporateur.
8. En utilisant l'hypothèse de la conservation de la quantité d'urée, déterminer la fraction massique de la solution concentrée sortant du second évaporateur.
9. Calculer le rendement d'évaporation dans le premier évaporateur (le rendement d'évaporation est défini comme le rapport du débit massique d'eau évaporée sur le débit massique d'eau dans la solution d'urée alimentant l'évaporateur).

Partie 3 : Bilans thermiques**A. Bilan thermique sur le premier évaporateur**

10. Indiquer d'un point de vue thermique les changements subis par la solution d'urée dans l'évaporateur.
11. Calculer la puissance thermique qui doit être fournie à la solution d'urée dans le premier évaporateur pour la concentration selon les conditions indiquées ci-dessus.
12. A l'aide d'un bilan thermique sur le premier évaporateur et en considérant qu'il n'y a pas de pertes, calculer le débit massique V de vapeur d'eau saturée de chauffe nécessaire à la première concentration. On considère que dans l'évaporateur, les vapeurs de chauffe ne font que se condenser sans refroidissement du liquide obtenu.

B. Bilan thermique sur le second évaporateur

13. Calculer la puissance thermique que peut libérer par condensation la vapeur d'eau évaporée dans le second évaporateur (on considère que les condensats sont éliminés dès leur formation).
14. Exprimer la puissance thermique reçue par la solution dans le second évaporateur.
15. En réalisant un bilan thermique et en considérant qu'il n'y a pas de pertes thermiques, vérifier que le débit de vapeur d'eau qui peut être éliminé de la solution est de $612 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$.



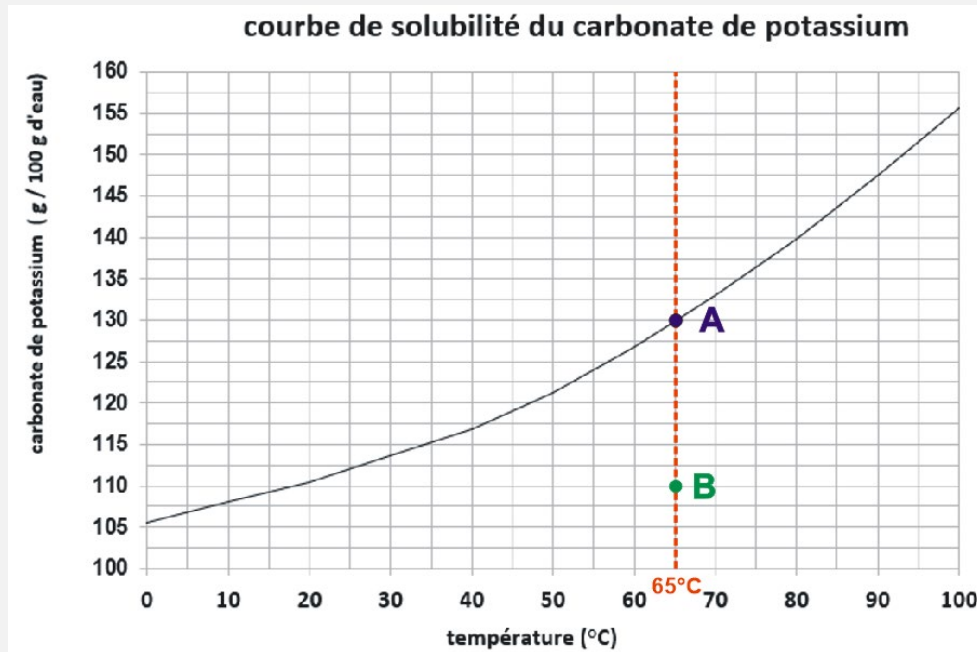
Partie 2. Cristallisation dans des procédés industriels

ACTIVITE 3. Cristallisation d'un engrais par refroidissement ou évaporation

Le sulfate d'ammonium de formule chimique $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ est principalement utilisé comme engrais car il constitue une source d'apport en azote et soufre. Il a également une action de diminution du pH des sols. Enfin il entre aussi dans la constitution des insecticides et herbicides comme adjuvant.

Il est obtenu par réaction entre l'ammoniac et l'acide sulfurique. La cristallisation est généralement obtenue par évaporation mais dans l'étude suivante on envisage aussi de tester un procédé différent par refroidissement d'une solution saturée.

Le processus de cristallisation exige la compréhension des courbes de solubilité. Le DOCUMENT 1 précise leur exploitation dans le cadre de la cristallisation.

**DOCUMENT 1 : exemple de solubilité d'un composé chimique (carbonate de potassium)**

Un composé chimique peut se dissoudre dans l'eau plus ou moins facilement en fonction de la température. La courbe de solubilité permet de connaître la quantité de solide maximale qui peut être dissoute dans 100 g d'eau.

Dans l'exemple ci-dessus, on peut observer qu'à 65°C il est possible de dissoudre 130 g de carbonate de potassium dans 100 g d'eau : dans ce cas on a une solution juste saturée. On a uniquement une phase liquide. Le point A du graphique correspond à cette solution saturée.

La fraction massique en carbonate de potassium w de cette solution se calcule ainsi :

$$w = \frac{130}{100 + 130} = 0,565$$

Si on introduit 150 g de carbonate de potassium dans 100 g d'eau à 65°C, alors 20 g ne pourront être dissout. On est alors en présence de deux phases : une phase liquide (solution saturée) et une phase solide constituée de l'excès de solide non dissout (20 g). La solution est alors aussi représentée par le point A du graphique.

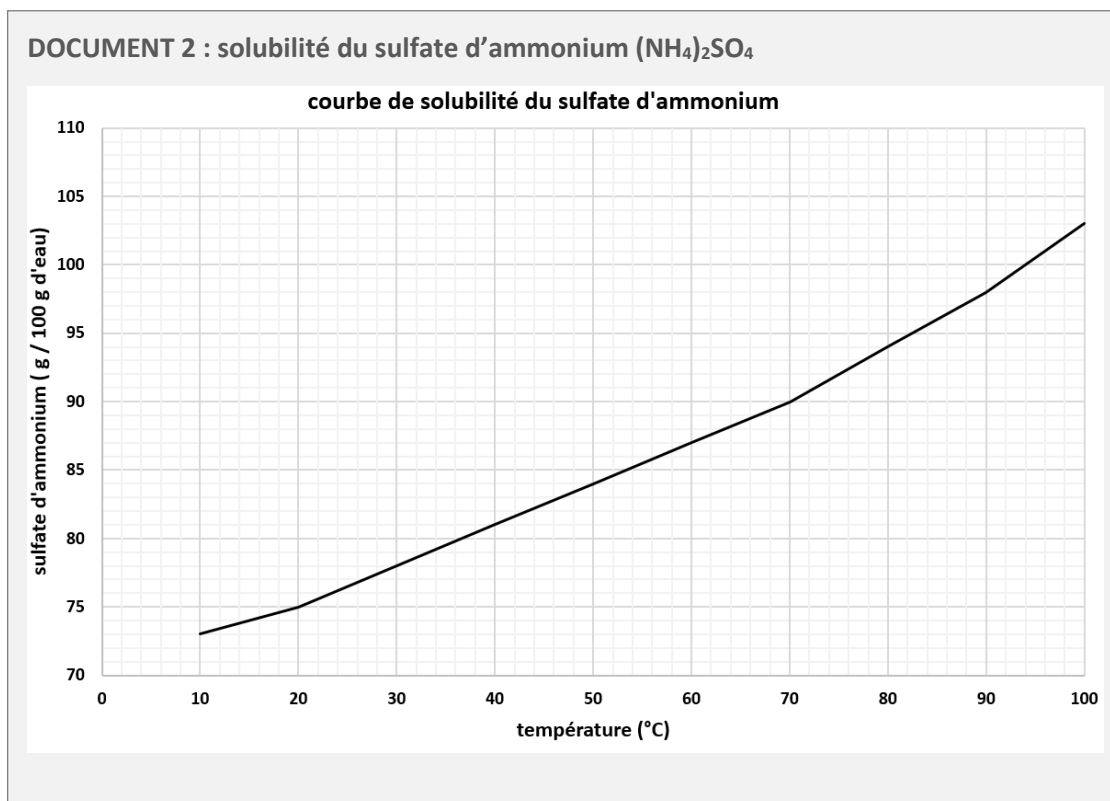
Si on introduit 110 g de carbonate de potassium dans 100 g d'eau à 65°C, alors tout le solide sera dissout et la solution ne sera pas saturée : on sera uniquement en présence d'une phase liquide. Le point B du graphique correspond à cette solution.

La partie du graphique située sous la courbe de solubilité est donc le domaine des solutions non saturées.

On observe que la solubilité du carbonate de potassium augmente si la température augmente. Par conséquent on peut prévoir qu'une diminution de la température par refroidissement d'une solution saturée pourra permettre l'apparition d'une phase solide : c'est le processus de cristallisation.

**Partie 1 : Préparation de la solution de sulfate d'ammonium**

1. Une solution est préparée par un premier technicien dans les conditions suivantes : une masse de 8 kg de sulfate d'ammonium est dissoute dans 10 kg d'eau à une température de 60°C. Montrer que la dissolution est effectivement possible et placer le point A correspondant à cette solution sur le graphique du DOCUMENT 2.
2. Montrer que la fraction massique en sulfate d'ammonium de cette solution est égal à 0,444.
3. Déterminer la masse maximale de sulfate d'ammonium qui pourrait être dissoute à 60°C.
4. Un second technicien préfère dissoudre une masse plus importante de sulfate d'ammonium dans 10 kg d'eau. Il choisit une masse de 9,5 kg de sulfate d'ammonium. Indiquer alors la température minimale pour la dissolution et placer le point B correspondant à cette solution sur le graphique du DOCUMENT 2.

**Partie 2 : Cristallisation par refroidissement**

On utilise la solution préparée dans la Partie 1 : une masse de 8 kg de sulfate d'ammonium est dissoute dans 10 kg d'eau à 60°C. La cristallisation s'effectue dans un cristalliseur équipé d'une double enveloppe permettant le refroidissement de la solution. Le refroidissement de cette solution débute alors pour atteindre une température finale de 20°C.

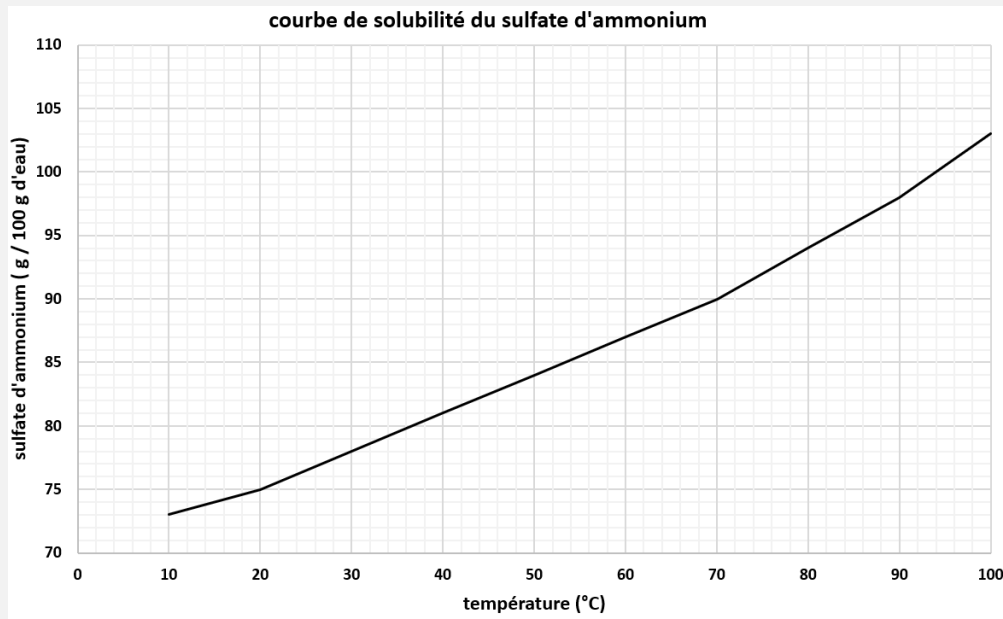
5. Indiquer la température à laquelle la solution précédente devient saturée. Pour cela, sur le DOCUMENT 3, replacer le point A correspondant au début de refroidissement (voir 1.) et indiquer la position du point C correspondant à l'atteinte de la température de saturation de la solution.
6. Justifier pourquoi une phase solide est présente à 20°C en fin de refroidissement avec une solution saturée.
7. Indiquer le point D correspondant à cette solution obtenue en fin de refroidissement à 20°C.
8. Déterminer la composition de cette solution en g de sulfate d'ammonium pour 100 g d'eau puis calculer la fraction massique de cette solution.
9. Justifier une fraction massique en sulfate d'ammonium égal à 1 pour la phase solide de cristaux de sulfate d'ammonium apparus.
10. Une masse m_s de 17,53 kg de solution saturée est pesée à la fin de la cristallisation.



Compléter le schéma de principe du cristalliseur dans le DOCUMENT 3 en indiquant pour chaque flux de matière les valeurs littérale et numérique (si elles sont connues) de la masse et de la fraction massique en sulfate d'ammonium.

11. En déduire la masse m_c de cristaux obtenus.
12. Réaliser un bilan de matière en sulfate d'ammonium et vérifier s'il est cohérent avec les résultats précédents.
13. Le rendement de cristallisation est défini comme le rapport de la masse de cristaux de sulfate d'ammonium sur la masse de sulfate d'ammonium dissoute dans la solution initiale. Calculer ce rendement.

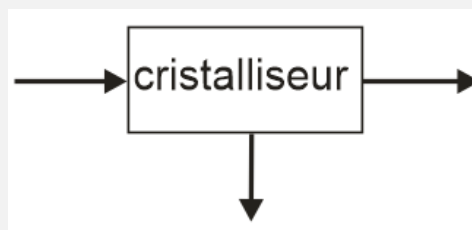
DOCUMENT 3 : cristallisation par refroidissement



m_L, w_L : masse et fraction massique en $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ de la solution introduite dans le cristalliseur

m_S, w_S : masse et fraction massique en $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ de la solution saturée en fin de refroidissement

m_C, w_C : masse et fraction massique en $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ des cristaux obtenus

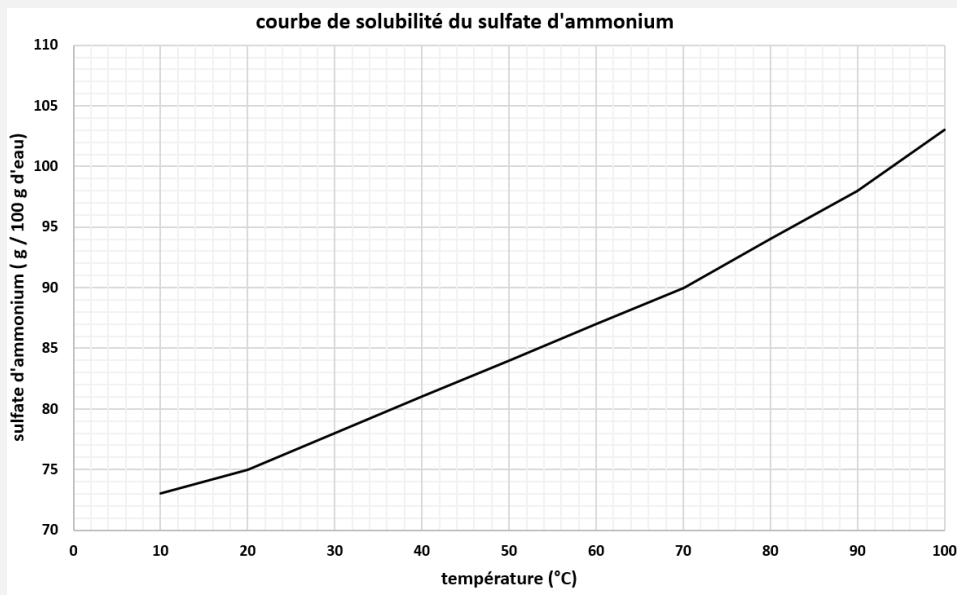




Partie 3 : Cristallisation par évaporation

On utilise toujours la solution préparée dans la Partie 1 : une masse de 8 kg de sulfate d'ammonium est dissoute dans 10 kg d'eau à 60°C. La cristallisation s'effectue maintenant dans un évaporateur-cristalliseur permettant l'évaporation d'une partie de l'eau de la solution initiale. Si l'évaporation est suffisante, la cristallisation va pouvoir démarrer. Le processus s'effectue à une température constante de 60°C.

14. Sur le DOCUMENT 4, replacer le point A correspondant au début de l'opération (voir 1.). En déduire l'évolution qualitative de la concentration de la solution en sulfate d'ammonium pendant l'évaporation.
15. Justifier que la solution finisse par être saturée ; indiquer alors le point E correspondant sur le DOCUMENT 4.
16. En déduire la fraction massique de cette solution saturée à 60°C.
17. Justifier pourquoi une phase solide de cristaux apparaît alors.
18. En fin d'opération, une masse m_E de 2,02 kg d'eau évaporée ainsi qu'une masse m_S de solution saturée de 14,97 kg sont pesées.
Compléter le schéma de principe de l'évaporateur-cristalliseur dans le DOCUMENT 4 en indiquant pour chaque flux de matière les valeurs littérale et numérique (si elles sont connues) de la masse et de la fraction massique en sulfate d'ammonium.
19. En déduire la masse m_C de cristaux obtenus.
20. Réaliser un bilan de matière en sulfate d'ammonium et vérifier s'il est cohérent avec les résultats précédents.
21. Calculer le rendement de la cristallisation (ce rendement est défini comme précédemment).
22. En déduire la méthode de cristallisation la plus efficace.

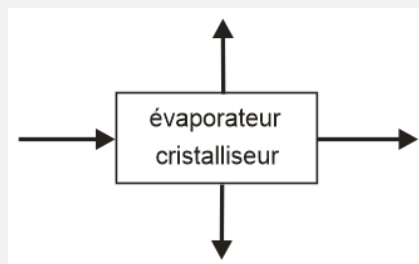
**DOCUMENT 4 : cristallisation par évaporation**

m_L, w_L : masse et fraction massique en $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ de la solution introduite dans l'appareil

m_S, w_S : masse et fraction massique en $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ de la solution saturée à 60°C dans l'appareil

m_E, w_E : masse et fraction massique en $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ dans l'eau évaporée

m_C, w_C : masse et fraction massique en $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ des cristaux obtenus

**ACTIVITE 4. Cristallisation de l'hydroquinone**

Le 1,4-dihydroxybenzène, appelé hydroquinone, a de nombreuses utilisations : c'est un intermédiaire industriel pour la synthèse de produits pharmaceutiques ; il peut aussi servir d'inhibiteurs lors de la synthèse de polymères.

L'hydroquinone est un composé qui se présente sous forme de poudre.

L'hydroquinone est obtenue par action de l'eau oxygénée sur le phénol. Après la synthèse, la solution d'hydroquinone est envoyée dans un évaporateur afin d'être concentrée.

Après concentration, la solution d'hydroquinone est introduite dans un cristalliseur afin d'obtenir l'hydroquinone sous forme de poudre.

La solution, constituée d'hydroquinone et d'eau, est introduite dans un cristalliseur fonctionnant en continu. Cette solution, dont la température d'entrée est de 80°C , est refroidie dans le cristalliseur à une température de 20°C . Le mélange (suspension de cristaux dans la solution) sortant du cristalliseur est envoyé dans une essoreuse fonctionnant en continu afin de séparer les cristaux des eaux mères (solution saturée d'hydroquinone à la température de 20°C).



L'hydroquinone est toxique et provoque des irritations locales ; son absorption peut entraîner la mort ; elle est dangereuse pour les écosystèmes.

Partie 1 : Description du procédé

1. Le cristalliseur est un mélangeur équipé d'une double enveloppe alimentée en eau glycolée. Ce fluide arrive dans la double enveloppe à -5°C . Expliquer le rôle de ce système. Indiquer pourquoi l'eau glycolée est préférée à l'eau brute (utiliser les DOCUMENT 1 et 2).
2. Le cristalliseur fonctionne à pression atmosphérique. Cette mise à la pression atmosphérique doit être équipée de divers dispositifs de sécurité. Expliquer pourquoi ces dispositifs sont nécessaires.
3. La solution d'hydroquinone entrant dans le cristalliseur est saturée à 70°C . Déterminer la fraction massique en hydroquinone de la solution (utiliser le DOCUMENT 1).
4. A la sortie de l'essoreuse, les eaux mères sont saturées à 20°C . Déterminer la fraction massique en hydroquinone des eaux mères.

Partie 2 : Bilan matière

5. A partir des données fournies dans le DOCUMENT 2 et de la fraction massique en hydroquinone déterminé, calculer le débit d'hydroquinone et le débit d'eau introduit dans le cristalliseur.
6. Représenter, sur un même schéma, les entrées et sorties des flux de matière de l'évaporateur et de l'essoreuse. L'évaporateur et l'essoreuse seront représentés par de simples rectangles avec des flèches aux entrées et sorties matérialisant les flux de matière. Indiquer les valeurs de débits et de fractions massiques des entrées et des sorties à partir des données fournies ou déterminées dans les questions précédentes.
7. En réalisant un bilan de matière sur l'ensemble cristalliseur +essoreuse, déterminer le débit massique d'eaux-mères récupérées (utiliser le DOCUMENT 2).
8. A partir des données sur les eaux-mères, déterminer le débit massique d'hydroquinone dissous dans cette solution.
9. En effectuant un bilan de matière sur l'hydroquinone, déterminer le débit massique d'hydroquinone dans les cristaux.
10. Comparer la valeur de ce débit massique avec celle indiquée dans l'énoncé. Proposer une explication à la différence observée
11. En déduire la fraction massique en hydroquinone des cristaux.
12. Calculer le rendement de la cristallisation.

DOCUMENT 1 : solubilité de l'hydroquinone

Les valeurs de solubilité de l'hydroquinone sont fournies dans le tableau ci-dessous

Température ($^{\circ}\text{C}$)	10	20	30	40	50	60	70	80
Solubilité (g/100g d'eau)	5,1	6,7	8,5	11,8	18,0	26,1	36,2	47,2



DOCUMENT 2 : paramètres de fonctionnement

Débit massique d'alimentation du cristalliseur : 3400 kg.h⁻¹ température d'entrée du mélange : 70°C

Température dans le cristalliseur : 20°C

Débit massique de cristaux sortant du filtre : 1162 kg.h⁻¹

Le cristalliseur est refroidi par circulation d'eau glycolée dans la double enveloppe. L'eau glycolée est une eau à laquelle on a ajouté de l'éthylène glycol. Cet ajout de glycol permet d'abaisser le point de fusion de l'eau.

Partie 3. Obtention de cristaux de du sulfate de cuivre pentahydraté par concentration et cristallisation d'une solution de sulfate de cuivre

L'exploitation des activités proposées est réalisée à l'aide de 4 vidéos.

ACTIVITE 5. Découverte du pilote de cristallisation

1. En vous aidant de la vidéo 1 de présentation, compléter le schéma simplifié du pilote (Figure 1).

ACTIVITE 6. Phase de pré-concentration en discontinu

Pour cette activité, visionner la vidéo 2.

Partie 1 : Les conditions opératoires

La densité de la solution de sulfate de cuivre mesurée à 20 °C vaut $d_A = 1,138$.

2. A l'aide de la courbe densité des solutions aqueuses de sulfate de cuivre (Document 7), déterminer la fraction massique en sulfate de cuivre notée W_A et compléter le tableau N°1.

Document 1 : calculs préparatoires, phase de de pré-concentration

Tableau 1	Solution d'alimentation	
Densité de la solution $d_A = 1,138$	à $\theta = 20^\circ \text{C}$	Fraction massique en CuSO_4 $W_A = \dots\dots\%$
Conditions opératoires : $W_C = 25\%$		
Masse de solution d'alimentation calculée $m_A = \dots\dots\dots \text{kg}$		
Masse de condensat calculée $m_S = \dots\dots\dots \text{kg}$		

Calculs préparatoires, phase de pré-concentration

3. Calculer la solubilité de la solution diluée A à partir de la fraction massique W_A , on utilisera la relation suivante :

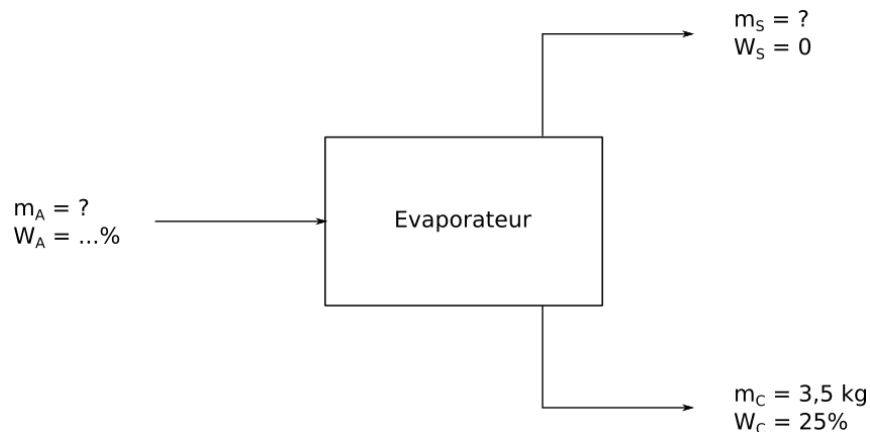
$$s_A = \frac{W_A}{1 - W_A} \times 100$$



4. Calculer la solubilité de la solution concentrée C à partir de la fraction massique W_c , on utilisera la relation suivante :

$$s_c = \frac{W_c}{1 - W_c} \times 100$$

5. Placer les deux points sur la courbe de solubilité du Document 8 pour une température de 20 °C.
6. Peut-on obtenir des cristaux avec le mélange A. Pourquoi ?
7. Peut-on obtenir des cristaux avec le mélange C. Pourquoi ?
8. Calculer, en réalisant un bilan de matière sur l'évaporateur, la masse de solution d'alimentation m_A à introduire et la masse m_s de condensat à récupérer (masse de solvant ou masse d'eau à évaporer) pour obtenir une masse de concentrât $m_c = 3,5$ kg à un fraction massique égal à $W_c = 25$ %. Compléter le **Tableau 1**.



Partie 2 : Mise en œuvre expérimentale

Après les différents contrôles effectués sur le pilote, on effectue le suivi de la phase de préconcentration (**Tableau 2**) après avoir chargé la masse de solution m_A calculée.

On relève toutes les 10 min la masse de condensat récupérée, on calcule la masse de solution restante dans l'évaporateur et le débit de condensat.

On note m_{B0} la masse introduite dans le bouilleur à l'instant t_0 et $m_{B(t)}$ la masse restante à l'instant t .



On réalise des relevés de températures permettant de contrôler le bon fonctionnement du pilote. (**Tableau 3**).

Document 3 : Relevés expérimentaux de la phase de concentration- cristallisation

Tableau 3		Concentration - Cristallisation				Q_{mA} =kg.h⁻¹		Q_{mS} =kg.h⁻¹					
Temps (min)	Alimentation			Condensats		Températures (°C)				Condenseur			
	Course %	Masse lue (kg)	Débit (kg.h⁻¹)	Masse (kg)	Débit (kg.h⁻¹)	θ_{évap}	θ_{tête}	θ_{cond}	θ_{vap} (vapeur de chauffe)	Débit ER (kg.h⁻¹)	Températures (°C)		
											Entrée ER	Sortie ER	Crist
0	31	13,03		0	0	102,2	100	91	119,8	350	19,7	25,7	23,8
10	31	12,34	4,14	0,53	3,18	102,2	100	91	119,6	350	19,7	23,8	29,8
20	34	11,60	4,44	1,01	2,88	102,2	100	91	119,6	350	19,7	23,8	25,6
30	34	10,80	4,80	1,46	2,70	102,2	100	91	119,7	350	19,7	23,6	24,7
40	34	10,00	4,80	1,91	2,70	102,2	100	91	119,8	350	19,7	23,6	38
50	32	9,23	4,62	2,35	2,64	102,2	100	89	119,6	350	19,7	23,6	34,2
60	32	8,46	4,62	2,77	2,52	102,2	100	89	119,6	350	19,7	23,4	28,3
70	32	7,69	4,62	3,18	2,46	102,2	100	89	119,7	350	19,7	23,4	25,1
80	32	6,92	4,62	3,59	2,46	102,2	100	89	119,6	350	19,7	23,4	20
90	32	6,15	4,62	3,98	2,31	102,2	100	89	119,6	350	19,7	23,4	20

A l'issue des 90 min, on arrête la chauffe. La suspension refroidie à 20 °C contenu dans le cristalliseur est vidangée. Le concentrât restant dans l'évaporateur est envoyé dans le cristalliseur, il est également refroidi à 20°C.

La totalité de la suspension est pesée et filtrée sur Büchner. Le gâteau et le filtrat sont pesés. On mesure la densité du filtrat.

Un échantillon du gâteau est séché afin de déterminer par extrapolation la masse de sulfate de cuivre pentahydraté cristallisé. Tous les résultats sont répertoriés dans le **Tableau 4**.

**Document 4 : bilan massique de la phase de concentration- cristallisation**

Tableau 4	Masse (kg)	Densité d	Température (°C)	Fraction massique en CuSO ₄
Solution d'alimentation introduite	6,88	1,138	20	12,5%
Condensats récupérés	3,98	0,998	20°C	0
Suspension (cristalliseur)	6,27			
Filtrat	4,77	1,200	20	18
Gâteau	Masse gâteau humide = 1,496 kg	Masse échantillon humide : $m_{eh} = 17,370$ g Masse échantillon sec : $m_{es} = 13,876$ g		Masse gâteau sec : = 1,195 kg

3. Commenter le tableau de suivi de la phase continu en comparant les débits expérimentaux et les débits calculés de condensats et d'alimentation.
4. Établir le bilan global de l'opération pour les deux phases (pré-concentration et concentration) en complétant le et le **Tableau 6**.
Établir le bilan massique partiel en CuSO₄ de l'opération pour les deux phases en complétant le **Tableau 6**.
Pour cela déterminer au préalable la fraction massique en sulfate de cuivre dans le filtrat notée W_f .
Aide : calculer les masses à l'aide des fractions massiques.
5. Interpréter les éventuelles pertes de masse.
6. Définir puis calculer le rendement de cristallisation. Que pensez-vous de la valeur obtenue ?
7. Que pensez-vous de la valeur du titre massique en CuSO₄ du filtrat ?
8. Que proposez-vous pour ne pas perdre le sulfate de cuivre présent dans le filtrat ?



Document 5 : bilan massique global des deux phases

Tableau 5	
Masse initiale bidon d'alimentation = kg	Masse condensats 1 = kg (à l'issue de la phase de pré-concentration)
	Masse condensats 2 = kg à l'issue de la phase de concentration - cristallisation
Masse finale bidon d'alimentation = kg	Masse suspension = kg
Solution introduite = kg	Solution soutirée (somme de la masse des condensats et de la suspension) =
Pertes en masse =	Pertes en % =

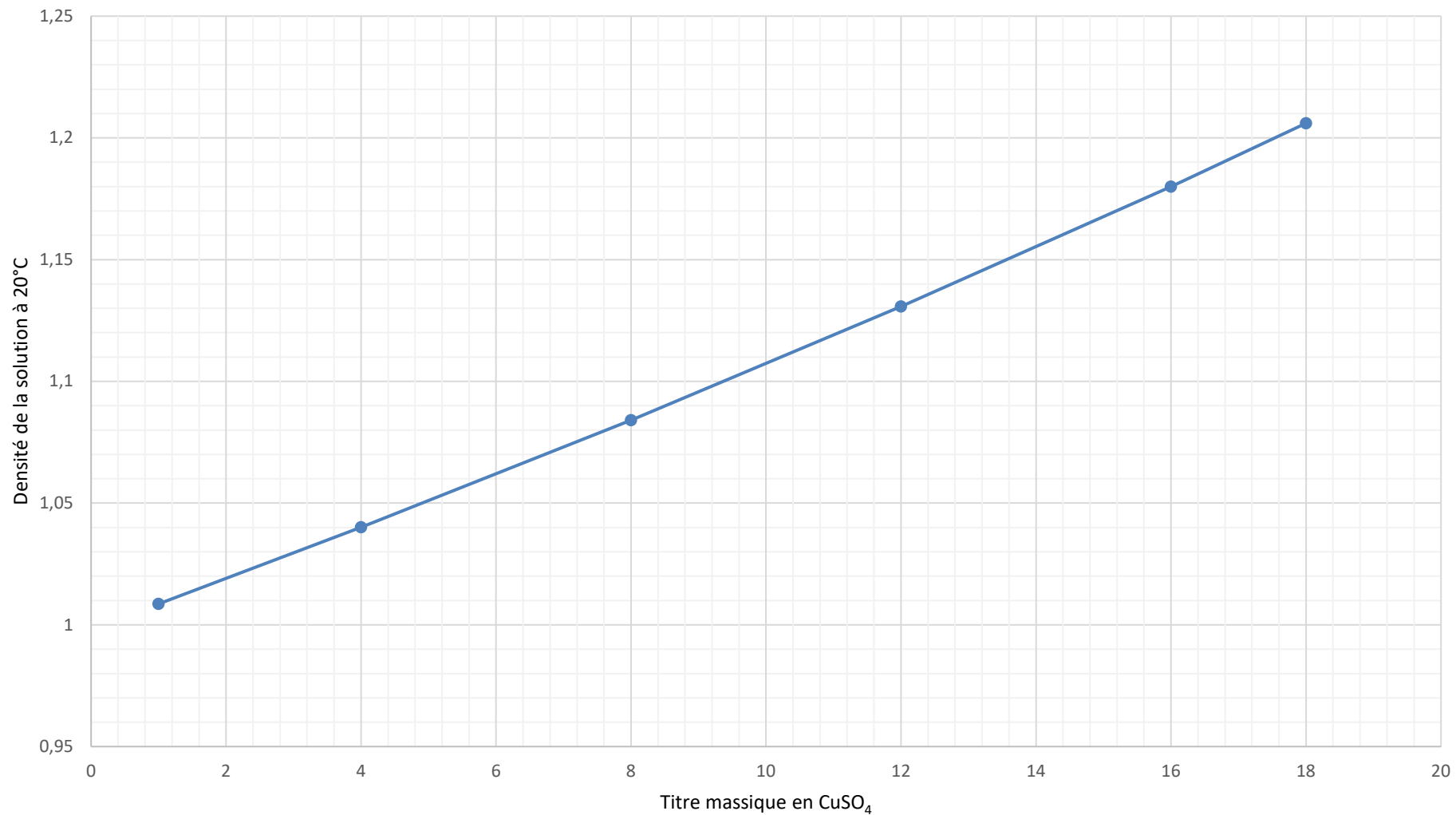
Remarque : le sulfate de cuivre cristallisé n'est pas anhydre, il est penta hydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$), le titre massique du gâteau vaut $W_{\text{CR}} = 64\%$ en CuSO_4

Document 6 : Bilan massique partiel en CuSO_4 sur toute la manipulation

Tableau 6	Bilan partiel en CuSO_4 sur toute la manipulation		
	Masses	Fractions massiques	Masse CuSO_4
Alimentation		$W_A =$	$m_1 =$
Filtrat (eaux mères)		$W_F =$	$m_2 =$
Gâteau sec		$W_{\text{CR}} = 64\%$	$m_3 =$
Pertes en masse =		Pertes en % =	
Rendement	$R = \frac{m_3}{m_1} \times 100 = \quad \%$		



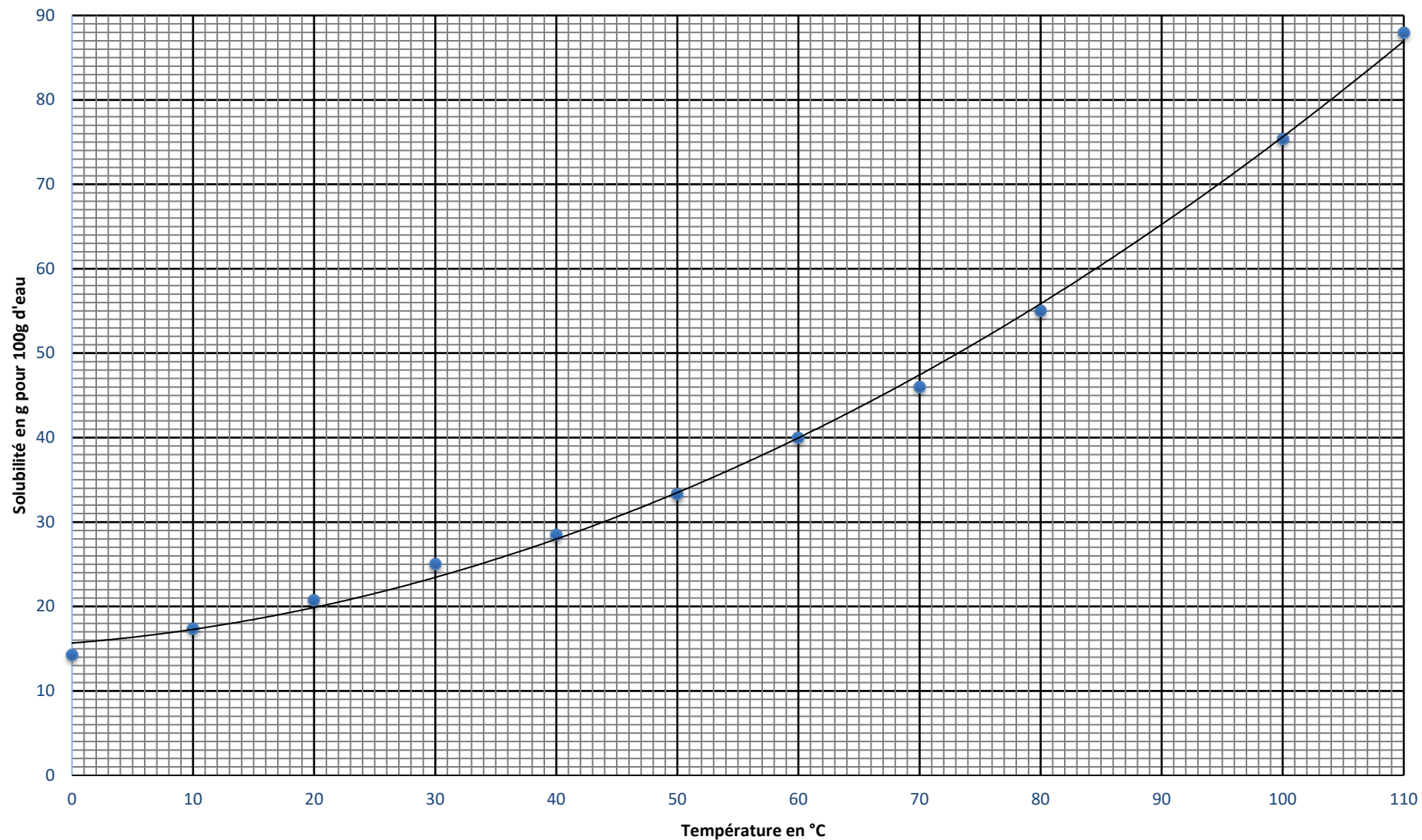
Densité des solutions de sulfate de cuivre en fonction de la fraction massique



Document 7 : Densité des solutions de sulfate de cuivre en fonction de la fraction massique



Solubilité du sulfate de cuivre en g pour 100 g d'eau en fonction de la température



Document 8 : Solubilité du sulfate de cuivre