

## Fabrication du sulfate de sodium

produit semi-fini entrant dans la composition des lessives en poudre

pour son rôle fluidisant et anti-mottant.



« - Détergents : les lessives en poudre classiques contiennent de 16 à 45 % de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , mais seulement de 4 à 5 % pour les poudres compactes. La diminution de la teneur en sulfate de sodium est à l'origine de ces dernières. Dans les lessives en poudre, le sulfate de sodium joue le rôle de fluidifiant et d'antimottant. »

<http://www.societechimiquedefrance.fr>

**Objectif :**

Evaluer votre capacité à conduire une phase opératoire en relation avec un procédé de fabrication en Chimie Fine.

**On vous donne :**

- un équipement de production en état normal de marche,
- Le dossier technique et de fabrication
- Le tableau de suivi

**On vous demande de :**

- conduire une phase opératoire en appliquant les procédures données,
- relever les variables de contrôle et de commande et renseigner les documents de suivi,
- restituer l'ensemble des matériels et de son environnement dans l'état initial.

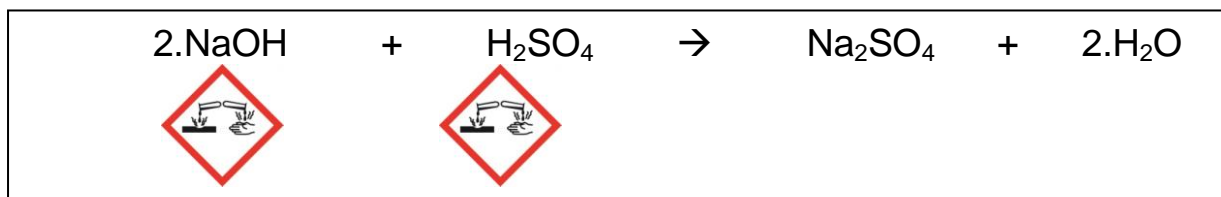
Session : 2012-2015			Barème				Partie A Conduite d'une phase opératoire ou d'une opération unitaire
Candidat NOM : ..... Prénom : .....							S.DABIN /25
<b>C5</b>	Surveiller l'installation, les réseaux, au moyen des paramètres et des indicateurs sensoriels	<i>La surveillance de l'installation est respectée Les documents de suivi sont intégralement complétés en respectant les consignes du dossier de production</i>	1	2	3	4	
<b>C6</b>	Détecter un état de fonctionnement dégradé et alerter	<i>La traçabilité de l'incident est bien renseignée. Le choix de la personne alertée dans la hiérarchie est adapté</i>	1	2	3	4	
<b>C7</b>	Conduire tout ou partie de l'installation et du réseau	<i>Les paramètres du point de fonctionnement sont identifiés. Les documents de suivi sont intégralement complétés.</i>	1	2	3	4	
<b>C8</b>	Effectuer des prélèvements sur un système en fonctionnement et/ou sur un site donné	<i>Les échantillons sont prélevés dans le respect des procédures. Le mode de conditionnement des échantillons respecte l'intégrité.</i>	1	2	3	4	
<b>C9</b>	Réaliser des analyses physico-chimiques ou biologiques	<i>Les analyses sont réalisées conformément aux procédures Les non-conformités sont repérées et signalées</i>	1	2	3	4	
<b>C13</b>	Mettre à disposition tout ou partie de l'installation en vue d'une opération de maintenance	<i>Respect des procédures Efficacité des moyens utilisés</i>					
<b>C14</b>	Réaliser les opérations de maintenance ou d'installation d'équipements ou de branchements	<i>L'opération est réalisée dans les règles de l'art et dans le respect de la sécurité des personnels, des biens et de l'environnement. Le poste de travail est nettoyé et rangé après l'opération de maintenance. Les documents sont actualisés correctement</i>					
							/20
<b>NOTE</b>							/25

## Dossier de Fabrication

**Le détergent :** le sulfate de sodium : **Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

**Quantité à produire :** **800 g**

**Procédé :** à partir de la réaction acido-basique :  
**coulée d'acide sulfurique sur une solution d'hydroxyde de sodium.**



## Compréhension du procédé

## Les Matières Premières :

1/ Rappeler le nom scientifique donné au NaOH : ..... /0.5  
 et le nom plus commun : ..... /0.5  
 A quelle catégorie de produit appartient le NaOH ? : ..... / 1  
 Préciser quelle valeur de pH correspond à ce produit : ..... / 1

2/ Rappeler le nom scientifique donné au H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : ..... /0.5  
 A quelle catégorie de produit appartient le H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ? : ..... / 1  
 Préciser quelle valeur de pH correspond à ce produit : ..... / 1

3/ Indiquer le moyen de contrôler la fin de la réaction :  
 .....  
 ..... / 1.5

4/ Quel donne-t-on à cette réaction chimique ? ..... / 1

5/ Quel est la particularité de cette réaction ?  
 ..... / 1

Citer le risque majeur lié ? ..... / 1

Nom de l'Elève : .....

/10

## OF : Ordre de Fabrication

C2							
<b>Vérifier la disponibilité des produits, matériels et utilités</b>							
<b>Produits</b>	Un bidon de 6500g d'acide sulfurique à 10% Un bidon de 5500g d'hydroxyde de sodium à 10 %	Présent <input type="checkbox"/> Présent <input type="checkbox"/>					
<b>Utilités</b>	Alimentation générale du poste en : - eau - vapeur - vide	Ouvert <input type="checkbox"/> Ouvert <input type="checkbox"/> Ouvert <input type="checkbox"/>					
<b>Matériel</b>	Contenu de la paillasse Propreté du poste de travail	Bon <input type="checkbox"/> - mis à jour <input type="checkbox"/> Bon <input type="checkbox"/> - mis à jour <input type="checkbox"/>					
C1							
<b>Mettre en œuvre les mesures de prévention des risques professionnels</b>							
	Cocher les EPI adaptés à la manipulation de chacune des matières premières.						
C9							
<b>Réaliser un contrôle qualité des matières premières</b>							
			<table border="1"> <tr> <td style="background-color: red; color: white;">1</td> <td style="background-color: orange; color: white;">2</td> <td style="background-color: yellow; color: black;">3</td> <td style="background-color: green; color: white;">4</td> </tr> </table>	1	2	3	4
1	2	3	4				
<b>Acide sulfurique</b> <b>H2SO4</b>	Agiter le bidon d'acide sulfurique à 10% Prélever 250 mL dans une éprouvette Mesurer la densité Comparer avec la valeur attendue (Handbook)	Densité relevée : ..... W = ..... % Densité attendue : ..... W= 10% ± 1    oui <input type="checkbox"/> - non <input type="checkbox"/>					
<b>Hydroxyde de sodium soude</b> <b>NaOH</b>	Agiter le bidon d'hydroxyde de sodium à 10% Prélever 250 mL dans une éprouvette Mesurer la densité Comparer avec la valeur attendue (Handbook)	Densité relevée : ..... W = ..... % Densité attendue : ..... W= 10% ± 1    oui <input type="checkbox"/> - non <input type="checkbox"/>					

C2 Vérifier la quantité des matières premières							
	<p><b>Acide sulfurique</b></p> <p><math>H_2SO_4</math></p>	<p>Peser une masse de 5 490 g de solution acide</p> <p>Stocker l'acide dans le monte-jus</p>	<p>Tare : ..... g</p> <p>Masse brute : ..... g</p> <p>Masse nette : ..... g</p> <p>Solution stockée : <input type="checkbox"/></p>				
	<p><b>Hydroxyde de sodium soude</b></p> <p><math>NaOH</math></p>	<p>Peser une masse de 4 480 g de solution de soude</p> <p>Introduire la soude dans le réacteur par le tampon de charge au moyen du broc</p>	<p>Tare : ..... g</p> <p>Masse brute : ..... g</p> <p>Masse nette : ..... g</p> <p>Solution stockée : <input type="checkbox"/></p>				
C7 Conduire la réaction de neutralisation sur le poste polyvalent				1	2	3	4
		<p>Mettre l'agitation</p> <p>Couler toute la solution d'acide avec un débit de coulée de 15 L/h</p> <p>Purger le débitmètre de coulée et introduire l'acide récupéré par le tampon de charge</p> <p>Attendre 10 min de temps de réaction</p>	<p>Heure de fin de coulée : .....</p> <p>Heure de fin de coulée : .....</p> <p>Heure de fin de réaction : .....</p>				
C9 Contrôler le pH de fin de réaction				1	2	3	4
		<p>Mesurer le pH du milieu réactionnel</p> <p>pH mesuré : .....</p> <p>pH &lt; 6 <input type="checkbox"/> <b>6 &lt; pH &lt; 9.5</b> <input type="checkbox"/> pH &gt; 9.5 <input type="checkbox"/></p> <p>La solution obtenue est conforme : <input type="checkbox"/> non conforme : <input type="checkbox"/></p> <p>Pour la mise en conformité, quelle action proposeriez-vous ?</p> <p>.....</p> <p>.....</p> <p><b><u>Pour des raisons de manque de temps , la mise en conformité du pH ne sera pas faite au cours de ce TP</u></b></p>					
C7 Conduire la concentration par évaporation sur le poste polyvalent				1	2	3	4
		<p>Evaporer 5 Litres d'eau</p> <p><i>Sj , malgré une chauffe constante , le débit d'évaporat diminue fortement, stopper la concentration car cela signifie que vous n'avez presque plus d'eau dans votre cuve.</i></p> <p>Le surplus d'eau recueilli dans les recettes et les purges de débitmètres de reflux et de distillat sera réintroduit dans le réacteur à l'issue du refroidissement</p>	<p><math>q_{ER \text{ au Cond.Total}} = 100L/h</math> dès que la température du col de cygne augmente. <input type="checkbox"/></p> <p><math>0.5 &lt; P \text{ vapeur} &lt; 2 \text{ bar}</math></p> <p><math>PI \leq 30 \text{ mbar ou } 30 \text{ cmCE}</math> <input type="checkbox"/></p> <p><math>V_{\text{total d'eau évaporée}} = \text{..... mL}</math></p>				

C5	Surveiller l'installation aux moyens des paramètres et des indicateurs sensoriels au cours de l'évaporation		1	2	3	4
		Compléter le tableau de suivi	Tableau de suivi correctement complété		<input type="checkbox"/>	
C7	Conduire la réaction de cristallisation et précipitation alcoolique dans un décalitre		1	2	3	4
		Amener la température de la cuve à 60°C	Agitation <input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
		Soutirer le milieu réactionnel dans un décalitre Refroidir le milieu réactionnel jusqu'à 20°C en maintenant une agitation permanente Introduire 2L d'éthanol concentré dans la bouillie cristalline Agiter	Débit d'eau sur cuve = 100L/h <input type="checkbox"/> Température = 60°C <input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
			Agitation permanente <input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
			Température = 20°C <input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
			Volume éthanol = 2L <input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
C4	Préparer le filtre buchner et le tester					
C7	Conduire la filtration sur filtre buchner		1	2	3	4
Ranger son poste de travail et les produits						
	Peser et Stocker le filtrat dans un bidon commun	tare : ..... g masse brute : ..... g masse nette : ..... g				
	Contrôler et stocker le gâteau dans un bac blanc préalablement étiqueté	couleur : ..... tare : ..... g masse brute : ..... g masse nette : ..... g				
	Nettoyer le filtre	propreté : oui <input type="checkbox"/> - non <input type="checkbox"/>				
	Nettoyer le réacteur	propreté : oui <input type="checkbox"/> - non <input type="checkbox"/>				
	Rincer le monte-jus avec 3 fois 5L d'eau et contrôler au papier pH	pH neutre : oui <input type="checkbox"/> - non <input type="checkbox"/>				
	Verser le restant d'acide dans un bidon commun mis à disposition au centre de l'atelier Rincer le bidon rouge Ranger le bidon rouge	oui <input type="checkbox"/> - non <input type="checkbox"/>				
	Verser le restant de base dans un bidon commun mis à disposition au centre de l'atelier. Rincer le bidon bleu Ranger le bidon bleu	oui <input type="checkbox"/> - non <input type="checkbox"/>				
	Rincer tout le matériel utilisé Ranger les paillasses Nettoyer et Ranger les instruments de mesures	propreté : oui <input type="checkbox"/> - non <input type="checkbox"/> rangement conforme à la photo : oui <input type="checkbox"/> - non <input type="checkbox"/> matériel manquant : oui <input type="checkbox"/> - non <input type="checkbox"/>				
	mettre le poste polyvalent en arrêt	oui <input type="checkbox"/> - non <input type="checkbox"/>				
	fermer les utilités	oui <input type="checkbox"/> - non <input type="checkbox"/>				

**LE BILAN MASSIQUE**

ENTREES		SORTIES	
Nom des matières premières	Les masses en g	Nom des produits	Les masses en g
.....	.....	.....	.....
.....	.....	.....	.....
.....	.....	.....	.....
.....	.....	.....	.....
Ethanol à 96% (2L)	1600	.....	.....
.....	.....	.....	.....
.....	.....	.....	.....
<b>TOTAL</b>		<b>TOTAL</b>	
BMG = $\frac{\text{.....}}{\text{.....}}$ = ..... %			
Pertes = ..... % ..... g			