

Épreuve de GÉNIE CHIMIQUE
Partie écrite

Durée : 3 heures

Coefficient : 3

*Le sujet comporte 9 pages dont 4 annexes ;
les annexes 1 et 4 sont à rendre avec la copie.
Calculatrice autorisée.*

CRISTALLISATION DU SULFATE DE MAGNÉSIUM
--

Le sulfate de magnésium, communément appelé « sel d'Epsom » ou « sel amer », est utilisé depuis des siècles en médecine (traitement des problèmes de peau, arythmie cardiaque, asthme ...) ; il est également utilisé comme auxiliaire de granulation, agent d'ignition et engrais. À l'origine, on le produisait en faisant bouillir de l'eau minérale d'Epsom ; aujourd'hui il est obtenu par action de l'acide sulfurique H_2SO_4 sur l'hydroxyde de magnésium $Mg(OH)_2$.

A- PRINCIPE

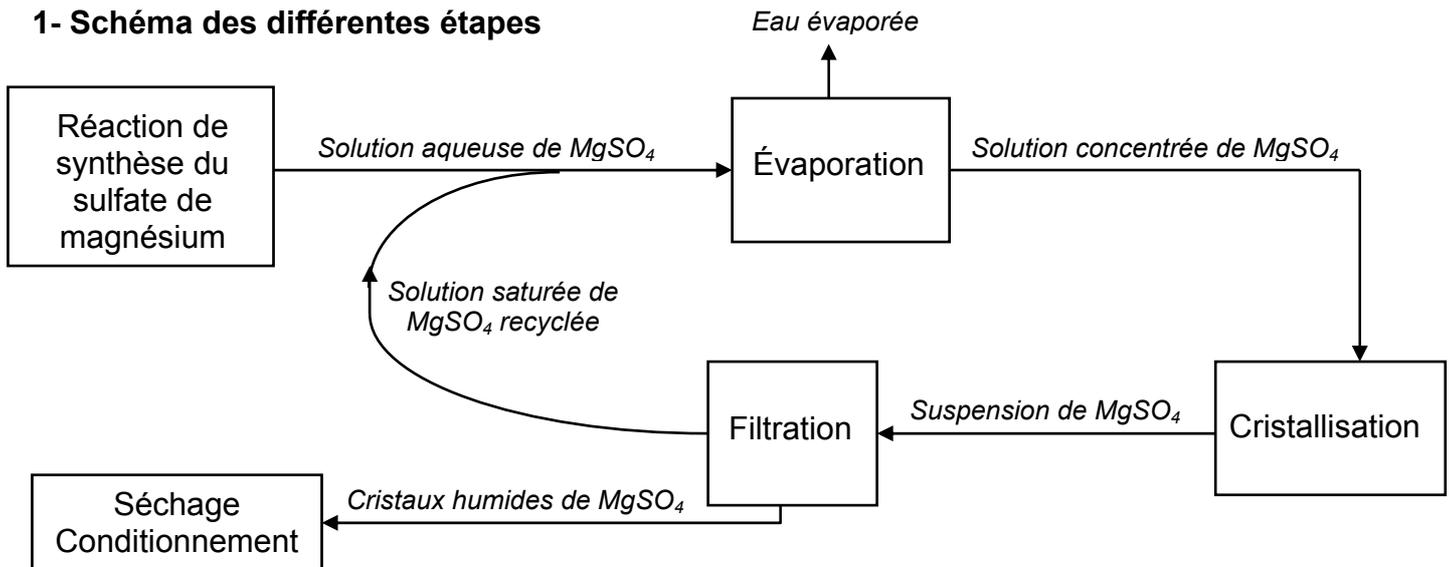
L'installation proposée permet d'obtenir des cristaux de sulfate de magnésium hydraté $MgSO_4 \cdot 7 H_2O$; elle peut être décomposée en cinq parties :

- une unité de synthèse permettant la réaction entre l'hydroxyde de magnésium et l'acide sulfurique ;
- une unité d'évaporation permettant de concentrer la solution aqueuse de sulfate de magnésium ;
- une unité de cristallisation permettant d'obtenir une suspension contenant des cristaux de sulfate de magnésium ;
- une unité de filtration permettant de récupérer les cristaux et de recycler les eaux-mères ;
- une unité de séchage et de conditionnement.

Dans un premier temps, on effectue la réaction de synthèse du sulfate de magnésium et on obtient une solution aqueuse de sulfate de magnésium. Cette solution, mélangée au filtrat recyclé, est traitée dans l'évaporateur puis le cristalliseur : le fonctionnement de ces deux appareils s'effectue alors en continu de façon à traiter la quantité de solution initiale obtenue. L'unité de filtration est ensuite mise en route pour traiter la quantité de suspension obtenue. Le filtrat est recyclé et mélangé à une nouvelle solution aqueuse de sulfate de magnésium. Les cristaux de sulfate de magnésium hydratés humides sont séchés puis conditionnés.

B- DESCRIPTION DU PROCÉDÉ

1- Schéma des différentes étapes



2- Réaction de synthèse du sulfate de magnésium

Dans un réacteur, l'hydroxyde de magnésium est mis en suspension dans de l'eau, puis réagit avec une solution aqueuse à 50 % en masse d'acide sulfurique, dans des conditions stœchiométriques. Après réaction, la solution obtenue est coulée dans un réservoir **R0** où elle se mélange au filtrat recyclé d'une opération précédente : on obtient ainsi, à 30 °C, 33 kg d'une solution aqueuse de sulfate de magnésium dont le titre massique est de 20 % (cette partie ne sera pas représentée dans le schéma).

3- Évaporation-cristallisation

La solution aqueuse de sulfate de magnésium obtenue précédemment est envoyée dans un évaporateur **E1**. Le chauffage de la solution dans l'évaporateur s'effectue par un serpentin intérieur dans lequel circule de la vapeur d'eau sous 5,0 bar de pression absolue. Les vapeurs obtenues dans l'évaporateur sont condensées dans un échangeur à faisceau tubulaire horizontal **E2**. L'eau de refroidissement permettant la condensation des vapeurs est introduite dans les tubes à contre-courant ; l'écart de température entre la sortie et l'entrée de l'eau de refroidissement est maintenu constant par action sur la vanne d'introduction de vapeur dans le serpentin de chauffage (la régulation est notée ΔTIC). L'eau condensée obtenue est stockée dans le réservoir **R1**.

La fraction (ou titre) massique w de la solution dans l'évaporateur est mesurée automatiquement toutes les minutes : dès que celui-ci atteint 33 %, cela déclenche l'ouverture de la vanne de communication entre l'évaporateur et le cristalliseur **CR** ; la solution concentrée peut alors passer dans le cristalliseur par l'intermédiaire d'un siphon calorifugé qui permet de maintenir un niveau minimum dans l'évaporateur. Dès que le titre massique est inférieur à 33 %, cette vanne de communication se referme (la régulation est notée AIC).

Le cristalliseur est muni d'une agitation et d'une double enveloppe dans laquelle circule une solution d'éthylèneglycol à 50 % permettant le refroidissement contrôlé de la solution ; la température de la suspension est maintenue constante à 30 °C.

La suspension obtenue dans le cristalliseur est coulée dans le réservoir **R2** par l'intermédiaire d'une vanne automatique dont l'ouverture et la fermeture sont régulées en fonction du niveau dans le cristalliseur.

Lorsque le réservoir contenant la solution initiale de $MgSO_4$ à 20 % est vide, on arrête l'installation et on coule le contenu du cristalliseur (suspension de sulfate de magnésium) dans le réservoir **R2**. La solution concentrée restant dans **E1** est laissée dans l'appareil et servira à la prochaine opération.

4- Filtration de la suspension de sulfate de magnésium obtenue

La suspension stockée dans **R2** est envoyée par l'intermédiaire d'une pompe volumétrique montée en charge sur un filtre presse **S**. La pression à l'entrée du filtre est mesurée et maintenue constante à 1,0 bar (pression relative) par action sur une vanne automatique (placée au niveau de l'entrée du filtre) qui permet de renvoyer la suspension dans **R2** lorsque la pression est trop forte.

La filtration terminée, on ouvre une vanne d'air comprimé située à l'entrée du filtre de façon à essorer le gâteau obtenu ; on referme ensuite cette vanne et on procède au déchargement du solide (cristaux de sulfate de magnésium), puis au séchage (opération à ne pas représenter).

Le filtrat (solution de sulfate de magnésium de titre massique 29 %) est recueilli dans **R3** puis renvoyé par l'intermédiaire d'une pompe centrifuge montée en charge dans le réservoir initial (réservoir non représenté) afin de recommencer une nouvelle opération d'évaporation-cristallisation.

On réalise alors une nouvelle synthèse de sulfate de magnésium dans le réacteur et la solution aqueuse neuve obtenue est mélangée au filtrat recyclé. Un nouveau cycle peut alors être recommencé.

N.B. : *L'ensemble de l'installation est à pression atmosphérique.*

C- TRAVAIL DEMANDÉ

Les informations qui ne sont pas dans le texte figurent dans les données (page 5/9).

I- Schéma

Sur le schéma A4 fourni (**annexe 4, page 9/9, à rendre avec la copie**), représenter la partie de l'installation correspondant aux opérations d'évaporation, cristallisation et filtration (**E1, E2, CR, S, R1, R2, R3**) en tenant compte des indications données, en respectant les règles de sécurité et en assurant le bon fonctionnement de l'installation.

II- Cours

1. On considère les courbes du document de l'**annexe 1 (page 6/9, à rendre avec la copie)** :

1.1. Compléter ce document en nommant la courbe 2.

1.2. Les deux courbes de ce document délimitent trois zones : compléter le document de l'annexe 1 en nommant les trois zones indiquées.

1.3. Préciser ce qu'il faut faire si les cristaux ne se forment pas bien que l'on ait dépassé la courbe de solubilité. Expliquer.

2. On considère le schéma du filtre presse utilisé dans l'installation (**annexe 2, page 7/9, ne pas rendre avec la copie**).

2.1. Expliquer le fonctionnement de cet appareil.

2.2. Commenter et expliquer qualitativement l'allure de la courbe d'évolution de la masse de filtrat obtenu en fonction du temps (**annexe 3, page 8/9**).

III- Exercices

1. Bilans de matière

Le débit-volume de la solution de sulfate de magnésium qui alimente l'évaporateur est de 15 L.h^{-1} et sa température est de $30 \text{ }^\circ\text{C}$.

1.1. Calculer le débit-masse de la solution qui alimente l'évaporateur et vérifier que le débit-masse d'eau évaporée est de $6,5 \text{ kg.h}^{-1}$ (on considère que l'eau évaporée est pure).

1.2. Vérifier que le temps nécessaire pour traiter les 33 kg de solution initiale est de 2,0 h. En déduire la masse totale d'eau recueillie dans **R1**.

1.3. Calculer la masse de suspension obtenue dans **R2**.

1.4. Après la filtration, on obtient 3,0 kg de cristaux humides de sulfate de magnésium hydratés. En déduire la masse de filtrat obtenue (réservoir **R3**).

1.5. Calculer la fraction massique de la solution aqueuse de sulfate de magnésium à fabriquer dans le réacteur pour obtenir à nouveau une solution de 33 kg à 20 % dans le réservoir initial **R0**.

2. Bilan thermique sur l'évaporateur

On suppose que la température d'ébullition dans l'évaporateur est de 100°C .

2.1. Vérifier que le flux de chaleur nécessaire à l'évaporation est d'environ $1,9 \times 10^4 \text{ kJ.h}^{-1}$.

2.2. Les pertes thermiques dans l'évaporateur sont de 10 %.

Vérifier que le flux de chaleur fourni par la vapeur de chauffe est de $2,1 \times 10^4 \text{ kJ.h}^{-1}$.

2.3. Calculer le débit massique de la vapeur de chauffe à 5,0 bar de pression absolue ; on ne considérera que la condensation de la vapeur.

2.4. Calculer la surface d'échange de l'évaporateur ; on prendra comme flux de chaleur échangé, le flux donné à la question **2.1**.

3. Étude de la pompe centrifuge servant au recyclage du filtrat (titre massique 29 %)

3.1. Le rendement de la pompe est de 75 % et la puissance électrique consommée de 40 W. En déduire la puissance utile fournie à la solution.

3.2. La pompe a un débit volumique de $3,2 \times 10^3 \text{ L.h}^{-1}$; vérifier que la hauteur manométrique totale est alors voisine de 3 m.

3.3. La longueur totale de la canalisation est de 5,0 m et comporte deux coudes et deux vannes ; le diamètre de la canalisation est de 5,0 cm. Calculer les pertes de charge totales de l'installation.

3.4. Calculer la différence de hauteur entre le réservoir **R3** et le réservoir contenant la solution initiale de sulfate de magnésium à 20 % ; on négligera les énergies dues à la vitesse du liquide devant les autres termes.

DONNÉES

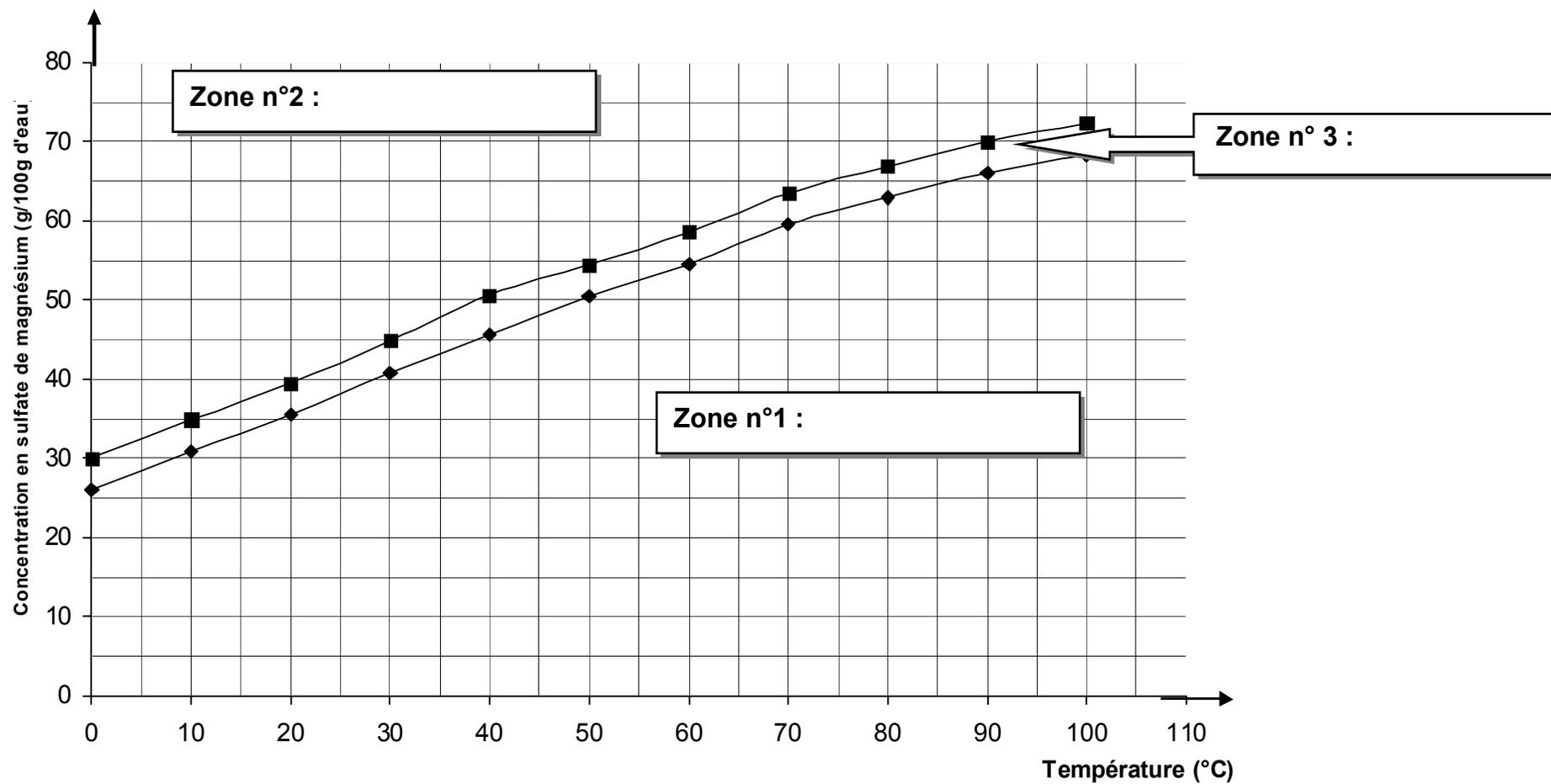
- Pression atmosphérique : 1,0 bar
- Température normale d'ébullition de l'eau : 100 °C
- Masses volumiques :
 - Solution aqueuse de sulfate de magnésium de titre massique 20 % : 1,10 kg.L⁻¹
 - Solution aqueuse de sulfate de magnésium de titre massique 29 % : 1,15 kg.L⁻¹
 - Eau : 1,00 kg.L⁻¹
- Capacités thermiques massiques moyennes :
 - Solution aqueuse non saturée de MgSO₄ entre 30 °C et 100 °C : 3,9 kJ.kg⁻¹.K⁻¹
 - Eau de refroidissement : 4,2 kJ.kg⁻¹.K⁻¹
- Enthalpie massique de vaporisation de l'eau :
 - Sous pression atmosphérique : 2256 kJ.kg⁻¹
 - Sous pression absolue de 5,0 bar : 2107 kJ.kg⁻¹
- Formule empirique de Duperray :

$$p = \left(\frac{\theta}{100} \right)^4 \quad \text{avec } p, \text{ pression absolue en bar et } \theta, \text{ température en } ^\circ\text{C}$$

- Coefficient de transmission thermique globale K de l'évaporateur **E1** : K = 387 kJ.h⁻¹.m⁻².K⁻¹
- Accélération due à la pesanteur : g = 9,81 m.s⁻²
- Perte de charge unitaire : 10 cm de liquide / m de canalisation linéaire
- Longueurs équivalentes (*D* représente le diamètre de la canalisation) :
 - un coude est équivalent à : 15 × *D* ;
 - une vanne est équivalente à : 10 × *D*.
- Relation de Bernoulli entre deux sections S_A et S_B d'un circuit avec une pompe :

$$p_A + \rho g z_A + \frac{\rho v_A^2}{2} + \rho g H_{MT} = p_B + \rho g z_B + \frac{\rho v_B^2}{2} + \rho g J_{A \rightarrow B}$$

ANNEXE 1 (à rendre avec la copie)

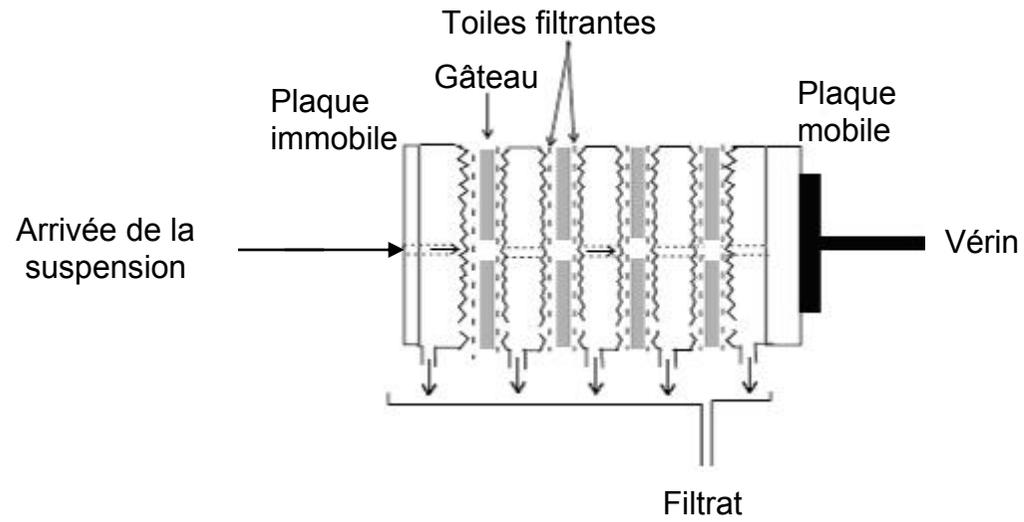


◆ **Courbe n° 1** : courbe de solubilité du sulfate de magnésium dans l'eau

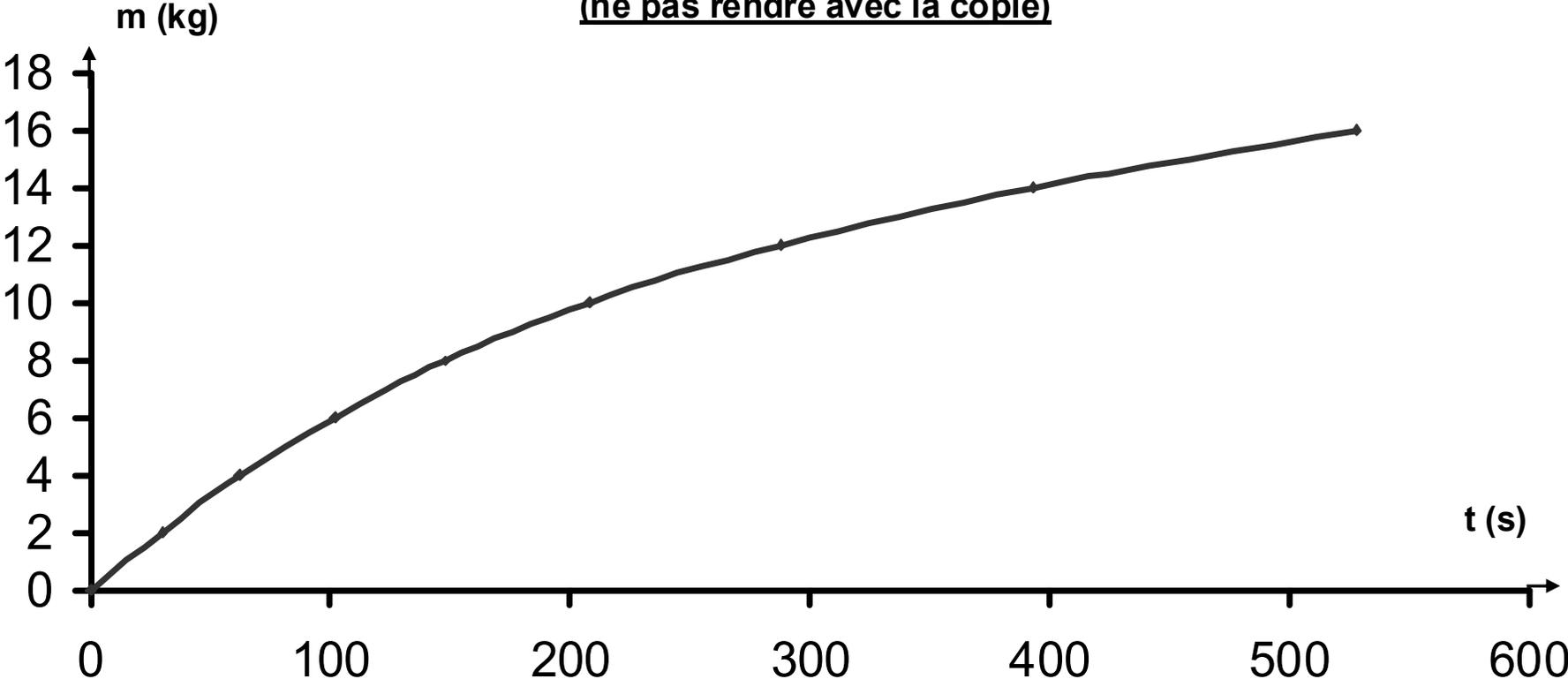
■ **Courbe n° 2** :

ANNEXE 2

Schéma d'un filtre presse (ne pas rendre avec la copie)



ANNEXE 3 :
Courbe d'évolution de la masse de
filtrat obtenu en fonction du temps
(ne pas rendre avec la copie)



ANNEXE 4 (à rendre avec la copie)

