

**BACCALAUREAT PROFESSIONNEL
INDUSTRIES DES PROCEDES
Session 2003**

**EPREUVE : E2. ETUDE ET CONDUITE
DES OPERATIONS UNITAIRES – U2**

Durée : 4 heures

Coefficient : 3

CORRIGE

CRISTALLISATION D'UN AGENT DE BLANCHIMENT

PERBORATE DE SODIUM TETRAHYDRATE

1. OPERATION DE CRISTALLISATION 9 pts

Question 1 :

3 pts

*Cette cristallisation par réaction chimique est aussi appelée **précipitation**.*

***Définir** ce phénomène de "**précipitation**" et **comparer** les cristaux ainsi obtenus avec ceux obtenus lors d'une cristallisation par évaporation du solvant.*

Cette cristallisation est réalisée par réaction de 2 composés solubles pour former un composé très peu soluble à insoluble.

On a, dans ce cas, une cristallisation importante (rendement élevé) avec formation de cristaux de petites dimensions alors que lors d'une cristallisation par évaporation du solvant la taille des cristaux est plus grande et plus irrégulière.

Question 2 :

3 pts

Après essorage, les cristaux sont séchés dans un séchoir à "lit fluidisé"

Donner le principe du " lit fluidisé ".

C'est l'obtention, par une agitation bien dosée, d'un mélange solide-liquide homogène, en fond de cuve, permettant une croissance régulière et homogène des cristaux jusqu'à une taille moyenne désirée et un bon soutirage pour les opérations suivantes(essorage, séchage tamisage ...).

Question 3 : traitement des cristaux

3 pts

***Déterminer la variance** de la cristallisation en supposant qu'à chaque moment la réaction de fabrication du perborate de sodium tétrahydrate est obtenue dans les conditions stœchiométriques.*

Que peut-on en déduire ?

Variance : $v = c + 2 - \varphi$

Seuls deux produits sont présents dans le mélange, H₂O et NaBO₃. 4 H₂O

C = 2

Il y a deux phases

$\varphi = 2$

$v = C + 2 - \varphi = 2 + 2 - 2$

v = 2

2. BILAN MASSIQUE DE LA CRISTALLISATION (hors filtration)

Légende du schéma:

12 pts

MB : entrée du métaborate de sodium

WO : entrée eau oxygénée

WM : sortie des eaux-mères

C : sortie des cristaux de perborate de sodium en suspension

rendement

$$\eta = \frac{\text{masse de cristaux recueillis}}{\text{masse totale de cristaux}}$$

		Entrées			Sorties			
		en kg / h	et	en %	en kg / h	et	en %	
MB	NaBO ₂	285,25		35	4,32	1,96	NaBO ₃ · 4H ₂ O	WM
	NaBO ₃ · 4 H ₂ O	4,32		0,53	216,08	98,04	H ₂ O	
	H ₂ O	525,43		64,47	220,4	100	Total	
	Total	815		100				
WO	H ₂ O ₂	147,39		70	138,44	17,21	H ₂ O	C
	H ₂ O	63,17		30	666,72	82,81	NaBO ₃ · 4H ₂ O	
	Total	210,56		100	805,16	100	Total	
Total entrées		1025,56			1025,56		Total sorties	

1 pt

calculs :

3.1. bilan massique

➤ Flux MB

2 pts

Métaborate	$m_{mb} = 0,35 \times 815$	$m_{mb} = 285,25 \text{ kg / h}$
Perborate	$m_{pb} = 0,053 \times 815$	$m_{pb} = 4,32 \text{ kg / h}$
Eau	$m_w = (1 - 0,35 - 0,053) \times 815$	$m_w = 525,43 \text{ kg / h}$

➤ Flux WO

2 pts

Réaction équimolaire	$n_{mb} = n_{pb} = 285\ 250 / 65,8$	$n_{mb} = 4335 \text{ kmol}$
Eau oxygénée	$m_{wo} = 4335 \times 34$	$m_{wo} = 147,39 \text{ kg / h}$
Eau	$m_w = 147,39 \times 0,3 / 0,7$	$m_w = 63,17 \text{ kg / h}$

➤ Flux WM 2 pts

2 g de soluté dans 100 g d'eau	Ws = 0,0196	
perborate	$m_{pb} = 210,4 \times 0,0196$	$m_w = 4,32 \text{ kg / h}$
eau	$m_w = (1 - 0,0196) \times 210,4$	$m_w = 216,08 \text{ kg / h}$

➤ Flux C 2 pts

Le perborate de MB est aussi celui de WM donc seul le perborate formée par réaction se retrouve dans C

Perborate	$m_{pb} = 4335 \times 153,8$	$m_{pb} = 666,72 \text{ kg / h}$
Flux totale	$m_c = 815 + 210,56 - 220,4$	$m_c = 805,16 \text{ kg / h}$
Eau	$m_w = 815,16 - 666,72$	$m_w = 138,44 \text{ kg / h}$

3.2. Rendement de cristallisation 3 pts

Masse de cristaux en solution dans l'eau de C

$$m_{pb} = 20 \times 138,44 \qquad m_{pb} = 2,77 \text{ kg / h}$$

les cristaux en solutions dans le flux WM ne sont pas pris en compte car ils sont réintroduits pour ajustements dans la solution de métaborate de sodium, donc :

$$\eta = (666,72 - 2,77) / 666,72 \qquad \eta = 0,996$$

3. BILAN THERMIQUE SUR L'ECHANGEUR 18 pts

ATTENTION, 2 points n'apparaissent pas dans le décompte des 18 points

3.1. *Effectuer le bilan thermique de la cristallisation en répondant aux questions suivantes .*

- fabrication des cristaux : enthalpie de réaction Φ_r
nombre de moles fabriquées : $n = 5358 \text{ mol / h}$

$$\Phi_r = n \cdot \Delta H_r = 5358 \times 57,5 \qquad \Phi_r = 308\,085 \text{ kJ / h} \qquad 2 \text{ pts}$$

- fabrication des cristaux : enthalpie de cristallisation Φ_c
nombre de moles cristallisées : $n = 5358 \text{ mol / h}$

$$\Phi_c = n \cdot \Delta H_c = 5358 \times 48,1 \qquad \Phi_c = 257\,720 \text{ kJ / h} \qquad 2 \text{ pts}$$

- enthalpie de refroidissement de la solution saturée Φ_s
 $m_s = m_{wm} + m_{sc} = 273,73 + 1000 - 5358 \times 153,8$

$$m_s = 449,63 \text{ kg / h} \qquad 1 \text{ pt}$$

$$\Phi_s = m_s \cdot C_{ps} \cdot \Delta\theta = 449,63 \times 4,098 \times (40 - 16) \qquad \Phi_s = 44\,222 \text{ kJ / h} \qquad 2 \text{ pts}$$

- enthalpie de refroidissement des cristaux Φ_{rc}
 $m_{c/c} = 5358 \times 153,8$

$$m_{c/c} = 824,10 \text{ kg / h} \qquad 1 \text{ pt}$$

$$\Phi_{rc} = m_{c/c} \cdot C_{pc} \cdot \Delta\theta = 824,1 \times 2,51 \times (40 - 16) \qquad \Phi_{rc} = 49\,644 \text{ kJ / h} \qquad 2 \text{ pts}$$

o Enthalpie libérée par la réaction et par la cristallisation, lorsque la température passe de 40 °C à 16 °C.

$$\Phi_1 = \Phi_r + \Phi_s + \Phi_c + \Phi_{rc}$$

$$\Phi_1 = 308\,085 + 257\,720 + 44\,222 + 49\,644$$

$$\Phi_1 = 659\,671 \text{ kJ / h}$$

2 pts

3.2. *Calculer l'enthalpie absorbée par l'eau de refroidissement Φ_w en admettant des pertes par rayonnement de 7%, puis déterminer le débit d'eau de refroidissement nécessaire.*

$$\Phi_w = (1 - p\%) \times \Phi_1 = Q_w \cdot C_{p_w} \cdot \Delta\theta_w$$

➤ Débit réel d'eau de refroidissement

$$Q_w = \frac{(1-0,07) \times 659\,671}{4,18 \times 5}$$

$$Q_w = 29\,354 \text{ kg / h}$$

$$\text{soit } Q_w = 29,35 \text{ m}^3 / \text{h}$$

2 pts

➤ Débit mesuré d'eau de refroidissement : Q_{vmes}

$$Q_{vmes} = 2,66 \times \sqrt{161,5}$$

$$Q_{vmes} = 33,8 \text{ m}^3 / \text{h}$$

1 pt

Les deux valeurs correspondent-elles?

Si non, justifier l'écart.

Non

Cela peut être du à l'entartrage du cristalliseur, les cristaux collés au serpentin de refroidissement modifiant le coefficient d'échange K.

1 pt

4. REGULATION 16 pts

Afin d'avoir une production de qualité, il est nécessaire de conserver une température dans le cristalliseur voisine de 16 °C.

Le débit de fabrication des cristaux dépend des débits d'entrées en métaborate et en eau oxygénée.

4.1. Compléter le tableau récapitulatif des boucles de régulation.

<i>Boucles</i>	<i>Repère</i>	<i>Grandeurs réglées</i>	<i>Grandeurs réglantes</i>	<i>Sens d'action régulateur</i>
<i>Température du cristalliseur</i>	<div style="border: 1px solid black; width: 20px; height: 20px; display: flex; align-items: center; justify-content: center;">1</div>	Débit d'eau de refroidissement	Température de pied du cristalliseur	Si T augmente alors le débit doit augmenter
<i>Débit de soutirage</i>	<div style="border: 1px solid black; width: 20px; height: 20px; display: flex; align-items: center; justify-content: center;">2</div>	Débit d'alimentation en métaborate de sodium Débit d'alimentation d'eau oxygénée	Débit de soutirage du cristalliseur	Si le débit diminue il y a début d'entartrage, il faut alors diminuer les débits d'alimentation en métaborate et en eau oxygénée.

4.2. Représenter la boucle de régulation de la température dans le cristalliseur.

4.3. Représenter la boucle de régulation de débit des cristaux par une régulation split-range.

Pour ces deux boucles de régulation, représenter les différents éléments constituant celles-ci.

5. SECURITE 5 pts

Déterminer les risque encourus lors d'une manipulation de ce produit sans protection des mains.

Ce produit est un comburant, peu soluble dans l'eau, qui en solution saturée présente un pH voisin de 10,2. Il est par ce fait irritant pour la peau et pourra lors d'un contact prolongé avec celle-ci provoquer des brûlures.

Schéma de la régulation

