

CRISTALLISATION PAR RELARGAGE

Ce sujet est composé de 8 feuilles, dont 4 ANNEXES.

A LA FIN DE L'EPREUVE, LE CANDIDAT REND CE DOSSIER COMPLET, LA FEUILLE DE MARCHE, L'ANNEXE N°4 COMPLETEE ET LE COMPTE RENDU.

Ce sujet comporte deux parties indépendantes.

1^{ère} partie à réaliser à l'atelier :

L'objectif en atelier demi-grand est de récupérer du sulfate de sodium sous forme cristallisée et de régénérer le solvant nécessaire au relargage par rectification.

Matières premières disponibles :

- une solution aqueuse de sulfate de sodium. Le sulfate de sodium ne présente aucune nocivité.
- un mélange binaire éthanol eau très riche en plus volatil, à 95 % massique en éthanol.

Description de la manipulation :

- Prélever 5 Kg de solution de sulfate de sodium.
- Stocker dans le doseur.

- Prélever 3,5 Kg de mélange binaire éthanol eau.
- Introduire en cuve.

- Réaliser sous agitation la cristallisation par relargage en coulant la solution à un débit réel de 34,5 L/h.
- Rincer le doseur avec 1 litre d'eau. Ce rinçage est coulé en cuve.

- Filtrer le milieu obtenu sous vide. Essorer la phase solide puis la stocker dans un plateau désigné.

- Engager le filtrat et 5,2 Kg d'eau dans le bouilleur.

- Régénérer par rectification à taux de reflux variable le milieu au sein du bouilleur. Suivre le tableau de conduite donné en annexe N°2. Récupérer en recette à 4L/h. Un échantillon est de 1^{ère} fraction lorsque son titre massique en éthanol est supérieur ou égal à 90%.

- Après avoir récupérer les échantillons de 1^{ère} fraction, arrêter la séparation lorsque vous aurez obtenu un échantillon de 250 ml d'interfraction.

- Faire tous les contrôles nécessaires en vue de l'établissement du bilan massique et du calcul du taux de récupération.
- Stocker à 20°C les différentes fractions dans les fûts prévus à cet effet.

ACADEMIE DE CAEN	SESSION 2002		
BEP-CAP Industries chimiques et traitements des eaux. Dominante : industries chimiques.			
EP2a – Conduite et contrôle			
SUJET	Durée : 5 heures	Coefficient : 6	Feuille 1 / 8

2^{ème} partie à réaliser au laboratoire :

L'objectif au laboratoire est de réaliser un dosage volumétrique par colorimétrie pour déterminer la concentration molaire volumique d'une solution d'hydroxyde de sodium.

Produits disponibles :

Une solution aqueuse d'acide chlorhydrique à $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$.

Une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium à titrer.

Une série d'indicateurs colorés.

Description de la manipulation :

- Réaliser le dosage volumétrique de 10 mL d'hydroxyde de sodium prélevés à la pipette.
- Choisir l'indicateur coloré sachant que le pH à l'équivalence (pHe) du dosage est égal à 7. Se servir du tableau ci-dessous :

pHe →	0	2	4	6	8	10	12
Phénolphtaléine	Incolore				Rose		
Bleu de bromothymol	Jaune			Vert	Bleu		
Rouge de méthyle	Rouge		Orange		Jaune		
Hélianthine	Rouge	Orange		Jaune			

- L'agitation durant le dosage se fait manuellement. Trois essais sont à réalisés dont deux précis.

TRAVAIL DEMANDE :

- Réaliser les manipulations décrites.
- Rédiger au cours de cette épreuve une feuille de marche (feuille 7/8 et 8/8) et un compte rendu (plan habituel) sur copie d'examen. Le principe du compte rendu traitera de la technique de la cristallisation par relargage et de la technique de la rectification.

Données pour interpréter la technique du relargage :

La solubilité du sulfate de sodium dans l'eau est égale à 44%.

Le sulfate de sodium est insoluble dans l'éthanol.

- Compléter l'exploitation du dosage proposée en ANNEXE N°4, Feuille 6/8.

ANNEXE N°1 :

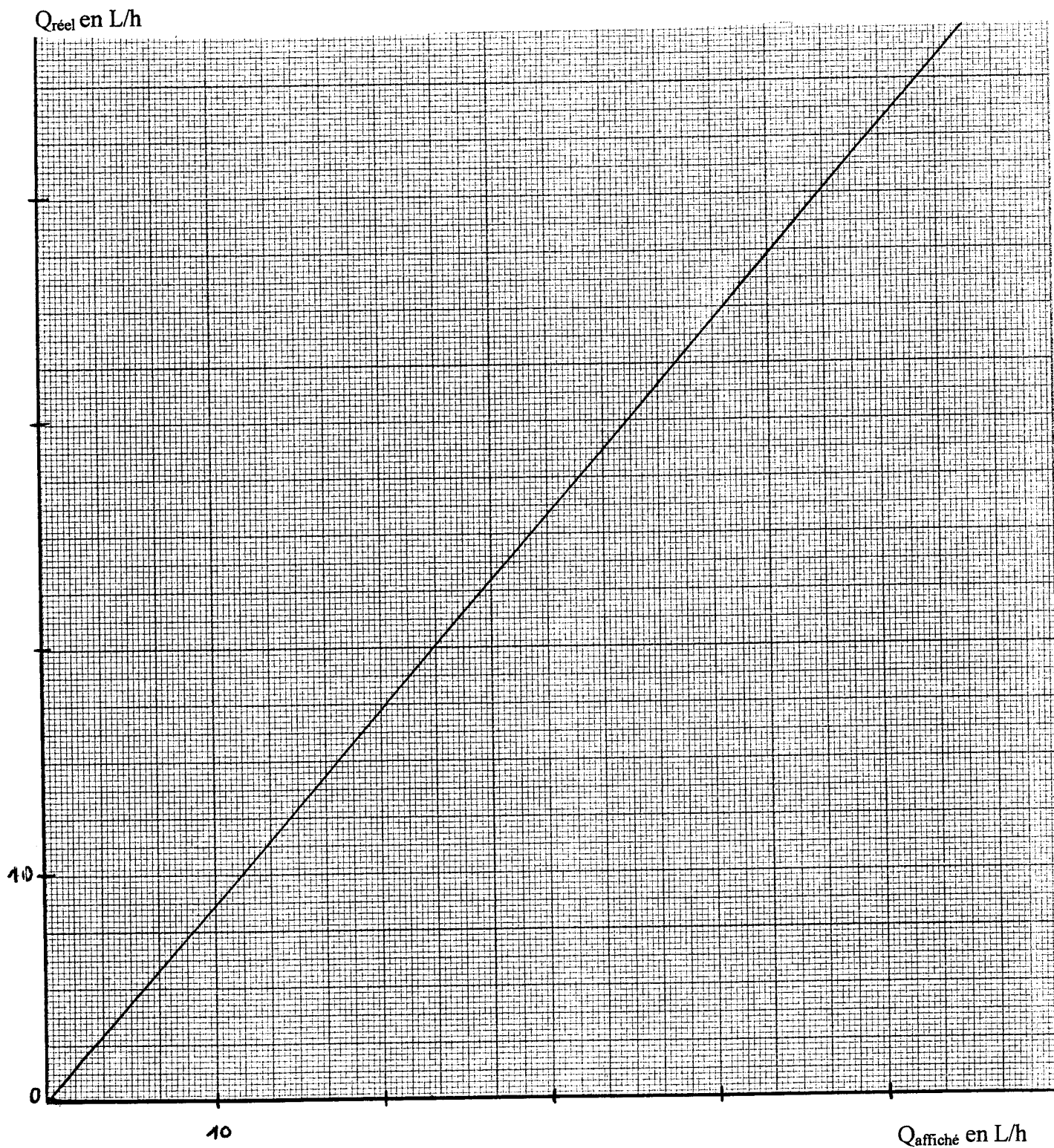
Droite d'étalonnage du débitmètre du doseur pour la solution aqueuse de sulfate de sodium :

Débit réel en fonction du débit affiché soit : $Q_{\text{réel}} = f(Q_{\text{affiché}})$

Echelle :

$Q_{\text{réel}} = 2,5 \text{ L/h}$

$Q_{\text{affiché}} = 3,33 \text{ L/h}$



ANNEXE N°2 :Tableau exprimant le titre massique en éthanol pur en % et la densité du mélange correspondant.

%	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	0,998 2	0,996 4	0,994 5	0,992 8	0,991 0	0,989 4	0,987 8	0,986 3	0,984 8	0,983 3
10	0,981 9	0,980 5	0,979 1	0,977 8	0,976 4	0,975 1	0,973 9	0,972 6	0,971 3	0,970
20	0,968 6	0,967 3	0,965 9	0,964 3	0,963 1	0,961 7	0,960 2	0,958 7	0,957 1	0,955 5
30	0,953 8	0,952 1	0,950 4	0,948 6	0,946 8	0,944 9	0,943 1	0,941 1	0,939 2	0,937 2
40	0,935 2	0,933 1	0,931 4	0,929	0,926 9	0,924 7	0,922 6	0,920 4	0,918 2	0,9160
50	0,913 8	0,911 6	0,909 4	0,907 1	0,904 9	0,902 6	0,900 3	0,898	0,895 7	0,893 4
60	0,891 1	0,888 8	0,886 5	0,884 2	0,881 8	0,879 5	0,877 1	0,874 8	0,872 4	0,870
70	0,867 7	0,865 3	0,862 9	0,860 5	0,858 1	0,855 6	0,853 2	0,850 8	0,848 4	0,845 9
80	0,843 4	0,841	0,838 5	0,836	0,833 5	0,831	0,828 4	0,825 8	0,823 2	0,820 6
90	0,818	0,815 3	0,812 6	0,809 8	0,807 1	0,804 2	0,801 4	0,798 5	0,795 5	0,792 4
100	0,789 3									

Exemple d'utilisation : un échantillon qui a une densité de 0,860 5 a un titre massique en éthanol égal à 73 %.

Tableau de conduite de la rectification à taux de reflux variable.

Ce tableau exprime le taux de reflux (R) en fonction du volume cumulé en recette pour un débit de récupération égal à 4L/h

R	2,92	2,94	2,98	3,02	3,08	3,12	3,2	3,32	3,48	3,68	3,92	4,24	4,8
L débit reflux en L/h	11,68	11,76	11,92	12,08	12,32	12,48	12,8	13,28	13,92	14,72	15,68	16,96	19,2
V cumulé en litre	0,25	0,5	0,75	1	1,25	1,5	1,75	2	2,25	2,5	2,75	3	3,25

Ethanol

Note établie par les services techniques et médicaux de l'INRS



Numéro CAS

N° 64-17-5

Numéro CEE

N° 603-002-00-5

Synonyme

Alcool éthylique

CARACTERISTIQUES

Utilisation [1 à 4]

– Matière première pour la fabrication de l'aldéhyde acétique et de nombreux dérivés éthyliques : acrylate, acétate, amines, éthers-oxydes, éthers de glycol...

– Intermédiaire en synthèse organique, notamment pour la fabrication de produits pharmaceutiques.

– Solvant dans l'industrie des peintures, vernis, encres, matières plastiques, adhésifs, explosifs, parfums, cosmétiques et produits pharmaceutiques.

– Constituant d'antigels ou de carburants spéciaux.

Propriétés physiques [1 à 6]

L'éthanol est un liquide mobile, incolore, volatil et hygroscopique. Quand il est pur, son odeur est plutôt agréable et son seuil de détection olfactive se situe, selon les expérimentateurs, entre 10 et 350 ppm.

L'éthanol est miscible à l'eau, le mélange se faisant avec dégagement de chaleur et contraction. Il donne avec l'eau un azéotrope contenant 4,4 % d'eau, dont le point d'ébullition (78,2 °C) n'est que très légèrement inférieur à celui de l'alcool pur.

L'éthanol est également miscible aux alcools, à l'oxyde de diéthyle et à la plupart des solvants organiques. En outre, c'est un bon solvant des graisses et de nombreuses matières plastiques.

Ses principales caractéristiques physiques sont les suivantes :

Masse molaire : 46,07

Point de fusion : -114 °C

Point d'ébullition : 78,5 °C à pression atmosphérique

Densité (D_4^{20}) : 0,789

Densité de vapeur (air = 1) : 1,59

Tensions de vapeur :

5,85 kPa à 20 °C

13,3 kPa à 34,9 °C

53,3 kPa à 63,5 °C

Points d'éclair :

12,8 °C en coupelle fermée

16 °C en coupelle ouverte

Limites d'explosivité en volume % dans l'air :

limite inférieure : 3,3

limite supérieure : 19

Température d'auto-inflammation : 363 °C à 425 °C

Indice d'évaporation (oxyde de diéthyle = 1) : 8,3

Les produits techniques courants contiennent environ 95 % d'éthanol.

L'éthanol dénaturé, que l'on trouve également dans le commerce sous le nom d'alcool à brûler, est de l'éthanol dans lequel on a dissous divers produits pour le rendre impropre à la consommation.

En France, l'alcool dénaturé par le procédé général doit contenir 3,5 % de méthylène-Régie (mélange complexe qui donne un goût et une odeur désagréables, obtenu par carbonisation du bois et contenant environ 65 % de méthanol, des cétones et des impuretés pyrogénées) et 1 % de 2-propanol. Des procédés spéciaux de dénaturation peuvent être autorisés pour des usages particuliers.



F - Facilement inflammable

ETHANOL

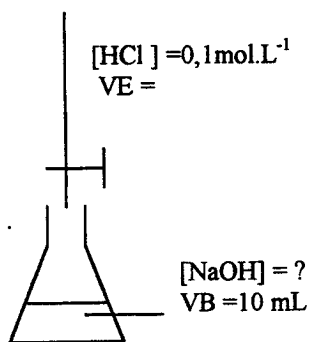
R11 - Très inflammable

S 7 - Conserver le récipient bien fermé

S16 - Conserver à l'écart de toute source d'ignition. Ne pas fumer

ANNEXE N°4 : Exploitation du dosage.

N° DU CANDIDAT :



- Equilibrer l'équation du dosage :

- Compléter la tableau :

	Acide :	Base :
Nombre de moles		
Nombre de moles de H ₃ O ⁺ ou OH ⁻		

- Proposer la relation à l'équivalence.

- Réaliser l'application numérique pour déterminer la concentration molaire volumique de la solution de soude.

N° DE CANDIDAT

FEUILLE DE MARCHE

HORAIRE	ACTIVITES	T cuve en °C	P interne cm d'eau	P vapeur en Bar	THC en °C	Qer partiel en l/h	Q reflux en °C	Q recette en l/h	OBSERVATIONS

FEUILLE DE MARCHE

HORAIRE	ACTIVITES	T cuve en °C	P interne cm d'eau	P vapeur en Bar	THC en °C	Qer partiel en l/h	Q reflux en °C	Q recette en l/h	OBSERVATIONS