REVUE

DE CHIMIE INDUSTRIELLE

Produits Chimiques. — Couleurs. — Teinture. — Métallurgie. — Distillerie. —
Pyrotechnie. — Engrais. — Combustibles. — Analyses industrielles. —
Mécanique appliquée à l'Industrie Chimique. — Electro-Chimie.

-00000

Rédacteur en Chef : FERDINAND JEAN

Nº 112.

TOME X.

AVRIL 1899

LE VERRE SOLUBLE

Sa préparation, ses applications.

Le verre soluble n'est autre chose qu'un silicate alcalin, silicate de potasse, silicate de soude ou mélange des deux. Tous les autres silicates, alcalino-terreux ou terreux sont insolubles. On distingue quatre espèces de verres solubles :

- 1º Verre soluble de potassium;
- 2º Verre soluble de sodium ;
- 3º Verre soluble double;
- 4º Verre soluble fixateur.

Quelques mots d'historique avant de donner les procédés de préparation industriels. Le verre soluble a été obtenu pour la première fois par Van Helmont, en 1640, qui relate qu'une combinaison obtenue en fondant du sable siliceux avec beaucoup d'alcali tombait en déliquescence. En 1648, Glauber apprit à préparer la même combinaison en partant de cailloux siliceux pulvérisés et de sel de tartre (carbonate de potasse) et il lui donna le nom significatif de « liqueurs des cailloux ». Jusqu'en 1825 cette substance resta une curiosité scientifique peu connue et sans applications. C'est alors que Johann von Fuchs, de Munich, en entreprit l'étude et la fabrication. Après de nombreux essais tentés en vue de rechercher un dissolvant

de la silice, von Fuchs observa qu'en fondant cette silice avec un carbonate alcalin, de soude ou de potasse, on obtenait une matière très fusible, non déliquescente, analogue en tous points par sa fragilité, sa dureté et sa transparence au verre ordinaire, mais se distinguant de ce dernier par la facilité avec laquelle elle se dissout dans l'eau bouillante. L'auteur lui donna le nom de verre liquide ou verre soluble.

Cette découverte fut bientôt suivie de tentatives nombreuses pour trouver au nouveau produit un débouché et des utilisations pratiques.

Les propositions à tous les usages possibles ou impossibles pleuvaient; et de fait, quoique au début, il sembla que le verre soluble resterait ce qu'il avait été, une curiosité, au bout d'un certain nombre d'années on lui trouva des applications devenues par la suite de plus en plus nombreuses. Ce premier échec, qu'en cherchant bien on retrouverait peut-être à l'origine de toutes les innovations, n'était pas attribuable aux propriétés mêmes de la substance, mais bien aux conditions défectueuses de sa préparation, à l'absence de proportions fixes dans les matières premières employées, et enfin à l'usage indifférent de potasse ou de soude.

Vers la seconde moitié du siècle, une usine pour

la fabrication du verre soluble fut installée à Worms. Livrant au commerce un produit de composition fixe et de propriétés bien déterminées, on ne tarda pas à tirer de celui-ci un grand parti pour une foule d'usages. Quelques années s'écoulèrent ct 12 usines se mirent à préparer le silicate de soude ou de potasse. Le prix du verre soluble baissa rapidement grâce à la concurrence. Cependant, maintenant encore, cette industrie réalise de sérieux bénéfices.

Le principal emploi du silicate de soude est dans le blanchissage. Mélangé à l'état concentré avec une certaine proportion de glycérine, il forme une sorte de pâte connue sous le nom de savon minéral qui est employé avec succès au dégraissage des étoffes.

Le silicate à base de potasse a été utilisé en grand pour la falsification des savons et celle de l'huile de lin, destinée à la préparation des couleurs, mais cette application semble se restreindre de jour en jour. Le verre soluble a été proposé comme ignifuge, c'est-à-dire comme préservateur de l'incendie. Il forme la base de presque toutes les préparations ignifuges, et elles sont nombreuses : ces procédés n'ont d'ailleurs pas bien réussi ; c'est au théâtre de Munich, que cette application a été tentée la première fois.

Une propriété très importante du verre soluble est l'aptitude particulière qu'il possède pour unir et coller les objets. C'est à ce titre qu'il est employé pour réunir les fragments de corps brisés, donner aux corps poreux de la compacité et une plus grande cohésion, etc...; sous ce rapport, il n'a certainement pas reçu toutes les applications variées dont il est susceptible. Il mérite à ce point de vue le nom de colle minérale.

Les substances pulvérulentes, telles que la craie, le phosphate de chaux, les divers carbonates, la dolomie, broyées avec du verre soluble de façon à fournir une pâte, acquièrent par la dessiccation une dureté très grande.

On l'a aussi employé à la préparation de pierres artificielles par agrégation de sable et de chaux; pour l'encollage des tissus de coton, dans l'impression des étoffes (comme succédané de l'albumine dans la fixation des couleurs); enfin le silicate de potasse pur est employé comme emplatre pour la contention des fractures (solution à 33° B).

Et nous oublions certainement un grand nombre de ses usages tant ceux-ci sont variés.

Fabrication

Il y a deux modes principaux de préparation :

1º En fondant au rouge de la silice avec un carbonate alcalin, ou un mélange de sulfate alcalin et de charbon.

2º En faisant agir sur la silice sous pression et en présence de vapeur d'eau surchauffée, une lessive de soude ou de potasse d'une concentration donnée.

Dans le premier mode on emploie, dans les petites installations, des creusets en terre, analogues à ceux dans lesquels est fait le verre ordinaire. On place 4 creusets par jour; mais cette méthode est fort imparfaite et dispendieuse pour deux raisons: d'abord on perd beaucoup de chaleur inutilement, ensuite les creusets sont rapidement attaqués et ne durent jamais au-delà de trois semaines.

Les installations plus importantes réalisent de grandes économies en employant des fours à sole avec trous de coulée. On reçoit le verre soluble fondu dans des moules coniques et on le livre tel que au commerce.

On doit opérer la fusion au rouge vif, et la poursuivre jusqu'à disparition des bulles de gaz; ce qu'on appelle la fusion tranquille. On coule ensuite la masse sur une aire bien plane ou dans des moules.

Voici quelques formules ; les matières sont supposées desséchées :

Silicate de potasse

Sable	100 parties en poids
Carbonate de potasse raffiné.	65 —
Charbon de bois pulvérisé	2 à 3 —

Silicate de soude

Sable	100	parties en poids
Carbonate de soude purifié	, 50	-
Charbon de bois pulvérisé	3	-

Silicate double (soude et potasse)

Sable	100 p	arties en poids	5
Carbonate de potasse raffiné.	25	-	
Carbonate de soude	22	-	
Charbon de bois pulvérisé	3	11/40	

On peut aussi obtenir le silicate double en melangeant les deux silicates préparés séparément.

Relativement au second mode d'obtention du verre soluble, on peut affirmer que c'est là le procédé le plus économique pour une installation en grand. Seulement cela nécessite un générateur de vapeur assez puissant, une chaudière pouvant résister à la pression pour y faire la réaction, et l'emploi non plus de sable et de carbonate alcalin, mais de *terres d'infusoires* et de *lessive alcaline* caustique.

La terre d'infusoires ou kieselguhr qu'on trouve en grande quantité dans la forêt de Lunebourg (Allemagne) est de la silice bien divisée, et presque pure. Elle est aussi très employée comme support pour la nitroglycérine avec laquelle elle constitue la dynamite.

Liebig qui est l'inventeur du procédé de préparation du silicate soluble par voie humide a indiqué les proportions suivantes :

On dissout 75 parties de carbonate de soude sec dans 530 parties d'eau bouillante, on ajoute un lait de 40 parties de chaux éteinte et on maintient l'ébullition pendant quelques heures pour assurer la décomposition de tout le carbonate de soude. On réalise ainsi la préparation d'une lessive de soude alcaline, que l'on décante lorsqu'elle est éclaircie et que l'on concentre jusqu'à la densité de 1,15. On ajoute alors 120 parties de kieselguhr et on introduit dans la chaudière sous pression, en envoyant dans celle-ci de la vapeur d'eau surchauffée.

e

Au bout d'un temps variable, quelques heures, toute la silice est dissoute. On évapore alors à une densité convenable.

Ce procédé est plus économique, nous le répétons, parce que la chaleur intervient en quantité beaucoup moins grande que dans l'autre méthode.

Les propriétés chimiques du verre soluble peuvent varier sensiblement suivant la pureté des matières employées à sa fabrication. Il est plus ou moins transparent et peut présenter parfois, s'il renferme du fer, une légère coloration jaune ou rouge. A l'air, le verre soluble potassique ou sodique s'altère assez rapidement s'il est dissout, parce que l'acide carbonique y précipite la silice en reformant du carbonate. A l'état sec, celui de potasse ne s'altère que légèrement, celui de soude s'altère profondément avec le temps et se réduit en poussière blanche en s'effleuris sant.

Le verre soluble mixte, c'est-à-dire à base de soude et potasse et auquel on a ajouté pendant la préparation une petite quantité de carbonate de chaux, par exemple d'après la formule suivante, est beaucoup moins altérable :

Carbonate de potasse..... 120 Charbon de bois en poudre. 10

Avec le système des creusets on emploie i kilog. de combustible pour 1 k. 500 de verre soluble. Avec le procédé de fusion au four à sole muni d'un récupérateur Siemens, on obtient 3 k. 500 de verre par kilog. de charbon.

Il nous reste à parler du verre soluble fixateur. Sous ce nom Fuchs désigne un mélange de verre soluble de potasse complètement saturé de silice, avec du verre de soude (il est obtenu en fondant 3 p. de carbonate de soude et 2 p. de quartz en poudre). On l'emploie pour la préparation d'une couleur spéciale, dont Fuchs est l'inventeur et que Kaulbach a perfectionnée sous le nom de stéréochromie (couleur solide, durable). Dans cette espèce de peinture, c'est le verre soluble qui sert de fixateur des couleurs, remplaçant en cela l'huile siccative. Il semble que ce procédé n'a pas donné de très brillants résultats car il ne s'est pas répandu.

Signalons aussi que le silicate de soude peut servir à la préparation de gelées plus ou moins compactes, en y faisant passer un courant de gaz carbonique, ou en y ajoutant des acides étendus sulfurique ou chlorhydrique. Il se forme dans ces conditions de la silice gélatineuse insoluble qui bientôt se prend en masse tremblottante comme de la gélatine refroidie. Le passage de l'acide carbonique à travers une telle masse étant fort difficile, il est préférable à moins d'indications contraires d'employer l'acide sulfurique étendu dans ce but. On a employé cette gelée renfermant un excès d'acide sulfurique pour remplacer le liquide des accumulateurs au plomb. On évite ainsi les nombreux inconvénients qui résultent de l'infiltration du liquide acide dans les coffres de bois où il vient oxyder les contacts et désorganiser tout le mécanisme.

Outre les usages que nous avons signalés il en existe un grand nombre d'autres moins importants et d'autres qui sont actuellement à l'étude. Ce qui assure, autant qu'on en peut pronostiquer, à l'industrie du verre soluble une ère de prospérité dans un avenir prochain.

Dorure chimique du verre à froid. Dorure et argenture chimiques de la porcelaine, de la faience et du verre à chaud

I

Dorure chimique du verre à froid. - Procédé Stahl.

Ce procédé comporte la préparation de trois bains spéciaux qui, mèlés en certaines proportions, ont pour résultat de faire déposer sur le verre, une couche excessivement mince d'or chimiquement pur et cela sans l'intervention du feu, mais purement à froid.

Ces bains sont: Bain d'or, nº 1; Bain neutralisateur, nº 2; Bain réducteur, nº 3.

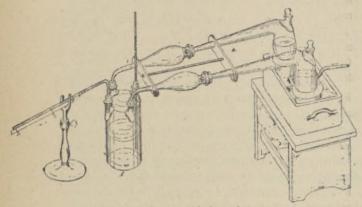


Fig. 1. - Dorure chimique du verre.

Préparation du bain d'or nº 1 (Voir fig. 1). — L'or, dit 1.000 pour 1.000, acheté en ruban roulé et semblable à une bande de clinquant, devra être dissous dans l'eau régale de la composition suivante :

Acide chlorhydrique pur..... 200 Acide azotique pur..... 100

Exposer le mélange à l'air libre pour laisser se dégager les vapeurs considérables d'acide hypo-azotique; ce dégagement fini, on a une bonne eau régale.

On a déchiqueté pendant ce temps, et simplement à la main, ledit or, qui se déchire comme du papier et qu'on introduit dans une ou deux cornues en verre jusqu'au tiers de la hauteur. Puis on verse doucement dessus de la dite eau régale jusqu'à demi-hauteur de la cornue. Laisser se dégager à froid les vapeurs nitreuses, pendant un quart d'heure.

Placer ensuite la cornue sur le feu, le mieux d'un fourneau à gaz, et avoir soin de n'entretenir qu'une ébullition très douce ; interposer à cet effet un diaphragme en tôle percé d'un trou au centre et recouvert d'une toile métallique afin d'éviter tout coup de feu par le léchement direct de la flamme.

Cette cuisson, dont le but est de dissoudre bien complètement tout l'or devra, pour une cornue d'une capacité de trois litres et remplie à moitié seulement durer environ quinze heures, sans interruption. Après ce temps, on remarque souvent au fond de la cornue un léger dépôt de poudre blanche qui n'est que du chlorure d'argent échappé au raffinage de l'or dit 1.000 pour 1.000 et vendu comme pur. C'est à ce moment qu'on verse la dissolution aurifère dans une grande capsule en porcelaine placée sur un fourneau à gaz logé sous le manteau de la cheminée.

On aura bien soin d'éviter qu'il ne tombe point de suie dans la capsule.

Après une nouvelle cuisson de deux heures, pendant laquelle on aura eu soin de remuer fréquemment avec une longue baguette de verre, la dissolution sera arrivée près du point de concentration nécessaire, ce qui se constate de la manière suivante:

On a près de soi une plaque de porcelaine blanche sur laquelle on dépose successivement un goutte de la dite dissolution qui aura un ton *rouge brun* caractéristique.

Cette goutte, à peine déposée sur la porcelaine, devra se figer, être presque noire et, après quelques minutes, pompant l'humidité de l'air, devenir jaunâtre sur les bords et se dissoudre finalement en un liquide jaune foncé.

On retire, à ce moment, du feu le liquide obtenu, lequel se fige, en se refroidissant, en un gâteau cristallin. Ce gâteau est ensuite dissous dans de l'eau distillée, dont la pureté a été préalablement constatée par du nitrate d'argent, avec lequel celle-ci ne doit absolument pas avoir donné de teinte opaline.

On fera la dissolution aurifère au titre de 1 $\frac{1}{2}$ $\frac{0}{0}$ et on la faira bouillir pendant un quart d'heure afin d'en prévenir toute réduction d'or.

Eviter l'exposition au grand jour, cause de réduction.

Préparation du bain neutralisateur nº 2. — Prendre de la soude caustique pure et la dissoudre à froid dans de l'eau distillée bien pure, au titre de 6°B; filtrer sur du coton.

Eviter le contact du fer et pour cela ne se servir que de pince en bois.

Préparation du bain réducteur no 3 (Voir fig. 2). — Le réducteur par excellence pour ce procédé est l'hydrogène pur dissous dans un mélange à parties égales, d'alcool de vin à 90° et d'eau distillée. On sait que l'eau dissout 2 0/0 de ce gaz ; l'alcool y contri-

bue probablement; toujours est-il que le bain réducteur ainsi obtenu m'a constamment donné un bon résultat.

La production de l'hydrogène se fait le mieux dans une tourée remplie à moitié d'eau dans laquelle on met du zinc, le mieux en forme de petites cuvettes dites callotins — dont se servent couramment les plombiers pour garantir de la rouille les têtes de clous — et on alimente par de l'acide sulfurique. La

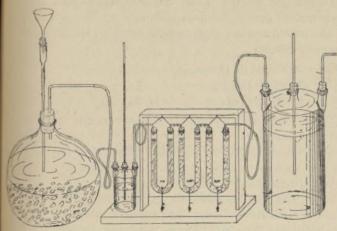


Fig. 2. - Dorure chimique du verre.

purification de l'hydrogène s'obtient par son passage. à travers des tubes en U, dont le premier contient de la potasse caustique en dissolution concentrée; le deuxième du bichlorure de mercure et le troisième du chlorure de calcium.

Le gaz, barbottant dans le dit bain d'alcool et d'eau s'y dissout ; l'excédent est conduit sous le manteau de la cheminée, éviler le contact du feu!

Cette opération devra se poursuivre pendant 3 heures, après quoi le bain réducteur est prêt à servir. Afin de parer à toute décomposition intempestive, j'ai toujours eu soin de ne préparer qu'au fur et à mesure des besoins.

Manière de dorer le verre. — Pour dorer des récipients, tels que des flacons, des boules de rampe d'escalier etc., on n'a qu'à y verser le bain n° 1, puis celui n° 2 et agiter vivement; on y ajoute ensuite le bain réducteur n° 3 et on agite de nouveau vivement

Abandonnant au repos ce mélange, la dorure ne tardera pas à se faire par précipitation contre les parois du récipient.

Pour ce qui est de dorer avec la lame de verre plane, voici comment j'ai opéré pour la dorure des plaques servant de réclame au chocolat Menier, dont on en a fait par milliers et qui se voient encore aujourd'hui en quantité à la devanture des magasins d'épicerie.

Ce genre de plaques d'une dorure parfaite et d'une minceur extraordinaire puisqu'elles ne comportent que 40 à 60 gr. d'or acheté cependant à 3.300 et 3.500 fr. le kilogramme, peuvent servir avantageusement, pour une infinité de cas, tels que la réclame pour les apéritifs, la parfumerie, etc. etc.

Mais revenons à notre type de plaque Chocolat-Menier.

Cette plaque est en verre doublé: bleu d'un côté et incolore, dit blanc de l'autre. Le graveur a dissous à l'acide fluorhydrique le bleu de façon à avoir l'écriture et le filet à jour c'est-à-dire en verre blanc.

On nettoie avec soin la plaque, le mieux à la potée d'étain et à l'eau ; ceci fait, elle est prête à servir ; le mieux de suite, car elle ne tarderait pas à se graisser à l'air et à occasionner des tâches inévitables.

On a fait d'autre part le mélange des trois bains et voici comment :

Dans des cuves rectangulaires spéciales, décrites plus loin, on a disposé des baguettes de verre carrées de 3 millimètres d'épaisseur, destinées à servir de support aux plaques à dorer. Cette dorure se produit, en effet, de bas en haut et rigoureusement à la dite distance de 3 m/m. Le reste du mélange des trois bains tombe au fond et forme un dépôt dont on retirera l'or à l'occasion.

Le phénomène de la dorure est très-curieux à observer, après une fermentation de quelque durée on voit apparaître, à travers le verre, des points brillants d'or déposé, ça et là et se réunissant peu à peu en taches séparées envahissant successivement toute la surface du verre, que l'on retire finalement du bain et dont la face retournée présente une couche d'or d'une minceur telle, qu'elle a copié, pour ainsi dire, le poli du verre au point de donner absolument l'illusion du bruni le plus parfait.

La dorure demande tantôt une demi-heure, quelquefois vers trois heures ; la clarté du jour et notamment le soleil, hâtent le travail. Avoir bien soin, en posant les plaques sur les baguettes, d'éviter de laisser des bulles d'air, cause inévitable de taches rondes dans la dorure.

Les plaques dorées sur toute leur étendue, on les retire de la cuve et les laisse sécher à l'ombre sur des claies en hois; après quoi on y passe une couche légère de vernis à la résine afin de protéger la mince dorure contre le frottement des mains.

Voici en quoi consistent les dites cuves dont on a quelques douzaines, pour le cas d'une fabrication en grand, tel qu'il se présente quand on a à faire les nombreuses plaques d'une forte distillerie par exemple, dont la réclame exige un nombre infini de ces plaques ornementées d'or et dont le prix ne doit pas dépasser certaines limites tout en étant dorées chimiquement, c'est-à-dire par précipitation et non à la feuille, dorure infiniment moins solide.

Pour donner une idée du prix de revient de ce genre de plaques, j'ajouterai que les plaques « Chocolat Menier », de grandeur moyenne, faites de toutes pièces et dorées finalement revenaient à 4 fr. 40; le prix de vente a été jusqu'à 3 fr. 50.

Mais revenons à nos cuves qui constituent le principal matériel de cette fabrication; c'est de leur choix judicieux que dépend la bonne réussite sous le double rapport de la non-précipitation intempestive et en noir, de l'or au fond des cuves au lieu d'aller directement au verre, ce qui serait désastreux, et de l'économie indispensable dans la façon et de la matière première, telle que gutta-percha, etc.; car il s'agit de faire des cuves pouvant contenir de 6 à 7 plaques placées bout à bout, cuves ayant 1 m. 50 de long, 0 m. 35 de large et 0 m. 09 de haut.

De longs tâtonnements et essais infructueux m'ont amené finalement à les faire uniquement en glaces car leur fond doit nécessairement être parfaitement plan, maintenues en place par un cadre de fer à cornières et reliées hermétiquement par du ciment. J'ai donné la préférence au ciment de Rimeridge, celui de Portland, de Vassy et autres comportant du fer, dont la présence peut occasionner la précipitation de l'or.

On est porté naturellement à choisir tout simplement des cuvettes en porcelaine; mais où en trouver de telles dimensions, d'un prix pas trop élevé et d'un fonds de surface absolument plan; chose impossible pour tout objet ayant subi l'action déformante du feu.

Les dites bandes en glace offrent de plus l'avantage de pouvoir être coupées dans des chutes de glace de devanture des magasins, ce qui en réduit le prix d'achat. Traitement des Résidus. — Les résidus formant dépôt au fond des cuves sont ramassés avec soin et traités comme suit :

On a versé les dits résidus dans des flacons d'environ douze litres; on y ajoute du sulfate de fer en excès; ce sel précipite tout l'or à l'état de poudre violacée.

Quand on veut traiter ces dépôts, on décante, et le dépôt restant, mis successivement dans une assiette allant au feu, y est desséché lentement. J'ai employé avec succès des têts en grès.

La masse devenue poudreuse est mélangée avec les fondants suivants :

Carbonate de potasse.... 3 parties
Borax en poudre..... 3 —
Azotate de potasse.... 3 —

qu'on mélange avec un égal poids, soit 9 parties du dit résidu aurifère.

On a allumé un fourneau à réverbère sous la grille duquel on a eu soin de chauffer préalablement le creuset destiné à la fusion de la matière. Je recommande tout particulièrement les creusets qu'emploie la Monnaie de Paris, ils m'ont toujours donné les meilleurs résultats comme résistance au feu. On retire le creuset chaud et on en garnit le fond d'un peu de carbonate de potasse destiné à le glacer intérieurement. Une fois suffisamment chaud, on introduit dans le creuset, mais seulement par petites quantités, le susdit mélange, en lui laissant chaque fois le temps de fondre.

L'opération dure en moyenne 2 heures, après quoi on laisse refroidir le tout. On casse finalement le creuset, au fond duquel on trouve le culot d'or et, disséminé dans le fonds et les parois du creuset, le reste de l'or en forme de goutelettes pareilles à celles du plomb fondu.

Les éclats de creusets et la gangue se vendent aux laveurs de cendres qui en fixent le prix d'après analyse.

Nota: Eviter avec le plus grand soin d'avoir de l'ammoniaque dans les résidus, le chlorure d'or tendant à former avec cet alcali, un mélange détonnant avec une extrême violence.

П

Dorure et Argenture chimiques de la Porcelaine, de la Faïence et du verre à chaud

Ce procédé comporte la préparation de l'or et de l'argent à l'état liquide c'est-à-dire sous forme d'une sauce noire ayant la propriété de se décomposer par la chaleur et de laisser sur l'objet un précipité d'or ou d'argent, mince à volonté et d'un brillant pareil à celui de l'or ou de l'argent brunis.

Le réducteur étant le feu lui-même, nous n'avons pas à nous en occuper dans ce procédé; c'est au contraire un Anti-Réducteur qu'il nous faut et dont l'objet est d'empêcher la réduction de l'or ou de l'argent jusqu'au moment vuolu pour l'obtention d'une dorure ou d'une argenture parfaites ; il faut de plus la dissolution d'or ou d'argent.

Préparation de l'Anti-Réducteur commune aux deux procédés. — Prendre :

Essence de térébenthine rectifiée et résinifiée en partie, à l'air libre...... 50 gr.

Soufre en baton pulvérisé........ 10 »

que l'on fait cuire ensemble pendant 2 heures, de manière à obtenir un baume de consistance sirupeuse.

Voici comment on procède : on verse l'essence dans un ballon de verre et y ajoute le soufre; munir le ballon d'un réfrigérant de Liebig et chauffer sur un bain de sable.

Il ne tarde pas à se condenser un peu de vapeur d'eau dans le col du ballon et on constate en même temps la présence d'un peu d'acide sulfhydrique au moyen de papier plombeux, lequel, en effet, ne tarde pas à noircir.

Soit dit, en passant, l'odeur aromatique de l'or et de l'argent liquides du commerce est un simple trompe-l'œil; ce parfum est uniquement dû à l'addition d'essence, souvent de couelle ou de bergamotte, addition même dangereuse par la réduction qu'elle tend à produire de l'or et de l'argent.

Préparation de la dissolution d'or. — Nous avons traité en tous ses détails, à la page 1, la préparation du gâteau cristallin de chlorure d'or brun, inutile par conséquent d'y revenir.

Il s'agit maintenant de procéder au mélange du gâteau aurifère avec l'anti-réducteur.

A cet effet, on commence par ajouter à l'Antiréducteur:

J'observerai que si l'on prend trop peu de baume, le chlorure d'or se dissout mal; si, au chlorure on ajoutait d'abord le baume et qu'ensuite seulement on

chlorure.

étendit ce dernier par l'addition de l'essence de lavande, le mélange serait trop compact, de sorte que cette dernière ne parviendrait qu'à le dissoudre imparfaitement.

Pour de grandes quantités de chlorure d'or, la chaleur produite inévitablement par la décomposition serait trop intense; il sera, en ce cas, prudent de n'ajouter le chlorure d'or que petit à petit au baume.

Le dit broiement engendre un dégagement d'acide chlorhydrique très perceptible à l'odorat.

On laissera reposer le mélange broyé pour le moins 24 heures et cela à l'abri de toute poussière; le dégagement complet de l'acide chlorhydrique sera ainsi obtenu et la décomposition sera complète.

La dorure obtenue au feu sera ainsi d'un grand brillant et d'un très beau jaune, mais elle ne sera pas solide; un frottement quelque peu dur suffira pour l'enlever.

et broyer finement, après quoi laisser reposer un certain temps puis ajouter au gâteau de chlorure d'or, ainsi qu'il a été dit.

L'addition d'azotate de bismuth absorbe efficacement, ce n'est pas douteux, les dernières traces dudit acide chlorhydrique.

Quant à la combinaison dudit fondant avec le baume, elle n'est guère admissible. Mais quoi qu'il en soit, par cette manière de procéder bien observée, on est sûr chaque fois d'obtenir une dorure bien brillante, d'un beau jaune et tenant fortement à la porcelaine.

Nous observerons enfin que la sauce noire aurifère dépose, il est vrai, un peu au commencement et cela notamment par l'exposition à la lumière, mais sans que la qualité en souffre sensiblement.

La sauce trop étendue d'essence de lavande tend à faire déposer l'or.

Pareillement au vin, la sauce aurifère s'améliore par le temps.

Préparation de la dissolution d'argent. — Cette dissolution ne comporte en réalité pas d'argent; on l'appelle aussi Imitation-platine, car ce n'est non plus du platine; ces deux métaux ne valant rien pour leur application au feu. Le métal qu'on leur substitue avec avantage, c'est l'aluminium, appelé à en imiter l'éclat sinon le ton parfait.

Or l'aluminium se dissolvant dans l'acide chlorhy-

drique, on en prend de bien pur et on opère dans l'appareil de dissolution, qui nous a servi pour l'obtention du chlorure d'or, et pour le reste, absolument de la même manière que pour ce dernier.

E. E. STAHL.

Appareils nouveaux pour le traitement des sous-produits résiduaires de distillation, réalisant la dessiccation des matières solides dans le vide et l'extraction des matières grasses par déplacement,

Par MM. DONARD et BOULET

S'il est une question à l'ordre du jour de la science industrielle et économique, c'est bien celle de la récupération ou de l'utilisation d'une foule de sous-produits divers que les usines jettent journellement par torrents dans la circulation, soit pour empoisonner notre atmosphère, notre sol et nos rivières, soit simplement pour rester inutiles et encombrants. Le remède à cet état de chose, vainement cherché jusqu'ici n'est pas encore trouvé. Il ne saurait être unique d'ailleurs étant donné les faces différentes de la question, mais nous allons présenter à nos lecteurs deux nouveaux appareils qui font faire un grand pas à la récupération des sous-produits dans une branche spéciale de l'industrie, la distillation des matières amylacées. De plus, on entrevoit très sûrement un grand nombre d'autres applications à d'autres industries, qui feront bientôt que ces appareils deviendront, non seulement utiles, mais nécessaires et indispensables.

En fait, il s'agit d'un ensemble d'appareils nouveaux, réalisant plus spécialement le traitement économique et rationnel des sous-produits de la distillation des matières amylacées et pouvant par extension, s'appliquer au traitement des produits résiduaires des autres distillations des matières premières quelconques, directement fermentescibles.

C'est en 1856 que M. Boulet, le père d'un des inventeurs des appareils que nous voulons signaler à nos lecteurs, entreprit la fabrication des alcools de riz et de grains par application de la découverte d'un chimiste français éminent, M. Dubrunfaut. Cette industrie est fiorissante. Pendant une longue succession d'années, l'utilisation des sous-produits resta inconnue mais les nécessités de l'industrie obligèrent à chercher les moyens de récupérer les richesses que contenaient ces résidus. Que sont-ils

ces résidus ? une matière solide très humide, qu'il faut dessécher pour ensuite en retirer la matière grasse. Or, la dessiccation des matières solides présente des difficultés particulières que l'on a été longtemps à surmonter. C'est aujourd'hui chose accomplie par l'emploi de l'excellent appareil de MM. Donard et Boulet. Depuis longtemps déjà, pour évaporer et concentrer les liquides, on avait remplacé le traitement à l'air libre par l'emploi du vide, mais jusqu'ici on n'avait pu arriver à la même substitution pour la dessiccation des matières solides. Et pourtant les spécialistes en la question étaient convaincus que par l'emploi du vide on arriverait à plus de rapidité dans le travail, la chaleur consacrée à la vaporisation de l'eau serait plus judicieusement utilisée et toute altération provenant d'une élévation de la température pourrait être évitée. Il s'agissait pour réaliser ces desiderata de construire et rendre pratique un appareil ad hoc.

De même pour l'extraction des matières grasses des graines ou des produits industriels, il fallait songer à remplacer les presses par des appareils à déplacement. Les presses, en effet, n'arrivent à extraire l'huile des graines que dans des proportions tout à fait insuffisantes et sont onéreuses par la main-d'œuvre qu'elles nécessitent, et une plus importante usure du matériel.

C'est à la solution de ces problèmes que se sont attachés MM. Boulet, Donard et Contamine en 1889, Depuis, MM. Donard et Boulet ont apporté de nombreux et importants perfectionnements qui en ont fait des appareils absolument pratiques, et d'une solidité, d'une rusticité éprouvée. Leurs efforts persévérants ont été couronnés de succès et grâce à leur invention, il est possible désormais de traiter dans la perfection tous les produits résiduaires provenant de la distillation des matières premières quelconques directement fermentescibles. Le traitement de ces résidus a pour but d'en extraire les matières grasses, en laissant un nouveau résidu utilisable soit comme engrais, soit comme tourteau alimentaire pour le bétail. On y arrive au moyen de deux appareils :

1º Un évaporateur rotatoire constitué par un cylindre tournant opérant la dessiccation dans le vide.

2º Un appareil spécial de déplacement à chaud des huiles contenues dans les résidus desséchés dans l'appareil précédent. On emploie dans cet appareil à déplacement des essences de pétrole légères bouillant entre 60 et 90°.

Les produits obtenus sont constitués par des huiles d'usage commercial pour la savonnerie et par des tourteaux comestibles ou par des engrais d'une très grande richesse en azote,

Voici la description des deux appareils de MM. Donard et Boulet.

A. Appareil rotatoire à dessécher les matières solides dans le vide.

Cet évaporateur se compose d'un cylindre hori-

zontal en fonte A, de 2 m. 50 de diamètre, sur 2 m. 50 de longueur, soit une capacité de 12 mètres cubes.

Il repose sur deux paliers par des tourillons creux qui permettent l'accès de la vapeur de chauffe et l'évacuation de la vapeur d'évaporation. La vapeur de chauffe est reçue dans une chambre circulaire verticale que forme la paroi gauche du cylindre (fig. 1). Sur cette paroi est sertie une série de tubes horizontaux bouchés à l'autre extrémité, et qui constituent une surface de chauffe de

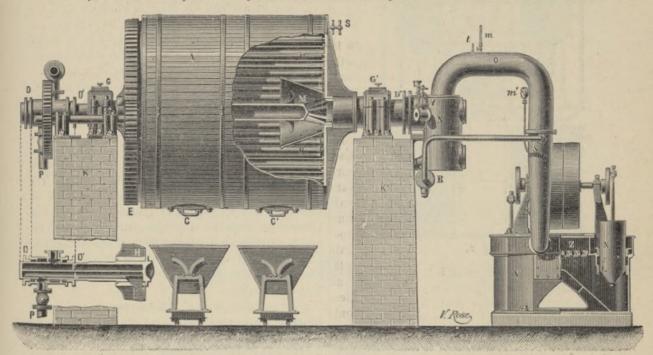


Fig. 1.

59 mètres carrés environ. L'appareil est muni des dispositions nécessaires à l'évacuation de l'eau de condensation qui s'opère par le même palier, la vapeur arrivant par la partie supérieure, l'eau condensée s'écoulant à la partie inférieure.

Le tourillon placé à l'autre extrémité du cylindre communique par un tube de fort diamètre avec une pompe à vide à condenseur et à double effet où se rend la vapeur d'évaporation.

Deux trous d'homme permettent de charger et de vider le cylindre. La charge de drêches humides contenant 55 0/0 d'eau est de 2500 kilogr.

La vitesse de rotation est de trois tours par minute.

En trois heures et demie, l'humidité des drêches est ramenée à 15 0/0, ce qui représente un poids de

4200 kilogr. d'eau évaporée pendant ce temps. La pression pendant le travail est maintenue à 40 millimètres de mercure.

La dépense en charbon est de 156 kilogr. par charge. Cet appareil permet de dessécher, outre les drêches de distillerie par le malt, les drêches de brasserie, les résidus d'amidonnerie, les cossettes de betteraves, de pommes de terre, les tourteaux provenant de l'épuration des eaux d'égoût, du lavage des laines, de l'alumine hydratée, des maïs et des blés mouillés après lavage à l'eau, la dessiccation du sang.

B. Appareil jumeau à déplacement pour l'extraction des matières grasses des drèches.

L'appareil jumeau à déplacement se compose de deux chaudières AA' situés au rez-de-chaussée; elles ont 2 m. 50 de diamètre sur 2 m. 50 de hauteur; au premier étage se trouvent les deux appareils à déplacement proprement dits, ou extracteurs BB', ces appareils ont 1 m. 20 de diamètre sur 3 m. 10 de hauteur.

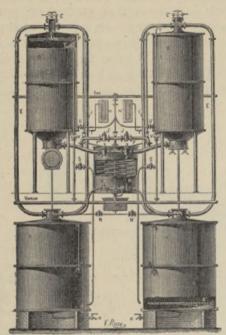


Fig. 2.

Chaque extracteur est relié à la chaudière, située au-dessous, par une grosse tuyauterie double EE'; à la partie supérieure sont disposés de puissants serpentins plats TT', qui peuvent recevoir à volonté de l'eau par les robinets UU' ou de la vapeur VV'; les parties inférieures des extracteurs BB' sont reliées aux chaudières A et A' par les deux tuyaux FF', qui aboutissent au même ser pentin G, lequel communique avec les chaudières par les tuyauteries H et H'. Au milieu de la bâche se trouve un second serpentin K relié par la partie supérieure aux tuyauteries FF' par les conduits JJ'; il aboutit de là au réservoir M.

Les chaudières AA' sont chauffées par des serpentins de vapeur commandés par les robinets SS' et peuvent recevoir de l'eau par une tuyauterie spéciale, la vidange se fait par les tuyauteries OO'. Le dissolvant des huiles employées est de l'essence de pétrole bouillant de 60 à 90°.

Les extracteurs étant chargés on a dans A provenant d'une opération précédente, de l'eau, et au-dessus de l'huile et de l'essence; A' est vide; on ouvre les robinets FHJ et on ferme F'H'J', on ouvre le robinet de vapeur S et bientôt l'essence distille et monte par E pour venir se condenser sur T dans lequel on a mis de l'eau. Elle tombe en pluie chaude sur la matière, à quelques degrés au-dessous de son point de condensation, et entraîne l'huile dans A' après s'être refroidie dans le serpentin G; des thermomètres placés sur EE' et à l'entrée de G permettent de suivre la distillation de l'essence et de régler ainsi la vapeur, pour que le déplacement des huiles se fasse méthodiquement.

Quand on arrive à 850 dans la colonne E, il ne reste plus que des traces d'essence dans l'huile de A, et l'huile de la matière se trouve à ce moment complètement déplacée, la quantité d'essence en travail étant calculée à cet effet. On chauffe alors plus rapidement et la température monte à 100°. On a eu soin, avant ce moment, de remplacer l'eau dans le serpentin T par de la vapeur; la vapeur d'eau provenant de A se sèche alors au passage, entraînant les dernières traces d'essence restant dans l'huile de la chaudière; elle chasse devant elle l'essence imprégnant la matière, et va rejoindre, après s'être condensée dans G, l'huile et l'essence dans A'. Quand le thermomètre placé à l'entrée du serpentin G marque 100°, on est assuré que la matière ne renferme plus trace d'essence, l'opération est alors terminée et on a dans A de l'huile surnageant la couche d'eau et dans B de la matière épuisée.

L'air entraîné dans A' remonte par E', rencontre le serpentin T', traverse la matière non épuisée de B', où il abandonne les traces d'essence qui ne seraient pas condensées, puis traverse par J le serpentin de sùreté K et le réservoir M. On évite ainsi toute perte sensible d'essence, car elle est inférieure à 0,06 0/0 de la matière traitée. Ces pertes doivent être attribuées en grande partie à la dissociation des essences pendant la distillation, car malgré la puissance des réfrigérants on a à chaque opération une certaine quantité de gaz incondensables qui échappent par la sortie de l'air.

L'extracteur B et la chaudière A sont alors vidangés, B est rechargé de matière vierge et l'opération a lieu avec A'B' comme précédemment. La matière traitée ne contient plus que des traces d'huile, variant de 0,0 à 0,50 0/0. La charge de chaque extracteur est de 2.400 kilogs, l'opération dure 8 heures, et la consommation en charbon est d'environ 250 kil.; la quantité de dissolvant en travail est de 2.200 à 2.500 kil. Toute l'huile

obtenue est absolument limpide et prête à livrer au commerce.

Tel est l'appareil construit primitivement.

Un important perfectionnement y a été apporté récemment. Le nouvel appareil se distingue essentiellement par l'adjonction d'une troisième chaudière. En voici la description, avec la figure : Le principe de l'appareil reste toujours le même, mais, grâce à l'adjonction de la nouvelle chaudière A", la marche est plus continue.

Dans le premier dispositif, pendant tout le temps de l'opération de passage d'essence et de passage d'eau en vapeur sur B, B' est absolument au repos et ne fait aucun travail; dans ce nouveau dispo-

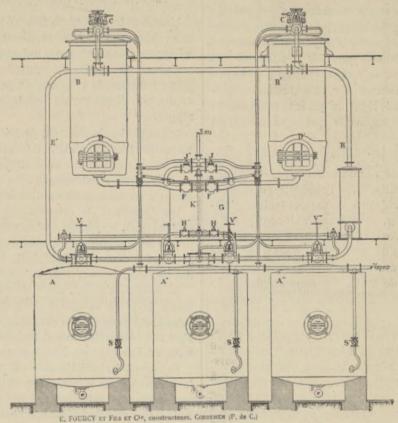


Fig. 3.

sitif, grâce à la troisième chaudière A", quand on a fini de faire passer l'essence sur B, l'essence et l'huile étant recueillis dans A', on ouvrira la tuyauterie qui permet d'envoyer dans cette troisième chaudière A", les produits de la condensation de la vapeur d'eau qui aura passé sur B pour le débarrasser de toute trace d'essence; et comme A' contient de l'essence et de l'huile, en même temps on distille cette essence sur B' et on renvoie les produits de l'épuisement, essence et huile, dans A".

Donc, pendant qu'on débarrasse B de l'essence qui reste dans la matière après l'épuisement, on épuise B' de l'huile qui imprègne sa matière; quand les deux opérations sont terminées, on continue en envoyant les produits de la purge B' et de l'épuisement de B (qui aura été vidangé et rechargé de matière nouvelle à épuiser) dans A, et ainsi de suite ; de sorte qu'au lieu de sortir des extracteurs une charge épuisée toutes les 8 heures, comme dans la première disposition, on en sort une toutes les quatre heures. On double ainsi la production de l'appareil.

Ou bien, ce qui revient au même, pour une production déterminée, on peut diminuer de moitié les dimensions des extracteurs et des chaudières.

Les avantages qu'on retire de l'emploi des appareils de MM. Donard et Boulet sont les suivants:

Mise en valeur de toutes matières organiques, de tous résidus humides dont la conservation ou l'utilisation immédiate est difficile par suite de l'état d'hydratation : tels sont par exemple les résidus de distillerie de grains ou de betteraves, résidus de brasserie, amidonnerie, marcs, tourteaux de suint provenant du lavage des laines, en un mot toutes les matières humides provenant d'une fabrication antérieure susceptibles d'être utilisées sous condition d'évaporation, dans l'industrie, l'agriculture ou l'alimentation.

Nous nous proposons d'ailleurs de revenir plus tard sur ce sujet, car les inventeurs s'occupent de modifications légères qui permettront encore mieux l'application de leurs systèmes à diverses industries spécialement pour le traitement des graines oléagineuses. Les inventeurs auraient l'intention de remplacer par la diffusion des matières à épuiser, la lévigation qui est actuellement pratiquée dans les appareils que nous venons de décrire.

En ce qui concerne l'appareil d'évaporation des drèches au point de vue du rendement, 400 kilog. de vapeur introduits dans l'appareil permettent d'enlever 95 kilog. d'eau à la matière traitée, c'està-dire que 100 kilog. de charbon enlèvent de 800 à 900 kilog. d'eau. C'est un rendement magnifique. Aucune altération de la matière n'est à craindre puisque la température peut être facilement maintenue au-dessous de 45° C. La conduite des appareils étant très facile simplifie considérablement la main d'œuvre.

En ce qui concerne l'appareil jumeau à déplacement on peut en dire qu'il fonctionne à souhait au point de vue de la régularité. Les pertes de dissolvant sont, pour ainsi dire, nulles, ne dépassant pas 0,06 0/0 de la matière traitée, c'est-à-dîre réduite en un mot au minimum pratiquement possible. Il semble donc qu'il réalise la solution, dans le problème de l'extraction des matières grasses par dissolvant, de la récupération pour ainsi dire complète de ce dernier.

Terminons en disant que le procédé d'extraction devient peu à peu classique et fonctionne maintenant très normalement. Il est d'ailleurs applicable à tous les résidus de distillation des grains, soit par les acides, soit par le malt, soit par l'amylomices Rouxii, comme aussi aux autres résidus dont on veut extraire la matière grasse.

MM. Douard et Boulet ont traité dans les sept années de 1890 à 1898, 15 millions de kilog. de tourteaux de mais dont ils ont retiré 4.200.000 kilog. d'huile; accidentellement, ils ont pu produire dans une période de fabrication 20.000 kilog. d'huile de blé, 7.000 d'huile de seigle et plus de 200.000 kilog. d'huile de riz. Ces chiffres montrent l'importance des résultats obtenus.

Sur un emploi des rayons X en analyse chimique

Par G. A. Le Roy, chimiste de la ville de Rouen

L'emploi des rayons X, très fréquent en médecine et en chirurgie, est resté relativement restreint pour les applications techniques industrielles.

L'observation suivante, nouvelle en l'espèce, m'a parue intéressante à signaler au point de vue d'une application de ces rayons Rœntgen à l'analyse chimique.

Dans ces derniers temps, de très volumineux fragments de pots (creusets), de verrerie, furent soumis à mon examen par un maître de verrerie, désireux de savoir exactement quelle substance avait pu perforer en cours de fabrication deux de ses creusets.

Les fragments de creusets qui me furent remis présentaient, à certains endroits de leur cassure, de profondes inclusions de matières vitrifiées, ayant cheminé à travers les parois de la terre réfractaire des creusets, de l'intérieur à l'extérieur.

Je songeai d'abord, avant de concasser ces fragments pour en examiner les parties intérieures, à pratiquer l'examen radioscopique, de façon à rechercher sur l'écran fluorescent les positions des infiltrations vitreuses et leur cheminement.

J'observai immédiatement sur l'écran fluorescent la présence dans la terre réfractaire assez transparente, de corps sphériques, d'une grosseur variant de celle d'un grain de plomb à celle d'un pois, extrêmement opaques aux rayons X.

J'exécutai alors la radiographie (4) des fragments de creusets, de façon à obtenir un résultat plus tranché par enregistrement sur la plaque photographique. Les globules opaques se montrèrent d'une façon encore plus nette, disséminés dans la pâte réfractaire et les inclusions vitreuses. Je n'eus plus alors qu'à concasser les fragments de creusets, aux endroits où les rayons X révélaient la présence des globules opaques. Je trouvai à ces endroits des globules d'aspect métallique, que l'action de l'aimant et l'analyse chi-

⁽¹⁾ Pour ces essais radioscopiques et radiographiques, je me suis servi avec avantage du nouvel interrupteur électrolytique de M. Wehnelt; cet interrupteur supprime l'emploi du condensateur Fizeau, permet d'actionner directement la bobine avec le courant à 110 voits d'un secteur et donne lieu à des étincelles extrêmement puissantes.

mique me démontrèrent être constitués par du fer métallique.

Ces globules de fer, incrustés dans la pâte réfractaire, précédaient immédiatement les infiltrations vitreuses, auxquelles ils avaient dû vraisemblablement frayer la route, en perforant la pâte réfractaire par suite de formations successives d'un laitier ferrugineux très fusible.

J'estime que les globules de fer métallique ont été produits, au cours du travail de fusion du verre, par un ou des morceaux de fer métallique introduits accidentellement dans les creusets avec la charge des matières vitrifiables, s'y étant trouvés fondus puis disséminés en globules par suite du brassage chimique ou mécanique du verre en fusion.

En résumé, les rayons X ont signalé immédiatement la présence de ces globules métalliques et leur position à l'intérieur de parois réfractaires des creusets examinés.

Rouen, mars 1899.

FABRICATION DE L'ACIDE ACÉTIQUE

ET DU VINAIGRE (Suite)

Dispositif de l'appareil rapide allemand. — Construction de cet appareil, matériaux, perfectionnements.

L'appareii servant à la fabrication rapide, que les Allemands nomment l' « Essigbilder » ou « générateur à vinaigre » doit être construit d'après certaines règles fondamentales, dictées par la théorie et aussi par la pratique. Parmi tous ceux des procédés rationnels des arts industriels, cet appareil est un des plus élégants que l'on connaisse. On compte bien peu de cas, comme le dit Knapp, où l'on ait aussi bien réussi que dans celui-là à établir la théorie d'un art chimique et à la mettre en harmonie avec les procédés techniques. Mais pour arriver à l'appareil sinon parfait, du moins le plus parfait possible, on a dù, comme en toutes choses, procéder un peu par tâtonnements; et ce n'est pas du premier coup qu'on a imaginé l'appareil aujourd'hui universellement employé en Allemagne. Avant de décrire celui-ci en détail nous examinerons un certain modèle, qui n'est plus très employé, dont l'intérêt réside en ce fait qu'il représente la période de transition entre l'ancien tonneau agencé en «Essigbilder » et l' « Essigbilder » actuel, et qu'on y trouve des enseignements pour la construction de l'appareil rationnel et industriel, en harmonie avec les nécessités de l'industrie acétique actuelle.

Dans le procédé rapide l'essentiel pour un appareil est de répondre le mieux possible aux conditions de la plus grande division possible à la fois pour le moût du vinaigre et pour l'air qui chemine en sens inverse. Il faut que le contact de l'air et du moùt soit aussi uniforme qu'intime. L'oxygène se fixe alors sur l'alcool sous l'influence énergique du mycoderma acéti; un certain dégagement de chacun se produit, qui provoque l'ascension plus rapide de l'air, et un appel d'air nouveau. L'appareil arrive peu à peu en plein fonctionnement et donne du vinaigre à jet continu. L'aménagement et le fonctionnement d'un appareil rapide, sous bien des rapports peuvent être comparés à ceux d'un fourneau ordinaire. Tous deux sont disposés pour brûler, l'un du charbon, l'autre de l'alcool, au moyen d'un gaz comburant qui est l'air, et qui pourrait être l'oxygène pur. Ce qui s'appelle grille chez l'un, a nom chez l'autre : édifice poreux ou copeaux. Dans les deux cas il y a mise en liberté de chaleur puisqu'il ne saurait y avoir de combustion sans cela, et cette chaleur a pour effet d'établir une circulation ascendante de gaz qui entraîne les produits volatils résiduaires de la réaction, acide carbonique, azote, excès d'air, dans l'un et l'autre cas, plus vapeur d'eau, d'alcool et d'acide acétique en petite quantité dans le second : l'analogie est frappante.

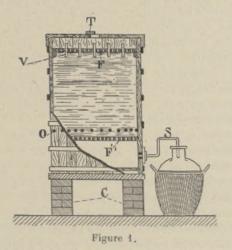
Chaque appareil doit posséder des ouvertures en haut et en bas pour assurer l'entrée et la sortie de l'air. On ne doit pas en exagérer le diamètre, ce qui occasionnerait une circulation excessive. On doit en outre pouvoir régler à volonté l'intensité du passage de l'air. Le système qui réalise le mieux ce desiderata consiste à installer à la partie supérieure de l'appareil une trappe à glissoires pouvant fermer plus ou moins, et au besoin entièrement l'ouverture d'échappement du gaz. Comme la position centrale de cette ouverture peut avoir pour résultat la con-uniformité du courant d'air à l'intérieur, il est nécessaire de pratiquer non pas une seule, mais plusieurs ouvertures munies de trappes à glissoires, que l'on répartit uniformément sur le pourtour du couvercle. De cette manière l'appel d'air est égal sensiblement dans toutes les parties de l'appareil, et en manœuvrant convenablement les trappes on peut régler avec la plus grande facilité la rapidité de l'oxydation.

Nous avons parlé plus haut d'une sorte d'appa-

reil-type, appareil de transition entre le dispositif primitif et le perfectionné, sur lequel nous nous proposons d'étudier les questions de détails qui sont d'une grande importance, et les défauts qu'on y trouve, pour en faire notre profit et appliquer ces nouvelles connaissances à l'établissement d'un « essigbilder » rationnel. Nous présentons cet appareil dans la figure ci-jointe:

Il se compose d'une cuve en bois, solide, de forme cylindrique. La forme cylindrique qui est apparemment la plus rationnelle, est quelquefois remplacée par une forme légèrement conique vers le haut, à laquelle on se trouve conduit par certaines considérations de construction, notamment la solidité de l'encerclage. Le rétrécissement du diamètre vers le haut est purement pratique comme on sait.

Les dimensions que l'on donne à l'appareil sont variables, mais on ne doit jamais descendre audessous de certaines limites, car dans les grands appareils la température est beaucoup plus facile à régler à l'intérieur. Les dimensions varient



entre 2 et 5 mètres de hauteur et 1 mètre à 1 mètre 30 de diamètre. Celles de 3 mètres de haut et 1 mètre de diamètre au bas nous paraissent les plus propices.

Dans la cuve se trouvent deux faux-fonds FF'. Celui du bas F' est percé de trous assez gros et assez nombreux; celui du haut F qui doit donner passage, ainsi qu'on le verra, simultanément au moût et à l'air qui se dégage est également percé de trous, mais ceux ci sont beaucoup plus nombreux et beaucoup plus petits. Ils sont uniformément répartis sur toute la surface de ce faux-fond. On a placé autrefois, et quelques fabricants recom-

mandent encore de placer dans ces trous des cordelettes pendantes retenues par un nœud formant arrêt, qui répartiraient soi-disant plus uniformément le moût sur les copeaux. Il est préférable d'avoir des trous de diamètre suffisamment petit. Dans le faux-fond F on fixe en outre une douzaine de tubes de verre V ayant 20 c. m. de longueur et un diamètre intérieur de 10 à 15 mm. Ces tubes servent au passage de l'air désoxygéné. En O, disposée circulairement, se trouve une série de trous pour l'admission de l'air, qui ont ceci de particulier qu'ils sont inclinés vers l'intérieur de la cuve, c'est-à-dire que leur axe au lieu d'être horizontal s'incline de l'extérieur à l'intérieur, ce qui permet d'éviter que le liquide qui coule sur les copeaux ne s'échappe par ces trous, les orifices internes étant à un niveau plus bas que les orifices externes. Sur l'appareil est posé un lourd couvercle présentant une ouverture centrale de 1 à 4 décimètres carrés pouvant se fermer graduellement au moyen d'un couvercle mobile T. Un tubesiphon S qui pent être remplacé par une grosse cannelle de bois sert à la vidange du liquide écoulé dans le fond de l'appareil.

L'espace compris entre F et F' est rempli de copeaux. Un thermomètre fixé sur une tige de bois pour plus de sécurité, et pénétrant jusqu'au centre de l'appareil permet de se rendre compte de la température inferne.

L'espace rempli de copeaux est le lieu de la réaction de l'oxygène sur l'alcool. La façon dont sont disposés les copeaux est d'une grande importance, et influe directement sur la production. Il y a surtout deux conditions à observer : un tassement bien égal des copeaux qui assure une filtration uniforme du liquide à travers la masse, et en même temps ni trop grand ni trop faible. La lenteur avec laquelle le liquide filtre est un effet subordonnée au tassement plus ou moins considérable, et il est évident que celui-ci doit être tel, que pour un moût donné, celui-ci chemine avec une lenteur suffisante pour permettre une action efficace de l'oxygène, sinon totale, ce qui n'est jamais le cas dans la pratique, car on effectue d'ordinaire deux ou trois passages successifs. On ne doit pas non plus perdre de vue, lorsque l'on dispose les copeaux dans l'appareil, la possibilité du passage facile de l'air. Ce gaz cesse de pouvoir circuler dans l'édifice poreux bien avant qu'il en soit de même pour le liquide, aussi c'est surtout sur le passage de l'air que l'on doit se baser.

Lorsque les copeaux ne sont pas assez denses, et qu'ils offrent un passage trop facile, il s'y produit des fissures, voies toutes tracées pour liquide et gaz et la réaction localisée en ces espaces étroits se ralentit dans des limites considérables : on perd du temps, ce qui est le même résultat que par le défaut contraire.

Le fonctionnement théorique de cet appareil apparaît nettement au simple examen de sa disposition. Le moût placé en haut, au-dessus du fauxfond supérieur F s'écoule lentement par les nombreux trous de ce faux-fond, garnis ou non de ficelles; il arrive sous forme d'une pluie déjà très divisée sur les copeaux et chaque goutte, acquérant une énorme surface, descend lentement de copeaux en copeaux, jusqu'à ce qu'elle ait traversé toute l'épaisseur du récipient. Par les trous O un courant d'air s'introduit dans la cuve et s'élève en sens inverse de la marche du liquide. Une certaine quantité de chaleur est mise en liberté, qui tout en facilitant et activant la réaction, établit bientôt un véritable appel d'air qui se renouvelle constamment par ce moyen. Le gaz partiellement désoxygéné s'échappe du faux-fond F par les tubes verticaux V et par l'ouverture centrale T. Celle-ci est munie d'une trappe à coulisse dont la fermeture ou l'ouverture plus ou moins grande commande la circulation de l'air.

Plusieurs inconvénients graves sont l'apanage de cet appareil. L'air qui pénètre en O en agissant immédiatement sur le moût qui se trouve au voisinage immédiat des ouvertures, s'échauffe, et acquérant une moindre densité, tend à s'élever verticalement le long des parois, sans pénétrer vers le centre, et à former ainsi une sorte de courant gazeux ascendant et annulaire qui ne règne qu'à la périphérie. On peut se convaincre expérimentalement que la réaction est très peu active au centre en introduisant dans l'appareil la tige d'un thermomètre, la température pouvant servir de mesure à l'intensité du phénomène d'oxydation. On observe ainsi des températures très différentes au centre et à la périphérie.

L'appareil qui vient d'être décrit est encore en usage dans un grand nombre de fabriques en Allemagne, mais on doit lui préférer le suivant, beaucoup plus perfectionné, qui se répand de plus en plus et dans lequel, par un dispositif convenable, on s'est surtout efforcé d'uniformiser la circulation de l'air. Dans ce but on a remplacé les trous extérieurs par des tubes pénétrant jusqu'au sein de

l'appareil, c'est-à-dire vers les 2/3 du rayon. On parvient ainsi à introduire de l'air au centre de la cuve. On arrive au même but beaucoup mieux en plaçant au bas de l'appareil, juste au centre, un gros tuyaux vertical d'arrivée d'air.

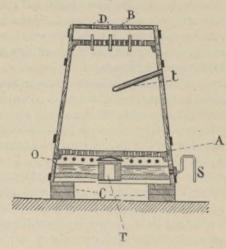


Figure 2.

Dans l'appareil ci-contre, le couvercle B est percé d'environ 6 ouvertures de dégagement pouvant se fermer facilement, soit totalement, soit partiellement. Dans le faux-fond supérieur sont fixés des tubes de terre au nombre de 6, dont l'extrémité supérieure se trouvant proche du couvercle àssure le dégagement de l'air pendant le même temps que le moût séjourne sur le faux-fond. Un tube renfermant un thermomètre t règne au milieu de la cuve et permet d'observer la température aux différentes profondeurs.

Sous le faux-fond intérieur se trouve un tuyau vertical T de gros diamètre dont l'ouverture supérieure est protégée par un chapiteau de bois qui empêche le vinaigre de s'y engager en tombant de la colonne de copeaux. Ce tuyau central permet à l'air d'arriver au centre même de l'appareil. Un grand nombre de trous obliques O disposés à la périphérie fournissent de l'air également. Le vinaigre qui s'écoule se réunit dans l'espace E et est soutiré par le siphon S.

Un appareil que l'on construit doit être lessivé très complètement pour éliminer du bois les substances solubles âcres qui en imprègnent la fibre. Ce lessivage est un travail sans grande difficulté, mais qui demande à être effectué avec soin. On peut soit opérer en faisant macérer toutes les pièces dans l'eau froide, et en renouvellant celle-ci aussi fréquemment qu'il est nécessaire, soit en

opérant avec de l'eau bouillante, ce qui vaut mieux. Mais le procédé préférable est de fermer toutes les ouvertures de l'appareil neuf tout monté, sauf une, et d'y envoyer de la vapeur d'eau sous une certaine pression. La vapeur se condense bientôt en eau bouillante surchauffée qui ruisselle de toutes parts, et dissout les principes âcres du bois neuf. En moyenne, il suffit d'un traitement de 30 ou 40 minutes pour terminer l'opération à l'entière satisfaction du fabricant.

L'emploi d'un générateur de vapeur dans les fabriques de vinaigre est toujours d'un grand avantage pour une fabrication quelque peu importante, et à ce point de vue nous désirons fort que cet appareil si utile devienne en faveur auprès des vinaigriers.

On peut en trouver un très utile emploi non seulement pour le nettoyage et l'apprêt d'un appareil neuf comme nous venons de le dire, mais encore pour le nettoyage des appareils ayant longtemps fonctionné normalement et qui cessent tout à coup leur service, sans cause apparente. Cela se produit toujours par suite d'un désordre dans la réaction, ou l'encombrement des orifices et de la masse poreuse par le mycélium.

Il n'y a qu'une ressource dans cette circonstance : arrêter immédiatement l'appareil, le vider de liquide, puis des copeaux et des faux-fonds démontables, le lessiver de fond en comble, et le remplir de nouveau avec des copeaux neufs. Le lessivage doit toujours, dans ce cas, être fait à l'eau chaude qui tue les ferments, car ces accidents de fabrications sont toujours dus à l'envahissement par des colonies de ferments étrangers, et au mycélium gélatineux, qui est une forme dangereuse du mycoderma; et tous les individus des espèces étrangères, comme d'ailleurs le ferment acétique lui-même qui est généralement devenu trop vieux et trop atténué dans ce cas, doivent être détruits totalement si l'on veut que l'appareil bientôt rentré en fabrication ne subissent pas au bout de quelque temps de nouvelles perturbations et interruptions de travail.

Le travail de démontage et remontage d'un appareil est des plus pénibles; il demande beaucoup de temps. Si l'on possède un générateur de vapeur on évite tout ce désagrément dans la plupart des cas en y envoyant pendant trois quarts d'heure ou une heure de la vapeur sous pression qui le nettoie mieux que tout autre procédé, et détruit radicalement tous les germes étrangers et le

mauvais ferment. L'appareil est ensuite dans l'état de neuf pour ainsi dire. On le répare s'il y a lieu et avant de le remettre en travail on l'acidifie. Nous allons expliquer le sens de ce terme.

L'acidification est une opération qui se pratique aussi bien sur l'appareil neuf que l'on veut mettre en travail que sur l'appareil nettoyé et remis à neuf. Dans les deux cas elle se passe de même et consiste à faire passer pendant quelque temps dans l'appareil en guise de moût, un vinaigre obtenu antérieurement, choisi parmi les meilleurs pour ce rôle. Le but de l'acidification est double. C'est d'abord pour l'appareil neuf de parfaire l'opération du lessivage en enlevant définitivement les dernières traces de substances extractives du bois neuf que l'eau bouillante n'a pas pu dissoudre, mais que le vinaigre fabriqué dans l'appareil neuf dissoudrait, en acquérant un goût détestable. C'est en deuxième lieu d'introduire au sein de l'édifice poreux des individus de ferment acétique qui s'y multiplieront et seront les agents de l'acétification ultérieure. Comme la qualité du vinaigre dépend de la nature du ferment on comprend aisément qu'on fasse toujours choix de vinaigre excellent pour cette opération de l'acédification, qu'un bactériologiste qualifierait d'ensemencement.

Beaucoup de fabricants, on pourrait dire la presque totalité, font subir au vinaigre d'acédification l'opération de l'ébullition avant de l'employer. C'est un reste de la routine d'autrefois. Ils prétendent rendre leur vinaigre plus mordant et meilleur par ce traitement. C'est une erreur : L'ébullition n'a pour effet que de tuer le ferment acétique de bonne qualité par hypothèse, qui y préexiste, et d'affaiblir la force du vinaigre par le départ d'un peu d'acide acétique dans la vapeur. Après le refroidissement, de nouveaux germes se développent dans le vinaigre bouilli; ceux-là sont quelconques, bons ou mauvais; et dans cette incertitude on conçoit qu'il est fâcheux de s'en servir pour ensemencer un appareil. Ces considérations n'empêchent pas bon nombre de fabricants d'être d'actifs « bouilleurs de vinaigre », comme les appellent les Allemands. C'est fort regrettable et il serait à désirer que dans les anciennes installations, comme dans les nouvelles créées ou à venir, l'on modifiat comme suit la pratique de l'ébullition. Nous disons « modifier » à dessein et non pas supprimer, car le chauffage modéré du vinaigre peut avoir certains avantages.

On sait que le ferment acétique peut résister à

une chaleur humide de 60 à 62° centigrades. D'autres espèces de ferments nuisibles ne résistent pas, même à des températures inférieures. En ayant soin de ne chauffer le vinaigre qu'à la température de 50, au plus 55° c. on réalise donc une véritable sélection, et, au lieu de le détériorer, on améliore son vinaigre. Nous conseillons donc non pas de supprimer le chauffage du vinaigre, mais de le modifier dans ce sens.

Au point de vue mécanique l'opération de l'acidification se borne à faire passer pendant quelques jours, si l'appàreil est neuf, quelques heures s'il a déjà travaillé, du vinaigre encore légèrement chaud. On s'arrête au moment où le vinaigre coulant au bas ne présente plus aucun arrière mauvais goût.

L'appareil est alors entièrement prêt à la fabrication; il est monté, lessivé, ensemencé, trois opérations correspondant à trois phases distinctes, comme on a pu voir. On commence à y faire couler lentement du moût de vinaigre qui s'acidifie d'abord très légèrement, puis la chaleur dégagée par cette première réaction aidant, l'action oxydante devient plus intense, et on augmente graduellement la quantité de moût pour arriver en quelques jours à une production continue, intense en même temps que normale.

(A suivre).

LA CHIMIE INDUSTRIELLE EN CHINE

(Suite).

Les salines de la Chine.

Lors d'une récente séance de la Society of Arts, John Nisbet (27 janv. 99) a mis en évidence les richesses minérales de la province de Junnan, contrée minière par excellence. La province renferme des gisements de cuivre, d'étain, de plomb argentifère, ainsi que les minerais de fer qui se trouvent un peu partout. Le cuivre y existe sous les diverses formes et même à l'état natif. Il y a en outre des minerais de zinc, des gisements de cuivre et de minerais aurifères. Le plomb s'y trouve non seulement à l'état de galène, mais aussi sous forme de divers sels utilisés pour la peinture en porcelaine qui, chez les Chinois, est portée à un degré de perfection qui n'a été égalé en Europe que dans les temps modernes, en particulier en ce qui concerne les couleurs vives. Quelques semaines auparavant, M. Archibald Little

avait traité à la même Société des productions de la zone des Jangtse Kiang. Ce qui semble néanmoins ressortir de l'ensemble des séances et discussions de la Society of Arts et de l'Imperial-Institute, c'est qu'il se passera du temps avant que le commerce de la Chine avec le dehors, en particulier avec l'Europe, n'atteigne l'importance du mouvement intérieur, attendu que les diverses provinces de la Chine se suppléent l'une à l'autre et ont un genre spécial d'activité que nous ne pouvons apprécier.

La Chine est si étendue, qu'il serait vraiment extraordinaire que toutes les substances du règne minéral ne s'y trouvent pas. Dans le Junnan des sondages révèlent dans les profondeurs des bancs épais de sel gemme, des sources salines, ainsi que des gaz carburés jaillissant en bien des endroits. - Si la science des ingénieurs européens a dépassé celle des Chinois modernes, il n'en est pas moins vrai qu'il y a 17 siècles, alors que l'Europe était à un état de barbarie relative, les Chinois savaient faire des sondages de 500 m. à 1.250 m. (?) de profondeur. Leurs procédés sont plus ou moins rudimentaires : des tubes et des échelles en bambou remplacent chez eux les machines compliquées d'Europe. - Dans la province de Szechnen le forage est effectué à l'aide d'une barre de fer terminée en pointe d'environ 4 m. 20 de longueur. Cette barre de fer est assemblée à une corde de bambou. Le tout est soulevé par un certain nombre d'hommes qui sautent à l'extrémité d'un levier auquel la corde est attachée. Les hommes lâchant le levier, la barrere descend. Cette opération est facilitée par un contrepoids, attaché à l'une des extrémités du levier et réglé proportionnellement à la profondeur, On comprend qu'avec un tel système l'avancement soit fort modéré. Un demi-mètre par jour est considéré comme très satisfaisant et c'est surtout pour l'accroissement de profondeur que l'avancement est lent, d'autant plus qu'avec des moyens aussi primitifs la rupture des barres se produit parfois. Il faut bien 50 ans pour creuser un puits de profondeur movenne.

Au début l'on ne sait pas si ce sont des eaux salées ou des gaz inflammables qui s'échapperont. Généralement c'est entre 200 et 300 m. que les forages traversent les couches salines, un peu plus bas on obtient du pétrole.

L'eau salée est soulevée dans de longs tubes en bambou, à fond muni d'une soupape de cuir, et par l'intermédiaire d'une corde de bambou qui passe sur une poulie fixée au sommet d'une construction en bois. Les cordes en bambou s'usent néanmoins fort rapidement et demandent à être remplacées tous les 10 jours.

Le tube de bambou n'a pas plus de 7 cm. 62 de diamètre, mais a parfois de 18 à 30 m de hauteur qui est généralement proportionnelle à celle de la construction en bois de l'orifice. La corde qui passe sur une poulie fixée au sommet de la construction passe également sur une poulie de renvoi à proximité et au-dessus du niveau du sol et est enroulée sur un tambour qui est mis en mouvement par 3 à 4 buffles.

Pour un puits d'une profondeur moyenne, il faut au moins une vingtaine de minutes pour soulever une charge d'eau salée. Lorsqu'elle arrive au jour on donne un mouvement de torsion à la corde et on retire la soupape de manière à rejeter l'eau dans les bassins d'évaporation. La concentration de l'eau salée augmente avec la profondeur. La meilleure est d'un gris noir. Tout comme les pétroles, les sources d'eau salée ont une odeur fort désagréable due fort probablement à des carbures d'hydrogène gazeux.

L'emploi des buffles est certes primitif, car leur travail est bien intermittent et ils ne peuvent guère supporter la galopade. L'eau salée du réservoir est amenée par des canalisations en bambous dans de petits bassins, puis aux chaudières d'évaporation. Ces dernières ont de 1 m. 50 à 1 m. 80 de diamètre, elles sont en fer et manufacturées à Kiang-Tsing à peu de distance de Chungking. Le sel est obtenu sous différentes formes.

Dans la province de Szechmen il y a bien 40 districts qui le manufacturent. La production passe pour être de 150.000 t. Le prix du sel est d'environ 0 fr. 150 le kgr., mais il faut y ajouter la taxe du gouvernement qui est d'environ 0 fr. 05, ce qui fait un total de 0 fr. 20. Ceci est le prix aux mines, mais il augmente sensiblement à une certaine distance. non pas seulement par le transport, mais par les nombreuses taxes locales prélevées de station en station. Des gisement salins analogues se trouvent dans l'Yunnan, le Kansuh et le Shansi. Dans les forages des puits de sel, il y a parfois des gaz inflammables qui s'échappent avec violence. Des tubes de bambous recouverts d'argile sont disposés à l'orifice d'échappement des gaz et ces tuyaux se ramifient au dessous des chaudières d'évaporation, où l'on allume les gaz et où l'on utilise la chaleur pour produire la cristallisation du sel. Il est certain qu'avec l'introduction des procédés européens la production pourrait être décuplée. mais cela ne se fera pas du jour au lendemain. C'est ainsi que des propriétaires de mines voulurent introduire des pompes en vue de diminuer le prix de la main-d'œuvre pour l'élévation de l'eau salée, mais ils fureut chassés du pays. Actuellement la plupart des mines appartiennent à de puissantes corporations, tandis que les ouvriers des salines sont très pauvres.

Dans la zône orientale le sel s'obtient plus aisément par l'évaporation de l'eau de mer.

Sur la côte du Chilhi l'eau salée est amenée dans les réservoirs par des pompes actionnées par des moulins à vent. Cette eau est concentrée et cristalline tout comme dans les pays au bord de la Méditerranée. Dans la plaine de Hoang-ho des marais salais s'étendent au bord du fleuve. La terre jaune est imprégnée de sel. Avec soin et patience, les habitants lavent cette terre et font évaporer l'eau de lavage dans des compartiments de marais disposés comme ceux du bord de la mer. Mais en général, on achève la cristallisation par la chaleur artificielle. Dans la partie sud-ouest de la province de Thansi il y a des marais salants fort importants. Les terrains environnants sont formés d'un argile dure remplis de cristaux de gypse. On y creuse des trous au fond desquels s'amasse l'eau salée.

EUG. ACKERMANN.

INFLUENCE DE L'ARSENIC

Sur les propriétés mécaniques de l'acier

Par M. J. MARCHAL.

Plusieurs expérimentateurs ont recherché l'influence que pouvait avoir l'arsenic sur les propriétés mécaniques de l'acier. Mais les résultats qu'ils ont obtenus sont loin d'être concordants, et la divergence des opinions qu'ils ont émises ont engagé M. Marchal, chimiste métallurgiste à Hautmont à en reprendre l'étude.

C'est le résultat de ses recherches personnelles qu'il a présenté à la Société d'encouragement pour l'industrie nationale que nous consignons ici parce qu'elles présentent un réel intérêt et qu'elles sont appelées à élucider un point des plus délicats de l'industrie métallurgique.

Les expériences ont porté sur l'acier Martin, obtenu sur sole basique et c'est surtout à déterminer qu'elle était, au point de vue de la soudabilité, l'influence de l'arsenic sur cette sorte d'acier que s'est attaché M. Marchal. Ses expériences ont été soigneusement dirigées et il s'est assuré le concours d'un forgeron habile dont il a d'ailleurs contrôlé la capacité en lui présentant six morceaux de rond en acier provenant de la même barre.

Après soudure, les éprouvettes ont été soumises à des essais de traction qui ont donné les résultats suivants :

B	lésistance par millim. carré	Allongement p. 100	
1	42 k. 2	17.5	
2	42 k. 0	17.0	
3	41 k. 8	18.5	
Acier non soudé	41 k. 8	26.5	

Les trois éprouvettes ont cassé en dehors de la soudure, prouvant ainsi que celle-ci était bien faite.

Voici, d'autre part, comment il a été opéré pour la production d'aciers arsenicaux sur lesquels les essais ont porté :

Au moment de la coulée du four Martin, on plaçait, au milieu des lingotières disposées pour le recevoir, deux petites lingotières jaugeant environ six kilos de métal, dans lesquelles ont coulait également de l'acier.

Dans l'une des deux petites lingotières, on jetait pendant la coulée, au moyen d'un tube en verre, une quantité pesée d'arsenic correspondant à la teneur en arsenic qu'on désirait introduire dans le lingot.

L'autre lingot, composé d'acier naturel, était soumis aux mêmes essais que celui chargé d'arsenic pour servir de point de comparaison

La perte d'arsenic par volatilisation était însignifiante, car il était de suite englobé dans le métal, et grâce à l'affinité de ces deux corps à cette température, la presque totalité de l'arsenic passait dans l'acier et se mélangeait d'une façon bien homogène.

D'ailleurs, des analyses faites sur des prises d'essai provenant de différents endroits des lingots chargés d'arsenic, au pied, au centre, à la tête, n'ont pas donné de différences sensibles en teneur en arsenic.

Lorsque de fortes doses d'arsenic ont été ajoutées, les lingots obtenus ont été sectionnés en deux parties sur la longueur et on a constaté à la loupe que le métal présentait une surface bien homogène sans trace d'arsenic libre.

Après refroidissement, les lingots ont été réchauffés et laminés sous forme de rond de 17 millimètres de diamètre pour servir aux essais de traction, de filage, etc.

C'est sur une partie de ces barres que les analyses ont été faites par M. Marchal qui a abandonné, pour ces aciers, à cause de la présence de l'arsenic, les méthodes volumétriques ainsi que celles colorimétriques et s'en est tenu exclusivement aux procédés pondéraux.

L'acide carbonique a été dosé directement par attaque du métal au moyen d'un mélange d'acides sulfurique, chromique, etc..., dans l'appareil modifié de Van Reis; l'acide carbonique provenant de la combustion du carbone a été reçu dans des tubes en U renfermant des réactifs appropriés et préalablement pesés.

Le phosphore, d'abord précipité sous forme de phospho-molybdate-d'ammoniaque, après séparation de l'arsenic à l'état de sulfure et du silicium à l'état de silice, a été redissous par l'ammoniaque, puis reprécipité par la mixture magnésienne et pesé à l'état de pyro-phosphate de magnésie.

Le silicium a été obtenu à l'état de SiO²; le manganèse précipité par le brome de sa solution provenant de la séparation du fer, a été recueilli à l'état de MnO² et pesé à l'état de Mn³O⁴ après calcination.

Le soufre séparé à l'état d'H²S au moyen d'HCl attaquant le métal. L'hydrogène sulfuré est oxydé et transformé en sulfate d'ammoniaque en passant dans une solution ammoniacale d'eau oxygénée : Celle-ci étant ensuite complètement détruite, le soufre est précipité et pesé à l'état de sulfate de baryte.

Pour le dosage de l'arsenic, l'acier est oxydé par l'acide chlorhydrique concentré additionné de chlorate de potassium, puis évaporé à siccité après dissolution complète. Après avoir traité le résidu par HCl concentré, on ajoute du sulfate double de fer et d'ammoniaque pour transformer l'arsenic en trichlorure d'arsenic volatil, que l'on distille et reçoit dans l'eau froide où il se dissout.

On précipite par l'hydrogène sulfuré l'arsenic à l'état de trisulfure d'arsenic. Celui-ci est redissous par l'acide azotique fumant, la solution est rendue ammoniacale et l'arsenic est précipité par la mixture magnésienne sous forme d'arséniate ammoniacomagnésien, que l'on filtre, lave, sèche, calcine et pesé à l'état de de pyroarséniate de magnésie qui contient 0,484 d'arsenic.

Des expériences comparatives entre l'acier normal et l'acier arsénical entreprises par M. Marchal, il résulte les observations pratiques suivantes, relatives aux propriétés mécaniques de ce dernier:

Soudabilité. — L'influence de l'arsenic sur la soudabilité de l'acier s'est fait sentir d'une façon appréciable à partir de 0,2 0/0. Dépassé cette teneur, le forgeron a dû faire usage d'un fondant composé de borax, sel ammoniac, etc. Dans ces conditions, il a pu souder la barrette d'acier qui renfermait 1,20 0/0 d'arsenic; mais il a été complètement impossible de souder celle à 2,75 0/0: elle s'est comportée à la forge comme de la fonte.

Résistance à la traction. — Au fur et à mesure que la proportion d'arsenic augmentait dans le métal, on constatait une augmentation de résistance et une diminution dans l'allongement, à peu près dans le même rapport. Cela n'a plus eu lieu lorsque la teneur a dépassé une certaine limite, l'acier a cassé comme de la fonte sous une charge relativement faible.

Probablement l'arsenic comme l'aluminium met une partie du carbone en liberté sous forme de graphite, c'est du moins ce que la texture de cet acier semble indiquer.

Fragilité. — Celle-ci croissait assez vite à mesure que la dose d'arsenie augmentait, sans cependant atteindre le degré de fragilité généralement admis par différents expérimentateurs.

Un rond d'acier de 17 millim, de diamètre, renfermant 1,20 0/0 d'arsenic a plié avec un angle de 90° sous choc répété d'une masse de 10 kilog. Le même acier a plié doublement à bloc sous le pilon en présentant seulement une petite crique.

Malléabilité à chaud. — Elle n'est guère influencée par la présence de l'arsenic.

Conclusion. — D'après ces résultats et en tenant compte de la faible proportion d'arsenic que l'on rencontre généralement dans les minerais, on peut dire que l'arsenic n'empêche pas le travail métallurgique du fer, surtout si le produit est obtenu par fusion.

Quant aux différences de résultats obtenus jusqu'à présent en ce qui concerne l'influence de l'arsenic, M. Marchal pense devoir les attribuer à la plus ou moins grande quantité d'impuretés que renfermaient les aciers sur lesquels on a expérimenté; l'arsenic, de même que la plupart des corps que l'on rencontre accidentellement dans l'acier, aggraverait les défauts de ces aciers.

CONGRÈS DE CHIMIE DE VIENNE

Emploi de l'acide nitrique dans la fabrication de l'acide sulfurique

Par M. A. CLÉMENT, de Copenhague.

Pendant longtemps on a employé dans la fabrication de l'acide sulfurique, des chambres de plomb de très grande capacité. Mais depuis l'introduction des tours à plateaux, des tuyaux de plomb verticaux et autres dispositifs nouveaux l'espace des chambres a été en diminuant de plus en plus.

Par l'emploi d'une tour de Glover la production d'un système donné se trouve déjà considérablement augmentée: il semble conséquemment rationnel d'employer un semblable dispositif entre chaque chambre et la suivante. Une tour à plateaux construite en 1894, pour un système de chambre établi, m'a donné, sans aucune augmentation de la production des tours, et je cite ce fait à titre d'exemple, une économie de environ 15 0/0 de salpêtre.

Pour faire une comparaison valable et indiscutable, il serait nécessaire d'opérer avec l'ancien et le nouveau système dans des conditions identiques : on obtiendrait ainsi des chiffres ayant une véritable valeur comparative, tandis que toutes les données de ce genre qui trainent dans les divers travaux manquent au moins d'homogénéité.

La quantité de production d'acide pour un appareil donné et dépendante de la construction des fours et de leur rendement, tandis que la consommation de produits de nitreux ou de salpêtre, lorsque le Gay-Lussac fonctionne est subordonnée à la grandeur des chambres et à leur dispositions respectives. Ordinairement, la quantité de salpêtre utilisée varie beaucoup avec la température de réaction, et est fort difficile à apprécier-

Hurter a établi que la capacité des chambres devait être dans un certain rapport avec la quantité de vapeur d'eau et de produit nitreux en circulation. Comme la perte de salpêtre est à peu près proportionnelle à la quantité en circulation et qu'elle est beaucoup plus faible et facile à contrôler que la quantité mise en réaction, il serait possible, au moyen d'un journal de notes et d'observations journalières, poursuivi pendant un an dans une fabrique assez importante, d'arriver à des constatations intéressantes à ce sujet, comme cela est dans la communication suivante de l'usine de Kastrup.

A l'usine de Kastrup trois systèmes de chambres de plomb sont établis. La tour carrée de Glower a 7 m. de haut et 2 m. 20 de côté, les chambres ont respectivement 1730, 856 et 831 mètres cubes de capacité et la tour de Gay-Lussac 7 m. 50 de haut.

La consommation des chambres (tours non-comprises) a varié dans le cours de 45 années, entre 0.54 et 0.70 kg.de soufre par centimètre cube (= a) tandis que la consommation en salpêtre (= b) a varié entre 0k600 et 1 k. d'acide nitrique à 36° B par 100 kilogrammes d'acide sulfurique à 50° B produit.

L'expression b : a², se nontrait beaucoup plus constante. Actuellement elle a descendu à seulement 2,45 à 2,02 en moyenne 2,40. Ces nombres sont calculés d'après les moyennes d'années entières d'observations, c'est-à-dire dans des conditions de températures jamais uniformes.

Il semble que la quantité d'acide nitrique employé par an, et le carré du soufre transformé en acide sulfurique à 50° B forment une expression qui peutêtre est le meilleur terme de comparaison à employer pour juger de la valeur comparative de divers systèmes, et qu'on peut en déduire pour chacun un coefficient, qui pourrait servir de terme.

Cela est ainsi, ce qui suit l'établit pendant deux années: les deux deuxièmes chambres furent séparée et la première fut reliée à la troisième par un tuyau de 20 m. de long d'une capacité de 7 mètres cubes. Ce système modifié donna des résultats suivants:

1889.

a - 0k69 soufre par c.c.

b — 0 81 acide nitrique à 36° B par 400 k. So⁴H³ à 50° B.

ainsi b: a = 1 17; b: $a^2 = 1.70$.

1890.

a - 0k66 soufre par c.c.

b — 0 73 Ac. nitrique à 36° B par 400 k. So 4 H 2 à 50° B.

 $b: a = 1 \ 11; b: a^2 = 1.68.$

La diminution du coefficient b : a² = 1.69 montre l'avantage de cette disposition, de beaucoup préférable à celle de ses appareils à trois chambres.

Note pour préciser quelles sont les constantes et les indices que doivent présenter les matières pour les industries des graisses et des huiles minérales.

Dr J. KLIMONT, de Vienne, Autriche.

Le fait que, dans les industries des graisses et des huiles minérales, de très diverses méthodes employées soit à l'identification, soit à l'appréciation des matières examinées rend très difficiles pour les chimistes l'accomplissement des travaux et des appréciations qu'ils sont appelés à faire, et appelle à ce sujet l'attention des intéressés, pour éviter les confusions et les erreurs qui ne manquent pas de se produire.

En conséquence il est nécessaire :

- 1º D'établir une méthode unique et unitaire;
- 2º De préciser les constantes et les différents indices

La première condition est certes fort difficile à réaliser, mais pour le second point, il n'en est pas de même. C'est ce que je viens faire connaître. J'ose espérer que les chiffres que je communique ci-dessous, et les dispositions seront adoptés, et qu'ils deviendront les seuls employés, exclusivement, leur valeur et leur signification étant une fois pour toutes établies.

Constantes physiques.

- 4. Les données relatives à la température seront toujours exprimées en degrés du thermomètre centigrade.
- 2º Le phénomène de passage de l'état solide à l'état liquide fera l'objet de deux observations :
 - a) Point de fusion;
 - b) Température de fusion.
- a) Le point de fusion ne sera pris en considération que pour les substances qui sont des individus chimiques et les mélanges de carbures tels que les acides gras et leurs homologues qui n'en diffèrent que par quelques atomes de carbone. Il doit est fixé dans un seul degré.
- b) La température de fusion au contraire comprend l'intervalle de degrés existant entre le commencement de la fusion d'une substance et sa liquéfaction achevée.
- 1130 Le phénomène du passage de l'état liquide à l'état solide sera désigné par le point de solidification. Il se trouve précisé par la constance de la température pendant la solidification.
- 4º Le phénomène du passage de l'état liquide à l'état solide sera désigné sous le nom d'ébullition. Le point d'ébullition n'existe que pour les individus chimiques et doit être fixé dans un seul degré.

Pour les mélanges au contraire, on doit noter le commencement de l'ébullition et la fin de l'ébullition. Le commencement de l'ébullition est fixé par la température existant au moment où coule la première goute dans le réfrigérant, dans le ballon normal de d'Engler. La fin de l'ébullition est déterminée par la température existant au moment où coule la dernière goute de liquide, dans le goulot du ballon d'ébullition. Si l'on n'attend pas ce point, ou s'il n'est pas possible d'y arriver à cause de la décomposition du liquide, on doit indiquer dans le résultat : ébullition interrompue à n degrés centigrades.

5º La constante dénommée « Point de flamme » ne saurait être précisée dans l'état actuel.

6º Le point d'inflammation d'un liquide est la température à laquelle il s'enflamme lorsqu'on approche une flamme à 1/2 centimètre de sa surface.

7º La viscosité spécifique est la constante résultant de la comparaison du temps que met un liquide à passer, sous un certain volume à travers un orifice étroit donné, avec le temps que met un même volume d'eau pour traverser le même orifice, à la même température. Comme appareil, c'est celui d'Engler qui est préférable. Cette définition doit exclure toutes les autres qui peuvent prendre comme termes de comparaison des huiles diverses. navette, olives, etc. La viscosité doit servir comme une importante caractéristique des huiles d'antifrictions. Il est indispensable avant tout d'être toujours d'accord sur la température à laquelle doit s'effectuer l'essai. Il est proposé que dans toutes les opérations de viscosimétrie on opère, pour les huiles de machines à 50° centigrades et à 100° c. et pour les huiles de cylindres à 100° et à 150° c. Les dosages à toutes les autres températures que celles indiquées seront considérés nuls et non avenus.

Constantes chimiques ou indices.

1º Acides gras libres. — On emploie pour la mesure des acides gras libres les indices d'acidité de Burnstyn et le degré de rancidité, ainsi que le calcul en p. 0/0 d'anhydride sulfurique, ou en p. 0/0 d'acide oléïque libre. On emploiera à l'avenir comme indice exclusif, sous le nom de « indice d'acidité », le nombre de milligrammes de potasse hydratée nécessaire pour la saturation des acides de 1 gramme de matière.

2º Quantité de glycérides existant dans une graisse. — La mesure de la quantité de glycéride existant dans une graisse est dénommée indice d'éthers, et doit être exprimée en nombre de milligrammes d'hydrate de potasse nécessaire pour la saponification des glycérides contenus dans 1 gr. de graisse.

3º Acides gras totaux. — La mesure des acides gras contenus dans une graisse est dénommée indice de saponification, et doit être exprimée en nombre de milligrammes d'hydrate de potasse, nécessaire pour la saturation des acides gras libres et combinés contenus dans 1 gr. d'une graisse.

4º Acides gras volatils. — On emploiera exclusivement la méthode de Reichert-Meissl.

5º L'indice de Hehner et

6º L'indice d'acétyle sont par eux-mêmes déjà exactement définis.

7º Acides gras non saturés. — Pour la mesure de cette constante seul doit être employé l'indice d'iode de Hübl. Le brome ne donne pas de résultats comparatifs exacts.

BIBLIOGRAPHIE

Traité d'analyse chimique quantitative par électrolyse, par J. RIBAN, professeur chargé du cours d'analyse chimique et maître de conférences à la Faculté des sciences de l'Université de Paris. — 1 volume grand in-8 avec 96 figures dans le texte, 9 fr.

Chaque jour voit s'agrandir le champ d'action industriel de l'électricité. Il en est de même dans le domaine de la science analytique, qui tend de plus en plus à substituer aux anciennes méthodes, des méthodes nouvelles de dosages basées sur l'électrolyse. Mais une grande confusion régnait encore dans cette partie de l'analyse chimique. Parmi le grand nombre de procédés proposés, il en est certes d'excellents, mais aussi d'autres qui ne sont pas recommandables. Il fallait l'expérience et l'autorité d'un praticien pour écrire un traité d'analyse chimique quantitative par l'électrolyse : M. Riban était très désigné pour cela. — Il s'est proposé, non seulement d'initier le lecteur à l'analyse chimique électrolytique, mais encore de lui servir de guide pratique dans ses applications journalières.

Il y a environ un quart de siècle que Gibbs et Luckow, attirèrent l'attention des analystes sur le mode d'emploi de la force électrique appliquée au dosage des métaux. M. Lecoq de Boisbaudran, et surtout M. Riche étudièrent ensuite la question. Dans un mémoire très minutieux et très important présenté en 4878, M. Riche étudia les dosages électrolytiques des métaux, tels que le plomb, le nickel, le cobalt, le zinc, le manganèse. Bientôt les méthodes devinrent d'application courante dans quelques laboratoires. Les travaux de Classen et son livre traduit de l'allemand par M. C. Blas, donnèrent un nouvel essor à cette branche de la chimie analytique.

L'expérience a montré depuis les avantages de ces méthodes qui, dans presque tous les cas, conduisent à des résultats d'une sûreté et d'une exactitude exceptionnelles, aussi elles jouissent de plus en plus de la faveur des chimistes analystes, et leur emploi déjà très étendu va se généralisant chaque jour davantage.

L'ouvrage de M. Riban, divisé en quatre parties, débute par des notions préliminaires de physique, spécialement afférentes au sujet, et indispensables au chimiste qui aborde l'étude et la pratique de ce genre d'analyse quantitative. - Sous une forme à la fois précise et élémentaire, ces notions générales sont à la portée de tous.

Dans la deuxième partie, l'auteur aborde le dosage individuel de chaque métal; dans le troisième, la séparation des métaux; enfin, la quatrième partie, bien étudiée et très utile, est un recueil d'exemples et de marches à suivre détaillées pour les analyses de produits industriels assez courants et des minerais. Cette quatrième partie rendra sûrement de grands services, après l'étude consciencieuse des trois précédentes.

Des tableaux numériques complètent l'ouvrage.

On peut dire de ce livre qu'il est le complément indispensable de tous les traités de chimie analytique, car le jour n'est peut-être pas bien éloigné, où là, comme dans l'industrie chimique, la locomotion, la force motrice, l'éclairage, etc., l'électricité aura définitivement conquis sa place.

Manuel de pasteurisation des vins et traitement de leurs maladies, par Frantz MALVEZIN, avec une préface de G. Jacquemin, et un biographie de Louis Pasteur, par Théophile Malvezin. 98 fig. et 11 planches en couleurs hors texte. — B. Tignol, édit., 53 bis, quai des Grands-Augustins, 7 fr. 50.

Le vin abandonné à lui-même après les opérations de la fabrication et les soutirages quelques mois après, n'est pas d'une conservation assurée. C'est une vérité bien connue des viticulteurs, et que bien des consommateurs aussi ont constatée à leurs dépens. Cette instabilité, cette tendance aux maladies ne provient pas, en général, d'un manque d'équilibre chimique de ses principes, mais de la présence de bactéries et de ferments qui préexistaient sur les grappes à maturité et qui ont passé dans le moût au pressoir, puis dans le vin. Ayant survécu, grâce à leur nombre initial et aussi à l'étonnante résistance dont ces infiniments petits sont doués, ils peuvent non seulement troubler l'existence du vin, mais encore le rendre très fréquemment impropre à la consommation. Or, depuis l'invention du vin, et cela remonte fort loin, on a combattu ces maladies par des remèdes tous plus empiriques les uns que les autres.

Combattre une maladie déclarée, c'est évidemment l'effort suprême que doit tenter l'homme, mais ne vaudrait-il pas mieux mille fois préserver le vin de toute altération? C'était un problème à résoudre qui s'est présenté dès longtemps aux hommes de savoir, et pourtant il devait seulement appartenir à Pasteur, après quelques précurseurs auquel il faut rendre justice, d'en indiquer la solution à ses contemporains.

Avec cette magnifique précision scientifique et ce souci des moindres détails qui firent de lui l'expérimentateur par excellence, désigné pour approfondir les plus ardues questions de la nouvelle science qu'il a créée, Pasteur reconnut le premier la nature microbienne des maladies du vin et démontra que le chauffage, en tuant les parasites, assurait la conservation et pouvait déterminer un

certain vieillissement en hâtant les phénomènes qui président à cette action.

Dans son livre, M. F. Malvezin expose les théories de Pasteur, il décrit le passé de cette nouvelle méthode, la pasteurisation des vins, ainsi que les progrès réalisés depuis sa découverte. En outre, il apporte ses propres observations, ses matériaux et le fruit de son expérience en la matière. Auteur de procédés et d'appareils perfectionnés, ayant été aux prises avec les difficultés de ces travaux tous spéciaux qu'il importe, dans l'intèrêt du commerce français de vulgariser parmi nos viticulteurs, M. Malvezin rendra par son livre de signalés services dans cette branche spéciale et si difficile de l'agronomie.

Dans le premier chapitre, l'auteur fait l'historique de la pasteurisation des vins et indique les conditions dans lesquelles cette opération importante doit être pratiquée pour les différents vins :

Quels vins il faut pasteuriser, dans quelles conditions, à quelle époque, etc.

Le chapitre II, très important, définit les différentes maladies auxquels son's sujets les vins, pique, mannite, tourne, graisse, casse, amertume, etc. Les remèdes, dans la mesure du possible, sont indiqués par l'auteur en regard de la maladie.

Puis vient la description des différents appareils employés à la pasteurisation : chapitre précieux à consulter avant l'achat d'un appareil. Chaque système, examiné avec compétence, est l'objet d'un examen critique plein d'intérêt.

En traitant de la pasteurisation en bouteille, il fait connaître un procédé dont il est l'auteur, en même temps que l'appareil employé.

Enfin, dans un dernier chapitre, sont rassemblés différents procédés, comme lé traitement par le froid, l'électricité, le vide qui se rapprochent en quelque sorte de la pasteurisation proprement dite.

Un appendice où sont résumées les dernières découvertes ou communications survenues pendant l'impression, complète cet ouvrage parfaitement ordonné et documenté. Onze planches en couleur, fort bien tirées, des vues microscopiques de vins malades et près de 100 figures dans le texte ornent le livre et parachèvent d'une manière heureuse le travail de M. Malvezin.

Notons spécialement les procédés de pasteurisation en présence de l'oxygène pur, ou de l'acide carbonique surchauffé, ou bien encore le procédé mixte en présence de l'acide carbonique surchauffé et de l'oxygène pur qui appartiennent à M. F. Malvezin. Ils paraissent des plus recommandables et méritent l'attention des savants et de tous ceux qui se soucient de l'industrie vinicole, une de nos richesses nationales. Ils pourront décupler la somme des services rendus par la pasteurisation, et c'est là le plus bel éloge qu'on puisse en faire.

Augmenter notre sécurité au sujet de l'existence du vin qui vient de naître de la fermentation et faciliter la pratique du chauffage, qui en assure la conservation pour ainsi dire indéfinie, n'est-ce pas donner à la viticulture française, pour un temps au moins, une supériorité incontestable sur ses rivales, supériorité dont elle ne manquera pas de profiter parce qu'elle est intelligente et qu'elle a compris maintenant que dans cet art vinicole, comme partout aujourd'hui l'avenir est aux nouveaux procédés, au progrès, à l'alliance de la pratique s'appuyant sur la théorie et la science.

L'Industrie du goudron de houille, par George-F.

JAUBERT, docteur ès sciences, ancien préparateur de chimie à l'Ecole polytechnique. — Petit in-8 (Encyclopédie scientifique des Aide-Mémoire).

L'étude du goudron de houille forme aujourd'hui un ensemble considérable et occupe une grande place dans la chimie organique; aussi l'ouvrage que M. George-F. Jaubert consacre à l'industrie du goudron a-t-il une place tout indiquée dans la collection des Aide-Mémoire.

Cette étude résume d'une manière complète les industries si complexes de la distillation du goudron de houille ainsi que la préparation des produits purs qui en dérivent : benzène, naphtalène, anthracène, etc.

BREVETS D'INVENTION

ANALYSE ET SOMMAIRES DES BREVETS D'INVENTION LES PLUS RÉCEMMENT DÉLIVRÉS

282 937 — 11 novembre 1898 — Compagnie parisienne de couleurs d'aniline. — Procédé pour la fabrication d'oxyanthraquinones et d'acides oxyanthraquinonessulfoniques.

EXEMPLE I. — 15 kg. d'anthraquinonemonosulfonate de soude sont chauffés, pendant 24 à 30 heures, à 170° C., dans un vase fermé, en remuant avec 10 kg. de chaux vive, préalablement éteinte et délayée par 120 litres d'eau. La fusion, de couleur chocolat, est introduite ensuite dans environ 300 litres d'eau, chauffée à l'ébullition et précipitée avec de l'acide chlorhydrique.

La m-oxyanthraquinone se sépare alors sous forme d'une pâte d'un vert clair.

Exemple II. — 15 kg. d'a-anthraquinonedisulfonate de soude sont chauffés sous pression, pendant 24 à 30 heures, de 170 à 180° C., avec 15 kg. de chaux vive, préalablement éteinte et délayée par 120 litres d'eau. La fusion, de couleur rouge-brun, est introduite dans environ 300-400 litres d'eau, chauffée à l'ébullition et précipitée par de l'acide chlorhydrique. L'acide anthraflavinique se sépare alors sous forme d'une pâte d'un jaune clair.

Exemple III. — 10 kg. d'α-anthraquinonedisulfonate de soude sont chauffés sous pression, pendant 8 à 10 heures, à 160° C., avec 4 kg. de chaux vive, préalablement éteinte et délayée par 80 litres d'eau. La fusion est finement divisée dans environ 80 litres d'eau, chauffée à l'ébullition et additionnée de la quantité calculée de carbonate de

soude. Après séparation du carbonate de chaux, on acidifie avec de l'acide chlorhydrique et, après refroidissement, la plus grande partie de l'acide α-oxyanthraquinonesulfonique cristallise sous forme de son sel acide de soude. Le reste est précipité par le sel marin.

L'acide 2-oxyanthraquinone-6-sulfonique forme un sel acide de soude, qui cristallise bien; il se dissout facilement dans l'eau chaude en jaune foncé d'où il cristallise, en se refroidissant, sous forme de verrues.

Il est peu soluble dans l'alcool, insoluble dans l'éther et le benzène. Par addition de carbonate de soude, la couleur de la solution aqueuse vire au brun rougeâtre; par addition de soude caustique, au rouge bordeaux foncé.

De la solution concentrée, le sel neutre est précipité par un excès de soude caustique, sous forme d'une masse cristalline d'un rouge foncé. Par fusion avec de l'hydrate de chaux, l'acide oxyanthraquinonesulfonique se transforme en acide anthraflavinique. Par fusion avec de la soude caustique et du chlorate de potasse, il se forme de la flavopurpurine.

Le β-anthraquinonedisulfonate de soude, traité d'après l'exemple III donne l'acide 2-oxyanthraquinone-7-sulfonique Son sel de soude est facilement soluble dans l'eau chaude en jaune foncé; en refroidissant, il cristallise en verrues d'un jaune rougeâtre.

Le sel neutre est d'un rouge foncé. En le fondant avec de l'hydrate de chaux, il se forme de l'acide isoanthraflavinique, avec de la soude caustique et du chlorate de potasse, de l'anthrapurpurine.

283 092 — 16 novembre 4898 — Compagnie générale d'électricité « Accumulateurs Pulvis ». — Procèdé de fabrication de l'acide stannique.

Ce procédé consiste à prendre de l'étain, préalablement réduit en poudre impalpable, et à le soumettre à l'action directe d'une flamme, soit à introduire cette poudre d'étain métallique, au moyen d'un dispositif convenable, dans un four chauffé à une température suffisante et alimenté d'oxygène.

L'étain se trouvant à l'état moléculaire brûle par suite de la haute température et se combine avec l'oxygène pour se transformer en oxyde d'étain ou acide stannique; il est alors recueilli de la façon connue.

On peut encore simplifier beaucoup l'opération en faisant fondre l'étain dans un récipient convenable d'où il sort à l'état liquide pour traverser un éjecteur qui le divise en particules très fines et le projette soit dans une flamme vive, soit dans un four suffisamment chauffé. L'oxydation se produit alors d'autant plus rapidement que l'étain vient d'être porté à la température de fusion.

283 061 — 15 novembre 1898 — Onimus et Villedieu.
 Produit pour teindre les cheveux et la barbe.

Ce produit est, en principe, composé d'un mélange de paraphénylène-diamine en poudre et d'un oxydant convenable, tel que le bichromate de potasse ou de soude, en poudre également, ou un oxydant quelconque. Les proportions varient suivant la teinte voulue ; elles sont approximativement les suivantes :

Pour le noir : Paraphénylène-diamine...... 20 gr.
Bichromate de potasse ou de soude en poudre..... 5 -

Quand il s'agit d'obtenir une teinte plus claire, on ajoute à ce mélange une certaine quantité de diamidophénol et l'on a :

Pour le châtain :	Paraphénylène-diamine Bichromate de potasse Diamidophénol	10 gr. 5 — 5 —
Pour (Paraphénylène-diamine	2 gr.
le blond	Bichromate de potasse	1 -
rougeatre : (Diamidophénol	10 —
Dana la bland	1 1 auffit de délaver une très faibl	o augn

Pour le blond, il suffit de délayer une très faible quantité de blond rougeatre dans une faible quantité d'eau.

Ces mélanges, une fois broyés, peuvent être livrés à l'état pulvérulent, ou cette poudre peut être comprimée dans des tubes et constituer un crayon. Enfin, il peut être transformé en pâte par l'adjonction de 10 grammes de sulforésinate de soude ou d'ammoniaque.

Quand on emploie le mélange à l'état pulvérulent, on prend de cette poudre qu'on dissout dans une faible quantité d'eau et on teint directement au moyen d'une brosse.

Avant de laver les cheveux, on doit laisser monter la couleur à l'air durant 1/4 d'heure.

282 964 — 12 novembre 1898 — Charles de La Roche. — Perfectionnements apportés à la fabrication de l'essence de térébenthine.

L'appareil est une turbine ordinaire à panier, amovible, actionnée par le bas, soit par un moteur direct monté sur son bâti, soit par la transmission générale.

La turbine toute entière est enfermée dans une cave de forme cylindro-conique, contenant des serpentins de vapeur surchaussée, destinés à maintenir, à l'intérieur de cette cuve, une température de 40 à 50 degrés, afin que la gemme soit assez molle pour se laisser travailler facilement. Dans certains pays, la chaleur solaire est suffisante pour rendre l'emploi des serpentins inutile.

La toile, qui tapisse le fond de la turbine, peut être remplacée par deux toiles de numéros différents, montées de manière à constituer deux paniers concentriques; la première, celle intérieure, sera en toile nº 16 ou 20, et la seconde, en toile nº 25 ou 30; elles seront espacées d'un vide de dix centimètres, de façon que la matière résineuse, tombant dans le premier panier, s'épure grossièrement en traversant la première toile et soit ensuite obligée de traverser la toile extérieure pour s'épurer complètement.

La gemme peut donc être épurée sans l'aide de la chaleur et sans perte par évaporation, comme avec les anciennes méthodes. Elle contient nécessairement toutes ses parties fluides : eau, essence, acide végétaux et les parties cristallisées formées par l'acide sylvique. Les parties liquides qui s'échappent au travers du tissu filtrant passent alors de cette turbine dans une autre turbine à tissu encore plus serré, où elles achèvent d'abandonner toutes les parties solides, pour venir remplir un réservoir où l'essence, les parties aqueuses et un peu de gemme dissoute se trouvent réunies.

Après un repos de quelques heures, toutes ces parties se séparent par ordre de densité: l'eau au fond, l'essence lourde ou chargée de gemme au-dessus, et enfin, l'essence de térébenthine; on peut, si on le désire, décanter ces produits et les enfermer dans des fûts spéciaux; l'eau et les matières aqueuses du fond sont jetées. Il est à remarquer que l'essence recueillie par ce traitement est absolument privée d'eau, ce qui n'arrive jamais, même avec la distillation à feu nu dans les alambics, et que son titre en acidité est de beaucoup moins élevé que celui de l'essence ordinaire.

Les produits ainsi obtenus sont alors soumis aux opérations de distillation dans des alambics de forme quelconque, semblables à ceux utilisés dans l'industrie pour la distillation des essences.

283 154 — 18 novembre 1898 — Emile Kilberg. — Perfectionnements à l'électrolyse de la carnallite.

La décomposition par l'électrolyse de la carnallite, dans le but de retirer les métaux y contenus, exige toujours une action prolongée du courant électrique sur le bain de ce sel double.

Pour travailler avec une dépense de courant moindre sous le rapport du temps, on ajoute, au début de l'opération de la fusion, l'une après l'autre, de petites quantités de fluorure de calcium et de carbonate de calcium; puis, quand la fusion est complète, on ajoute encore du chlorure de sodium. Pendant toute la durée de la fusion et de l'électrolyse, on peut laisser les vapeurs de chlore s'échapper par un éjecteur qui les aspire.

De cette façon, on obtient le résultat voulu avec le tiers de la dépense actuelle de temps et de courant.

283 181 — 19 novembre 1898 — Société Kalle et Cie. — Procédé de préparation d'acide p-diamidodiphénylaminemonocarbonique.

45 kg. du sel de sodium de l'acide chloronitrobenzoïque : Cl, Λ2O², COOH, 1, 4, 6 ;

22 kg. de paraphénylènediamine;

42 kg. de carbonate de soude calcinée, ou une quantité équivalente d'un produit capable d'absorber l'acide chlorhydrique qui se forme, sont dissous dans 500 litres d'eau et cette solution est maintenue bouillante au réfrigérant à reflux pendant 5 heures.

En refroidissant, le sel de soude de l'acide nitro-amidodiphenylaminecarbonique se dépose sous forme de brillantes aiguilles brunes. En l'acidulant, on en sépare l'acide libre sous forme d'un dépôt jaune, assez soluble dans l'eau chaude. 50 kg. de l'acide nitroamidodiphénylaminecarbonique libre sont réduits avec 50 kg. de limaille de fer, 3.000 litres d'eau et 5 kg. d'acide acétique. La réduction terminée, on y ajoute de la soude jusqu'à réaction alcaline suffisamment caractéristique. Puis, on filtre et on acidule soigneusement le produit filtré avec de l'acide chlorhydrique, dans le but de précipiter l'acide diamidocarbonique libre. En ajoutant de nouvelles quantités d'acide chlorhydrique, le tout se redissout en formant le chlorhydrate, qui se précipite à son tour, lorsqu'on ajoute un excès d'acide chlorydrique.

Le nouvel acide diamidodiphénylaminecarbonique est assez facilement soluble dans l'eau chaude; la solution cristallisée se présente sous forme de petites aiguilles; cet acide forme avec les acides minéraux des sels stables; son chlorhydrate est facilement soluble dans l'eau, son sulfate l'est, au contraire, très difficilement.

L'action de l'acide nitreux transforme le nouvel acide carbonique en une combinaison tétrazoïque facilement soluble; mais, on peut également obtenir une combinaison monodiazoïque avec un groupe amidé libre. En vertu de cette propriété de transformation, aussi bien en une combinaison diazoïque qu'en une combinaison tétrazoïque, sous l'action de l'acide nitreux, l'acide paradiamidodiphénylaminecarbonique convient notamment comme produit premier pour la préparation de matières colorantes mono et disazoïques.

283 244 — 22 novembre 1898 — Isaac Lichtentag. — Nouvelle encre à écrire.

Le meilleur moyen d'arriver à la préparation d'une encre au charbon indélébile, consiste à traiter le charbon avec du savon et à le verser ensuite dans l'eau, et non pas à commencer par dissoudre le savon dans l'eau et à ajouter ensuite le charbon.

On obtient les meilleurs résultats en mélangeant intimement le charbon finement divisé (le noir de fumée, ou de lampe, le plus fin) avec un poids égal de savon, arrivant ainsi à munir chaque particule de charbon d'un enduit savonneux; on verse ensuite le charbon ainsi préparé dans de l'eau et on remue fortement le tout; le charbon aura l'air de se dissoudre dans l'eau et la suspension sera aussi parfaite que possible. Les proportions, qui conviennent pour un litre d'eau, sont de 15 gr. de charbon en poudre fine (noir de lampe) et de 15 gr. de savon.

Le produit ainsi fabriqué peut être mis en bouteilles et livré au commerce, de même que les encres ordinaires. Il s'améliore avec le temps et devient bien meilleur après un repos d'un mois ou deux.

283 187 — 19 novembre 1898 — Fahrni. — Procédé de fabrication d'un nouvel explosif.

A un pourcentage déterminé, et toujours le même, de nitrate de potasse et de résine, on ajoute des quantités variables, suivant le besoin, de nitrate d'ammoniaque et de nitroglycérine (5 0/0 minimum de nitroglycérine et 86 0/0 maximum de nitrate d'ammoniaque).

La base de la composition serait, par conséquent, la suivante :

4 parties de nitrate de potasse.

5 - résine.

5 - nitroglycérine (minimum).

86 - nitrate d'ammoniaque (maximum).

A une augmentation de pourcentage de nitroglycérine, correspondrait évidemment une diminution du pourcentage de nitrate d'ammoniaque.

283 303 — 23 novembre 1898 — Mourret et Doublié. — Cristalcamphor.

Voici comment on traite le camphre brut :

1º Dissoudre le camphre brut du commerce dans un récipient qui peut varier de formes, de dimensions et être construit en toute substance utile, suivant les besoins industriels, au moyen d'un liquide dissolvant, qui peut varier suivant les circonstances : alcool, êther, chloroforme, sulfure de carbone, acides minéraux dilués, etc., etc.;

2º Soutirage et tamisage de la solution pour la débarrasser des premières impuretés (au besoin, cette opération peut être supprimée);

3º Filtrage dans des appareils à filtrer, ou de toute autre manière appropriée;

4º Précipitation du camphre à l'aide d'un moyen quelconque;

5º Décantation par un procédé connu, soit par l'inclinaison du récipient ou des robinets placés à diverses hauteurs, ou au moyen d'un siphon;

6º Séchage du camphre, soit à l'air, soit dans une étuve, selon les besoins.

Les auteurs ont donné à ce camphre, le plus pur qu'il soit possible de l'avoir, le nom de cristalcamphor.

283 420 — 26 novembre 1898 — Société R. Wedekind. — Procédé de fabrication du bichromate de soude.

Par ce procédé, on peut obtenir du bichromate de soude exempt d'acide sulfurique. Ce résultat est dû à ce fait que le sulfate de soude est absolument insoluble dans des solutions concentrées de bichromate de soude, du poids spécifique 1.795.

On procède comme suit :

On fait évaporer, sans addition d'acide sulfurique, la solution, obtenue dans les conditions ordinaires, par le lavage de la fonte de chrome ou de la matière grillée, et on pousse l'évaporation jusqu'à ce qu'une partie importante du sel normal se soit séparée à l'état pâteux ou boueux et qu'un échantillon de la solution sirupeuse, qui se trouve au-dessus, se solidifie en refroidissant. C'est ensuite seulement que l'on ajoute à la masse la quantité déterminée d'acide sulfurique, du poids spécifique de 60

à 66°B, de préférence; il se forme alors une lessive ou solution de bichromate de potasse, du poids spécifique 1.795, tandis que la totalité du sulfate, qui est absolument insoluble dans ladite solution, pendant cette concentration, se sépare et est éliminée de la solution en ébullition par une filtration immédiate. On transforme ensuite cette solution en un sel solide, exempt d'acide sulfurique, par une évaporation directe.

283 269 — 22 novembre 1898 — Eugène Turpin. —
Nouvelle poudre alcaline à base de perchlorate
d'ammonium seul ou combiné, avec ou sans
flamme, et à double effet, dite « Pyrodialyte ».

Voici la composition de quelques-unes de ces poudres.

Perchlorate d'ammonium	80
Trinitrocrésylate d'ammonium	10
Perchlorate d'ammonium	60
Trinitrophénate d'ammonium	30
Goudron neutre	10
The second of th	
Perchlorate d'ammonium	40
Chlorate de potassium	40
Trinitrophénate d'ammonium	10
Goudron neutre	10
Perchlorate d'ammonium	30
Azotate d'ammonium	30
Chlorate de potassium	20
Trinitrocrésylate d'ammonium	10
Goudron neutre	10
Perchlorate d'ammonium	50
Nitrate de guanidine	40
Goudron neutre	10
Perchlorate d'ammonium	85
Goudron neutre	15
-	
Perchlorate d'ammonium	75
Trinitrobenzolate d'ammonium	15
Goudron	10
_	
Perchlorate d'ammonium	35
Azotate de potassium	25
Chlorate de potassium	15
Permanganate d'ammonium	5
Trinitrophénate d'ammonium	10
Goudron neutre	10
composés explosifs sont tous à doubl	e effet

Ces composés explosifs sont tous à double effet; ils peuvent être maintenus alcalins par l'addition de 2 à 5 0/0 d'un carbonate d'ammonium, de soude (NaO, CO²) (NaO, 2CO²), etc.

Ils sont rendus sans flamme, pour leur emploi dans les mines grisouteuses en les additionnant de 10 à 30 0/0 de carbonate ou d'oxalate d'ammoniaque, d'acide borique, de bicarbonate de soude, de baryte hydratée, etc.

283 562 — 30 novembre 1898 — Bonnot. — Carbure de calcium pétrolique dit « Le Soleil. »

Voici comment on procède pour obtenir cette sorte de carbure de calcium.

4º La chaux et le charbon sont broyés finement ou pulvérisés, puis mélangés ensemble dans une proportion qui peut varier de 60 parties de chaux à 35 parties de charbon.

2º On dissout 5 parties de savon métallique : oléate, margarate de fer, ou autres, dans 10 parties de pétrole. On porte ce mélange dans le creuset, ou dans le récipient, ou four chauffé au rouge cerise et on le remplit des matières ci-dessus.

A l'aide d'un ventilateur, on chauffe le four à la plus haute température que l'on puisse obtenir; puis, un second foyer, dans l'intérieur du four, est actionné par le calorique du pétrole et dans un espace relativement restreint.

Une température très élevée se produit dans un espace relativement restreint; elle est à peu près égale à celle que l'on peut obtenir dans les fours électriques.

Quand la fusion est complète, que le produit est complètement liquéfié et homogène, on le coule dans une lingotière que l'on recouvre avec une tôle pour éviter le contact de l'air sur le produit. Le carbure de calcium, est ainsi obtenu.

Si on veut lui enlever son odeur, on le peut en mettant une petite quantité d'essence aromatique que l'on mélange quand on dissout le savon métallique avec le pétrole.

Pour le conserver, il est préférable de le mettre dans des boîtes métalliques étanches.

On évite ainsi le délitement qui se produit très rapidement quand le carbure de calcium est au contact de l'air humide.

283 513 — 29 novembre 1898 — Max Marx. — Procédé pour conserver les œufs frais.

On dissout 1/8 de litre de verre soluble et 5 gr. d'alun pulvérisé dans 4 litres d'eau bouillante; on remue bien le mélange et, après refroidissement, on verse le tout sur les œufs

Les quantités de matières ci-dessus indiquées suffisent pour la conservation de cent œufs.

Il se forme sur les œufs une mince couche d'enduit presque invisible, de sorte qu'on ne les distingue pas des œufs frais.

On n'a pas besoin de laver les œufs dans de l'eau chaude; on n'a qu'à les sécher et les emballer, ou les déposer dans un endroit obscur.

De cette manière, les œufs sont conservés excessivement frais pendant un an et même plus.

L'alun, consistant en sulfate d'alumine, se combine de façon excellente avec le verre soluble préparé de poudre de quartz et de carbonate de soude, respectivement de potasse, de sorte que les œufs sont revêtus d'une écaille dure, et sont très bien préparès pour le transport.

La préparation n'attaque aucunement la coquille et comme elle est sans goût, elle ne peut communiquer aux œuss aucune odeur.

261 981 — 28 novembre 1898 — Hasselmann. -- Procédé d'imprégnation du bois, etc., avec durcissement simultané et diminution notable de sa combustibilité.

Au moyen d'appareils appropriés, le bois est chauffé dans une solution de vitriol Adler (qui est un mélange cristallisé de vitriol de fer contenant environ de 5 à 15 0/0 de vitriol de cuivre) et de sulfate d'alumine jusqu'à 1 : 30 environ ; et, quand on a atteint une température de 105° centigrades, on ajoute de la solution de kaïnite dans la proportion de 1 : 30 et cela en quantité appropriée au mode d'utilisation et à la nature du bois.

Ensuite, on continue la cuisson à une température de 135 à 140°, sous une pression de 2 1/2 à 3 atmosphères, suivant la nature du bois, pendant 2 à 4 heures. Cette durée est moindre pour les bois à feuillage que pour les bois à aiguilles.

Il y a modification chimique des tissus du bois; mais, son élasticité n'est pas affectée et sa solidité est, au contraire, accrue.

Les sels basiques de fer et d'alumine sont précipités et restent tels; par conséquent, peu colorés sur la fibre du bois. La potasse de la kaïnite produit avec la fibre une combinaison inconnue jusqu'à présent : c'est ce qui donne au bois imprégné la nature et l'aspect de la corne.

Si l'on cuit, par exemple, du bois ou d'autres matières similaires avec une solution concentrée de chlorure de zinc, à la température d'environ 433°C, ces matières se dissolvent et forment une masse résistante, gélatineuse et transparente, dans laquelle le métal ne peut plus être reconnu à l'aide des réactifs ordinaires, attendu qu'il est chimiquement combiné. Cette masse résistante et gélatineuse prend l'aspect de la corue dans l'eau et résiste à l'action des acides.

Les mêmes propriétés du chlorure de zinc et du chlorure de magnésium se retrouvent dans le chlorure de potassium de la kaïnite et les actions chimiques sont les mêmes avec des solutions plus faibles sous une forte pression et à une température élevée qu'avec des solutions concentrées sans pression.

Il en résulte qu'une partie constituante du bois forme avec le chlorure de potassium de la kaïnite, destinée à l'imprégner, une combinaison solide, chimiquement insoluble, c'est à-dire impossible à lessiver. Il est à remarquer que le potassium, dejà contenu dans le bois et qui reste à l'état de potasse après la combustion, doit être lié de la même façon, car il ne peut être lessivé qu'en faible partie.

Le bois ainsi traité est considérablement plus dur que

le bois non traité; il est donc susceptible d'un très beau poli. Il est résistant comme auparavant, insensible aux intempéries, au champignon de la pourriture et de la moisissure, et il a conservé sa couleur naturelle de sorte qu'il peut être utilisé pour tous usages; enfin, le bois, traité avec une quantité suffisante de kaïnite, est presque incombustible.

283 529 — 29 novembre 1898 — Fulgence Hébert. — Appareil producteur de gaz acétylène.

Le couvercle, qui ferme le haut du générateur, fait corps avec le récipient, fermé par un simple chapeau à poignée et dans lequel on verse le carbure de calcium en petits morceaux.

Au bas de l'ouverture du récipient, en forme d'entonnoir, est une toile sans fin sur laquelle porte la masse de carbure et qui, lorsqu'elle est mise en marche sur les rouleaux qui la supportent, entraîne le carbure qui, après avoir franchi une ouverture spéciale, passe sous un volet pour tomber dans un conduit rempli de pétrole.

Dès que le carbure, après avoir franchi la couche de pétrole, se trouve en présence de l'eau, le gaz acétylène se dégage et vient s'emmagasiner dans la partie supérieure du générateur, d'où il se rend sous la cloche d'un gazomètre.

Le générateur tout en étant d'un faible volume, peut faire face, sans offrir aucun danger par un trop grand volume et une trop grande pression, à une importante consommation. En effet, l'appareil produit automatiquement le gaz consommé, au fur et à mesure de sa consommation. Bien entendu, le rouleau-entraîneur-distributeur ne fournit jamais que la quantité de carbure nécessitée par les seuls besoins de la consommation.

On voit également que le réservoir à carbure peut être alimenté en marche et que la production du générateur peut ainsi être considérée comme continue et indéfinie.

283 575. — 1er décembre 1898. — Rückforth. — Procédé pour l'utilisation de la levure et de produits semblables.

283 598. — 4er décembre 4898. — Classen. — Procédé pour la fabrication de produits alimentaires formés d'albumine.

AVIS

Ne pouvant insérer in extenso, ni résumer les brevets des industries latérales à la chimie, qui cependant peuvent intéresser nos abonnés et nos lecteurs, nous nous tenons à leur disposition pour leur envoyer, au prix de 5 francs, une copie complète (sans dessins ni croquis) de chaque brevet pris à Paris, mentionné dans ce numéro ou dans les numéros antérieurs. Accompagner chaque demande d'un mandat-poste.

Le directeur-gérant : Bernard TIGNOL.

Laval, Imprimerie parisienne, L. BARNÉOUD & Cio.