



Fiche de synthèse n° 8

Evaporation et cristallisation

1. L'évaporation

1.1. Principe du procédé

A la suite d'une synthèse, il est parfois nécessaire d'éliminer une partie du solvant, soit pour obtenir la cristallisation du produit (obtention de sucre par exemple), soit pour le proposer à la vente sous forme concentrée (lait concentré par exemple). Au cours de ces processus, il est donc indispensable de réaliser une évaporation.

L'évaporation est un procédé de concentration des solutions. Pour cela, on procède à la vaporisation d'une partie du solvant par transfert de chaleur.

L'appareil est donc un échangeur de chaleur dont la technologie diffère en fonction du type de solution à concentrer et des conditions opératoires.

L'évaporateur est alimenté en continu par la solution à concentrer. Celle-ci est chauffée par un fluide thermique (vapeur d'eau en général) grâce à un transfert thermique à travers une paroi. Le fluide thermique fournit l'énergie nécessaire pour porter à ébullition la solution à concentrer. La solution à ébullition émet de la vapeur qui peut :

- soit être condensée dans un condenseur.
- soit permettre de chauffer la solution concentrée dans un second évaporateur

La solution ainsi concentrée est récupérée à la sortie de l'évaporateur.

C'est une opération unitaire de transfert de matière et de transfert de chaleur.

Le schéma de principe d'un évaporateur est le suivant.

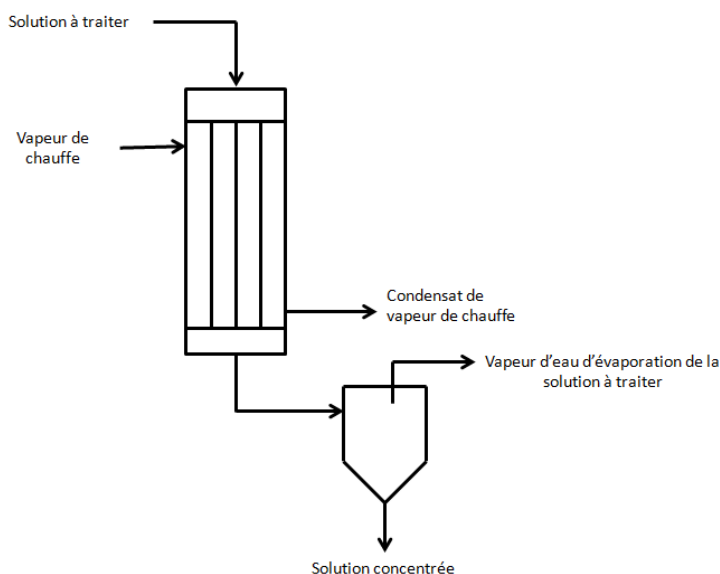


Schéma de principe d'un évaporateur



Un exemple d'évaporateur est donné ci-dessous.

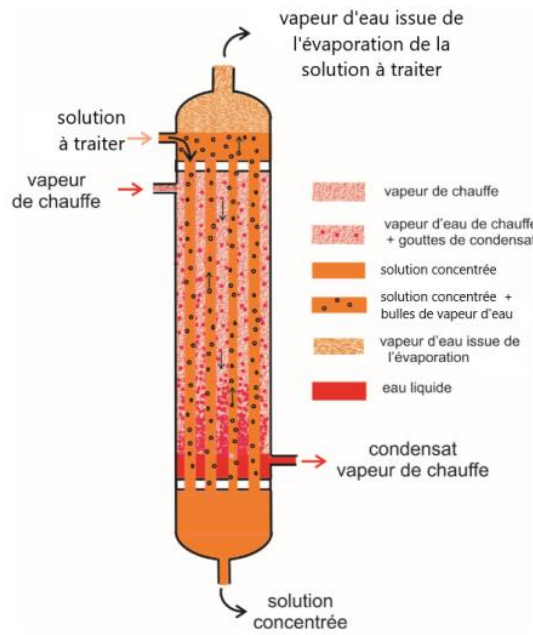


Schéma d'un évaporateur à film

Remarque : Un évaporateur à film est un appareil dans lequel le fluide circule sous forme d'un film mince de liquide parcourant rapidement la surface du tube de l'échangeur de chaleur.

L'évaporation se réalise à la pression atmosphérique ou sous pression réduite. Un des avantages du travail sous vide est que l'on peut soit évaporer plus de solvant soit réduire la consommation de vapeur. L'autre avantage est la possibilité de diminuer la température d'ébullition de solutions contenant des composés thermosensibles.

L'évaporateur choisi et les conditions opératoires dépendent de plusieurs paramètres (viscosité du produit par exemple)

1.2. Bilan matière

La solution à concentrer alimente l'évaporateur en continu. Cette solution est constituée du solvant à éliminer et d'un soluté. A la sortie de cet évaporateur, on récupère deux flux de liquide différents :

- la vapeur de solvant qui sera condensée dans un autre échangeur thermique ayant fonction de condenseur. Ce solvant est considéré comme exempt de soluté.
- la solution concentrée (communément appelée concentrat) contenant la totalité du soluté et le solvant qui n'a pas été évaporé.

La fraction massique en soluté de la solution concentrée est plus élevée que celle de la solution à concentrer de l'alimentation.

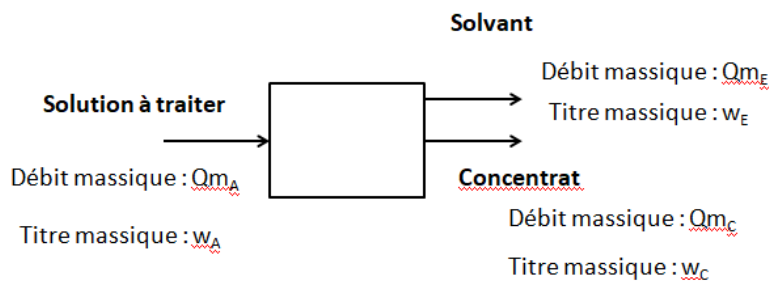


Schéma des flux d'un évaporateur



Le bilan de matière global s'écrit :

$$Q_{m_A} = Q_{m_E} + Q_{m_C}$$

La conservation de la quantité de soluté permet d'obtenir la relation suivante :

$$Q_{m_A} \cdot w_A = Q_{m_C} \cdot w_C$$

En effet le titre massique en soluté dans le solvant évaporé w_E est nul.

1.3. Bilan thermique

Les puissances thermiques reçue par la solution à traiter ou cédée par le fluide thermique sont déterminées grâce aux formules données dans la fiche de synthèse n° 4 sur les transferts thermiques et les échangeurs.

Dans l'évaporateur, on suppose que la solution est très vite portée à sa température d'ébullition (quelque soit sa température d'arrivée dans l'évaporateur). De ce fait, par simplification, on considère que la température de la solution à traiter est constante dans l'évaporateur.

En ce qui concerne la puissance thermique transférée, elle peut être déterminée selon le profil de température à l'intérieur de l'évaporateur (exemple pris ici pour une circulation à co-courant).

<p>Si les températures restent constantes</p> $P = U \cdot S \cdot (T_{vap} - T_{éb})$ <p>T_{vap} : température de la vapeur de chauffe $T_{éb}$: température d'ébullition de la solution à traiter U : coefficient global d'échange S : surface d'échange de l'échangeur</p>	<p style="text-align: center;">Longueur de l'échangeur</p>
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------

<p>Si la température du fluide thermique change dans l'évaporateur</p> $P = U \cdot S \cdot \Delta\theta_m$ <p>Avec $\Delta\theta_m = \frac{\Delta T_1 - \Delta T_2}{\ln \frac{\Delta T_1}{\Delta T_2}}$ avec $\Delta T_1 = T_{entrée} - T_{éb}$ et $\Delta T_2 = T_{sortie} - T_{éb}$</p> <p>$T_{éb}$: température d'ébullition de la solution à traiter U : coefficient global d'échange S : surface d'échange de l'échangeur</p>	<p style="text-align: center;">Longueur de l'échangeur</p>
----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------



1.4. Evaporateur simple et multiple effets

Lorsque la solution à concentrer est chauffée dans l'évaporateur par le fluide thermique (souvent de la vapeur de chauffe), elle est portée à ébullition et émet à son tour de la vapeur qui peut :

- soit être condensée dans un condenseur (installation d'évaporation à simple effet).
Dans ce cas, on récupère à la sortie de cet évaporateur deux flux : un flux correspondant à la vapeur de solvant qui sera condensée et un second flux correspondant à la solution concentrée
- soit être utilisée au chauffage d'un autre évaporateur et fonctionnant à une température inférieure (installation d'évaporation à multiple effets).

Dans ce cas, la vapeur de solvant sortant du premier évaporateur est dirigée vers un second évaporateur dans lequel elle servira de fluide thermique.

La solution concentrée sortant du premier évaporateur alimente un second évaporateur où elle subira une seconde concentration. Le fonctionnement de ce second évaporateur est le même que celui du premier.

Dans le second évaporateur, la pression doit être inférieure à celle existant dans le premier évaporateur. De ce fait, on abaisse la température d'ébullition dans le second évaporateur, permettant ainsi au transfert thermique de se produire.



2. La cristallisation

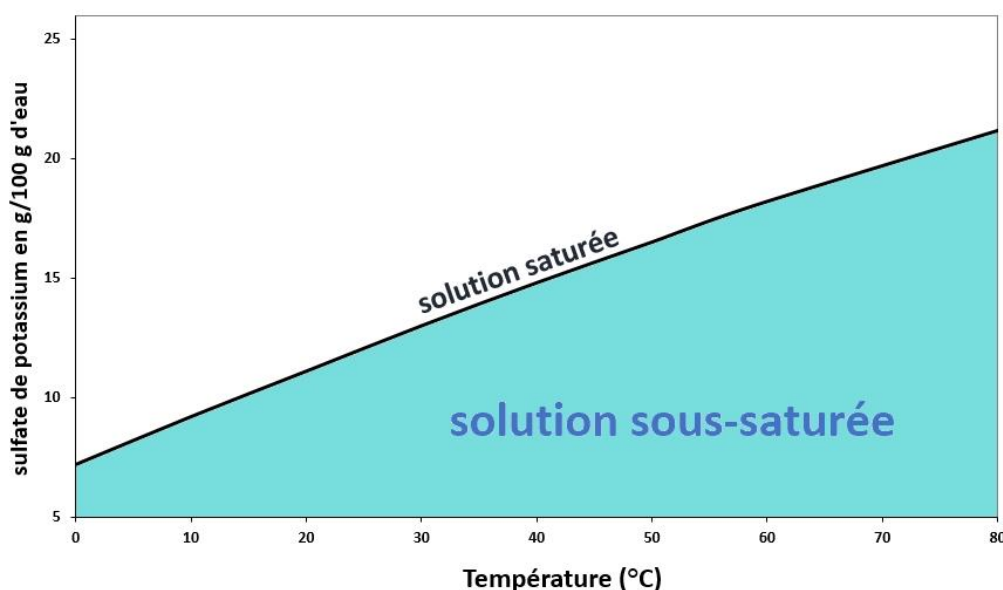
2.1. Solubilité d'un solide

La solubilité d'un solide dans un solvant se définit comme la quantité maximale de solide qu'il est possible de dissoudre dans une masse donnée de solvant.

Ainsi on définit la solubilité massique dans l'eau d'un solide comme la masse maximale de solide qu'il est possible de dissoudre dans 100 g d'eau.

La solubilité peut aussi s'exprimer comme la masse maximale de solide dissoute dans un litre de solution.

La solubilité augmente généralement en fonction de la température mais il y a des exceptions. La courbe de solubilité représente l'évolution de la solubilité en fonction de la température.



Courbe de solubilité du sulfate de potassium

Les solutions dont la composition est égale à celle indiquée par la courbe de solubilité à une température donnée, sont des solutions saturées. Tout ajout de solide à cette température n'augmentera pas la quantité de solide dissout : un excès de solide par rapport à la solubilité maximale apparaît alors.

Les solubilités S exprimées en g de solide dissout pour 100 g d'eau peuvent se convertir en titre massique w du solide dans la solution.

$$w = \frac{S}{S + 100}$$



2.2. Cristallisation par refroidissement

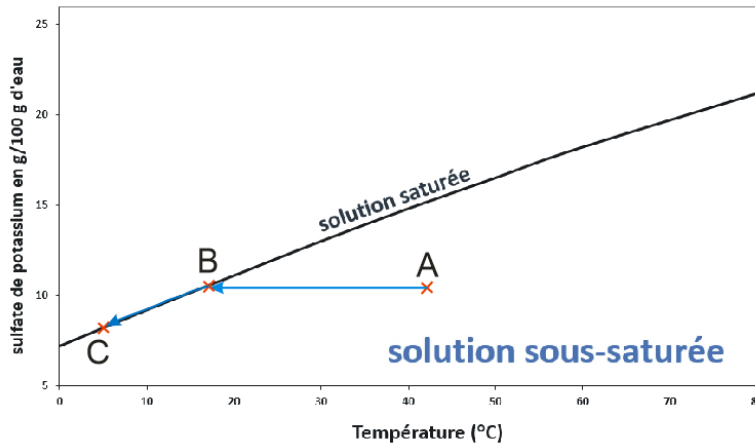
La cristallisation par refroidissement est un procédé industriel généralement continu. Ce procédé consiste à refroidir une solution sous-saturée représentée par le point A.

Dans le cas d'une solubilité croissante en fonction de la température, la solution en se refroidissant va se rapprocher d'une solution saturée. Quand sa composition atteint la courbe de solubilité, la solution devient saturée au point B.

Si le refroidissement se poursuit, la composition de la solution suit la courbe de solubilité : un excès de solide apparaît alors dans la solution qui ne peut plus solubiliser l'intégralité du soluté contenu avant le début du refroidissement.

En fin de refroidissement (point C) la cristallisation se termine : on alors en présence une solution saturée à la température finale du refroidissement et une phase solide de cristaux.

La courbe suivante permet de visualiser le processus.



Processus de cristallisation par refroidissement

Le schéma de principe de la cristallisation par refroidissement est le suivant.

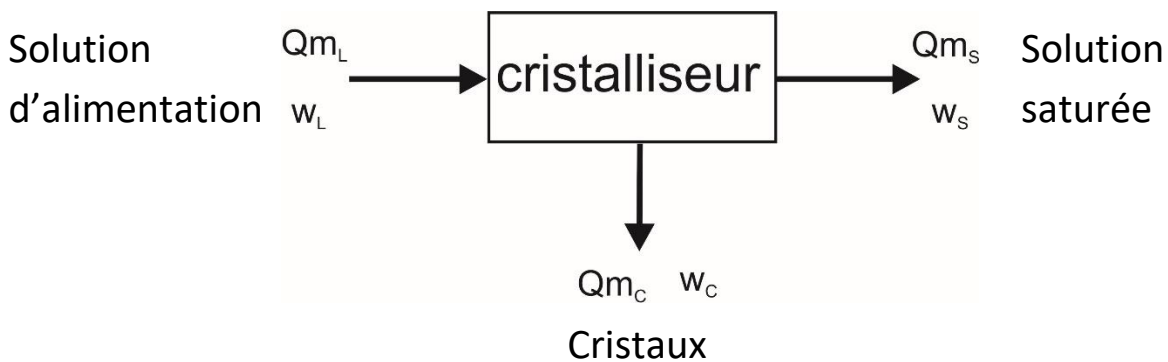


Schéma de principe de la cristallisation par refroidissement

Q_{mL} : débit massique

Q_{mS} : débit massique

Q_{mC} : débit massique

w_L : titre massique en soluté

w_S : titre massique en soluté

w_C : titre massique en soluté

Deux bilans matière peuvent s'écrire :

Bilan matière global

$$Q_{mL} = Q_{mS} + Q_{mC}$$



Bilan matière en soluté $w_L \cdot Q_{mL} = w_s \cdot Q_{ms} + w_c \cdot Q_{mc}$

Dans le cas d'une cristallisation d'un procédé discontinu, les bilans s'écrivent en remplaçant les débits massiques par des masses.

Le rendement de cristallisation s'écrit comme le rapport de la masse de soluté de la phase solide sur la masse de soluté contenue dans la solution d'alimentation.

$$\text{rendement} = \frac{w_c \cdot Q_{mc}}{w_L \cdot Q_{mL}}$$

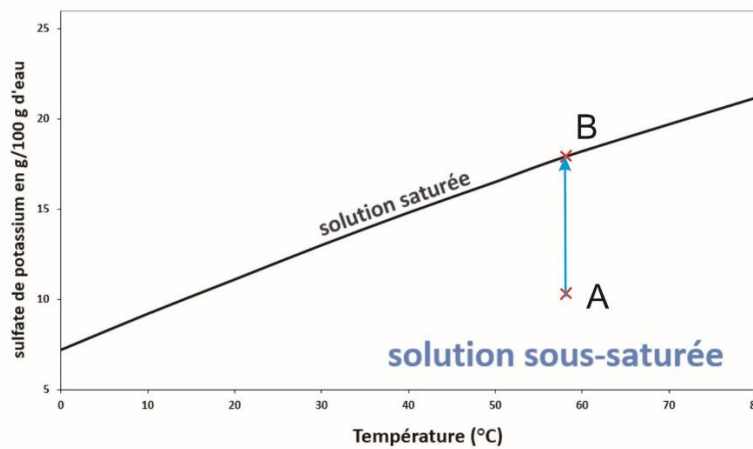
2.3. Cristallisation par évaporation

La cristallisation par évaporation est un procédé industriel continu. Ce procédé consiste à évaporer une partie du solvant pour concentrer une solution contenant le soluté à cristalliser. La solution sous-saturée est représentée par le point A.

La solution se concentre à la même température par réglage de la pression. En se concentrant, sa composition va se rapprocher de celle d'une solution saturée. Quand sa composition atteint la courbe de solubilité, la solution devient saturée au point B.

L'évaporation se poursuit avec une composition constante de la solution saturée : par conséquent une phase solide de cristaux apparaît.

La courbe suivante permet de visualiser le processus.



Processus de cristallisation par évaporation



Le schéma de principe de la cristallisation par évaporation est le suivant.

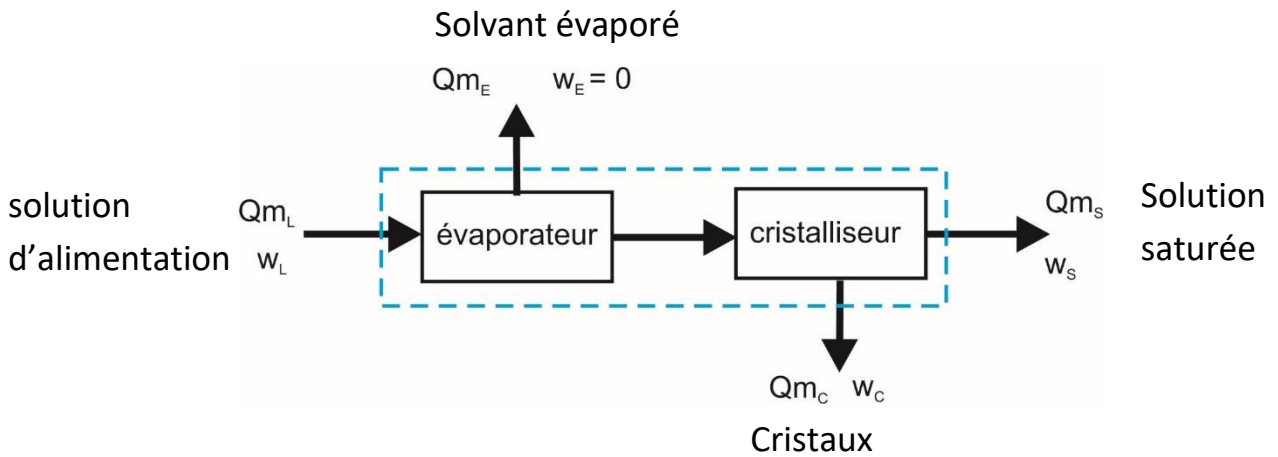


Schéma de principe de la cristallisation par évaporation

Q_{mL} : débit massique
 Q_{mS} : débit massique
 Q_{mE} : débit massique
 Q_{mC} : débit massique

w_L : titre massique en soluté
 w_S : titre massique en soluté
 w_E : titre massique en soluté
 w_C : titre massique en soluté

w_E est égal à zéro car le solvant évaporé ne contient pas de soluté.

w_C est égal à un pour les composés qui cristallisent sous une forme anhydre.

Les bilans matière peuvent s'écrire en considérant l'ensemble des deux processus (domaine délimité par le rectangle en pointillés bleus) :

Bilan matière global $Q_{mL} = Q_{mS} + Q_{mC} + Q_{mE}$

Bilan matière en soluté $w_L \cdot Q_{mL} = w_S \cdot Q_{mS} + w_C \cdot Q_{mC} + w_E \cdot Q_{mE} = w_S \cdot Q_{mS} + w_C \cdot Q_{mC}$

Le rendement de cristallisation s'écrit comme le rapport de la masse de soluté de la phase solide sur la masse de soluté contenue dans la solution d'alimentation.

$$rendement = \frac{w_C \cdot Q_{mC}}{w_L \cdot Q_{mL}}$$