Université de Djilali Bounaama
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de génie de procédés
Opérations unitaires fluide-solide
M1 GPH

Année universitaire : 2025- 2026

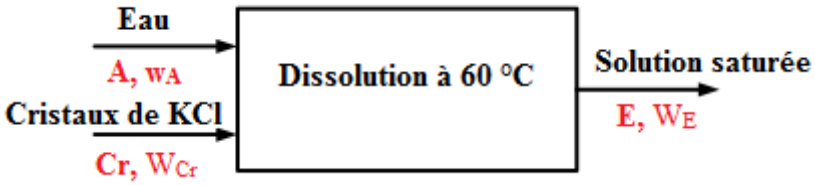
# *Correction de la série d'exercices : Cristallisation*

## *Exercice 01 :*

Le chlorure de potassium est mis en solution dans de l'eau à 60 °C. Nous souhaitons préparer 10 kg de solution saturée à cette température.

- Déterminer les quantités de chlorure de potassium et d'eau à mettre en œuvre ?

Comme toujours lorsque l'on veut résoudre un problème de bilan matière il est nécessaire de faire un schéma de principe qui permet de synthétiser les données du problème :




***Bilan de matière global :*** A + Cr = E ……. (1)

Ici on remarque que nous ne connaissons que E=10 kg, et pas A et Cr que c'est précisément ce que nous devons déterminer, écrivons le bilan partiel en sel :

***Bilan de matière partiel en sel :*** A $w_A$ + Cr $w_{Cr}$ = E $w_E$ ……. (2)

L'eau ne contenant pas de sel, on peut donc dire que $w_A$ = 0, et les cristaux de chlorure de potassium étant anhydre, donc ne contenant pas de solvant, ce qui revient à dire que $w_{Cr}$ = 1. Ainsi l'équation (2) devient : Cr = E $w_E$

Nous avons toujours deux inconnus, Cr et $w_E$, mais l'énoncé nous dit que la solution à préparer doit être saturée, ce qui veut dire que le titre de la solution préparée est lié à la solubilité à cette température (60°C).

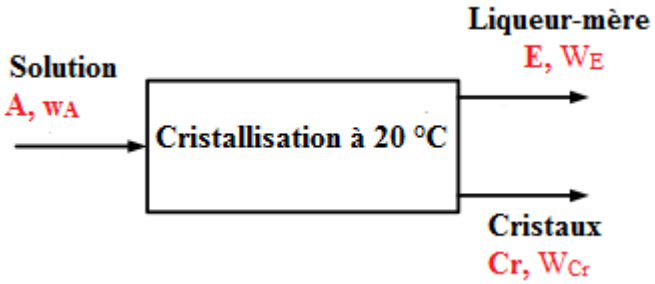
$$\text{Ainsi: } w_E = \frac{\text{masse du soluté}}{\text{masse du soluté+masse du solvant=100}} = \frac{45}{45+100} \Rightarrow w_E = 0.310$$

Cr = E $w_E$ d'où: Cr = 10 x 0.31 => Cr = 3.1 kg
Et A + Cr = E => A = E – Cr = 10 – 3.1 => A = 6.9 kg

***Conclusion :*** Pour produire 10 kg d'une solution de chlorure de potassium saturée à 60 °C à partir d'eau et sel anhydre, il sera nécessaire de mélanger 6.9 kg d'eau et 3.1 kg de sels.

Cette solution est refroidie à 20 °C :

- Déterminer les quantités de chlorure de potassium sous forme cristalline récupérée ainsi que la quantité d'eau mère ?




***Bilan de matière global :*** A = Cr + E ……. (1)

Ici on remarque que nous ne connaissons que A = 10 kg, et pas E et Cr que c'est précisément ce que nous devons déterminer, écrivons le bilan partiel en sel :

***Bilan de matière partiel en sel :*** A $w_A$ = Cr $w_{Cr}$ + E $w_E$ ……. (2)

La solution qui est refroidie est la solution préparée à la question précédente donc $w_A$ = 0.31, et les cristaux de chlorure de potassium formés étant anhydre, donc ne contenant pas de solvant, ce qui revient à dire que $w_{Cr}$ = 1.

Reste à déterminer le titre massique des eaux mères. Lors d'une cristallisation, on considère que les eaux mères sont forcément saturées, donc le titre massique des eaux mères est lié à la solubilité à cette température (20°C) :

Ainsi: $w_E = \frac{\text{masse du soluté}}{\text{masse du soluté+masse du solvant=100}} = \frac{34}{34+100}$ => $w_E$ = 0.254

En procédant par substitution entre les équations (1) et (2) nous pouvons trouver :
A = Cr + E => E = A – Cr

A $w_A$ = Cr $w_{Cr}$ + E $w_E$
A $w_A$ = Cr $w_{Cr}$ + (A – Cr) $w_E$
A $w_A$ = Cr $w_{Cr}$ + A $w_E$ – Cr $w_E$
A ($w_A$ – $w_E$) = Cr ($w_{Cr}$ – $w_E$)

$$\Rightarrow Cr = \frac{A\,(w_A - w_E)}{(w_{Cr} - w_E)} = \frac{10\,(0.31 - 0.254)}{(1 - 0.254)}$$

=> Cr = 0.759 kg
E = A – Cr
D'où E = 10 – 0.759 => E = 9.241 kg

***Conclusion :*** La cristallisation par refroidissement à 20°C de la solution préparée précédemment, produit donc 9.241 kg d'eaux mères et 759 g de cristaux de chlorure de potassium anhydre.

***Données :***

Solubilité du chlorure de potassium est : 34 % à 20°C
45 % à 60°C
Le chlorure de potassium cristallise anhydre.

***Exercice 02 :***

On cristallise 1000 kg de solution aqueuse de nitrate de sodium $NaNO_3$ de titre massique de 52%, prise à 60°C, en la refroidissant à 10°C.

- Calculer le taux de saturation de la solution d'alimentation à 60°C ?
  Avec $T_S$ = solubilité / solubilité à la saturation

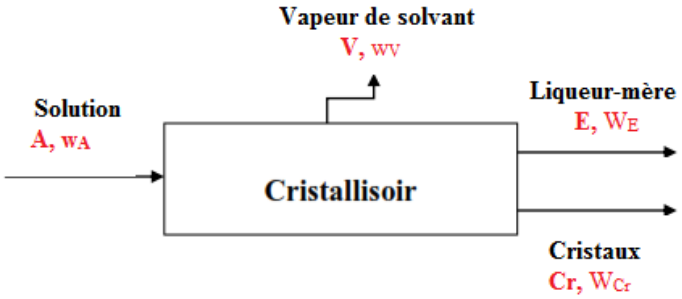
$$w_A = 0.52 = \frac{\text{masse du soluté}}{\text{masse du soluté+masse du solvant=100}} = \frac{x_A}{x_A + 100}$$

D'où : $x_A = \frac{0.52 \times 100}{1-0.52}$ => $x_A$ = 108,3 g/100 g d'eau

Au titre massique $x_A$ = 0.52 de l'alimentation correspond une concentration $S_A$ = 108.3 g/100g d'eau. La solubilité à saturation à 60°C est $S_A^*$ = 124 g/100g d'eau.

Le taux de saturation est donc Ts = $S_A$ / $S_A^*$ = 108.3/124 => Ts = 0.874 = 87.4%.
La solution d'alimentation du cristalliseur n'est donc pas saturée.

- Calculer la masse de cristaux formés et le rendement de la cristallisation ?




On considère que le $NaNO_3$ cristallise sans eau, soit $w_{Cr}$ =1
Les eaux mères obtenues sont saturées à 10°C, d'ou $w_E$ = 80/ (100 + 80) => $w_E$ = 0.4444
Il n'y a pas d'évaporation (V = 0), les équations de bilan matière global et de bilan sur le sel se réduisent à:

A = Cr + E ……. (1)
A $w_A$ = Cr $w_{Cr}$ + E $w_E$ ……. (2)

De (1) on tire E = A - Cr, et en remplaçant dans (2) on obtient :

$$Cr = \frac{A\,(w_A - w_E)}{(w_{Cr} - w_E)} = \frac{1000\,(0.52 - 0.4444)}{(1 - 0.4444)}$$ => Cr = 136.1 kg

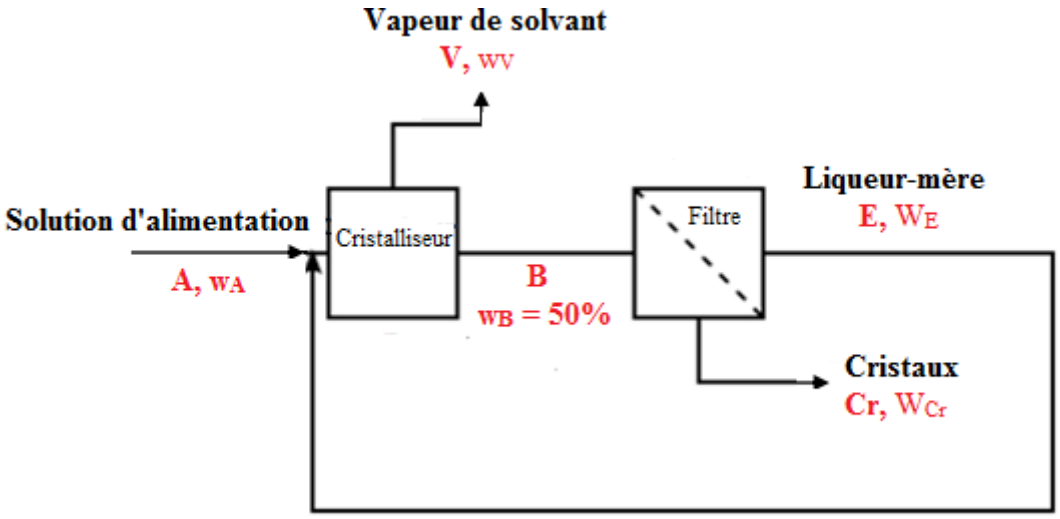
Et E = A – Cr = 1000 - 136.1 => E = 863.9 kg

Le rendement de cristallisation s'écrit : $\eta = \frac{Cr\, w_{Cr}}{A\, w_A} = \frac{136.1 \times 1}{1000 \times 0.52}$ => $\eta$ = 0.262 = 26.2%

**Données :** Solubilité à 10°C : 80g de $NaNO_3$ / 100g d'eau.
Solubilité à 60°C : 124g de $NaNO_3$ / 100g d'eau.

***Exercice 03 :***

1000 kg/h d'une solution d'acétate de sodium à 20% dans l'eau est introduite dans un évaporateur fonctionnant à 60°C. Le concentrât sortant de l'évaporateur titrant 50% en $NaC_2H_2O_2$, alimente un cristallisoir fonctionnant à 20°C. Une filtration permet de séparer l'acétate de sodium tri-hydraté solide ($NaC_2H_3O_2$, $3H_2O$), et des eaux mères saturées à 20°C, qui sont intégralement recyclées vers l'évaporateur.




- Calculer le débit massique de cristaux Cr ?

Les eaux mères étant intégralement recyclées vers l'évaporateur, le bilan partiel sur l'ensemble de l'installation s'écrit : A $w_A$ = Cr $w_{Cr}$

Les cristaux tri-hydratés ($NaC_2H_3O_2$, $3H_2O$) ont un titre massique $w_{Cr} = \frac{82}{82+(3 \times 18)}$ => $w_{Cr}$ = 0.6029 = 60.29%

On obtient donc : $Cr = \frac{A\, w_A}{w_{Cr}} = \frac{1000 \times 0.2}{0.6029}$ => Cr = 331.7 kg/h

- Calculer le débit d'eau à évaporer V dans l'évaporateur ?

Le débit d'évaporat se déduit du bilan global :

A = V + Cr, d'ou **V** = A – Cr = 1000 - 331.7 => V = 668.3 kg/h

- Calculer le débit d'eaux mères E recyclées vers l'évaporateur ?

Le titre des eaux mères saturées à 20°C est : $w_E = \frac{46.5}{46.5 + 100}$ => $w_E$ = 0.3174 = 31.74%

Le débit d'eaux mères recyclées est obtenu en écrivant le bilan global et partiel sur le cristalliseur seul, soit :

***Bilan global:*** B = Cr + E

***Bilan partiel:*** B $w_B$ = Cr $w_{Cr}$ + E $w_E$

En remplaçant B par (Cr + E) dans la 2ème équation, on obtient :

Cr $w_B$ + E $w_B$ = Cr $w_{Cr}$ + E $w_E$

Soit $E = \frac{Cr\,(w_{Cr} - w_B)}{w_B - w_E} = = \frac{331.7\,(0.6029-0.5)}{0.5-0.3174}$ => E = 186.9 kg/h

- Calculer le rendement de cristallisation du cristallisoir seul et l'ensemble de l'installation ?

Le rendement du cristallisoir s'écrit :

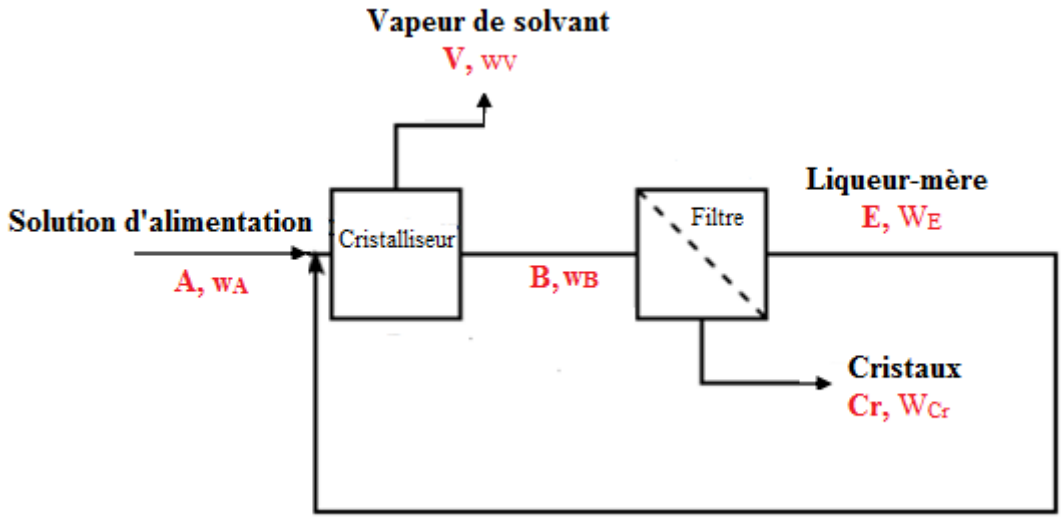
$\eta = \frac{Cr\, w_{Cr}}{B\, w_B} = \frac{Cr\, w_{Cr}}{(Cr+E)\, w_B} = \frac{331.7 \times 0.6029}{(331.7+186.9)\, 0.5}$ => $\eta$ = 77.1%

Le rendement de l'ensemble de l'installation s'écrit :

$\eta = \frac{Cr\, w_{Cr}}{A\, w_A} = \frac{331.7 \times 0.6029}{1000 \times 0.2}$ => $\eta$ = 100%, l'ensemble des eaux mères étant recyclées.

***Exercice 04 :***

Une tonne par heure d'alimentation de nitrate de potassium à 20% dans l'eau est introduite dans un évaporateur continu de façon à concentrer cette solution à 50% de $KNO_3$. Le concentrât est ensuite introduit dans un cristallisoir ou la solution est refroidie à 10°C. La filtration permet de séparer du nitrate de potassium solide contenant 4% d'eau et de recycler le filtrat, solution contenant 21 g de $KNO_3$ dans 100 g d'eau, dans l'évaporateur :




- Calculer le débit massique de cristaux filtrés du courant du recyclage Cr ?

Le filtrat étant recyclé intégralement vers l'évaporateur, le nitrate ne peut sortir que sous forme cristallisé.

Le bilan en $KNO_3$ sur l'ensemble de l'installation donne donc : $A\ w_A = Cr\ w_{Cr}$

On obtient donc : $Cr = \frac{A\ w_A}{w_{Cr}} = \frac{1000 \times 0.2}{0.96}$ => Cr = 208.3 kg/h

Le titre $w_{Cr} = 0.96$ car le nitrate de potassium solide contient 4% d'eau.

- Calculer le débit d'eau à évaporer V dans l'évaporateur ?

Le bilan global sur l'ensemble de l'installation donne : A = V + Cr

D'où V = A – Cr = 1000 - 208.3 => V = 791.7 kg/h

- Calculer le débit d'eaux mères E recyclées vers l'évaporateur ? Calculer B ?

Le titre des eaux mères (ou filtrat) est : $w_E = \frac{21}{21 + 100}$ => $w_E = 0.1736 = 17.36\%$

Le débit du courant de recyclage, égal au débit d'eaux mères E, peut être obtenu en écrivant les équations de bilan global et en sel autour de l'évaporateur:

$$A + E = B + V \quad \ldots\ldots (1)$$

$$A\ w_A + E\ w_E = B\ w_B \quad \ldots\ldots (2) \text{ avec } w_V = 0$$

De (1) : $B = A + E - V$

On remplace B dans (2), on obtient :

$$A\ w_A + E\ w_E = (A + E - V)\ w_B$$

$$A\ w_A + E\ w_E = A\ w_B + E\ w_B - V\ w_B$$

Soit encore: $A\ (w_A - w_B) = E\ (w_B - w_E) - V\ w_B$

D'où: $E = \frac{A\,(w_A - w_B) + V\,w_B}{(w_B - w_E)} = \frac{1000\,(0.2-0.5) + 791.7 \times 0.5}{(0.5-0.1735)}$ => E = 293.6 kg/h

Le débit de concentrât B est donc :

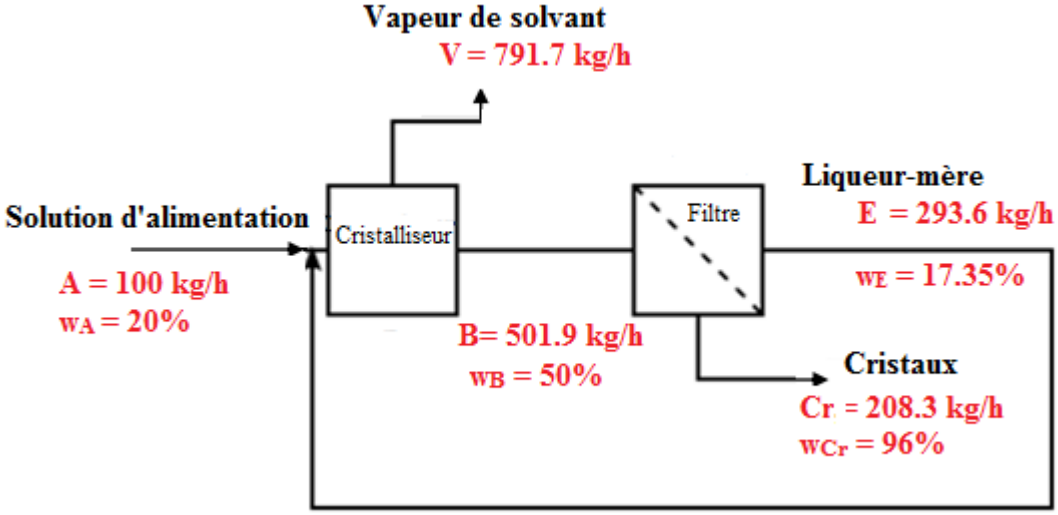
B = A + L – V = 1000 + 293.6 - 791.7 => B = 501.9 kg/h

- Calculer le rendement de cristallisation du cristallisoir seul et l'ensemble de l'installation ?

Le rendement du cristallisoir seul s'écrit :

$\eta = \frac{Cr\,w_{Cr}}{B\,w_B} = \frac{208.3 \times 0.96}{501.9 \times 0.5}$ => $\eta = 79.7\%$

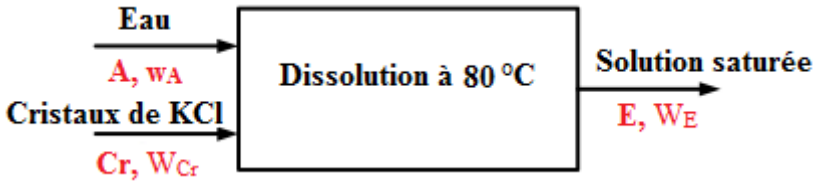
Le rendement de l'ensemble de l'installation, étant donné que l'ensemble des eaux mères est recyclé vers l'évaporateur, est : $\eta = \frac{Cr\,w_{Cr}}{A\,w_A} = \frac{208.3 \times 0.96}{1000 \times 0.2}$ => $\eta = 100\%$




***Exercice 05 :***

On prépare 500 kg de solution aqueuse de carbonate de sodium saturée à 80 °C.

- Déterminer les quantités de carbonate de sodium et d'eau à mettre en œuvre ?




***Bilan de matière global :*** A + Cr = E ……. (1)

Ici on remarque que nous ne connaissons que E=500 kg, et pas A et Cr que c'est précisément ce que nous devons déterminer, écrivons le bilan partiel en sel :

***Bilan de matière partiel en sel :*** $A\,w_A + Cr\,w_{Cr} = E\,w_E$ ……. (2)

L'eau ne contenant pas de sel, on peut donc dire que $w_A = 0$.

Les cristaux de chlorure de potassium n'étant pas anhydres, mais ils sont décahydratés, ainsi le titre massique des cristaux utilisés pour la dissolution est :

$w_{Cr} = \frac{106}{106+(10 \times 18)}$ => $w_{Cr} = 0.371 = 37.1\%$

Nous avons toujours deux inconnus, Cr et $w_E$, mais l'énoncé nous dit que la solution à préparer doit être saturée, ce qui veut dire que le titre de la solution préparée est lié à la solubilité à cette température (80°C).

Ainsi $w_E = \frac{44}{44+100}$ => $w_E = 0.306 = 30.6\%$

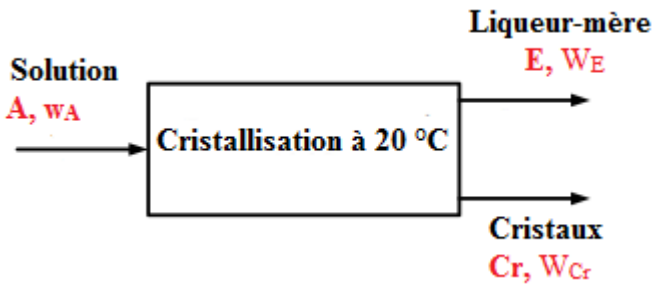
D'où: Cr $w_{Cr}$ = E $w_E$ => $Cr = \frac{E\, w_E}{w_{Cr}} = \frac{500 \times 0.306}{0.371}$ => Cr = 412.4 kg

Et A + Cr = E => A = E – Cr => A = 500 – 412.4 => A = 87.6 kg

***Conclusion :*** Pour produire 500 kg d'une solution de carbonate de sodium saturée à 80°C à partir d'eau et de sel déca-hydraté, il sera nécessaire de mélanger 87.6 kg d'eau et 412.4 kg de sels.

Cette solution est refroidie à 10 °C, Déterminer :

- Le titre massique des eaux mères et des cristaux ?




Le titre massique des eaux mères. Lors d'une cristallisation, on considère que les eaux mères sont forcément saturées, donc le titre massique des eaux mères est lié à la solubilité à cette température (10°C) :

Ainsi $w_E = \frac{12}{12+100}$ => $w_E = 0.107 = 10.7\%$

Le titre des cristaux a été déterminé à la question précédente :

$w_{Cr} = \frac{106}{106+(10 \times 18)}$ => $w_{Cr} = 0.371 = 37.1\%$

- Les masses d'eau mère et de cristaux formés ?

En procédant par substitution entre les équations (1) et (2) nous pouvons trouver :

A = Cr + E => E = A – Cr

A $w_A$ = Cr $w_{Cr}$ + E $w_E$

A $w_A$ = Cr $w_{Cr}$ + (A – Cr) $w_E$

A $w_A$ = Cr $w_{Cr}$ + A $w_E$ – Cr $w_E$

A ($w_A$ – $w_E$) = Cr ($w_{Cr}$ – $w_E$)

$$Cr = \frac{A\,(w_A - w_E)}{(w_{Cr} - w_E)} = \frac{500\,(0.306 - 0.107)}{(0.371 - 0.107)} \Rightarrow Cr = 376.9 \text{ kg}$$

E = A – Cr

D'où E = 500 – 376.9 => E = 123.1 kg

***Conclusion :*** La cristallisation par refroidissement à 10°C de la solution préparée précédemment, produit donc 123.1 kg d'eaux mères et 376.9 g de cristaux de carbonate de sodium déca-hydratés.

- Le rendement de la cristallisation ?

Le rendement de la cristallisation est :

$$\eta = \frac{Cr\ w_{Cr}}{A\ w_A} = \frac{376.9 \times 0.371}{500 \times 0.306} \Rightarrow \eta = 91.4\%$$

***Données :***

Solubilité du carbonate de sodium est : 44 % à 80°C
12 % à 10°C

Le carbonate de sodium cristallise déca-hydraté $Na_2 CO_3, 10H_2O$

***Exercice 06 :***

On cristallise en continu 400 kg/h de solution de carbonate de sodium saturée à 30°C, en la refroidissant à 10°C.

- Déterminer le débit-masse horaire de carbonate de sodium décahydraté formé ?

Le titre de la solution d'alimentation, saturée à 30°C, vaut :

$$w_A = \frac{38.8}{38.8 + 100} \Rightarrow w_A = 0.2795 = 27.95\%$$

Le titre des eaux mères, saturées à 10°C, vaut :

$$w_E = \frac{12.5}{12.5 + 100} \Rightarrow w_A = 0.1111 = 11.11\%$$

Le titre des cristaux de carbonate de sodium déca-hydratés est :

$$w_{Cr} = \frac{106}{106+(10 \times 18)} \Rightarrow w_{Cr} = 0.3706 = 37.06\%$$

Les équations de bilan global et en sel s'écrivent :

$$A = Cr + E$$
$$A\ w_A = Cr\ w_{Cr} + E\ w_E$$

En remplaçant E par (A – Cr) dans le bilan partiel, on obtient $A\ w_A = Cr\ w_{Cr} + A\ w_E – Cr\ w_E$

Soit $Cr = \frac{A\ (w_A - w_E)}{(w_{Cr} - w_E)} = \frac{400\ (0.2795 - 0.1111)}{(0.3706 - 0.1111)} \Rightarrow Cr = 259.6$ kg/h

- Calculer la chaleur à éliminer dans le cristalliseur ?

La quantité de chaleur à éliminer du cristalliseur correspond au refroidissement de la solution de 30 à 10°C :

$\Phi$ refroidissement = $A\ Cp_A\ (T_E - T_A)$ **:** désigne la chaleur massique à pression constante.
$\Phi$ refroidissement = $A\ Cp_A\ (10 – 30) = 400 \times 3.2 \times (-20) \Rightarrow \Phi$refroidissement = – 25600 kJ/h

Et à l'exothermicité de la cristallisation, $\Phi$ cristallisation = $Cr\ w_{Cr}\ \Delta H_{Cr} / M_{SEL}$ (si $\Delta H_{Cr} < 0$, cristallisation exothermique et si $\Delta H_{Cr} > 0$, cristallisation endothermique) $\Delta H_{Cr}$ est la chaleur molaire de cristallisation, $M_{SEL}$ est la masse molaire de sel cristallisé).

$\Phi$ cristallisation = $Cr\ w_{Cr}\ \Delta H_{Cr} / M_{Na2CO3} = 259.6 \times 0.3706 \times (-67.8) / 106. 10^{-3}$
$\Rightarrow \Phi$ cristallisation = – 61537 kJ/h

Le flux à éliminer du cristalliseur est donc : Φ global = Φ refroidissement + Φ cristallisation

Φ global = – 87137 kJ/h

***Données :***

Solubilité à 10°C : 12.5 g de $Na_2CO_3$ /100g d'eau

Solubilité à 30°C : 38.8 g de $Na_2CO_3$ / 100g d'eau

M $Na_2CO_3$ = 106 g/mol, M $H_2O$=18 g/mol

Enthalpie de cristallisation molaire à 10°C de ($Na_2CO_3$, 10 $H_2O$): ΔH = - 67.8 kJ/mol

Chaleur massique moyenne de la solution : $Cp_A$ = 3.2 kJ/(kg. °C)

***Exercice 07 :***

Dans un cristalliseur fonctionnant en continu, on cristallise à 30°C une solution aqueuse à 60% en masse de nitrate de potassium arrivant à 80°C sous un débit de 5 t/h.

- Calculer la masse de cristaux obtenus par heure, sachant que le nitrate cristallise sans eau et que, pendant le refroidissement il se produit par évaporation une perte d'eau égale à 3% de la quantité de solution introduite ?

La perte par évaporation est notée V = 0.03 A. Les équations de bilan global et partiel s'écrivent :

$$A = V + E + Cr$$

$$A\ w_A = E\ w_E + Cr\ w_{Cr}$$

En éliminant E = A – V – Cr => E = A – 0.03A – Cr => E = 0.97 A – Cr

On obtient: $A\ w_A = 0.97\ A\ w_E - Cr\ w_E + Cr\ w_{Cr}$

$A\ (w_A - 0.97\ w_E) = Cr\ (w_{Cr} - w_E)$

D'où : $$Cr = \frac{A\ (w_A - 0.97\ w_E)}{(w_{Cr} - w_E)}$$

Les eaux mères sont saturées à la température de cristallisation de 30°C, soit :

$$w_E = \frac{45.8}{45.8 + 100} \Rightarrow w_E = 0.3141 = 31.41\%$$

Les cristaux sont purs d' où : $w_{Cr}$ = 1 = 100%

$$\textbf{\textit{AN:}}\ Cr = \frac{A\ (w_A - 0.97\ w_E)}{(w_{Cr} - w_E)} = \frac{5000\ (0.60 - 0.97 \times 0.3141)}{(1 - 0.3141)} \Rightarrow Cr = 2152.8\ kg/h$$

D'où : E = 0.97 A – Cr = 0.97 x 5000 – 2152.8 => E = 2697.2 kg/h

- Calculer la quantité de chaleur à dissiper par heure, sachant que la cristallisation est exothermique et que la chaleur de cristallisation est $\Delta H_{Cr}$ = – 35321.4 kJ/kmol ?

La quantité de chaleur à dissiper correspond au refroidissement, à la cristallisation et à l'évaporation :

Le refroidissement : Φ refroidissement = A $Cp_A$ ($T_E$ – $T_A$) = A $Cp_A$ (30 – 80)

Φ refroidissement = 5000 x 2.3 x (-50)

Φ refroidissement = – 575000 kJ/h

La cristallisation : Φ cristallisation = Cr $w_{Cr}$ $\Delta H_{Cr}$ / M $_{KNO3}$ = 2152.8 x (-35321.4) / 101.1

Φ cristallisation = – 752265 kJ/h

L'évaporation : Φ évaporation = V $L_{V\ Eau}$ (> 0, reçu ou prix sur la solution) ($L_V$ désigne la chaleur latente de vaporisation)

Φ évaporation = 0.03 x 5000 x 2343.6

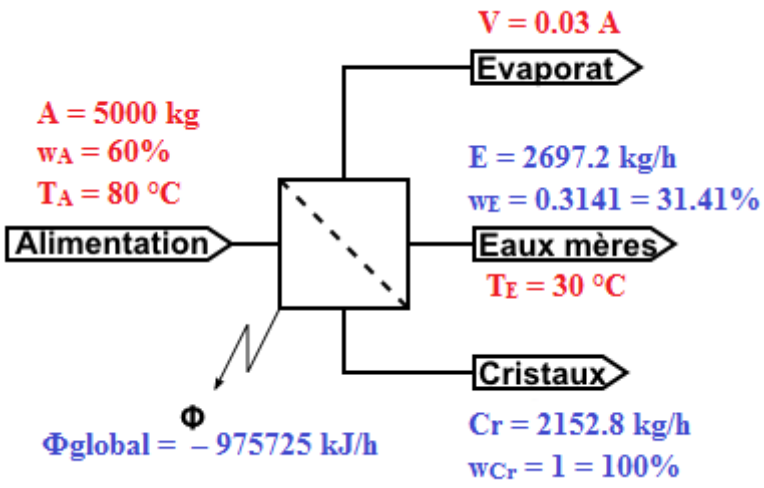
Φ évaporation = 351340 kJ/h

Les deux premiers termes sont négatifs (flux à enlever au système), le troisième terme est positif car il participe au refroidissement. La somme est :

Φglobal = Φ refroidissement + Φ cristallisation + Φ évaporation

Φglobal = – 575000 – 752265 + 351340

Φglobal = – 975725 kJ/h




- Le refroidissement est obtenu par circulation méthodique d'eau entrant à 10°C et sortant à 20°C (méthodique = contre courants). La surface d'échange utilisée est 35 $m^2$. Calculer le débit d'eau nécessaire et le coefficient global d'échange thermique ?

Le débit d'eau se déduit du bilan énergétique :

|Φglobal| = D $_{Eau}$ Cp $_{Eau}$ (20 – 10)

D'où : D $_{Eau}$ = |Φ global| / (Cp $_{Eau}$ x 10) = 975725 / (4.18 x 10)

D $_{Eau}$ = 23343 kg/h

La circulation méthodique correspond à une circulation à contre-courant. La moyenne logarithmique des écarts de température est donc :

ΔT ml = [(80 – 20) – (30 – 10)] / ln [(80 – 20) / (30 – 10)]

ΔT ml = 36.41 °C

Le flux s'écrit :

Φ ech = |Φ global| = K x S x ΔT ml

D'où: K = |Φ global| / (S x ΔT ml) = 975725 / (35 x 36.41)

=> K = 765.7 kJ. $h^{-1}.m^{-2}.°C^{-1}$

***Données :***

Solubilité à 30°C : 45.8 g/100 g d'eau

Cp $_A$ = 2.3 $kJ.kg^{-1}.°C^{-1}$, Cpeau = 4.18 $kJ.kg^{-1}.°C^{-1}$, Lv $_{eau}$ = 2343.6 $kJ.kg^{-1}$.

M $KNO_3$ = 101.1 g/mol

***Exercice 08 :***

On cristallise en continu 1000 kg/h de solution de sulfate de sodium saturée à 50 °C en la refroidissant à 10 °C. On considère les hypothèses suivantes : l'échange thermique est réalisé à contre-courant, les cristaux formés sont constitués par du sulfate de sodium déca-hydraté, les cristaux sont intégralement séparés des eaux mères par filtration, les eaux mères sont saturées à 10 °C. Déterminer :

- Les titres massiques en $Na_2SO_4$ de l'alimentation, des eaux mères et des cristaux ?

L'alimentation est saturée à 50 °C, sont titre est $w_A = \frac{46.7}{46.7+100}$ => **$w_A$ = 0.3183 = 31.83%**

Le sulfate de sodium est décahydraté, d'où $w_{Cr} = \frac{142}{142+(10 \times 18)}$ => **$w_{Cr}$ = 0.441 = 44.1%**

Les eaux mères obtenues sont saturées à 10 °C, d'où $w_E = \frac{9}{9+100}$ => **$w_E$ = 0.0826 = 8.26%**

- Le débit-masse horaire de sulfate de sodium déca-hydraté formé et des eaux mères ?

Il n y'a pas d'évaporation (V=0), les équations de bilan de matière global et de bilan sur le sel se réduisent à :

$$A = E + Cr \text{ ……. (1)}$$

$$A\ w_A = E\ w_E + Cr\ w_{Cr} \text{……. (2)}$$

De (1) on tire E = A – Cr et en remplaçant dans (2) on obtient :

$$A\ w_A = (A - Cr)\ w_E + Cr\ w_{Cr}$$

Soit encore $Cr = A\ (w_A - w_E)/\ (w_{Cr} - w_E) = 1000\ (0.3183 - 0.0826) / (0.441 - 0.0826)$

$Cr = 657.6$ kg

Et $E = 1000 - 657.6$ => **E** = 342.3 kg

- Le rendement de la cristallisation dans ces conditions ?

$$\eta = \frac{Cr\ w_{Cr}}{A\ w_A} = \frac{657.6 \times 0.441}{1000 \times 0.3183} \Rightarrow \eta = 91.10\%$$

- Le flux de chaleur à éliminer sur l'ensemble du cristalliseur ?

La chaleur à éliminer du cristalliseur correspond au refroidissement de la solution de 50 à 10 °C et à la chaleur dégagée par la cristallisation, qui est exothermique, soit :

$\Phi$ refroidissement = $A\ Cp_A\ (T_E - T_A)$ **:** désigne la chaleur massique à pression constante.

$\Phi$ refroidissement = $A\ Cp_A\ (10 - 50) = 1000 \times 3.55 \times (-40)$ => $\Phi$refroidissement = – 142000 kJ/h

$\Phi$ cristallisation = $Cr\ w_{Cr}\ \Delta H_{Cr} / M_{Na2SO4} = 657.6 \times 0.441 \times (-78.42) / 142.\ 10^{-3}$ => $\Phi$cristallisation = – 160154 kJ/h

Le flux à éliminer du cristalliseur est donc : $\Phi$ global = $\Phi$ refroidissement + $\Phi$ cristallisation

$\Phi$ global = – 302154 kJ/h

- Le débit de saumure entrant dans l'échangeur à 0 °C et sortant à 45 °C ?

Le débit de saumure se déduit du bilan énergétique :

$|\Phi global| = D_{Saumure}\ Cp_{Saumure}\ (45 - 0)$

D'où : $D_{Saumure} = |\Phi\ global| / (Cp_{Saumure} \times 45) = 302154 / (3.7 \times 45)$ => $D_{Saumure}$ = 1814.7 kg/h

- La surface d'échange de l'échangeur ?

On considérant un échange à contre courants, la moyenne logarithmique des écarts de température est donc :

$\Delta T\ ml = [(10 - 0) - (50 - 45)] / \ln [(10 - 0) / (50 - 45)]$

$\Delta T\ ml = 7.21$ °C

Le flux s'écrit :

$\Phi$ ech = |$\Phi$ global| = K x S x $\Delta$T ml

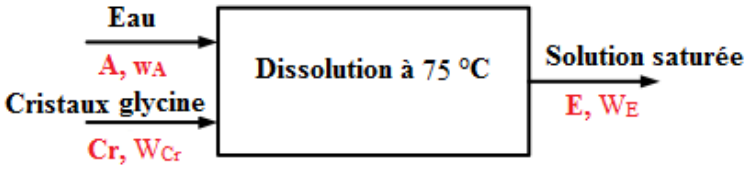
D'où: S = |$\Phi$ global| / (K x $\Delta$T ml) = 302154 / (2926 x 7.21)

=> K = 14.3 $m^2$

***Exercice 09 :***

On veut réaliser la recristallisation d'une masse de 300 kg de glycine pure (acide aminoacétique $C_2H_5NO_2$) dans l'eau. Cette opération s'effectue en solubilisant la glycine dans le minimum d'au de façon à obtenir une solution saturée à 75 °C. Cette solution saturée est ensuite refroidie jusqu'à 20 °C. Calculer :

- La quantité d'eau à utiliser pour obtenir une solution saturée à 75 °C et en déduire la masse de cette solution aqueuse saturée à 75 °C ?




D'après la solubilité de la glycine à 75 °C, il faut ajouter 100 g d'eau à 54.4 g de cristaux de glycine pour obtenir une solution saturée à cette température.

A + Cr = E ……. (1)

A $w_A$ + Cr $w_{Cr}$ = E $w_E$ ……. (2)

L'eau ne contenant pas de glycine, on peut donc dire que $w_A$ = 0, et les cristaux de glycine étant anhydre, donc ne contenant pas de solvant, ce qui revient à dire que $w_{Cr}$ = 1. Ainsi l'équation (2) devient : Cr = E $w_E$

Le titre de la solution saturée préparée est lié à la solubilité à cette température (75°C).

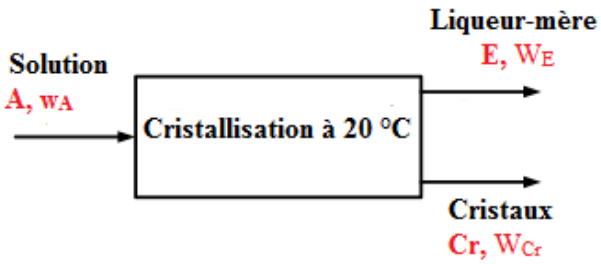
Ainsi: $w_E = \frac{\text{masse du soluté}}{\text{masse du soluté+masse du solvant=100}} = \frac{54.4}{54.4+100}$ => $w_E$ = 0.3523

D'où: $E = \frac{Cr}{w_E} = \frac{300}{0.3523}$ => $E$ = 851.54 kg

Et A + Cr = E => A = E – Cr = 851.54 – 300 => A = 551.54 kg

Pour solubiliser une masse de 300 kg de glycine anhydre, il faut utiliser 551.54 kg d'eau et dans ces conditions la masse de la solution saturée obtenu à 75 °C est donc 851.54 kg.

- Les quantités des cristaux de glycine et des eaux mères théoriquement obtenues après refroidissement à 20 °C et le rendement de la cristallisation ?




A = Cr + E ……. (1)

A $w_A$ = Cr $w_{Cr}$ + E $w_E$ ……. (2)

Connaissant A = 851.54 kg, $w_A$ = 0.3523 et $w_{Cr}$ = 1.

Reste à déterminer le titre massique des eaux mères. Lors d'une cristallisation, on considère que les eaux mères sont forcément saturées, donc le titre massique des eaux mères est lié à la solubilité à cette température (20°C) :

Ainsi: $w_E = \frac{\text{masse du soluté}}{\text{masse du soluté+masse du solvant=100}} = \frac{21}{21+100}$ => $w_E = 0.174$

En procédant par substitution entre les équations (1) et (2) nous pouvons trouver :
A = Cr + E => E = A – Cr

$A\ w_A = Cr\ w_{Cr} + E\ w_E$
$A\ w_A = Cr\ w_{Cr} + (A - Cr)\ w_E$
$A\ w_A = Cr\ w_{Cr} + A\ w_E - Cr\ w_E$
$A\ (w_A - w_E) = Cr\ (w_{Cr} - w_E)$

$$\Rightarrow Cr = \frac{A\ (w_A - w_E)}{(w_{Cr} - w_E)} = \frac{851.54\ (0.3523 - 0.174)}{(1 - 0.174)}$$

=> Cr = 183.81 kg

E = A – Cr
D'où E = 851.54 – 183.81 => E = 667.73 kg

Le rendement de cristallisation s'écrit : $\eta = \frac{Cr\ w_{Cr}}{A\ w_A} = \frac{183.81 \text{ x } 1}{851.54 \text{ x } 0.3523}$ => $\eta = 0.6127 = 61.27\ \%$

- La quantité de chaleur à éliminer lors de l'opération ?

La quantité de chaleur à éliminer du cristalliseur correspond au refroidissement de la solution de 75 à 20°C :

$\Phi$ refroidissement = $A\ Cp_A\ (T_E - T_A) = A\ Cp_A\ (20 - 75) = 851.54 \text{ x } 2.926 \text{ x } (-55)$
=> $\Phi$refroidissement = – 137038.33 kJ/h

$\Phi$ cristallisation = $Cr\ w_{Cr}\ \Delta H_{Cr} / M_{glycine} = 183.81 \text{ x } (-8.36) / 75.\ 10^{-3}$
=> $\Phi$ cristallisation = – 20488.688 kJ/h

Le flux à éliminer du cristalliseur est donc : $\Phi$ global = $\Phi$ refroidissement + $\Phi$ cristallisation
$\Phi$ global = – 137038.33 – 20488.688
$\Phi$ global = – 157527.018 kJ/h

***Exercice 10 :***

On cristallise en continu 1 tonne/h de solution de sulfate de sodium saturée à 50 °C en la refroidissant à 10 °C. On considère de plus les hypothèses suivantes : l'échange thermique est réalisé à contre-courant, les cristaux formés sont constitués exclusivement par du sulfate de sodium déca-hydraté, les cristaux sont intégralement séparés des eaux mères par filtration, les eaux mères sont saturées à 10 °C.

- Déterminer les titres massiques en $Na_2SO_4$ de l'alimentation, des eaux mères et des cristaux ?

Le titre massique en $Na_2SO_4$ de l'alimentation saturée à 50 °C :
Solubilités à 50 °C : 46.7 g de $Na_2SO_4$ / 100 g d'eau.

$$w_A = \frac{\text{masse du soluté}}{\text{masse du soluté+masse du solvant=100}} = \frac{x_A}{x_A + 100} = \frac{46.7}{46.7 + 100}$$

=> $w_A = 0.3183 = 31.83\%$

Le titre massique en $Na_2SO_4$ des eaux mères saturées à 10 °C :
Solubilité à 10 °C : 9 g de $Na_2SO_4$ /100 g d'eau.

$$w_E = \frac{\text{masse du soluté}}{\text{masse du soluté+masse du solvant=100}} = \frac{x_E}{x_E + 100} = \frac{9}{9 + 100}$$

=> $w_E = 0.0826 = 8.26\%$

Le titre massique des cristaux : est le titre de cristaux déca-hydraté.

Les cristaux étant déca-hydraté, leur titre est donc :

$$w_{Cr} = \frac{142}{142+(10 \times 18)}$$

=> $\mathbf{w_{Cr}} = \mathbf{0.441} = 44.1\%$

- Déterminer le débit massique horaire de sulfate de sodium déca-hydraté formé et des eaux mères ?

Les équations de bilan matière global et en $Na_2SO_4$ s'écrivent :

$A = Cr + E$ ……. (1)

$A\ w_A = Cr\ w_{Cr} + E\ w_E$ ……. (2)

$E = A - Cr$ …… (3)

(3) dans (2): $A\ w_A = Cr\ w_{Cr} + (A - Cr)\ w_E$

$A\ w_A = Cr\ w_{Cr} + A\ w_E - Cr\ w_E$

$A\ (w_A - w_E) = Cr\ (w_{Cr} - w_E)$

D'où: $Cr = \frac{1000\ (0.3183-0.0826\ )}{(0.441- 0.0826)}$

$Cr = 656$ kg/h

De (1): $E = A - Cr = 1000 - 656 = 344$ kg/h

- Calculer le rendement de la cristallisation dans ces conditions ?

Le rendement s'écrit :

$$\eta = \frac{Cr\ w_{Cr}}{A\ w_A} = \frac{656 \times 0.441}{1000 \times 0.3183} \Rightarrow \eta = 90.89\%$$

- Calculer le flux de chaleur à éliminer sur l'ensemble du cristalliseur ?

Le flux de chaleur à éliminer correspond au flux de refroidissement de 50 à 10°C, et à l'exothermicité de la cristallisation, soit :

$\Phi$ refroidissement = $A\ Cp_A\ (T_E - T_A)$ **:** désigne la chaleur massique à pression constante.

$\Phi$ refroidissement = $A\ Cp_A\ (10 - 50) = 1000 \times 3.55 \times (-40)$

=> $\Phi$refroidissement = – 142000 kJ/h

$\Phi$ cristallisation = $Cr\ w_{Cr}\ \Delta H_{Cr} / M_{FeSO4} = 656 \times \mathbf{0.441} \times (-78.42) / 322.\ 10^{-3}$

=> $\Phi$ cristallisation = – 160000 kJ/h

Le flux à éliminer du cristalliseur est donc :

$\Phi$ global = $\Phi$ refroidissement + $\Phi$ cristallisation

=> $\Phi$ global = – 142000 – 160000 = - 302000 kJ/h

Ce flux est négatif, il faut l'enlever du système, il correspond au refroidissement et à la cristallisation exothermique du $Na_2SO_4$.

- Calculer le débit de saumure entrant dans l'échangeur à 0 °C et sortant à 45 °C ?

Le débit de saumure se déduit du bilan énergétique :

$|\Phi global| = D_S\ Cp_S\ (45 - 0)$

D'où: $D_S = |\Phi\ global| / (Cp_S \times 45) = 302000 / (3.7 \times 45)$

$D_S = 1812.4$ kg/h

- Calculer la surface d'échange de l'échangeur ?

L'échange se fait entre un fluide passant de 50 à 10°C et un fluide passant de 0 à 45°C. Pour qu'il n'y ait pas de croisement de température, l'échange doit être réalisé à contre-courant. La moyenne logarithmique des écarts de température est donc :

$\Delta T\ ml = [(50 - 45) - (10 - 0)] / \ln [(50 - 45) / (10 - 0)]$

$\Delta T\ ml = 7.21\ °C$

Le flux échangé s'écrit :

$\Phi$ échangé = $|\Phi\ global| = K \times S \times \Delta T\ ml$

D'où: $S = |\Phi\ global| / (K \times \Delta T\ ml) = 302000 / (2926 \times 7.21)$

=> $S = 14.3\ m^2$

