



Séquence n°8 : activités avec pilote

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

Obtention de cristaux de du sulfate de cuivre pentahydraté par concentration et cristallisation d'une solution de sulfate de cuivre.....	2
<i>ACTIVITE 7. Découverte du pilote de cristallisation</i>	<i>2</i>
<i>ACTIVITE 8. Phase de pré-concentration en discontinu</i>	<i>2</i>
<i>ACTIVITE 9. Phase de concentration – cristallisation en continu</i>	<i>4</i>



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

Les activités proposées sont réalisées à l'aide de pilote. Les activités expérimentales peuvent être réalisées ou exploitées à l'aide des 4 vidéos fournies.

ACTIVITE 7. Découverte du pilote de cristallisation

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

ACTIVITE 8. 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 $d_A = 1,138$.

1. 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 $\theta = 20$ °C	Fraction massique en CuSO_4 $W_A = \dots\dots\dots$ %
Conditions opératoires : $W_C = 25$ %		
Masse de solution d'alimentation calculée $m_A = \dots\dots\dots$ kg		
Masse de condensat calculée $m_S = \dots\dots\dots$ kg		

Calculs préparatoires, phase de pré-concentration

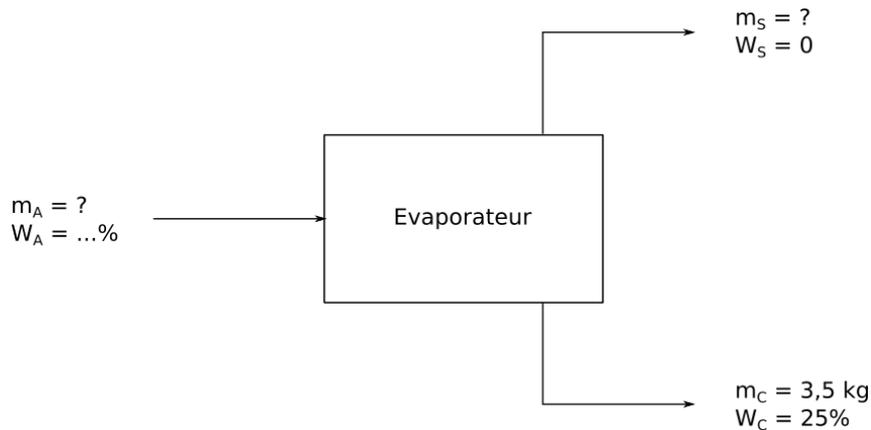
2. Calculer la solubilité de la solution diluée A à partir de la fraction massique W_A , on utilisera la relation suivante :

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

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

$$s_C = \frac{W_C}{1 - W_C} \times 100$$

4. Placer les deux points sur la courbe de solubilité du Document 8 pour une température de 20 °C.
5. Peut-on obtenir des cristaux avec le mélange A. Pourquoi ?
6. Peut-on obtenir des cristaux avec le mélange C. Pourquoi ?
7. 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 le 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 .

Document 2 : Relevés expérimentaux de la phase de pré-concentration

Tableau 2		Pré-concentration				
Masse initiale du bidon :20,35..... kg		Masse bidon après remplissage bouilleur : ...13,31.....kg				
Masse introduite dans le bouilleur =7,04.....kg						
Calcul du titre du concentrât : $W_C = \frac{m_{B0} \times W_A \times 100}{m_{B(t)}}$						
Temps	Masse restante bouilleur (kg)	Masse condensat (kg)	Débit de condensat (kg·h ⁻¹)	Fraction massique concentrât	Température évaporateur (°C)	Température de tête (°C)
0	$m_{B0} = 7,04$ kg	0	0	12,5 %	101,5	100
10	6,35	0,69	4,14	13,9 %	101,5	100
20	5,60	1,44	4,50	15,7 %	101,5	100
30	4,84	2,20	4,56	18,2 %	101,9	100
40		2,95			102	100
47,5	3,53	3,51	4,48	24,9 %	102,1	100

Masse de solution d'alimentation bouilleur à $t = 0 = 7,04$ kg

Masse condensat totale = 3,51 kg

Masse concentrât = 3,53 kg $W_c =$ %

8. Compléter la ligne du tableau de suivi à 40 minutes du tableau de suivi puis calculer la fraction massique de concentrât à a fin de la phase d'évaporation.
9. Est-ce que l'objectif de la phase de pré concentration est atteint ? Justifier.
10. Quelle est l'évolution de la température du liquide dans l'évaporateur ? Expliquer cette évolution.
11. Quelle est l'évolution de la température de tête. Pourquoi ?



ACTIVITE 9. Phase de concentration – cristallisation en continu

L'objectif de cette phase continue est de maintenir un titre massique de 25 % dans l'évaporateur.

On alimente en continu l'évaporateur en solution diluée et on évapore en continu l'eau. Le concentrât est envoyé en continu vers le cristalliseur où il est agité et refroidi à 20 °C.

Pour réaliser cette activité, visionner les vidéos 3 et 4.

Partie 1 : Conditions opératoires

On désire récupérer une masse de 3,5 kg de concentrât dans le cristalliseur au cours de la phase en continu.

1. Rappeler les valeurs de masse de solution d'alimentation m_A et de condensat m_S obtenues à l'issue du bilan de matière sur l'évaporateur (**Tableau 1 de l'Erreur ! Source du renvoi introuvable.**).
2. En déduire le débit massique d'alimentation et le débit de condensat sachant que la durée de cette phase ne doit pas excéder 1h30.

Partie 2 : Mise en œuvre expérimentale

Au cours de cette phase et dès que le concentrât obtenu est à ébullition, on alimente l'évaporateur au débit d'alimentation Q_{m_A} calculé, à l'aide d'une pompe doseuse.

On règle le débit de condensat Q_{m_S} grâce au débit de vapeur de chauffe.

On maintient le niveau dans l'évaporateur en évacuant par trop plein le concentrât vers le cristalliseur.

On effectue le suivi de cette phase en calculant le débit d'alimentation et de condensat toutes les 10 min.

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				$Q_{m_A} = \dots\dots\dots \text{kg.h}^{-1}$		$Q_{m_S} = \dots\dots\dots \text{kg.h}^{-1}$						
Temps (min)	Alimentation			Condensats		Températures (°C)				Condenseur				
	Course %	Masse lue (kg)	Débit (kg.h^{-1})	Masse (kg)	Débit (kg.h^{-1})	$\theta_{\text{évap}}$	$\theta_{\text{tête}}$	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	$R = \frac{m_3}{m_1} \times 100 = \quad \%$		

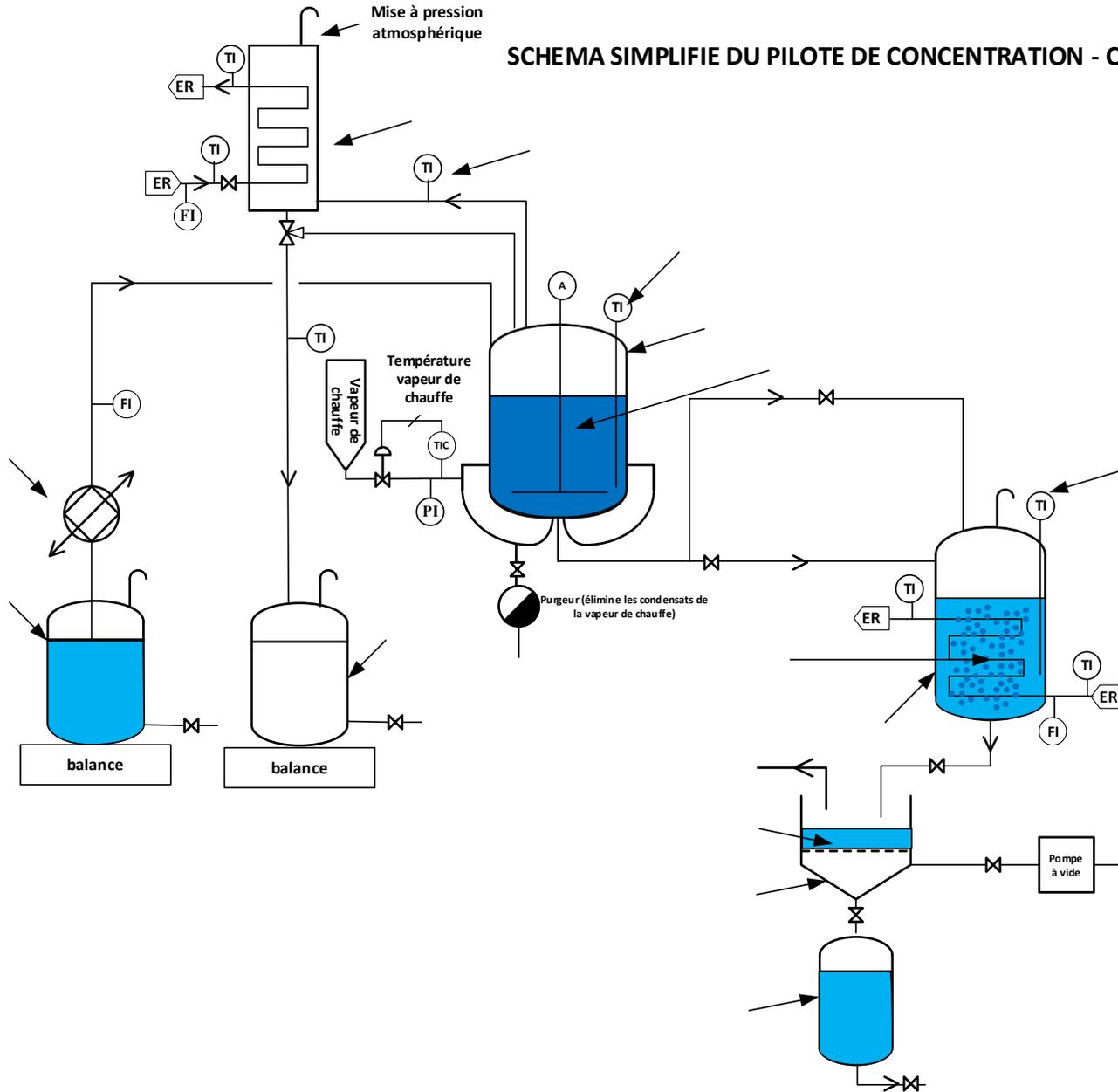
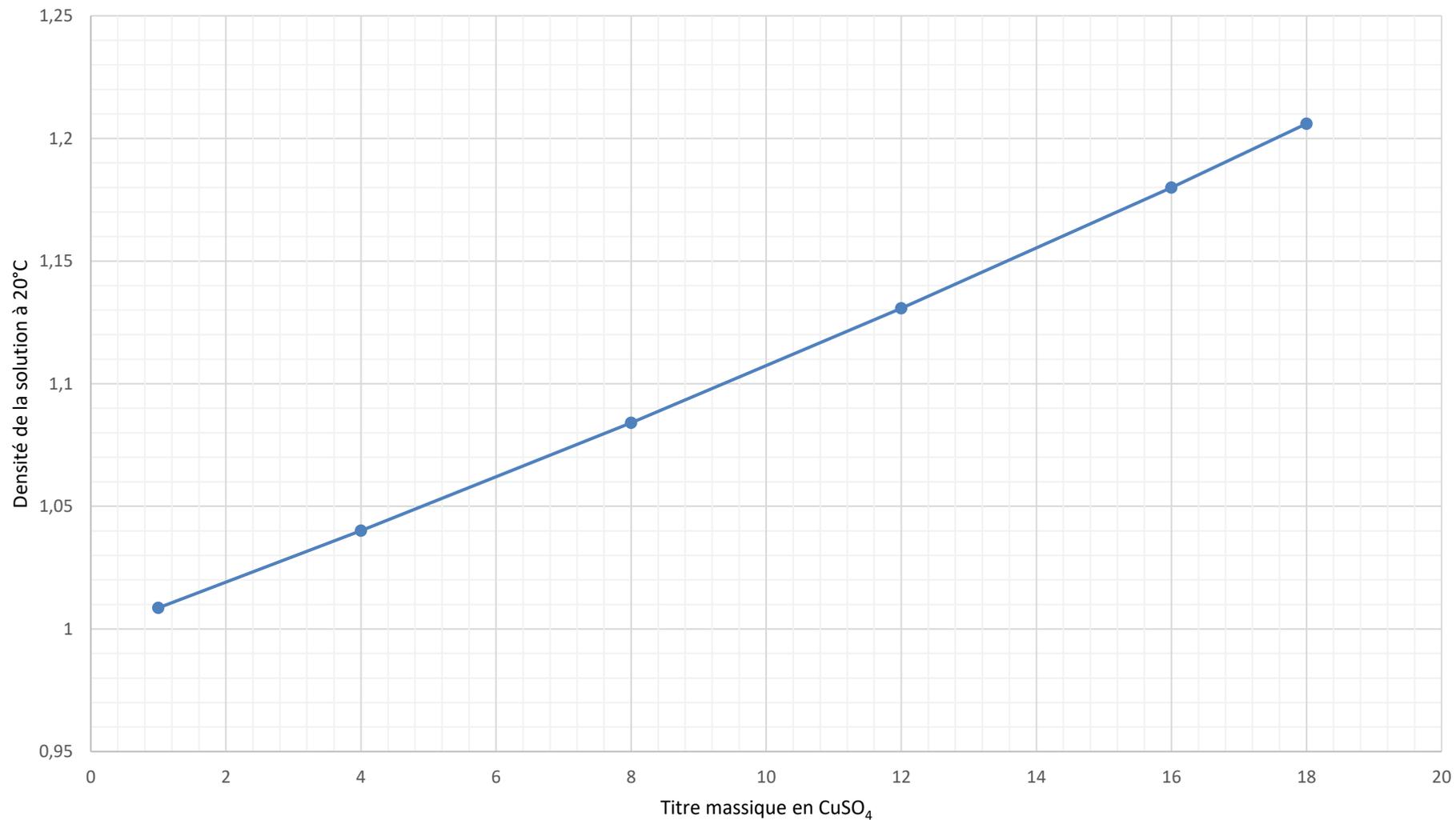


Figure 1 : schéma du pilote de concentration – cristallisation



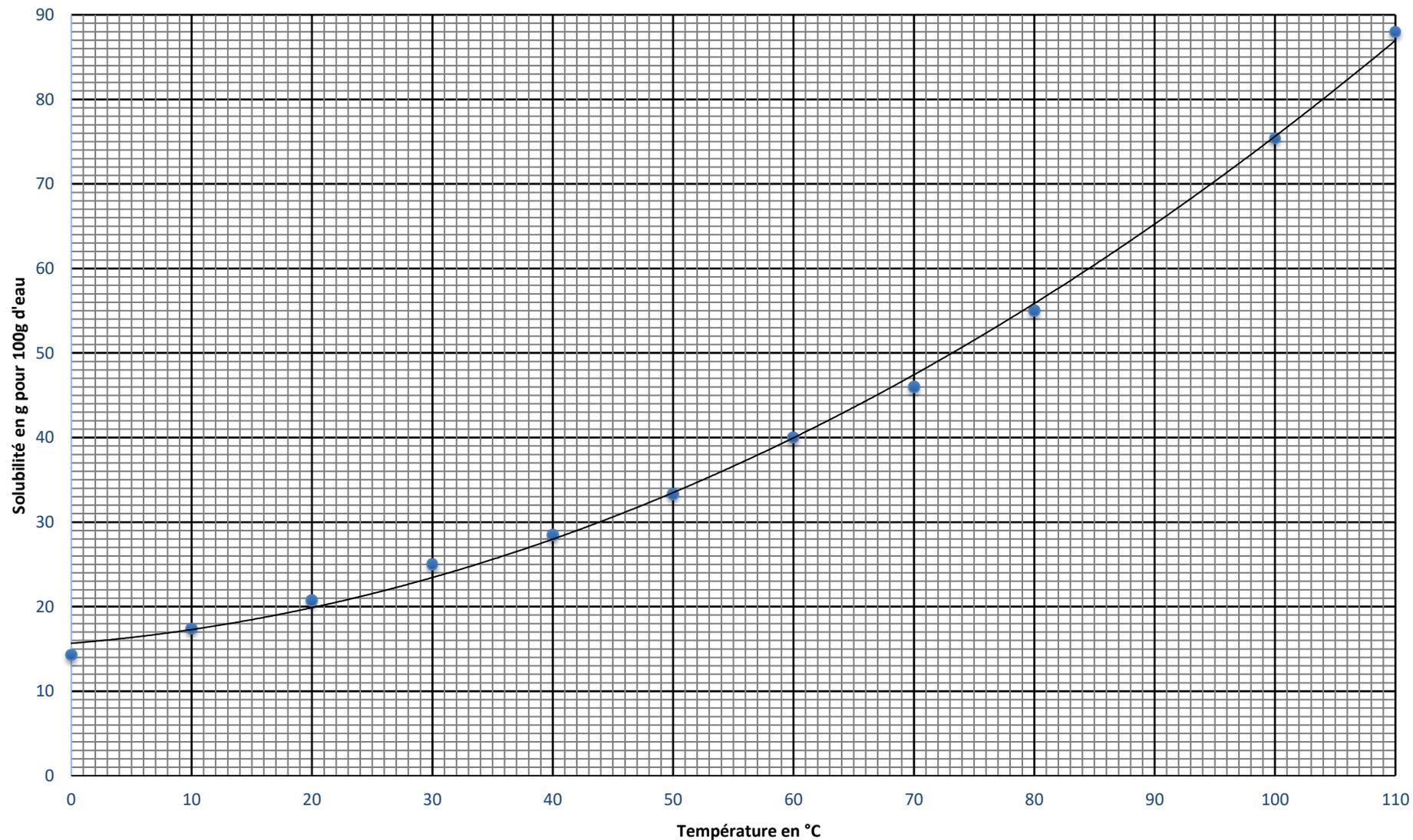
Densité des solutions de sulfate de cuivre en fonction de la fraction massique



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