



Cristallisation par refroidissement d'une solution de carbonate de sodium

Le carbonate de sodium de formule chimique Na_2CO_3 est utilisé comme désinfectant et adoucissant dans les lessives en poudre. Dans le langage courant, on l'appelle **cristaux de soude**.



Partie 1 : Contexte

Dans ce TP, vous disposez d'une solution initiale (**notée SI**) assez concentrée en carbonate de sodium ($\approx 15\%$ en masse) issue d'un procédé industriel de synthèse.

Vous êtes chargé de tester un protocole en laboratoire consistant à cristalliser par refroidissement le carbonate de sodium contenu dans cette solution.

→ Répondre aux questions qui suivent à l'aide du document 1 :

1. La SI de carbonate de sodium a été préparée par dissolution de **425 g de Na_2CO_3 dans 2,5 kg d'eau**.
Mesurer la température du laboratoire dans laquelle se trouve la solution. Placer le point correspondant à cette solution à la température mesurée sur la courbe de solubilité. Vous expliquerez votre démarche.
2. Ce mélange peut-il cristalliser à la température du laboratoire ? Justifier.
3. Calculer le titre massique en carbonate de sodium (**noté ω_{CS}**) de la SI.
4. Expliquez pourquoi le refroidissement de la SI va provoquer l'apparition de cristaux et indiquer la température théorique (**notée $\theta_{\text{théo}}$**) d'apparition des 1^{ers} cristaux. **Placer** le point correspondant sur la courbe du document 1.

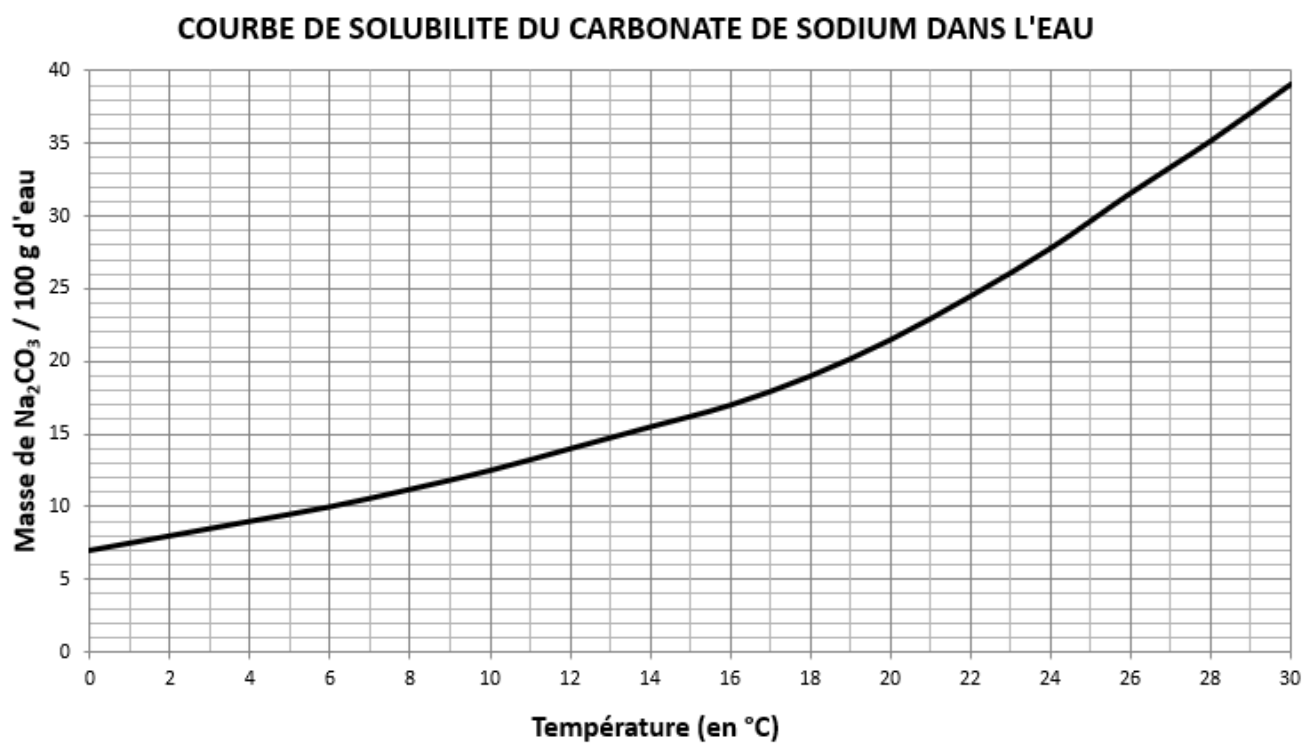
Partie 2 : Réalisation de la cristallisation

Protocole expérimental :

5. Réaliser le mode opératoire décrit dans le document 2.
6. Faire un schéma légendé du montage de cristallisation.
7. Noter les masses exactes de solution initiale introduite dans l'erenmeyer, de filtrat et de cristaux obtenus.
8. Imprimer et coller sur le compte-rendu le graphique d'évolution de la température de la SI en fonction du temps.
9. Indiquer sur le graphique l'instant correspondant au début de la cristallisation et comparer la température théorique de cristallisation avec la température réelle.
10. Pourquoi dit-on que la cristallisation est une transformation exothermique ?



DOCUMENT 1 : Courbe de solubilité du carbonate de sodium dans l'eau



Indications :

- La courbe de solubilité correspond à la quantité MAXIMALE de soluté qui peut être dissoute dans 100 g d'eau.
- En-dessous de la courbe de solubilité, la teneur en soluté est inférieure à la valeur de la solubilité : le soluté reste dissout dans la solution. On obtient une solution homogène (1 phase liquide).
- Au-dessus de la courbe de solubilité, la teneur en soluté dépasse la valeur de la solubilité : l'excès de soluté est évacué de la solution sous forme de cristaux. On obtient une solution hétérogène (liquide + solide).

DOCUMENT 2 : Mode opératoire

- **Prélever environ 200 mL** de solution initiale de carbonate de sodium dans un erlenmeyer préalablement taré.
- **Peser** le mélange obtenu.
- **Noter** la masse exacte de solution initiale introduite dans l'erlenmeyer.
- **Placer** l'erlenmeyer dans un cristalliseur contenant de l'eau avec des glaçons.
- **Mettre** le mélange sous agitation magnétique.
- **Fixer** un thermomètre pour **mesurer** l'évolution de la température de la SI au cours du refroidissement.
- **Déclencher** le chronomètre et **relever** directement dans un logiciel tableur-grapheur la température de la SI toutes les minutes. Il est également possible de réaliser une acquisition de la température en fonction du temps à l'aide d'un microcontrôleur.
- Lorsque la SI atteint la température $T = \theta_{\text{théo}} - 2^\circ\text{C}$, **ajouter** une pointe de spatule de cristaux de Na_2CO_3 dans le mélange afin de déclencher la cristallisation (phénomène lent qui a besoin d'être amorcé).
- **Resserrer** les relevés de température si celle-ci augmente.
- Lorsque la SI atteint la température $T = \theta_{\text{théo}} - 5^\circ\text{C}$: **arrêter** le chronomètre, **filtrer** les cristaux sous vide à l'aide du filtre Büchner et **recueillir** le filtrat dans la fiolle à vide.
- En fin de filtration, **sécher** les cristaux avec du papier filtre et les **recueillir** dans une soucoupe préalablement tarée.
- **Peser** le **filtrat** et les **cristaux** obtenus.

**Analyse du filtrat :**

11. Proposer un protocole expérimental permettant de déterminer, avec un maximum de précision, la densité du filtrat avec le matériel disponible.
12. Réaliser le protocole et détailler le calcul de la densité du filtrat.
13. Réaliser la procédure d'analyse du filtrat indiquée dans le document 3.
14. Détailler le calcul du titre massique en carbonate de sodium dans le filtrat.

DOCUMENT 3 : Procédure d'analyse du filtrat

L'analyse s'effectue avec un dosage par de l'acide chlorhydrique : l'objectif est de déterminer la fraction massique $\omega_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$ en carbonate de sodium.

- **1^{ère} étape :** **Prélever** un volume de prise d'essai $V_{\text{PE}} = 10,0\text{mL}$ de solution à analyser avec une pipette et **les verser** dans un autre bécher propre et sec.
- **2^{ème} étape :** **Ajouter** deux gouttes de **PHÉNOLPHTALÉINE*** (la solution devient rose) ou de **BLEU DE THYMOL**** (la solution devient bleue).

* : la phénolphtaléine est incolore en milieu acide, rose en milieu basique, sa zone de virage est comprise entre 8,2 et 10.

** : le bleu de thymol est orangé en milieu acide, bleu en milieu basique, sa zone de virage est comprise entre 8,0 et 9,6.

- **3^{ème} étape :** **Ajouter** de l'**acide chlorhydrique** jusqu'à l'obtention d'un changement de couleur.
- **4^{ème} étape :** **Calculer** la fraction massique $\omega_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$ à l'aide de la relation suivante :

$$\omega_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = M_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \times \frac{C_{\text{HCl}} \times V_{\text{HCl}}}{d \times 1000 \times V_{\text{PE}}}$$

$\omega(\text{Na}_2\text{CO}_3)$: fraction massique en carbonate de sodium.

$M_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = 106 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ (masse molaire de Na_2CO_3).

C_{HCl} : concentration de la solution d'acide chlorhydrique (lire la valeur précise sur le flacon) **en mol.L⁻¹**.

V_{HCl} : volume d'acide chlorhydrique ajouté pour atteindre le virage **en mL**.

V_{PE} : volume de prise d'essai **en mL**.

d : densité de la solution à analyser

Analyse des cristaux :

15. Réaliser la procédure d'analyse des cristaux indiquée dans le document 4.
16. Détailler le calcul du titre massique en carbonate de sodium dans les cristaux.

Partie 3 : Exploitation des résultats

17. Calculer le rendement de la cristallisation donné par la relation :

$$\text{Rendement (en \%)} = 100 \times \frac{\text{Masse de soluté dans les cristaux}}{\text{Masse de soluté dans la solution initiale}}$$

18. Compléter le schéma des flux de matière représenté dans le document 5 à l'aide des résultats obtenus.
19. Calculer les pertes massiques de l'expérience à l'aide d'un bilan de matière global.
20. Rédiger une conclusion pour répondre au cahier des charges donné dans le document 6.
21. Dans le cas d'objectifs non atteints, proposer d'éventuelles améliorations du protocole.

Remarque : les cristaux de carbonate de sodium ont une température de fusion égale à 33°C donc sont très sensibles à la chaleur.

**DOCUMENT 4 : Procédure d'analyse des cristaux**

- **1^{ère} étape :** Prélever une quantité de cristaux de masse environ égale à 5 g dans un bécher propre et sec. **Mesurer très précisément** la masse m_{PE} effectivement prélevée à l'aide d'une balance au 1/100^e de gramme.
- **2^{ème} étape :** **Ajouter ≈ 100 mL** d'eau distillée et agiter avec un agitateur en verre jusqu'à dissolution complète (cette opération peut être longue).
- **3^{ème} étape :** **Ajouter** deux gouttes de **PHÉNOLPHTALÉINE** (la solution devient rose) ou de **BLEU DE THYMOL** (la solution devient bleue).
- **4^{ème} étape :** **Ajouter de l'acide chlorhydrique** avec une burette graduée jusqu'à l'obtention d'un changement de couleur.
- **5^{ème} étape :** **Calculer** la fraction massique $\omega_{Na_2CO_3}$ à l'aide de la formule suivante :

$$\omega_{Na_2CO_3} = M_{Na_2CO_3} \times \frac{C_{HCl} \times V_{HCl}}{m_{PE}}$$

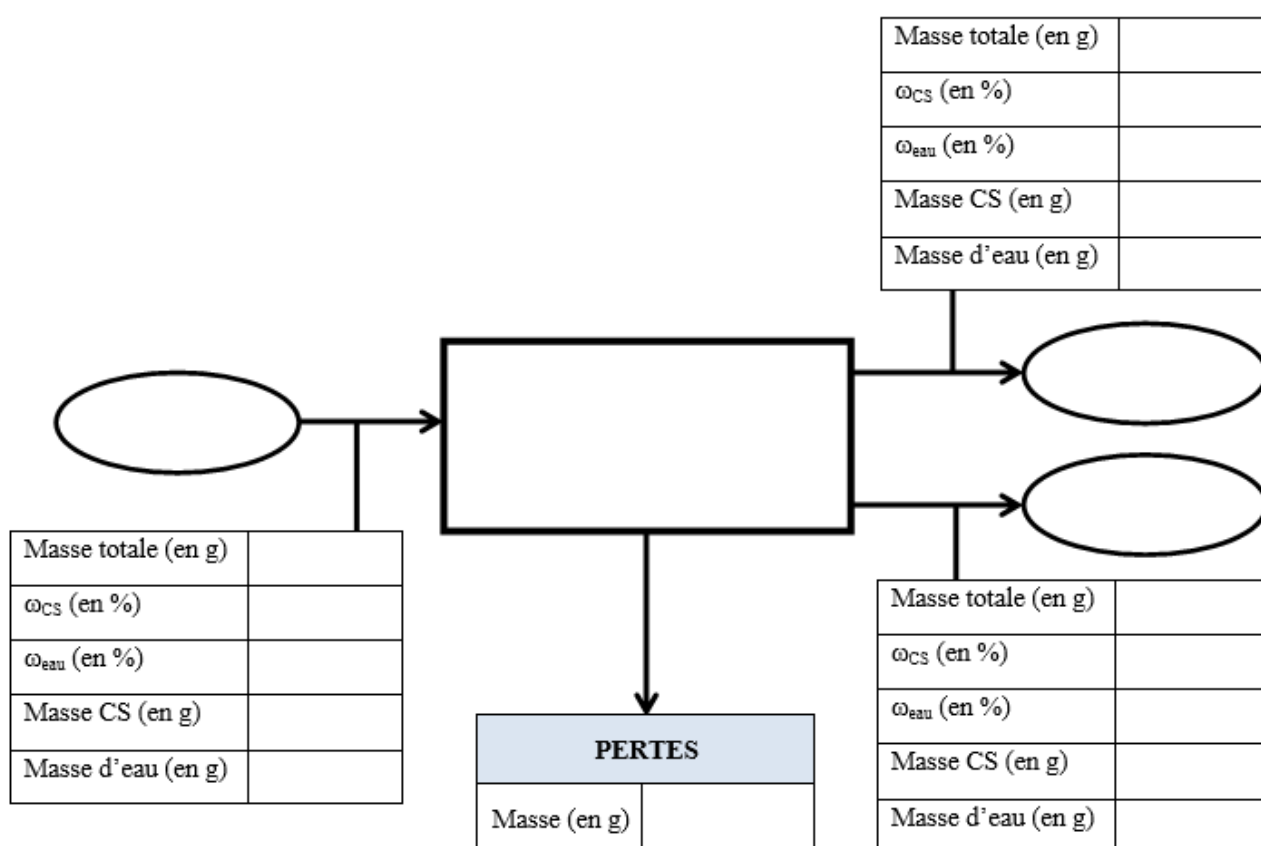
$\omega_{Na_2CO_3}$: fraction massique en carbonate de sodium.

$M_{Na_2CO_3}$: masse molaire de Na_2CO_3 en $g \cdot mol^{-1}$.

C_{HCl} : concentration de la solution d'acide chlorhydrique (lire la valeur précise sur le flacon) en $mol \cdot L^{-1}$.

V_{HCl} : volume d'acide ajouté pour atteindre le virage **en L**.

m_{PE} : masse de prise d'essai en g.

DOCUMENT 5 : Schéma des flux de matière de l'opération

* CS = Carbonate de Sodium



DOCUMENT 6 : Cahier des charges

Le protocole sera validé si vous avez réussi à cristalliser le carbonate de sodium contenu dans la SI avec :

- Un **rendement** de cristallisation **supérieur à 20%** ;
- Un **titre massique** en carbonate de sodium dans les cristaux **supérieur à 30 %** ;
- Un pourcentage de **pertes massiques globales inférieur à 8 %**.

Le pourcentage de pertes globales se calcul par la relation :

$$\% \text{ Pertes} = \frac{\text{Masse perdue}}{\text{Masse totale SI}} \times 100$$