

MANUELS PRATIQUES D'ANALYSES CHIMIQUES

PUBLIÉS SOUS LA DIRECTION DE

M. F. BORDAS ET M. EUGÈNE ROUX



HUILES MINÉRALES

par

Delehaye



PARIS ET LIÈGE

CH. BÉRANGER, ÉDITEUR

Vit. 14. P. 6

15 DEC. 1947



15 DEC 47

385560 / - 100809

Maison Spéciale pour la Construction

DES

APPAREILS de CHIMIE et de PHYSIQUE

Fondée en 1861 par A. FONTAINE, *, ancien fabricant de produits chimiques.

Téléphone : 810-83 — Adresse télégr. : Fongorges-Paris.

G. FONTAINE FILS, Successeur

16-18-20, rue Monsieur-le-Prince
et 24, rue Racine

— PARIS

INSTALLATIONS COMPLÈTES
de LABORATOIRE de CHIMIE
pour

Recherches et Industries

VERRERIES

de France et de Bohême, ordi-
naires et à la demande

Verrerie soufflée et graduée

APPAREILS

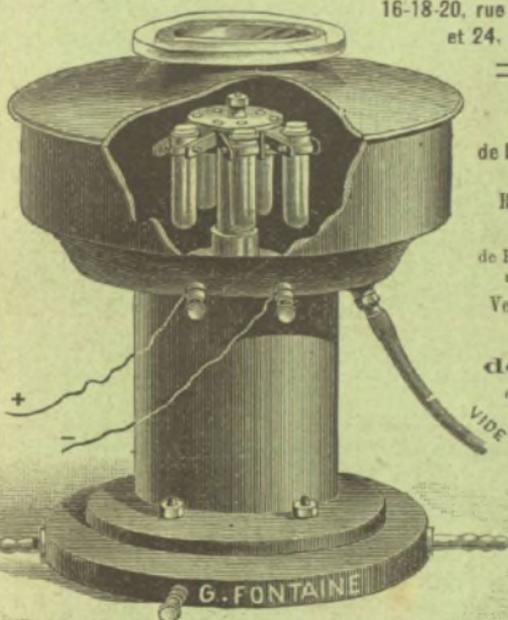
de Chauffage

au gaz ou à l'alcool

Nécessaires pour
Minéralogie, His-
tologie, Analyses
médicales, Phy-
siologie. — Ap-
pareils et

Réactifs
pour la Micro-
graphie et la
Bactériologie.
Fourniture de
tous Instru-
ments de
Physique, d'E-
lectricité, Pho-
tographie, etc.

Construction
de toutes pièces de
Verrerie ou d'Appa-
reils à la demande.



Centrifugeur électrique de H. Copaux

tournant dans le vide à 4.000 tours à la minute sous la
pression barométrique; avec dispositif spécial permet-
tant de faire le vide et d'obtenir un rendement effectif
de 6.000 tours. Modèle B. S. G. D. G.

*Seul dépositaire des papiers à filtrer Schleicher et Schüll,
de Düren, lavés aux 2 acides.*

Depuis 1884, M. G. FONTAINE a joint à sa fabrication celle des **produits
chimiques purs**, pour les Sciences, les Arts et la Photographie.

CENTRIFUGEURS A MAIN, HYDRAULIQUES, ÉLECTRIQUES

à grande vitesse avec moteur Synchro du Docteur Chassevant.

Catalogue Général et Tarifs Spéciaux.

Manuels d'Analyses chimiques.

a

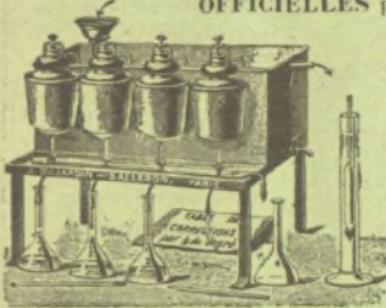
J. DUJARDIN *, Sr de SALLERON

*Fournisseur des Laboratoires de Répression des Fraudes,
Stations œnologiques, Administrations, Contributions indirectes, Douanes
et Laboratoires du Ministère des Finances.*

24, rue Pavée, PARIS (IV^e)

INSTRUMENTS ŒNOLOGIQUES

spécialement appliqués à la **VULGARISATION DES MÉTHODES
OFFICIELLES** par les laboratoires et par le commerce.



Modèle déposé.

Batterie d'Alembics Dujardin,
chaudières verre ou cuivre, en usage aux
Labor. du Ministère des Finances.

Seuls Véritables **ALAMBICS SALLERON**
adoptés par la Régie, la Douane, etc.

ÉBULLIOMÈTRE

SALLERON-DUJARDIN

*le plus précis, le plus rapide, donnant
le degré légal concordant avec la dis-
tillation et divisé en 1/10^e de degré.*

ACIDIMÉTRIE TOTALE FIXE ET VOLATILE

*Méthodes officielles mises à la portée
du commerce.*

EXTRAIT SEC

Dosage
rapide et exact
avec l'

EXTRACTO-ŒNO DUJARDIN

Méthode densimétrique

AREOMÈTRES, DENSIMÈTRES

de

TOUS MODÈLES
appliqués à
L'ŒNOLOGIE



Notre *Notice générale sur nos Instruments œnologiques* est le Manuel le plus pratique que le chimiste ou le négociant puisse consulter sur la *Vulgarisation de l'Analyse des Vins*. — 550 pages, 250 fig. : 4 fr. cart. Franco, 4 fr. 85.

Catalogue et tous renseignements sur demande.

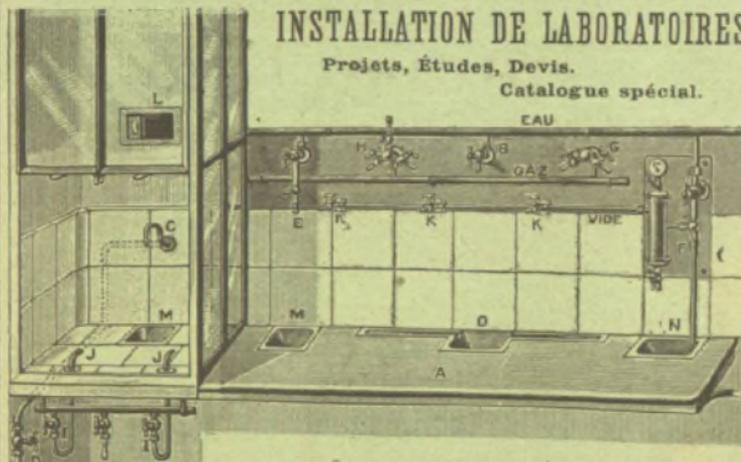
FLICOTEAUX, BOUTET & C^{ie}

83. rue du Bac, PARIS

INSTALLATION DE LABOROIRES

Projets, Études, Devis.

Catalogue spécial.



TABLES EN LAVE ÉMAILLÉE

Matière inaltérable aux acides usuels.

TABLES DE DIMENSIONS COURANTES (Stock livrable immédiatement)

CUVETTES ET CANIVEAUX

Robinetterie spéciale de Laboratoires

POUR L'EAU, LE GAZ ET LE VIDE

Trompes à vide
et Souffleries hydrauliques

MEUBLES COMPLETS

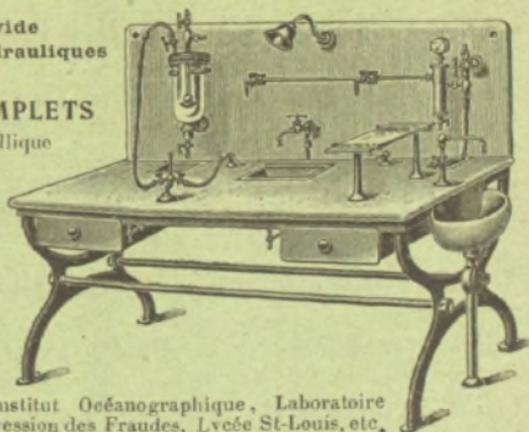
avec bâti métallique
ou
en menuiserie.

HOTTES - SORBONNES

TRAPPES
de ventilation.

RÉFÉRENCES :

Institut Pasteur, Institut Océanographique, Laboratoire
central de la Répression des Fraudes, Lycée St-Louis, etc.



Ancienne Maison FONTAINE, PELLETIER & ROBIQUET
MEMBRES DE L'INSTITUT

Exposition Universelle 1900 : Grand Prix

BILLAULT

CHENAL,* DOUILHET & C^{ie}

PHARMACIENS DE PREMIÈRE CLASSE

SUCCESEURS

PARIS - 22, rue la Sorbonne - PARIS



USINES A BILLANCOURT ET A MALAKOFF

PRODUITS CHIMIQUES PURS

pour

la PHARMACIE, les ARTS, l'INDUSTRIE
et la PHOTOGRAPHIE

Siphons à Chlorure de Méthyle de M. le Professeur VINCENT

*Tous nos produits sont garantis chimiquement purs
et fabriqués sous les contrôles les plus sévères,
dans nos deux usines.*

**Produits physiologiques -- Titres rigoureusement
GARANTIS**

Verrerie et Appareils de Laboratoires

Seuls représentants des **BALANCES H. L.**
Becker Fils et C^{ie}, de Bruxelles, en France HENRY-
LOUIS BECKER E. L. de Reede, Successeur.

A. COLLOT* et C^{ie}

Ingenieurs des Arts et Manufactures

8, boulevard Edgar-Quinet et 226, boulevard Raspail
PARIS (XIV^e).

BALANCES et POIDS

de précision

BALANCES A PESÉES RAPIDES

Appareils de projection lumineuse

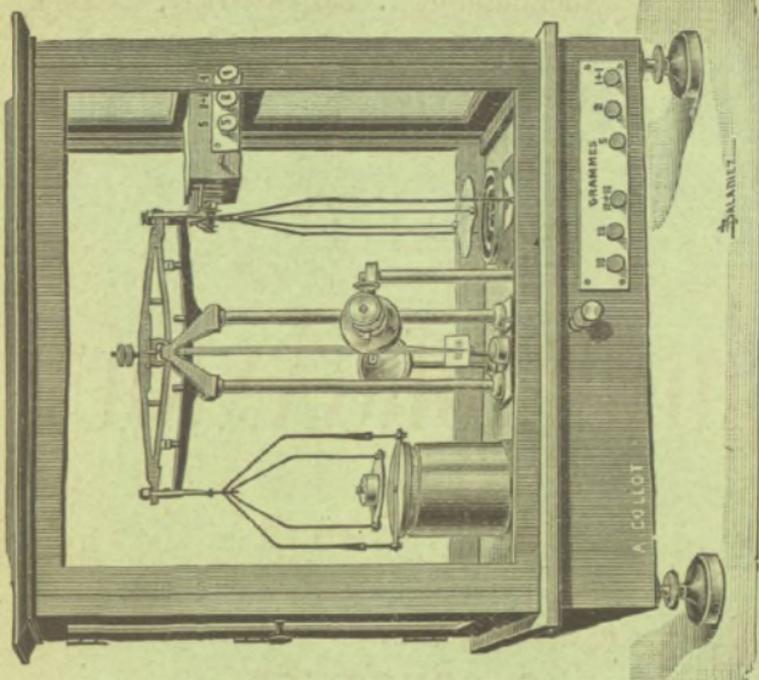
AMORTISSEURS A AIR ET A LIQUIDE

VERRERIE

divisée et jaugée de précision

MACHINES A VIDE DE BIANCHI

Envoi du Catalogue sur demande.



Nouvelle Balance à pesées très rapides.

Librairie Polytechnique Ch. BÉRANGER, Éditeur
PARIS, rue des Saints-Pères, 15. — LIÈGE, rue de la Régence, 21

V. v. RICHTER

TRAITÉ

DE

CHIMIE ORGANIQUE

PAR

R. ANSCHÜTZ

Professeur à l'Université de Bonn.
Directeur de l'Institut chimique de l'Université de Bonn.

ET

G. SCHRÖTER

Professeur à l'Université de Bonn.

ÉDITION FRANÇAISE TRADUITE D'APRÈS LA ONZIÈME ÉDITION ALLEMANDE

PAR

H. GAULT

Chargé de Cours à la Faculté des Sciences de l'Université de Besançon

TOME PREMIER

SÉRIE ACYCLIQUE

Un fort volume in-8°. — Prix relié 25 fr

Le Tome deuxième est en préparation.

Maison fondée en 1785.

LEUNE

28 bis, rue du Cardinal-Lemoine, PARIS,
 Cl-devant : 29 et 31, rue des Deux-Ponts (Ile Saint-Louis).
 TÉLÉPHONE 808-79.

VERRERIES, PORCELAINES
Terres et grès.

APPAREILS, INSTRUMENTS

ET

**Installations complètes de laboratoires de Chimie,
 Bactériologie, Physiologie, etc.**

FOURNISSEUR des Facultés des Sciences et de Médecine,
 Ecoles de Pharmacie, Ecole Polytechnique, Institut
 Pasteur, Institut agronomique, Ecole municipale de
 Physique et de Chimie, Laboratoires Industriels, etc.

Envoi franco sur demande des Notices et Catalogues de la Maison.

NOTICES : Appareils de Seyewetz-Poizat pour la production de l'oxygène, Centrifugeurs et Essoreuses Jouan (marchant à très grande vitesse), Réfrigérants et colonnes à distiller de Vigreux, Trompe soufflante de Petit, Four de M. Brunot, Eudiomètre grisoumètre de Gréhan, Broyeur Borel, Appareils de Lapique.

CATALOGUES : Catalogue général de verreries, porcelaines, terre et grès, Appareils et instruments pour laboratoires de chimie, bactériologie, etc. — Catalogues de verrerie et flaconnage pour : Produits chimiques, produits stérilisés, Pharmacies, photographie, etc.

AGENT GÉNÉRAL ET DÉPOSITAIRE :

*Des grés de Doullon de Londres pour produits chimiques,
 Verrerie rhénance pour laboratoire, de Cologne-Ehrenfeld.*

LA MAISON
RIEUL Frères

50, rue des Écoles, PARIS

fournit **TOUT** ce qui concerne
LE LABORATOIRE MODERNE

Appareils,
 Verrerie,

Polymétrie,
 Aréométrie,

Thermométrie,
 Produits purs,

Réactifs,
 Balances,
 Étuves,

Autoclaves,

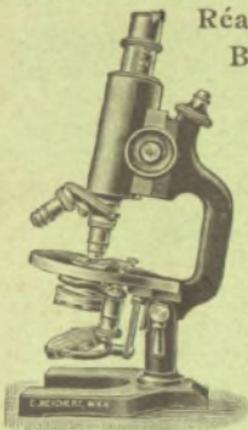
Instruments de précision,

Colorants Grubler,

Accessoires de Bacté-
 riologie.

PRODUITS CHIMIQUES
 PURS et INDUSTRIELS
 (Gros et Détail).

Téléphone 807-73.



Agents exclusifs à Paris des micros-
 copes-microtomes ultra-microscopes de
REICHERT (Vienne).

Sur simple demande, il est adressé un devis de labo-
 ratoire, approprié aux recherches à entreprendre.

PRIX CALCULÉS FRANCO PORT ET EMBALLAGE
 Toutes destinations.

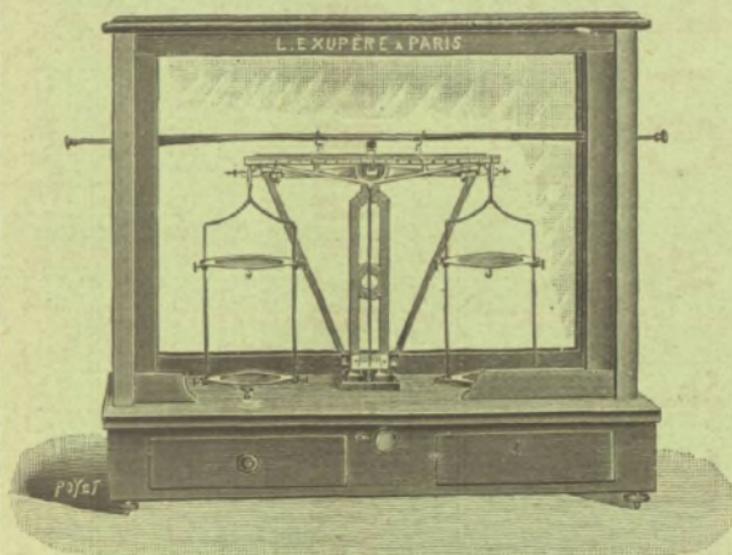
EXUPÈRE

Constructeur d'Instruments de Pesage

PARIS, 71, Rue Turbigo, PARIS

TÉLÉPHONE 1031-33

Adresse télégraphique : EXUPÈRE-PARIS



BALANCES DE PRÉCISION

Pour Analyses

BALANCES

Pour essais d'or et d'argent

TRÉBUCHETS DE LABORATOIRES

POINTET & GIRARD

2, Rue Elzévir — PARIS

.. PARIS 1900 : Médaille d'Or ..
MILAN 1906 : Diplôme d'Honneur

LONDRES 1908
BRUXELLES 1910
GRANDS PRIX

FABRICANTS DE

SELS DE QUININE, GLYCÉROPHOSPHATES

BIPHOSPHATES — LACTOPHOSPHATES — CITRATES
TARTRATES, GLYCYRRHIZINE, PROTÉINATE D'ARGENT

ÉTHYLCARBONATE de QUININE, ALCALOÏDES, Etc.

SPÉCIFIQUE BÉJEAN — THYROIDINE.

USINE A VILLENEUVE-LA-GARENNE (SEINE).

Maison Alvergniat-Chabaud

J. THURNEYSSSEN

ANCIEN ÉLÈVE DE L'ÉCOLE POLYTECHNIQUE

Constructeur d'Instruments de Physique et Chimie

58, Rue Monsieur-le-Prince, PARIS

(Anciennement 6-10-12, rue de la Sorbonne.)

Seul successeur de la Maison Alvergniat Frères

FOURNITURES GÉNÉRALES POUR LABORATOIRES

Verrerie — Verrerie de Bohême

Porcelaine Terre et Grès — Caoutchouc

Papier à Filtrer.

VERRERIE GRADUÉE — THERMOMÉTRIE

APPAREILS POUR ANALYSES

des Substances alimentaires

Fournisseur des Laboratoires de l'Etat et des Villes, des Laboratoires des Finances, du Laboratoire Municipal, du Laboratoire du Service de la Répression des Fraudes, etc.

EXPOSITION DE 1900 : 4 Grands Prix.

LIÈGE 1905 : Grand Prix. — LONDRES 1908 : Grand Prix.

BRUXELLES 1910 : Grand Prix.

CATALOGUE SUR DEMANDE

Téléphone : 807-31.

Adresse télégr. : Osmo-Paris.

Librairie Polytechnique Ch. BÉRANGER, Éditeur
PARIS, rue des Saints-Pères, 15. — LIÈGE, rue de la Régence, 21.

GUIDE PRATIQUE
DU
CHIMISTE MÉTALLURGISTE
ET
DE L'ESSAYEUR

DESCRIPTION DES PROCÉDÉS SUIVIS POUR L'ÉCHANTILLONNAGE
ET L'ANALYSE CHIMIQUE DES COMBUSTIBLES, DES GAZ, DES MATÉRIAUX
RÉFRACTAIRES, DES EAUX INDUSTRIELLES, DES MINÉRAIS, MÉTAUX, ALLIAGES,
LAITIERS, SCORIES, PRODUITS MÉTALLURGIQUES DIVERS, ETC.

PAR

L. CAMPREDON

Officier d'Académie,
Chimiste Métallurgiste, Essayeur du Commerce,
Fondateur du Laboratoire Métallurgique et Industriel de Saint-Nazaire.
Ancien chef des Laboratoires des Forges de Fourchambault et Imphy,
des Acières, Hauts Fourneaux et Forges de Trignac.

Préface de P. MAHLER, Ingénieur civil des Mines.

*Ouvrage honoré d'une récompense de la Société d'Encouragement
pour l'Industrie Nationale.*

DEUXIÈME ÉDITION, REVUE, CORRIGÉE ET AUGMENTÉE
avec la collaboration
de **G. CAMPREDON**, Chimiste, Essayeur du Commerce.

Un fort volume in-8° avec de nombreuses figures dans le texte.

Prix relié. **30** fr.

Maison VERICK

M. STIASSNIE Succ^r

204, Boulevard Raspail, 204

PARIS

Téléphone 705-79.

Téléphone 705-79.

Microscopes Ultra microscopes

COMPTE GLOBULES DE MALASSEZ

Hémochromomètre de Malassez

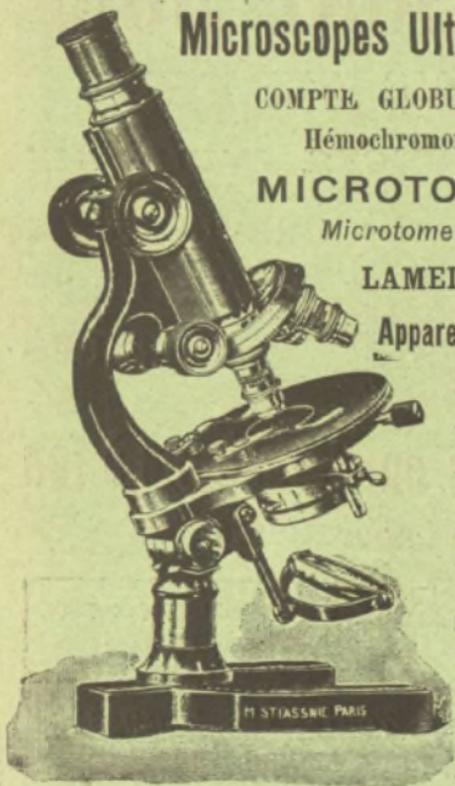
MICROTOMES MINOT

Microtome Radais, Lames.

LAMELLES COLORANTS

Appareils Accessoires

pour la micrographie.



~~~~~  
*Fournisseur de l'École  
 de Pharmacie de  
 l'Institut Pasteur, des  
 Facultés de Médecine  
 françaises et étran-  
 gères, des Lycées et  
 Collèges, de l'École  
 des Mines, des Minis-  
 tères, des Hopitaux,  
 etc., etc...*  
 ~~~~~

NOUVEAUX TYPES de MICROSCOPES

à vis micrométrique horizontale.

Demander le nouveau CATALOGUE ILLUSTRÉ envoyé sur demande.

Manufacture de Bayeux

(CALVADOS)

Fondée en 1812

PORCELAINE DURE

ALLANT AU FEU

CHIMIE, SCIENCES, INDUSTRIE

CAPSULES

CREUSETS

MORTIERS

MOULOIRS

TUBES

CORNUES

ET

Tous Articles en Porcelaine à feu
pour Laboratoires

LA PORCELAINE DE BAYEUX UNIVERSELLEMENT CONNUE
EST LA PLUS RÉSISTANTE AU FEU ET AUX ACIDES

EN VENTE DANS TOUTES LES MAISONS
= D'ARTICLES POUR LABORATOIRES =

Exiger la
MARQUE

BAYEUX

Librairie Polytechnique Ch. BÉRANGER, Éditeur
PARIS, rue des Saints-Pères, 15. — LIÈGE, rue de la Régence, 21.

MANUEL D'ANALYSE CHIMIQUE

APPLIQUÉE

A L'ESSAI DES COMBUSTIBLES,
MINÉRAIS, MÉTAUX,
ALLIAGES, SELS ET AUTRES PRODUITS
INDUSTRIELS MINÉRAUX.

PAR

EUG. PROST

Docteur en sciences.
Chargé de cours à l'Université de Liège.

Un volume in-8°, contenant 45 figures dans le texte

PRIX RELIÉ : 12 fr. 50

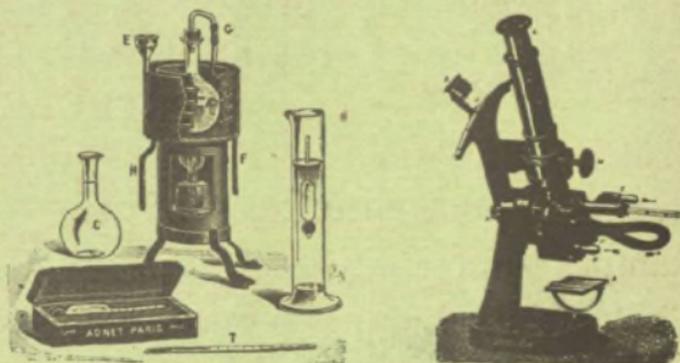
E. ADNET

Constructeur à PARIS

26 et 13, Rue Vauquelin

Téléphone : 806,19 — Adresse télégraphique : BACTÉCHIM

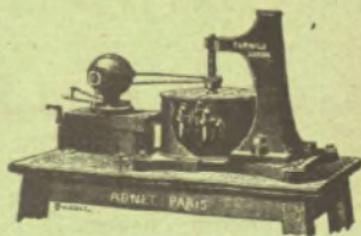
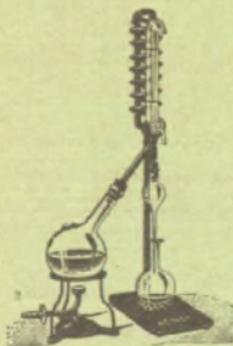
Installations complètes de Laboratoires



Appareils pour la
CHIMIE, BACTÉRIOLOGIE, MICROGRAPHIE

Verrerie

Porcelaine terre et grès



Dépositaire des microscopes et appareils ZEISS

PLATINE

Chimiquement pur ou allié

à tous ses états et sous toutes ses formes

Quenessen, de Belmont, Legendre et C^{ie}

ANCIENNE MAISON DES MOUTIS

56, rue Montmartre, PARIS.

Adresse Télég. : PLATINUM-PARIS

Téléphone : 115-51

*Fabricants spécialistes depuis 1819 d'appareils
pour les Sciences et l'Industrie.*

OBJETS DE LABORATOIRES

Creusets, Capsules, Pyromètres Lechatellier.

ÉLECTRODES DE TOUTS MODÈLES POUR USINES ET LABORATOIRES

Lames minces pour fours à résistance.

Toiles, fils et plaques iridiés à toutes teneurs.

Appareils à concentrer l'acide sulfurique (brevets Faure et Kessler). — Serpentin. — Bassines. — Appareils à acide acétique.

**OR, ARGENT, IRIDIUM,
PALLADIUM, RHODIUM, OSMIUM**

et leurs composés chimiques.

Construction d'appareils sur dessins

Maison DELEUIL

Fondée en 1820

VELTER Frères & C^{ie}, Suc^r

Ing. E. C. P.

44, avenue du Maine, PARIS (14^e)

Téléph. : 730-80

Adr. télégr. : Veltérite-Paris



COUPELLES « DELEUIL », en
cendre d'os pure.

COUPELLES « VELTER » extra
dures.

CREUSETS terre alumineuse pour
essais et fonte de métaux précieux,
essais de minerais, essais de cen-
dres, etc.

BALANCES d'analyse, d'essai, de
laboratoire et carat métrique,

Système Conti (breveté dans tous les pays), sans
poids, permettant des pesées de précision
rigoureuse.

La durée de la pesée est QUINZE A VINGT FOIS moindre
qu'avec d'autres balances de précision.

PHOTOMÈTRES et **CALORIMÈTRES**

Types officiels pour le Contrôle du Gaz.

NACHET

17, rue Saint-Séverin, PARIS.

Applications nouvelles des

MICROSCOPES

à la Technique

INDUSTRIELLE

ou

AGRICOLE



Ultramicroscopie

Métallographie

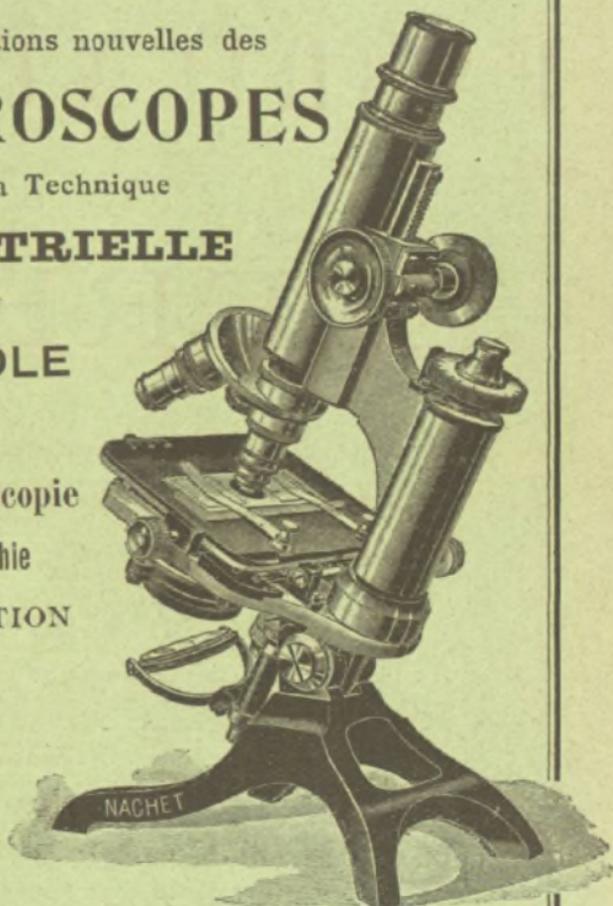
POLARISATION



Renseignements

sur

Demande.



CATALOGUE FRANCO

Librairie Polytechnique Ch. BÉRANGER, Éditeur
PARIS, rue des Saints-Pères, 15. — LIÈGE, rue de la Régence, 21

TRAITÉ COMPLET
DE LA
FABRICATION
DES
BIÈRES

PAR
G. MOREAU
ET
LUCIEN LÉVY

Professeurs à l'Ecole Nationale des Industries agricoles de Douai.

UN VOLUME IN-8°

Contenant 173 Figures dans le Texte et 5 Planches
Hors Texte.

PRIX RELIÉ : 25 Francs.

Maison WIESNEGG

P. LEQUEUX

Ingénieur-Constructeur

64, rue Gay-Lussac, PARIS

TÉLÉPHONE
— 806,25 —

Adresse télégraphique :
WIESNEGG-PARIS



**Appareils pour les Laboratoires
Scientifiques et Industriels**

*Autoclaves, Bains-Marie, Centrifugeurs,
Etuves, Filtres, Fours, Régulateurs de pression
et de température, Stérilisateurs.*

ETUVES A TEMPÉRATURE CONSTANTE

Appareils à germination et à dessiccation, etc.

Fournisseur des Ministères des Finances, de l'Instruction publique, des Facultés et des principaux laboratoires.

Projets, Devis, et Catalogues sur demande

Exposition Universelle Paris 1900
2 Grands Prix

Exposition Universelle Bruxelles 1910 : 2 Grands Prix

BREWER FRÈRES

A. MANONCOURT, ING^R SUCC^R

PARIS, 76, Boulevard Saint-Germain, PARIS

Verrerie
française.

Verrerie
de Bohême
Porcelaine.
Terre-grès.
Soufflage.

Alcoo-
métrie.
Thermo-
métrie.
Centrifuga-
tion.



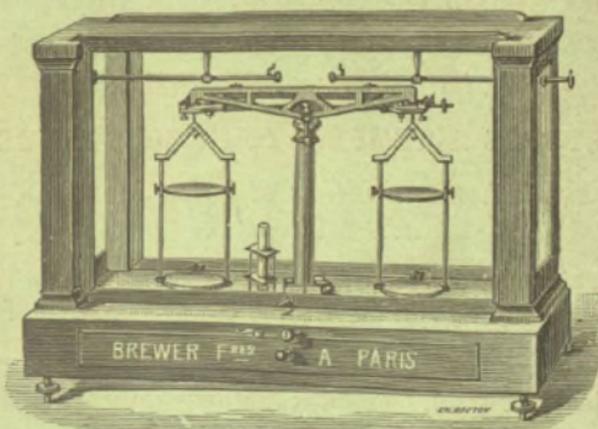
Verrerie
jaugée.

Dessicca-
tion.
Chauffage.
Distillation
Electricité.
Filtration.
Outillage.
Instru-
ments de
précision,
etc.

Seuls concessionnaires pour la France et les Colonies des

PAPIERS BERZÉLIUS SUÉDOIS

MÉDAILLE D'OR, PARIS 1900



HORS CONCOURS, LIÈGE 1905

Les véritables balances BECKER'S SONS sont hollandaises et doi-
vent porter la plaque BREWER FRÈRES, seuls concessionnaires.

MATÉRIEL COMPLET DE LABORATOIRES

COLLECTION
DES
MANUELS PRATIQUES D'ANALYSES CHIMIQUES
A L'USAGE DES
LABORATOIRES OFFICIELS ET DES EXPERTS

PUBLIÉS SOUS LA DIRECTION DE
M. F. BORDAS
DIRECTEUR DES LABORATOIRES DU MINISTÈRE DES FINANCES

ET
M. Eugène ROUX
DIRECTEUR DU SERVICE DE LA RÉPRESSION DES FRAUDES
AU MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE

Secrétaire de la Rédaction :
Samuel BRUÈRE
Chimiste

HUILES MINÉRALES



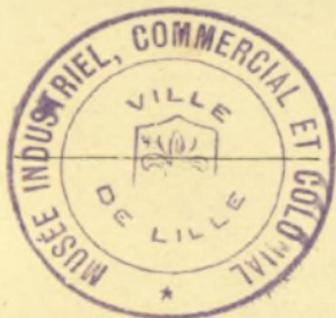
HUILES MINÉRALES

PÉTROLES, BENZOLS,
BRAIS, PARAFFINES, VASELINES,
OZOKÉRITE

PAR

Henri DELEHAYE

CHIMISTE EN CHEF
DU LABORATOIRE DU MINISTÈRE DES FINANCES A ROUEN



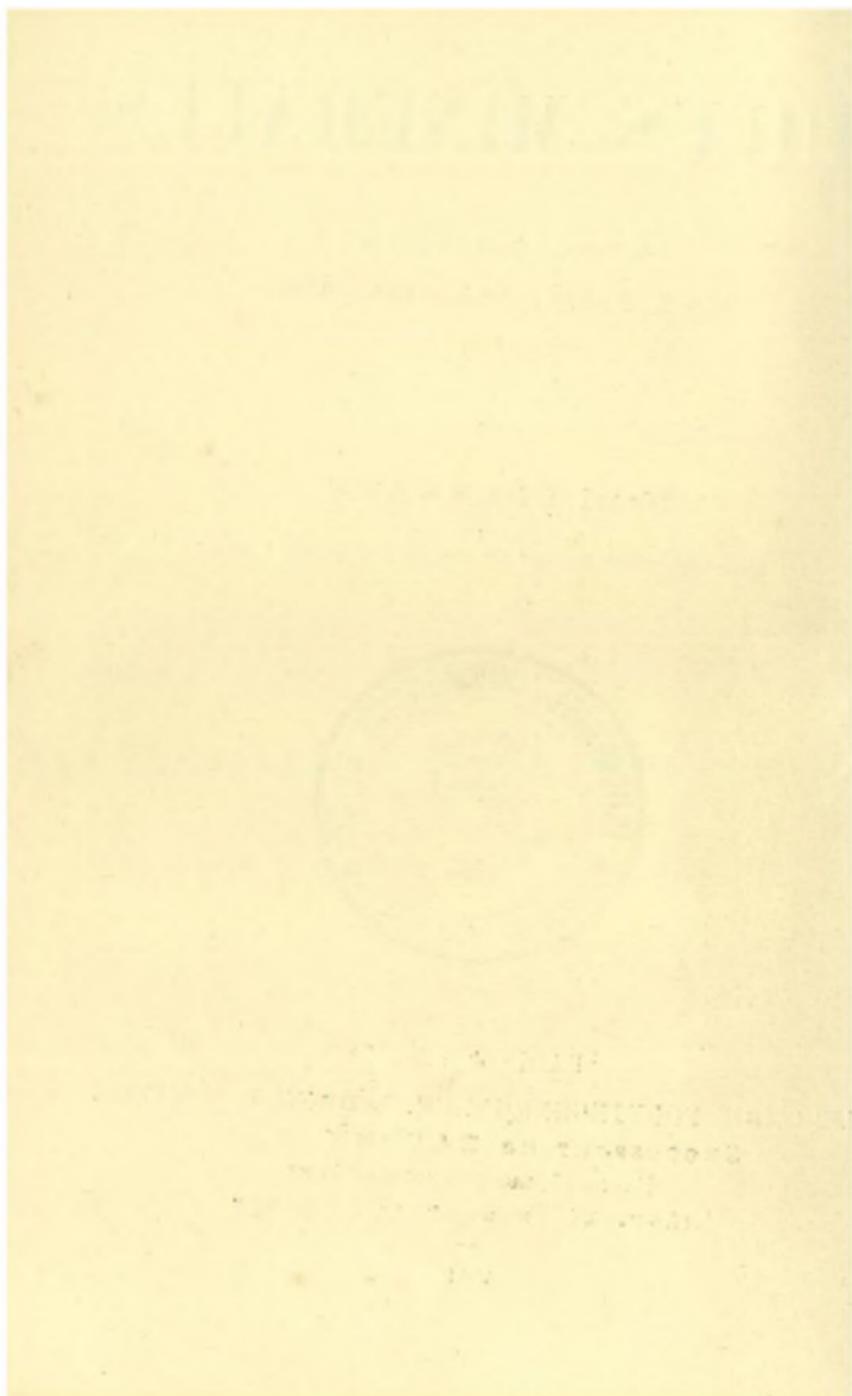
PARIS & LIÈGE

LIBRAIRIE POLYTECHNIQUE CH. BÉRANGER, ÉDITEUR
Successeur de BAUDRY et C^{ie}

PARIS, 15, RUE DES SAINTS-PÈRES

LIÈGE, 21, RUE DE LA RÉGENCE

—
1911



HUILES MINÉRALES

PÉTROLES, BENZOLS,
BRAIS, PARAFFINES, VASELINES, OZOKÉRITE

PÉTROLES

CHAPITRE PREMIER

DÉFINITIONS

On trouve dans le sol toute une série de produits naturels que les géologues englobent dans la dénomination générale de *Bitume*, et qui se caractérisent par leur composition spéciale, mélange intime d'hydrocarbures plus ou moins volatils et de matières minérales en proportions les plus variées. Si nous adoptons la classification de W. HOWARD, ces produits se distinguent les uns des autres par les appellations suivantes :

1^o GAZ NATURELS, constitués par des hydrocarbures très volatils et qui émanent des sources de pétroles ;

2° NAPHITE NATUREL ;

3° PÉTROLES PROPREMENT DITS, produits liquides ou semi-liquides ;

4° GOUDRON MINÉRAL, visqueux ;

5° ASPHALTES, produits solides quelquefois constitués uniquement par des hydrocarbures ou aussi résultant du mélange de matières organiques avec des matières minérales.

De toutes ces substances, le chimiste expert n'aura généralement à examiner dans la pratique courante que les pétroles et leurs dérivés, paraffines, vaselines, et les asphaltes. En premier lieu nous nous occuperons des *pétroles*. Les gisements de pétroles sont très répandus à la surface du globe et offrent des produits de qualités les plus variables. A l'heure actuelle, seuls les gisements situés aux États-Unis, dans la Russie méridionale et dans l'Europe centrale (Roumanie, Galicie, etc.), sont exploités industriellement et ce sont surtout les produits de cette exploitation que l'on rencontre communément sur le marché français.

A ces gisements différents correspondent des types définis d'huiles minérales dont nous examinerons plus loin les caractéristiques.

1. Constitution des pétroles. — Les pétroles sont constitués par un mélange d'hydrocarbures saturés de la série méthane, les premiers termes gazeux de la série étant en dissolution dans le liquide, d'hydrures aromatiques, de carbures aromatiques proprement dits, avec de faibles proportions de carbures des séries éthyléniques et acétyléniques, de produits oxygénés, azotés et sulfurés.

La famille du méthane, outre les premiers termes gazeux, est représentée par les carbures normaux ou

Hydruve d'amyle	C^5H^{12}
» de caproyle	C^6H^{14}
» d'œnanthyle	C^7H^{16}
» de capryle	C^8H^{18}
» de pélargyle	C^9H^{20}
» de rutyle	$C^{10}H^{22}$
» d'undecyle	$C^{11}H^{24}$
» de lauryle	$C^{12}H^{26}$
» de cocinyle	$C^{13}H^{28}$
» de myristyle	$C^{14}H^{30}$
» de benyle	$C^{15}H^{32}$
» de palmytyle	$C^{16}H^{34}$

Quelques isomères de ces corps ont été retirés des pétroles.

Enfin, des carbures à poids moléculaires plus élevés constituant les paraffines, ont pu être extraits de ces matières ; on sait qu'ils appartiennent à la série du méthane, mais leur histoire chimique est trop peu avancée pour être signalée ici.

Les hydrocarbures des séries éthylénique, acétylénique et terpénique, qui existent dans les produits de distillation des pétroles bruts en très petite quantité ne semblent pas faire partie constituante de ces huiles à l'état naturel. Ils résultent plutôt de la décomposition pyrogénée de molécules hydrocarburées complexes au cours de la distillation.

La série benzénique est représentée, surtout chez les pétroles russes et analogues par le benzène, le toluène, les xylènes, le mésitylène, le pseudocumène, le durène, le diéthyltoluène, l'isoamyl benzène, etc.

Dans ces mêmes pétroles russes, on rencontre les hydrures de ces carbures ou *naphtés*, tels que

Hexahydro-benzène	ou	hexa-naphtène
Hexahydro toluène	ou	hepta naphtène etc.,

Des derniers produits de la distillation des pétroles, on a retiré un certain nombre de composés carbonés à molécules très riches en carbone, picène, chrysogène, rétène, benzérythrène, etc. Mais rien ne prouve qu'ils existent réellement dans les produits naturels ; la haute température à laquelle il faut soumettre l'huile avant de procéder à leur extraction provoque des décompositions moléculaires indéniables, comme nous le montrerons dans la suite et ces carbures ne sont, en définitive, que des résidus pyrogénés résultant de dissociation ou de polymérisation d'autres molécules.

A côté des carbures, on rencontre des composés oxygénés appartenant à la classe des acides gras ordinaires, à celle des phénols et enfin des *acides naphténiques* surtout dans les produits russes et analogues. Ces acides naphténiques se rencontrent dans les résidus de lavage des pétroles avec la soude ; ils ont une odeur très tenace rappelant celle du suint brut ; leurs sels métalliques sont à consistance d'onguent. Quand on distille des pétroles roumains ou russes dans un appareil en cuivre, les produits qui passent vers 250° sont colorés en vert par suite de la formation d'un sel de cuivre soluble dans l'huile ; mis en présence d'oxydes métalliques en poudre, ils les dissolvent en formant des sels correspondants non cristallisables.

Les composés sulfurés se rencontrent dans les pétroles soit sous forme de *sulfure de carbone*, soit en molécules plus complexes, *dérivés thiophéniques et mercaptans*.

Agités avec du mercure, la plupart des pétroles noircissent ce métal en donnant du sulfure.

Enfin on a pu extraire des huiles naturelles de petites quantités de bases pyridiques.

Composés sulfurés. — Les huiles de Pensylvanie ne renferment qu'une très faible proportion de composés sulfurés, mais celles de l'Ohio et du Canada sont plus riches en ces composés. Dans ces pétroles, la proportion de soufre varie de 0,30 % à 1 % et constitue environ 6 % des corps sulfurés. Au fractionnement, le soufre se répartit d'une manière différente dans les fractions : l'essence distillant vers 90° ne contient guère que 0,02 % de soufre ; les huiles lampantes en renferment beaucoup plus, ainsi que les résidus. De $C^8H^{16}S$ bouillant à 166° à $C^{18}H^{36}S$, bouillant à 198°, sous 50 millimètres de pression, ces composés distillent dans les limites des lampants.

Les composés sulfurés sont extraits du pétrole en traitant les acides qui ont servi au raffinage et qui ont dissous ces corps ; on obtient ainsi un mélange de composés sulfurés, d'hydrocarbures non saturés et saturés, de naphènes et peut-être aussi de terpènes que l'on distille plusieurs fois de suite sous pression réduite et en fractionnant. Dans chaque fraction, les corps sulfurés sont précipités au moyen d'une solution alcoolique de chlorure mercurique. Les fractions inférieures fournissent ainsi des composés cristallins, tandis que les fractions supérieures donnent des huiles visqueuses ; on lave les précipités avec de l'éther de pétrole, puis de l'alcool et on les décompose par l'hydrogène sulfuré, en solution alcoolique, pour dissoudre le corps soufré et le séparer du sulfure mercurique. En diluant ensuite l'alcool avec de l'eau, les corps soufrés sont mis

en liberté, séchés et rectifiés sous pression réduite (MABERY). Du pétrole canadien, on a pu extraire ainsi la série suivante :

C ⁷ H ¹⁴ S	bout de	74°-76°	à 50 ^{mm}
C ⁸ H ¹⁶ S	»	80°-83°	»
C ⁸ H ¹⁶ S	»	100-102	»
C ⁹ H ¹⁸ S	»	106-108	»
C ¹⁰ H ²⁰ S	»	114-116	»
C ¹¹ H ²² S	»	129-131	»
C ¹⁴ H ²⁸ S	»	168-170	»
C ¹⁶ H ³² S	»	184	»
C ¹⁸ H ³⁶ S	»	198-202	»

Les composés sulfurés supérieurs ne sont ni des mercaptans ni des thiophènes, mais probablement des carbures à chaîne rectiligne possédant leur atome de soufre relié à un atome de carbone par une liaison éthylénique.

Les divers travaux sur la composition des pétroles, depuis les recherches systématiques de Pelouze et Cahours en 1862, ont donné lieu à un nombre considérable de mémoires insérés dans de multiples publications périodiques ; mais ces travaux ont été poursuivis, en général, en vue d'obtenir seulement certains corps ou groupes de corps, sans présenter un plan bien déterminé. Nous pensons être utile aux chimistes non spécialisés dans l'étude des pétroles, en résumant dans cette introduction, un important mémoire de M. CHARLES F. MABERY publié dans *The Journal of the Franklin Institute*, juin et juillet 1895 et reproduit dans le *Moniteur Scientifique du Dr Quesneville*, 1896, p. 286 et suivantes. Les recherches de ce savant ont porté sur les pétroles sulfureux de l'Ohio, connus depuis 1884 seulement.

L'huile examinée provenait de Findlay (Ohio) ; sa

densité était de 838 à 20° C. A l'analyse élémentaire, elle donna :

Carbone	84,57 %
Hydrogène	13,62 »
Soufre	0,72 »

Cette huile absorbait 6,1 % de brome, absorption montrant la présence de composés éthyléniques. Diverses fractions absorbaient :

110°-150°	0,93 % Br.
150 -220	1,74 »
220 -257	4,84 »
257 -300	5,04 »
300 -350	12,10 »
Résidu	19,50 »

Quant au soufre, il se répartissait ainsi dans les diverses fractions :

Températures	Fractions % en poids	Densités	Soufre %
110°-150°.	9,75	7 282	0,10
150 -220	16,63	7 669	0,38
220 -257	10,75	7 940	0,41
257 -300	9,75	8 138	0,37
300 -350	8,63	8 242	0,37
Résidu	43,50	8 976	0,54

D'après MABERY, la décomposition de ce pétrole commençait à se produire vers 250°, phénomène signalé par la coloration et l'odeur pénétrante caractéristique des fractions d'huile recueillies.

Au début de la distillation, les gaz mis en liberté renfermaient beaucoup d'hydrogène sulfuré.

Le coke résiduel de l'opération renfermait 0,11 % de cendres renfermant des traces d'or, d'argent et du cuivre.

Quant au fractionnement proprement dit, il fut conduit dans un grand alambic de porcelaine sous pression réduite de façon à opérer à des températures relativement basses et à éviter le contact de l'air, afin de limiter autant que possible les décompositions. On a recueilli ainsi :

Entre 0° et 1°, du *butane* (pression 741 millimètres).

7° et 9°, un carbure correspondant à celui que Warren avait extrait du pétrole de Pensylvanie et qu'il avait considéré comme un des iso-butanes. Mais il faut considérer que des deux isobutanes possibles, l'un bout à 0° ; l'autre à — 17°,5 (celui de Boutlerov, préparé en partant de l'alcool isobutylique).

29° et 30°, (pression 747 millimètres) de l'*iso-pentane*.

37° et 38°, du *pentane normal*.

60° et 61°, de l'*iso-hexane*.

67° et 68°, de l'*hexane normal*.

Pour le fractionnement à points d'ébullition plus élevés, Mabery opéra sur 41^{kg},5 d'huile brute de Findlay, la distillation étant effectuée à la pression de 50 millimètres de mercure. On obtint :

Températures	Poids %	Densité	Soufre %
Au dessous de 100°	18,1	7 445	0,054
100°-150°	19,8	7 941	0,25
150 -200	15,1	8 245	0,42
200 -250	18,0	8 455	} 0,61
250 -350	6,2	9 070	
Résidu	20,9	9 139	0,67

La comparaison de la teneur en soufre dans ces fractions obtenues dans le vide relatif avec celles produites à pression ordinaire, données plus haut, montre que le mode opératoire dans le vide a pour conséquence de diminuer la proportion de soufre dans les produits à points d'ébullition peu élevés.

Chaque portion distillée fut agitée avec de l'acide nitrique concentré, puis avec de l'acide sulfurique concentré et finalement soumise à une ébullition prolongée en présence de sodium dans un appareil à reflux. On rectifia ensuite soigneusement pour obtenir :

de 89° à 90° (pression = 754 millimètres) de l'*isoheptane*.

96° à 97° (pression = 744 millimètres) *heptane normal*.

Le thermomètre monta à 109°, point d'apparition du toluène puis jusqu'à :

119°-120° (pression : 749 millimètres), de l'*octane*.

L'existence d'un octane à cette température pouvait sembler douteuse, les trois octanes réellement bien connus étant :

l'octane normal qui bout à 125°,5 ;

le tétra-méthyl-butane qui bout à 108°,5 ;

l'hexa-méthyl-éthane, fondant à 96°-98°, bouillant à 105°-106°.

Mais cette fraction fut rectifiée avec soin, analysée et les résultats conduisirent bien à un octane. Un tel carbure avait déjà été isolé par Warren du pétrole de Pensylvanie dans la portion bouillant à 119°,5. D'un autre côté, il est bon de se rappeler que Beilstein et Kurbatoff ont isolé de ce pétrole, de l'hexahydroxylène qui bout aussi à 119°,5 ; que Schorlemmer a séparé des produits de distillation de la houille un octane passant à 120°.

Au-dessus de 120°, les produits ont été classés de degré en degré et parmi eux, on a pu caractériser l'*octane normal* entre 127° et 128° puis de 149°-150° (pression 756 millimètres) le *nonane*.

Au-dessus, les pétroles sulfureux de l'Ohio paraissent contenir les termes élevés de la série méthanique comme les pétroles de Pensylvanie, mais en proportions différentes : tandis que les carbures méthaniques forment un cinquième du pétrole pensylvanien, ils ne forment qu'un dixième environ du pétrole de l'Ohio.

D'un autre côté, M. Mabery a recherché les carbures benzéniques dans certaines fractions mises à part dans la distillation précédente.

Le *benzène* fut recherché dans les fractions 77°-79°, 79°-81°, 81°-83°. Chacune fut traitée par un mélange d'acide nitrique et d'acide sulfurique. Les carbures non altérés furent séparés par distillation ; c'est ainsi que :

La fraction 77°-79°	contenait . . .	3 %	de benzène
» 79-81	» . . .	15	»
» 81-83	» . . .	5,8	»

Les portions supérieures 75°-76° et 85°-86°, traitées de la même manière n'ont fourni qu'une quantité inappréciable de résidus nitrés, ne donnant pas après réduction les réactions de l'aniline. Le pétrole de l'Ohio mis en œuvre renfermait en totalité 0,017 % de benzène.

Le *toluène* fut poursuivi dans la fraction 107°-113° rectifiée. Un poids connu de cette fraction fut traité à froid par un mélange d'acide nitrique et d'acide sulfurique ; au bout de quelque temps de repos, on put recueillir des cristaux de dinitrotoluène fusibles à 71°.

Le liquide non altéré par l'acide a été éliminé par distillation. On a trouvé ainsi pour diverses fractions :

Fraction	107°-109°	1,14 %	toluène
»	109 -111	13,07	»
»	111 -113	2,80	»

Approximativement, d'après ces chiffres, le pétrole de l'Ohio renfermait 0,03 % de toluène.

La portion 114°-115°, traitée de la même manière a donné un dérivé nitré qui, après réduction à l'étain et acide chlorhydrique, ne se dissolvait pas dans les acides et semblait inaltéré.

Ce carbure ne serait donc pas un homologue du benzène mais appartiendrait à une autre série, probablement en C^nH^{2n} .

Les *xylènes* furent recherchés dans les produits de distillation, après vingt opérations successives faites à des intervalles de 1° entre 136° et 142° et l'on obtint trois parties de 137° à 138°, 139° à 140° et 141° à 143°. Ces produits étaient facilement attaqués par l'acide nitrique avec formation de dérivés nitrés ou de produits d'oxydation suivant la forme de la réaction. C'est ainsi que la fraction 137°-138° traitée par le mélange nitro sulfurique d'abord à froid, puis à une douce chaleur, avec distillation finale de la partie non altérée, a donné une huile brune qui cristallisa par refroidissement. Ces cristaux, purifiés par recristallisation au sein de l'alcool, fournirent des aiguilles blanches, brillantes, fusibles à 139°-140° et qui, par conséquent, étaient du trinitro-para-xylène.

Une autre portion de cette même fraction, traitée à froid par l'acide nitrique fumant, a donné des aiguilles

jaunes, à peine solubles dans l'alcool et fondant à 145°. C'est du dinitro-paraxylène.

Enfin une autre portion a été soumise à l'ébullition en présence de l'acide chromique et la solution a été épuisée par l'éther. Ce solvant a laissé par évaporation des cristaux microscopiques prismatiques d'acide tétréphtalique.

La fraction 137°-138° renferme donc du *para-xylène*. L'examen de la partie 139°-140° fut ensuite entrepris; une partie fut chauffée 48 heures avec le mélange des acides sulfurique et nitrique; l'huile non altérée fut séparée par distillation et le résidu fut cristallisé dans l'alcool. Les aiguilles incolores ainsi obtenues fondaient à 175°-176° et représentaient le trinitro-méta-xylène fusible à 176°.

Cette fraction renfermait donc du *méta-xylène*.

La recherche de l'*ortho-xylène* fut entreprise sur la fraction 141°-143°. Mais les produits obtenus furent en trop faible quantité pour permettre de trancher ce point.

La proportion des xylènes dans l'huile brute n'est guère que de 0,060 %.

Enfin la partie 130°-140° devait renfermer de l'*éthylbenzène*.

Naphtènes. — Les naphènes connus sont :

Hexahydro-benzène C ⁶ H ¹² bouillant à. . .	69°
Hexahydro-toluène C ⁷ H ¹⁴ » . . .	96
Hexahydro-isoxylyène C ⁸ H ¹⁶ » . . .	118
Hexahydro mésitylyène C ⁹ H ¹⁸ » . . .	135° 138°
Hexahydro-cumène C ⁹ H ¹⁸ » . . .	147 -150
Hexahydro-cymène C ¹⁰ H ²⁰ » . . .	171 -173

Après la quatorzième distillation, la fraction 69°-70°, supposée contenir l'hexa hydro-benzène, fut agitée avec l'acide nitrique concentré, puis bouillie avec du sodium.

Comparaison des pétroles russes et américains

(E. MAUREY, *Moniteur Scientifique* Queneville 1896, p. 441)

Températures	Russie		Pennsylvanie		Canada		Ohio	
	Poids 0/0	Densité	Poids 0/0	Densité	Poids 0/0	Densité	Poids 0/0	Densité
100-150°	0,5	*	19,75	*	2,75	7070	9,75	7282
150-200	10,9	786	8,75	757	7,80	8026	16,63	7669
200-250	12,8	824	15,23	788	9,50	8228	10,75	7940
250-300	24,7	861	20,70	809	5,10	8345	9,75	8138
300-350	*	*	*	*	3,10	9037	8,63	8242
Total	48,9		64,43		28,25		55,51	
Résidu	51,1		35,57		70,10		43,00	

L'analyse élémentaire de l'huile conduisit à la composition de l'*hexane* et non du naphthène.

La fraction 96°-97° (pression 750 millimètres), purifiée comme ci-dessus, et analysée, ne renfermait que l'*heptane*.

Les recherches sur les fractions plus élevées, conduites de la même façon, ne laissent supposer que de très faibles quantités de naphthènes dans le pétrole de l'Ohio.

Cette richesse de composition n'est pas encore utilisée en analyse pour distinguer les pétroles ou leurs dérivés soit les uns des autres, soit d'autres substances ; les travaux entrepris sur la composition des pétroles ne sont pas sortis du domaine de la chimie pure et il ne faut pas songer encore à les utiliser dans le laboratoire d'analyse. Aussi l'examen des huiles minérales est-il plutôt d'ordre physique que chimique et ici, plus que partout ailleurs, le chimiste expert devra-t-il avoir recours à la comparaison des résultats de son analyse avec les caractéristiques de certains types de pétroles plus ou moins bien définis et que nous passerons en revue dans ce petit traité.

2. Classification des produits pétrolifères. — Les produits de l'espèce qui peuvent être soumis à l'analyse se rangent en trois classes :

I. Les produits naturels :

II. Les dérivés de ces produits naturels :

a) *essences* ;

b) *huiles lampantes* ;

c) *huiles lourdes* ;

d) *paraffines et vaselines* ;

e) *brais* ;

III. Les distillats.

Les huiles extraites de gisements russes, roumains, galiciens et analogues, renfermant près de 50 % de produits goudronneux inutilisables dans la raffinerie française pour la production d'huiles lampantes, la loi française a autorisé l'importation de mélanges dits *distillats*, préparés dans les pays d'origine par une simple rectification des huiles brutes goudronneuses avec addition ultérieure à ces produits rectifiés d'une petite quantité d'huile lourde ou mazout. Ces distillats sont ainsi impropres à la consommation immédiate et jouissent sous certaines conditions que nous énumérerons dans l'appendice, du régime douanier des huiles naturelles.

C'est dans cet ordre que nous étudierons autant que possible les divers produits dont il doit être question ici.

3. Altérations et falsifications. — Les substances que nous devons passer ici en revue ne subissent pas d'altération, si ce n'est peut-être les essences les plus légères, vendues comme telles, et qui par défaut de conservation auraient subi une volatilisation partielle ayant éliminé les portions les plus utiles pour certains usages donnés. Dans les pages suivantes, on trouvera exposés les procédés permettant de constater cette altération.

Comme pour tous les produits marchands, les huiles minérales peuvent être l'objet de falsifications consistant dans le mélange des pétroles d'origines diverses les uns avec les autres, lorsque le contrat de vente spécifie une huile donnée, dans l'addition d'essences à une huile lampante, de benzol à un pétrole, etc.

Ces opérations ne sont pas toujours facilement déce-

lables et ce ne sera qu'avec la plus grande circonspection que l'expert devra se prononcer dans le cas où une pareille question lui serait posée.

En fait, dans les conditions les plus générales, la falsification commerciale, envisagée du point de vue des lois actuellement en vigueur, n'est pas toujours passible de poursuites judiciaires, les produits pétrolifères étant vendus sous les noms génériques d'*essence*, d'*huile lampante*, d'*huile lourde*, etc., sans aucune autre spécification. La distinction entre les essences et les huiles lampantes, qui importe le plus au point de vue de la sécurité publique, est, comme nous le verrons, si formellement indiquée dans les textes de la loi, que l'expert ne sera jamais embarrassé pour l'établir le cas échéant.

4. Législation française concernant les pétroles, huiles de schiste et produits similaires. — L'industrie, la mise en vente et l'emploi des pétroles, huiles de schiste, etc., présentant de graves dangers d'incendie et d'explosion, ont nécessité de la part du Gouvernement Français une législation spéciale en vue de sauvegarder les intérêts des tiers habitant dans les localités où se font ces manipulations.

L'expert chimiste pouvant être appelé à émettre un avis basé sur cette législation, nous donnons dans l'*Appendice* les textes des lois et décrets se rapportant à cette question et dont nous résumerons ici la nomenclature :

1^o *Décret* du 15 octobre 1810, sur lequel repose toute la législation actuelle concernant les établissements insalubres, incommodes et dangereux ;

- 2^o Décret du 19 mai 1873 ;
— 12 juillet 1884 ;
— 20 mars 1885 ;
— 5 mars 1887 ;
— 9 septembre 1903

réglant spécialement les produits en question.

Pour plus amples renseignements dont la nature est en dehors de notre sujet, nous recommandons à l'expert de consulter l'excellent traité des *Industries insalubres, Etablissements classés*, de François COREIL et Léon NICOLAS (Paris, Dunod et Pinat, 1908), auxquels nous avons fait de nombreux emprunts pour la partie de notre travail qui a trait à cette législation.

A l'importation sur le territoire français, les huiles de pétrole sont régies par la loi du 30 juin 1893 et, pour les distillats de provenance roumaine, par le décret du 31 juillet 1907.

Application de la loi du 1^{er} août 1905. — Les pétroles, benzols, vaselines, paraffines, etc., sont soumis comme toutes les marchandises à l'application de la loi du 1^{er} août 1905 sur la répression des fraudes.

Il ressort de là que toute tromperie sur la nature ou sur la quantité de ces produits mis en vente, est punissable des pénalités de ladite loi.

Toutefois, à l'heure actuelle, le service administratif organisé par l'État et qui a pour mission de prélever des échantillons chez les commerçants afin d'en faire contrôler la nature et l'état de pureté par le service des laboratoires spéciaux, doit se limiter à la surveillance des denrées alimentaires, des substances agricoles et des matières médicamenteuses.

Cette restriction prend sa base dans les décrets d'organisation de ce service et de promulgation de la loi.

En conséquence, les fraudes et falsifications sur les produits dérivés du pétrole, les benzols, etc., ne sont poursuivies que suivant les règles du droit commun.

Il n'en est pas ainsi dans la plupart des États étrangers où les prélèvements d'échantillons visent non seulement les produits alimentaires, agricoles et médicamenteux, mais encore les substances pétrolifères et analogues, dont la surveillance présente pour la sécurité publique et pour la loyauté commerciale, un intérêt particulier. C'est ainsi que les lois : allemande du 14 mai 1879 ; autrichienne, du 16 janvier 1896 ; luxembourgeoise, du 6 avril 1881, comprennent formellement le pétrole parmi les produits qui peuvent être prélevés d'office dans les magasins de vente, par les agents chargés du contrôle. En France, les préfets et les maires peuvent, en vertu des pouvoirs de police qui leur sont conférés, notamment par les articles 97 et 99 de la loi du 5 avril 1884, établir des règlements locaux destinés à compléter la législation en vigueur et à assurer la salubrité ou la sûreté publiques en ce qui concerne la vente ou l'emploi de toutes marchandises.

Généralement, ces instructions sont prises conformément aux avis du Conseil Supérieur d'Hygiène publique de France régulièrement saisi de consultations par ces autorités. Nous reproduisons, dans l'Appendice, une circulaire ministérielle en date du 10 juillet 1885, relative à l'interdiction de l'emploi de la vaseline et succédanées dans la pâtisserie et qui a eu pour origine une telle consultation.

CHAPITRE II

PROCÉDÉS ANALYTIQUES DES PÉTROLES

A l'heure actuelle, il n'existe pas de méthode officielle d'analyse des pétroles ; par une sorte de consensus général qui répond surtout aux besoins de la raffinerie, l'essai des produits de l'espèce s'opère d'une manière analogue dans tous les laboratoires français et étrangers, chacun introduisant dans le mode d'opérer des modifications capables de répondre aux problèmes particuliers posés par l'industrie. Les principales opérations à effectuer sont :

- A. — L'examen des caractères organoleptiques.
- B. — La détermination de la densité.
- C. — La détermination du point d'inflammabilité.
- D. — L'essai de consommation à la lampe.
- E. — La distillation.
- F. — La détermination de la viscosité.

A. Caractères organoleptiques. — Ce sont principalement :

1° LA COULEUR. — Pour les huiles naturelles, la couleur varie du jaune ambré au noir opaque. On a cité quelques gisements américains produisant des pétroles incolores comme des huiles raffinées, mais ces cas sont des exceptions. En général, la couleur varie du jaune

ambré au jaune rougeâtre avec fluorescence verte accentuée pour la majorité des huiles naturelles provenant d'Amérique et pour quelques-unes recueillies en Roumanie (Campeni) ; elles sont translucides. La coloration des pétroles de Russie, de Roumanie, de Galicie et de certains puits du Canada et du Texas est noire ; ces produits ne sont pas translucides.

Les essences et les huiles lampantes sont incolores ; suivant leur degré de raffinage, ces dernières présentent fréquemment une magnifique fluorescence bleue.

Les huiles minérales, selon leur mode d'obtention, sont incolores, avec fluorescence plus ou moins marquée, ou bien colorées depuis le jaune brun jusqu'au noir foncé.

Des résidus, plus ou moins consistants, selon leur richesse en paraffine, ont une coloration verte avec fluorescence verte.

2^o ODEUR. — L'odeur des pétroles est parfaitement caractéristique, plus ou moins prononcée selon leur richesse en matières volatiles. Quand ces produits sont riches en corps sulfurés, l'odeur est alliagée ; la présence d'acides naphthéniques peut les rendre fétides, avec une odeur rappelant celle du suint brut.

Les huiles lourdes provenant d'un raffinage ordinaire sont quelquefois sans odeur bien marquée ; au contraire, celles obtenues par pyrogénéation à haute température possèdent sous ce rapport un caractère empyreumatique très net.

3^o FLUIDITÉ. — Les huiles naturelles se présentent comme des liquides très fluides ou bien comme des goudrons épais, visqueux et parfois comme de véritables bitumes solides.

Entre ces extrêmes, toutes les variétés sont possibles.

Les essences et lampants sont des liquides.

Les huiles lourdes présentent tous les degrés de viscosité, depuis la fluidité d'un lampant jusqu'à la consistance d'un beurre. Les essais seront faits au viscosimètre Engler.

B. *Densité.* — La détermination de la densité des pétroles est une opération très importante; elle permet tout d'abord de classer le produit à analyser. Les huiles brutes, genre américain, ont une densité qui varie de 0,765 à 0,950, comprise cependant, dans la majorité des cas, entre 0,795 et 0,805; celles d'origine russe ou roumaine oscillent entre 0,785 et 0,960, en général vers 0,800-0,830; les distillats doivent marquer au moins 0,830 pour être admis à l'importation française.

Les essences sont comprises entre 0,650 et 0,750; les huiles lampantes vont de 0,790 à 0,820; les huiles lourdes de 0,850 à 0,930. Nous ne prétendons pas fixer ainsi des valeurs absolues, délimitant des groupes dans lesquels doivent entrer mathématiquement les divers produits à examiner. Ces chiffres ne sont donnés ici que comme des indications très générales destinées à faire ressortir l'importance que prend la détermination de la densité dans une analyse de pétrole; nous examinerons dans un autre chapitre comment la valeur de la densité jointe à d'autres caractères, comme le point d'ébullition par exemple, peut servir à se prononcer sur des produits de fractionnement.

Enfin la densité sert fréquemment de base à des transactions commerciales, notamment pour les opérations de douanes. Les entrepôts d'huiles sont constitués par de grands bacs renfermant plusieurs millions de litres et dont il peut être nécessaire de connaître le

pois; la pesée étant impossible, cette donnée est calculée au moyen du volume et de la densité.

Pour obtenir celle-ci avec toute la rigueur scientifique désirable, il faut avoir recours à la méthode du flacon, d'un usage courant dans les laboratoires et que nous ne décrirons pas, renvoyant pour le mode opératoire à n'importe quel traité de physique.

Il en sera de même pour la balance de Mohr qui donne des chiffres très exacts et qui est plus rapide que la précédente méthode. Le plus généralement, le chimiste aura recours aux densimètres sur lesquels nous donnerons quelques détails nécessaires.

La densité des pétroles présentant une échelle très étendue de 0,650 à 0,950, depuis les essences jusqu'aux huiles lourdes, il est indispensable d'avoir un jeu de densimètres exacts construits dans des conditions déterminées.

D'un autre côté, la quantité de liquide à examiner mise à la disposition du chimiste ou résultant de fractionnements, sera très variable et nécessitera ou bien l'emploi d'appareils de faible volume, moins précis aussi, ou bien permettra l'usage de grands densimètres capables de précision.

Pratiquement, nous nous servons de trois jeux d'appareils.

1° Des grands densimètres en verre mince, gradués sur verre; leur longueur totale est de 280 millimètres avec une tige de 165 millimètres portant la graduation qui embrasse 40 millièmes par appareil. Le jeu se compose donc de densimètres marquant de :

0,620 à	0,660
0,650 à	0,690
0,680 à	0,720

Les divisions en millièmes ayant 3 millimètres d'écartement entre elles, il est facile de lire avec une loupe et d'apprécier ainsi le demi-millième, précision qu'il serait illusoire de vouloir dépasser avec ces appareils (1).

Pour quelques cas spéciaux, nous avons fait construire des densimètres gradués sur verre en dix-millièmes, avec un écart de 10 millièmes (0,800-0,810, par exemple).

Leur longueur totale est de 290 millimètres avec une tige de 180 millimètres ; ils nécessitent donc un volume assez considérable de liquide (environ 500 centimètres cubes).

2° Le second jeu de densimètres sera constitué par des appareils plus petits, mesurant 190 millimètres de longueur totale et gradués en millièmes par 70 millièmes.

De 600 à	670
De 660 à	730
Etc.	

On pourrait, à la rigueur, leur demander plus de précision en diminuant l'écart des deux chiffres extrêmes, ce qui donnerait une échelle à traits plus espacés ; mais comme ces densimètres servent surtout pour suivre les fractionnements dont nous parlerons plus loin, cette précision ne nous semble pas utile.

3° Le troisième jeu de densimètres pouvant servir dans l'étude des pétroles sera celui dit de Regnault,

(1) Ces densimètres nous sont construits par M. Baudin, constructeur, 276, rue Saint Jacques, à Paris.

composé de très petits appareils, de 95 millimètres de longueur totale, gradués en millièmes par 50 millièmes.

De 0,600 à	650
De 0,640 à	690
Etc.	

Ils trouvent leur emploi dans la prise de densité de très petits volumes de liquide (10 — 15 centimètres cubes au minimum) et malgré leur exactitude relative, ils peuvent rendre de réels services dans l'étude d'un fractionnement.

Dans l'emploi de l'appareil Engler pour la distillation des pétroles, nous verrons qu'il est possible d'éviter l'emploi de densimètres, grâce à la burette spéciale dans laquelle on recueille le distillat ; cette burette étant graduée avec soin, on peut prélever un volume bien connu de liquide que l'on pèsera dans un petit flacon, dit pèse-filtres, bouché à l'émeri ; avec la connaissance du poids et du volume, on appréciera la valeur de la densité de la fraction prélevée.

PRISE DE LA DENSITÉ. — Trois cas, dans la pratique, peuvent se présenter :

- 1° L'huile est fluide et homogène ;
- 2° L'huile est visqueuse ;
- 3° L'huile est émulsionnée d'eau ou de paraffine.

1° *Huile fluide et homogène.* — Il arrive bien souvent que la densité d'un pétrole est exigée à une température donnée, celle par exemple relevée au moment de la prise d'échantillon. En toute rigueur, le chimiste devrait amener, par le moyen de chauffe-bain ou de bac réfrigérant, la température du liquide à

examiner à celle qui lui est prescrite. Comme cette opération est parfois longue et délicate, il suffit, dans la majorité des cas, de réaliser à peu près ces conditions et de se servir d'une table de correction.

Ayant choisi une éprouvette en verre convenable, de façon que le densimètre à employer y flotte librement, on place pendant quelques heures tous les appareils qui vont servir ainsi que l'échantillon de pétrole bien bouché, dans une enceinte dont la température diffère peu (quelques degrés) de celle indiquée ou de 15° si aucune indication n'a été fournie à cet égard.

L'éprouvette est remplie à quelques centimètres du bord, de façon que le densimètre plongé ne fasse point déborder le liquide ; puis au moyen d'un gobelet de verre, on achève de remplir l'éprouvette, en s'arrêtant au moment précis où celle-ci est pleine, où le ménisque du liquide est devenu convexe, mais sans que l'huile déborde et coule le long des parois de l'éprouvette ; il est très important d'opérer ainsi, surtout avec les pétroles naturels riches en essences et avec les essences rectifiées, parce que la couche liquide qui peut couler à l'extérieur, en s'évaporant rapidement, refroidit l'éprouvette et, la température n'étant plus uniforme dans tout l'échantillon, la lecture est entachée d'erreur.

On fait la lecture du degré densimétrique, le mieux en s'armant d'une loupe et en prenant les précautions d'usage pour la position de la graduation par rapport au ménisque formé le long de la tige. Immédiatement après, on plonge le thermomètre dans l'huile pour noter la température. Ce thermomètre est maintenu dans un grand bouchon de liège plat qui recouvre l'éprouvette et arrête l'évaporation surtout pour les essences ; il faut avoir soin de placer le thermomètre

de façon qu'il occupe la même hauteur de liquide que le densimètre.

Soit D_t la densité lue à la température t° . La densité D_θ à une température quelconque θ sera donnée par la formule

$$D_\theta = D_t + a (t - \theta).$$

On voit que si $t > \theta$, la correction sera additive; elle sera négative dans le cas inverse.

La valeur du coefficient a est de :

- $a = 0,0008$ pour les densités inférieures à $0,750$
- $= 0,0007$ pour celles comprises entre $0,750$ et $0,850$
- $= 0,0006$ pour celles supérieures à $0,850$.

Si l'on a soin d'opérer de façon que la différence $- \theta$ ne dépasse pas 5° , cette formule est suffisamment exacte, comme nous nous en sommes assurés par expérience ⁽¹⁾.

2° *Huile visqueuse*. — Lorsque l'huile est visqueuse, comme les huiles lourdes, il devient nécessaire, pour l'exactitude, d'opérer par la méthode du flacon soit dans un picnomètre ordinaire, soit dans un ballon gradué à col suffisamment étroit mais capable cependant de permettre le remplissage du vase.

Si l'on veut employer le densimètre, et dans ce cas un densimètre gradué avec des liquides de même viscosité est indispensable, il suffit de plonger l'appareil dans l'huile jusqu'à la naissance de la tige et d'abandonner le tout à lui-même en notant à intervalles réguliers, cinq minutes par exemple, le chiffre de la

(1) Les valeurs de a données ci-dessus diffèrent un peu des valeurs très précises obtenues par H. Sainte-Claire-Deville ou par d'autres expérimentateurs; mais ce sont celles admises dans la pratique journalière de la raffinerie industrielle.

graduation. Quand deux lectures sont identiques, on enfonce le densimètre de quelques millièmes en appuyant légèrement sur l'extrémité de la tige et on le laisse revenir à sa position première. Si les deux lectures, celle de la première opération et celle de la seconde, ne diffèrent que de deux millièmes, on prend comme densité de l'huile, la moyenne arithmétique de celles-ci ; si la différence est plus élevée, il faut opérer par la picnométrie. Il est inutile d'ajouter que pendant toute l'expérience, la température de l'éprouvette devra rester constante, ce dont on s'assurera en maintenant celle-ci dans un bain invariable et en tenant plongé dans l'huile, pendant la mise en équilibre du densimètre, un thermomètre sensible.

3^o *Huile émulsionnée d'eau ou de paraffine.* -- Il arrive quelquefois, surtout pour les pétroles naturels, que les huiles soient humides. Il suffit dans ce cas de laisser reposer l'échantillon et de décanter le liquide au bout de 24 heures. Il ne serait pas prudent d'agiter l'huile avec des desséchants comme le carbonate de potasse fraîchement calciné qui saturerait certains acides libres et modifierait la composition du pétrole ; le chlorure de calcium fondu ou le sulfate de soude fraîchement calciné sont d'un meilleur usage.

Quelquefois l'eau se sépare difficilement et il devient nécessaire de filtrer sur papier ; pour éviter une évaporation possible, il convient d'opérer rapidement, et, pour cela, l'huile est versée sur plusieurs entonnoirs couverts par des disques de verre. Ce procédé doit être employé pour les pétroles riches en paraffine et dont on veut connaître la densité de la partie liquide seule.

C. *Point d'inflammabilité.* — L'essai du point d'inflammabilité a pour but de déterminer le degré ther-

mométrique auquel une huile chauffée en présence de l'air s'enflamme avec explosion au contact d'un corps en ignition. Ce degré s'appelle le *point d'inflammabilité* de l'huile.

Pour cet essai, le chimiste se trouve en présence de deux appareils, celui de M. Granier et celui de MM. Abel-Pinsky. Dans le premier, l'opération se fait à vase ouvert ; dans le second, elle a lieu en vase clos et, par un mécanisme spécial, les vapeurs sont mises au moment voulu en contact avec une flamme. Il faut donc s'attendre à ce que les points d'inflammabilité pris dans les deux appareils, ne soient pas concordants, les conditions d'expérimentation étant totalement différentes. L'écart peut atteindre 4 ou 5 degrés ; pour des recherches délicates, l'appareil Abel-Pinsky est préférable, à cause de sa précision.

En France, pour l'exécution des règlements relatifs aux pétroles, l'emploi de l'appareil Granier a été prescrit par l'arrêté du Ministre de l'Agriculture et du Commerce en date du 5 septembre 1873 (voir à l'Appendice) ; il est donc indispensable dans certains cas de procéder à l'essai du point d'inflammabilité par cet appareil, quitte à recourir à l'Abel-Pinsky dans les cas douteux et lorsque la question à trancher relativement à ce point demande une réelle exactitude.

Nous pensons, après un long usage de l'appareil Granier, qu'il ne peut servir qu'à résoudre la question relativement simple, à savoir si une huile donnée peut faire explosion, dans les lampes ordinaires, au-dessus ou au-dessous de 35°, degré légal. Pour les températures inférieures à 35°, le degré marqué par le thermomètre au moment de l'explosion peut s'appeler *point d'inflammabilité* et donner une indication utile ; mais,

au-dessus de 35° et pour beaucoup de pétroles lampants, l'appareil brûle tranquillement comme une petite lampe et s'éteint sans qu'il y ait réellement d'explosion, laissant dans la lecture thermométrique une certaine incertitude et le degré lu ne peut plus porter le nom de point d'inflammabilité.

Essai Granier. — Nous reproduirons simplement l'*Instruction Pratique* prescrite par le Comité consultatif des Arts et Manufactures et légalisée par l'article 3 de l'arrêté ministériel précité (Appendice, page 205).

1° S'assurer que l'appareil est bien propre, sinon l'essuyer soigneusement avec un linge souple ;

2° Si la mèche était charbonnée, par suite d'expériences antérieures, sur une hauteur de plus de 1 millimètre, il faudrait la renouveler ;

3° Fixer la mèche sur son mandrin métallique, l'introduire dans le cône de cuivre disposé au centre de la boîte, avoir soin que la mèche et son mandrin s'appuient exactement sur le fond de la boîte ;

4° Prendre d'abord avec le thermomètre de l'appareil la température du pétrole que l'on veut essayer. Si cette température se trouvait supérieure à 25 degrés, il faudrait refroidir le pétrole en plongeant le vase qui le contient dans l'eau froide ; à 25 degrés et au-dessous, le pétrole peut être essayé sans être préalablement refroidi ;

5° Choisir une table ou un autre support, une place aussi horizontale que possible, pour y déposer l'appareil et faire l'expérience ⁽¹⁾ ;

(1) Afin d'opérer toujours dans les mêmes conditions et pour éviter des pertes de chaleur par conductibilité, nous exécutons personnellement l'essai en posant l'appareil Granier sur une

6° La boîte étant ouverte, y verser le pétrole à essayer en ayant soin de le faire couler sur la mèche ;

7° Remplir la boîte jusqu'au niveau du petit tube-déversoir placé excentriquement ; le pétrole doit affleurer au bord supérieur de ce tube ;

8° Fermer la boîte, fermer aussi l'opercule placé sur l'orifice central du couvercle ; enfoncer le thermomètre dans la gaine qui sert à le fixer dans la boîte ; l'opérateur doit se placer en face du thermomètre ;

9° Approcher du petit orifice pratiqué dans l'opercule central une *allumette* enflammée et l'y maintenir quelques secondes. Si une flamme de vapeur de pétrole apparaît et se maintient au-dessus dudit orifice, le pétrole est inflammable à la température marquée par le thermomètre, température qu'il faut constater immédiatement.

Si après avoir opéré comme il vient d'être décrit, on n'observe pas la production d'une flamme persistante de vapeur de pétrole au-dessus de l'orifice pratiqué dans le petit opercule, il faut procéder à un autre mode d'essai qui s'exécute de la manière suivante :

1° On rabat le petit opercule sur le couvercle de manière à découvrir la mèche placée au centre de l'appareil ;

2° On allume cette mèche en divers points au moyen d'une allumette, de façon que la combustion se produise sur tout le pourtour du bec ;

3° L'opérateur, l'œil fixé sur le thermomètre qui s'élève graduellement, doit attendre le moment où une petite explosion qui se produit dans l'ouverture annu-

planchette de bois épaisse et convenablement nivelée au niveau d'eau au moyen de petites cales.

laire du couvercle, éteint le bec. Il note immédiatement la température.

La température marquée par le thermomètre, au moment et de l'explosion et de l'extinction consécutive du bec, est celle à laquelle le pétrole doit être considéré comme inflammable.

Dans le cas où le thermomètre, au moment de l'explosion marquerait une des températures suivantes : 32°, 33° ou 34° il faudrait recommencer l'expérience deux autres fois, en prenant chaque fois une nouvelle quantité du même pétrole. On prendra la moyenne des trois résultats obtenus, c'est-à-dire qu'on ajoutera les trois températures trouvées et l'on divisera par 3. Le quotient sera admis comme représentant la température à laquelle s'enflamme le pétrole soumis à l'essai.

Nous ajouterons comme renseignement complémentaire pouvant guider l'expert que la fabrication, l'emmagasinage, la vente en gros et en détail du pétrole et de ses dérivés sont régis par le décret du 19 mai 1873 promulgué au *Journal officiel* du 24 mai 1873 et par celui du 12 juillet 1884 (promulgué à sa date).

Nous renvoyons à l'Appendice pour le texte de ces règlements administratifs, ne reproduisant ici que l'art. 1^{er} du décret du 19 mai 1873 se rapportant à la question du point d'inflammabilité.

ART. 1^{er} — « Le pétrole et ses dérivés, les huiles de schiste et de goudron, les essences et autres hydrocarbures liquides pour l'éclairage, le chauffage, la fabrication des couleurs et vernis, le dégraissage des étoffes ou tout autre emploi, sont distingués en deux catégories suivant leur degré d'inflammabilité.

« La première catégorie comprend les substances
 « très inflammables, c'est-à-dire celles qui émettent, à
 « une température inférieure à trente-cinq degrés du
 « thermomètre centigrade, des vapeurs susceptibles de
 « prendre feu au contact d'une allumette enflammée.

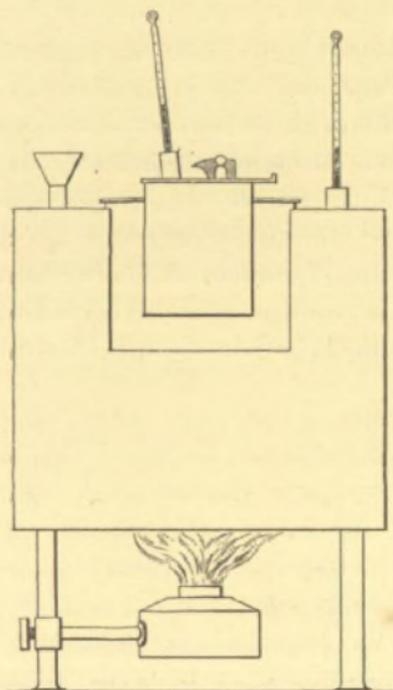


Fig. 1.

« La seconde catégorie comprend les sub-
 « stances moins inflam-
 « mables, c'est-à-dire
 « celles qui n'émettent
 « des vapeurs suscep-
 « tibles de prendre feu
 « au contact d'une al-
 « lumette enflammée
 « qu'à une température
 « égale ou supérieure à
 « trente-cinq degrés.

« Un arrêté du Mi-
 « nistre de l'Agricul-
 « ture et du Commerce
 « déterminera, sur
 « l'avis du Comité con-
 « sultatif des Arts et
 « Manufactures, le
 « mode d'expérience
 « par lequel sera con-

« staté le degré d'inflammabilité des liquides à classer
 « dans chaque catégorie. »

Les deux pièces mentionnées dans le dernier alinéa
 ci-dessus sont celles précitées.

Appareil Abel-Pinsky. — Cet appareil est beaucoup
 plus précis que le précédent mais il exige un temps
 d'essai plus long et des manipulations délicates que

nous allons résumer. En principe, le pétrole à essayer est enfermé dans un récipient muni d'un thermomètre indiquant à tout moment la température du liquide. Ce récipient est fermé par un obturateur mis en mouvement par le moyen d'un mécanisme d'horlogerie qui permet le déplacement de l'obturateur pour l'ouverture ou la fermeture du récipient ; au moment de l'ouverture, le même mécanisme amène dans la vapeur de pétrole une petite lampe allumée pouvant enflammer celle-ci si elle est susceptible de l'être (fig. 1).

Le récipient est plongé dans un grand bain-marie en cuivre plein d'eau pouvant être chauffée par une lampe, afin d'amener le pétrole aux diverses températures auxquelles on soumettra la vapeur à un corps en ignition.

Voici comment il convient d'opérer pour prendre un point d'inflammabilité avec l'appareil Abel-Pinsky.

Au moyen du baromètre annexé à l'appareil, prendre la pression barométrique ; suivant la valeur de celle-ci on devra ultérieurement ouvrir pour la première fois l'obturateur à une température indiquée par le tableau ci-dessous :

Pression barométrique	Température T
685 millimètres à 695 millimètres . . .	14°,0
696 » à 705 » . . .	14,5
706 » à 715 » . . .	15,0
716 » à 725 » . . .	15,5
726 » à 735 » . . .	16,0
736 » à 745 » . . .	16,0
746 » à 755 » . . .	16,5
756 » à 765 » . . .	17,0
766 » à 775 » . . .	17,0
776 » à 785 » . . .	17,5

On s'assurera que la température du pétrole à essayer est inférieure de 3 degrés à celle T du tableau ci-dessus ; sinon on plongera l'échantillon dans un bain convenable pour l'amener à $T - 3$.

Je suppose que la pression lue soit de 765 et que la température de l'échantillon marque 12°

$$T = 17^{\circ} \quad T - 3 = 14^{\circ}.$$

Il faudra donc placer l'échantillon dans un endroit plus chaud de manière à l'amener à 14° .

Le bain-marie est débarrassé du récipient à pétrole, placé sur une table horizontale, ce qui se vérifie par le fil à plomb accroché extérieurement à ce bain, et rempli d'eau à 50° - 52° , opération très simple faite au moyen de l'entonnoir et du déversoir soudés à l'appareil ; avec un petit foyer de chaleur, on portera lentement la température du bain à 55° très exactement.

Pendant ce temps, on prend la petite lampe destinée à allumer les vapeurs de pétrole et on la charge de ouate sans trop presser, puis on place une mèche et on imbibe, ouate et mèche, de pétrole sans excès.

Avec une pipette, on remplit le récipient du pétrole à essayer jusqu'à ce que l'extrémité de la pointe indicatrice du réservoir à pétrole, petite pointe en fer disposée sur la paroi latérale et recourbée verticalement, soit à une très petite distance de la surface du liquide. Il importe, pour l'exactitude, que les parois du récipient, situées au-dessus de la pointe, ne soient pas mouillées de pétrole ; s'il en était autrement, par erreur de manipulation, il vaudrait mieux recom-

mencer l'essai. Le récipient ainsi chargé, on le ferme de son couvercle et on le place dans le bain-marie, sans secousse. Le bain-marie doit marquer 55° exactement.

On allume la petite lampe et on la règle de manière qu'elle ressemble, pour la grosseur, au petit bouton blanc fixé sur le couvercle ; on remonte le mouvement d'horlogerie au moyen du bouton spécial et l'on suit la marche du thermomètre placé dans le pétrole.

Aussitôt qu'il marque la température T correspondante à la pression barométrique, on déclanche le mouvement d'horlogerie : l'obturateur s'ouvre, la lampe allumée s'abaisse dans le récipient, se relève et l'obturateur se ferme de nouveau. On remonte le mécanisme pour un second déclanchement, et ainsi de suite.

Les déclanchements successifs se font de demi-degré en demi-degré du thermomètre plongé dans le pétrole, jusqu'à ce que les vapeurs du récipient prennent feu.

Au début, la flamme de la petite lampe semble seulement s'allonger ; au fur et à mesure des déclanchements, cette flamme envahit peu à peu le récipient, signe auquel on reconnaît que le point d'inflammabilité va être atteint ; enfin, pour un déclanchement donné, une grande flamme bleue envahit toute la surface du pétrole déterminant une petite explosion et l'extinction de la lampe. Le degré du thermomètre plongé dans le pétrole lu à ce moment donne le point d'inflammabilité.

Il est d'usage de ramener le point d'inflammabilité trouvé à une pression H , à la pression nor-

male 760 millimètres au moyen des corrections suivantes.

Pression de 700 ^{mm}	à 709 ^{mm}	correction additive de 2 ^o ,1
» 710	à 719	» » 1 ^o ,7
» 720	à 729	» » 1 ^o ,4
» 730	à 739	» » 1 ^o ,0
» 740	à 749	» » 0 ^o ,7
» 750	à 759	» » 0 ^o ,3
» 770	à 769	correction soustractive de 0 ^o ,4
» 780	à 779	» » 0 ^o ,7

Soit, par exemple, 23^o le point d'inflammabilité trouvé à une pression de 753 millimètres. Le point d'inflammabilité réel à 760 millimètres sera

$$23,0 + 0,3 = 23^{\circ},3.$$

Pour exécuter toutes les opérations précédentes avec rigueur, il faut avoir soin que le récipient et ses accessoires soient toujours dans le plus grand état de propreté.

Il est généralement utile de procéder à un second essai, confirmatif du premier ; dans ce cas, le réservoir à pétrole sera vidé, nettoyé, refroidi à température ambiante et les opérations reprises comme il vient d'être indiqué. Si les deux degrés trouvés ne diffèrent pas de plus de 0^o,5, la détermination du point d'inflammabilité est faite et la moyenne arithmétique des deux nombres représente ce point. Afin d'obtenir toute la précision désirable, il est bon de s'assurer de temps en temps que les parties essentielles de l'appareil n'ont pas subi de déplacement et cette vérification se fait au moyen d'un instrument annexé à l'appareil et dont l'emploi est ainsi déterminé (*Le Pétrole*, par RICHE et HALPHEN, p. 348) :

Le vérificateur consiste en une plaque d'acier rectangulaire portant diverses marques : sur un côté, une longue rainure ; sur un autre, deux entailles comprenant entre elles une dent ; sur un troisième un appendice de 17 à 19 millimètres de longueur, en forme de trapèze et portant un trait gravé ; enfin au milieu une petite cheville.

Voici comment on doit s'en servir :

1° Le vérificateur est placé sur le bord supérieur du réservoir à pétrole de manière que l'appendice vienne en contact avec la pointe d'affleurement du réservoir ; le vérificateur étant bien en contact avec le bord du réservoir, la pointe doit se trouver dans le prolongement du trait gravé sur l'appendice ; sinon, cette pointe a subi un déplacement.

2° Le mécanisme du déclanchement est mis en mouvement et on arrête doucement le tiroir rotatif au moment où les trois ouvertures du couvercle sont découvertes ; avec une petite cale de bois on empêche la lampe de remonter. On applique le vérificateur à la face interne du couvercle, sur le côté rectangulaire portant les entailles et la dent ; dans ces conditions, le point le plus bas de l'arête intérieure du bec de la petite lampe doit s'appliquer sur le prolongement de la surface de la dent.

3° Le côté du vérificateur opposé à la dent est appliqué à la face de la boîte de la lampe portant la douille de la mèche ; le bec doit couper exactement à angle droit la longue rainure. Si le bec n'atteint pas ou dépasse cette longue rainure, il y a eu déplacement.

4° Le côté du vérificateur opposé à la dent est appliqué à la face interne du couvercle, le thermomètre étant mis en place. La petite cheville, située au milieu

de la plaque d'acier, doit être exactement au milieu de la boule du thermomètre.

D. **Essai de consommation à la lampe.** — Pour pratiquer cet essai, on se servira d'une lampe type composée d'un corps de lampe en verre monté sur pied et muni d'un bec spécial plat. Sur ce bec, on peut placer une boîte carrée en fer-blanc, de 100 millimètres de côté. Chaque face de la boîte est percée d'une fenêtre au milieu de laquelle est tendu un fil métallique horizontal faisant office de réticule. Enfin, intérieurement à cette boîte, peut s'adapter sur le bec un verre de lampe plat ⁽¹⁾.

Voici comment il faut opérer : 600 centimètres cubes à 700 centimètres cubes d'huile minérale, brute ou raffinée, sont versés dans un flacon bouché à l'émeri de 1 litre ; on ajoute 30 centimètres cubes d'acide sulfurique pur à 66° Baumé et on agite fortement le flacon de façon à rendre complète l'action de l'acide sur l'huile, action qui a pour but de pratiquer une épuration convenable.

Après repos, le flacon étant incliné, on décante l'huile sur un filtre à plis et on recueille 500 centimètres cubes de filtrat. La lampe a été préparée de la manière suivante : on sèche à l'étuve 100° une mèche plate de 200 millimètres de longueur et on l'introduit dans le bec de la lampe ; avec des ciseaux, on rend la section de la mèche bien nette. On monte le bec sur la lampe avec le verre et on pèse l'appareil sur une balance de Roberval sensible. P le poids de la lampe vide.

(1) Cette lampe type est construite par M. Luchaire, 27, rue Erard, à Paris.

Dans le corps de la lampe on verse les 500 centimètres cubes de l'huile filtrée et on reprend le poids de l'appareil plein P'.

Pétrole employé P' — P.

La boîte carrée est mise en place sur le bec ; on allume la mèche et on adapte le verre de lampe en notant l'heure d'allumage. La flamme est d'abord réglée de façon à ne dépasser que très peu le capuchon du bec ; au bout de deux minutes, comptées après l'allumage, on monte progressivement la mèche jusqu'à ce que le bord de la flamme soit tangent, par visée, à l'un des réticules horizontaux de la boîte. On compte alors trois minutes et, en remontant encore la mèche, on amène le bord supérieur de la partie éclairante de la flamme au niveau du bord de la fenêtre percée dans la boîte, au-dessus du réticule horizontal qui vient de servir de premier repère. Pour éviter les erreurs de parallaxe dans ces réglages, on se place assez loin de la lampe, l'œil devant apercevoir sur un même plan les réticules horizontaux opposés.

La lampe ainsi allumée et réglée est abandonnée à elle-même dans un endroit abrité des courants d'air et dont la température moyenne de 17 à 18° sera maintenue pendant toute l'expérience.

Après quatre heures, comptées exactement depuis l'allumage de la mèche, on met fin à l'expérience. On note d'abord la hauteur de la flamme dans la fenêtre de la boîte carrée, l'état de la mèche, etc. ; puis, sur le bord supérieur du verre, on place un couvercle de creuset en porcelaine s'adaptant bien sur ce bord ; pour éviter la casse du verre, on a eu soin de maintenir le couvercle dans l'étau à 100°. La lampe s'éteint rapidement. Après refroidissement, on repèse la lampe P''.

Poids de l'huile brûlée en 4 heures, $P'' - P'$.

On peut calculer le poids d'huile brûlée $\frac{0}{0}$ grammes de la manière la plus simple.

Il est bien évident que cet essai doit être fait avec soin si l'on veut obtenir des résultats comparables entre eux. Il ne porte généralement que sur les huiles brutes, les huiles raffinées à point d'inflammabilité supérieur à 35° et sur certaines huiles lourdes à densité très basse.

Il serait dangereux de faire cet essai sur des essences très inflammables.

Pour les huiles brutes, le traitement à l'acide sulfurique est indispensable ; pour les raffinées, on peut s'en dispenser, surtout si l'on exige du chimiste l'indication de combustibilité d'un produit déterminé, par exemple savoir si une huile est bien raffinée ou non.

Pour les huiles brutes et surtout pour certains produits lourds, l'essai ne dure pas 4 heures, la mèche charbonnant rapidement et s'éteignant au bout d'un temps quelquefois très court. On arrête alors l'essai, on note le poids d'huile consommée s'il y a lieu, en consignait sur le bulletin d'analyse toutes ces particularités.

E. Distillation. — La distillation est une opération capitale dans l'examen des pétroles ; conduite de différentes manières, elle sert à résoudre un certain nombre de questions qui peuvent être posées à l'expert.

Mais il est nécessaire d'avoir toujours présent à l'esprit, au cours d'une distillation, que la composition des pétroles est très complexe ; que beaucoup de carbures, de produits oxygénés, de produits sulfurés, à édifices moléculaires compliqués, se décomposent sous l'action de la chaleur. De sorte que, si dès le début

d'une distillation, lorsque le thermomètre ne marque pas encore 200°, on recueille bien des produits naturellement existant dans l'huile mise en œuvre, cependant au fur et à mesure que s'élève la température les décompositions commencent et ces transformations seront fonction du degré thermométrique, du temps pendant lequel agira la chaleur, de la forme et de la matière des appareils, etc. De là, cette condition très importante à respecter : la distillation d'un pétrole doit se faire dans un appareil conforme à un modèle donné et suivant une technique bien définie. Ceci est d'autant plus nécessaire que l'opération doit servir à comparer entre elles des huiles de diverses natures.

Trois facteurs sont à considérer dans une distillation :

- 1° La température à laquelle passe la fraction distillée ;
- 2° La densité de cette fraction ;
- 3° Le volume de cette fraction.

Le fractionnement doit donc être conduit de manière à obtenir les valeurs de ces trois facteurs.

Au point de vue industriel, les pétroles se classent de manières bien différentes, en général réglées par les cours du marché de ces produits. Tantôt, le stock en essences légères étant épuisé, les raffineurs recherchent surtout les produits naturels riches en essences ; parfois, au contraire, les huiles fournissant beaucoup d'huiles de graissage seront les plus appréciées. Par conséquent la détermination de la proportion des différents produits contenus dans une huile donnée devient un problème dont la solution présente pour le raffineur un intérêt capital, tant pour le guider dans ses achats que pour connaître la marche à suivre dans la fabrication, les achats effectués.

Mais, nous ne saurions trop insister sur cette question auprès des chimistes qui ont à résoudre un tel problème et que leurs travaux ordinaires n'ont pas appelé à étudier dans tous ses détails la distillation des pétroles, cette opération si simple à première vue, est en réalité hérissée de difficultés.

Prenons comme exemple la distillation d'une huile brute américaine faite dans une cornue de verre de un litre de capacité, dans laquelle on aura versé 500 centimètres cubes d'huile. La distillation commence vers 50° par exemple et le thermomètre monte lentement au fur et à mesure que le volume du distillat s'accroît, régulièrement si le feu est donné avec soin (emploi d'un petit fourneau à couronnes ordinaire, la cornue reposant sur une toile métallique et étant entourée de clinquant de toutes parts pour éviter le refroidissement par rayonnement).

A un certain moment, le thermomètre paraît s'arrêter dans sa marche ascendante, la distillation se ralentit considérablement ; la partie vide de la cornue se remplit de vapeurs blanches, lourdes ; si l'on ne pousse pas le feu, le thermomètre redescend lentement et l'huile ne tombe plus au bec du réfrigérant. Ce point n'est pas constant ; nous l'avons trouvé quelquefois à 250°, d'autres fois à 300°.

Si l'on pousse le feu avec lenteur, la formation des vapeurs blanches semble s'accélérer puis elles cessent subitement, le thermomètre reprend sa marche ascendante et la distillation se poursuit à nouveau.

Si l'on a eu soin de fractionner le distillat comme nous l'indiquerons ci-après, en prenant la densité de chaque fraction, on remarque que les densités croissent régulièrement jusqu'au moment de cet arrêt de l'opé-

ration ; les fractions recueillies ensuite ont une densité inférieure à la dernière obtenue, puis croissent de nouveau jusqu'à la fin.

Ce phénomène ne se produit pas avec toutes les huiles ; ce sont surtout les produits américains qui le présentent.

Quand on opère la distillation rapidement, en poussant le feu de manière à conduire l'opération en un temps minimum, ce qui est souvent indiqué, dans le calcul du rendement par exemple, on n'aperçoit pas le phénomène relaté ci-dessus, les décompositions se produisant dans tout le cours de la distillation finale.

Quand les huiles mises en œuvre sont peu colorées, à partir de ce point d'arrêt, on peut observer la formation de coke qui se dépose au fond de la cornue et l'accroissement notable de la coloration de l'huile résiduelle.

Ce temps d'arrêt correspond à une décomposition pyrogénée des hydrocarbures complexes se résolvant en molécules plus simples ayant un poids moléculaire ou plus faible ou plus élevé que ces carbures.

« La distillation semble avoir pour effet de donner
« aux hydrocarbures qui constituent le pétrole, ou
« tout au moins à ceux qui sont susceptibles de se
« décomposer pendant la distillation, plus de sta-
« bilité.

« Ainsi, en soumettant à la distillation un mélange
« synthétique d'essence, d'huile lampante et d'huiles
« lourdes représentant la composition moyenne d'un
« pétrole de Pensylvanie, nous n'avons plus observé
« cette décomposition. Le produit sur lequel nous

« avons opéré provenait du mélange de 90 centimètres
 « cubes d'essence de pétrole rectifiée de densité 692 ;
 « de 720 centimètres cubes d'huile lampante à 796 ; de
 « 140 centimètres cubes d'huile lourde à 850 et enfin
 « de 50 centimètres cubes de résidus à 930. Il avait
 « une densité de 801 à 15°.

« On a distillé en recueillant chaque fois 1/20 du vo-
 « lume mis en œuvre. Les divers fractionnements pré-
 « sentaient les points d'ébullition et les densités sui-
 « vantes :

Fractions	Point d'ébullition	Densités	Coloration des fractions distillées
1	80°-110°	0,705	Incolore.
2	110 -120	0,720	»
3	120 -130	0,733	»
4	130 -135	0,744	»
5	135 -137	0,754	»
6	137 -137	0,764	»
7	137 -140	0,768	»
8	140 -150	0,778	»
9	150 -179	0,785	»
10	179 -200	0,798	»
11	200 -200	0,798	Légèrement jaune.
12	200 -199	0,806	»
13	199 -201	0,814	»
14	201 -205	0,821	Jaune paille.
15	205 -208	0,830	»
16	208 -224	0,836	»
17	224 -235	0,844	Légèrement paraffiné.
18	235 -242	0,852	Paraffiné.
19	au-dessus de 360°	0,862	»
20	»	0,877	»

« Les résultats ont été analogues avec un pétrole
« préparé en mélangeant aux produits précédents des
« essences moyennes de densité 774. Ces constatations
« que l'un de nous exposait en 1889 ⁽¹⁾ prouvent que
« le pétrole brut ou celui qui n'a pas subi dans nos
« alambics une température déterminée, renferme une
« portion d'hydrocarbures différents de ceux que l'on
« en peut extraire par distillation. Cette hypothèse pa-
« raît justifiée par les déterminations que nous avons
« faites ultérieurement sur la solubilité des pétroles
« dans les mélanges chloroformo-alcooliques ⁽²⁾. Nous
« avons en effet montré :

« 1^o Que pour une même densité les diverses fractions
« des sortes américaines présentaient des solubilités
« voisines entre elles, mais très différentes de celles
« des fractions russes de même densité, que par con-
« séquent la solubilité pouvait servir à déterminer à
« quelle série se rattachent les carbures d'une fraction
« dont on connaît la densité ;

« 2^o Que les pétroles bruts avaient une solubilité
« moins considérable que les fractions de même den-
« sité qu'on en peut extraire par distillation ;

« 3^o Qu'en mélangeant toutes les fractions provenant
« de la distillation d'un pétrole brut, le pétrole recons-
« titué était plus soluble dans le mélange chloroformo-
« alcoolique que l'échantillon brut.

(1) RICHE. — *Rapport sur l'Exposition Universelle de 1889*. Im-
primerie Nationale, p. 254.

(2) Voir pour la méthode chloroformo-alcoolique, page 147
de ce volume.

« Ce qui prouve d'une façon irréfutable que si le
« pétrole renferme, en nature, une certaine quantité des
« produits qu'on en extrait par distillation, d'autres au
« contraire prennent naissance dans les conditions par-
« ticulières de la distillation. Il semble donc évident
« qu'on puisse produire ces derniers en quantité plus
» ou moins considérable suivant que l'on crée ou non
« les conditions favorables à leur formation. L'industrie
« a depuis longtemps su discerner ce point et la pra-
« tique a fait voir qu'il était nécessaire de prolonger
« l'action de la chaleur vers le milieu de la distillation
« pour obtenir le rendement maximum en huiles lé-
« gères. (RICHE ET HALPHEN. — *Le Pétrole*, Paris, 1896,
p. 135.)

Dans l'industrie de la raffinerie des pétroles, on utilise cette décomposition pour augmenter le rendement en huiles lampantes ; cette opération porte le nom de *cracking* et consiste à modifier l'allure du foyer lorsque la couleur et la densité du distillat indiquent que les essences et les lampants ont passé au fractionnement et que les produits lourds vont apparaître dans la distillation ; le feu est conduit de manière à provoquer la décomposition aussi parfaite que possible de quelques-uns de ces produits lourds en huiles plus légères pouvant être ultérieurement mélangées avec les lampants.

La distillation des pétroles est aussi fortement influencée par l'allure de l'opération ; une même huile fournira des résultats variables selon le mode d'application de la chaleur.

Nous emprunterons au traité précité (RICHE et HALPHEN. — *Le Pétrole*, p. 134), le tableau suivant dans lequel une même huile a été distillée len-

tement, en sept heures, et plus rapidement, en quatre heures.

Numéros	Distillation lente		Numéros	Distillation rapide	
	Densité	Couleur		Densité	Couleur
1	6 83 $\frac{1}{4}$	Blanc.	1	6 8 $\frac{1}{2}$	Blanc.
2	7 09 $\frac{1}{4}$	»	2	7 118	»
3	7 248	»	3	7 268	»
4	7 378	»	4	7 398	»
5	7 496	»	5	7 49 $\frac{1}{4}$	»
6	7 582	»	6	7 582	»
7	7 672	»	7	7 692	»
8	7 742	»	8	7 782	»
9	7 835	»	9	7 881	»
10	7 990	Jaunissant.	10	7 981	»
11	7 980	»	11	8 040	Jaunissant.
12	8 023	Jaune clair.	12	8 130	»
13	8 200	»	13	8 170	»
14	8 248	Jaune d'or clair.	14	8 278	»
15	8 110	Jaune clair.	15	8 261	Jaune clair.
16	8 248	»	16	8 195	Jaune.
17	8 120	»	17	8 165	»
18	8 100	»	18	8 296	Jaune d'or.
19	8 140	»	19	8 330	Jaune foncé.
20	8 358	Brun rouge foncé.	20	8 540	Brun rouge.

Les remarques précédentes démontrent amplement ce que nous avons posé au début comme une sorte d'axiome, que la rectification d'un pétrole, en vue de tirer des conclusions d'analyse, doit se faire dans un appareil bien déterminé et suivant une technique très précise, afin d'obtenir des résultats toujours comparables entre eux.

Reste à déterminer les conditions de l'opération, de manière à établir une analyse officielle, admise par tous les chimistes et à laquelle on devrait avoir recours dans les cas d'expertises. A l'heure actuelle, cette question est à l'étude dans les Congrès internationaux du pétrole sans avoir reçu de solution définitive. D'ailleurs, il faut le reconnaître, jusqu'ici les expertises sur les produits pétrolifères ne sont pas très fréquentes dans les laboratoires et ces questions spéciales restent confinées dans les raffineries de pétrole où chacun procède d'une manière particulière, guidé généralement par les besoins de l'usine dont il a la charge. Dans ces essais, on s'efforce de se rapprocher de la fabrication réelle, en distillant dans des chaudières de cuivre de capacité moyenne, plusieurs litres d'huile, réglant la marche de l'opération sur ce qu'elle sera dans les grands appareils de rectification.

Mais le chimiste auquel on soumettra un échantillon n'aura pas toujours à sa disposition plusieurs litres d'huile, ni le temps nécessaire pour procéder à une opération aussi longue (la rectification dans ces conditions exige six à huit heures consécutives, dans certains cas) ; si les essais sont fréquents, il y a lieu d'opérer d'une manière assez rapide pour ne pas voir s'éterniser le travail. En attendant une méthode officielle, admise par tous, nous proposons le mode de travail contenu dans les essais suivants, qui exige au maximum un litre d'huile, facile à exécuter dans un temps normal de travail et que nous mettons en œuvre depuis plusieurs années.

Dans cette méthode, nous nous sommes efforcés de déterminer les trois facteurs nécessaires à toute distillation : la température d'ébullition, le volume et la

densité de chaque fraction, tout en réduisant au minimum le travail à exécuter, en employant des appareils de types bien déterminés, faciles à reproduire en tous temps et enfin, aussi, en permettant de résoudre certaines questions connexes, telles que le rendement des huiles brutes soit au point de vue douanier, et pour lequel l'expert pourra être appelé à trancher, soit au point de vue commercial.

Les appareils à employer sont de deux espèces :
1° l'appareil imaginé par *Engler*, dont l'emploi est universel et dont la construction faite avec soin permet de se procurer un alambic établi dans des conditions toujours identiques. On peut obtenir avec cet appareil les températures d'ébullition et les volumes de chaque fraction avec une grande précision. Les dimensions de la cornue distillatoire sont telles que l'on ne peut distiller que 100 centimètres cubes d'huile ce qui oblige, pour prendre la densité de chaque fraction à opérer par pesée du volume de celle-ci, opération un peu longue lorsque l'on a beaucoup d'échantillons à étudier.

2° L'appareil de *de Luynes*, auquel nous avons apporté quelques modifications de détail, construit aussi en cuivre et qui permet de porter facilement et rapidement un volume de 500 centimètres cubes à la température de 350° et au delà même si cela est nécessaire. Avec cette cornue, en fractionnant par $\frac{1}{10}$ ou $\frac{1}{20}$ on obtient des fractions de 50 ou de 25 centimètres cubes d'huile dont il est facile de prendre la densité avec de bons densimètres, ce qui simplifie les opérations sans nuire à l'exactitude, car en définitive, dans une telle recherche, il ne s'agit que d'établir la variation de chacun des trois facteurs de distillation, sans avoir besoin d'une mesure absolue.

C'est alors que nous avons imaginé de combiner les deux opérations en vue d'obtenir la densité des fractions indiquées par l'Engler ; pour cela, chaque fraction de l'appareil de Luynes est conservée à part dans des tubes bouchés.

Les distillations terminées, en nous basant sur les volumes successifs des fractionnements de l'Engler, nous reconstituons au moyen des huiles recueillies, des fractions correspondant aux températures obtenues et nous prenons les densités de ces fractions au moyen des mêmes densimètres. Les causes d'erreurs sont très faibles, comme nous nous en sommes assurés directement, même quand on opère sur le fractionnement en $\frac{1}{10}$; elles sont à peu près nulles avec des fractions de 25 centimètres cubes (fractionnement au $\frac{1}{20}$ sur 500 centimètres cubes). Des exemples relatés ci-après feront mieux comprendre la marche de la méthode.

Nous lui trouvons l'avantage de donner des renseignements sur les trois facteurs de la distillation, de procurer d'autres chiffres nécessaires souvent aux conclusions de l'expert et enfin d'être très rapide. Une opération complète, avec calcul du rendement et autres renseignements au point de vue douanier, pour un distillat roumain n'exige pas deux heures de travail.

Pratique de la Distillation. 1^o DISTILLATION PRÉLIMINAIRE. — Nous engageons vivement le chimiste qui doit étudier la distillation d'un produit pétrolifère quelconque, à procéder à une opération préalable qui permet d'obtenir de précieux renseignements, non pas seulement sur la nature du produit, mais aussi sur la manière dont seront conduites ultérieurement les diverses distillations à effectuer.

Si le pétrole renferme de l'eau, il est indispensable de le sécher sur le chlorure de calcium (moins bien avec le carbonate de potasse pouvant saturer certains acides).

Quelquefois l'eau est comme émulsionnée et il est impossible d'en débarrasser le pétrole, même par filtration sur papier. Le pétrole est alors placé dans une cornue enfouie dans un bain de sable de vastes dimensions (une marmite en fonte par exemple) la cornue plongeant dans le sable jusque vers le col et on maintient le bain vers 105°. Bien entendu, le col de la cornue plonge dans un matras tubulé à distiller, de manière à recueillir les produits volatils. L'eau distille lentement avec ceux-ci et se sépare facilement. Quand la couche aqueuse n'augmente plus dans le matras, ce qui exige quelquefois plusieurs heures, on arrête la chauffe, on recueille par décantation à l'entonnoir à robinet le pétrole distillé et on le verse dans le liquide resté dans la cornue. L'huile est prête pour les essais ultérieurs.

On procède alors à une distillation préalable soit sur l'huile telle quelle, soit sur celle débarrassée d'eau.

Dans une petite cornue de 250 centimètres cubes en verre vert tubulée, on verse 150 centimètres cubes de liquide ; on adapte par la tubulure un thermomètre pouvant marquer 350° et dont la boule plonge à un ou deux millimètres du fond de la cornue. Celle-ci est reliée par un bouchon à un matras à long col et tubulé, posé sur un valet de paille. La cornue est lentement chauffée sur un fourneau à couronne, en prenant la précaution de la placer sur une toile métallique, de l'entourer d'une feuille de clinquant pour la protéger de brusques refroidissements et enfin de placer sous toute la longueur du col une autre feuille de clinquant

destinée à arrêter l'action de la flamme du fourneau sur le col.

On distille en notant la marche du thermomètre jusqu'à ce que celui-ci marque 350°. On arrête le feu et après refroidissement on examine le distillat et le résidu au point de vue du volume, de la densité, de l'inflammabilité, etc.

Les essences et les pétroles raffinés laissent un résidu nul ou peu important ; les huiles lourdes donnent au contraire très peu de distillat ou même aucun produit volatil avant 350°. Les pétroles naturels sont intermédiaires entre ces extrêmes.

2° DISTILLATION FRACTIONNÉE. — Lorsque l'on doit étudier une huile de pétrole dans le cas le plus général, il faut ensuite procéder à une rectification au cours de laquelle on notera : la température de distillation, le volume du distillat et sa densité. Le seul appareil convenable pour cette opération est la cornue de verre de un litre de capacité, reliée à un réfrigérant Liebig. Le tube de ce réfrigérant est un tube à entonnoir dans lequel on engage le col de la cornue ; comme il y a là une petite difficulté de montage nous allons indiquer le tour de main qui nous a réussi jusqu'ici. Le col de la cornue est étiré à la lampe d'émailleur, convenablement coupé et engagé dans un bouchon de liège capable de prendre place dans le tube à entonnoir du réfrigérant. Mais comme les jointures ne peuvent être exactes, on entoure le bouchon de bandelettes de toile enduites de gélatine (les tubes de sécotine sont d'un excellent usage) et on laisse sécher. On obtient ainsi un joint hermétique très résistant et rapidement exécuté.

Dans la cornue on place 500 ou 750 centimètres cubes

de liquide à étudier ; on bouche avec un thermomètre capable de marquer 350° et on monte sur un fourneau à couronne.

Par précaution, ce fourneau est installé au centre d'un grand bac en tôle de 0^m, 50 de côté, à rebords élevés de 10 centimètres au moins. Si la cornue venait à casser, le liquide se répandrait dans ce bac et il serait facile de l'éteindre en y projetant du sable dont on a soin de faire provision.

On entoure la cornue d'une chemise de clinquant, on protège le col contre la flamme du fourneau au moyen d'une autre feuille de clinquant et l'on procède à la distillation.

Le distillat est recueilli au bec du réfrigérant Liebig dans des éprouvettes graduées. Il est bon, pour surveiller la distillation, de compter de temps en temps le nombre de gouttes tombant dans l'éprouvette par minute ou demi-minute, de manière à conduire le feu très régulièrement.

Si simple que cela paraisse, il y a cependant plusieurs manières d'opérer le fractionnement d'un pétrole (comme de tout liquide d'ailleurs).

1° Le thermomètre plonge constamment dans le liquide en ébullition ;

2° Le thermomètre ne plonge jamais dans ce liquide et marque la température des vapeurs.

Les deux conditions sont très différentes et il y aura lieu, pour l'expert, d'adopter l'une ou l'autre. En général, la première est préférable (thermomètre plongeant constamment dans le liquide) car elle évite trop de surchauffe pour les produits de queue, la distillation s'effectuant en moins de temps.

En tous cas, le chimiste devra noter sur son bulletin

d'analyse quel mode a été adopté, relativement à la mesure des températures.

Ce point tranché, une autre difficulté surgit :

Comment fractionnera-t-on ? On peut en effet prendre pour base de fractionnement la température et recueillir le distillat qui passe de 10 en 10 degrés par exemple ; dans ce cas, on mesurera sur l'éprouvette graduée le volume correspondant du liquide. Ou bien on peut adopter comme base le volume, fractionner le liquide par $\frac{1}{20}$ (25 centimètres cubes par fraction si on a mis 500 centimètres cubes de pétrole en œuvre) ou par $\frac{1}{10}$ (50 centimètres cubes par fraction) ; dès lors on notera la température à laquelle aura distillé un tel volume.

Ici, aucune considération ne peut guider le chimiste. Le mieux, si l'étude du pétrole doit être complète, est de faire deux distillations successives (chaque fois avec du liquide primitif) l'une en fractionnant par $\frac{1}{20}$, l'autre en fractionnant par 10^o thermométriques. A moins d'indications spéciales, nous opérons par fractionnement en $\frac{1}{20}$ ou $\frac{1}{10}$.

3^o DISTILLATION DANS L'APPAREIL ENGLER. — Cette opération n'a de spécial que l'appareil dans lequel on opère. Essentiellement, il se compose d'une petite chaudière métallique de 150 centimètres cubes environ, surmontée d'un tube métallique pouvant recevoir un thermomètre et s'engageant dans un réfrigérant Liebig en métal. Mais les détails de construction et d'installation sont si minutieusement étudiés (1), qu'il est

(1) Il est préférable de se procurer cet appareil dans le commerce et de ne pas chercher à le construire.

possible de procéder avec cet appareil à des distillations rigoureusement comparables entre elles et exécutées sur 100 centimètres cubes de liquide. Les distillats sont recueillis dans une burette graduée en $\frac{1}{10}$ de centimètres cubes, ce qui permet de les extraire à volonté, d'en mesurer très exactement le volume et, par pesée dans des petites fioles, d'en déduire la densité.

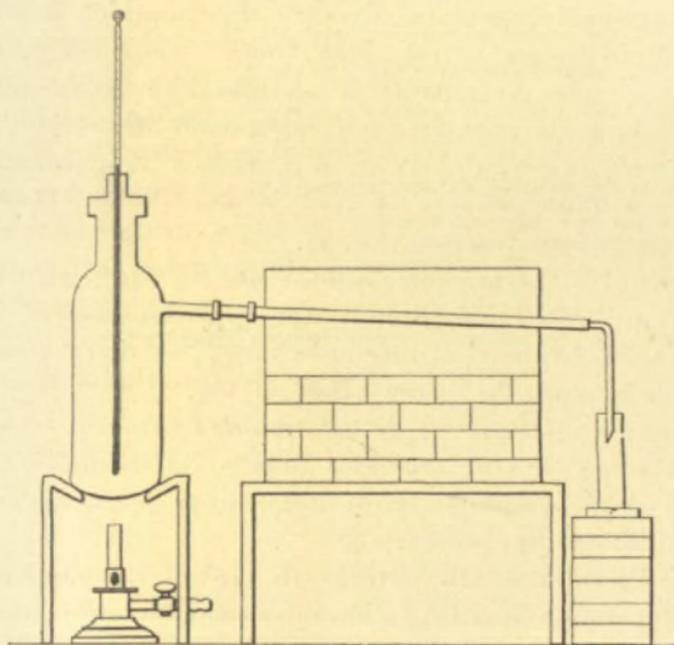


Fig. 2.

4^o EVALUATION DU RÉSIDU A 350°. — L'appareil employé est celui de de Luynes auquel nous avons apporté quelques modifications ; il se compose d'une cornue en cuivre épais de 290 millimètres de hauteur et de 85 millimètres de diamètre portant un tube de dégagement situé à 180 millimètres du fond de la cornue ;

elle est fermée par un bouchon de cuivre à vis au travers duquel passe un thermomètre pouvant marquer 350°. Pour que ce dernier plonge toujours dans le liquide, il sera bon de le faire construire spécialement, avec une boule cylindrique de 1^{mm},5 de longueur seulement et une tige suffisamment longue pour que le point 300° (qui servira ultérieurement) soit placé à l'extérieur du bouchon, quand le thermomètre sera en fonction. La cornue est tarée ; on y verse 500 centimètres cubes de pétrole et on prend le poids total. On adapte la cornue à un réfrigérant de cuivre au moyen d'un écrou à vis et on procède à la distillation en recueillant par 1/10 ou par 1/20 pour prendre la densité de chaque fraction (fig. 2).

Quand le thermomètre atteint 300° ou 350°, selon les cas, on arrête l'opération et, après refroidissement, on repèse la cornue. La différence entre les deux pesées donne le poids du résidu à 300 ou 350.

NOTE A. *Méthode de distillation de l'auteur.* — Nous exposerons ici avec quelques détails, la méthode que nous avons employée pour déterminer les caractères distillatoires des huiles.

La distillation du pétrole au moyen de l'appareil Engler donne bien les valeurs des trois facteurs ; température, volume et densité des fractionnements. Mais l'estimation de ce dernier facteur nécessitant des pesées précises, serait longue et pénible lorsque l'on doit étudier un certain nombre de pétroles analogues. Dans ces cas très fréquents où la rigueur scientifique que comporte l'opération ainsi conduite n'est pas requise, nous réunissons les essais n^{os} 3 et 4 de la manière suivante : la distillation par le moyen de l'appareil Engler est faite en recueillant le distillat dans une éprouvette

à pied graduée en $1/10$ de centimètre cube et en notant les volumes passés de 10 en 10 degrés du thermomètre.

Dans l'essai n° 4 on obtient les densités des fractions recueillies par 50 centimètres cubes ⁽¹⁾ et l'on a soin de conserver isolément chaque fraction. L'opération Engler étant faite sur 100 centimètres cubes et la seconde sur 500 centimètres cubes, il est facile de reconstituer toute une série de fractionnements répondant à ceux passés à des températures déterminées et d'obtenir ainsi les *densités approchées* correspondant aux distillats de la méthode Engler. Il y a de petites causes d'erreurs faciles à comprendre, mais nous sommes assuré, par des essais directs, qu'elles ne dépassaient pas un ou deux millièmes sur le chiffre des densités.

Voici un exemple qui précisera mieux ce procédé.

La distillation d'une essence a donné :

a) *Essai Engler* :

58°- 70°	= 12 centimètres cubes
70 - 80	= 16 »
80 - 90	= 20 »
90 -100	= 20 »
100 -110	= 15 »
110 -118	= 7 »
Résidu	10 »
	<hr/>
	100 centimètres cubes

⁽¹⁾ Ou par 25 centimètres cubes, dans le fractionnement au $1/20$ qui est plus exact encore et dont nous donnons quelques exemples.

b) *Essai n° 4* : sur 500 centimètres cubes.

50 centimètres cubes	Densité	0,655
50 »	»	0,665
50 »	»	0,677
50 »	»	0,688
50 »	»	0,697
50 »	»	0,706
50 »	»	0,716
50 »	»	0,723
50 »	»	0,731

450 centimètres cubes

Les volumes de l'essai Engler, multipliés par 5, donnent respectivement 60-80-100-100-75-35 centimètres cubes.

Avec les fractions de l'essai n° 4 et en les prenant dans l'ordre même de leur extraction, nous avons reconstitué des mélanges dont les volumes étaient 60-80-100-100-75-35 centimètres cubes et dont il a été facile de déterminer la densité au moyen d'un petit densimètre contrôlé. Nous avons trouvé ainsi :

58°-70°	= 0,660	0,662
70-80	= 0,672	0,671
80-90	= 0,690	0,689
90-100	= 0,708	0,706
100-110	= 0,723	0,726
110-118	= 0,731	0,732

Les chiffres densimétriques de la 2^e colonne sont ceux obtenus dans un nouvel essai fait dans un appareil distillatoire plus grand permettant d'employer 500 centimètres cubes tout en se servant du thermomètre. Comme on le voit les écarts entre les chiffres des deux colonnes sont assez faibles pour permettre l'emploi de ce procédé. En fractionnant par 1/20 sur

500 centimètres cubes, les résultats sont encore plus approchés.

Nous donnerons, dans un autre cas un exemple de la marche à suivre.

Engler :

90°-100° = 3 ^{cc}	pour 500 ^{cc} = 15
100 -110 = 2	» = 10
110 -120 = 3	» = 15
120 -130 = 4	» = 20

Chacun des essais serait trop faible ; mais le volume des trois premiers est $15 + 10 + 15 = 40$ centimètres cubes, volume permettant l'emploi du densimètre contrôlé ; sur la première portion de l'essai n° 4, soit 50 centimètres cubes, il a été prélevé 40 centimètres cubes (le reste ou 10 centimètres cubes devant servir à constituer la seconde fraction Engler). Ces 40 centimètres cubes avaient 0,695 pour densité. Nous aurons donc :

$$90^{\circ}-120 = 8 \text{ centimètres cubes-densité } 0,695.$$

NOTE B. — Lorsqu'il y aura lieu de rechercher la paraffine dans un pétrole, le mieux sera de procéder à la distillation dans une cornue de cuivre de forme basse (modèle des cornues en verre dites *forme boule*) en fractionnant par 1/20 jusqu'au coke. Les dernières fractions, à partir de la quinzième, sont recueillies dans des tubes en verre que l'on abandonnera quelque temps dans un bain d'eau à 15°. La paraffine cristallisera dans chaque tube et on notera l'importance du dépôt, la viscosité de l'huile, etc.

Il faut ici bien se rappeler que tout dosage par cette méthode serait illusoire, la paraffine subissant à haute

température une décomposition pyrogénée très importante.

NOTE C. — Dans l'étude des produits volatils à température peu élevée, jusque vers 200°, l'emploi des colonnes de fractionnement type Lebel et Henninger, à 5, 10 ou plus de boules, sera souvent imposée par les circonstances. Cet emploi est d'un usage trop courant dans un laboratoire pour que nous nous y arrêtions.

NOTE D. — Au moyen des résultats obtenus dans ces essais, on pourra tracer des courbes représentatives de la marche de la distillation. Ces courbes seront de nature différente, soit que l'on porte en abscisses les numéros des fractionnements et en ordonnées des valeurs proportionnelles aux densités ou aux températures, soit que l'on choisisse tout autre mode de représentation.

Dans un produit homogène, les courbes seront régulières, ne présentant aucun point singulier; dans les produits hétérogènes au contraire, dans les mélanges faits sans précaution, les courbes seront irrégulières, avec des points de rebroussement plus ou moins accentués.

F. Viscosité. *Huiles minérales de graissage.* — L'immense révolution économique apportée dans la civilisation par l'emploi des mécanismes a eu pour facteur des plus importants l'emploi des huiles minérales dans le graissage de ces mécanismes. Le meilleur des moteurs devient inutilisable, non seulement si les parties en frottement ne sont pas constamment lubrifiées, mais aussi si cette lubrification est faite au moyen d'huiles non appropriées à cet usage. On pourrait presque dire, sans exagération, qu'à chaque

type de mécanisme doit correspondre une huile de graissage spécial.

Les huiles saponifiables, graisses animales et végétales, se décomposent sous l'action de la chaleur en donnant des acides gras qui attaquent les parties métalliques, les détériorent tout en formant un cambouis qui loin de constituer un mode de graissage, devient au contraire pour le mécanisme une cause de résistance.

Les huiles minérales, complètement débarrassées de leurs produits acides, résistent à la température de frottement des organes et sont dès lors les seuls produits à employer pour le graissage normal des appareils. Il existe à l'heure actuelle une variété considérable de ces huiles préparées spécialement par raffinage ; on les distingue les unes des autres par leur viscosité, l'expérience ayant montré qu'il existe un rapport constant entre la viscosité d'une huile et sa valeur de graissage.

La viscosité se déterminera le mieux au moyen de l'appareil Engler dont nous allons donner la description et le mode d'emploi.

DÉTERMINATION DU COEFFICIENT DE VISCOSITÉ. — « La viscosité peut être définie comme la résistance qu'offrent les plus petites particules d'un corps à glisser les unes sur les autres ; en d'autres termes, la viscosité est le *coefficient de frottement intérieur*. » (LEWKOWITSCH, *Huiles, graisses et cires*, traduction française de E. BONTROUX, p. 266).

La détermination de ce coefficient est basée sur la loi de *Poiseuille* relative à l'écoulement des liquides par un orifice capillaire, loi qui est contenue dans la formule

$$k = \pi t \frac{pr^4}{8vl}$$

dans laquelle k représente le coefficient de viscosité ;

p , la pression sur l'unité de surface de l'orifice du tube capillaire ;

r , le rayon du tube ;

l , la longueur de ce même tube ;

v , le volume du liquide écoulé par l'orifice en t secondes.

Pour que cette loi soit applicable en toute rigueur, il est nécessaire que le coefficient l ou longueur du tube soit de grande valeur et que r , rayon du tube soit très petit. Dans la pratique des huiles de graissage, généralement très visqueuses, un appareil ainsi contruit serait d'un emploi fort incommode et souvent aussi inutilisable ; pour tourner cette difficulté, on se contente de déterminer un coefficient de viscosité *relatif*, en comparant les temps d'écoulement d'un volume donné d'huile à essayer et d'un même volume de liquide pris arbitrairement comme type, au travers d'un orifice de diamètre assez large et pour une colonne liquide de faible longueur.

Le liquide type peut être de l'eau ou de l'huile de colza bien épurée.

On a cherché cependant à déterminer la viscosité absolue des huiles ; mais ce genre d'essais, très délicat et très long, est plutôt du ressort d'un laboratoire scientifique que d'un laboratoire industriel et comme les travaux de PÉTROFF ont montré que pour une température donnée, le classement des huiles au point de vue de leur frottement interne est le même que pour leur pouvoir lubrifiant et leur viscosité relative, nous nous contenterons de décrire la détermination de ce dernier coefficient.

L'appareil le plus usité est celui d'Engler dont voici la description (LEWKOWITSCH, *loc. cit.* p. 272).

Le réservoir A est destiné à recevoir l'huile soumise

à l'essai ; son diamètre est de 106 millimètres et sa hauteur de 72 millimètres ; il se termine au fond par un tube en platine *a* de 20 millimètres de longueur, 2^{mm},9 de diamètre au sommet et 2^{mm},8 de diamètre à la base.

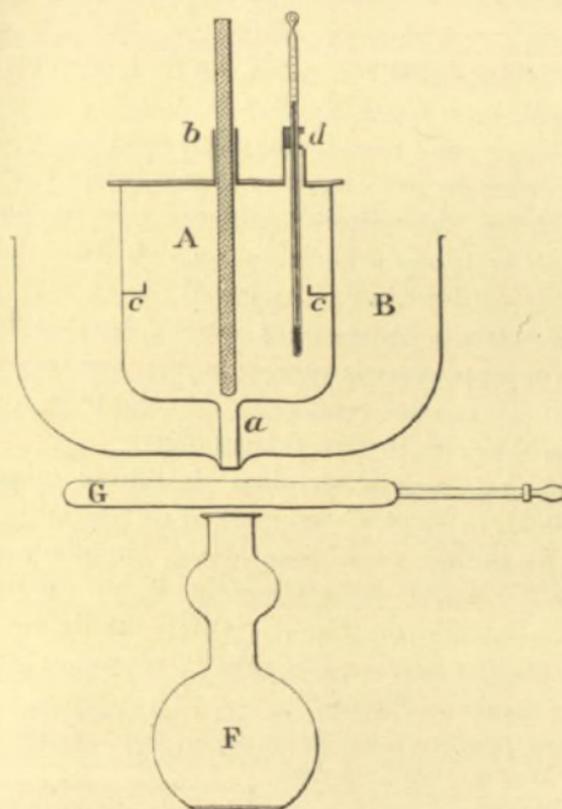


Fig. 3.

A l'intérieur du réservoir A, trois pointes C servent à régler exactement le niveau de l'appareil et limitent la contenance de 240 centimètres cubes de liquide.

Le réservoir A est fermé par un couvercle percé d'une cheminée centrale *b* par laquelle on peut intro-

duire un tampon de bois dur qui vient obturer l'orifice *a* et d'une autre petite cheminée *d* pouvant recevoir un thermomètre.

Le réservoir *A* peut être placé dans un bain-marie *B* que l'on chauffe avec une couronne à gaz *G*.

Sous le récipient on place une fiole *F* graduée à 200 et 240 centimètres cubes. Le tout est supporté par un trépied, non figuré (fig. 3).

Pour faire un essai, on lave le réservoir *A* à l'éther puis à l'éther de pétrole, on rince à l'alcool et enfin à l'eau distillée. On nettoie l'orifice *a* avec un papier de soie et on le ferme avec le tampon de bois. Le réservoir est placé dans le bain-marie *B*.

On mesure 240 centimètres cubes d'eau distillée et on verse ce liquide dans le réservoir *A* qui se trouve alors rempli au niveau des repères *C*. On adapte le couvercle de *A* que l'on munit d'un thermomètre.

Dans le bain-marie, on place de l'huile minérale et on l'amène à 20° C. Au bout d'un certain temps, lorsque l'eau de *A* est bien à 20°, on place sous le réservoir la fiole *F* complètement sèche, on ouvre le tampon et on marque l'heure. On recueille 200 centimètres cubes d'eau et on arrête l'expérience en marquant de nouveau l'heure.

Pendant l'écoulement du liquide, l'appareil doit être dans un état de repos absolu.

Si l'appareil est bien réglé, le temps d'écoulement de 200 centimètres cubes d'eau à 20° est de 51 à 53 secondes.

Le réservoir *A* est séché complètement et rempli d'huile à essayer bien claire et sèche, jusqu'au niveau des arrêts *C*. On recommence l'essai comme ci-dessus, en notant le temps d'écoulement de 200 centimètres cubes d'huile.

Le quotient du nombre de secondes relatif à l'huile par celui des secondes relatif à l'eau est le coefficient de viscosité à la température de 20°.

Dans l'essai de l'huile, on porte ensuite le bain-marie à des températures croissantes et l'on calcule le coefficient de viscosité en comparant le temps d'écoulement à la température T de 200 centimètres cubes d'huile au temps d'écoulement de l'eau à 20°.

Le viscosimètre d'ENGLER est capable de donner des résultats très comparables entre eux, mais étant donnée sa capacité, il présente l'inconvénient d'exiger beaucoup d'huile et surtout un temps fort long. Enfin il n'a guère été adopté qu'en Allemagne et dans l'Europe centrale.

En Angleterre, on se sert du viscosimètre de REDWOOD construit sur les mêmes principes et dans un modèle analogue au précédent. L'essai porte seulement sur 50 centimètres cubes d'huile et par conséquent est de plus courte durée.

Il existe aussi un appareil de ENGLER et KÜNKLER pour les hautes températures et qui ne diffère de celui décrit ci-dessus que par des détails de construction inutiles à reporter ici.

D'ailleurs tous ces appareils étant construits d'une façon spéciale et contrôlés très sérieusement avant la mise en vente, il est toujours préférable de se munir de ceux exécutés dans de telles conditions.

En France, on fait usage de l'*ixomètre* de BARBEY qui, à l'inverse des précédents, détermine le coefficient de fluidité d'une huile en mesurant le volume d'une huile écoulée dans un temps constant.

L'*ixomètre* se compose essentiellement d'un gros tube vertical de 13 millimètres de diamètre, B. Ce tube se termine par un trop-plein F.

Un autre tube D, vertical, au diamètre intérieur de 5 millimètres et muni aussi d'un déversoir G, communique avec le premier tube par un ajutage H de 8 millimètres de diamètre intérieur.

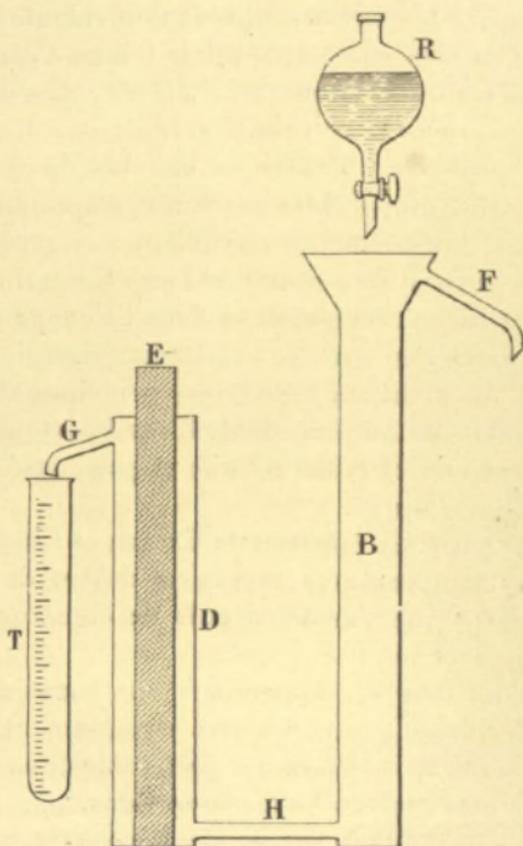


Fig. 4.

Au centre du tube D, pénètre une tige cylindrique en acier E, parfaitement calibrée au diamètre de 4 millimètres. En fait, ce système détermine en D un ajutage annulaire de 0^{mm},5 de largeur et de 200 millimètres de longueur (fig. 4).

Le tout peut s'introduire dans un bain-marie (non figuré) pouvant être chauffé à une température voulue.

L'appareil étant prêt à fonctionner, on place l'huile dans une boule à robinet R, située au-dessus de B, et on la laisse écouler (l'excès passe en F). Il est bon, au début, d'incliner le système à 45° pour y verser un peu d'huile, afin de chasser l'air de l'espace annulaire.

Quand l'appareil fonctionne convenablement, que l'huile est bien à la température du bain-marie, on enlève le récipient qui est sous le déversoir G et on le remplace par le tube gradué T, en notant exactement l'heure à laquelle tombe dans ce tube la première goutte d'huile. On recueille exactement pendant *dix minutes*. On retire le tube, on le met cinq minutes dans le bain-marie et on lit le nombre de divisions obtenues.

Ce nombre indique le *degré de fluidité* de l'huile à T° centigrades, c'est-à-dire le nombre de centimètres cubes d'huile qui se seraient écoulés pendant une heure.

L'ixomètre Barbey est établi de façon que sous la pression de 100 millimètres de liquide maintenue constante à une température fixe de 35°, l'huile de colza brute, fraîchement préparée et soutirée à clair marque exactement 100 degrés de fluidité.

Huiles de graissage. — Chaque organe de machine exige l'emploi d'une huile appropriée et que seule l'expérience a permis d'adopter ; il est donc nécessaire de préparer un grand nombre de produits lubrifiants et chaque espèce de pétrole, américain, russe, roumain ou autre, donne des huiles de graissage spéciales.

Les huiles américaines légères, de densité comprise entre 833 et 864 sont surtout utilisées, après raffinage, pour faire des mélanges avec les huiles végétales et animales ; les huiles plus lourdes, au-dessus de 880 se

différencient en huiles pour broches, huiles pour machines et huiles pour cylindres. Ces produits sont très visqueux, ne se solidifient qu'à basse température et s'enflamment difficilement.

D'après MM. RICHE et HALPHEN (*Loc. cit.* p. 456) les huiles lourdes russes sont représentées par quatre qualités :

Oléonaphte n° 0 ou 00, huile orange foncée, de densité 910, employée pour le graissage des cylindres et tiroirs de machines à vapeur.

Oléonaphte n° 1, huile orange, densité 905 à 907, employée pour le graissage des machines, transmissions, etc., et pour le mélange avec les huiles de graissage animales et végétales.

Oléonaphte n° 2, huile orange claire, densité 895 à 897 employée pour le graissage des métiers de tissage, broches de filatures, etc.

Mazout, de couleur noire, densité 910-915, et qui n'est que le résidu de la distillation du pétrole, sans aucun raffinage ; on l'emploie pour le graissage du matériel roulant des chemins de fer, après l'avoir mélangé avec d'autres huiles, surtout de colza dans la proportion de 15 à 30 $\frac{0}{0}$ en moyenne.

Les huiles lourdes de boglicad, de schiste et analogues, dont la densité varie de 865 à 890 peuvent aussi servir à confectionner des huiles de graissage par mélange avec d'autres corps gras, soit huiles végétales et animales, soit avec des savons de chaux préparés au moyen de celles-ci.

Pour terminer ce chapitre nous reproduirons, d'après LEWKOWITSCH (*Loc. cit.* p. 282), quelques exemples de coefficients de viscosité. On remarquera que la valeur de ce coefficient, pour une huile donnée, varie avec la température.

Viscosités prises à l'appareil d'Engler

Huiles	Densité	Viscosité			
		à 20° C	à 50° C	à 100° C	à 150° C
Huile de colza brute	920	9,03	4,00	1,78	1,34
» épurée.	911	11,88	4,90	2,05	1,40
» d'olive.	914	10,30	3,78	1,80	»
» de ricin	963	»	16,46	3,01	»
» de lin	930	6,36	3,20	1,76	»
Suif.	951	»	5,19	2,50	1,73
Huile de pieds de boeuf	916	11,63	4,44	1,93	»
Huiles minérales, cylindres, Russie.	911-923	»	10,2-16,2	»	2,0-2,8
» machines »	893-920	»	5,8-6,3	»	1,5-1,8
» à broches »	893-895	»	3,1-3,4	»	1,4-1,5
» cylindres, Amérique	886-899	»	»	»	4,1-4,8
» machines »	884-920	»	4,2	»	1,6
» à broches »	908-911	»	3,1-3,3	»	1,4-1,6

Ixomètre de Barbey

Fluidité = Volume écoulé en centimètres cubes par heure

Huiles	Densité à 15°	Fluidité à 35°
Colza brute, pure et fraîche, soutirée . . .	9155	100
Coco de Ceylan	9220	160
» de Cochin neige	9250	180
Palme	9180	126
Arachide blanche comestible	9170	114
Olive bon goût comestible	9165	127
» verte pour graissage	9160	125
Sesame extra, Jaffa.	9230	128
Coton.	9225	126
Ravison.	9210	110
Lin Calcutta	9330	170
Colza épurée, éclairage	9150	105
Pieds de mouton.	9160	116
Pieds de bœuf.	9170	122
Pieds de cheval	9185	135
Foie de morue, brune	9280	155
de Lard	9160	120
de Resine	9750	80
Ricin, rouge, à graisser	9640	15
Oléonaphte o, Russie	9120	30
» 1 »	9060	50
» 2 »	8960	130
» 3 (Mazout).	9120	40
de Vaseline.	8920	216
Goissons	9270	160

CHAPITRE III

INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

Les pétroles naturels pouvant avoir, en ce qui concerne les proportions relatives de chaque composant cité au début, toutes les compositions possibles, il serait erroné de croire que les chiffres d'analyse permettent du premier coup de se prononcer soit sur l'origine, soit sur la valeur d'une huile donnée. Tout ce que nous pouvons faire sera de donner ici les types principaux de chaque catégorie de pétroles, types pouvant permettre des comparaisons avec les chiffres fournis par un essai. Hâtons-nous de dire que théoriquement ce chapitre ne sera jamais clos, la découverte de nombreux gisements pétrolifères pouvant verser sur le marché commercial des types d'huiles entièrement différents de ceux actuellement connus.

1° PÉTROLES BRUTS D'AMÉRIQUE. — *Couleur* du jaune ambré au jaune rouge avec une fluorescence verte prononcée. On a cité quelques puits à huile noire et d'autres à huiles presque incolores ; ces produits ne sont pas d'usage courant.

Densité. — Comprise entre 795 et 810 ; quelques huiles vont de 765 à 795 et d'autres, noires, épaisses montent à 940.

Point d'inflammabilité. — A cause de la présence

des essences, les pétroles bruts américains s'enflamment à température ordinaire.

Essai de consommation. — Brûlent mal dans la lampe; la mèche charbonne. En 4 heures, la consommation moyenne est de 80 à 100 grammes.

Distillation. — a) à la cornue (essai 2°) — thermomètre plongeant dans le liquide. Densité : 0,805 à 15°.

Fractionnement par 1/20 soit 25 centimètres cubes pour 500 centimètres cubes huile employé.

Numéros des fractions	Températures d'ébullition	Densités
1.	90°	666
2.	103	690
3.	117	710
4.	128	725
5.	145	740
6.	158	751
7.	159	764
8.	162	774
9.	191	784
10.	197	796
11.	190	811
12.	183	813
13.	197	820
14.	203	826
15.	241	817
16.	255	813
17.	258	814
18.	259	816
19.	256	816

RICHE et HALPHEN. *Le Pétrole*, p. 145.

b) *Essai Engler.* — Sur 100 centimètres cubes. Densité . 806.

Température	Volume	Densité
90°-100°	3 ^{cc}	701
100 -110	2	
110 -120	3	
120 -130	4	
130 -140	3	726
140 -150	3	
150 -160	4	
160 -170	3	
170 -180	3	753
180 -190	3	
190 -200	3	
200 -210	2	
210 -220	1	776
220 -230	2	
230 -240	1	
240 -250	3	
Résidu	57	
	100 ^{cc}	

c) *Fractionnement* par 1/10 sur 500 centimètres cubes (même pétrole que ci-dessus).

Numéros des fractions	Volume	Densité
1	50 ^{cc}	695
2	»	726
3	»	753
4	»	775
5	»	794
6	»	809
		(Température = 350°)
Densité du distillat = 758. Densité du résidu = 867.		

d) *Calcul du rendement au raffinage.* — Pour calculer le rendement approximatif d'une huile brute d'Amérique au raffinage, on se base sur des données moyennes qui ont été fournies par un grand nombre d'essais exécutés industriellement. Connaissant le poids des 500 centimètres cubes soumis à la distillation dans l'opération c et le poids du résidu à 350° il est facile de calculer les poids respectifs de distillat et de résidu pour 100 grammes d'huile.

Pour tenir compte des déchets que subiront ces produits au raffinage, on corrige les poids obtenus ci-dessus au moyen des coefficients suivants : 0,05 pour le distillat et 0,18 pour le résidu. Soient D le poids de distillat pour cent grammes d'huile brute ; R, le poids du résidu à 350°. Les corrections sont :

$$\begin{aligned} D - D \times 0,05 &= A \\ R - R \times 0,18 &= B. \end{aligned}$$

Le rendement au raffinage sera $A + B$.

EXEMPLE. — L'huile distillée ci-dessus pesait 403 grammes.

On a recueilli 173 grammes de résidu à 350°.

Le résidu $\frac{0}{100}$ est donc $42,9 = R$.

Le distillat $\frac{0}{100}$ sera $100 - 42,9 = 57,1 = D$.

Rendement :

$$\begin{aligned} 57,1 \times 0,05 &= 2,8 \\ 42,9 \times 0,18 &= 7,7 \\ A = 57,1 - 2,8 &= 54,3 \\ B = 42,9 - 7,7 &= 35,2 \\ \hline \text{Rendement } \frac{0}{100} &= 89,5 \end{aligned}$$

Le calcul du rendement acquiert une très grande importance au point de vue douanier dans l'importation des huiles brutes. En effet, la loi du 30 juin 1893 qui régit l'admission en France des huiles de pétrole étrangères (voir Appendice, page 194) prescrit que toute huile qui ne renferme pas plus de 90 % de produits lampants et qui n'est pas susceptible, dans l'état où elle est importée, de brûler dans des lampes d'un usage courant, sera considérée comme une huile brute, c'est-à-dire sera taxée des droits douaniers afférents aux produits de cette catégorie ; l'huile ne contenant pas 30 % de produits lampants sera considérée comme huile de graissage.

A l'heure actuelle, seuls les *distillats roumains* ne tombent pas sous le coup de cet article de la loi mais suivent un autre mode de traitement que nous étudierons plus loin.

Jusqu'à ce que le règlement d'administration publique prévu par la loi de 1893, ait fixé les conditions dans lesquelles sera déterminé le rendement, nous conseillons aux experts de suivre le mode de calcul donné ci-dessus, cette manière de faire correspondant aux exigences des raffineries mondiales en ce qui concerne les pétroles bruts du type dit *américain*.

2° ESSENCES AMÉRICAINES. — Ces essences sont des liquides incolores, très volatils, de densité variant de 650 à 750, et de point d'ébullition inférieur à 150°. Elles s'enflamment facilement à température ordinaire au contact d'un corps en ignition.

Voici à titre de renseignements des essais correspondant à différents types de ces essences :

Essence de pétrole américain. Densité 673.

Distillation sur 500 centimètres cubes dans un

ballon tubulé, le thermomètre plongeant dans la vapeur.

1° *Fractionnement* par 25 centimètres cubes.

Température	Densité	Température	Densité
30°-51°	637	70°-72°	670
51 -53	640	72 -75	675
53 -55	643	75 -78	680
55 -58	645	78 -80	684
58 -59	649	80 -83	688
59 -61	653	83 -85	692
61 -63	656	85 -89	698
63 -65	658	89 -94	703
65 -67	663	94 -100	710
67 -70	666	Résidu 22 ^{cc}	721

2° *Essais Engler.*

E-ssence à 703			Essence à 705		
Température	Volume	Densité	Température	Volume	Densité
58°-70°	12 ^{cc}	660	50°-60°	4 ^{cc}	663
70 -80	16	672	60 -70	10	
80 -90	20	690	70 -80	17	676
90 -100	20	708	80 -90	19	695
100 -110	15	723	90 -100	18	712
110 -118	7	731	100 -110	13	725
Résidu	10		110 -120	9	734
			Résidu	10	

3° *Fractionnement* par 1/10 sur 500 centimètres cubes des deux types ci-dessus :

	Essence à 703	Essence à 705
1. 50 centimètres cubes. . .	655	658
2. » » . . .	665	667
3. » » . . .	677	678
4. » » . . .	688	690
5. » » . . .	697	700
6. » » . . .	706	708
7. » » . . .	716	717
8. » » . . .	723	726
9. » » . . .	731	735
Résidu	750	768
Distillat total	697	700

3° PÉTROLES RAFFINÉS AMÉRICAINS. — Huiles incolores, fluides, souvent à fluorescence bleue très prononcée, de densité comprise en général entre 790 et 810 et bouillant au-dessus de 150°. Le résidu à 350° doit être nul ou très faible, ce résidu étant constitué par de l'huile lourde brûlant mal dans les lampes et charbonnant les mèches de celles-ci.

Le point d'inflammabilité sera supérieur à 35° (avec tolérance de 2° en dessous). La consommation à la lampe en 4 heures ne descend pas au-dessous de 140 grammes.

Agitées avec de l'eau, elles ne doivent rien céder à celle-ci (acides minéraux ou organiques, matières alcalines, traces de sels organiques) ce qui, dans le cas contraire, indiquerait un raffinage défectueux.

Essai Engler. Huile raffinée américaine. Dens. 804.

Température	Volume distillé	Densité
142°-150°	2 ^{cc}	759
150 -160	3	
160 -170	5	
170 -180	6	772
180 -190	7	
190 200	7	782
200 -210	6	
210 -220	7	794
220 -230	6	
230 -240	7	807
240 250	6	
250 -260	7	817
260 -270	6	
270 280	5	828
280 290	4	
290 -300	6	
Résidu	10	
	100 ^{cc}	

Densité du distillat total, 797

Fractionnement par 1/10 sur 500 centimètres cubes.

Numéros	Volume	Densité
1	50 ^{cc}	759
2	»	772
3	»	779
4	»	788
5	»	797
6	»	805
7	»	813
8	»	822
9	»	830
Résidu	»	852

Densité du distillat, 796

4° HUILES LOURDES DES PÉTROLES AMÉRICAINS. — Dans le raffinage industriel, lorsque l'on a extrait par distillation les essences et les huiles lampantes, le résidu de la cornue constitue l'huile lourde proprement dite.

On conçoit facilement que, suivant les circonstances de densité et de température auxquelles on arrête la distillation, l'huile résiduelle présentera des caractéristiques physiques fort variables.

En général, les huiles provenant de la distillation au-dessus de 350°, sont jaunes, jaune brun, rouge brun ou noires. Leur densité varie de 860 à 910; les résidus, quand l'opération n'est pas poussée à fond, jusqu'au coke, sont épais, quelquefois à consistance d'onguent lorsqu'ils sont riches en paraffine, de couleur rouge brun très foncée à fluorescence verte ou complètement noire, opaque.

L'essai de ces huiles pourra consister en une détermination de densité, un essai de viscosité au viscomètre Engler et une distillation en cornue, poussée jusqu'au coke.

Nous ne donnerons comme exemple que l'analyse d'une huile vendue sous le nom d'huile lourde du Texas.

Huile fluide, de coloration brune, d'une forte odeur empyreumatique. Densité = 0,860.

500 centimètres cubes ont fourni à la distillation à 350°, 18 0/0 de résidu noir de densité 875 et 82 0/0 de distillat de densité 852. Le fractionnement a donné

1.	50 centimètres cubes	(densité).	823
2.	»	»	844
3.	»	»	852
4.	»	»	855
			(le thermomètre marque 300°)	
5.	»	(densité).	860
6.	»	»	863
7.	»	»	865
8.	»	»	865
			(le thermomètre marque 350°)	

Si l'on appliquait la formule du rendement, on trouverait que cette huile peut donner au raffinage 92,7 % de produits lampants, ce qui est en contradiction avec les densités de chaque fraction. En effet, la première fraction du 1/10 a pour densité 823 et pourrait sinon constituer un pétrole lampant mais tout au moins être mélangée à de l'huile lampante.

La densité des deux premières fractions (2/10) est de 833, qui est presque une limite pour du pétrole lampant. Celle des trois premières fractions (3/10) sera 843, qui ne pourrait être ajoutée qu'à un lampant très léger et par conséquent d'une valeur commerciale élevée, opération sans profit industriel. Ainsi donc, c'est entre les 2/10 et les 3/10 de fractionnement du produit que se trouve l'huile que l'on peut considérer comme lampante, au sens réellement technique du mot. Soit en moyenne 25 % et non 92 % de lampants.

Nous avons tenu à étudier cet exemple avec un peu de détails pour montrer que si l'application de la formule du rendement donnée plus haut est logique et exacte pour des huiles brutes d'Amérique, elle peut devenir illogique et erronée pour des huiles autres que celles-ci.

Quoiqu'il soit difficile de tracer des limites rigoureuses et absolues entre les différentes espèces de produits que l'on retire des pétroles par distillation, on peut admettre que les huiles de densité inférieure à 750 sont des *essences* ; les produits lampants sont compris entre 750 et 850 ; au-dessus, ce sont des huiles lourdes.

Si, à la densité, on ajoute un second caractère, le point de distillation, les *essences* passent avant 150° ; les huiles lampantes de 150° à 350° ; au-dessus, les huiles lourdes.

Dans bien des cas, en s'appuyant sur ces deux facteurs, il sera possible pour le chimiste de répondre aux questions qui peuvent être posées à ce sujet. Il est bien entendu que d'autres essais, comme le point d'inflammabilité, l'essai à la lampe, ne doivent pas être perdus de vue.

5° PÉTROLES BRUTS DE RUSSIE. — Ce sont des huiles brunes ou noires, peu fluorescentes, d'une densité oscillant entre 785 et 950, en général vers 870 ; elles renferment peu d'essences et de produits lampants, laissant à la distillation à 350° un résidu de près de 50 % constitué par des huiles lourdes peu riches en paraffine.

Ces huiles brutes tenant presque toujours de l'eau d'interposition difficile à séparer par repos à cause de la viscosité du produit, il faut avoir soin de commencer la distillation dans une cornue en cuivre ou en verre de forme basse enfouie dans un bain de sable progressivement chauffé à 110°, température que l'on maintient jusqu'à ce que le distillat ne contienne plus d'eau condensée.

Malgré cette précaution, certains produits sont très difficiles à distiller convenablement.

On trouvera à la page suivante un exemple de distillation d'huiles russes naturelles (RICHE et HALPHEN : *Le Pétrole, loc. cit.*, p. 146).

6° DISTILLATS RUSSES. — La plupart des huiles russes naturelles ne donnant guère plus de 40 % de produits utilisables comme essences ou lampants, il serait très onéreux de les expédier sous cette forme aux raffineries occidentales, en France, par exemple. Sur les lieux de production, on procède alors à une distillation des huiles naturelles en recueillant tout ce qui passe avant 350° ; on mélange le distillat obtenu avec 10 % de mazout ou résidu noir de l'opération. L'huile ainsi préparée porte le nom de *distillat russe*.

Numéro.	Naphte naturel du Plateau de Bala Khany Densité : 871		Naphte naturel de Baloum Densité : 877		Naphte naturel de Baïloff Densité : 872	
	Températures de distillation	Densités	Températures de distillation	Densités	Températures de distillation	Densités
1	70°	7838	80°	7847	70°	7489
2	140	7928	139	7936	147	7609
3	197	8097	135	7947	153	7748
4	202	8208	137	8200	140	7868
5	202	8328	143	8320	136	7977
6	208	8398	158	8327	136	8106
7	212	8480	163	8425	142	8237
8	228	8586	182	8484	157	8226
9	232	8656	189	8506	163	8506
10	248	8666	203	8538	181	8645
11	253	8645	273	8598	197	8714
12	251	8380	273	8665	204	8746
13	242	8265	277	8776	218	8706
14	239	8290	277	8595	223	8663
15	244	8255	277	8555	258	8617
16	235	8274	235	8327	271	8776
17	242	8453	248	8257	277	8630
18	> 360	8984	> 360	8556	271	8589
19	> 360	9108	> 360	8674	> 360	8606

A son entrée en France, le distillat russe est considéré comme huile brute s'il renferme, aux termes de la loi de 1893, moins de 90 % de lampants.

Les *distillats russes* sont des huiles noires, opaques, fluides, de densité variant de 810 à 830. Ils brûlent très mal dans la lampe, donnant une consommation en quatre heures inférieure à 100 grammes et charbonnant considérablement la mèche au point que souvent l'essai n'est que de faible durée.

Voici quelques types d'analyse de distillats russes que nous avons eu l'occasion d'étudier :

Distillat russe :

Densité	= 803
Résidu à 350° = 11,10 % de densité . . .	= 895
Distillat à 350° = 88,90 % de densité . . .	= 792

1° *Essai Engler* sur 100 centimètres cubes.

Température	Volume	Densité
140°-150°	4 ^{cc}	765
150 -160	9	766
160 -170	14	770
170 -180	13	777
180 -190	9	785
190 -200	8	793
200 -210	8	799
210 -220	5	801
220 -230	5	815
230 -240	5	815
240 -250	3	818
250 -260	3	
Total	86 ^{cc}	788 ^{cc}
Résidu	14	
	100 ^{cc}	

2° Fractionnement par 1/10 sur 500 cc. à 350°.

1	765
2	768
3	773
4	779
5	785
6	792
7	801
8	815
9	835
Résidu	895

} le thermomètre
} marque 350°

1° Fractionnements par 1/10 sur 500 cc., jusqu'à 350°, thermomètre plongeant dans l'huile; sur cinq distillats.

Numéros	1	2	3	4	5
Densités	807	802	827	829	830
1 . .	765	765	782	788	783
2 . .	770	769	792	795	794
3 . .	775	774	802	804	804
4 . .	782	779	812	813	815
5 . .	789	785	821	821	822
6 . .	797	792	828	828	829
7 . .	807	802	835	833	835
8 . .	820	812	840	840	840
9 . .	840	833	851	846	850

2° Essais Engler jusqu'à 200° sur les nos 2 et 5 ci-dessus.

No 2			No 5		
Température	Volume	Densité	Température	Volume	Densité
140°-150°	3 ^{cc}	765	140°-150°	1 ^{cc}	783
150-160	9		150-160	7	
160-170	13	770	160-170	11	797
170-180	15	777	170-180	13	806
180-190	10	784	180-190	11	821
190-200	10	791	190-200	9	831

3° Distillation jusqu'à 350°, thermomètre plongeant dans l'huile.

Numéros	1	2	3	4	5
Distillat %	87,8	91,4	89,3	91,6	90,3
Densité	794	792	818	820	820
Résidu %	12,2	8,6	10,7	8,4	9,7
Densité	900	900	898	904	907
Rendement	85,2	88,7	86,6	88,8	87,5

Calcul du rendement des huiles russes. — On pèsera le résidu de la distillation à 350° et on calculera la quantité de ce résidu pour 100 grammes d'huile brute mise en œuvre ; soit R ce poids.

Le distillat % sera évidemment $D = 100 - R$.

Du poids D on retranchera $D \times 0,03$.

La différence sera le rendement en produits lampants.

EXEMPLE. — Le n° 1 donne :

Résidu à 350°	12,2 %
Distillat.	87,8 »

$87,8 - 87,8 \times 0,03 = 85,2$, chiffres inscrits dans le tableau ci-dessus, sous la rubrique : *rendement*.

7° ESSENCES DE PÉTROLE RUSSE. HUILES RAFFINÉES RUSSES. Ces huiles sont analogues à celles de Roumanie que nous étudierons ci-après.

9° PÉTROLES DE ROUMANIE. — Ces huiles, dont l'emploi a pris une grande extension depuis quelques années,

présentent de très grandes analogies avec les huiles de Russie. A l'état naturel, elles se présentent comme des huiles noires, opaques, plus ou moins fluides, de densité élevée entre 800 et 1 000. Quelques puits, dans la région de Campeni, fournissent des produits ressemblant aux huiles américaines, rouges-bruns, à fluorescence verte prononcée, translucides, renfermant des essences légères et des résidus riches en paraffine ; nous étudierons ces huiles dans ce chapitre, avant les huiles roumaines ordinaires.

Comme pour les produits russes, on trouve sur le marché français des *distillats* obtenus dans les mêmes conditions.

N° 1. *Huile de Campeni.* (H. DELEHAYE).

Noire, opaque, sans fluorescence, fluide.

Densité 808.

Essai Engler.

Température	Volume	Densité
85°-100°	2 ^{cc}	714
100 -110	2	
110 -120	4	741
120 -130	4	
130 -140	5	758
140 -150	5	
150 -160	3	776
160 -170	5	
170 -180	3	783
180 -190	4	
190 -200	3	755
Densité du distillat		

Fractionnement par 1/10 sur 500 centimètres cubes, jusqu'à 350°, thermomètre plongeant dans l'huile.

1	714	Densité du distillat . . .	778
2	749	Densité du résidu à 25°	855
3	769	Le résidu est noir, paraffi-	
4	785	neux et se prend en masse	
5	802	vers 20°.	
6	819 (300°)	Résidu $\frac{0}{0} = 32,1$.	
7	832		

N° 2. — *Huile de Campeni* (H. DELEHAYE).

Rouge brun, à fluorescence verte très prononcée, fluide.

Densité 791.

Essai Engler.

Température	Volume	Densité
74°- 80°	2 ^{cc}	705
80 - 90	2	
90 -100	3	
100 -110	4	734
110 -120	5	
120 -130	5	
130 -140	6	758
140 -150	4	
150 -160	4	
160 -170	4	774
170 -180	3	
180 -190	4	
190 -200	4	789
Densité du distillat.		
		749

Fractionnement par 1/10 jusqu'à 350°.

1	697	
2	728	Densité du distillat . . . 775
3	755	Densité du résidu à 25° 850
4	775	Ce résidu est très riche en
5	789	paraffine et se prend en
6	802	masse vers 20°.
7	818 (300°)	Résidu $\frac{0}{0}$ = 22,8.
8	832	

Les pétroles roumains étudiés jusqu'ici se composent surtout d'hydrocarbures avec des traces de corps oxygénés, sulfurés et azotés.

Les carbures définis appartiennent aux séries du méthane (en majeure partie), de l'éthylène, de l'acétylène, du benzène et des naphthènes. Leur couleur varie du jaune clair transparent (pétrole de Câmpeni-Pârjol) et rouge clair transparent (pétrole de Plaïoul-Téléajen) au brun et au noir opaque ; tous possèdent une fluorescence verdâtre.

Leur densité varie de 783 (Câmpeni-Pârjol) à 905 (Sarata-Tohani) et plus généralement comprise entre 790 et 870.

10° DISTILLATS ROUMAINS. — L'essai des distillats roumains se fera comme celui des distillats russes.

Toutefois, s'il s'agit pour l'expert d'étudier un distillat roumain destiné à l'importation en France, les essais devront être légèrement modifiés de façon à répondre aux questions posées par la législation douanière française actuellement en vigueur (voir Appendice, la convention franco-roumaine, page 196). La distillation à l'Engler sera conduite de manière à mesurer le volume de liquide passant avant 125°.

La distillation sur 500 centimètres cubes ne sera poursuivie que jusqu'à 300° au lieu de 350°.

Nous rappellerons ci-dessous les termes de la législation actuelle française.

Décret du 31 juillet 1907 portant promulgation de la convention de commerce et de navigation entre la France et la Roumanie. Déclaration III. — Sont admis au régime des huiles minérales brutes n° 197 du tarif des douanes de France, les *distillats* répondant à la formule ci-après :

Liquide brun noirâtre ne contenant pas de produits distillant avant 125° centigrades et ne brûlant pas dans les lampes d'un usage courant ;

Densité du distillat à la température de 15° centigrades : supérieure à 0,820 ;

Mazout ou résidu : 10 % au moins et 70 % au plus ; densité du résidu : après distillation à l'appareil Renault jusqu'à 300° centigrades : 0,900 au moins à la température de 15° centigrades ; densité du liquide distillé, à la température de 15° centigrades : supérieure à 0,810.

Dans le cas d'un essai de ce genre, l'expert après avoir constaté la couleur du liquide, sa densité et, par un essai à la lampe, l'absence de propriétés combustibles normales, procédera à une distillation dans l'appareil Engler en notant le volume de l'essence passant avant 125°, s'il y a lieu. La présence d'essences dans le distillat roumain présenté, ferait rejeter ce distillat de l'admission au droit des huiles brutes de pétrole.

L'expert procédera ensuite à la détermination du résidu à 300°, thermomètre plongeant dans l'huile suivant la méthode décrite au Chapitre II — 4° — page 55. Au cours de la distillation, il sera bon de recueillir le liquide distillé par fractionnement au 1/10 et de prendre

la densité de chaque fraction, de manière à connaître la nature de ce distillat.

Le point 300° obtenu, le résidu sera pesé ; son poids devra être compris entre 10 et 70 0/0, avec une densité de 900 au moins.

Toutes les fractions seront réunies, soit pour servir à compléter l'essai Engler, soit ensuite pour déterminer la densité du distillat total à 300°.

Nous donnerons quelques types de distillats roumains.

Distillats Roumains

	N° 1	N° 2
Densité.	827	829
Résidu à 300° 0/0	14 0/0	22 0/0
Densité du résidu	904	915
Densité du distillat	814	804

Le distillat n° 2 est un produit mal préparé renfermant beaucoup trop de résidu ; en général les huiles de l'espèce ne renferment que 10 à 11 0/0 de résidu.

Essai Engler :

1			2		
Température	Volume	Densité	Température	Volume	Densité
140°-150°	3 ^{cc}	780	135°-150°	7 ^{cc}	774
150 -160	8		150 -160	10	778
160 -170	12	789	160 -170	12	783
170 -180	10	795	170 -180	8	791
180 -190	11	802	180 190	9	798
190 -200	8	810	190 -200	9	809

Fractionnement par 1/10 sur 500 centimètres cubes.

1		2	
Numéros	Densité	Numéros	Densité
1	780	1	774
2	787	2	780
3	793	3	786
4	800	4	794
5	809	5	803
6	820	6	815
7	832	7	832
8	849	8	855
9	863		

Distillat roumain :

Densité = 0,830.

Résidu à 300° = 12,50 % de densité = 0,906.

Distillat à 300° = 87,50 % de densité = 0,813.

Essai Engler, sur 100 centimètres cubes :

Température	Volume	Densité
140°-150°	3 ⁰⁰	782
150 -160	9	783
160 -170	13	790
170 -180	10	797
180 -190	10	805
190 -200	6	810
200 -210	7	818
210 -220	7	826
220 -230	7	835
230 -240	5	845
240 -250	5	849
250 -260	4	859
Total	86	813
Résidu	14	
	100	

Fractionnement par 1/10 sur 500 centimètres cubes :

1.	782	
2.	788	
3.	795	
4.	801	
5.	809	
6.	818	
7.	830	
8.	843	
9.	859	} 1 ^{er} thermomètre } marque 300°.
Résidu.	906	

11° ESSENCES ROUMAINES. — Les essences roumaines ont une densité et un point de distillation plus élevés que les essences américaines. Quoique'il ne soit pas possible de fixer ce point d'une manière absolue, nous donnons ci-contre, à titre d'exemple, le tableau comparatif de la distillation de deux essences, l'une américaine de densité 673 et l'autre roumaine de densité 706. L'opération a été faite sur 500 centimètres cubes dans un ballon tubulé, le thermomètre fixé dans la vapeur, en recueillant par 25 centimètres cubes.

A titre d'indication nous donnerons encore page 94 un autre type d'essence roumaine.

Ces types peuvent servir pour la plupart des essences provenant des huiles russes dont la composition est très analogue, ainsi que le montre l'exemple dont nous les faisons suivre.

Essence américaine à 673			Essence roumaine à 706		
Volume	Température	Densité	Volume	Température	Densité
25 ^{cc}	30°-51°	637	25 ^{cc}	40°-63°	653
»	53	640	»	65	665
»	55	643	»	68	673
»	58	645	»	70	680
»	59	649	»	72	684
»	61	653	»	75	688
»	63	656	»	78	695
»	65	658	»	79	699
»	67	663	»	81	702
»	70	666	»	83	705
»	72	670	»	85	710
»	75	675	»	88	714
»	78	680	»	89	718
»	80	684	»	92	722
»	83	688	»	96	727
»	85	692	»	98	732
»	89	698	»	102	735
»	94	703	»	108	738
»	100	710	»	118	742
»	Résidu	721	»	Résidu	766

Essai Engler :

1			2		
Température	Volume	Densité	Température	Volume	Densité
70°-80°	6 ^{cc}	675	63°-70°	1 ^{cc} ,5	678
80-90	18	687	70-80	11, 0	
90-100	16	705	80-90	29, 5	697
100-110	15	720	90-100	32, 0	726
110-120	13	731	100-107	16, 0	740
120-130	9	740	Résidu	10, 0	
130-140	8	752			
140-145	5				
Résidu	10				

Fractionnement par 1/10 sur 500 centimètres cubes jusqu'à 300°, thermomètre plongeant dans l'huile.

1		2	
Numéros	Densité	Numéros	Densité
1	675	1	670
2	686	2	682
3	698	3	695
4	709	4	705
5	717	5	715
6	727	6	724
7	735	7	732
8	744	8	737
9	755	9	743
Résidu	790	Résidu	759
Densité du distillat.	717	Densité du distillat.	712

Essence de Roumanie. — Densité : 717.

Essai Engler :

Température	Volume	Densité
60°- 70°	6 ^{cc}	675
70 - 80	17	689
80 - 90	29	713
90 -100	23	731
100 -110	15	741
Total	90	
Résidu	10	
	100	

Fractionnement par 1/20 sur 500 centimètres cubes :

Numéros	Densité	Numéros	Densité
1.	671	11.	722
2.	677	12.	725
3.	683	13.	729
4.	690	14.	732
5.	696	15.	735
6.	702	16.	738
7.	707	17.	740
8.	710	18.	743
9.	715	19.	747
10.	719		

Essence de pétrole de Russie. — Densité : 729.

Essai Engler :

Température	Volume	Densité
70°- 80°	1 ^{cc}	679
80 - 90	16	688
90 -100	21	710
100 -110	18	727
110 -120	15	738
120 -130	10	745
130 -140	9	754
Total	90	
Résidu	10	
	100	

Fractionnement par 1/20 sur 500 centimètres cubes :

Numéros	Densité	Numéros	Densité
1.	679	11.	732
2.	682	12.	735
3.	690	13.	738
4.	701	14.	741
5.	704	15.	744
6.	708	16.	747
7.	715	17.	751
8.	720	18.	757
9.	724	19.	765
10.	729	Densité du distillat.	726

Fractionnements par 1/10 en ballon tubulé, thermomètre dans la vapeur :

1		2	
Température	Densité	Température	Densité
Densité	719	Densité	720
52°- 65°	642	70°- 79°	668
65 - 73	659	79 - 83	684
73 - 80	677	83 - 88	693
80 - 88	696	88 - 93	705
88 - 95	709	93 - 97	716
95 - 101	725	97 - 102	725
101 - 108	736	102 - 105	735
108 - 118	746	105 - 110	739
118 - 133	755	110 - 118	746
Résidu	782	Résidu	762

12° PÉTROLES RAFFINÉS ROUMAINS. — Ces huiles, comme les essences correspondantes, ont une densité et un point de distillation plus élevés que celles d'Amérique ; leur point d'inflammabilité est au-dessus de 40°, en général. Les courbes de fractionnement étant analogues à celles données pour les huiles américaines, sauf la réserve ci-dessus, nous ne donnerons pas d'analyses de types, faciles à reconstituer d'ailleurs.

13° HUILES LOURDES RUSSES ET ROUMAINES. — Ces huiles sont ou bien noires, opaques, visqueuses, ou bien brunes, translucides, plus ou moins fluides ou encore incolores, fluides, analogues aux pétroles raffinés (1).

La densité des deux premiers groupes varie de 890 à 950.

Huiles minérales lourdes.

Fractionnement par 1/10 sur 500 centimètres cubes :

Numéros	Densités		
	900	910	907
1.	870	870	863
2.	872	871	865
3.	872	868	864
4.	868	865	861
5.	865	865	858
6.	865	863	851
7.	866	858	848
8.	868	862	845
9.	870	865	859

(1) Ces huiles incolores portent souvent le nom d'*huiles solaires*.

Ces huiles renferment très peu de paraffine. Quand on les distille, leur température d'ébullition étant située au-dessus de 350°, elles sont le siège de décompositions pyrogénées fournissant une série de produits plus ou moins colorés, à odeur empyreumatique caractéristique et de densités comprises généralement entre 850 et 920. Ces décompositions étant fonction de la forme et des dimensions de la cornue, du temps de chauffe, etc., n'offrent aucune régularité.

Plus intéressantes pour l'expert sont les huiles de la troisième catégorie qu'il s'agit souvent de distinguer des pétroles raffinés avec lesquels elles pourraient être confondues à première vue. Leur densité peut tomber jusqu'à 845 ; elles brûlent mal dans les lampes. Leur point d'ébullition est situé entre 300° et 350° et, entre ces limites, elles donnent de 10 à 20 % de distillat. En voici quelques types.

1	2	3
Densité 850	Densité 860	Densité 870
<i>Fractionnement par 1/10 jusqu'à 350°.</i>		
Densité 820	Densité 823	Densité 824
» 838	» 844	» 841
» 847	» 852	» 849
» 851	» 855	» 853
» 859	» 860	» 855
» 862	» 863	» 860
» 861	» 865	» 860
» 861	» 865	» 859

Nous avons même trouvé des types de ces huiles

intermédiaires entre les huiles raffinées lampantes et les huiles lourdes vraies, donnant une proportion plus élevée de distillat avant 350°. Leur classement dans l'une ou l'autre catégorie devient fort difficile, surtout si l'on considère que de telles huiles sont souvent mélangées avec des pétroles lampants pour constituer des sortes commerciales inférieures.

Dans ces distillations d'huiles lourdes on remarquera la diminution des densités de chaque fraction en vertu de ce que l'on appelle le *cracking* dont nous avons parlé dans les pages précédentes.

En résumé, la valeur industrielle d'une huile de pétrole se déduira des données générales fournies par les divers essais exposés dans ce chapitre. La distillation, en indiquant le volume et la densité des fractions qui passent à une température donnée, permet de voir si cette huile est *homogène* (courbes, en fonction de deux de ces facteurs, régulières) ou *non homogène* (courbes irrégulières); elle permet aussi de calculer approximativement le *rendement en essences* (tout ce qui passe avant 150°), la *qualité de ces essences* (légères ou lourdes), le *rendement en produits lampants* (ce qui passe de 150 à 350°) ainsi que leur *valeur industrielle* (lampants légers ou lourds) et enfin le *pourcentage en huile lourde* propre ou non à préparer des matières de graissage, de la vaseline et de la paraffine.

HUILES DE SCHISTE

Les schistes bitumineux distillés au rouge, comme la houille, fournissent des gaz employés pour l'éclairage et un goudron dont on peut extraire des huiles analogues aux pétroles. Suivant la manière de conduire la distillation on obtient plus ou moins d'huiles de qualités variables. Pour opérer en vue de préparer des huiles propres à l'éclairage avec le meilleur rendement, on se sert d'un schiste spécial, le *boghead*; le plus estimé est recueilli en Ecosse, ceux provenant du sud de l'Angleterre et, en France, de l'Ardèche et de l'Autunois, donnant en huiles des rendements inférieurs. D'après Payen, la constitution du *boghead* serait la suivante :

Matières bitumineuses	77,00
Silicate d'alumine	20,50
Chaux, magnésie et traces de sulfure de fer .	1,67
Eau	0,83
	<hr/>
	100,00

Pour extraire la plus forte proportion d'huiles, dans la décomposition pyrogénée du *boghead*, la distillation doit être opérée entre 350° et 450°; à une température supérieure à cette dernière, le rendement baisse en huiles et augmente en produits gazeux. Le *boghead*

porté brusquement au rouge ne fournit guère que des matières volatiles et peu de goudrons.

La rectification de ces huiles brutes fournit des huiles propres à l'éclairage de densité 825-830, des huiles lourdes employées dans le graissage de densité 830-860 et enfin des huiles plus lourdes propres à la fabrication de la paraffine.

Comme les pétroles, ces huiles sont constituées en majeure partie par des hydrocarbures des séries méthanique, étylénique, benzénique et cycliques saturées.

Elles se distinguent des pétroles par une odeur empyreumatique spéciale et pour les produits lourds par une teinte jaune ambrée à fluorescence bleue ou bleu verdâtre.

Nous donnerons à titre d'exemple, quelques rectifications d'huiles de schistes que nous avons étudiées :

1° HUILE DE SCHISTE BRUTE. — Densité 950.

Fractionnement à la cornue par 1/10, thermomètre plongeant.

Volume	Température	Densité
50 ^{cc}	100°-190°	855
»	190-215	895
»	215-258	926
»	258-275	955
»	275-302	980
»	302-338	998
»	338-360	994

Le résidu se prend en masse paraffineuse par refroidissement.

2° HUILES DE SCHISTE LÉGÈRES RECTIFIÉES. — Distillation à la colonne Lebel Henninger, 5 boules.

Densité = 0,837			Densité = 0,498		
Température	Volume	Densité	Température	Volume	Densité
34°- 77°	33 ^{cc} ,5	768	27°- 48°	15 ^{cc}	700
77 - 79	15, 0	841	48 - 65	15	736
79 - 82	45, 5	861	65 - 77	28	787
82 -100	52, 0	865	77 - 79	10	818
100 -112	13, 0	869	79 - 82	25	840
Résidu	25, 0	905	82 -100	45	844
			100 -112	17	839
			Résidu	25	883

3° HUILES DE SCHISTE LAMPANTES RAFFINÉES. — Densité 759. *Essai Engler :*

Température	Volume	Densité
130°-140°	9 ^{cc}	745
140 -150	33	750
150 -160	27	756
160 -170	21	764
Résidu	10	775

Fractionnement par 1/10, thermomètre plongeant dans l'huile.

1.	745
2.	748
3.	750
4.	752
5.	755
6.	758
7.	760
8.	763
9.	767
Densité du distillat.	755
" du résidu	775

4° AUTRE HUILE DE SCHISTE RAFFINÉE. — Densité 798.

Fractionnement par 1/10 au ballon tubulé, thermomètre dans la vapeur.

Température	Volume	Densité
160°-179°	25 ^{cc}	762
179 -190	»	773
190 -200	»	783
200 -213	»	788
213 -224	»	796
224 -235	»	802
235 -245	»	809
245 -260	»	816
260 -275	»	821
Résidu	»	830

5° HUILE LOURDE DE BOGHEAD. — Densité 848.

Fractionnement par 1/10 dans une cornue de verre vert, thermomètre plongeant dans l'huile.

270°-311°	831
311 -316	837
316 -322	840
322 -327	843
327 -334	845
334 -340	850
340 -348	856
Résidu	872

BENZINES DU GAZ RICHE

A la suite de l'étude des pétroles et des huiles de schiste, nous dirons quelques mots de certains produits analoges, commercialement dénommés *benzines du gaz riche*.

On a souvent proposé d'employer les schistes et les résidus de pétrole à la fabrication de gaz propres à l'éclairage comprimés pour l'utilisation ultérieure.

Pendant la compression de ces matières volatiles, il se dépose dans les récipients des essences à *odeur nauséabonde, alliagée*, de couleur jaunâtre et éminemment inflammables à cause de leur point d'ébullition peu élevé d'abord et aussi de leur teneur relativement forte en produits gazeux dissous dans ces essences et qu'une faible élévation de température suffit à mettre en liberté.

Au point de vue douanier, ces benzines de gaz riche suivent le régime des huiles minérales lourdes provenant des pétroles, schistes, etc.

Dans les tableaux suivants nous donnons les distillations effectuées avec une colonne Lebel Henninger, 5 boules, sur quelques échantillons de ces produits que nous avons eus à examiner

1° HUILE JAUNE (odeur alliagée pénétrante). — Densité 837.

Température	Volume	Densité
34°- 77°	33 ^{cc}	768
77 - 79	15	841
79 - 82	46	861
82 -100	52	865
100 -112	13	869
Résidu	25	905
Perte en gaz	16	*
	200 ^{cc}	

2° HUILE INCOLORE (odeur alliagée faible). — Densité 798.

Température	Volume	Densité
27°- 48°	15 ^{cc}	700
48 - 65	15	736
65 - 77	28	787
77 - 79	10	818
79 - 82	25	840
82 -100	45	844
100 -112	17	839
Résidu	25	883
Perte en gaz	20	*
	200 ^{cc}	

3° HUILE JAUNÂTRE (fortement fluorescente ; odeur

alliacée et nauséabonde très prononcée). — Densité : 817.

Température	Volume	Densité
24°- 60°	46 ^{cc}	708
60 - 77	58	797
77 - 79	27	845
79 - 82	100	857
82 - 90	90	864
90 -112	67	855
Résidu, noirâtre	37	947
Perte en gaz	75	»
	500 ^{cc}	

4° HUILE INCOLORE (odeur forte). — Densité 0,825.

Température	Volume	Densité
30° 65°	65 ^{cc}	732
65 -75	41	793
75 -80	35	844
80 -82	75	854
82 -95	95	861
Résidu	65	882
Perte	24	»
	400 ^{cc}	

BRAIS

Lorsque l'on a extrait par distillation soit des pétroles, soit des schistes, les essences, les huiles lampantes et même certaines qualités d'huiles lourdes, il reste dans la cornue une masse plus ou moins solide à laquelle on peut donner le nom générique de *brai*. Suivant la température à laquelle le brai a été obtenu et en fonction aussi du temps de chauffe, cette matière renferme essentiellement des huiles lourdes, du charbon produit pendant la pyrogénéation et des cendres. Bien des méthodes ont été proposées pour l'analyse de ces produits ; quelques-unes exigent un travail considérable sans que les résultats obtenus soient plus précis. Nous nous contenterons de décrire les essais suivants qui peuvent être utilisés dans l'analyse des *asphaltes* et des *bitumes* comme dans celle des *brais* ⁽¹⁾.

1° DOSAGE DE L'EAU. — 2 grammes du produit sont séchés à l'étuve à 110° pendant deux heures. La perte de poids donne la proportion d'eau.

2° DOSAGE DES CENDRES. — Le résidu sec obtenu précédemment est incinéré à basse température (rouge sombre), jusqu'à destruction de toute matière organique. Si la proportion de cendres est très faible, on

(1) Voir aussi ci-après à l'article *Bitumes et Asphaltes* (page 123).

recommencera l'essai sur un poids de matière plus élevé, en ayant soin de soumettre à l'incinération le produit divisé en petites portions, la masse augmentant généralement de volume par boursoufflement.

3^o DOSAGE DES HUILES. — 5 grammes de brai, d'asphalte ou de bitume sont placés dans l'appareil à épuisement Soxhlet.

On peut employer une douille en papier spécial pour contenir le produit ; à défaut de celle-ci, on l'enferme dans un simple filtre en papier et on réunit les bords du filtre au moyen d'un fil de cuivre fin.

On épuisera d'abord par un peu d'acétone, puis par de l'éther de pétrole et enfin par du chloroforme.

Tous ces solvants sont réunis dans une fiole graduée convenable de 100 ou 150 centimètres cubes ; on prélève une partie aliquote du liquide, soit 25 ou 50 centimètres cubes, et on l'évapore dans un petit cristalliseur de verre mince taré, à température peu élevée d'abord puis quelque temps à l'étuve à 100°. On obtient ainsi le poids des matières solubles.

Ce qui reste dans le filtre représente le charbon insoluble, composé de matière organique et de cendres minérales.

4^o DOSAGE DU SOUFRE. — Le soufre existe sous deux états :

a) Combiné aux matières minérales ; pour en avoir la teneur, on le dose dans les cendres, en les fondant avec le carbonate double de sodium et de potassium, reprenant par l'eau, filtrant, lavant et dans la solution acidulée par HCl, précipitant à l'ébullition l'acide sulfurique par le chlorure de baryum.

b) Combiné aux matières organiques ; pour le doser sous cette forme, on pourrait chauffer le bitume en

tube scellé avec l'acide nitrique fumant (méthode de Carius); ou bien décomposer la matière organique par l'acide chlorhydrique et le chlorate de potasse. Ces procédés sont longs et désagréables, les insuccès étant plus nombreux que les opérations heureusement terminées.

Nous préférons mettre en œuvre la méthode d'Eschka préconisée pour le dosage du soufre dans les combustibles. Elle n'est pas à l'abri de tout reproche pour les asphaltes et bitumes, ces matières étant riches en produits volatils sulfurés, dont une partie peut échapper à la réaction; pour les brais de pétrole et de schiste, cette cause d'erreur est considérablement réduite. Malgré cette imperfection, la méthode que nous allons décrire peut donner d'utiles renseignements.

Dans un creuset de platine on mélange aussi intimement que possible 1 gramme de produit avec 2 grammes d'un mélange formé de deux parties de magnésie et d'une partie de carbonate de soude sec. Par-dessus ce mélange, on ajoute en tassant avec un petit pilon environ 5 grammes du même mélange. On porte le fond du creuset au rouge faible, le creuset reposant sur un rond d'amiante percé d'un trou ne laissant dépasser que fort peu le fond du creuset, de façon que les gaz de la combustion du foyer de chauffage, renfermant toujours du soufre, ne puissent pénétrer dans le creuset que l'on maintient ouvert. Quand tout dégagement de matières volatiles paraît terminé, on porte progressivement le fond du creuset au rouge et on remue alors de temps à autre la masse avec un fil de platine; au bout d'une heure, on éloigne le feu, on traite la masse par l'eau chaude et on ajoute de l'eau de brome jusqu'à coloration jaune de tout le liquide.

Le brome transforme ainsi les sulfures et les sulfites en sulfates. On filtre, lave et acidule le filtrat par l'acide chlorhydrique. Après ébullition, pour chasser tout le brome en excès, on précipite l'acide sulfurique de la liqueur par le chlorure de baryum.

5° DISTILLATION. — Les brais, asphaltes, bitumes sont distillés dans la cornue de cuivre jusqu'à ce qu'il ne passe plus d'huile par le bec de la cornue. Ces huiles sont étudiées comme nous l'avons exposé ci-dessus.

Connaissant le poids de la matière mise en œuvre et celui du coke résiduel, on obtiendra la proportion d'huile. A cause des gaz de pyrogénéation, il sera toujours nécessaire de contrôler directement le poids de cette huile par pesée.

PARAFFINES

Actuellement, les paraffines que l'on trouve sur le marché proviennent des pétroles, des schistes bitumineux et du lignite.

Suivant le *Dr J. Lewkowitsch* ⁽¹⁾, la paraffine existe toute formée dans les pétroles bruts et il la désigne alors sous le nom de « protoparaffine » ; dans le schiste et le lignite, elle se formerait par distillation pyrogénée, constituant la « pyroparaffine ».

Suivant leur provenance, les pétroles contiennent environ 4 0/0 de paraffine (Amérique, quelques sources de Roumanie — voir ci-dessus : pétrole de Campeni) ou des quantités insignifiantes (Russie). Le pétrole de Rangoon et les produits similaires sont plus riches, leur teneur s'élevant jusqu'à 15 0/0 de paraffine.

En refroidissant les fractions lourdes de la distillation des schistes et des lignites, on récupère jusqu'à 15 0/0 de paraffine de pyrogénéation.

Les paraffines sont essentiellement constituées par un mélange d'hydrocarbures acycliques saturés à poids moléculaires élevés ; les premiers constituants répondraient à une formule en $C^{20}H^{42}$.

(1) *Technologie et analyses chimiques des Huiles, Graisses et Cires*, par J. LEWKOWITSCH, traduction E. Bontoux. Paris, 1910, (p. 1679).

Lewkowitsch (*loc. cit.*, p. 1684) décrit les méthodes agréées par la *Scottish Mineral Oil Association* que nous résumerons ici, renvoyant pour les détails complémentaires au traité de ce savant auteur.

a) *Echantillonnage*. — Prélever l'échantillon au moyen d'une sonde, mélanger parfaitement et renfermer dans des flacons complètement remplis et bouchés à l'émeri.

b) *Impuretés*. — 500 grammes de paraffine sont fondus et abandonnés au repos dans un endroit tiède où la matière restera liquide. Après repos prolongé, décanter la majeure partie de l'huile, laver le résidu à l'éther de pétrole, recueillir ce résidu, le sécher et le peser. Les impuretés sont constituées généralement par des fibres textiles, du sable, etc.

c) *Eau*. — 500 grammes de paraffine sont chauffés vers 120° dans une cornue de cuivre, au besoin au bain de sable, tant que l'on voit des gouttelettes d'eau passer à la distillation. Les vapeurs sont condensées par un réfrigérant ordinaire.

On recueille le distillat composé d'huile légère et d'eau dans une éprouvette graduée et on apprécie le volume de l'eau recueillie formant la couche inférieure.

d) *Huile*. — L'huile recueillie dans l'opération b (détermination des impuretés) est abandonnée vingt-quatre heures dans une enceinte à 15°,5.

On prend 10 ou 20 grammes de matière, que l'on enveloppe dans une toile enfermée ensuite dans du papier-filtre et l'on soumet à la pression de 70 kilogrammes par centimètre carré, sans dépasser 80 kilogrammes, à la température de 15°,5. Après quinze minutes de pression, on recueille le gâteau résiduel et

on le repèse. La différence entre les poids initial et final représente l'huile.

e) *Point de fusion*. — On le détermine par les méthodes courantes ; suivant la provenance de l'échantillon, le point de fusion est variable.

Les paraffines *molles* d'Ecosse se solidifient en dessous de 48°, les paraffines *dures* de cette région ont un point de fusion voisin ou supérieur à 49°.

Celles de Saxe Thuringe fondent de 53° à 56°.

En général les paraffines commerciales fondent entre 50° et 60°.

D'après LEWKOWITSCH, si compétent en ces matières, la différenciation des paraffines de diverses origines ne peut, à l'heure actuelle, être résolue au moyen des différents essais dont dispose le chimiste.

Quelquefois l'odeur peut guider dans cette recherche. On enferme le produit dans un flacon bouché et on l'abandonne à une douce chaleur pendant quelque temps. Avec les paraffines de schistes, on perçoit une odeur empyreumatique rappelant celle des huiles de boghead ; les paraffines brutes de pétrole sentent nettement ce dernier produit.

OSOKÉRITE

L'ozokérite est un produit brun foncé et même noir, plus ou moins solide, que l'on rencontre dans le voisinage des gisements de pétrole ; c'est surtout en Galicie que l'exploitation de ce produit est la plus fructueuse.

Elle est constituée par des hydrocarbures, des substances oxygénées mal définies, des matières cireuses, etc. Son poids spécifique varie de 0,91 à 0,97.

L'examen de l'ozokérite brute comporte les essais suivants :

1^o DÉTERMINATION DES IMPURETÉS. — Comme pour la paraffine (b) ;

2^o DÉTERMINATION DE L'EAU. — Comme pour la paraffine (c) ;

3^o PERTE A 150°. — Un poids connu d'ozokérite est chauffé à 150° au bain d'air jusqu'à ce que la perte de poids soit à peu près invariable. Cette perte à 150° ne doit pas être supérieure à 5 % en matières huileuses ;

4^o DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN MATIÈRES ORGANIQUES. — Par épuisement au Soxhlet de l'ozokérite au moyen de l'éther de pétrole ;

5^o DISTILLATION DANS LA CORNUE DE CUIVRE ;

6^o POINT DE FUSION ;

7^o RENDEMENT EN CÉRÉSINE (1). — 100 grammes d'ozokérite sont traités dans une capsule de porcelaine

(1) LEWKOWITSCH. — *Loc. cit.*, p. 1698.

par 20 grammes d'acide sulfurique fumant. On pèse rapidement le tout et on chauffe au bain de sable à 170°-180° en agitant constamment jusqu'à ce qu'il ne se dégage plus de gaz sulfureux. Après refroidissement, on pèse la capsule et l'on calcule la perte pendant cette opération (eau, hydrocarbures, etc.). On fond la masse et on l'agite avec 10 grammes de noir animal bien desséché à 140°. Quand le mélange est aussi intime que possible, on laisse refroidir et l'on prélève sur la masse un poids connu correspondant à 10 grammes environ que l'on épuise au Soxhlet dans un philtre en papier au moyen d'éther de pétrole bouillant au-dessous de 80°. On pèse le filtre après dessiccation à 130° et l'on obtient la quantité de cérésine enlevée ainsi à l'ozokérite; on peut contrôler ce poids en évaporant tout ou partie de la solution étherée, dans une capsule plate en verre, tarée, séchant le résidu vers 180° et pesant.

On obtient ainsi le rendement de l'ozokérite en *cérésine*.

La cérésine est une paraffine que l'on extrait de l'ozokérite par un procédé analogue à la méthode de dosage qui vient d'être décrite. Elle est jaune ou incolore, fond entre 61° et 68°, possède un poids spécifique compris entre 0,918 et 0,922.

Les méthodes d'analyse propres à déceler les mélanges de cérésine et de paraffines manquent totalement de précision et, à l'heure actuelle, aucune ne peut donner de résultats certains.

CIRE DE LIGNITE

Des lignites de la Thuringe on extrait, soit par les dissolvants organiques, soit par distillation au moyen de la vapeur surchauffée, un produit qui ressemble à de la paraffine mais qui serait une véritable cire, formée d'une partie acide qui porte le nom *d'acide montanique* et d'une partie alcoolique ou alcoylée à poids moléculaire élevé. Dans la distillation, cet alcool est hydrolysé presque totalement et le produit obtenu est formé d'acide montanique et d'hydrocarbures carbonisables par l'acide sulfurique concentré ce qui les différencie des carbures paraffiniques.

D'après LEWKOWITSCH (*loc. cit.*, p. 1707) un échantillon examiné par cet auteur aurait donné

Point de fusion	80°
Indice de neutralisation	123,01
Insaponifiable dans la masse neutralisée . . .	6,40 %
Indice de saponification	126,58
Insaponifiable dans la masse saponifiée. . .	3,58 %

Les échantillons que nous avons pu analyser se présentent sous forme de plaques jaunâtres, à l'aspect cristallin, friables, rappelant au premier aspect les pains de paraffine brute.

DENSITÉ MOYENNE. — 0,910.

POINT DE FUSION. — De 75° à 80°.

SAPONIFICATION. — 5 grammes de cire sont bouillis pendant plusieurs heures dans un ballon muni d'un

tube réfrigérant avec 10 centimètres cubes de soude à 36° Baumé et 50 centimètres cubes d'alcool à 95°. Le produit disparaît complètement.

Avec les paraffines, on obtiendrait une couche huileuse ou des globules fondus nageant dans le liquide, sans saponification.

Le liquide est versé dans une capsule de porcelaine et évaporé à sec ; pour extraire l'insaponifiable nous employons en premier lieu l'acétone, afin d'éviter dans les traitements suivants, des émulsions souvent impossibles à rompre. L'emploi de l'acétone dans les recherches d'insaponifiables mélangés aux corps gras saponifiables nous a toujours été d'un précieux secours. Le résidu sec est agité avec 50 centimètres cubes d'acétone que l'on décante sur un filtre ; on renouvelle au besoin ce traitement une seconde fois ; puis on épuise le savon à l'éther de pétrole ou bien on le dissout dans l'eau pour agiter ensuite la solution de savon avec ce solvant. L'acétone a entraîné la majeure partie de l'insaponifiable, l'eau restante et aussi un peu de savon. Les solvants sont évaporés et l'insaponifiable recueilli, pesé et examiné.

ACIDITÉ. — Dans un ballon, on dissout 1 gramme de cire dans 25 centimètres cubes d'alcool 95° préalablement neutralisé et maintenu presque à l'ébullition. On titre en présence de phtaleine avec une solution normale de *potasse* préparée avec de l'alcool à 95°. Pendant le titrage, la solution se trouble à cause de la précipitation du savon peu soluble ; aussi faut-il opérer lentement et réchauffer de temps à autre le récipient de façon à maintenir la solution limpide, jusqu'à réaction légèrement alcaline. Comme on ne connaît pas le poids moléculaire des acides organiques de la cire de lignite,

on calcule le résultat en milligrammes de potasse pour 1 gramme de cire.

INDICE DE SAPONIFICATION. — Au liquide précédent, ajouter 25 centimètres cubes de solution normale alcoolique de potasse, faire bouillir deux heures en munissant le ballon d'un tube réfrigérant. Titrer la potasse restant après saponification au moyen d'acide chlorhydrique normal.

INDICE D'IODE. — 1° On prépare une solution titrée d'iode en dissolvant 25 grammes de ce métalloïde bien pur dans 500 centimètres cubes d'alcool à 95°; d'autre part, on dissout 30 grammes de bichlorure de mercure pur dans 500 centimètres cubes d'alcool à 95°. On mélange les deux solutions de manière à obtenir 1 litre de liqueur. Cette opération doit être exécutée douze heures avant l'emploi de la solution; au bout de vingt-quatre heures elle a déjà perdu son titre.

2° On pèse exactement 24 grammes d'hyposulfite de sodium cristallisé pur que l'on dissout dans un litre d'eau.

Pour titrer cette solution, on prépare une liqueur de bichromate de potasse à 3^{gr},8747 par litre, très exactement pesés. En second lieu, on prépare aussi une solution d'iodure de potassium exempt d'iodate, à 10 $\frac{0}{10}$.

10 centimètres cubes de solution d'iodure de potassium sont placés dans un flacon bouché à l'émeri; on ajoute 5 centimètres cubes d'acide chlorhydrique pur puis exactement 20 centimètres cubes de solution de bichromate de potassium, versés goutte à goutte au moyen d'une burette, en remuant le flacon d'un mouvement giratoire. Par cette opération, le flacon renferme 0^{gr},200 d'iode en état de liberté.

Dans la liqueur brune, on fait tomber lentement la

solution d'hyposulfite de sodium jusqu'à ce qu'elle soit à peu près décolorée et l'on achève le titrage en présence d'empois d'amidon. On connaît ainsi le volume d'hyposulfite capable de réagir sur 0^{gr},200 d'iode.

3^o On dissout dans un flacon de 500 centimètres cubes, 1 gramme de cire à analyser dans 20 centimètres cubes de chloroforme bien pur, en maintenant ce solvant vers 30^o, puis toujours à cette température, on ajoute 25 centimètres cubes de solution d'iode mercurielle; on ferme le flacon et on agite vigoureusement en refroidissant sous un courant d'eau et en ayant soin de laisser rentrer l'air peu à peu, sinon il serait très difficile d'enlever ensuite le bouchon de verre.

On abandonne le flacon bouché dans l'obscurité pendant au moins deux heures; si, au bout de ce temps, le liquide ne renferme plus d'iode libre, c'est-à-dire n'est pas coloré en brun, on ajoute de nouveau 25 centimètres cubes de solution iodo-mercurielle, jusqu'à ce que l'iode soit en excès. Ce résultat acquis, on laisse reposer le tout pendant douze heures dans un endroit obscur.

Au bout de ce temps, on introduit dans le flacon 20 centimètres cubes d'iodure de potassium à 10 % et 300 centimètres cubes d'eau. S'il se fait un précipité d'iodure de mercure, on le dissout dans l'iodure de potassium, au besoin ajouté en petits fragments.

On titre l'excès d'iode au moyen de l'hyposulfite de sodium ci-dessus, vérifié au moment du titrage par la méthode au bichromate de potassium.

On calcule ensuite la quantité d'iode absorbée par 100 grammes de cire ou *indice de Hübl*.

HYDROCARBURES. — 1 à 2 grammes de cire sont mélangés avec 10 grammes de chaux sodée et le mélange

placé dans un petit ballon de verre est chauffé au bain d'huile ou au bain métallique vers 250° pendant une heure au moins. Après refroidissement, on traite la masse par l'éther sulfurique ou l'essence de pétrole, au besoin dans l'appareil Soxhlet ; la solution étherée est évaporée dans un cristalliseur taré et le résidu pesé ; il est constitué par les hydrocarbures solides de la cire. Ces carbures ont un point de fusion compris entre 55° et 60°.

Cires de lignite

Point de fusion	74°	78°
Acidité	86 ,2	81 ,7
Indice de saponification	64 ,4	83 ,0
Indice d'iode	5 ,7	10 ,0
Hydrocarbures	24 ,7	26 ,0
Cendres	0	0

Au point de vue douanier, les cires de lignite sont passibles des droits afférents à la paraffine.

VASELINE

La vaseline est extraite des huiles lourdes de pétrole après le raffinage en essences et produits lampants ; ces huiles lourdes sont concentrées avec soin par évaporation sous l'action de la chaleur, filtrées soit sur du noir animal, soit sur de la tourbe spéciale, soit encore sur de l'argile cuite et abandonnées au refroidissement.

La vaseline est une substance onctueuse, amorphe, de couleur jaunâtre ou blanche suivant le degré de raffinage, complètement inodore ou ne possédant qu'une faible odeur de pétrole suivant les précautions apportées à sa préparation et à fluorescence plus ou moins prononcée.

Sa densité varie de 835 à 870.

Elle fond vers 40° ; elle est insoluble dans l'eau et dans la glycérine, peu soluble dans l'alcool bouillant pur ; l'alcool bouillant qui renferme des acides gras ou des savons dissout beaucoup plus de vaseline, comme pour la paraffine. Elle est soluble dans les solvants organiques habituels, éther sulfurique, sulfure de carbone, chloroforme, benzène, etc.

La vaseline pure doit être parfaitement fondue et limpide au-dessous de 50° ; elle doit se dissoudre dans son poids d'éther chaud. Lorsque ces deux essais donnent des résidus grumeleux, il y a lieu de suspecter l'addition de matières étrangères à la vaseline ainsi traitée.

L'examen de la vaseline se fera comme celui de la paraffine : saponification alcoolique pour rechercher les corps saponifiables étrangers, dosage de l'acidité en solution alcoolique bouillante, point de fusion, solubilité dans les divers solvants, résistance à l'acide sulfurique, etc.

On pourra aussi procéder à l'essai suivant :

On dissout dans l'éther sulfurique chaud de la vaseline selon les proportions suivantes :

3 parties en poids d'éther

1 partie en poids de vaseline

puis on refroidit cette solution à -5° au moyen d'un réfrigérant énergique.

Au bout d'un certain temps, la solution s'est partagée en deux parties : l'une formant un dépôt onctueux analogue à la paraffine ; l'autre constitué par la solution étherée. On sépare rapidement à basse température, cette solution et on l'évapore doucement, dans une capsule en verre tarée et l'on pèse le résidu, constitué par une huile lourde incolore et inodore

BITUMES ET ASPHALTES

Il règne sur la définition de ces produits une obscurité des plus grandes et la difficulté du sujet ne permet pas encore à l'heure actuelle de proposer une solution de la question. Les minéralogistes désignent sous le nom générique de *bitume* tout mélange d'hydrocarbures gazeux, liquides ou solides que l'on est susceptible de rencontrer dans le sol. En tant que minéralogie, cette définition est très logique et le chimiste peut aussi l'accepter, ne serait-ce que pour éviter de nouveaux termes et pouvoir adapter facilement à ses études les données de la minéralogie sur un sujet déjà suffisamment confus.

L'asphalte naturel est un mélange de bitume et de matières terreuses, ces dernières étant en proportions plus ou moins considérables.

W. HOWARD a donné une classification des bitumes que nous reproduisons d'après l'article de *Samuel P. Sadtler* (*The Journal of the Franklin Institute*, septembre 1895 et aussi *Moniteur Scientifique* du *D^r Quesneville*, Janvier 1896, p. 67), classification complétée par la nomenclature des principaux districts où le bitume naturel se trouve en abondance.

Bitumes naturels. 1^o GAZ NATUREL. — Ohio, Pennsylvanie, Californie, Russie, France.

2° NAPHTÉ NATUREL. — Districts pétrolifères (ce produit est avantageusement remplacé aujourd'hui par le naphthé artificiel extrait du pétrole brut).

3° PÉTROLE. — Pensylvanie, Ohio, Wyoming, Californie, Russie, France, Roumanie, Galicie, etc.

4° GOUDRON MINÉRAL. — Californie, Wyoming, Alabama, Utah, Colorado, Kentucky, Nouveau-Mexique, Ohio, Texas, Territoire indien, Russie, France, Allemagne, etc.

5° ASPHALTE : a) *Asphalte presque pur.* — Utah, Californie, Texas, Cuba, Mexique, Trinité, Vénézuéla, Pérou, Colombie, Caucase, Volga, Allemagne, France, Italie, Autriche, Asie Mineure, Palestine, Algérie.

b) *Mélanges asphaltés.* — Dans la plupart des districts ci-dessus, Égypte, etc.

Nous avons vu précédemment les pétroles ; donnons quelques indications sur le goudron minéral. L'un des premiers gisements étudiés fut celui de Pechelbronn (Alsace), liquide visqueux, à odeur de bitume, de densité 966 et dont Boussingault retira un hydrocarbure (ou plus exactement un mélange d'hydrocarbures) exempt de soufre et qu'il appela *pétrolène* et un autre complexe sulfuré, *l'asphaltène*. Ce gisement ne serait plus exploité à l'heure actuelle.

La mine de Las Conchas (Californie) est constituée par un lit de sable de mer imprégné de matières goudronneuses ; ce sable est recouvert d'une couche mince de terre arable où croissent quelques végétaux. On en retire une matière qui est vendue sous le nom d'*asphalte liquide d'Alcatraz*.

Asphaltes. — L'asphalte véritable est un bitume

solide. Le plus pur constitue une espèce minéralogique, la *gilsonite* de l'Utah ; il renferme de 90 à 98 % de matières organiques solubles dans le sulfure de carbone et cette propriété le fait employer dans la préparation de certains vernis et des isolants.

D'autres variétés d'asphalte présentent un coefficient de pureté beaucoup moins élevé ; les deux plus connues proviennent de l'île de la Trinité et de la province de Bermudez (Vénézuéla).

Le gisement de la Trinité occupe le cratère d'un volcan éteint ; d'après divers sondages, son importance serait de six millions de tonnes d'asphalte au moins. Il se présente sous l'aspect d'un terrain rugueux, de couleur brune, offrant par endroit des oasis de végétation.

Il répond à la composition suivante (SADTLER, *loc. cit.* p. 69)

Bitume (soluble dans CS ²)	39,83 %
Matières minérales.	33,99 »
Matières organiques	9,31 »
Eau	16,87 »

Le produit brut est chauffé à 160°-170° C. pour chasser l'eau et précipiter une partie des matières terreuses ; on écume les matières végétales qui nagent à la surface du bain et l'on obtient un produit ainsi composé

Bitume (soluble dans CS ²)	59,66 %
Matières minérales.	35,82 »
Matières organiques	4,32 »
Eau et inconnu.	0,20 »

L'asphalte extrait de Bermudez est beaucoup plus

pur : il répond à la composition suivante (SADTLER, *loc. cit.*)

Bitume (soluble dans CS ²)	90,00 0/0
Matières minérales.	2,63 »
Matières organiques	1,30 »
Eau	6,07 »

Raffiné par le procédé indiqué ci-dessus, il donne un produit répondant à :

Bitume (soluble dans CS ²)	99,22 0/0
Matières minérales.	0,50 »
Matières organiques	0,27 »
Inconnu	0,01 »

Dans ces asphaltes, les cendres sont formées en majeure partie d'alumine et d'oxyde de fer.

Les asphaltes naturels de Californie sont aussi très purs.

	Californie		
Bitume soluble dans CS ²	59,15	84,79	} Constituées par de la silice de terre d'infusoires
Matières minérales	39,75	8,70	
Matières organiques.	1,10	traces	
Eau	»	6,51	

Ceux de Cuba renferment en moyenne 70 0/0 de bitume soluble dans le sulfure de carbone ; ceux de Syrie oscillent entre 75 0/0 et 90 0/0 comme teneur en bitume.

A côté de cet asphalte pur, on trouve des produits beaucoup moins riches, généralement composés d'un calcaire amorphe très fin imprégné de bitume. Voici,

d'après HOWARD, la composition des principaux gisements (SADTLER, *loc. cit.*, p. 70).

	Seysssel (France)	Val Travers (Suisse)	Raguse (Sicile)	Limmer (Allemagne)	Vervobis (Allemagne)
Bitume	8,15	10,15	8,92	14,30	5,37
Carbonate de chaux.	91,30	88,40	88,21	67,00	90,80
Carbonate de magné- sie	0,10	0,30	0,96	»	»
Alumine et oxyde de fer	0,15	0,25	0,91	17,52	0,59
Silice	»	»	0,60	»	2,55
Insoluble	0,40	0,45	»	»	»
Perte	0,20	0,45	0,40	1,18	0,69
	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Au Texas (comté d'Uvalde), on exploite un calcaire bitumineux connu sous le nom de *litho-carbone*; le carbonate de chaux provient de coquillages dont on peut encore reconnaître toutes les formes; cet asphalte renferme de 15 à 33 % de bitume; à l'état raffiné, il jouit de propriétés élastiques tout à fait spéciales.

Les quartz bitumineux se rencontrent principalement en Californie, dans l'Utah et le Kentucky; certains quartz ne contiennent que de 12 à 18 % de bitume et peuvent être facilement pulvérisés à chaud. Ils servent directement en cet état pour le pavage des rues, sans nécessiter le mélange habituel de sable destiné à donner de la cohésion et de la résistance.

La nature chimique des bitumes est encore inconnue et l'analyse de ces substances est tout empirique.

Quand on épuise l'asphalte naturel par l'éther de pétrole, l'acétone ou l'éther ordinaire, on obtient une substance visqueuse que l'on désigne sous le nom de *pétrolène*, correspondant au corps extrait par BOUSSINGAULT du goudron minéral de PECHELBRONN.

Le résidu de cet épuisement cède soit à l'essence de térébenthine chaude, soit au chloroforme ou au sulfure de carbone un extrait qui est sec, friable, cassant; c'est l'*asphaltène*.

D'après des analyses ainsi conduites, dues à SALATHÉ, on aurait :

	Bitume total 0/0	Pétrolène 0/0 de bitume	Asphaltène 0/0 de bitume
Asphalte noir.	84,79	67,50	32,50
» brun .	83,07	21,30	78,70

L'asphalte peut donc être considéré comme une solution d'asphaltène dans le pétrolène mélangée de plus ou moins de matières minérales et organiques. Mais la séparation de ces deux substances ne peut être faite très rigoureusement. Comme le fait très judicieusement remarquer M. H. ENDEMANN (*Moniteur Scientifique du Dr Quesneville*, 1897, page 755) :

« Si nous ajoutons à un tel mélange de l'éther de pétrole, le pétrolène proprement dit se dissout, mais il entraîne avec lui une forte proportion d'asphaltène qui est facilement soluble dans une solution concentrée de pétrolène dans l'éther de pétrole. Après avoir

« séparé la première solution par le filtre, on verse
« sur l'asphalte une nouvelle quantité d'éther de pé-
« trole neuf et l'on prolonge ce traitement jusqu'à ce
« que le liquide filtré ne présente plus de coloration.
« Si maintenant on mélange les différentes portions de
« cet épuisement, on obtient invariablement un précipité,
« par la raison que l'asphaltène est moins soluble dans
« une solution diluée de pétrolène dans l'éther de pé-
« trole.

« Il est d'ailleurs facile de vérifier que telle est bien
« la cause de cette précipitation. On traite une certaine
« quantité d'asphalte par l'éther de pétrole, on filtre et
« l'on ajoute de l'éther de pétrole à cette solution claire :
« on obtient immédiatement un précipité qu'on filtre et
« dont on peut essayer la solubilité dans l'éther de pé-
« trole. Ce précipité présente tous les caractères de l'as-
« phaltène ».

Une remarque très importante du même auteur consiste dans le fait que l'asphaltène forme avec les matières minérales, et surtout le peroxyde de fer, des complexes chimiques *solubles dans le chloroforme* et les solvants analogues. Un asphaltène épuisé à l'éther de pétrole, fut traité par le chloroforme ; la solution chloroformique, filtrée et évaporée à sec, laissa un résidu d'asphaltène pur qui renfermait encore 9,27 % de cendres principalement formées de peroxyde de fer. La détermination des cendres doit donc toujours se faire sur les extraits organiques.

Analyse des asphaltes. — S'il s'agit d'un asphalte solide, on le pulvérisera finement ; s'il s'agit d'un goudron minéral visqueux, on le mélangera avec du sable fin chaud.

2 grammes de produit solide ou visqueux sont placés

dans la douille d'un appareil Soxhlet ou dans un filtre en papier solide et épuisés par l'acétone jusqu'à ce que le solvant qui reflue dans le ballon soit incolore ; l'opération dure de 10 à 12 heures.

La solution acétonique est évaporée à sec à température aussi basse que possible jusqu'à poids constant, ce qui donnera le *pétrolène*.

Le résidu acétonique est épuisé par le chloroforme et la solution chloroformique évaporée à sec dans une capsule de platine.

Le poids de l'extrait représentera celui de l'*asphaltène brut*.

Par incinération de cette substance, on déterminera le poids des cendres minérales solubilisées dans le chloroforme et l'on en déduira la proportion d'*asphaltène pur*.

Le résidu chloroformique sera séché et pesé.

Par incinération, on obtiendra le poids des cendres minérales insolubles et, par différence, celui des matières organiques autres que le pétrolène et l'asphaltène.

Enfin on pourra, par incinération directe du produit, connaître le poids du résidu fixe et des matières volatiles.

Afin de présenter sous formes toujours comparables, les résultats de l'analyse des asphaltes, on devrait toujours libeller ainsi le bulletin d'essai :

Matières volatiles, au rouge.		Matières fixes, au rouge.
Pétrolène.		Matières minérales.
Asphaltène brut	{ Asphaltène pur.	
	{ Cendres solubles.	
Matières organiques non bitumineuses.		

BENZOLS

On désigne sous le nom commercial de *benzols* un mélange d'hydrocarbures liquides constitué en majeure partie par de la benzine et ses homologues, toluène, xylènes, cymène, etc., et par une minime quantité de carbures méthaniques et éthyléniques. Les benzols ont une densité variant de 870 à 880 et distillent entre 70° et 180°.

A l'encontre des huiles de pétrole, la densité des fractions, dans la distillation fractionnée, diminue lorsque le point d'ébullition monte.

Industriellement ⁽¹⁾, on les obtient dans la fabrication du gaz d'éclairage conduite de manière à produire principalement celui-ci, et dans ce cas le rendement en benzols est faible, ou bien sans se préoccuper du gaz, on dirige le travail de manière à obtenir un rendement maximum en huiles. La distillation de la houille donne naissance à un goudron de composition très complexe qu'un fractionnement par la chaleur sépare en :

1° HUILE LÉGÈRE DE HOUILLE, passant de 60° à 200° avec une densité comprise entre 780 et 850, mélange complexe d'hydrocarbures, de phénols, d'amines, d'alcaloïdes, auquel on fait subir divers traitements à l'acide sulfurique et à la soude suivis d'un fractionnement qui permet de recueillir les produits passant entre 80° et 120° (mélange de benzène et de toluène pour la fabrication de l'aniline industrielle) de 120° à 150° et de 150° à 170°.

(1) La récupération des gaz des fours à coke est aussi une source très importante de benzols.

2° HUILE LOURDE DE HOUILLE, distillant entre 200° et 220°, avec des densités comprises entre 850 et 900, riche en naphthaline, phénols, aniline, etc.

3° HUILES A PARAFFINE, produits onctueux dont on extrait des carbures comme l'antracène.

4° Un résidu, constituant le *brai*.

La fraction qui distille entre 80° et 120° est plus spécialement dénommée *benzol* ; dans les transactions commerciales, on la vend à un titre arbitraire établi selon la proportion d'huile qui passe avant 100°. Un benzol à 60 % doit renfermer 60 % de produits distillant de 80° à 100°, le reste passant de 100 à 120.

Dans la dénaturation des alcools destinés au chauffage, les règlements fiscaux prescrivent l'emploi de benzines distillant entre 150° et 200°, solubles dans quatre parties d'alcool à 90° et abandonnant à la soude à 36 B^e moins de 10 % de phénols.

Pour l'examen des benzols, nous employons les procédés de distillation indiqués plus haut pour les pétroles, c'est-à-dire :

1° *L'Essai Engler*, en recueillant les fractions par 10° de température, dans une éprouvette graduée en centimètres cubes ;

2° *Le fractionnement* par dixième, sur 500 centimètres cubes dans la cornue de cuivre, avec prise de densité de chaque fraction.

3° Au moyen des indications de volume recueillies dans l'essai Engler et des fractions conservées séparément en 2° nous reconstituons des volumes d'huile dont il est facile de prendre la densité. Evidemment, on peut distiller le benzol dans un ballon tubulé de capacité assez grande pour opérer sur 500 centimètres cubes au moins de liquide et obtenir très exactement

la température, le volume et la densité de chaque fraction. L'avantage du procédé que nous préconisons est d'opérer avec des vases en métal toujours identiques à eux-mêmes, ce qui est très important, et ce qui ne saurait se produire avec les ballons de verre et aussi d'éviter la rupture, souvent fréquente aux hautes températures, de ces appareils.

Nous donnons ci-dessous quelques types de distillation de benzols.

1^o *Essai Engler.*

N^o 1. — Densité : 879

N^o 2. — Densité : 871

Température	Volume	Densité	Température	Volume	Densité
75°-80°	8 ^{cc}	879	152°-160°	20 ^{cc}	»
80°-90°	82	879	160°-170°	53	»
			170°-176°	17	»
	90 ^{cc}			90 ^{cc}	

2^o *Fractionnement* par 1/10 sur 500 centimètres cubes :

Numéros	Densité	
1	879	<p>N^o 2</p> <p>Le volume de l'échantillon soumis à l'analyse était trop faible pour le fractionnement.</p>
2	879	
3	879	
4	879	
5	879	
6	879	
7	879	
8	879	
9	879	
Résidu	879	

1^o Essai Engler. — Densité 868 :N^o 3

Température	Volume	Densité
90 ^o -100 ^o	9 ^{cc}	873
100 -110	24	871
110 -120	17	868
120 -130	15	863
130 -140	9	863
140 -150	13	863
150 -152	3	865
	90 ^{cc}	
Distillat total, 867.		

2^o Fractionnement par 1/10 sur 500 centimètres cubes :

Numéros	Densité
1.	873
2.	872
3.	871
4.	870
5.	869
6.	865
7.	863
8.	863
9.	865
Distillat	867
Résidu.	865

Essai commercial des benzols. — Lorsque l'essai des benzols devra servir de base à des transactions

commerciales, l'expert emploiera la méthode suivante (1) :

Nous avons dit plus haut que les benzols se vendaient suivant un titre conventionnel ; par exemple un benzol à 90 est celui qui distille avant 120° et pour lequel 90 % d'huile passe avant 100°. Ce point d'ébullition n'indique pas avec certitude la composition des benzols ; A. Spilker a montré que certains mélanges répondraient aux conditions du benzol à 90 ; par exemple :

- 82 % benzène et 18 % toluène
- 92,2 % benzène et 7,8 % xylène
- 90 % benzène, 5 % toluène et 5 % xylène
- 84 % benzène, 13 % toluène et 3 % xylène.

Ce dernier mélange serait le vrai benzol 90.

Il est donc indispensable d'opérer la distillation d'une manière toujours la même, afin d'avoir des résultats comparables. Voici d'après F. Frank (*loc. cit.*) dans quelles conditions il convient de procéder à cet essai.

1. Le récipient distillatoire est constitué par un alambic sphérique en cuivre, à fond légèrement aplati. Sa capacité est de 150 centimètres cubes environ et il est fréquemment muni d'un anneau central. L'épaisseur des parois est de 0^{mm},6 à 0^{mm},7 ; le diamètre est de 66 millimètres. Le col destiné à recevoir le tube à boule a une longueur de 25 millimètres, la largeur inférieure est de 20 millimètres, la largeur supérieure de 22 millimètres.

2. Le tube à boule, en verre, a un diamètre de

(1) Composition, analyse et utilisation des benzols. F. FRANK, *Moniteur Scientifique du Dr Quesneville*, 1903, p. 260.

14 millimètres et une longueur de 150 millimètres. Il est pourvu, à 10 millimètres au-dessus de la boule, d'un tube abducteur de 8 millimètres de diamètre et soudé presque à angle droit.

3. L'alambic repose sur une plaque d'asbeste pourvue d'une ouverture circulaire de 50 millimètres de diamètre. La cheminée est percée, à 10 millimètres au-dessous de son bord supérieur, de quatre trous circulaires pour le départ des produits de la combustion. Le chauffage est effectué au moyen d'un bec Bunsen ordinaire (ouverture de 7 millimètres environ), dont la flamme est parfaitement bleue, ou d'une lampe à benzine ou à alcool appropriée.

4. Le réfrigérant de Liebig a une longueur de 800 millimètres et il est incliné de telle manière que la sortie se trouve de 100 millimètres plus bas que l'entrée.

5. La prise d'essai comporte 100 centimètres cubes. La distillation doit être réglée de telle manière que 5 centimètres cubes distillent par minute, c'est-à-dire environ 2 gouttes par seconde. Elle est terminée lorsque 95 centimètres cubes de distillat sont recueillis dans le cylindre gradué.

6. Le thermomètre doit être en verre mince et son diamètre extérieur ne doit pas être plus grand que le demi-diamètre du tube à boule. Il doit être enfoncé de telle manière que le réservoir à mercure se trouve au milieu de la boule du tube à boule. On se sert de thermomètres divisés en dixièmes de degré, pour les produits purs, et en 5 dixièmes de degré pour les produits commerciaux. Ces thermomètres doivent être fréquemment contrôlés à l'aide d'un thermomètre étalonné.

Les résultats obtenus seront toujours ramenés à la hauteur barométrique normale. Pour effectuer cette correction, on peut employer deux procédés :

1° On se sert d'un thermomètre à échelle mobile; l'appareil est chargé de 100 centimètres cubes d'eau distillée que l'on fait bouillir. Lorsque l'on a recueilli 60 centimètres cubes, on fixe le point 100 à l'endroit où stationne la colonne mercurielle. L'appareil est vidé, séché et la distillation du benzol immédiatement entreprise, de manière à opérer à une pression barométrique identique à la première.

2° On se sert des tables de correction de Lenders dont voici l'usage illustré par un exemple.

A la pression H , comprise entre 720 et 780 millimètres, un benzol 90 laisse passer jusqu'à 100° cent. un distillat de volume V .

Le volume V_1 à 760 millimètres, pression normale, sera :

$$(H - 760) a = \pm v$$

$$V_1 \text{ à } 760 = V \text{ à } H \pm v$$

Le facteur a est de :

0,033 pour un benzol à 90°

0,077 pour un benzol à 50°.

La pression barométrique au moment de l'essai et ramenée à 0° cent. étant H , comprise entre 720 et 780 millimètres, on a :

$$(760 - H) b = \pm t°$$

Et la distillation à H sera poussée jusqu'à 100° $\pm t°$, sur le thermomètre pour avoir des résultats à 760 millimètres.

Le facteur *b* est de :

0,043	cent.	pour le benzène pur
0,047	»	pour le toluène
0,052	»	pour le xylène
0,0353	»	pour le benzol 90
0,0461	»	pour le benzol 50.

Il sera toujours utile de prendre les densités des produits avant et après distillation.

F. FRANK (*loc. cit.*) donne les chiffres suivants :

Benzol à 90	0,880-0,883
Benzol à 50	0,875-0,877
Benzol à 0	0,870-0,872
Benzol de dissolution bouillant jusqu'à	160°	0,874-0,880
—	—	17,5°
Benzol lourd du commerce	0,920-0,945

Dosage du sulfure de carbone. — Dans les benzols, on recherche souvent le sulfure de carbone, de la façon suivante, basée sur la transformation du sulfure de carbone en xanthate de cuivre.

50 grammes du benzol à essayer sont mélangés avec 50 grammes de potasse alcoolique (préparée avec 11 grammes d'alcali caustique dans 90 grammes d'alcool absolu) et l'on abandonne pendant quelques heures à température ambiante, dans une boule à décantation.

On ajoute alors 100 centimètres cubes d'eau et l'on agite convenablement. Après repos, on enlève la couche aqueuse et on lave le benzol avec de l'eau jusqu'à ce que celle-ci ne soit plus alcaline. Tous les liquides aqueux sont recueillis dans une fiole de 200 centimètres cubes et, sur la solution entière ou sur une partie aliquote, on dose le xanthate de potassium formé aux dépens du sulfure de carbone.

Pour cela, on acidifie légèrement à l'acide acétique et on verse dans le liquide une solution titrée de sulfate de cuivre jusqu'à précipitation complète du xanthate de cuivre insoluble ; on reconnaît ce point par le procédé à la touche en présence de ferrocyanure de potassium.

La solution titrée de sulfate de cuivre se prépare en dissolvant dans un litre d'eau 12^{gr},475 de sulfate de cuivre cristallisé ; 1 centimètre cube équivaut à 0,0076 gramme de sulfure de carbone.

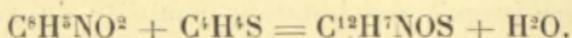
La quantité de lessive de potasse indiquée suffit pour une teneur de 5 % de sulfure de carbone. Dans le cas où un premier titrage indiquerait un chiffre voisin de 5 %, il y aurait lieu de diminuer la prise d'essai dans les proportions voulues de manière à effectuer un dosage convenable.

En moyenne, les benzols 90 et 50 renferment de 0,2 à 1,0 % de sulfure de carbone ; les benzols supérieurs en sont exempts.

Dosage du thiophène. — La recherche qualitative du thiophène se fait au mieux par la réaction de l'indophénine de Laubenheimer : dans une capsule en porcelaine, bien rincée à l'acide sulfurique pur, on place un petit grain d'isatine que l'on arrose de cinq centimètres cubes d'acide sulfurique pur ; on verse lentement sur ce mélange dix centimètres cubes de benzol et on recouvre la capsule d'une plaque de verre. En présence du thiophène, il se forme peu à peu autour de l'isatine des anneaux bleus d'indophénine. La réaction est lente et avant de se prononcer en cas d'absence d'anneaux bleus, il sera bon de laisser la capsule en observation pendant deux heures au moins.

Dans ces conditions, l'isatine et le thiophène réagis-

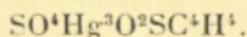
sent l'un sur l'autre en se condensant avec perte d'eau pour donner de l'indophénine.



Si l'on doit doser le thiophène, on peut se servir du procédé de G. Denigès. On mélange 2 centimètres cubes du benzol avec 30 centimètres cubes d'alcool méthylique pur exempt d'acétone.

On prépare d'un autre côté une solution de sulfate mercurique en dissolvant 50 grammes d'oxyde rouge de mercure dans 200 centimètres cubes d'acide sulfurique étendus d'un litre d'eau.

La solution alcoolique de benzol est additionnée de 10 centimètres cubes de cette liqueur mercurique, agitée vivement et abandonnée au repos pendant vingt-quatre heures. Le précipité qui se forme est une combinaison moléculaire répondant à la formule



On filtre et l'on prélève 21 centimètres cubes du filtrat, soit 1 centimètre cube de benzol; on les traite par 350 centimètres cubes d'eau, 15 centimètres cubes d'ammoniaque, 10 centimètres cubes de solution de cyanure de potassium équivalente à une solution déci-normale de nitrate d'argent et 5 à 6 gouttes d'une solution à 20 % d'iodure de potassium. Dans cette liqueur, clarifiée au besoin par la chaleur, on verse du nitrate d'argent déci-normal jusqu'à trouble permanent. Soit n le nombre de centimètres cubes de cette solution employés, la quantité de thiophène contenue dans un litre de benzol sera calculée par

$$X = 2,8 (n - 0,3).$$

Dosage des paraffines. — Dans un entonnoir séparateur à robinet et bouché à l'émeri, on verse 200 grammes de benzol et 500 grammes d'acide sulfurique pur à 66° que l'on a enrichi de 20 % environ d'anhydride sulfurique. On agite fortement de façon à bien mélanger les deux liquides et on abandonne au repos jusqu'à séparation complète.

On décante l'acide et l'on répète ce traitement deux fois encore. De cette manière, après avoir employé 1 500 grammes d'acide sulfurique, tous les hydrocarbures, sauf les paraffines, sont entrés en solution. On recueille la couche huileuse et on la conserve pour traitement ultérieur.

L'acide sulfurique est ensuite distillé, le mieux dans une cornue enfouie dans un bain de sable et l'on recueille environ 100 centimètres cubes de distillat qui renferme la paraffine mécaniquement entraînée. On lave ce distillat à l'eau et on joint cette paraffine à la couche huileuse ci-dessus.

On lave une fois encore à l'acide sulfurique et on pèse les paraffines ainsi obtenues.

Dans les benzols, la teneur moyenne en paraffines est de 1 % ; les toluols en sont presque entièrement exempts ; les xylols commerciaux en renferment de 1 à 3 %.

Bromuration. — On prépare une solution renfermant :

9^{gr},917 de bromure de potassium pur,

2^{gr},783 de bromate de potassium,

dans un litre d'eau.

Dans un flacon bouché à émeri, flacon dit à essais d'argent, on introduit exactement 5 centimètres cubes

de benzol ; puis 10 centimètres cubes d'acide sulfurique à 20⁰/₀ et on agite.

Au moyen d'une burette graduée, on verse dans le mélange et en agitant toujours, la solution de bromate de potassium bromurée ci-dessus jusqu'à ce que le contenu du flacon paraisse rougeâtre. A partir de ce moment, on ajoute peu à peu du réactif, en agitant vigoureusement après chaque addition, laissant déposer de manière à observer la coloration du benzol qui se sépare. Tant que le benzol est incolore, on verse du réactif, au mieux centimètre cube par centimètre cube. Dès que le benzol prend une teinte rouge orangé due au petit excès de brome non absorbé, on arrête l'essai et note le volume de liqueur employé.

En se basant sur ce volume, on recommence un second essai dans les mêmes conditions.

On peut aussi, pour connaître la fin de l'opération, prélever avec un agitateur une goutte de l'huile et la déposer sur un papier à l'iodure de zinc amidonné fraîchement préparé ; le plus léger excès de brome à l'état libre donne une coloration bleu foncé.

1 centimètre cube de la solution de bromate bromurée = 0^{sr},008 de brome.

Les benzols et toluols commerciaux purs n'absorbent pas de brome. L'addition de 0,1 centimètre cube de solution donne déjà une coloration bien nette.

Les benzols à 90 et à 50 exigent de 0,5 à 1⁰/₀ de brome pour leur saturation.

Cette méthode de bromuration peut être aussi employée dans l'examen des huiles de pétrole, comme nous nous en sommes assurés par quelques essais dont l'étude n'est pas encore terminée.

Action de l'acide sulfurique. — On prépare des

solutions de bichromate de potassium à 0^{gr},5, 1 gramme, 2 grammes, de sel dans 1 litre d'acide sulfurique à 50 ⁰/₉ en poids. Dans de petits flacons de 50 centimètres cubes, bouchés à l'émeri, on introduit :

1 ^o 5 ^{cc} benzol et 5 ^{cc} d'acide sulfurique à 66 ^o pur.	
2 ^o 5 ^{cc} benzène pur et 5 ^{cc} de solution de bichromate à 0,5 ⁰ / ₁₀₀	
3 ^o 5 ^{cc} benzène pur et 5 ^{cc} » »	1,0 ⁰ / ₁₀₀
4 ^o 5 ^{cc} benzène pur et 5 ^{cc} » »	2,0 ⁰ / ₁₀₀

On agite tous les flacons de manière à mélanger intimement le benzol à l'acide et le benzène aux solutions puis on laisse reposer pendant deux minutes et on compare la teinte du benzol à celles des autres solutions.

Le benzène, le toluène et le xylène chimiquement purs ne sont pas colorés. Les benzols à 90 et 50 se classent, selon leur pureté, entre les solutions à 0,5 et 2 grammes de bichromate de potassium par litre.

Extrait à 100°-120°. — 20 centimètres cubes de benzol sont versés dans une capsule plate, dans le genre de celles qui servent pour déterminer les extraits du lait. La capsule est placée sur le bain-marie jusqu'à ce que l'huile soit évaporée ; au besoin, on peut terminer l'évaporation à l'étuve portée à 100° puis à 120°. Le résidu ne doit pas présenter d'odeur âcre ; il ne doit pas être résineux et ne doit posséder qu'une faible coloration jaune brun.

Examen polarimétrique. — Les benzols ne jouissent d'aucune action sur la lumière polarisée. Dans le cas où l'examen au polarimètre donnerait une déviation, il y aurait lieu de supposer la présence de corps doués de pouvoir rotatoire : essence de térébenthine ou huiles essentielles analogues, essences de résine, etc.

Point d'inflammation. — Comme pour les pétroles, on détermine le point d'inflammation au moyen de l'appareil d'Abel-Pinsky. M. Frank (*loc. cit.*) donne les valeurs suivantes :

Benzène	— 8° C
Benzol à 90, au-dessus de	— 4° C
Toluène	+ 5° C
Xylène	+ 21° C
Benzol bouillant jusqu'à 160°	+ 21° C
Benzol bouillant jusqu'à 175°	+ 28° C
Benzol lourd du commerce	+ 47° C

Dosage des homologues du benzène. — Cette détermination se fait par distillation fractionnée.

1 kilogramme de benzol est versé dans une chaudière de cuivre surmontée d'une colonne à boules de Lebel-Henninger longue de 60 centimètres environ (colonne à 5 boules ordinairement). On termine la colonne par un thermomètre à échelle mobile ou bien par un thermomètre ordinaire; dans ce dernier cas, on fait les corrections de pression barométrique d'après les facteurs de Lenders donnés ci-dessus.

Dans le travail déjà cité, M. Frank indique les bases principales de ce fractionnement (*M. S. Quesneville*, 1903, p. 266).

Benzols à 90 et à 50

Jusqu'à 79°	Produits de tête
79° à 85°	Benzène
85° à 105°	Fraction intermédiaire
105° à 115°	Toluène
Reste	Xylènes.

Benzol pur

Jusqu'à 79°	Produit de tête
79° à 81°	Benzène
Reste	Produit de queue.

Toluol

Jusqu'à 109°	Produit de tête
109° à 110°,5	Toluène
Reste	Produit de queue.

Xylol

Jusqu'à 135°	Produit de tête
135° à 137°	P. Xylène
137° à 140°	M. Xylène
140° à 145°	O. Xylène
Reste	Produit de queue.

Chaque fraction de la distillation est recueillie dans une fiole tarée que l'on pèse ensuite pour connaître le pourcentage.

En moyenne, les produits commerciaux présentent la composition suivante.

	Benzol à 90	Benzol à 50	Benzol pur	Toluol pur	Xylol pur
Produits de tête	1,0 ^{0/0}	0,3 ^{0/0}	0,5 ^{0/0}	0,3 ^{0/0}	0,3 ^{0/0}
Benzène	78,8 *	18,3 *	98,0 *	» »	» »
Fraction intermédiaire	10,0 *	47,5 *	» »	» »	» »
Toluène	8,0 *	23,7 *	» »	97,3 *	» »
P. Xylène	2,0 *	10,0 *	» »	» »	17,9 *
M. Xylène			» »	» »	75,5 *
O. Xylène			» »	» »	4,0 *
Produits de queue			1,2 »	2,2 »	2,0 »
Pertes	0,2 *	0,2 *	0,3 *	0,2 *	0,3 *
	100,0 ^{0/0}				

APPENDICE

NOTES TABLEAUX LOIS ET RÈGLEMENTS

Dans cet appendice, nous examinerons quelques méthodes spéciales et divers tableaux relatifs aux substances étudiées dans cet ouvrage qui n'ont pu trouver place dans les pages précédentes.

Nous terminerons par l'exposé des lois et règlements actuellement en vigueur relatifs à l'industrie, la vente et la mise en œuvre des pétroles, benzols, etc.

NOTES ET TABLEAUX

MÉTHODE de RICHE et HALPHEN

pour distinguer entre elles les huiles de pétrole américaines
et russes

(*Journal de Pharmacie et de chimie*, 1895).

Il est assez difficile à un expert de démontrer scientifiquement l'origine de l'huile minérale soumise à son examen, d'autant plus que les parties légères des pétroles russes sont identiques aux portions correspondantes des pétroles américains ; l'une et l'autre renferment des carbures de la série forménique.

Il existe, au contraire, une différence tranchée entre les parties moyennes et lourdes de ces deux sortes d'huiles ; tandis que dans les pétroles américains elles sont presque exclusivement composées d'hydrocarbures saturés appartenant à la série méthanique, celles des pétroles russes sont formées, en partie notable, d'hydrocarbures $C^m H^{2n}$ isomères des oléfines, très résistants aux agents chimiques et que l'on considère comme des hexahydrures des carbures aromatiques ; benzine, toluène, xylènes, etc.

Le procédé que nous allons exposer et qui est établi sur environ 900 déterminations faites sur des produits provenant des diverses parties de l'Amérique et de la Russie est uniquement basé sur la différence de solubilité que présentent, à densité égale, les carbures appartenant aux diverses séries.

I. DISTINCTION ENTRE LES PÉTROLES AMÉRICAINS
ET LES PÉTROLES RUSSES

a) *Pétroles raffinés.* — On prépare une solution à volumes égaux de chloroforme pur, anhydre, et d'alcool éthylique à 93°. Pour éviter l'évaporation de cette solution, il sera bon d'employer une des burettes automatiques en usage courant dans les laboratoires.

On prend la densité du pétrole raffiné à 15° et on en pèse 4 grammes dans une fiole conique en verre ; la pesée sera faite au moins au centigramme.

Dans ce vase on fait couler peu à peu la liqueur chloroformo-alcoolique contenue dans la burette, en ayant soin d'agiter chaque fois la fiole par un mouvement rotatoire pour favoriser le mélange des liquides. Il se produit par là un trouble qui va d'abord en augmentant pour diminuer peu à peu et disparaître d'un seul coup : c'est le terme final. On note le nombre de centimètres cubes de liqueur nécessaires pour produire cet effet.

Il arrive quelquefois, exclusivement pour les produits un peu lourds, que le liquide, tout en s'éclaircissant brusquement, conserve dans sa masse de légers flocons. Dans ce cas, on ajoute 0^{cc},5 de liqueur ; si le trouble ne disparaît pas, on note le premier nombre.

Le tableau suivant résume les maxima, minima et moyennes obtenus par 28 échantillons de pétroles américains et 13 échantillons de pétroles russes, tous raffinés.

Les chiffres de ce tableau représentent le nombre de centimètres cubes de liqueur chloroformo alcoolique nécessaires pour dissoudre 4 grammes d'huile :

En examinant ce tableau, on remarque que les portions les plus légères des pétroles russes ont des solubilités voisines de celles des portions correspondantes des pétroles américains : ce qui s'explique tout naturellement par une analogie de composition.

Mais vers 800, la différence s'accroît nettement et augmente jusqu'à 830.

L'essai pourra donc porter seulement sur ces densités et, pour se faire, on distillera le pétrole à essayer en recueillant les fractions par $1/10$ ou $1/20$ et en prenant la densité de chacune d'elles.

Les fractions de densité 800 à 830 seront soumises à l'action de la liqueur chloroformo-alcoolique.

On agira de même avec les pétroles bruts.

b) *Mélanges d'huiles raffinées et de résidus. Distinction d'avec les huiles brutes.* — On prend la densité du pétrole brut à examiner ;

On mesure le nombre de centimètres cubes de liqueur chloroformo-alcoolique nécessaires pour dissoudre 4 grammes du pétrole = N° .

On distille le pétrole en le fractionnant au $1/20$ et on prend la densité de chaque fraction.

On pratique l'essai chloroformo-alcoolique sur la fraction qui a même densité que l'huile à examiner. Soit n° .

Dans le cas du pétrole brut, on aura N beaucoup plus grand que n .

Au contraire dans le cas d'un mélange de raffiné et de résidus, comme un distillat par exemple, $N = n$, avec des écarts très faibles.

Comme il ne serait pas toujours possible d'obtenir la fraction ayant même densité que l'huile brute, on emploie le procédé suivant : On recueille les fractions dont les densités sont immédiatement supérieure et inférieure à celle de l'huile brute et sur chaque fraction on pratique l'essai en question.

De ces deux essais, on calcule le nombre de centimètres cubes nécessaires à la fraction voulue.

EXEMPLE. — Une huile brute pèse 788.

On fractionne et l'on trouve que :

$$\begin{aligned} 10^{\circ} \text{ fraction} &= 784 \dots n = 5^{\circ}, 1 \\ 11^{\circ} \quad \gg \quad &= 794 \dots n = 6, 2 \end{aligned}$$

Donc pour 10 de différence densité, on a $1^{\circ}, 1$ différence de liqueur.

Densité du fractionnement	Pétroles américains			Pétroles russes			Nombre de déterminations
	Maxima	Minima	Moyenne	Maxima	Minima	Moyenne	
670	4,6	3,0	3,8	»	»	»	5
680	4,4	2,9	3,6	»	»	»	11
690	4,4	2,8	3,6	»	»	»	19
700	4,4	3,0	3,7	»	»	»	21
710	4,4	3,2	3,8	»	»	»	24
720	4,5	3,3	3,9	»	»	»	27
730	4,7	3,3	4,0	»	»	»	28
740	4,8	3,4	4,1	»	»	»	28
750	4,9	3,5	4,2	»	»	4,3	29
760	5,0	3,7	4,3	»	»	4,0	32
770	5,3	3,9	4,6	3,9	3,7	3,8	33
780	6,0	4,4	5,2	4,8	3,4	4,1	36
790	6,9	5,0	5,9	4,9	3,5	4,2	41
800	7,8	5,5	6,6	4,3	3,8	4,0	41
810	8,8	6,6	7,7	4,5	3,9	4,2	41
820	11,0	8,0	9,5	4,8	4,3	4,5	41
830	18,0	9,6	11,3	5,6	4,4	5,0	35
840	»	»	»	6,1	5,0	5,5	13
850	»	»	»	7,0	5,8	6,4	13
860	»	»	»	10,1	6,3	8,2	9
870	»	»	»	12,7	6,8	9,7	7
880	»	»	»	15,4	8,5	11,9	3

On a d'autre part $788 - 784 = 4$

et
$$\frac{1,1 \times 4}{10} = 0^{\text{cc}},44.$$

Pour 788, on a donc

$$n = 5,1 + 0,44 = 5^{\text{cc}},54$$

de liqueur chloroformique.

MM. RICHE et HALPHEN ont obtenu, par exemple :

Pétroles bruts russes	N = > 15 ^{cc}	n = de 6 ^{cc} ,8 à 10 ^{cc} ,2
* américains	N = > 15	n = de 5, 1 à 8, 2
Distillat de pétrole russe et 10 0/0 de mazout	} N = 4 ^{cc} ,2	n = 4 ^{cc} ,3
Mélange synthétique de :		
¹ / ₁₀ Huile lourde à 878	} N = 6 ^{cc} ,0	n = 5 ^{cc} ,6
¹ / ₁₀ Essence à 710		
⁸ / ₁₀ Pétrole lampant 800		

Sur les mélanges de pétrole et de benzol. —

Cette question qui peut être posée à l'expert, est très difficile à résoudre malgré sa simplicité relative.

Il est évident que s'il s'agit de rechercher la présence de benzol dans un pétrole, certaines réactions chimiques peuvent déceler le benzol en toute sûreté. Mais s'il y a lieu de faire l'inverse, c'est-à-dire de démontrer l'addition de pétrole à un benzol, le problème devient beaucoup plus compliqué et quelquefois même insoluble, comme nous l'ont montré de nombreux essais, les pétroles ne présentant aucune réaction chimique caractéristique et certaines propriétés des benzols se trouvant masquées par la présence du pétrole ; cela se rencontre notamment pour un mélange de benzol et de pétrole lourds, à points d'ébullition élevés.

Comme nous le montrerons aussi, la distillation fractionnée ne peut pas toujours conduire à des résultats cer-

tains, les points d'ébullition se trouvant, dans le mélange des vapeurs, complètement transformés.

Recherche des carbures benzéniques. — Nous employons le procédé connu de la transformation de ces carbures en dérivés nitrés, la réduction de ceux-ci en amines qui sont diazotées et additionnées de naphols, ce qui donne lieu à la production de matières colorantes de la classe des ponceaux. A la suite d'une étude de ce procédé, nous avons reconnu que, si pour la benzine et le toluène, l'opération donnait des résultats très nets, même avec de faibles quantités de ces carbures, il n'en était pas de même dès que l'on s'adressait aux homologues plus élevés de la série benzénique et que dans ce cas, certaines précautions étaient indispensables, notamment dans la nitration, à cause de la formation de produits d'oxydation goudronneux masquant toute réaction finale. Nous avons dû rejeter aussi l'emploi du sulfure de carbone comme dissolvant, l'oxydation des carbures produisant des vapeurs nitreuses qui agissent sur le sulfure de carbone avec formation de panclastites pouvant détoner.

Voici comment nous opérons :

1 centimètre cube de benzol est additionné de 1 centimètre cube d'éther de pétrole et ce mélange est versé dans 5 centimètres cubes d'acide nitrique fumant contenu dans un tube plongé dans l'eau froide et constamment agité. Au bout de quelques minutes, le tube est abandonné une demi-heure à une température de 15 à 20° en agitant de temps à autre. Le tout est passé dans une petite boule à décantation, étendu de 50 centimètres cubes d'eau et agité avec 20 centimètres cubes d'éther sulfurique ; recueillir la couche éthérée, la laver à l'eau à plusieurs reprises et l'introduire dans une fiole à fond plat avec 50 centimètres cubes d'acide chlorhydrique pur à 10 ⁰/₁₀, quelques morceaux de zinc *très pur* et quelques gouttes de solution de sulfate de cuivre. Grâce au dégagement d'hydrogène, l'éther se vaporise et les dérivés nitrés se réduisent en amines.

Au bout de deux heures, filtrer et refroidir le liquide

dans un bain d'eau vers 10° sans dépasser 15°. A ce moment, ajouter goutte à goutte, et en agitant après chacune d'elles, environ 1 centimètre cube de solution de nitrite de soude à 10⁰/0. Il est bon de s'assurer que la liqueur est acide; sinon on l'acidifiera par quelques gouttes d'acide chlorhydrique. Quand l'addition du nitrite est terminée, neutraliser par de la soude, toujours en refroidissant et ajouter une solution de naphthol α ou β dans la soude caustique. La liqueur prend une teinte orangée d'autant plus nette que le produit primitif sera plus riche en carbures benzéniques.

Dans l'examen des pétroles soupçonnés renfermer des benzols, il sera toujours avantageux de distiller ces huiles dans l'appareil Engler et d'opérer comme il vient d'être dit sur les fractions qui passent entre 80 et 100°.

Dans des essais synthétiques préparés avec des pétroles lampants et des benzols distillant de 80 à 180°, nous avons généralement remarqué que les fractions soumises à l'essai ci-dessus décrit se répartissent ainsi :

De 80°- 90°	réaction très nette
90 -100	do
100 -125	Coloration saumon faible
125 -150	Coloration tirant sur le brun et devenant rapi- dement brunâtre.

Nous devons rappeler que certains pétroles, surtout ceux de Russie, Roumanie, etc., renferment des carbures benzéniques qui donnent la réaction précédente quoique à un faible degré. Dans le cas où l'expert trouverait soit sur les fractions 80-90, soit sur des fractions plus élevées, une coloration ponceau très faible, ne permettant d'évaluer la teneur en carbures aromatiques qu'à un taux peu élevé, il devra toujours se rappeler la constitution de tels pétroles avant de poser ses conclusions.

Recherche des pétroles dans les benzols. — S'il est possible de caractériser le benzol dans les pétroles, la recherche inverse est moins certaine ; la nitration, l'absorption par l'acide sulfurique, la dissolution dans l'alcool, totales pour la benzine et le toluène, deviennent plus difficiles pour les homologues supérieurs, et un benzol commercial soumis à la nitration ou à la dissolution dans l'acide sulfurique chaud, laisse toujours un résidu huileux que l'on pourrait confondre avec des huiles minérales. Il en est de même pour les solubilités dans l'alcool.

La distillation fractionnée, même conduite dans des appareils énergiques comme les colonnes fractionnantes, ne parvient pas à séparer nettement les divers produits entre eux.

Nous donnerons à titre d'indication l'essai suivant pris parmi ceux que nous avons poursuivis dans l'examen de cette question.

Les produits mis en œuvre furent : une essence de pétrole, une huile lampante et un benzol. L'essai fut conduit comme il a déjà été dit : distillation à l'appareil Engler, pour avoir les températures et les volumes recueillis de 10° en 10°, fractionnement au 1/10 sur 500 centimètres cubes pour avoir les densités, reconstitution des fractions d'après les volumes de l'Engler et prise des densités de ces fractions reconstituées.

Enfin le reste des trois produits ainsi examinés fut mélangé par parties égales et ce mélange soumis à la même méthode.

Pour simplifier, nous ne donnerons dans le tableau suivant, p. 158, que le résultat final. On voit nettement que de 120°, fin de la distillation de l'essence jusqu'à 150°, commencement de celle du lampant, le benzol a retenu des vapeurs d'essence (faibles densités du mélange entre ces deux points thermométriques). De même, de 160°, fin de la distillation du benzol jusqu'à 260°, fin de la distillation du mélange, le pétrole a retenu des carbures aromatiques (densités des fractions du mélange plus élevées que celles du pétrole).

La recherche des carbures benzéniques par la méthode de diazotation décrite ci-dessus a bien confirmé la présence de ces carbures dans les fractions du mélange jusque vers 180°. L'essai des fractions suivantes n'a pas fourni de résultats précis ou bien a donné une coloration brune due aux goudrons formés par oxydation à l'acide nitrique.

Coefficients de dilatation des Pétroles. — Au cours de ses recherches sur les pétroles, Henri Sainte-Claire-Deville procéda à de nombreuses déterminations relatives au coefficient de dilatation des huiles de pétroles. Le résultat le plus général de ces recherches c'est que le coefficient de dilatation diminue quand la densité croît.

Voici quelques chiffres extraits de ce travail (*Annales de chimie et de physique* [4] t. 15, p. 30). (voir p. 159).

Recherche des Pétroles dans les Benzols

Températures	Essence de pétrole	Pétrole lampant	Benzol	Mélange de ces trois produits par tiers	
60- 70	663				
80	672			735	
90	693				
100	709		873	757	
110	725		871	775	
120	732		868	787	
130			863	795	Mélange de vapeurs d'essence et de benzol.
140			863	804	
150			863	808	
160		770	863	817	
170					
180		779			
190		782		820	
200					
210		791			Mélange de vapeurs d'huile de pétrole lampante et de benzol.
220		802		821	
230					
240		812			
250					
260		820		823	
270		827			
280					
290		833			

Coefficients de dilatation des pétroles

Origine du pétrole	Température d'essai	Densité	Coefficient de dilatation
<i>Pensylvanie</i>	"	0,816	0,000840
<i>Ohio</i>	"	887	748
<i>Virginie</i>	"	841	839
<i>Virginie occidentale</i> , employé comme lubrifiant, provient de White-Oak, partie inférieure du terrain houiller, pris à 135 mètres de profondeur	0°	873	720
	50	853	
<i>Virginie occidentale</i> , employé à la fabrication des huiles d'éclairage, provient de Burning Springs, dans les grès dévoniens supérieurs, à 220 mètres de profondeur	0	842	839
	50,1	8080	
<i>Pensylvanie</i> , le plus employé dans les fabriques d'huiles d'éclairage, provient d'Oil-Creek, troisième assise des grès dévoniens supérieurs, à 200 mètres de profondeur	0	816	840
	50,1	784	
	0	886	0,000721
	50,1	853	
<i>Pensylvanie</i> , comme lubrifiant, provient d'Alleghany	0	897	704
	50,8	866	
<i>Virginie occidentale</i> , huile à lubrifier	0	828	883
	51,8	801	
<i>Canada West</i> , à 120 mètres de profondeur	0	844	780
	51,8	815	

Coefficients de dilatation des pétroles (suite)

Origine du Pétrole	Température d'essai	Densité	Coefficient de dilatation
<i>Virginie orientale</i> , huile légère, puits Guthrie, Wall . . .	0°	857	0,000788
	50, 8	824	
<i>Naphte</i> brut de Balakhany, au Caucase	0	882	817
	50, 0	847	
<i>Huile lourde</i> de Bakou, employée comme combustible et lubrifiant	0	928	910
	50, 0	888	
<i>Huile noire</i> de Bakou	0	897	737
	50, 0	865	
<i>Huile légère</i> de Bakou	0	884	724
	50, 0	854	
<i>Huile lourde</i> de Bakou	0	938	681
	50, 0	907	
Caucasie	»	882	817
Benkendorf (Bakou)	»	890	
Pechelbronn (Alsace)	0	968	697
	56, 6	953	
Pechelbronn »	0	892	793
	50, 0	857	
Pechelbronn »	»	892	792

Coefficients de dilatation de quelques huiles minérales (d'après HENRI SAINTE-CLAIRE-DEVILLE)

Rapport au Comité consultatif des Arts et Manufactures sur les Pétroles, 1874.

Température	Volume	Poids	Densité	Différence	Coefficient apparent	Diminution de la densité pour une augmentation de un degré dans la température
0°	57 ^{cc} ,075	46,314	811,46			
5	»	46,087	807,42	4,04	»	
10	»	45,883	803,91	3,51	0,00099	
15	»	45,463	800,40	3,51	93	
20	»	45,481	796,86	3,54	90	
25	»	45,278	793,32	3,54	90	0,73
				18,14	pour un écart de 25°	

1° Huile brute de pétrole d'Amérique

2^o Essence de pétrole d'Amérique

0 ^o	5 ^o cc,080	40,977	717,89	»	»
5	»	40,739	713,72	4,17	0,00116
10	»	40,501	709,55	4,17	116
15	»	40,264	705,40	4,15	116
20	»	40,025	701,21	4,19	116
25	»	39,785	697,00	4,21	116
				20,89	
				pour un écart de 25 ^o	

0,83

3^o Huile très volatile, bouillant à 44^o, extraite par deux distillations fractionnées au 1/100 de l'essence ci-dessus

0 ^o	5 ^o cc,078	36,939	647,17	»	»
5	»	36,679	642,61	4,56	0,00141
10	»	36,410	637,90	4,71	143
15	»	36,143	633,22	4,68	143
20	»	35,877	628,56	4,66	144
25	»	35,597	623,65	4,91	145
				23,52	
				pour un écart de 25 ^o	

0,94

Coefficients de dilatation de quelques huiles minérales (d'après HENRI SAINTE-CLAIRE-DEVILLE) (suite)

Rapport au Comité consultatif des Arts et Manufactures sur les Pétroles, 1874.

Température	Volume	Poids	Densité	Différence	Coefficient apparent	Diminution de la densité pour une augmentation de un degré dans la température
0°	57 ^{cc} ,076	45,914	804,43	"	"	
5	"	45,731	801,05	3,38	0,00084	
10	"	45,517	797,30	3,75	89	
15	"	45,313	793,99	3,40	87	
20	"	45,082	789,86	4,04	93	
25	"	44,909	786,42	3,44	90	0,72
				18,01	pour un écart de 25°	

4° Pétrole raffiné d'origine américaine

Coefficients de dilatation de quelques huiles minérales (d'après HENRI SAINTE-CLAIRE-DEVILLE) (suite et fin)

Rapport au Comité consultatif des Arts et Manufactures sur les Pétroles, 1874.

Température	Volume	Poids	Densité	Différence	Coefficient apparent	Diminution de la densité pour une augmentation de un degré dans la température
0°	57 ^{cc} ,076	46,406	813,06	»	»	0,74
5	»	46,207	809,57	3,49	0,00086	
10	»	45,994	805,84	3,73	89	
15	»	45,777	802,02	3,82	91	
20	»	45,561	798,25	3,77	91	
25	»	45,351	794,56	3,69	91	
				18,50		
				pour un écart de 25°		

7° Huile de boghead

8° Essence de boghead

0°	57 ^{cc} ,077	42,589	746,17	*	*	0,83
5	*	42,359	742,14	4,03	0,00111	
10	*	42,122	737,64	4,50	114	
15	*	41,882	733,76	3,88	111	
20	*	41,641	729,56	4,20	111	
25	*	41,399	725,32	4,24	111	
				20,85		
				pour un écart de 25°		

9° Huile lampante de boghead

0°	57 ^{cc} ,078	46,732	818,74	*	*	0,72
5	*	46,526	815,13	3,61	0,00088	
10	*	46,322	811,56	3,57	88	
15	*	46,115	807,93	3,63	88	
20	*	45,907	804,29	3,64	88	
25	*	45,706	800,76	3,53	88	
				17,98		
				pour un écart de 25°		

Récapitulation des tableaux précédents

Densité à 15°		Diminution de la densité pour une augmentation de 1° de température
Inférieure à 750	633	0,94
	705	0,83
	733	0,83
De 750 à 850	793	0,72
	800	0,73
	802	0,74
	807	0,72
	817	0,73
Supérieure à 850	889	0,72

Densité et composition centésimale de quelques types d'huile de pétrole

(RUCHE et HALPHEN : *Le Pétrole*, p. 113)

Huiles	Densité	Carbone	Hydrogène	Oxygène
Huile de Virginie	{ brute	83,5	13,3	3,2
	{ distillée.	85,3	13,9	0,8
Huile de Pensylvanie	{ brute	82,0	14,8	3,2
	{ distillée.	85,1	14,3	0,6
Huile de l'Ohio	{ brute	84,2	13,1	2,7
	{ distillée.	85,4	14,4	0,6
Huile de Java	{ brute	87,1	12,0	0,9
	{ distillée.	86,2	12,2	1,6
Huile de Pechebroun	{ brute	86,9	11,8	1,3
	{ distillée.	85,1	13,0	0,9
Huile de Gabian	{ brute	86,1	12,7	1,2
	{ distillée.	86,5	12,4	1,1
Huile de Galicie	{ brute	82,2	12,1	5,7
	{ distillée.	80,5	13,6	5,9
Huile de Birmanie (Bangoon)	{ brute	83,8	12,7	3,5
	{ distillée	80,9	13,9	5,2

Fractionnement d'huiles lampantes, d'après BOVERTON REDWOOD (1)

Origine	Densités	Fractionnement en centimètres cubes 0/0										Total jusqu'à 300
		1 jusqu'à 1300	130-150	150-170	170-190	190-210	210-230	230-250	250-270	270-290	290-310	
Caucase	8 200	"	6,0	16,0	16,0	16,25	14,75	13,0	8,5	4,5	3,0	98,00
	8 200	2,25	8,75	15,0	11,5	13,0	15,75	11,0	9,0	5,0	5,0	98,25
	8 205	2,0	6,75	13,0	11,0	18,25	15,0	14,0	7,0	4,75	2,5	96,25
	8 200	2,0	4,25	14,0	10,0	13,75	23,25	10,0	6,0	3,0	1,0	96,00
	8 090	6,5	7,5	7,0	8,0	6,0	9,0	7,75	9,25	11,0	5,0	77,00
Amérique	8 000	6,9	8,9	9,0	11,0	8,25	9,0	7,8	8,0	7,0	2,0	77,85
	8 050	8,5	6,5	11,0	12,5	10,5	9,5	6,5	6,5	8,0	7,0	86,50
	8 050	7,75	7,5	8,0	7,0	5,75	6,25	11,5	9,75	9,75	4,75	78,00
	8 000	9,25	11,25	8,0	9,25	5,0	7,0	5,25	7,25	6,25	5,0	74,25
	8 030	4,0	8,5	12,5	11,5	8,75	9,5	9,25	10,5	4,75	4,0	83,25
	8 000	10,25	9,5	8,0	8,0	6,0	6,5	4,5	10,25	9,0	6,5	78,50
	8 050	8,0	8,75	9,0	7,75	6,0	6,25	8,75	5,75	10,75	7,75	78,75
	8 000	7,25	9,75	9,0	7,75	8,75	5,75	5,25	9,75	8,75	10,0	82,00
8 000	8,0	14,5	12,5	7,75	5,75	6,5	5,75	9,75	6,25	4,25	81,00	

(1) RICHE et HALPHEN. — *Le Pétrole*, p. 172.

On remarquera que, dans les deux tableaux ci-dessus, ESCOFFER et B. REDWOOD donnent seulement les volumes et les températures, et ne donnent pas la densité de chaque fraction, troisième facteur qui peut être obtenu par la méthode que nous avons indiquée plus haut.

Pétroles bruts de Roumanie. Distillation dans l'appareil Engler, en volumes pour 100^{cc}

C. Alimanestiano et Edoleano (Congrès International du Pétrole, Paris, 1900)

	Essences de 0° à 150°		Huiles lampantes 150°-300°		Résidu au-dessus de 300° par différence
	Volume	Densité	Volume	Densité	
	Colibashi.	27 ^{cc} , 8	7,382	36 ^{cc} , 0	
Goura — Ocnitsei	26, 0	7,470	31, 4	8,500	42, 6
Ocnitza — Resca	36, 8	7,255	28, 8	8,440	34, 4
Glodeni	20, 0	7,490	36, 4	8,127	43, 6
Monteor — Sarata I.	12, 8	7,664	37, 6	8,440	49, 6
» II.	11, 6	7,575	37, 2	8,365	51, 2
Sarata — Tobani	0, 0	»	44, 0	8,552	56, 0
Tega	12, 0	7,599	38, 3	8,407	49, 7
Berca	25, 0	7,608	46, 5	8,168	28, 5
Slobozia — Vrahitorea.	54, 0	7,243	27, 0	8,296	19, 0
Campina	18, 0	7,379	41, 5	8,257	40, 5
»	3, 5	»	42, 5	8,210	54, 0
Beaushtonari	23, 5	7,558	36, 5	8,463	40, 0

Fractionnement de pétroles bruts roumains. Densités des fractions

C. Alimanestiano et Edelcano (loc. cit.).

Températures	Collabasi	Gura-Centei	Onita Sebeia Resca	Glodeni	Sarata I	Sarata II	Bereu	Slobozia	Campina	Busteni	Iecea	Poiana Verbilan	Poiana Campina	Tintea	Predeal	Paureti	Apostolake	Campeni Payol	M ^{oo} Cashin	M ^{oo} Cashin	M ^{oo} Cashin	M ^{oo} Cashin	Louceshti Cil.	Louceshti Cir.	Louceshti Rat.	Louceshti Nel.	
-60	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	0,79	*	655	*	*	*	*	*	*	*	
25	661	662	664	669	669	669	673	673	679	679	679	691	691	694	699	699	699	699	699	699	699	699	699	699	699	699	699
50	661	662	664	669	669	669	673	673	679	679	679	691	691	694	699	699	699	699	699	699	699	699	699	699	699	699	699
75	669	669	672	676	676	676	680	680	686	686	686	698	698	698	698	698	698	698	698	698	698	698	698	698	698	698	698
100	677	677	681	685	685	685	689	689	695	695	695	707	707	707	707	707	707	707	707	707	707	707	707	707	707	707	707
125	683	683	687	691	691	691	695	695	701	701	701	713	713	713	713	713	713	713	713	713	713	713	713	713	713	713	713
150	688	688	692	696	696	696	700	700	706	706	706	718	718	718	718	718	718	718	718	718	718	718	718	718	718	718	718
175	693	693	697	701	701	701	705	705	711	711	711	723	723	723	723	723	723	723	723	723	723	723	723	723	723	723	723
200	698	698	702	706	706	706	710	710	716	716	716	728	728	728	728	728	728	728	728	728	728	728	728	728	728	728	728
225	703	703	707	711	711	711	715	715	721	721	721	733	733	733	733	733	733	733	733	733	733	733	733	733	733	733	733
250	708	708	712	716	716	716	720	720	726	726	726	738	738	738	738	738	738	738	738	738	738	738	738	738	738	738	738
275	713	713	717	721	721	721	725	725	731	731	731	743	743	743	743	743	743	743	743	743	743	743	743	743	743	743	743
300	718	718	722	726	726	726	730	730	736	736	736	748	748	748	748	748	748	748	748	748	748	748	748	748	748	748	748
325	723	723	727	731	731	731	735	735	741	741	741	753	753	753	753	753	753	753	753	753	753	753	753	753	753	753	753
350	728	728	732	736	736	736	740	740	746	746	746	758	758	758	758	758	758	758	758	758	758	758	758	758	758	758	758
375	733	733	737	741	741	741	745	745	751	751	751	763	763	763	763	763	763	763	763	763	763	763	763	763	763	763	763
400	738	738	742	746	746	746	750	750	756	756	756	768	768	768	768	768	768	768	768	768	768	768	768	768	768	768	768
425	743	743	747	751	751	751	755	755	761	761	761	773	773	773	773	773	773	773	773	773	773	773	773	773	773	773	773
450	748	748	752	756	756	756	760	760	766	766	766	778	778	778	778	778	778	778	778	778	778	778	778	778	778	778	778
475	753	753	757	761	761	761	765	765	771	771	771	783	783	783	783	783	783	783	783	783	783	783	783	783	783	783	783
500	758	758	762	766	766	766	770	770	776	776	776	788	788	788	788	788	788	788	788	788	788	788	788	788	788	788	788
525	763	763	767	771	771	771	775	775	781	781	781	793	793	793	793	793	793	793	793	793	793	793	793	793	793	793	793
550	768	768	772	776	776	776	780	780	786	786	786	798	798	798	798	798	798	798	798	798	798	798	798	798	798	798	798
575	773	773	777	781	781	781	785	785	791	791	791	803	803	803	803	803	803	803	803	803	803	803	803	803	803	803	803
600	778	778	782	786	786	786	790	790	796	796	796	808	808	808	808	808	808	808	808	808	808	808	808	808	808	808	808
625	783	783	787	791	791	791	795	795	801	801	801	813	813	813	813	813	813	813	813	813	813	813	813	813	813	813	813
650	788	788	792	796	796	796	800	800	806	806	806	818	818	818	818	818	818	818	818	818	818	818	818	818	818	818	818
675	793	793	797	801	801	801	805	805	811	811	811	823	823	823	823	823	823	823	823	823	823	823	823	823	823	823	823
700	798	798	802	806	806	806	810	810	816	816	816	828	828	828	828	828	828	828	828	828	828	828	828	828	828	828	828
725	803	803	807	811	811	811	815	815	821	821	821	833	833	833	833	833	833	833	833	833	833	833	833	833	833	833	833
750	808	808	812	816	816	816	820	820	826	826	826	838	838	838	838	838	838	838	838	838	838	838	838	838	838	838	838
775	813	813	817	821	821	821	825	825	831	831	831	843	843	843	843	843	843	843	843	843	843	843	843	843	843	843	843
800	818	818	822	826	826	826	830	830	836	836	836	848	848	848	848	848	848	848	848	848	848	848	848	848	848	848	848
825	823	823	827	831	831	831	835	835	841	841	841	853	853	853	853	853	853	853	853	853	853	853	853	853	853	853	853
850	828	828	832	836	836	836	840	840	846	846	846	858	858	858	858	858	858	858	858	858	858	858	858	858	858	858	858
875	833	833	837	841	841	841	845	845	851	851	851	863	863	863	863	863	863	863	863	863	863	863	863	863	863	863	863
900	838	838	842	846	846	846	850	850	856	856	856	868	868	868	868	868	868	868	868	868	868	868	868	868	868	868	868
925	843	843	847	851	851	851	855	855	861	861	861	873	873	873	873	873	873	873	873	873	873	873	873	873	873	873	873
950	848	848	852	856	856	856	860	860	866	866	866	878	878	878	878	878	878	878	878	878	878	878	878	878	878	878	878
975	853	853	857	861	861	861	865	865	871	871	871	883	883	883	883	883	883	883	883	883	883	883	883	883	883	883	883
1000	858	858	862	866	866	866	870	870	876	876	876	888	888	888	888	888	888	888	888	888	888	888	888	888	888	888	888

Pétroles algériens (Oran) (1)

Origine	Densité	Etat	Couleur	Point d'ébullition	Essences	Huiles lampantes	Résidus
Aïn-Zeft	971	pâteux	noir	162°	3,5	13,5	83,0
Sidi Brahim	1016	»	noir brun	158	5,5	11,0	83,5
Bel Hacel.	989	»	»	»	»	»	»
Medgilla (surface).	835	liquide	brun vert	114	6,0	50,5	43,5
» 42 ^m	795	fluide	»	94	7,0	53,0	40,0
» 56 ^m	794	»	verdâtre	81	9,5	56,5	34,0
Messilla (surface)	842	liquide	»	110	5,5	48,0	46,5
» 98 ^m	830	»	noir	93	5,5	54,0	40,5

(1) H. NEURONER. — *Congrès international du Pétrole*, Paris, 1900.

Pétroles bruts du Japon, par MM. SHIN-ICHI TAKANO et KONDO
(Congrès international du pétrole, Paris, 1900)

Provinces	Densité à 20°	Essences à 150°	Huiles de 150° à 300°	Résidus
Sagaro Province Totoni .	808	42 ^{cc} ,0	44 ^{cc} ,6	13 ^{cc} ,4
Iwada » Echigo .	801	55, 0	35, 0	10, 0
Vatezawa » Echigo .	»	5, 8	55, 9	33, 3
Myohoji » Echigo .	904	33, 5	49, 0	17, 5
Ushirdani » Echigo .	»	5, 0	45, 0	50, 0
Matsunoyama » Echigo .	820	33, 5	47, 5	14, 0
Gendoji » Echigo .	»	29, 0	50, 0	21, 0
Gendoji » Iiyama.	837	14, 5	47, 9	37, 6
Akita » Ugo .	856	0, 0	37, 5	62, 5
Ennai » Ugo .	»	6, 0	39, 0	55, 0
Minauchi » Shinani.	927	0, 0	20, 0	89, 0

Densités moyennes des fractionnements de diverses huiles minérales. — Dans les deux tableaux suivants nous avons réuni les densités moyennes des fractionnements de diverses huiles minérales obtenues au moyen de la méthode exposée précédemment. Ces moyennes ont été calculées sur un très grand nombre d'analyses que nous avons effectuées principalement sur des produits d'importation présentés à la Douane française ; dans le calcul de ces moyennes, nous avons pris soin d'écartier quelques échantillons donnant des valeurs anormales, afin de ne comparer entre eux que des chiffres variant respectivement dans de faibles limites, ce qui est le cas le plus général. Pour quelques huiles (distillats russes, essences américaines, benzols) nous avons indiqué les deux types que l'on rencontre le plus communément.

Ces tableaux n'ont pas la prétention de fixer une composition exacte à laquelle doit répondre tout produit à analyser, mais ils sont donnés comme des points de repère sur lesquels pourra s'appuyer l'expert dans l'examen d'une des huiles mentionnées ci-après, en l'absence de tout autre document de comparaison.

Distillation à l'appareil Engler. Densités moyennes

Températures par 10°	Pétroles bruts américains	Distillats russes	Distillats roumains	Essences		Huiles de Soliste	Benzols		Raffinés américains
				américaines	roumaines				
50-60	»	»	»	660	»	»	»	»	»
60-70	»	»	»		665	»	»	»	»
70-80	»	»	»	675	675	»	»	879	»
80-90	»	»	»	692	697	»	»	877	»
90-100	701	»	»	712	718	»	»	»	»
100-110		»	»	725	734	»	»	»	»
110-120		»	»	732	741	»	»	»	»
120-130	726	»	»	»	752	»	863	»	»
130-140		»	»			750	861	»	»
140-150	726	765	778	»	»	755	860	»	759
150-160	»	766	782	»	»	760	»	»	
160-170	753	771	786	»	»	768	»	»	772
170-180		778	793	»	»	777	»	»	
180-190		787	800	»	»	»	»	»	
190-200	776	792	809	»	»	»	»	»	782
200-210		800	818	»	»	»	»	»	
210-220		802	826	»	»	»	»	»	794
220-230	815	835	»	»	»	»	»		
230-240	818	815	845	»	»	»	»	»	807
240-250		849	»	»	»	»	»	»	
250-260		859	»	»	»	»	»	»	817
260-270	»	»	»	»	»	»	»	»	
270-280	»	»	»	»	»	»	»	»	828
280-290	»	»	»	»	»	»	»	»	
290-300	»	»	»	»	»	»	»	»	

Fractionnement par 1/10. Densités moyennes

Numéros des fractions	Pétroles bruts américains	Distillats russes	Distillats roumains	Essences américaines	Essences roumaines	Huiles de Schiste	Benzols	Raffinés américains
1	696	765	777	645	671	750	863	763
2	728	770	784	656	684	752	863	774
3	755	775	792	668	695	755	862	780
4	775	780	799	678	706	757	862	785
5	795	785	809	688	716	758	862	792
6	810	792	819	699	725	760	861	800
7	825	801	832	710	734	762	861	805
8	826	815	840	718	740	765	860	815
9	823	838	860	728	747	770	860	825

**Points d'ébullition et densités des principaux carbures
liquides**

Carbures	Point d'ébullition	Densité à 15°
Butane primaire	1°	610
Pentane tertiaire	9, 5	
Pentane secondaire	31	628
Pentane primaire	36	633
Ethyl-triméthyl-méthane	45	
Diisopropyle	58	694
Propyl-diméthyl-méthane	62	711
Hexane primaire	71	669
Benzène	80, 5	899
Hexa-hydrobenzène	81	800
Tetra-Hydrobenzène	84	819
Dihydro-benzène	85	»
Diméthyl-diéthyl-méthane	86, 5	721
Heptane normal	98	712
Hexahydro toluène	101	764
Tétrahydro-toluène	104	807
Dihydro toluène	106	»
Toluène	111	882
Octane	117	726
Tétrahydro-xylène	119	824
Héxahydro-xylène	120	773
Hexahydro-pseudo-cumène	133	793
Dihydro-méta-xylène	133	825
Tétrahydro pseudo-cumène	134	821
Dihydro-para-xylène	134	825
Ethyl-benzène	135	»
Mésitylène	136	»
Dihydro-ortho-xylène	136	825

**Points d'ébullition et densités des principaux carbures
liquides**

Carbures	Point d'ébullition	Densité à 15°
Paraxylène	136	860
Nonane	137	741
Hexahydro-iso-mésitylène	137	794
Méta-xylène	140	877
Tétrahydro-pseudo-cumène	140	798
Orthoxylène	142	»
Hexa-hydro cumène	150	785
Cumène	152	»
Propyl-benzène	157	»
Décane	160	757
Mésitylène	163	»
Hexahydro cymène	170	806
Méthyl-propyl benzène	175	»
Méthyl-isopropyl-benzène	176	»
Diméthyl-benzène	179	»
Dihydro-para diéthyl-benzène	180	»
Undécane	181	766
Laurène	188	»
Amyl-benzène	193	»
Durène	196	»
Dodécane	200	778
Penta-méthyl-benzène	215	»
Cocylane	220	796
Myristane	240	809
Hexa-méthyl-benzène	258	»
Benylane	260	825
Palmitane	280	»

LOIS ET RÉGLEMENTS

actuellement en vigueur
relatifs à l'industrie, la vente et la mise en œuvre
des pétroles, benzols, etc.

Décret du 15 octobre 1810 concernant les manufactures et ateliers insalubres, incommodes ou dangereux (EXTRAIT).

NAPOLÉON, etc.

Nous avons décrété et décrétons ce qui suit :

ARTICLE PREMIER. — A compter de la publication du présent décret, les manufactures et ateliers qui répandent une odeur insalubre ou incommode ne pourront être formés sans une permission de l'autorité administrative ⁽¹⁾ ; *ces établissements seront divisés en trois classes.*

La *première classe* comprendra ceux qui doivent être éloignés des habitations particulières ;

La *seconde classe*, les manufactures et ateliers dont l'éloi-

(1) Actuellement cette permission est accordée par les Préfets au moyen d'arrêtés pris après enquêtes et avis des Commissions sanitaires d'arrondissement et des Conseils d'hygiène départementaux. Les demandes doivent être adressées aux Préfets, sur papier timbré.

nement des habitations n'est pas rigoureusement nécessaire, mais dont il importe néanmoins de ne permettre la formation qu'après avoir acquis la certitude que les opérations qu'on y pratique sont exécutées de manière à ne pas incommoder les propriétaires du voisinage, ni à leur causer des dommages.

Dans la *troisième classe* seront placés les établissements qui peuvent rester sans inconvénient auprès des habitations, mais doivent rester soumis à la surveillance de la police.

ART 10. — La division en trois classes des établissements qui répandent une odeur insalubre ou incommode aura lieu conformément au tableau annexé au présent décret. Elle servira de règle toutes les fois qu'il sera question de prononcer sur des demandes en formation de ces établissements.

Les autres articles de ce décret visent des formalités administratives que nous n'avons pas jugé utiles de reproduire ici.

Décret du 19 mai 1873 concernant le pétrole et ses dérivés, les huiles de schiste et de goudron, les essences et autres hydrocarbures liquides.

Décret modifié par ceux du 12 juillet 1884, du 20 mars 1885 et du 19 septembre 1903.

ARTICLE PREMIER (1). — Le pétrole et ses dérivés, les huiles de schiste et de goudron, les essences et autres hydrocarbures liquides pour l'éclairage, le chauffage, la fabrication des couleurs et vernis, le dégraissage des étoffes ou tout

(1) Avec les modifications apportées à cet article par le décret du 19 septembre 1903.

autre usage, qui émettent à des températures inférieures à 35° du thermomètre centigrade, des vapeurs susceptibles de prendre feu au contact d'une allumette enflammée, sont soumis aux dispositions du présent décret.

Ces hydrocarbures sont distingués en deux catégories, suivant leur degré d'inflammabilité.

La *première catégorie* comprend les substances très-inflammables, c'est-à-dire celles qui émettent, à une température inférieure à 35 degrés du thermomètre centigrade, des vapeurs susceptibles de prendre feu au contact d'une allumette enflammée.

La *seconde catégorie* comprend les substances moins inflammables, c'est-à-dire celles qui n'émettent de vapeurs susceptibles de prendre feu au contact d'une allumette enflammée qu'à une température égale ou supérieure à 35 degrés. Un arrêté du Ministre de l'Agriculture et du Commerce déterminera, sur l'avis du Comité consultatif des arts et manufactures, le mode d'expérience par lequel sera constaté le degré d'inflammabilité des liquides à classer dans chaque catégorie (1).

ART. 2. — Les usines pour le traitement de ces substances, les entrepôts et magasins de vente en gros et les dépôts pour la vente au détail ne peuvent être établis et exploités que sous les conditions prescrites par le présent décret.

SECTION I. — Des usines

ART. 3. — Les usines pour la fabrication, la distillation et le travail en grand des substances désignées à l'article 1^{er} demeurent rangées dans la *première classe* des établissements dangereux, insalubres ou incommodes régis par le décret du 15 octobre 1810 et par l'ordonnance du 14 janvier 1815 (2).

(1) Voir ci-après l'arrêté ministériel du 5 septembre 1873 concernant l'appareil Granier.

(2) Cette ordonnance ne visant que des conditions essentiel-

SECTION II. — Des entrepôts et magasins de vente en gros

ART. 4. — Les entrepôts ou magasins de substances désignées à l'article premier, dans lesquels ces substances ne doivent subir aucune autre manipulation qu'un simple lavage à l'eau froide et des transvasements, sont rangés dans la 1^{re}, la 2^e ou la 3^e classe des établissements dangereux, insalubres ou incommodes suivant les quantités de liquides qu'ils sont destinés à contenir, savoir :

Dans la 1^{re} classe, s'ils doivent contenir plus de 3 000 litres de liquides de la *première catégorie* ;

Dans la 2^e classe, s'ils doivent en contenir de 1 500 à 3 000 litres ;

Dans la 3^e classe, s'ils doivent en contenir plus de 300, mais pas plus de 1 500 litres.

Lorsque les entrepôts ou magasins doivent contenir des substances de la *deuxième catégorie*, 5 litres de celles-ci sont comptés pour un litre de la première.

Lorsque les entrepôts ou magasins contiennent, en outre, des approvisionnements de matières combustibles et notamment, de liquides inflammables tels que l'alcool, l'éther, le sulfure de carbone, etc., non régis par le présent décret, ces substances sont comptées dans l'approvisionnement total des substances dangereuses et assimilées à celles de la première ou de la seconde catégorie, suivant qu'elles émettent ou non, à la température de 35 degrés centigrades, des vapeurs susceptibles de prendre feu au contact d'une allumette enflammée.

ART. 5. — Les entrepôts ou magasins de la 1^{re} et de la 2^e classe, qui renferment des substances de la première ca-

lement administratives, nous n'avons pas jugé nécessaire de la transcrire. Voir à ce sujet le traité de MM. COREIL et NICOLAS, cité plus haut.

tégorie soit exclusivement, soit jointes à des substances de la seconde catégorie, sont assujettis aux règles suivantes :

1° Le magasin sera établi dans une enceinte close par des murs en maçonnerie de 2^m,50 de hauteur au moins, ayant sur la voie publique une seule entrée, qui doit être garnie d'une porte pleine, solidement ferrée et fermant à clef.

Cette porte d'entrée sera fermée depuis la chute du jour jusqu'au matin. La clef en sera déposée, durant cet intervalle, entre les mains de l'exploitant du magasin ou d'un gardien délégué par lui. Durant le jour, l'entrée et la sortie des ouvriers et charretiers seront surveillées par un préposé ;

2° L'enceinte ne devra renfermer d'autre logement habité pendant la nuit que celui qui pourra être établi pour un portier-gardien et sa famille. Cette habitation elle-même aura son entrée particulière et sera séparée du reste de l'enceinte par un mur de 1^m,20 de hauteur au moins, sans aucune ouverture ;

3° La plus petite distance de l'enceinte aux maisons d'habitation ou bâtiments quelconques appartenant à des tiers ne pourra être de moins de 50 mètres pour les magasins de la 1^{re} classe et de 4 mètres pour ceux de la 2^e classe ;

4° Les appareils fixes ou les réservoirs contenant des liquides auront leurs parois à une distance de 0^m,50 au moins de la face intérieure du mur d'enceinte, et seront disposés de manière à pouvoir être toujours facilement inspectés et surveillés ;

5° Le sol du magasin sera dallé, carrelé ou bétonné avec pentes et rigoles disposées de manière à amener les liquides qui seraient répandus accidentellement, dans une ou plusieurs citernes étanches ayant ensemble une capacité suffisante pour contenir la totalité des liquides emmagasinés et maintenues toujours en état de service.

Si le sol du magasin est en contre-bas du sol environnant, ou s'il est protégé par un terrassement ou massif continu sans aucune ouverture, la cuvette ainsi formée tiendra lieu

jusqu'à concurrence de sa capacité, des citernes prescrites au paragraphe précédent.

6° Le magasin pourra être découvert en plein air; s'il est enfermé dans un bâtiment ou hangar, ce bâtiment ou hangar sera construit en matériaux incombustibles, non surmonté d'étages, bien éclairé par la lumière du jour et largement ventilé, avec des ouvertures ménagées dans la toiture;

7° Les liquides emmagasinés seront contenus soit dans des récipients en métal munis de couvercles mobiles, soit dans des fûts en bois cerclés de fer.

Le transvasement des liquides de la première catégorie d'un récipient dans un autre, situé à un niveau plus élevé, se fera toujours au moyen d'une pompe fixe et étanche.

Les fûts vides, ainsi que les débris d'emballage, seront placés hors du magasin;

8° Toutes les réceptions, manipulations et expéditions de liquides seront faites à la clarté du jour. Durant la nuit, l'entrée dans le magasin est absolument interdite. Il est également interdit d'y allumer ou d'y apporter du feu, des lumières ou des allumettes.

Cette interdiction sera écrite en caractères très apparents sur le parement extérieur du mur, du côté de la porte d'entrée;

9° Une quantité de sable ou de terre, proportionnée à l'importance des approvisionnements, sera conservée à proximité du magasin pour servir à éteindre un commencement d'incendie, s'il venait à se déclarer.

Les préfets peuvent imposer, en outre, les conditions qui seraient exigées, dans des cas spéciaux, par l'intérêt de la sécurité publique. Dans ce cas, les arrêtés d'autorisation doivent être soumis à l'approbation du Ministre de l'Agriculture et du Commerce qui statue sur l'avis du Comité consultatif des Arts et Manufactures.

ART. 6. — Les Préfets peuvent autoriser des entrepôts ou magasins établis ou exploités dans des conditions diffé-

rentes de celles déterminées par l'article 5, lorsque ces conditions présentent des garanties au moins équivalentes pour la sécurité publique. Dans ce cas, les arrêtés d'autorisation, avant d'être délivrés aux demandeurs, doivent être soumis à l'approbation du Ministre de l'Agriculture et du Commerce qui statue sur l'avis du Comité consultatif des Arts et Manufactures.

ART 7. — Les conditions d'établissement des entrepôts ou magasins rangés dans la 3^e classe seront réglées par les arrêtés d'autorisation.

Il en est de même des entrepôts ou magasins dans lesquels les liquides inflammables ne subissent ni transvasement ni manipulations d'aucune sorte ou qui ne contiennent que des substances de la deuxième catégorie.

Les exploitants de ces entrepôts ou magasins devront en outre se conformer aux prescriptions indiquées dans les numéros 7, 8 et 9 de l'art. 5 du présent décret.

ART. 8. — Les entrepôts ou magasins dont l'approvisionnement total ne dépasse pas 300 litres de liquides de la première catégorie ou une quantité équivalente de liquides de l'une et de l'autre catégorie peuvent être établis sans autorisation préalable.

Toutefois, le propriétaire est tenu d'adresser au maire de la commune où est situé son établissement et au sous-préfet de l'arrondissement une déclaration contenant la désignation précise du local affecté au magasin. Ce magasin sera isolé de toute maison d'habitation ou de tout bâtiment contenant des matières combustibles, parfaitement ventilé et constamment fermé à clef. Le sol sera creusé en forme de cuvette et entouré d'un bourrelet en terre ou en maçonnerie pouvant retenir les liquides en cas de fuite.

Après cette déclaration, l'entrepositaire peut exploiter son magasin à la charge d'observer les prescriptions indiquées dans les numéros 7, 8 et 9 de l'art. 5 du présent décret.

SECTION III. — De la vente au détail⁽¹⁾

ART. 9. — Tout débitant des substances désignées à l'art. premier du décret du 19 mai 1873 est tenu d'adresser au maire de la commune et au sous-préfet de l'arrondissement une déclaration contenant :

1° La désignation précise du local constituant le débit et de l'emplacement qui sera affecté dans sa boutique aux récipients des liquides inflammables ;

2° Les procédés de conservation et de livraison des dits liquides ;

3° La nature précise des divers liquides conservés dans le débit ;

4° Les quantités de chacun de ces liquides auxquelles il entend limiter son approvisionnement.

Dans le cas où le débit passerait en d'autres mains, la déclaration doit être renouvelée par le nouveau débitant.

Après cette déclaration, le débitant peut exploiter son commerce, à la charge par lui de se conformer aux prescriptions contenues dans les articles suivants.

ART. 10. — Les liquides de la première catégorie sont transportés et conservés chez le détaillant, *sans aucun transvasement lors de la réception*, dans des récipients portatifs, étanches, en forte tôle de fer étamée, ayant leurs fonds solidement assemblés avec le corps cylindrique au moyen de cornières extérieures, munis de deux ouvertures au plus fermées par des robinets ou des bouchons hermétiques.

Ces récipients ont une capacité de 60 litres au plus. Ils

(1) Les art. 9, 10, 11, 12 et 13 du Décret ont été modifiés par celui du 20 mars 1885. La rédaction de ces articles ainsi modifiés est celle contenue dans l'ouvrage précité de MM. COREIL et NICOLAS.

portent solidement fixée, en caractères très lisibles, l'inscription sur fond rouge : *Essence inflammable*.

Ils ne peuvent en aucun cas être déposés dans une cave ; ils doivent être installés dans un point bien éclairé par la lumière du jour.

Ils sont solidement établis sur des supports en fonte ou en fer, dans des conditions telles que leur fond puisse être inspecté et dans un emplacement spécial séparé de celui des autres marchandises.

Il est établi, au-dessous des robinets ou appareils de débit, des cuvettes en tôle étamée destinées à recevoir les liquides qui viendraient à s'échapper pendant la livraison. Une cuvette ne reçoit qu'une catégorie de liquide. Ce liquide ne doit pas y séjourner, mais il est, au fur et à mesure, recueilli automatiquement dans un bidon étanche.

Les parois et la base des emplacements où se trouvent placés les récipients doivent, au voisinage immédiat de ces récipients, être protégées contre les infiltrations de liquides par une couverture en métal, tel que fer étamé, étain ou plomb, ou par tout autre revêtement imperméable.

En vue d'éteindre un commencement d'incendie, chaque détaillant est tenu de conserver hors de la portée des égouttures, et cependant à proximité des récipients, en un lieu d'un abord facile, autant de kilogrammes de sable, en sacs de 10 kilogrammes chacun, que les récipients affectés aux liquides de la première catégorie pourront recevoir de litres, sans que le poids total du sable ainsi conservé puisse être inférieur à 100 kilogrammes.

Les liquides de la première catégorie ne peuvent être livrés aux consommateurs que dans des vases étanches. Le remplissage de ces vases doit se faire soit directement sous le récipient, sans interposition d'entonnoir ou d'ajutage mobile soit par l'intermédiaire de vases distributeurs fixes adaptés au récipient.

Ces vases distributeurs, ainsi que les tuyaux, ajutages et robinets qui les joignent aux récipients, sont étanches et

construits en métal étamé ou en étain. Ils pourront être en verre, à la condition qu'ils seront étanches et protégés contre les chocs par des armatures métalliques.

Un même vase distributeur ne peut être affecté au débit de liquides différents.

Les liquides de la première catégorie ne peuvent être transvasés qu'à la lumière du jour.

La livraison au consommateur est interdite à la lumière artificielle, à moins que le détaillant ne conserve et ne débite les liquides dans des bidons ou burettes en métal, de manière à éviter tout transvasement au moment de la vente. Ces bidons, d'une capacité de cinq litres au plus, seront rangés dans des boîtes ou casiers à rebords, garnis intérieurement de feuilles de tôle étamée formant cuvette étanche.

ART. 11. — Les liquides de la seconde catégorie sont conservés chez le détaillant dans des récipients étanches en tôle étamée, soigneusement clos et solidement établis. Ces récipients ont une capacité de 350 litres au plus. Ils portent l'inscription sur fond blanc : *Huile Minérale*.

ART. 12. — L'approvisionnement du débit ne doit jamais excéder 300 litres de liquides de la première catégorie ou une quantité équivalente de liquides de l'une et l'autre catégorie. Cinq litres de substances de la seconde catégorie sont considérés comme équivalents à un litre de substances de la première catégorie.

ART. 13. — Les liquides inflammables non régis par le présent décret, qui peuvent se trouver dans le local du débit, sont comptés dans l'approvisionnement total des substances dangereuses et assimilées à celles de la première catégorie s'ils émettent à la température de 35 degrés centigrades des vapeurs susceptibles de prendre feu au contact d'une allumette enflammée. L'essence de térébenthine est comptée comme substance de la première catégorie.

ART. 14⁽¹⁾. — Les dispositions précédentes relatives aux dépôts pour la vente au détail ne peuvent être suppléées par des dispositions équivalentes qu'en vue d'une autorisation spéciale délivrée par le Préfet sur l'avis du Conseil d'hygiène et de salubrité du département et fixant les conditions imposées au débitant dans l'intérêt de la sécurité publique.

En ce qui touche spécialement les récipients fixes dans lesquels certains détaillants logeraient les liquides de la première catégorie, l'usage n'en peut être autorisé par les Préfets qu'aux conditions suivantes :

1° Le détaillant justifiera qu'il a la disposition d'une cour ou de tout autre espace en plein air assez vaste pour que les opérations du dépotage puissent y être exécutées sans danger.

2° Les récipients fixes, dont la capacité totale ne devra pas excéder 300 litres, seront faits de tôle forte, étamés à l'intérieur et absolument étanches.

Ils ne pourront être établis que dans un local distinct de la boutique du détaillant, parfaitement aéré, convenablement éclairé par la lumière du jour. Ils devront être placés sur un châssis métallique à la hauteur de un mètre au moins au-dessus du sol et à 0^m,50 au moins des murs du local, de telle sorte que la surveillance de chaque récipient demeure facile. Au-dessous sera disposée une caisse métallique destinée à recevoir les égouttures.

4° Chaque récipient portera en caractères très lisibles sur fond rouge les mots : *Essence inflammable*, ainsi que l'indication de sa capacité. Il sera muni, à la partie supérieure, d'un tuyau de sûreté s'ouvrant au dehors.

5° Il est rigoureusement interdit de fumer, d'allumer ou d'apporter du feu, des lumières ou des allumettes dans le local où se trouvent les récipients fixes.

(1) Avec les modifications contenues dans le décret du 12 juillet 1884.

6° Il est interdit également de procéder dans ce local au dépotage des fûts ou bidons et au remplissage des récipients. Ces opérations devront avoir lieu du dehors au moyen d'une pompe fixe et étanche établie en plein air, reliée aux récipients par une canalisation métallique continue et directement soudée à leurs parois. Une canalisation semblable conduira à l'appareil ou robinet de débit sous lequel doit avoir lieu directement l'emplissage des bidons ou burettes des consommateurs.

Les extrémités de l'une et de l'autre canalisation seront établies à distance convenable de tout appareil d'éclairage et de tout foyer.

7° Les opérations de dépotage et de remplissage du récipient ainsi que le transvasement des essences pour le débit ne pourront avoir lieu qu'à la clarté du jour.

8° Les livraisons au consommateur ne pourront avoir lieu à la lumière artificielle que dans les conditions indiquées au dernier paragraphe de l'article 10.

9° L'administration dans le cas où elle croira devoir autoriser l'usage des récipients fixes, se réserve le droit de prescrire en outre toutes les autres conditions qui seraient reconnues nécessaires pour sauvegarder la sécurité publique. Il sera rendu compte au Ministre du Commerce des autorisations données en vertu du présent article.

SECTION IV. -- *Dispositions générales*

ART. 15. — Les entrepôts ou magasins de vente en gros et les dépôts pour la vente au détail qui ont été précédemment autorisés ou déclarés, conformément aux règlements en vigueur, peuvent être maintenus dans les conditions qui ont été fixées par les règlements ou par les arrêtés spéciaux d'autorisation. L'exploitant ne peut y apporter aucune modification qu'à la charge de se conformer aux prescriptions du présent décret et, suivant les cas, d'obtenir une nouvelle

autorisation ou de faire une déclaration nouvelle comme il a été dit aux articles ci-dessus.

ART. 16. — En cas d'inobservation des conditions d'installation fixées par le présent décret ou par les arrêtés spéciaux d'autorisation, les entrepôts ou magasins de vente en gros peuvent être fermés, et la vente au détail peut être interdite, sans préjudice des peines encourues pour contravention aux règlements de police.

ART. 17. — Le transport des substances désignées à l'article premier doit être fait exclusivement dans des vases en métal étanches et hermétiquement clos ou dans des fûts en bois également étanches et cerclés de fer.

ART. 18. — Les attributions conférées aux préfets, sous-préfets et maires par le présent décret sont exercées par le Préfet de police dans l'étendue de son ressort.

ART. 19. — Le décret du 27 janvier 1872, relatif aux huiles minérales et autres hydrocarbures est rapporté. Le décret du 31 décembre 1866, relatif au classement des établissements dangereux, insalubres ou incommodes est réformé en ce qui concerne les entrepôts ou magasins d'hydrocarbures.

Décret du 5 mars 1887
concernant les débits d'essence de térébenthine

ART. 1^{er}. — Par dérogation aux dispositions des articles 10 § 2 et 12 § 1 du décret du 19 mai 1873 concernant les huiles minérales et autres hydrocarbures, ledit décret modifié par celui du 20 mars 1885, l'approvisionnement des débits d'essence de térébenthine peut être porté à six cents litres lorsque dans ces débits le commerce des essences de pétrole ne vient pas s'adjoindre au commerce des essences de térébenthine.

La capacité des fûts dans lesquels l'essence de térébenthine est emmagasinée dans ces débits peut être élevée de 60 à 150 litres.

Tarif Douanier Français

Loi du 30 juin 1893 portant modification au régime
des huiles minérales.

(Insérée au *Journal Officiel* du 1^{er} juillet 1893).

ART. 1^{er}. — Le tableau A annexé à la loi du 11 janvier
1892 est modifié ainsi qu'il suit à partir du 12 juillet 1893 :

N ^o 197. — Huiles de pétrole, de schiste et autres huiles minérales propres à l'éclairage.	} Brutes (A)	(1)	(2)	(3)
		100 ^{kg} net	18 ^{fr}	23 ^{fr}
	} Raffinées et essences (D)			
		100 ^{kg} net	25 ^{fr}	30 ^{fr}
N ^o 198 — Huiles lourdes et résidus de pétrole, de schiste et d'autres huiles minérales.	}			
		100 ^{kg} net	12 ^{fr}	17 ^{fr}

(1) Unités servant de base à la perception.

(2) Produits d'origine européenne importés directement du
pays de production ou d'origine extraeuropéenne importés direc-
tement d'un pays hors d'Europe.

(3) Produits d'origine européenne importés d'autre part que du
pays de production ou d'origine extraeuropéenne importés des
entrepôts d'Europe.

Pour les pays auxquels le tarif minimum est applicable, ces
droits sont abaissés :

Pour les huiles brutes :

(2) à 9^{fr},00 les 100 kilogrammes net (C)

(3) à 14, 00 »

Pour les raffinées et essences :

(2) à 12^{fr},50 les 100 kilogrammes net (E)

(3) à 17, 50 »

Pour les huiles lourdes :

(2) à 9^{fr},00 les 100 kilogrammes net (B)

(3) à 14, 00 »

A. — Sera admise comme brute toute huile qui ne renferme pas plus de 90 0/0 de produits lampants et qui n'est pas susceptible, dans l'état où elle est importée, de brûler dans les lampes d'un usage courant.

Dans le calcul des 90 0/0 les fractions centésimales seront négligées.

L'huile minérale ne contenant pas 30 0/0 de produits lampants sera considérée comme huile de graissage.

Un règlement d'administration publique, rendu après avis du Comité des Arts et Manufactures, fixera les conditions dans lesquelles sera déterminé le rendement (1).

Dans le cas où les déclarants, contestant les essais faits dans les laboratoires des douanes, réclameraient l'expertise légale, celle-ci sera faite par des chimistes inscrits sur la liste générale prévue par l'article 9 de la loi du 11 janvier 1892, dans les conditions fixées par l'article 4 de la loi du 7 mai 1881.

B. — Par dérogation à l'article 24 de la loi du 16 mai 1863, les droits établis pour le pétrole brut ainsi que pour les huiles lourdes et résidus seront perçus sur le poids net

C. — Le droit au poids établi sur le pétrole brut pourra, sur la demande des importateurs, être converti en un droit à l'hectolitre au tarif minimum. Ce droit sera de 7 fr. 20 pour l'huile à 800 degrés.

D. — Sont interdites l'importation et la vente des huiles minérales raffinées, autres que les essences, dont le degré d'inflammabilité sera inférieur aux limites fixées par le décret du 19 mai 1873 et l'arrêté ministériel du 5 septembre 1873 pour les huiles de la deuxième catégorie. Un règlement d'administration publique déterminera le mode d'application de cette disposition.

E. — Le droit sur les huiles minérales raffinées et essences

(1) Ce règlement d'administration publique n'a pas encore été publié à l'heure actuelle.

propres à l'éclairage sera perçu au volume, au tarif minimum, soit 10 francs l'hectolitre. Ce droit sera, dès lors, substitué au droit de 12 fr. 50 (aux 100 kilogrammes) lequel n'est mentionné dans le tableau ci-dessus que comme base de la conversion.

Décret portant promulgation de la convention de commerce et de navigation signée le 6 mars 1907, entre la France et la Roumanie.
(Inséré au *Journal Officiel* du 4^{er} août 1907.)

DÉCLARATION

III. *Note administrative concernant l'importation en France des distillats roumains*

Sont admis au régime des huiles minérales brutes, n° 197 du tarif des douanes de France, les distillats répondant à la formule ci-après :

Liquide brun noirâtre ne contenant pas de produits distillant avant 125° centigrades et ne brûlant pas dans les lampes d'un usage courant ;

Densité du distillat à la température de 15° centigrades : supérieure à 0,820 ;

Mazout ou résidu : 10 0/0 au moins et 70 0/0 au plus ;

Densité du résidu : après distillation à l'appareil Regnault jusqu'à 300° centigrades : 0,900 au moins à la température de 15° centigrades ;

Densité du liquide distillé, à la température de 15° centigrades : supérieure à 0,810.

Signé :

Gaston DOUMERGUE S PICHON

J. CAILLAUX RUAU

G. GHICA.

Le poids net réel ou effectif est le poids des marchandises dépouillées de leurs emballages.

Le poids net légal se calcule en déduisant du poids brut des colis une tare légale fixée ci-après.

Huiles brutes, raffinées et essences de pétrole et de schiste (Importées dans des fûts dits à pétrole)	20 0/0
Huiles lourdes et goudrons de pétroles (Importés dans des fûts dits à pétrole)	17 0/0
Vaseline (Importée dans des fûts dits à pétrole).	17 0/0
Autres produits taxés au net	} En caisses ou futailles. 12 0/0 En balles, ballots, sacs, paniers, colis à clai- revoie. 2 0/0

EXTRAITS DES NOTES EXPLICATIVES DU TARIF DES DOUANES FRANÇAISES

N° 192. GOUDRON MINÉRAL. — Le brai minéral sec suit le régime du goudron minéral ; il en est de même du goudron de houille liquide, mélangé d'huile lourde de houille pour le badigeonnage des murs. L'huile légère et les produits qui proviennent de la distillation du goudron de houille liquide sont spécialement tarifés (note 280). Les huiles lourdes qu'on appelle quelquefois, mais improprement, *créosote* suivent le même régime que le goudron.

On ne doit pas confondre avec le goudron minéral le goudron dit *de lignite*. Celui-ci provient des matières schisteuses associées au lignite. Il rentre dans la catégorie des *Huiles lourdes* provenant des huiles minérales propres à l'éclairage (note 198).

les pétroles, benzols, paraffines, etc.

modifiée par celle du 30 juin 1893 (pétroles) et celle du 29 mars 1910

D'ENTRÉE

Tarif maximum		Tarif minimum		Surtaxe	
Unité de perception	Droits	Unité de perception	Droits	d'Origine	d'Entrepôt
100 ^{kg} B	Exempt	100 ^{kg} B	Exempt	»	3 ^{fr} ,60
100 B	Exempt	100 B	Exempt	»	3, 60
100	Exempt	100	Exempt	»	»
100	1 ^{fr} ,50	100	1 ^{fr} ,00	»	»
100 N	12, 00	100 B	10, 00	»	»
100 N	50, 00	100 N	40, 00	»	3, 60
100 N	18, 00	100 N	9, 00	5 ^{fr} ,00	5, 00
»	»	l'hectolitre	7, 20	5, 00	5, 00
				(les 100 ^{kg})	(les 100 ^{kg})
100 N	25, 00	l'hectolitre	10, 00	5, 00	5, 00
				(les 100 ^{kg})	(les 100 ^{kg})
100 N	12, 00	100 ^{kg} N	9, 00	5, 00	5, 00
100 N	45, 00	100 N	30, 00	»	3, 60
100 N	45, 00	100 N	30, 00	»	3, 60
100 N	42, 00	100 N	28, 00	»	3, 60
100 N	Exempts	»	Exempts	»	3, 60

Enfin le *goudron végétal* est spécialement taxé au chapitre des *Huiles et sucs végétaux*.

Les graisses composées de goudron de houille et d'un corps gras saponifiable suivent le régime des *graisses animales autres*.

N° 193. BITUMES. — On ne doit considérer comme *bitumes*, pour l'application du Tarif, que des produits affectés à une autre destination que l'éclairage.

Ce sont notamment :

l'*asphalte*

le *malthe*

le *canact coal*

les *schistes bitumineux*, notamment celui d'Ecosse ou *boghead* et en général toutes les pierres et terres bitumineuses, soit telles qu'on les extrait de la mine, soit broyées, soit pulvérisées et amenées à l'état de mastic au moyen d'un mélange avec du goudron minéral.

L'*Asphalting* ou bitume factice formé d'un mélange de brai de houille, de carbonate de chaux, de terre à four et d'une petite quantité de mâchefer, est assimilé aux bitumes naturels.

On traite aussi comme bitume, le bitume de goudron de glycérine ou résidu inférieur de la fabrication des bougies et destiné à des mélanges avec l'asphalte.

Le *brai de naphte* ou *smala* résidu de la distillation des pétroles ne donnant plus d'huiles lourdes par distillation (ou une faible quantité) a été assimilé aux bitumes (circulaire n° 3561 de 1906).

N° 194. OZOKÉRITE. — L'ozokérite qui a subi un premier traitement sur les lieux d'extraction (simple coulage en pains) est considérée comme brute. Les mélanges d'ozokérite brute et de bitume suivent le régime de l'ozokérite brute.

L'*ozokérite raffinée* est celle qui a été purifiée par des lavages et une filtration à chaud ou par la distillation et des pressions répétées. Elle est jaune ou blanche.

L'ozokérite moulée en petites tablettes, avec ou sans

mélange de matières minérales (sulfates de chaux, de baryte, etc.), à l'usage des cordonniers est traitée comme *ozokérite raffinée*.

Il en est de même des mélanges de cérésine et d'autres cires (bougies, cire pour parquets, cire à gibernes, feuilles gaufrées pour la fondation des rayons de ruches à cadres mobiles, etc.), des encaustiques pour meubles ou parquets à base de cérésine, avec ou sans essence de térébenthine, et des pâtes à polir formées de cérésine (10 % ou plus) et de matières minérales additionnées ou non de matières grasses.

Les pâtes à polir composées d'oléine, de matières siliceuses et de moins de 40 % de cérésine, sont admises au régime des *produits chimiques non dénommés autres*. (Droit égal à 5 % de la valeur de la marchandise).

L'ozokérite à l'état de bougies ou de cierges est passible de la taxe intérieure établie par l'article 12 de la loi du 30 décembre 1873. Dans tout autre état, elle est exempte de toute formalité au point de vue de la consommation intérieure.

Les mastics pour meubles, formés d'un mélange de cire minérale purifiée, de tannin et d'oxyde de zinc suivent le régime de l'ozokérite raffinée.

N° 197. HUILES MINÉRALES PROPRES À L'ÉCLAIRAGE. — Il s'agit des huiles de pétrole et de schiste mais on doit ranger dans cette classe toutes les huiles minérales *similaires*, par conséquent toutes les huiles provenant de la distillation des schistes bitumineux ou autres minerais analogues. On considère comme pays de production, pour les huiles minérales lourdes, raffinées et essences, le *pays d'origine de l'huile brute dont elles proviennent* et non le pays où elles ont été obtenues industriellement, c'est-à-dire le pays où l'huile brute a été distillée ou épurée. Il en résulte que les huiles minérales raffinées, essences et huiles lourdes obtenues dans un pays d'Europe *quelconque* par la distillation d'huile brute américaine ou russe sont admissibles au tarif minimum plus la surtaxe.

Le poids net des huiles minérales doit s'établir par le pesage des fûts au brut, déduction faite de la tare légale ou réelle. Le volume doit être constaté au moyen du jaugeage par la velle ou du dépotage des fûts.

Lorsque le jaugeage ou le dépotage des fûts est impraticable, on peut déterminer le volume par le poids et la densité ainsi qu'il suit : on pèse tous les fûts au brut et on établit le poids net au moyen de la tare réelle, d'après un nombre d'épreuves proportionné au nombre des récipients présentés. Ce poids net, divisé par la densité réelle de l'huile, donne le volume imposable.

Pour la détermination de la densité, il n'y pas à ramener le produit à la température de 15° centigrades.

Le service constate la température du liquide au moment du pesage et du prélèvement des échantillons. Cette indication est transmise au laboratoire qui calcule la densité en opérant sur l'essence amenée à la température relevée lors de la vérification au débarquement.

Pour l'établissement du volume des huiles minérales par la densité et le poids, ou bien encore du poids de ces produits par le volume et la densité, on ne tient pas compte des fractions de degré constatées dans la densité des huiles. Ainsi une densité de 798,2 est prise en charge pour 798.

On assimile aux huiles raffinées et essences les produits connus sous les noms de *Roher Naphta*, *Boiled oil*, *Patent turpentine* (mélange de pétrole raffiné et d'huile de résine), *Vulcoléine* (essence de pétrole avec traces de benzine servant à la vulcanisation du caoutchouc), *White Spirit*, employée dans la fabrication des toiles cirées.

N° 198. HUILES MINÉRALES LOURDES. — On considère comme huiles lourdes, non seulement les résidus de la distillation des huiles minérales, mais encore les huiles minérales brutes dont la teneur en produits lampants est inférieure à 30 0/0. (Loi du 30 juin 1893).

Pour la définition du pays de production se rapporter aux explications données ci-dessus au n° 197.

Sont traitées comme *Huiles lourdes* :

L'huile lourde rectifiée, désignée commercialement sous le nom de neutraline ; celle dite colzine ;

Les mélanges de résine et d'huile lourde ou de goudron de pétrole ;

Les *benzines* provenant de la liquéfaction du gaz riche résultant de la décomposition pyrogénée des huiles de schiste et de pétrole, qu'elles soient épurées ou non ;

Les briquettes de pétrole (mélanges de débris de bois ou de houille avec de l'huile lourde de pétrole) ;

Les briquettes de graissage formées d'un corps gras saponifié et d'huile minérale lourde ;

Les pâtes à polir les métaux à base de tripoli, d'huile animale et d'huile minérale lourde ;

Les mélanges d'huiles lourdes et d'huiles végétales ;

Les mélanges d'huiles lourdes et d'huiles de résine ;

Les mélanges d'huiles lourdes et de matières minérales telles que le savon de chaux ;

La préparation dite *collan olja* composée d'huile minérale lourde parfumée à la nitrobenzine et qui sert à assouplir le cuir ;

La graisse d'extraction provenant du dégraissage des chiffons et renfermant de l'huile minérale ;

Les graisses à tarauder formées d'oléine et d'huile minérale lourde ; etc.

La tare légale de 17 %, édictée par le décret du 18 septembre 1888, est privative aux huiles minérales lourdes à l'état non mélangé, importées dans des fûts dits à pétrole ou dans des fûts en chêne, à l'exclusion des mélanges d'huile minérale lourde et d'huile de résine ou d'huile végétale ou de matière minérale.

N° 199. PARAFFINE ET VASELINE. — Les graisses pour cuirs, formées de suif et de moins de 45 % de paraffine impure fondant au-dessous de 48° centigrades, sont assimilées aux résidus de pétrole, au régime des huiles minérales lourdes.

Il n'y a pas à distinguer entre la paraffine brute et la paraffine raffinée.

Les bougies et cierges de paraffine pure ou mélangée d'acide stéarique ou de cire doivent acquitter les mêmes droits que la paraffine. Mais il est bien entendu que ces produits restent passibles de la taxe intérieure résultant de la loi du 30 décembre 1873.

La paraffine non ouvrée ou ouvrée autrement qu'à l'état de bougies ou de cierges proprement dits, est exempte de toute formalité au point de vue de la consommation intérieure. Tel est le cas notamment pour les chandelles-lampions revêtant la forme de petits cônes destinés à être brûlés dans des godets en verre ou en carton ou dans des culots en plâtre.

Les graisses pour courroies de transmission formées d'un mélange de résinate de plomb, d'oxyde de fer et de paraffine suivent le régime de la paraffine ; comme les produits à imperméabiliser le cuir à base de paraffine, de résine et d'huile de poisson ; les rouleaux pour graphophones et pour phonographes formés de cire, d'acide stéarique et de paraffine, qu'ils soient impressionnés ou non ; il y aura lieu de veiller à ce que l'on n'importe pas, sous le nom de *Cire de Carnauba* des mélanges de cire végétale et de paraffine.

Vaseline. — On ne doit traiter comme *vaseline*, pour l'application du tarif, que la *vaseline pure*, dite aussi *vaseline naturelle*, à l'exclusion des graisses, huiles lourdes et résidus destinés au graissage, lesquels sont admissibles au régime des *huiles minérales lourdes* (n° 198). Ces produits se différencient les uns des autres par les caractères suivants :

La *vaseline pure* ou naturelle résulte de l'épuration et de la décoloration des résidus bruts de certains pétroles.

Elle est blanche ou légèrement jaunâtre, translucide, inodore, sans saveur et onctueuse au toucher. Sa consistance rappelle celle du beurre ; elle fond vers 30 à 35 degrés.

Les résidus bruts de pétrole et les graisses lubrifiantes sont, au contraire, fortement colorés et possèdent l'odeur et

la saveur caractéristiques du pétrole. Quant aux huiles de graissage brutes ou épurées (huiles lourdes, huiles de vaseline, etc.) leur fluidité ne permet pas de les confondre avec la vaseline naturelle; elles sont en général colorées et ont l'odeur et la saveur des résidus de pétrole.

Les vaselines artificielles, présentent les mêmes caractères extérieurs que la vaseline naturelle, sont obtenues par le mélange d'un oléonaphte liquide, incolore, inodore, avec la paraffine ou la cérésine; elles suivent le régime de la *paraffine* ou de la *cérésine*, selon le cas.

La vaseline en fûts dits à pétrole, continue à bénéficier de la tare légale de 17 ⁰/₀ afférente aux huiles minérales lourdes importées dans des fûts à pétrole.

Les pâtes à polir les métaux à base de vaseline suivent le régime de la vaseline.

Conformément au principe posé par le n° 389 des Observations préliminaires du tarif, la vaseline et la paraffine obtenues dans un pays d'Europe par le traitement des pétroles américains ou russes, sont considérées comme originaires de ce pays.

MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE ET DU COMMERCE

ARRÊTÉ

Le Ministre de l'Agriculture et du Commerce,

Vu le décret du 19 mai 1873 concernant les huiles de pétrole et de schiste, essences et autres hydrocarbures;

Vu l'avis du Comité consultatif des Arts et Manufactures,

Arrête :

ARTICLE PREMIER. — La degré d'inflammabilité des liquides à classer dans chaque catégorie sera constaté au moyen de l'appareil de M. Emile Granier.

ARTICLE 2. — Les appareils mis entre les mains des agents chargés du contrôle seront revêtus du poinçon de l'Administration.

ARTICLE 3. — L'expérience de la mesure du degré d'inflammabilité des liquides précités sera exécutée conformément à l'instruction pratique annexée au présent arrêté.

ARTICLE 4. — Les liquides qui produiront, par l'émission de vapeurs inflammables, l'extinction de la flamme de l'appareil à la température de 35° du thermomètre, seront reconnus comme liquides de la deuxième catégorie.

Une tolérance de 2 degrés au-dessous de 35° sera accordée.

Les liquides qui produiront la même extinction à une température inférieure à 33 degrés seront considérés comme de première catégorie.

ARTICLE 5. — Pour les liquides qui émettront des vapeurs à une température voisine de 1 degré soit au-dessus, soit au dessous de la limite minima, c'est-à-dire de 33 degrés, et à cette température minima elle-même, il sera fait trois essais dont on prendra la moyenne. Le chiffre obtenu sera adopté comme point d'inflammation de l'huile essayée.

ARTICLE 6. — L'application au contrôle de tout appareil nouveau, soit concurremment avec l'appareil Granier, soit en remplacement de cet appareil, devra être l'objet d'une nouvelle décision prise sur l'avis du Comité consultatif des Arts et Manufactures.

Versailles, le 5 septembre 1873.

Signé : J. DE LA BOUILLERIE.

L'instruction pratique mentionnée à l'article 3 de cet arrêté et qui passe en revue les précautions à employer dans l'usage de l'appareil Granier a été reproduite *in-extenso* à la page 29.

Interdiction de l'emploi de la vaseline, de la pétroleine
ou de la neutraline dans la pâtisserie

Circulaire Ministérielle du 10 juillet 1885

Monsieur le Préfet,

Mon attention a été appelée sur l'emploi dans certaines pâtisseries, pour y remplacer le beurre ou la graisse, d'un produit désigné sous les noms de vaseline, pétroleine ou neutraline, et qui est extrait des huiles lourdes de pétrole.

Le Comité consultatif d'hygiène publique de France, chargé d'examiner si la vaseline peut être employée sans danger pour la santé publique dans des préparations alimentaires, a fait remarquer que cette substance n'est pas susceptible de rancir, ce qui tout d'abord constitue un grave inconvénient pour le consommateur qui, n'étant pas averti, par l'odeur, de l'ancienneté du gâteau, est exposé à acheter une pâtisserie où la farine et les œufs ont déjà subi un commencement d'altération et à ne s'en apercevoir qu'au moment où le gâteau sera en contact avec l'organe du goût.

D'autre part, le beurre et la graisse sont de véritables aliments, tandis que les hydrocarbures de la famille des pétroles ne possèdent aucune propriété nutritive ; par suite, les gâteaux dans lesquels on a réalisé la substitution de la vaseline au beurre ou à la graisse n'ont pas le même pouvoir alimentaire que les gâteaux ordinaires.

Enfin, l'étude de l'action des produits du pétrole dans l'économie, sur le système digestif spécialement, n'est pas même commencée et personne ne peut affirmer que la digestion de ces matières soit sans inconvénient pour la santé.

Par ces motifs, le Comité a reconnu qu'il y avait lieu d'interdire dans la fabrication des gâteaux et en général des substances alimentaires l'emploi de la vaseline, de la pétroleine, de la neutraline et de tout autre produit similaire.

Mais si cette interdiction était prononcée par un arrêté préfectoral, en vertu de l'article 99 de la loi du 5 avril 1884, les contrevenants seraient exposés à des peines réellement illusoires ; j'ai donc été amené à examiner la question de savoir si l'introduction de la vaseline dans une substance alimentaire ne devrait pas être considérée comme constituant un des délits prévus par la loi du 27 mars 1851 (1) et poursuivie conformément aux dispositions de cette loi.

L'article premier de la loi précitée punit des peines portées à l'article 423 du Code pénal ceux qui falsifient des substances ou denrées alimentaires destinées à être vendues. Ainsi, ce que la loi punit, c'est la falsification, c'est-à-dire l'introduction faite frauduleusement de denrées alimentaires d'une qualité inférieure dans des marchandises de même nature, présentant extérieurement les apparences d'une qualité supérieure. (Arrêt de Cassation du 11 mars 1859).

La falsification existe donc, aux termes de cet arrêt, même dans le cas où le produit mélangé serait une denrée alimentaire, lorsqu'il ne possède, comme dans l'espèce, aucune qualité nutritive.

Cette opinion, Monsieur le Préfet, est celle de M. le Garde des Sceaux que j'ai consulté à ce sujet ; elle est conforme à la Jurisprudence de la Cour de Cassation.

J'ai, en conséquence, l'honneur de vous inviter à donner des instructions pour que les autorités de tous ordres chargées de veiller à la salubrité des denrées alimentaires, n'hésitent pas à déférer aux tribunaux compétents, les personnes qui auraient employé dans la fabrication de ces denrées des produits tels que la vaseline, la pétroleine, la neutraline ou toute autre substance similaire.

Le Ministre du Commerce,

Signé : Pierre LEGRAND.

(1) Remplacée par celle du 1^{er} août 1905 sur la répression des fraudes.

TABLE DES MATIÈRES

Pétroles

CHAPITRE PREMIER

Définition

	Pages
Classification des produits naturels bitumineux	1
Constitution des pétroles. Hydrocarbures, acides naphthéniques	3
Composés sulfurés, etc.	5
Travaux de M. Mabery.	6
Classification des produits pétrolifères.	14
Huiles naturelles.	14
Dérivés des huiles naturelles.	14
Distillats : définition	15
Altérations et falsifications.	16
Résumé de la législation sur les produits pétrolifères	16

CHAPITRE II

Procédés analytiques concernant les produits pétrolifères

Caractères organoleptiques	19
Densité	21
Prise de la densité	24
Point d'inflammabilité : Appareils Granier et Abel-Pinsky; arrêté ministériel concernant l'emploi de l'appareil Granier.	27
Essai de consommation à la lampe	38

	Pages
Distillation :	
Méthodes diverses	40
Appareils Engler et de Luynes modifié	49
Distillation préliminaire.	50
Distillation fractionnée	52
Distillation dans l'appareil Engler	54
Evaluation du résidu à 300° et 350°	55
Exemples de distillation. Note A	56
Recherche de la paraffine. Note B	59
Distillation à la colonne. Note C	60
Courbes de distillation. Note D	60
Viscosité : définition	60
Viscosimètre Engler	62
Ixomètre Barbey	65
Tableaux des coefficients de viscosité	69

CHAPITRE III

Interprétation des résultats

Pétroles américains : <i>Huiles naturelles</i> . Tableaux de distillation. Calcul du rendement au raffinage. Tarif douanier français	71
<i>Essences</i> . Tableaux de distillation.	75
<i>Huiles lampantes</i> . Tableaux de distillation	77
<i>Huiles lourdes</i> . Tableaux de distillation	79
Délimitation entre les différents produits de distillation.	80
Pétroles russes : <i>Huiles naturelles</i> . Tableaux de distillation	81
<i>Distillats</i> . Tableaux de distillation	83
Calcul du rendement au raffinage.	85
<i>Essences</i>	85
<i>Huiles lampantes</i>	85
Pétroles roumains : <i>Huiles naturelles</i> de Campeni. Tableaux de distillation	85
<i>Distillats roumains</i> . Tarif douanier français. Tableaux de distillation	88
<i>Essences</i> . Tableaux de distillation.	92
<i>Huiles lampantes</i> Tableaux de distillation	97
<i>Huiles lourdes</i> . <i>Huiles solaires</i> . Tableaux de distillation.	97

Huiles de Schiste

	Pages
Schistes bitumineux. Définition, analyse, distillation . . .	100
Distillation d'huile de schiste. Tableaux de distillation. . .	101

Benzines du Gaz Riche

Définition	104
Tableaux de distillation.	105

Brais

Définition	107
Analyse des brais. Dosages de l'eau, des cendres, des matières huileuses, du soufre	107
Distillation des brais	110

Paraffines

Définition	111
Analyse des paraffines	113

Ozokérite

Définition	114
Rendement de l'ozokérite en cérésine (détermination du)	114

Cire de Lignite

Définition	116
Analyse des cires de lignite : Densité, point de fusion, saponification, indice d'iode, hydrocarbures	116

Vaseline

Définition	121
Analyse de la vaseline	123

Bitumes et Asphaltes

Définition. Classification.	123
Tableaux d'analyse des asphaltes	125
Analyse des asphaltes	129

Benzols

	Pages
Définition	131
Distillation des benzols. Tableaux de distillation	132
Essai commercial des benzols : Distillation, dosage du sulfure de carbone, dosage du thiophène, dosage des paraffines, bromuration, essai à l'acide sulfurique, extrait, examen polarimétrique, point d'inflammation, dosage des homologues du benzène. Tableaux d'analyse	134

APPENDICE*Notes diverses.*

Méthode de Riche et Halphen pour la distinction entre les huiles de pétrole américaines et russes	149
Note sur les mélanges de pétroles et de benzols	154
Recherche des benzols par leur transformation en amines.	154
Tableaux de distillation	158
Coefficients de dilatation des pétroles	158
Tableaux d'après H. Sainte-Claire-Deville	162
Coefficients de dilatation de quelques huiles minérales.	162
Tableau donnant la densité et la composition élémentaire de quelques types de pétroles	169
Tableau de fractionnement des pétroles, d'après Engler	170
Tableau de fractionnement des pétroles, d'après Redwood.	171
Tableaux de la distillation des pétroles bruts de Roumanie.	172
Composition des pétroles algériens	175
Composition des pétroles du Japon	176
Densités moyennes des fractionnements de diverses huiles minérales	177
Points d'ébullition et densités des principaux carbures liquides	180

Lois et Règlements

Décret du 15 octobre 1810 concernant les manufactures et ateliers insalubres	183
Décret du 19 mai 1853 concernant le pétrole et ses dérivés.	184
Décret du 5 mars 1887 concernant les débits d'essence de térébenthine	195

Table des Matières

215

	Pages
Tarif douanier français. <i>Loi</i> du 30 juin 1893 portant modification au régime des huiles minérales.	196
<i>Décret</i> portant promulgation de la convention entre la France et la Roumanie	198
<i>Tableau</i> des droits d'entrée concernant les pétroles, paraffines, vaselines, etc.	199
<i>Extraits</i> des notes explicatives relatives à l'application du tarif douanier	199
<i>Arrêté</i> du Ministère de l'Agriculture relatif à l'essai d'inflammabilité au moyen de l'appareil Granier	207
Interdiction de l'emploi de la vaseline dans la pâtisserie .	209

15 DEC 1941



SAINT-AMAND (CHER). — IMPRIMERIE BUSSIÈRE.

Librairie polytechnique Ch. BÉRANGER, éditeur

Rue des Saints-Pères, 15, PARIS
Rue de la Régence, 21, LIÈGE

Collection des Manuels pratiques D'ANALYSES CHIMIQUES

*à l'usage des Laboratoires officiels
et des Experts*

PUBLIÉS SOUS LA DIRECTION DE

M. F. BORDAS

Directeur des Laboratoires du Ministère des Finances

ET

M. EUGÈNE ROUX

Directeur du Service de la Répression des Fraudes au Ministère de l'Agriculture

Secrétaire de la Rédaction :

Samuel BRUÈRE, Chimiste

La Collection des Manuels pratiques d'Analyses chimiques comprendra 24 volumes du format in-18 jésus. Ces Manuels, absolument d'actualité, sont destinés à rendre les plus grands services aux Chimistes attachés aux Laboratoires officiels qui, depuis quelques années, se sont créés dans un grand nombre de villes, ainsi qu'aux Chimistes-Experts dont la loi de 1905 sur la Répression des fraudes a prévu et déterminé le rôle. Ils sont également indispensables aux industriels, qu'ils documentent sur les méthodes officielles employées pour contrôler leurs produits.

VOLUMES PARUS

- ALCOOLS.** *Alcool, alcool dénaturé, dénaturants*, par Louis CALVET, Chimiste en chef du Laboratoire central du Ministère des Finances. — Prix relié . . . 6 fr. » »
- SOUDE, POTASSE, SELS.** *Dénaturation des sels*, par P. MÉKER, Chimiste principal au Laboratoire central du Ministère des Finances. — Prix relié . . . 5 fr. » »
- HUILES MINÉRALES.** *Pétroles, benzols, brais, paraffines, vaselines, ozokérite*, par Henri DELEHAYE, Chimiste en chef du Laboratoire du Ministère des Finances à Rouen. — Prix relié. 4 fr. » »
- MATIÈRES TANNANTES, CUIRS.** *Gélatines, colles, noirs, cirages*, par L. JACOMET, Chimiste principal au Laboratoire central du Ministère des Finances. — Prix relié 5 fr. » »
- MATIÈRES CELLULOSIQUES.** *Cellulose, Papiers, Soie artificielle, Bois, Pailles, Fibres*, par Jules PERSOZ, Chimiste, Directeur de la Condition des soies et du Laboratoire d'essais des Papiers de Paris et F.-G. BELTZER, Chimiste. — Prix relié 7 fr. 50
- ALCOOL MÉTHYLIQUE, VINAIGRES.** *Acides acétiques industriels, acides acétiques dénaturés, acétates, acétone*, par Louis CALVET, Chimiste en chef du Laboratoire central du Ministère des Finances. — Prix relié 6 fr. » »
- CHAUX, CIMENTS, PLÂTRES,** par E. LEDUC, Chimiste, Chef honoraire de Section au Laboratoire d'essais du Conservatoire National des Arts et Métiers, et G. CHENU, Ancien assistant au Laboratoire d'essais. — Prix relié 6 fr. » »
- HUILES ET GRAISSES VÉGÉTALES COMESTIBLES,** *Huiles d'olive, coton, arachides, ailette, pavot, noix, sésame, coco*, par G. HALPHEN, Chimiste expert près les tribunaux, Directeur du Laboratoire des Expertises légales au Ministère du Commerce. Prix relié 8 fr. » »
- Eaux Douces et Eaux Minérales.** *Eaux. Eaux minérales, naturelles et artificielles. Analyse chimique. Analyse bactériologique.* par F. DIÉNIERT, Chimiste-Expert près les Tribunaux, Chef du Service de la Surveillance des Eaux d'alimentation de Paris. — Prix relié 6 fr. » »

VINS. *Vins, vins de liqueur, vins mousseux*, par U. GAYON, professeur à la Faculté des Sciences de Bordeaux et J. LABORDE, Sous-Directeur de la Station agronomique et œnologique de Bordeaux. — Prix relié. 7 fr. 50

BEURRE ET GRAISSES ANIMALES. *Graisses animales, beurre, margarines, saindoux, suifs, stéarine, glycérine*, par A. BRUNO, Chimiste en chef du Laboratoire central du Service de la Répression des Fraudes. — Prix relié. 6 fr. » »

MATÉRIAUX DE GROS-ŒUVRE. *Pierres. Produits céramiques*, par E. LEDUC, Chimiste. Chef honoraire de la Section des matériaux de construction au Laboratoire d'essais du Conservatoire National des Arts et Métiers et G. CHENU, Ancien Assistant au Laboratoire d'essais. — Prix relié. 6 fr. » »

EAUX DE VIE. *Eaux-de-Vie naturelles et industrielles*, par X. ROCQUES, Chimiste-Expert près les Tribunaux. — Prix relié. 6 fr. » »

LAITERIE. *Lait. Crème. Fromages. Œufs*, par F. BORDAS, Directeur des Laboratoires du Ministère des Finances, et F. TOUPLAIN, Chimiste principal au Laboratoire central du Ministère des Finances. — Prix relié 6 fr. » »

FARINES. *Matières amylacées. Pains. Pâtisserie. Biscuits. Féculés*, par M. ARPIN, Chimiste-Expert près les Tribunaux. Directeur du Laboratoire de la Chambre Syndicale de la Boulangerie de Paris. — Prix relié 6 fr. » »

VOLUMES A PARAÎTRE

Stœcklin, *Directeur du Laboratoire Municipal d'Amiens.* — Bières. Cidres. Poirés. Boissons fermentées. — Titre : BOISSONS FERMENTÉES.

Eug. Roux, *Docteur ès Sciences, Directeur du Service de la Répression des Fraudes*; Mutelet, *Docteur ès Sciences, Chimiste du Laboratoire central du Service de la Répression des Fraudes.* — Sucres. Sirops. Fruits confits. Confitures. — Titre : CONFISERIE.

Justin Dupont, *Chimiste, Fabricant de parfums.* — Savons. Parfumerie. — Titre : SAVONNERIE. PARFUMERIE.

Blanc, *Docteur ès Sciences, Directeur du Laboratoire des Conserves de l'Armée.* — Conserves alimentaires. Viandes. Poissons. Fruits. Légumes. Charcuterie. Salaisons. — Titre : CONSERVES.

Beuké, *Chimiste-Chef du Laboratoire du Ministère des Finances de Lyon.* — Tissus. Laine. Coton. Soie. Jute. Charges. Apprêts. Dentelles. — Titre : **TEXTILES ET TISSUS.**

Demoussy, *Docteur ès Sciences, Assistant de Physique végétale au Muséum.* — Engrais. Produits anticryptogamiques. — Titre : **ENGRAIS.**

Bussard, *Chimiste, Sous-Directeur de la Station d'essais des semences.* — Aliments du bétail (tourteaux). — Titre : **TOURTEAUX.**

Guénez, *Chimiste, Chef du Laboratoire du Ministère des Finances, à Lille.* — Métaux précieux : Or, argent, platine, argenture, dorure, bijoux, titres, garantie. — Titre : **MÉTAUX PRÉCIEUX. GARANTIE.**

Bordas, *Directeur des Laboratoires du Ministère des Finances*; **Touplain**, *Chimiste principal au Laboratoire central du Ministère des Finances.* — Chocolats. Cacaos. Bonbons à base de chocolat. — Titre : **CHOCOLATS. CACAOS.**



Librairie polytechnique Ch. BÉRANGER, éditeur

Rue des Saints-Pères, 15, PARIS

Rue de la Régence, 21, LIÉGE

Sixième Année

Annales des Falsifications

*Bulletin international
de la Répression des Fraudes alimentaires
et pharmaceutiques*

PUBLIÉES SOUS LA DIRECTION DE

M. LE D^r F. BORDAS,

Chef du Service des Laboratoires du Ministère des Finances,
Membre du Conseil supérieur d'Hygiène de France

M. EUG. ROUX, Docteur ès-Sciences,

Directeur des Services sanitaires et scientifiques et de la Répression
des Fraudes au Ministère de l'Agriculture,
Membre du Conseil supérieur d'Hygiène de France

Rédacteur en chef : **M. CH. FRANCHE,**

Secrétaire général du Congrès international de la Répression des Fraudes

Secrétaire de la Rédaction : **M. F. TOUPLAIN,**

Chimiste principal
au Laboratoire du Ministère des Finances

*Les Annales des Falsifications et le Bulletin international
de la Répression des Fraudes qui leur fait suite, ont pour*

objet d'offrir aux intéressés, sur tout ce qui concerne la Répression des Fraudes, une documentation aussi précise que possible et de mettre, chaque mois, le lecteur au courant des innovations survenues, tant dans le fonctionnement des services nouveaux que dans l'élaboration des lois et règlements qui régissent cette importante matière.

Dans les *Annales*, se trouvent réunis tous les renseignements d'ordre scientifique sur la composition normale des produits, les falsifications signalées, les méthodes propres à les découvrir, en un mot, les indications multiples qui relèvent de la chimie et de l'hygiène, mais que nombre de personnes qui ne sont ni chimistes, ni hygiénistes, ont cependant intérêt à connaître.

Le *Bulletin*, d'autre part, est spécialement consacré aux questions législatives, administratives et juridiques, notamment à la publication des nombreux arrêtés et circulaires émanant du Ministre de l'Agriculture et concernant la Répression des Fraudes, ainsi qu'au commentaire d'une jurisprudence d'autant plus indispensable à connaître que, généralement, elle interprète des formules légales encore neuves, et que, dans bien des cas, elle supplée à l'absence des règlements d'administration publique à intervenir.

Il est donc facile de voir que les deux publications *Annales* et *Bulletin* sont solidaires, et nous ne doutons pas que le public comprenne de plus en plus l'utilité de l'œuvre entreprise et qu'il réponde avec un empressement toujours plus grand à l'appel qui lui a été adressé.

Il reconnaîtra, d'ailleurs, par l'examen des Tables des Matières des années précédentes qui sont envoyées sur demande, l'importance et la complexité des sujets traités dans les *Annales* comme dans le *Bulletin*, ainsi que le nombre considérable de textes législatifs, réglementaires ou autres, qui ont déjà été rassemblés et dont la collection est loin d'être à son terme.

Les Annales des Falsifications

Paraissent tous les mois

COMITÉ DE RÉDACTION

MM.

- D'Arsonval** : Membre de l'Institut et de l'Académie de Médecine ; Professeur au Collège de France.
- Balland** : Membre associé de l'Académie de Médecine ; Pharmacien principal de l'Armée ; ancien Chef des Laboratoires du Comité de l'Intendance militaire.
- Béhal** : Membre de l'Académie de Médecine ; Professeur à l'École supérieure de Pharmacie de Paris.
- Gab. Bertrand** : Professeur à la Faculté des Sciences ; Chef de Service à l'Institut Pasteur.
- Blarez** : Professeur de Chimie à la Faculté de Médecine et de Pharmacie de Bordeaux ; Chimiste officiel de la Ville.
- Bouchard** : Membre de l'Institut et de l'Académie de Médecine.
- Calmette** : Membre correspondant de l'Académie des Sciences et de l'Académie de Médecine ; Directeur de l'Institut Pasteur de Lille ;
- Calvet** : Chimiste en chef du Laboratoire central du Ministère des Finances.
- P. Cazeneuve** : Sénateur ; Professeur honoraire à la Faculté de Médecine et de Pharmacie de Lyon.
- Chesney** : Juge d'instruction au Tribunal de la Seine.
- Collin** : Commissaire-Expert du Gouvernement pour les contestations en Douane.
- Dastre** : Membre de l'Institut et de l'Académie de Médecine ; Professeur à la Faculté des Sciences.
- Février** : Médecin inspecteur de l'Armée ; Directeur du Service de Santé.
- Armand Gautier** : Membre de l'Institut et de l'Académie de Médecine ; Professeur à la Faculté de Médecine.
- H. Gautier** : Directeur de l'École Supérieure de Pharmacie de Paris.
- Gáyon** : Membre correspondant de l'Académie des Sciences ; Doyen honoraire de la Faculté des Sciences de Bordeaux.
- Grimbert** : Pharmacien en chef des Hôpitaux de Paris ; Directeur de la Pharmacie Centrale des Hôpitaux.

Guignard : Membre de l'Institut et de l'Académie de Médecine ; Directeur honoraire de l'École Supérieure de Pharmacie de Paris.

A. Kling : Directeur du Laboratoire Municipal de la Ville de Paris.

Lajoux : Professeur à l'École de Médecine de Reims ; Directeur du Laboratoire municipal et régional de Reims, agréé par l'Etat.

Landouzy : Membre de l'Académie de Médecine ; Professeur-Doyen de l'Académie de Médecine de Paris.

Leclainche : Membre correspondant de l'Institut ; Inspecteur général des Services sanitaires vétérinaires.

Lemercier : Juge au Tribunal de la Seine.

Lemoine : Médecin principal de 1^{re} classe ; Prof. d'Hygiène militaire à l'École d'application du Service de Santé du Val-de-Grâce.

Lescouvé : Procureur de la République près le Tribunal de la Seine.

Maquenne : Membre de l'Institut ; Professeur au Muséum d'Histoire naturelle.

Monier : Président du Tribunal de la Seine.

Müntz : Membre de l'Institut ; Professeur-Directeur des Laboratoires de Chimie de l'Institut national agronomique de Paris.

Ogier : Docteur ès-Sciences ; Directeur du Laboratoire de Toxicologie de la Préfecture de Police.

Perrot : Professeur à l'École Supérieure de Pharmacie de Paris.

Schribaux : Professeur à l'Institut agronomique ; Directeur du Laboratoire des Essais des semences au Ministère de l'Agriculture.

Vaillard : Membre de l'Académie de Médecine ; Professeur au Val-de-Grâce.

Valeur : Professeur agrégé à l'École Supérieure de Pharmacie de Paris.

Vallée : Directeur de l'École vétérinaire d'Alfort.

Villiers : Professeur à l'École Supérieure de Pharmacie de Paris.

Prix de la Livraison 2 fr. » »

Abonnements } France 20 fr. » »
 } Union postale 22 fr. 50

Les abonnements sont reçus sans frais dans tous les Bureaux de poste. L'abonnement part du 1^{er} Janvier.

LES ÉTABLISSEMENTS

POULENC FRÈRES

Section des Produits et Appareils
de Laboratoires

122, Boulevard Saint-Germain, PARIS

PRODUITS CHIMIQUES PURS

Réactifs et Liqueurs titrées.

MATIÈRES COLORANTES DE GRÜBLER

VERRERIE SOUFLÉE & GRADUÉE



MICROSCOPES
WINKEL

*Vente exclusive
en
France.*



MICROTOMES
JUNG

*Vente exclusive
en
France.*



CONSTRUCTION D'INSTRUMENTS DE PRÉCISION

destinés aux Arts, aux Sciences et à l'Industrie.

BALANCES * APPAREILS DE CHAUFFAGE

Fours électriques. — Pyromètres.

- Appareil à Extraction d'Albert Bruno -

PHOTOGRAPHIE

Librairie Polytechnique Ch. BÉRANGER, Éditeur
PARIS, rue des Saints-Pères, 15. — LIÈGE, rue de la Régence, 21

MANUEL DE LABORATOIRE

POUR

L'INDUSTRIE

DES

PARFUMS

PAR

DR. OSKAR SIMON

Chimiste de la maison Schimmel et C^o à Miltiz, près Leipzig.

Traduit de l'allemand

PAR

AD. JOUVE

Ingénieur conseil
Ancien préparateur de chimie à l'école polytechnique.

UN VOLUME IN-8°

Prix broché 5 francs.

RAOUL NEVEU

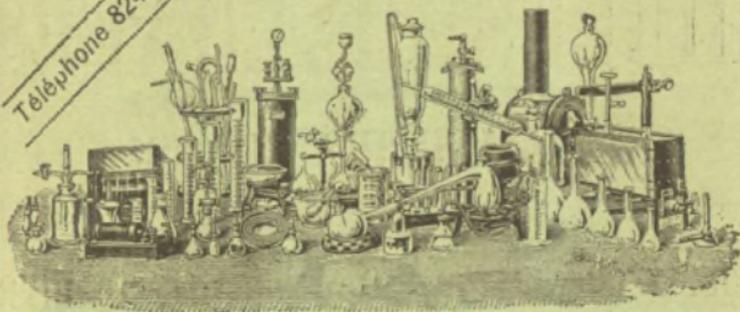
CONSTRUCTEUR

Elève de MM. ALVERGNIAT Frères

35, rue de la Montagne-Sainte-Genève

PARIS (V^e)

Téléphone 824-01



FOURNITURES GÉNÉRALES POUR LABORATOIRES
scientifiques et industriels.

Verrerie soufflée et graduée.

Verre de Bohême et de Krasna. — Porcelaines.

Aréomètres. — Baromètres. — Thermomètres.

Agitateurs. — Autoclaves. — Etuves.

Chauffage au gaz, à l'alcool, à l'essence et au pétrole.

Centrifugeurs à main, hydrauliques et électriques.

GÉNÉRATEURS AUTOMATIQUES D'OXYGÈNE
fonctionnant à froid.

ARTICLES EN SILICE PURE

Étude et construction d'appareils nouveaux.

CATALOGUE GÉNÉRAL ILLUSTRÉ SUR DEMANDE

Librairie Polytechnique Ch. BÉRANGER, Éditeur
PARIS, rue des Saints-Pères, 15. — LIÈGE, rue de la Régence, 21.

TRAITÉ D'ANALYSE
DES
HUILES MINÉRALES
DES MATIÈRES GRASSES

DES
GOUDRONS ET BITUMES ET DES PRODUITS DÉRIVÉS
COMPRENANT UNE ÉTUDE SPÉCIALE DES HUILES DE GRAISSAGE

PAR
LE D^r D. HOLDE

Professeur à l'École des Hautes-Études techniques de Berlin
et à l'Office Royal d'essais des matières premières
et des produits industriels de Gross-Lichterfelde.

ÉDITION FRANÇAISE
*publiée d'après la deuxième édition allemande
augmentée et mise au courant des travaux les plus récents*

Par le D^r L. GAUTIER.

Un volume in-8°, contenant 134 figures dans le texte.

PRIX RELIÉ : 20 FRANCS.

MAISON SPÉCIALE POUR LA CONSTRUCTION
DES
INSTRUMENTS DE PRÉCISION
EN VERRE

G. BERLEMONT

Constructeur

Chargé des cours du travail du verre
à l'Ecole Municipale de Physique et Chimie,
à l'Ecole Normale supérieure et à la Faculté des Sciences
de Paris.

PARIS — 11, rue Cujas, 11 — PARIS

INSTALLATION COMPLÈTE
de Laboratoires

APPAREILS TECHNIQUES
pour la Cryoscopie
l'Analyse, le Vide, la Distillation

THERMOMÈTRES DE LABORATOIRES
et de Précision

Appareils pour la mesure des
Conductivités électriques

CHAUFFAGE — PORCELAINE — TERRE

APPAREILS D'OPTIQUE POUR LES SCIENCES ET L'INDUSTRIE

Ancienne Maison Laurent

A. JOBIN, Ingr^r Constr^r

31, rue Humboldt, Paris (XIV^e)

(Anciennement : 21, rue de l'Odéon).

Exposition Universelle, PARIS, 1889
GRAND PRIX

Exposition Universelle, PARIS, 1900
GRAND PRIX

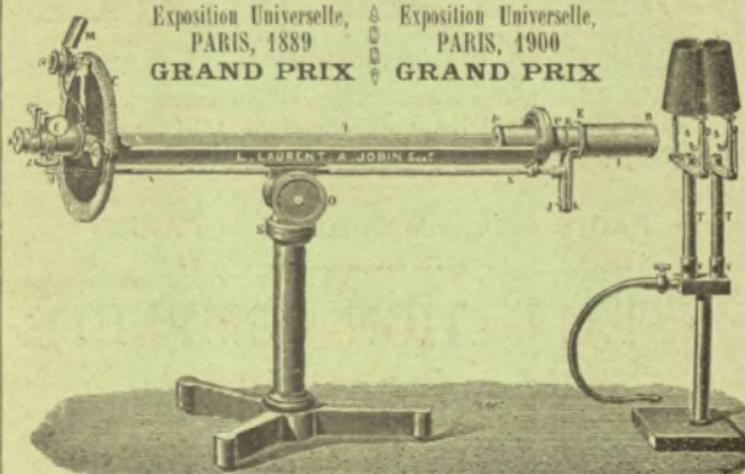


Figure réduite du polarimètre à lumière jaune.

Saccharimètres Laurent à lumière blanche, grands et petits modèles, charge type 16 gr. 29 et charge type 20 gr.

Polarimètres Laurent à lumière jaune, champ à 2 plages ou à 3 plages sur tous modèles. — Plaques de quartz étalon.

Spectroscopes à 1 ou 2 prismes de 60°. — Spectroscopes à vision directe, grande et petite dispersion.

Colorimètres, colonne liquide de 5 c/m et 10 c/m. — Colorimètres **Josse** à lame prismatique teintée et étalonnée pour l'examen des jus et sirops.

Oléoréfractomètres Amagat et Jean. — Réfractomètre Amagat. — Prismes en flint, quartz, spath. — Appareils interférentiels. — Etudes d'instruments nouveaux, etc.

Caplain Saint-André & Fils

8, 10, 12, Rue Portefoin. PARIS, (3^e)

MÉTAUX PRÉCIEUX

Or, Argent, Platine, etc.

ALLIAGES & DÉRIVÉS

Affinage, Fonte, Laminage, Tréfilerie, Apprêts

LABORATOIRE D'ESSAIS & D'ANALYSES

Articles de LABORATOIRES en ARGENT et en PLATINE

(Creusets, Capsules, Spatules, Cuillers pour Saccharimètres, Couteaux, etc.) Pincés chimiques

à bouts platine. Fils, Lames, Tubes, Toiles

en Platine. Appareils pour ELECTRO-

LYSE (Riche, Luckow, Classen,

Hollard, etc.) Dépolissage au

jet de sable.

EXÉCUTION D'APPAREILS EN PLATINE

& EN ARGENT SUR CROQUIS

Réparation et Echange de tous Ustensiles en argent ou en platine

Soudures autogènes et à l'or fin

IRIDIUM, PALLADIUM, RHODIUM, RUTHENIUM et leurs SELS. NOIR, POUFRE

ET MOUSSE DE PLATINE. ACIDE OSMIQUE. NITRATE D'ARGENT

CHIMIQUEMENT PUR. CHLORURES D'OR. CHLORURES DE PLATINE. CHLORO-

PLATINITES. PLATINOCYANURE DE BARYUM. ECRANS FLUORESCENTS

Adresse Télégraphique :
CAPLANDRÉ-PARIS

Téléphones { 1033-63
1033-64
1033-65

Librairie Polytechnique Ch. BÉRANGER, Éditeur
PARIS, rue des Saints-Pères, 15. — LIÈGE, rue de la Régence, 21.

TRAITÉ ÉLÉMENTAIRE
DE
PHYSICO-CHIMIE
OU

Lois générales et Théories nouvelles des Actions chimiques

A L'USAGE DES CHIMISTES
DES BIOLOGISTES ET DES ÉLÈVES DES GRANDES ÉCOLES.

PAR

M. EMM. POZZI-ESCOL

Chef du Service des recherches de chimie pure à l'Institut Scientifique
et Industriel de Malzéville-Nancy.

Préface de M. le Professeur **EUGÈNE JACQUEMIN**

Directeur honoraire de l'École supérieure de pharmacie de Nancy,
Membre associé national de l'Académie de Médecine, Docteur ès sciences physiques.

Un volume in-8° de 630 pages, contenant de nombreuses figures dans le texte. Prix relié 20 fr.

MANUEL PRATIQUE
DES
MESURES PHYSICO-CHIMIQUES

PAR

W. OSTWALD

Directeur de l'Institut de Chimie-Physique
de l'Université de Leipzig.

R. LUTHER

Sous-Directeur de l'Institut de Chimie-Physique de l'Université de Leipzig.

TRADUIT DE L'ALLEMAND SUR LA DEUXIÈME ÉDITION

Par **AD. JOUVE**

Ingénieur, ancien préparateur de chimie à l'École polytechnique.

Un fort volume in-8° contenant 319 figures dans le texte
PRIX RELIÉ : 20 FRANCS.

SOCIÉTÉ CENTRALE
DE
PRODUITS CHIMIQUES

Ancienne Maison ROUSSEAU
44, rue des Écoles — 177, rue Saint-Jacques
PARIS

PRODUITS CHIMIQUES PURS
VERRERIE ORDINAIRE
Verrerie graduée de haute Précision
BALANCES DE HAUTE PRÉCISION



SEUL CONSTRUCTEUR

DE LA

BALANCE APÉRIODIQUE système P. CURIE

ET

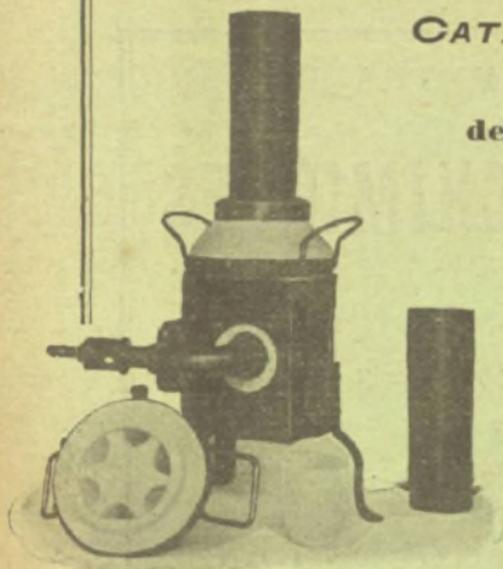
De tous les Appareils de P. CURIE



Appareils de Mesure Électriques ou autres
FOURNITURES POUR LABORATOIRES

CATALOGUES ET DEVIS SUR DEMANDE.

CATALOGUE E
sur
demande.



1250° SANS SOUFFLAGE

Économie
considérable.



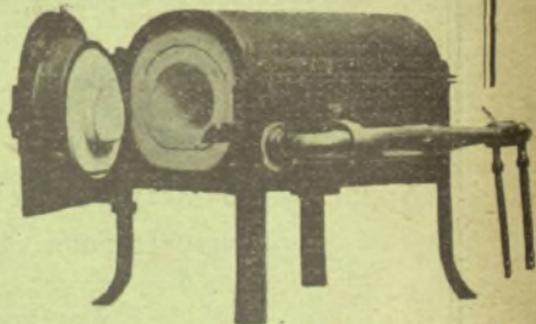
Fonction-
nement
garanti.


BECS

&

FOURS MÉKER
Les plus hautes températures jusqu'à 1800°

G. MÉKER & C^{ie}
39 et 41, rue Danton
(Seine)



FOURS MÉKER A AIR COMPÉ 1800

PH. PELLIN * O Q † † † †

Ingénieur des Arts et Manufactures

Maison Jules DUBOSCQ, Fondée en 1819, par SOLEIL père

Ateliers et Magasins, 5, avenue d'Orléans, PARIS (14^e)

(Anciennement, 21, rue Odéon)

Adr. Télégr. : FEXIPEL-PARIS — Téléphone : 813-26 —

GRANDS PRIX : Paris 1900 — Saint-Louis — Liège — Milan

HORS CONCOURS. MEMBRE DU JURY : Londres — Bruxelles 1910.

Appareils d'Optique et de Précision à l'usage des Sciences et de l'Industrie

Le Catalogue général comprend 10 fascicules : **Fascicule I-II.** Sources lumineuses, appareils de projection. — **Fascicule III.** Photomètres industriels et de précision. Spectrophotomètres. Photopolarimètre Cornu. — **Fascicule IV.** Interférences. Diffraction. Polarisation. — **Fascicule V.** Réflexion. Réfraction. Vision. — **Fascicule VI.** Spectroscopie (Spectroscope A. Broca. Ph. Pellin à minimum de déviation constant, gradué directement en longueurs d'onde). — **Fascicule VII.** Appareils de mesure. Goniomètre. Réfractomètre autocollimateur de M. C. Chéneveau donnant la mesure des angles, des indices de réfraction et de la dispersion d'un solide. Mesure des indices et dispersion des liquides. Applications diverses de l'appareil pour l'enseignement supérieur. Réfractomètre universel Ch. Féry, donnant par une simple lecture l'indice de réfraction d'un liquide à une unité près de la 4^e décimale. — **Fascicule VIII.** Saccharimètre et polarimétrie. Le premier saccharimètre a été inventé par Soleil père. Le polarimètre saccharimètre à pénombres à champs juxtaposés par Jules Duboscq. Le polarimètre saccharimètre à pénombres à à champs concentriques et à polariseur variable, par Ph. Pellin (modèle breveté). Les modèles se font à lumière jaune ou lumière blanche. Colorimètres perfectionnés par Ph. PELLIN, colonne liquide 5 c/m, 10 c/m, 15 c/m, 20 c/m, 30 c/m et 1 mètre. Chromotomètres. Diabotomètre et glycosimètre de Yvon et Ph. Pellin. — **Fascicule IX.** Appareils pour la métallographie et mesure des températures. Microscope de M. H. Le Chatellier. Pyromètres et galvanomètres à lecture directe. Enregistreur 24 heures. Enregistreurs continus de M. H. LE CHATELLIER. Etudes des points critiques, dispositif de M. F. Saladin. Appareil universel de MM. H. Le Chatellier et Broniensi. — **Fascicule X.** Récepteur de signaux radiotélégraphiques de MM. C. Tissot et Félix PELLIN (modèle breveté).

Maison Duplessy et Hinqué

MARRET & BONNIN Succ^{rs}

MÉTAUX PRÉCIEUX

PARIS, 220, Rue Saint-Martin, PARIS

Adresse télégraphique :
Duplinque-Paris



Téléphone :
1023-58

Vente & achat d'or, argent & platine

IRIDIUM — PALLADIUM — RHODIUM
RUTHÉNIUM — OSMIUM — ACIDE OSMIQUE

FABRICATION D'APPAREILS POUR LABORATOIRES

EN OR, ARGENT ET PLATINE

CREUSETS, CAPSULES, NACELLES, etc.

CHLORURES D'OR ET DE PLATINE

Nitrate d'Argent.

TRAITEMENT DES CENDRES & RÉSIDUS

Laboratoires d'essais et analyses.

Envoi du Catalogue sur demande.