

BULLETIN

DE LA

SOCIÉTÉ INDUSTRIELLE

DU NORD DE LA FRANCE

8^e ANNÉE.

N^o 31. — DEUXIÈME TRIMESTRE 1880.

SIÈGE DE LA SOCIÉTÉ :

A LILLE, rue des Jardins, N^o 29.

LILLE,
IMPRIMERIE L. DANIEL.
1881.

SOMMAIRE DU BULLETIN N° 31.

1^{re} PARTIE. — TRAVAUX DE LA SOCIÉTÉ :

| | Pages. |
|--------------------------------------|--------------|
| Assemblées générales mensuelles..... | 267 et suiv. |

2^e PARTIE. — TRAVAUX DES COMITÉS (*Résumés des procès-verbaux*) :

| | |
|------------------------------|-----|
| Comité du Génie civil..... | 279 |
| — de la Filature..... | 282 |
| — des Arts chimiques..... | 286 |
| — du Commerce..... | 288 |
| — de l'Utilité publique..... | 289 |

3^e PARTIE. — TRAVAUX ET MÉMOIRES PRÉSENTÉS A LA SOCIÉTÉ :

A — *Analyses* :

| | |
|---|---------|
| Foyers système Perret, par M. Paul SÉE..... | 269 |
| Éclairage électrique, par M. l'abbé VASSART..... | 270-272 |
| Tourteaux de chanvre et de ricin, par M. CORENWINDER..... | 276 |
| Formule du travail mécanique des cylindres à vapeur, par M. THOMAS..... | 279 |
| Machine à repasser le lin, par M. BATTEUR..... | 283 |
| Transport des petits paquets, par M. Léon GAUCHE..... | 290 |

B — *Mémoires in extenso* :

| | |
|--|-----|
| Composition de la graine de lin, par M. LADUREAU..... | 293 |
| Lampe à gaz et lampe monochromatique, par M. TERQUEM..... | 303 |
| Huiles et graisses de résine, par M. J. DE MOLLINS..... | 309 |
| Préparation de l'azotine, par M. LADUREAU..... | 339 |
| Fabrication de la diphénylamine, par M. J. DE MOLLINS..... | 343 |

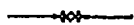
4^e PARTIE. — DOCUMENTS DIVERS :

| | |
|---|-----|
| Ouvrages reçus par la bibliothèque..... | 379 |
| Supplément à la liste générale des sociétaires..... | 380 |

SOCIÉTÉ INDUSTRIELLE

du Nord de la France.

Déclarée d'utilité publique par décret du 12 août 1874.



BULLETIN TRIMESTRIEL

N° 31.



8^e Année. — Deuxième Trimestre 1880.



PREMIÈRE PARTIE.



TRAVAUX DE LA SOCIÉTÉ.



Assemblée générale mensuelle du 27 avril 1880.

Présidence de M. MATHIAS.

Procès-verbal Il est donné lecture du procès-verbal de la séance du 30 mars, qui est adopté sans observations.

Correspondance. M. LE PRÉSIDENT annonce la perte que vient d'éprouver la Société, par le décès de l'un de ses membres fondateurs, M. Edouard Boyer, de Lille. — L'Assemblée s'associe aux regrets exprimés par M. le Président.

Musée de Lille. M. VAN HENDE, président de la Commission du Musée de

numismatique, demande au nom de cette Commission, des spécimens des jetons et médailles de la Société. — Le Conseil a consenti et l'Assemblée ratifie sa décision.

Remerciements. La Société scientifique industrielle de Marseille et l'« Institution of mechanical Engineers, » accusent réception, avec remerciements, de l'envoi du travail de M. Cornut, sur *l'étude géométrique des distributions de vapeur.*

Société de géographie du Nord. La Commission de formation d'une société de géographie dans le Nord demande l'autorisation de faire déposer à la Société une liste d'adhésions.

L'Assemblée se montre très-sympathique à cette sérieuse et utile création ; elle décide, sur la proposition de M. le Président, que la Société se fera inscrire d'abord en nom collectif et que les sociétaires qui désireront prendre part aux travaux de la Société de géographie du nord de la France, pourront donner leur adhésion au secrétariat qui la fera parvenir à qui de droit.

Présentations. Il est donné lecture du tableau des présentations ; sept candidats y sont inscrits sur la proposition de M. Ladureau, auquel se sont adjoints MM. Corenwinder, Kuhlmann fils, Edouard Agache, Louis Bigo, Wauquier. — L'Assemblée, sur la proposition du Président, remercie M. Ladureau du zèle qu'il apporte aux intérêts de la Société.

Jetons de présence. M. LE PRÉSIDENT donne lecture de l'état de 60 jetons de présence acquis au 31 mars (1^{er} trimestre). Ces jetons sont distribués aux ayants-droit présents à la séance ; les autres les recevront par les soins du secrétariat.

Communications. M. LADUREAU communique le résultat de ses études sur la composition chimique de la graine de lin de divers pays⁽¹⁾.

M. LADUREAU, Sur la composition des graines de lin. Quelques observations sont échangées au sujet de cette communication. M. Adrien BONTE fait ressortir l'énorme im-

(1) Voir ce travail *in extenso* à la 3^e partie.

portance commerciale de la graine de lin ; il l'explique par l'application de plus en plus répandue et de plus en plus justifiée du tourteau de lin pour l'alimentation du bétail ; il y a donc là non seulement un intérêt commercial , mais un intérêt plus puissant encore pour l'agriculture et la production de la viande.

M. Alfred RENOARD fait remarquer que l'observation faite par M. Ladureau, au sujet de la dominante, a une grande importance. M. Georges Ville avait affirmé que cette dominante était la potasse ; les recherches de M. Ladureau semblent prouver que c'est là une erreur. Déjà M. Dehérain avait émis un doute à cet égard. M. RENOARD rappelle à ce sujet les expériences de M. Leireins, de M. Corenwinder et finalement de M. Alexandre Lefebvre, dont le but était de procéder à la culture continue du lin au moyen des engrais potassiques : il est reconnu aujourd'hui que l'on n'a jamais pu arriver au but que l'on poursuivait, et que, si la potasse a une influence bienfaisante sur la culture du lin comme sur d'autres cultures, elle ne constitue pas l'élément le plus indispensable à cette culture ainsi qu'il était admis jusqu'aujourd'hui.

M. CORENWINDER insiste sur les procédés de culture.

M. Paul SÉE,
Fours Perret.

M. Paul SÉE donne lecture d'une notice sur les foyers à étages, système Perret. Ces foyers, destinés par l'inventeur à tirer parti des poussières menues de pyrites , pour en extraire la totalité du soufre, ont été appliqués ensuite, avec grand succès, pour brûler tous les combustibles pulvérulents et pauvres qui n'ont pas la propriété de s'agglutiner sous l'action du feu. Ces foyers permettent d'utiliser une foule de matières qui jusqu'alors restaient sans emploi , entre autres les poussières de charbons maigres et anthracites , les houilles pauvres et impures , les boues de schiste , les poussières de coke , la sciure de bois, la tannée , le bois de teinture , la tourbe menue , le fraisil des foyers, les suies de locomotives et autres résidus.

M. l'abbé
VASSART,
Éclairage
électrique.

M. l'abbé VASSART entretient la Société Industrielle de l'éclairage électrique par la pile et la lampe-revolver de Tommasi. Il oppose les objections les plus sérieuses à l'emploi de la pile et promet de donner les résultats d'essais pratiques avec la lampe, laissant de côté la question du mérite de l'invention dont MM. Reynier et Werdermann réclament leur part.

M. A. RENOARD demande à l'auteur s'il a étudié l'éclairage électrique au point de vue de l'hygiène, et principalement de l'hygiène de la vue. — M. l'abbé VASSART répond qu'il s'en est occupé ; il en fait l'objet d'une étude complète qu'il se propose de présenter prochainement à la Société.

Scrutin. Dans l'intervalle de ces lectures, il a été procédé au scrutin sur l'admission de deux nouveaux membres présentés en mars.

A l'unanimité :

M. Albert CONTAMINE, architecte à Lille, présenté par
MM. Corenwinder et Kuhlmann fils,
et M. Edmond COUELLE, négociant à Lille, présenté par
MM. Émile Bigo et Paul Crépy,

Ont été proclamés membres de la Société.

Assemblée générale mensuelle du 25 mai 1880.

Présidence de M. MATHIAS.

Procès verbal. Le procès-verbal de la séance du 27 avril est lu et adopté sans observations.

Correspondance. La Société Industrielle a mis ses salles de séances à la disposition de la Société technique de l'industrie du gaz en France, qui a tenu à Lille son congrès de 1879. Cette Société nous adresse, avec ses remerciements, un exemplaire du compte-rendu de ce congrès.

Société
de l'industrie
du gaz.

Comité de l'Utilité publique Le Comité de l'Utilité publique demande que le Conseil d'administration saisisse la Chambre de Commerce de Lille d'un vœu tendant à obtenir la réduction de l'impôt perçu par le Trésor dans le transport par chemins de fer *des petits paquets*. Aucun membre de ce Comité ne se trouvant présent, la proposition est ajournée à la prochaine séance.

Concours. M. HALLEZ, mécanicien à Lille, présente pour le concours de 1880 une serrure de sûreté. Renvoyé au comité des arts mécaniques.

Congrès de l'industrie à Bruxelles. M. le Consul de Belgique informe la Société qu'un congrès international du commerce et de l'industrie se tiendra à Bruxelles dans le courant du mois de septembre 1880, et l'invite à s'y faire représenter. Sur la proposition du Conseil, l'Assemblée désigne MM. Adrien BONTÉ, Paul CRÉPY et Alfred RENOARD, comme délégués.

Médailles d'or en souffrance. M. DELECROIX, lauréat de 1878, réclame la médaille d'or qui lui a été attribuée. M. Delecroix a été instruit de la situation faite à la Société par le manque de parole de M. Ponscarne.

Excuses. M. VILLARET, qui devait présenter un rapport à l'Assemblée au nom du comité du commerce, s'excuse pour cause de maladie.

Présentations. Il est donné lecture du tableau des présentations: trois candidats y sont inscrits; le scrutin pour leur admission aura lieu à la séance de juin.

Communications. M. TERQUEM présente au nom de M. Stütz et au sien une lampe à gaz qu'ils ont fait breveter, dans laquelle sont évités les inconvénients que présente la lampe Bunsen.⁽¹⁾

M. TERQUEM, Perfectionnements à la lampe monochromatique. Après avoir remercié M. Terquem, au nom de l'assistance,

(1) Voir à la 3^e partie.

M. LE PRÉSIDENT annonce à l'assemblée que ce savant professeur veut bien faire une conférence, avec démonstrations expérimentales, sur la matière radiante. M. Terquem dit qu'il n'attend, pour réaliser sa promesse, que l'arrivée des instruments spéciaux que le Conseil l'a autorisé à commander et qu'il pourra être à la disposition de la Société dans le courant du mois de juin. Après l'échange de quelques observations entre les membres présents, sur les convenances de jour et d'heure, il est convenu que les Sociétaires seront réunis en séance extraordinaire le lundi 28 juin à huit heures du soir. Sur la demande de M. Terquem, cette séance aura lieu au grand amphithéâtre de la Faculté des Sciences où le professeur a sous la main, mieux que partout ailleurs, les moyens et les éléments nécessaires à bonne réussite des expériences.

M. l'abbé
VASSART,
Éclairage
électrique.

M. l'abbé VASSART entretient la Société de la question de l'éclairage électrique au point de vue de l'hygiène industrielle. L'éclairage au gaz place l'ouvrier dans les conditions les plus contraires à la santé par l'élévation de température que détermine la combustion du gaz, ainsi que par l'énorme quantité d'oxygène qu'elle consomme et de gaz irrespirables qu'elle produit. L'éclairage électrique est presque absolument exempt de ces inconvénients si graves. Relativement à l'hygiène de la vue, l'éclairage au gaz est très-défectueux par son insuffisance, par la direction de ses rayons et par l'action irritante de sa lumière plus ou moins rouge ou jaune. Ces mêmes observations s'appliquent à l'éclairage scolaire. L'éclairage électrique doit aussi être regardé comme exerçant sur l'œil une action non moins irritante, mais M. Vassart propose les conditions particulières d'installation qu'il juge les plus favorables pour atténuer les effets d'intensité et de coloration de la lumière électrique.

M. Jean
de MOLLINS,
Les huiles
de résine.

M. Jean de MOLLINS donne à la Société de nombreux détails

sur la fabrication des huiles des et graisses de résine et sur leur falsification.(4)

Scrutin. , Dans l'intervalle de ces lectures, il a été procédé au scrutin sur l'admission de sept nouveaux membres présentés en avril.

A l'unanimité :

MM. Lucien GARREAU, négociant en produits chimiques, présenté par MM. Ladureau et Corenwinder ;
DELANNOY, distillateur de pétrole, à Wattrelos, présenté par MM. Ladureau et Kuhlmann fils ;
Alfred DELAUNAY fils, raffineur de salpêtre, à Auby, présenté par MM. Ladureau et Kuhlmann fils ;
VALLET-ROGER, négociant en lins, à la Madeleine, présenté par MM. Ladureau et Kuhlmann fils ;
Georges DELESALLE, représentant des mines de Liévin, à Lille, présenté par MM. Ladureau et L. Bigo ;
Auguste SCHUBART, négociant en lins, à Lille, présenté par MM. Ladureau et Ed. Agache ;
et Félix DESCHAMPS, fondeur en cuivre, à Lille, présenté par MM. Ladureau et Wauquier,
ont été proclamés membres de la Société.

Assemblée générale mensuelle du 29 juin 1880.

Présidence de M. A. WALLAERT.

Procès-verbal M. LE SECRÉTAIRE-GÉNÉRAL donne lecture du procès-verbal de la séance du 25 mai. Aucune observation n'étant faite, le procès-verbal est adopté.

Conférence de M. TERQUEM. M. LE PRÉSIDENT, avant de dépouiller la correspondance,

(4) Voir à la 3^e partie.

propose à l'Assemblée de voter des remerciements à M. Terquem, pour la conférence remarquable qu'il a faite hier pour initier les membres de la Société à la théorie si originale du docteur Crookes sur la matière radiante ; le savant professeur a su rendre attrayant, grâce à son talent d'exposition et à des expériences nombreuses et habilement faites, le sujet de nature fort abstraite qu'il avait à traiter.

L'Assemblée s'unit à M. le Président pour remercier notre collègue M. Terquem.

Correspondance. M. LE DIRECTEUR DU CREUZOT demande, pour cette Compagnie, un abonnement au bulletin, bien qu'habitant la France. Le Conseil n'a pas hésité à le consentir.

M. LONAY, de Gand, demande si sa qualité de Belge doit l'empêcher de participer aux concours ouverts par la Société. Il lui a été répondu que ces concours sont ouverts à tous, en tant qu'il soit présenté des travaux intéressant les industries de la région du nord de la France.

M. DÉPIERRE se propose d'envoyer au concours un travail dont l'impression, en cas de récompense, nécessiterait des planches coloriées ; il demande si la Société consentirait à les faire exécuter. M. le Trésorier est chargé de répondre à cette lettre.

LA SOCIÉTÉ INDUSTRIELLE D'AMIENS, qui avait demandé un échange de 20 exemplaires des procès-verbaux des séances mensuelles, annonce qu'elle cesse cette publication et qu'en conséquence il n'y a plus lieu de lui continuer l'envoi réciproque. Elle annonce en outre que son programme de prix ne sera publié qu'en juillet.

M. LE CONSUL DE BELGIQUE avait demandé à la Société de désigner des délégués pour la représenter au Congrès international du commerce et de l'industrie qui doit se tenir à Bruxelles dans le courant du mois de septembre 1880. Le

Conseil ayant proposé et l'Assemblée générale du 25 mai ayant confirmé les nominations de MM. A. Bonte, P. Crépy et A. Renouard, avis en a été donné au consulat de Belgique qui annonce l'envoi prochain de cartes d'invitation pour les délégués.

M. LE CHEF DU SERVICE DES ÉCHANGES INTERNATIONAUX AU MINISTÈRE DE L'INSTRUCTION PUBLIQUE a annoncé, dans les premiers jours du mois, l'envoi d'un paquet de librairie émanant de la Société malacologique de Belgique. Rien n'est encore parvenu au secrétariat, et une lettre de réclamation a été adressée à Paris.

Depuis la dernière séance, la Société a reçu la visite de M. Jacquemart, inspecteur général de l'enseignement technique. Le Conseil s'est mis à sa disposition et lui a fourni tous les renseignements et tous les documents de nature à l'éclairer et à disposer l'administration à continuer à la Société la subvention qu'elle a bien voulu lui accorder jusqu'ici. Depuis, M. l'Inspecteur général, par l'intermédiaire de M. l'ingénieur Olry, a fait demander une copie du catalogue de la bibliothèque de la Société. Ce catalogue étant déjà assez important, le Conseil a pensé qu'il y avait lieu de le faire imprimer et d'en profiter pour en faire distribuer un exemplaire à tous les membres de la Société. La copie est faite et livrée depuis quelques jours à l'imprimerie.

Médailles.

M. PONSCARME s'est enfin résigné à livrer le coin si longtemps attendu, mais ce coin terminé à la hâte présente quelques imperfections de détails dont on doit exiger la correction; néanmoins le Conseil est aujourd'hui en mesure d'annoncer que les médailles seront prêtes cette année pour le concours de 1880 et aussi pour les lauréats de 1878 et de 1879 à qui elles n'ont encore pu être délivrées.

Transports
des
petits paquets.

Le Comité de l'Utilité publique, sur l'initiative de son vice-

président M. Léon Gauche, a soumis au Conseil une proposition tendant à ce que la Société Industrielle voulût bien soumettre à la Chambre de Commerce de Lille l'utilité d'émettre un vœu pour que le transport des petits paquets par chemin de fer en grande vitesse soit dégrevé, ou tout au moins allégé en partie, du droit de timbre de 35 %_m qui constitue environ 40 p. % du coût total sur un colis de 500 grammes.

Le Conseil a non-seulement pris en sérieuse considération la proposition du Comité d'Utilité publique, mais il propose lui-même à l'Assemblée de la compléter en étendant le vœu au droit de timbre de 70 %_m qui frappe les petits colis en petite vitesse, et qui est peut-être encore plus onéreux pour l'industrie et le commerce. L'Assemblée consultée approuve l'une et l'autre propositions qui seront réunies en une seule dans une lettre adressée par M. le Président de la Société à M. le Président de la Chambre de Commerce de Lille.

Bulletins.

M. Danel, imprimeur de la Société, fait savoir que le retard, dû à diverses causes, dans la publication des bulletins, est en voie d'être promptement regagné. Le bulletin N^o 26 (1^{er} trimestre de 1879), est achevé et en cours de distribution; la composition du N^o 27 sera terminée cette semaine et celle du 28 sous 15 jours. Si les auteurs ne font pas attendre les épreuves, le 27 paraîtra en juillet et le 28 en août. Quant au 29, il est si chargé de planches à graver, que M. Danel ne peut pas s'engager pour une date, mais il sera probablement distribué en octobre.

Présentations.

Il est donné lecture du tableau de présentation: deux candidats y sont inscrits; le vote sur leur admission aura lieu à la séance de juillet.

**Communi-
cations.**

M. COREN-
WINDER,
Tourteaux
de chanvre
et de ricin.

M. CORENWINDER communique à la Société les résultats des recherches qu'il a faites en collaboration de M. G. Contamine sur le tourteau de ricin sauvage ou pignon d'Inde (curcas purgans) et sur le tourteau de chanvre.

Le tourteau de chanvre contient :

| | |
|----------------------------------|--------|
| Azote | 5.23 % |
| Celui de Ricin sauvage | |
| Azote | 3.32 % |

Ces dosages ont été opérés sur des échantillons de tourteaux fabriqués avec des graines pures de tout mélange. Ils peuvent donc servir de terme de comparaison.

On voit que le tourteau de chanvre contient environ 2 % d'azote de plus que celui du pignon d'Inde. Aussi le premier coûte-t-il fr. 14.50 les 400 kil. à Lille et le second fr. 10.50 à Rouen.

Comme ces deux tourteaux ont une certaine ressemblance, il n'est pas étonnant qu'on ait falsifié celui de chanvre avec celui de ricin sauvage. L'avantage est marqué. Heureusement que cette falsification est facile à reconnaître par l'analyse chimique.

Il n'est même pas nécessaire d'avoir recours à la science pour découvrir si l'on a frauduleusement ajouté du tourteau de ricin au tourteau de chanvre.

Il suffit de délayer dans de l'eau une certaine quantité du tourteau qu'on veut essayer, et de laisser déposer, ou mieux, de filtrer. Si c'est du tourteau de chanvre pur, l'eau reste limpide ; s'il est mélangé de tourteau de ricin, l'eau est plus ou moins colorée en brun.

On sait que le tourteau de ricin est un poison violent. Un cultivateur des environs de Lille a perdu plusieurs animaux de l'espèce bovine auxquels un imprudent serviteur avait par mégarde donné à manger des tourteaux de cette espèce.

M. LADUREAU,
Fabrication
industrielle
de l'azotine.

M. LADUREAU entretient la Société d'une nouvelle découverte que l'on doit à M. Heddebault, agriculteur et fabricant d'engrais à Houplin (Nord), qui consiste à séparer industriellement la laine du coton, dans les tissus et déchets divers, où ces

deux textiles sont mélangés au moyen d'un courant de vapeur d'eau à 450° c^{es} sous la pression de 5 atmosphères.⁽¹⁾

M. DE MOLLINS,
Fabrication
de la
diphénylamine.

M. Jean DE MOLLINS présente à la Société un mémoire sur la fabrication de la diphénylamine, matière première de bleus très-brillants et de nouveaux orangés.⁽²⁾

Scrutin.

Dans l'intervalle de ces lectures, il a été procédé au dépouillement du scrutin pour l'admission de trois membres présentés en mai.

A l'unanimité :

MM. Tibulle COLLOR, négociant à Lille, présenté par
MM. Corenwinder et Contamine;

LE LAVANDIER, chimiste chez M. Simon Legrand, à
Bersée, présenté par MM. A. Renouard et Ladureau;

Et Paul GROULOIS, négociant à Lille, présenté par
MM. A. Bonte et P. Crépy,

sont proclamés membres de la Société.

(1) Voir à la 3^e partie.

(2) Voir à la 3^e partie.

DEUXIÈME PARTIE

TRAVAUX DES COMITÉS.

RÉSUMÉ DES SÉANCES.

**Comité du Génie civil, des Arts mécaniques
et de la Construction.**

Séance du 12 avril 1880.

Présidence de M. OLRÉ.

M. LE PRÉSIDENT annonce au Comité que M. Cornut a donné sa démission de membre de la commission des compteurs d'eau ; il prie M. Léon Thiriez de vouloir bien le remplacer.

Séance du 10 mai 1880.

Présidence de M. OLRÉ.

M. THOMAS présente au Comité une transformation de la formule du travail mécanique des cylindres à vapeur ; dans cette nouvelle formule il a remplacé le volume de vapeur admise, par le volume total du cylindre, facilement mesurable ;

ayant ensuite réduit les coefficients numériques en un seul, et ramené à l'unité les valeurs variables faisant fonction de simples multiplicateurs, il a obtenu une formule simplifiée sur laquelle il a construit une table de calculs faits, à double entrée, comprenant d'une part 14 pressions au générateur entre 1^{atm.} (ou 0 effectif) et 7^{atm.} en passant par les pressions exprimées en kil., et, d'autre part, 32 indices de détente entre 1/10^e et 1, comprenant tous les indices fractionnaires non réductibles en décimales (9^e, 8^e, 7^e, etc.)

Une seconde table à simple entrée donne le travail dû à la contre-pression d'après la hauteur du mercure dans le manomètre du condenseur. Cette table contient 76 nombres depuis 0[°]/_m de mercure jusqu'à 76[°]/_m.

L'ensemble des deux tables n'occuperait pas une page imprimée in-42.

Le Comité juge que ce petit travail peut en certains cas être utile, bien qu'en général on ait à peu près aussitôt fait d'employer l'ancienne formule avec une table de logarithmes réduite.

Rien d'autre n'étant à l'ordre du jour, la séance est levée.

Séance du 14 juin 1880.

Présidence de M. Du Bousquet.

Le Comité examine les travaux présentés pour le concours et dont M. le Président donne l'énoncé.

En premier lieu on s'occupera des travaux qui ont été présentés en 1879 et qui ont été ajournés, le temps ayant manqué pour les étudier sérieusement ; ils comportent :

Sous les N^{os} 2 et 3, des registres automatiques ; le Comité maintient l'ancienne commission composée de MM. MOLLET, PARSY et LISBET.

Sous les N^{os} 4, 5, 6 et 7, des produits calorifuges ; le Comité maintient l'ancienne commission composée de MM. MATHELIN, DUBREUIL, C. DELATTRE et ZAMBEAUX.

Viennent ensuite deux demandes nouvelles :

N^o 4, une serrure de sûreté. Commission MM. A GOSSART, CONTAMINE et DESCHAMPS.

N^o 8, un niveau d'eau pour générateurs. Commission MM. CORNUF, Léon THIRIEZ et WAUQUIER.

Comité de la Filature et du Tissage.

Séance du 14 avril 1880.

Présidence de M. Jules LEBLAN.

A l'occasion du dernier rapport de M. le D^r Arnould sur l'humidification de l'air des filatures et en particulier des filatures de coton, M. Georges SAINT-LÉGER donne connaissance de divers documents relatifs à cette question, et il rappelle que les essais d'humidification qui ont eu lieu jusqu'à ce jour n'ont pas été entrepris en vue de l'amélioration de l'hygiène des ateliers, mais bien pour absorber l'électricité produite par les machines ou du moins pour détruire son action délétère sur la fabrication du coton. En s'occupant maintenant d'une question d'hygiène, on arrive à un double but : on satisfait d'une part au bien-être des travailleurs et on arrive d'autre part à rendre meilleur le travail des machines.

On s'aperçoit, en effet, de l'excès d'électricité dans les filatures de coton lorsque le temps est au sec et qu'il fait du vent. Cet air sec absorbe en outre l'humidité de l'huile servant à lubrifier les transmissions et lui enlève ainsi un élément important de graissage.

Il faut donc humidifier l'air d'une façon quelconque.

M. Saint-Léger rapporte qu'un fabricant américain de grande compétence procédait de la manière suivante : s'étant procuré des cardes anglaises, il s'aperçut que le coton entraît facilement dans ces machines, mais que les peignes ne l'enle-

vaient des hérissons qu'à condition que les cardes fussent entourées de seaux d'eau et leurs alentours abondamment arrosés.

D'autres ont essayé d'atteindre le but par l'introduction de la vapeur dans ses conditions normales dans les ateliers. Mais la vapeur, sous ces conditions, donne beaucoup de chaleur et communique peu d'humidité à l'air.

Dans tous les cas, il est nécessaire que l'air soit toujours imprégné d'une certaine humidité et ne passe pas par des alternatives d'air sec et d'air humide. Ainsi quand l'air est sec au moment de la pose d'une courroie actionnant une broche, et que subséquemment il devient humide, cette courroie devient trop tendue et nécessite une puissance motrice plus élevée et une surabondance d'huile pour opérer le travail, tandis que si l'air est humide, de prime abord, et qu'il se sèche, la courroie devient lâche et ne fait pas tourner la broche avec la vitesse déterminée, d'où résulte la fabrication d'un fil à torsion inférieure. Enfin, n'y aurait-il pas cet inconvénient qu'il faut se rappeler qu'une humidité constante donne une certaine élasticité à toutes sortes de fils et qu'un air sec les fait facilement casser.

Séance du 11 mai 1880.

Présidence de M. Jules LEBLAN.

M. BATEUR entretient le Comité d'une nouvelle machine à repasser le lin, qu'il vient de faire construire par la maison J. Dossche, de Moulins-Lille, et qui fonctionne actuellement dans la filature de l'Institut Industriel du Nord.

L'auteur a imaginé de faire le travail du repassage, qui jusqu'ici se fait à la main, au moyen d'une machine à peigner

ordinaire, modifiée dans l'organe principal, c'est-à-dire dans la disposition des rouleaux sur lesquels s'enroulent les cuirs sans fin portant les peignes. Cette disposition par laquelle un certain nombre de peignes sont écartés de la perpendiculaire, permet de n'attaquer le cordon qu'à l'extrémité.

Entre la presse qui renferme le cordon de la matière à repasser et la partie où le cordon se trouve engagé dans les peignes, pour empêcher que les fibres de la matière, restant abandonnées et soumises à l'action des peignes, ne viennent à se rompre pendant l'opération, une presse continue, placée sous celle qui renferme le cordon, maintient les fibres de ce cordon. Cette presse, par un mécanisme particulier, doit s'ouvrir au moment où le tire-presses fonctionne, et se refermer au moment de la descente du chariot.

Les rouleaux sont disposés de manière à se mouvoir horizontalement et verticalement ; horizontalement pour approcher ou reculer les peignes du cordon, afin de donner le degré voulu au repassage ; verticalement pour attaquer le cordon à la hauteur voulue, suivant les besoins du travail à exécuter.

M. Batteur dit que le nombre des presses de cette machine varie suivant le nombre des presses et suivant la matière à travailler. Cette repasseuse peut se juxtaposer sur une peigneuse ordinaire ou se placer devant ; dans le premier cas, elle constitue véritablement une machine à repasser ; dans le second cas, c'est une émoucheteuse. L'auteur pense que ce repassage mécanique offre sur le repassage à la main les mêmes avantages que le peignage mécanique comparé au peignage à la main.

M. Ed. FAUCHEUR dit que, sans nier le mérite de l'invention, il croit nécessaire d'attendre que l'expérience ait pu éclairer les industriels avant que ceux-ci puissent se prononcer sur son utilité. Dans tous les cas, il trouve les machines actuelles déjà très-longues et la repasseuse de M. Batteur ne pourrait que les

allonger encore. Les filateurs qui déjà se plaignent de la place qu'occupent leurs peigneuses, se résoudront difficilement à faire l'essai d'une machine certainement peu coûteuse, mais qui ajoute encore à l'inconvénient signalé.

Séance du 8 juin 1880.

Présidence de M. Edmond FAUCHEUR, Vice-Président.

En l'absence de M. Jules Leblan, président, M. Edmond FAUCHEUR, vice-président, prend place au fauteuil.

M. Alfred RENOARD fait une communication sur l'industrie et la culture du lin en Belgique, en Hollande et en Allemagne⁽¹⁾.

(1) Voir cette communication, *in extenso*, à la 3^e partie.

Comité des Arts chimiques et agronomiques.

Séance du 7 avril 1880.

Présidence de M. LADUREAU.

Par décision du Comité, les séances continueront à se tenir le mercredi, mais à huit heures 1/2 au lieu de 8 heures.

M. LADUREAU présente au Comité une étude sur les graines de lin.⁽¹⁾

Séance du 5 mai 1880.

Présidence de M. LADUREAU, Président.

M. J. DE MOLLINS communique au Comité des observations très-intéressantes sur la fabrication des huiles de résine⁽²⁾.

Séance du 3 juin 1880.

Présidence de M. LADUREAU.

M. CORENWINDER présente les résultats de recherches qu'il a faites sur la graine du ricin sauvage au point de vue de l'utilisation des tourteaux et du moyen de les distinguer des tourteaux de chanvre.⁽³⁾

(1) Voir cette étude *in extenso* à la 3^e partie.

(2) Voir à la 3^e partie.

(3) Voir l'analyse de ce travail, 4^{re} partie, page 276.

M. Jean DE MOLLINS présente un travail sur la diphénylamine qui joue un rôle important dans la fabrication de la rosaniline, de nouveaux bleus et de nouveaux orangés. (1)

M. LADUREAU parle de l'azotine, nouvel engrais préparé par M. Heddebault, par le traitement des chiffons mélangés de laine. (2)

MM. CORENWINDER, MEUREIN et HOCHSTETTER sont désignés par le Comité pour étudier cette question.

(1) Voir ce travail *in extenso* à la 3^e partie.

(2) Voir cette communication *in extenso* à la 3^e partie.

Comité du Commerce et de la Banque.

Séance du 6 avril 1880.

Présidence de M. OZENFANT-SCRIVE.

Plusieurs membres proposent de ne commencer désormais les séances qu'à 8 heures 1/2. Cette proposition est adoptée.

Un membre soulève la question suivante : l'effet, le jour de l'échéance, doit être présenté par le porteur, mais, faute de présentation, *quid?* ne serait-il pas nécessaire que le porteur fit, en cas de contestation, la preuve de la présentation ?

Ce Comité charge M. VILLARET de faire un rapport sur l'ouvrage de M. Maxime Lecomte : *Leçons d'un père à son fils sur la constitution et la loi.*

Séance du 1^{er} juin 1880.

Présidence de M. OZENFANT-SCRIVE.

Sur la proposition de M. le PRÉSIDENT, le Comité décide qu'il sera porté au Conseil d'administration le vœu que le Comité du Commerce et celui de l'Utilité publique soient désormais réunis et fusionnés sous une seule présidence ; cette mesure aurait pour objet de donner plus d'extension aux programmes de l'un et de l'autre Comités et plus d'intérêt à leurs séances.

M. le Président fera part de ce vœu à M. le Président du Comité de l'Utilité publique afin qu'il puisse être présenté au Conseil d'un commun accord.

Comité de l'Utilité publique.

Séance du 13 avril 1880

Présidence de M. ALF. THIBIEZ.

Question des apprentis. — M. LE PRÉSIDENT n'a pas disposé jusqu'aujourd'hui du temps nécessaire pour se rendre compte de l'étendue et des diverses faces de la question. Il a reçu le dernier bulletin de la Société de protection des apprentis de Paris, et il est frappé du petit nombre de placements opérés par cette Société, ce qui l'inquiète relativement aux succès des efforts dans le même sens que pourrait tenter la Société industrielle.

En ce qui concerne les enfants à placer, se présentent naturellement les orphelins de la guerre, les orphelins de Saint-Gabriel et quelques autres, assistés d'une façon analogue; quant aux patrons, les ouvriers de métier sont rares à Lille, en dehors des filatures, teintureries, céruseries, etc. Il faudrait, de plus, un intermédiaire organisé, un Comité de placement.

M. L. GAUCHE offre 2 heures par semaine pour sa participation à cette œuvre.

Un Membre indique l'Institut industriel comme pouvant être à la fois bureau de placement et école d'apprentissage.

M. LE PRÉSIDENT constate qu'à Lille les enfants des ouvriers et les orphelins sont envoyés aux ateliers à l'âge de 12 à 14 ans. On ne s'en occupe plus. L'œuvre St-Gabriel essaie de placer quelques-uns de ces enfants chez des imprimeurs, des

horlogers, etc. Ils reviennent souvent à l'orphelinat, ayant perdu au point de vue moral.

M. le Président invite les membres du Comité à étudier spécialement cette question.

Séance du 11 mai 1880.

Présidence de M. L. GAUCHE.

M. ARNOULD rend compte de la lecture qu'il a faite du bulletin de la Société des apprentis de Paris, à lui confié par M. Alf. Thiriez. Il résulte de ce document :

1° Qu'il faut, dans une société semblable, un assez grand nombre de personnes très-dévouées, disposant de leur temps et de certaines connaissances spéciales ;

2° Qu'il faut que la société dispose de fonds pouvant couvrir quelques dépenses immédiates ; par exemple, l'achat d'un lit à l'apprenti, meuble que les patrons ne fournissent pas volontiers ;

3° Que Paris possède un nombre et une variété de professions presque artistiques, comportant et même nécessitant l'apprentissage, auxquelles Lille n'a rien à comparer.

M. Ed. CRÉPY ne voit pas d'avenir pour une œuvre de ce genre à Lille, où il y a surtout de grandes industries qui n'exigent pas d'apprentissage et où le séjour permanent de l'enfant chez le patron est tout-à-fait contraire aux habitudes.

M. L. GAUCHE fait la communication suivante relative à l'excessive cherté du transport par chemin de fer, en grande vitesse, des colis dits « petits paquets. »

Au nombre des impôts les plus mal établis et qui doivent au plus tôt disparaître, figure au premier rang, celui qui grève

les transports de grande vitesse. C'est surtout sur le transport des petits paquets que l'impôt dont nous parlons se fait sentir lourdement.

Les grandes Compagnies de chemins de fer se sont entendues entre elles pour créer en commun un tarif réduit applicable au transport des petits paquets. Ce tarif, inauguré en 1878 seulement, a donné déjà d'excellents résultats pour le commerce et l'industrie; en un an, le trafic a presque doublé. Il résulte notamment du compte-rendu de la Compagnie d'Orléans pour l'exercice de 1879, que pendant l'année 1877 qui a précédé la mise en application de ce tarif, le nombre des expéditions de colis ne dépassant pas 5 kilogrammes avait été de 1,200,000 environ et qu'en 1879 le nombre de ces expéditions s'est élevé à 2,300,000, soit une augmentation de plus de 90 %.

Mais ce tarif spécial est grevé au profit du Trésor d'un impôt excessif et qui ne saurait être maintenu plus longtemps. Qu'on en juge: pour un colis de 500 grammes expédié et remis à domicile, il est perçu par application du tarif dont nous parlons, 85 centimes dont 38 sont prélevés par le Trésor et 47 seulement restent entre les mains de la Compagnie (4).

Ce prélèvement de plus de 40 % au profit de l'Etat n'est-il pas exorbitant? Ne semble-t-il pas que, par une semblable perception, on a voulu à toute force entraver la circulation et arrêter le commerce dans son essor?

Ce tarif des petits paquets peut rendre de grands services à tous, non-seulement aux commerçants, aux industriels, mais encore à la population tout entière?

(4) Exactement :

| | | | |
|--|--------|---|--------------|
| Factage au départ et à l'arrivée | 0,250 | } | 0,47.3 |
| Taxes revenant au chemin de fer | 0,223 | | |
| Perception pour le compte de l'État, timbre de 35 %m compris.. | 0,37.7 | | |
| | | | <hr/> 0,85.0 |

Dans un paquet de 5 kilogrammes on peut mettre beaucoup de choses ; non-seulement le commerce de détail peut envoyer un grand nombre de marchandises , mais l'agriculteur, le jardinier peuvent expédier d'un bout de la France à l'autre des fleurs , des fruits , des légumes , des primeurs de tous genres ; c'est une combinaison très-profitable à tous , il est donc désirable que le Trésor ne mette pas un plus long obstacle au développement considérable que ce mode de transport est destiné à prendre.

M. Ed. CRÉPY fait observer que ce détail est une partie de toute une vaste question actuellement à l'étude.

Néanmoins , le Comité formule le vœu proposé par M. Léon Gauche.

Séance du 8 juin 1880.

Présidence de M. A. THIRIEZ.

La correspondance comprend une lettre de M. le Président du Comité du Commerce , proposant au Comité de l'Utilité publique d'examiner un projet de fusion entre les deux Comités. Après échange d'idées sur la situation respective des deux Comités , M. le Président propose de mettre la question à l'ordre du jour de la prochaine séance.

TROISIÈME PARTIE.

TRAVAUX PRÉSENTÉS A LA SOCIÉTÉ.

ÉTUDES

SUR LA

COMPOSITION CHIMIQUE DE LA GRAINE DE LIN

Par M. A. LADUREAU,

Directeur de la Station agronomique du Nord.

On n'a publié jusqu'ici qu'un très petit nombre d'analyses de graines de lin. La composition de cette graine et les variations que présentent les diverses proportions d'éléments minéraux qu'elle renferme, sont donc peu connues encore.

C'est pour combler cette lacune que nous avons entrepris le travail dont nous allons exposer les principaux résultats.

Chaque année, les cultivateurs français qui se livrent à la culture du lin, emploient pour leurs semailles quelques millions de kilogrammes de graines qu'ils font venir à grands frais de Russie, et que l'on connaît sous le nom de graines de tonnes. Nous reviendrons tout-à-l'heure sur cette dénomination. Ces graines donnent naissance

à d'autres que l'on peut encore semer et que l'on désigne du nom de graines de *sous tonne* ou *d'après tonne*. Les produits de cette deuxième culture ne sont plus susceptibles d'être semés, les lins qui en résultent sont maigres, courts, étiolés, presque sans valeur; on ne les emploie donc que pour la fabrication de l'huile, et c'est ce que l'on appelle graines de troisième année ou *graines à tordre*.

Or, il arrive souvent que des négociants peu honnêtes, défoncent les tonnes dans lesquelles les graines de lin de Russie sont expédiées (d'où leur nom de graines de tonnes), et remplacent ces graines en partie ou en totalité par d'autres récoltées dans le pays, ayant une valeur commerciale et agricole beaucoup moindre.

Ils réalisent ainsi, au détriment de la culture, des bénéfices élevés, et compromettent gravement le résultat des longs et minutieux travaux que cette plante exige à son début. Les caractères physiques qui différencient la graine de lin russe de la graine du pays n'étant pas assez tranchés pour permettre de les reconnaître facilement l'une de l'autre, surtout quand elles ont été mélangées ensemble, nous avons recherché si l'on ne pouvait trouver dans la composition chimique de ces différentes graines, le critérium nécessaire à leur distinction.

Nous avons voulu voir, en outre, quelle dégénérescence éprouvait la graine russe cultivée dans nos climats, puisque, dès la seconde année de son emploi, elle devenait inapte à la reproduction. Était-il possible d'empêcher cette dégénérescence, soit au moyen d'un procédé de culture spécial, soit par l'emploi d'engrais approprié? Une telle découverte exempterait à l'avenir la culture française de l'impôt indirect qu'elle paye chaque année à la Russie, en important de ce pays, une grande partie de ses graines de semences.

Pour résoudre ces divers problèmes, nous avons entrepris l'analyse d'un grand nombre d'échantillons de graines de toutes provenances; ayant reconnu que la composition de ces graines présentait peu de variation au point de vue de la quantité d'huile, de cellulose,

d'amidon, de matières protéiques, etc., qu'elles renferment, nous avons examiné tout particulièrement les matières minérales, les sels divers que contenaient ces graines. Les résultats de nos analyses, leur examen comparatif, nous ont paru assez intéressants pour devoir être publiés; nous avons du moins l'espoir qu'ils auront avancé un peu l'état de la question, s'ils ne l'ont pas complètement éclairée.

Pour exécuter les analyses dont nous parlons, nous avons d'abord incinéré complètement, au rouge sombre, chaque échantillon de graine, jusqu'à ce que les cendres fussent complètement blanches, sans trace de noir; nous en avons déterminé chaque fois la proportion exacte par une pesée directe, puis nous avons séparé par de nombreux traitements à l'eau distillée bouillante, puis à l'acide azotique étendu, d'abord les sels alcalins solubles dans l'eau, puis les sels magnésiens et calcaires, dits alcalino-terreux, solubles dans les acides, et enfin les matières minérales diverses insolubles, telles que la silice, les silicates, le sesquioxyde de fer, etc. Chaque catégorie de sels a été pesée à part: on trouvera au tableau ci-après les chiffres qui s'y rapportent; ce premier travail, qui a été exécuté avec le plus grand soin, constitue déjà une base fort utile: il fixe d'une manière tout-à-fait nette et précise les proportions des divers groupes de sels que renferment les lins de tous les pays de production. C'est un point de repère et de comparaison auquel on peut se reporter facilement, et qui montre que les rapports qui existent entre les divers groupes de sels que renferment toutes les graines de lins ne sont susceptibles que de faibles variations.

Ce point était utile à établir, surtout en présence des analyses de graines de lin déjà publiées, et dans lesquelles nous avons rencontré parfois une quantité de potasse (KO) qui à elle seule était plus élevée que la totalité des sels solubles; ce qui nous fait croire que bien des analyses de nos savants prédécesseurs sont à refaire, car elles sont souvent entachées d'erreurs graves qu'expliquent suffisamment l'impureté des produits qu'ils y employaient, l'imperfection des

ÉTUDE SUR LA COMPOSITION

| N ^o D'ORDRE. | PROVENANCE DES GRAINS. | CENDRES pour CENT. | SELS SOLUBLES | | SELS INSOLUBLES Silice, Silicates, Oxyd. de fer. |
|----------------------------|-------------------------------------|--------------------------|----------------|------------------|--|
| | | | dans l'eau. | dans l'acide. | |
| 1 | Riga (Russie) Tonnes | 3.34 | 24.20 | 74.00 | 4.80 |
| 2 | id. | 3.89 | 23.10 | 74.80 | 5.40 |
| 3 | id. | 3.87 | 49.60 | 77.90 | 2.50 |
| 4 | id. | 3.89 | 18.70 | 80.50 | 0.80 |
| 5 | id. | 3.60 | 48.20 | 79.67 | 2.13 |
| 6 | id. | 3.58 | 47.70 | 80.00 | 2.30 |
| 7 | id. | 3.55 | 18.70 | 78.50 | 2.80 |
| 8 | id. | 3.57 | 17.20 | 80.50 | 2.30 |
| 9 | id. | 3.25 | 17.60 | 80.80 | 4.60 |
| 40 | Taganrog (Russie)..... | 3.05 | 23.00 | 75.20 | 4.80 |
| 41 | id. | 3.25 | 18.50 | 79.70 | 1.80 |
| 42 | Saint-Petersbourg (Russie)..... | 3.70 | 22.40 | 75.80 | 1.80 |
| 43 | Calcutta (Inde). | 3.50 | 23.20 | 74.00 | 2.80 |
| 44 | Bombay (Inde)..... | 2.80 | 24.00 | 73.20 | 2.80 |
| 45 | id. | 2.95 | 22.50 | 76.20 | 4.30 |
| 46 | id. | 3.40 | 27.20 | 64.70 | 8.40 |
| 47 | id. | 3.04 | 23.50 | 75.45 | 1.05 |
| 48 | Chili (Amérique méridionale)..... | 3.30 | 49.50 | 78.30 | 2.20 |
| 19 | Algérie (Afrique)..... | 2.53 | 22.40 | 70.90 | 2.00 |
| 20 | Oran (Afrique)..... | 3.28 | 24.20 | 72.60 | 3.20 |
| 21 | Principautés danubiennes..... | 3.41 | 22.92 | 75.28 | 4.80 |
| 22 | Roumélie..... | 3.20 | 49.20 | 79.70 | 4.10 |
| 23 | Turquie d'Europe..... | 3.55 | 24.50 | 76.40 | 2.40 |
| 24 | Bayonne (France)..... | 3.20 | 20.20 | 76.00 | 3.80 |
| 25 | Nord de la France (sous tonne)..... | 4.32 | 22.00 | 76.40 | 4.60 |
| 26 | id. id. | 4.50 | 26.20 | 69.40 | 4.40 |
| 27 | id. id. | 4.40 | 22.20 | 74.20 | 6.60 |
| 28 | id. 3 ^e année..... | 4.25 | 24.30 | 74.90 | 3.80 |
| 29 | id. id. | 4.20 | 25.40 | 68.90 | 5.70 |
| 30 | id. id. | 4.33 | 22.70 | 75.00 | 2.30 |
| 31 | id. id. | 5.10 | 25.45 | 74.40 | 3.45 |
| | Moyennes..... | 3.60 | 24.40 | 73.40 | 2.80 |

CHIMIQUE DE LA GRAINE DE LIN.

| SELS SOLUBLES. | | | | | SELS INSOLUBLES. | | | |
|----------------|---------|-------------------|--------------------|----------------------------|------------------|-----------|--------------------|----------------------------------|
| Potasse. | Chlore. | Acide sulfurique. | Acide phosphoriqu. | Soude et acide carbonique. | Chaux. | Magnésie. | Acide phosphoriqu. | Acides sulfurique et carbonique. |
| 6.30 | 0.70 | 3.60 | 7.70 | 5.90 | 8.42 | 43.32 | 31.35 | 48.90 |
| 5.78 | 60 | 4.84 | 8.05 | 4.26 | 8.92 | 42.44 | 28.44 | 22.04 |
| 4.34 | 60 | 3.69 | 6.60 | 4.37 | 7.39 | 15.76 | 24.65 | 20.40 |
| 5.22 | 65 | 3.70 | 6.69 | 2.54 | 7.62 | 48.36 | 35.75 | 10.77 |
| 8.15 | 80 | 2.45 | 4.95 | 4.85 | 7.95 | 46.56 | 33.55 | 21.61 |
| 10.89 | 80 | 2.22 | 3.90 | 3.79 | 8.17 | 48.26 | 32.95 | 46.72 |
| 5.27 | 50 | 4.50 | 3.85 | 4.58 | 7.06 | 45.73 | 35.20 | 20.51 |
| 7.70 | 50 | 4.50 | 2.20 | 2.30 | 7.00 | 17.49 | 36.30 | 49.65 |
| 6.75 | 45 | 3.09 | 3.60 | 3.74 | 7.40 | 22.52 | 36.00 | 24.23 |
| 44.38 | 27 | 8.24 | 2.48 | 0.93 | 7.04 | 25.52 | 29.18 | 44.69 |
| 7.68 | 35 | 5.66 | 3.59 | 1.21 | 7.55 | 29.00 | 26.80 | 46.35 |
| 9.00 | 20 | 3.20 | 4.41 | 5.60 | 6.92 | 48.72 | 29.70 | 20.46 |
| 9.93 | 40 | 3.61 | 8.40 | 0.86 | 6.77 | 45.52 | 24.00 | 47.74 |
| 44.67 | 65 | 3.43 | 3.58 | 4.65 | 7.32 | 25.40 | 48.80 | 21.68 |
| 12.14 | 55 | 5.15 | 4.40 | 0.29 | 6.96 | 25.98 | 20.81 | 22.44 |
| 40.01 | 35 | 10.82 | 3.04 | 2.38 | 6.72 | 48.56 | 25.85 | 43.57 |
| 11.25 | 45 | 4.36 | 3.85 | 3.89 | 8.10 | 48.93 | 26.85 | 21.47 |
| 8.49 | 32 | 5.15 | 4.74 | 1.13 | 8.05 | 23.08 | 29.00 | 48.17 |
| 42.53 | 12 | 3.10 | 4.43 | 0.95 | 7.48 | 48.57 | 31.35 | 49.80 |
| 42.05 | 32 | 3.60 | 3.73 | 4.50 | 8.15 | 22.52 | 29.59 | 22.39 |
| 9.32 | 25 | 2.60 | 4.95 | 5.80 | 7.42 | 20.37 | 30.25 | 47.24 |
| 7.24 | 45 | 4.29 | 4.55 | 5.70 | 7.25 | 42.73 | 25.40 | 34.32 |
| 7.73 | 50 | 4.80 | 7.70 | 0.77 | 8.10 | 12.45 | 44.30 | 44.55 |
| 8.68 | 84 | 3.95 | 4.39 | 2.33 | 5.98 | 44.97 | 30.04 | 25.05 |
| 7.64 | 40 | 3.49 | 4.30 | 6.50 | 6.95 | 43.53 | 26.50 | 29.42 |
| 6.75 | 27 | 5.15 | 4.60 | 2.43 | 5.89 | 44.82 | 30.80 | 47.89 |
| 6.75 | 30 | 7.37 | 6.80 | 0.97 | 6.40 | 43.28 | 20.80 | 34.02 |
| 9.34 | 25 | 2.23 | 2.20 | 10.28 | 7.94 | 9.24 | 14.85 | 39.90 |
| 5.34 | 20 | 7.48 | 2.40 | 10.02 | 6.25 | 46.44 | 15.80 | 30.44 |
| 7.43 | 27 | 4.84 | 3.20 | 6.89 | 6.05 | 45.55 | 45.62 | 37.78 |
| 8.34 | 23 | 6.33 | 2.35 | 8.23 | 6.34 | 14.39 | 14.05 | 34.62 |
| 8.45 | 0.43 | 4.45 | 4.60 | 3.76 | 7.30 | 48.00 | 27.00 | 23.43 |

procédés suivis, et parfois aussi l'inhabileté des jeunes élèves et préparateurs qui les aidaient.

Après avoir isolé ainsi les uns des autres les sels alcalins, alcalino-terreux et autres, nous avons déterminé dans chacune des solutions : 1° la quantité de potasse (KO) en la précipitant à l'état de chloroplatinate de potassium et en la pesant à cet état ; 2° la quantité de chlore, par le nitrate d'argent ; 3° l'acide sulfurique soluble au moyen du sulfate de baryte ; 4° l'acide phosphorique soluble, en le précipitant à l'état de phosphate ammoniaco-magnésien, et en le dosant ensuite par la liqueur d'urane titrée ; 5° l'acide carbonique et la soude, par différence ; 6° la chaux, par l'oxalate d'ammoniaque et la calcination du précipité ; 7° la magnésie par le phosphate de soude et l'ammoniaque qui la transforment en phosphate ammoniaco-magnésien ; 8° l'acide phosphorique insoluble, c'est-à-dire la partie combinée à la chaux et à la magnésie, par le même procédé que celui décrit plus haut, et enfin les acides carbonique et sulfurique en combinaisons insolubles, par différence.

Ajoutons que, avant de procéder à la calcination des graines, elles avaient été versées sur une grande feuille de papier blanc et que l'on avait isolé à la main tous les corps étrangers, bois, paille, terre, cailloux, graines étrangères, etc., dont la présence aurait pu influencer d'une manière fâcheuse sur les résultats de l'analyse. Malgré ces précautions, on verra, dans le tableau ci-après, quatre ou cinq échantillons qui présentent une proportion de substances minérales insolubles dans les acides beaucoup plus élevés que tous les autres, et qui doivent cette anomalie à une petite quantité de terre adhérente à la graine et dont nous n'avons pas pu la débarrasser complètement. Nous avons remarqué cela après avoir épuisé nos cendres par l'acide azotique, en jetant sur le filtre le résidu de ce traitement, qui avait tout-à-fait l'apparence de l'argile calcinée.

Les échantillons sur lesquels nous avons opéré nous ont été fournis par quelques grands importateurs de graines de lin, qui nous ont garanti leur provenances et qui sont entièrement dignes de foi.

Nos incinérations ont porté toujours sur une quantité de graines égale à 50 grammes au moins, quelquefois même 100 grammes.

A plusieurs reprises, nous avons recommencé des opérations qui nous avaient inspiré quelques doutes et n'avons admis leurs résultats que lorsque nous en étions absolument certain.

On trouvera dans le tableau suivant les chiffres qui se rapportent à chacune de ces analyses.

Voici les conclusions que l'on peut tirer de l'examen comparatif des chiffres de ce tableau :

1° La proportion de sels minéraux varie peu dans les graines de diverses provenances. Elle est un peu plus forte dans les graines de 2^e et de 3^e année que dans celles de tonnes. Leur quantité moyenne est de 3,60 % du poids des graines sèches.

2° Le rapport des sels solubles aux sels insolubles n'éprouve également que des variations assez faibles.

3° Les substances minérales insolubles dans l'eau et dans les acides sont presque constantes. Dans les graines bien émondées, la quantité ne dépasse guère 3 % du poids des cendres totales.

4° Les éléments qui dominent dans ces sels sont, dans l'ordre de leur importance relative :

L'acide phosphorique ;

La magnésie ;

La potasse ;

La chaux ;

5° La proportion d'acide phosphorique total, dans les graines de même provenance, est sensiblement constante.

Elle atteint son maximum dans les graines d'origine russe venant de Riga, ce qui explique leur grande valeur comme graines de semence.

6° Les graines d'importation directe renferment ordinairement près de 40 % du poids des cendres, d'acide phosphorique total ; celles de 2^e année ne renferment plus que 30 % environ de ce

corps ; quant à celles de 3^e année , impropres à l'ensemencement , leur proportion moyenne d'acide phosphorique n'est plus que de 15 à 20 %.

C'est à ce fait surtout qu'on doit , croyons-nous , attribuer les causes de la dégénérescence rapide des graines russes cultivées dans nos pays.

Cette proportion élevée d'acide phosphorique que nous trouvons dans les graines russes et dans celles de quelques autres régions nous fait croire que le sol dans lequel ces graines ont pris naissance est exceptionnellement riche en éléments phosphatés.

7^o Enfin , la potasse , la chaux et la magnésie ne subissent que peu de variations , tantôt en plus , tantôt en moins , de sorte qu'il paraît très-difficile d'en tirer la moindre déduction intéressante.

Nous avons voulu savoir si , au moyen d'engrais de richesse et de composition variables , on pouvait faire passer dans la graine de lin , des quantités correspondantes d'éléments minéraux , et nous avons , dans ce but , recueilli avec soin les graines provenant d'un champ d'expériences que nous avons institué dans les environs de Lille pour y étudier l'influence de divers engrais sur cette culture.

Nous avons employé une bonne graine venant directement de Riga et dont nous donnerons ci-après la composition. Les divers carrés du champ d'expériences avaient reçu les engrais suivants :

Nitrate de soude ;

Guano ;

Superphosphate de chaux fossile ;

Kaïnit (sel multiple de potasse , soude et magnésie) ;

Engrais flamand (déjections humaines) ;

Un engrais chimique complet spécial pour lin employé à doses progressives ;

Enfin , un carré avait été laissé sans aucun engrais pour servir de terme de comparaison.

Nous n'avons recherché dans ces graines que les quantités de

potasse, d'acide phosphorique soluble et d'acide insoluble. Ces quantités sont relevées dans le tableau suivant :

| N ^o d'ordre. | OBSERVATIONS DIVERSES. | CENDRES pour 100. | SELS solubles. | SELS insolubles. | POTASSE. | ACIDE phosphorique soluble. | ACIDE phosphorique insoluble. |
|----------------------------|-------------------------------|----------------------|-------------------|---------------------|----------|-----------------------------------|-------------------------------------|
| 1 | Graine semée..... | 3.25 | 17.60 | 82.40 | 6.75 | 3.60 | 36.00 |
| 2 | Graine récoltée. Nitrate..... | 4.50 | 24.80 | 75.20 | 9.64 | 3.20 | 23.20 |
| 3 | — Guano..... | 4.96 | 23.40 | 76.60 | 8.68 | 2.90 | 28.90 |
| 4 | — Superphos... | 6.13 | 32.40 | 67.60 | 11.96 | 4.25 | 33.75 |
| 5 | — Kaïnit..... | 5.00 | 20.80 | 79.20 | 10.22 | 2.30 | 32.50 |
| 6 | — Eng. flamand. | 3.85 | 12.80 | 87.20 | 5.59 | 1.05 | 29.15 |
| 7 | — Eng. chimiq. | 3.75 | 18.80 | 81.20 | 6.75 | 4.40 | 29.20 |
| 8 | — — | 3.94 | 18.75 | 81.25 | 8.40 | 2.90 | 34.70 |
| 9 | — — | 3.62 | 14.83 | 85.17 | 5.79 | 1.30 | 37.10 |
| 10 | — Rien..... | 2.86 | 25.80 | 74.20 | 11.54 | 3.10 | 35.12 |

Cette expérimentation n'a pas donné, comme on le voit, des résultats bien intéressants. C'est le nitrate de soude qui a fourni les graines dans lesquelles nous trouvons le moins d'acide phosphorique, il est vrai ; mais dans le carré où l'on n'a employé que du kaïnit, c'est-à-dire un sel de potasse, soude et magnésie sans phosphates, nous obtenons des graines aussi riches en acide phosphorique que celle du carré 7 où l'on a employé un bon engrais chimique complet. Le carré 10 sans engrais a donné une graine presque aussi riche que la graine mère, mais le lin qui portait cette graine était de qualité très médiocre et la semence fort peu abondante.

Ce qu'il y a de plus remarquable, c'est que, dans les carrés fumés avec des doses progressives d'engrais chimiques, ce sont les quantités les plus élevées de cet engrais qui ont donné les graines les plus riches en acide phosphorique.

Les lins cultivés avec cet engrais étaient d'excellente qualité et d'une égalité très remarquables. Leurs graines furent abondantes et riches.

Quoique ces études demandent beaucoup de temps et que leurs résultats ne soient pas toujours aussi nets et aussi concluants que nous pourrions le désirer, nous allons les continuer durant quelques années et chercher si l'on ne peut arriver à produire en France des graines spéciales capables de lutter avec celles de Russie, soit en faisant l'objet d'une culture spéciale, comme cela a lieu pour la betterave, soit, ce qui serait infiniment préférable, en améliorant celles que produit le lin cultivé dans nos régions en vue de sa fibre textile.

Nous rendrons prochainement compte de nos dernières expériences relatives à la culture de cette plante à l'aide des engrais chimiques et autres.

LAMPE A GAZ A L'USAGE DES LABORATOIRES

ET NOUVELLE LAMPE MONOCHROMATIQUE

POUR LA SACCHARIMÉTRIE

Construites par M. STUTZ, Opticien à Lille,

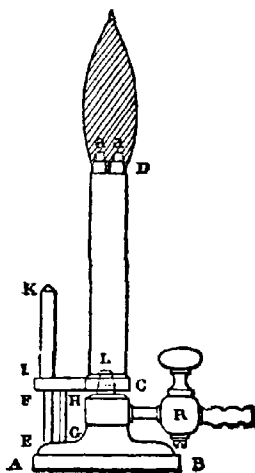
SUR LES INDICATIONS

De M. A. TERQUEM,

Professeur à la Faculté des Sciences de Lille.

BRÛLEUR A GAZ.

Description. 4. — La lampe destinée aux mêmes usages que les brûleurs à gaz de Bunsen, pour produire des températures élevées, a la forme suivante : Un pied AB en fonte porte le tube qui amène le gaz, le robinet R, ainsi que la tubulure centrale L par laquelle il s'échappe. Ce pied est surmonté d'un tube CD, qui peut être soulevé ou abaissé, en glissant le long de la tige EF. Cette tige est fendue vers le haut et fait ressort contre les parois du tube IK, destiné à préserver en outre cette tige du contact de toute matière étrangère qui pourrait tomber sur la lampe. L'introduction de l'air qui doit être mélangé au gaz, s'obtient en soulevant peu à peu le tube CD à



l'aide d'un levier muni d'une manette, non représenté sur la figure ; on peut ainsi régler la lampe , même quand elle s'est échauffée par un usage prolongé. Vers le haut de ce tube se trouvent fixées aux parois deux petites lames verticales en forme de trapèze qui dépassent le bord du tube et divisent l'orifice de sortie en quatre compartiments.

réglage. 2. — Le gaz d'éclairage doit avoir une pression variant de 15^{mm} à 30^{mm}. Pour en régler la combustion, on l'allume en haut du tube CD, celui-ci étant en contact avec le pied AB ; on soulève ensuite ce tube progressivement, jusqu'à ce que l'on voie se produire quatre petites cônes *aa* d'un bleu verdâtre , qui dépassent à peine les cloisons verticales, surmontés d'une flamme conique pleine de couleur pourpre ; on ne gagne rien à soulever davantage le tube CD au-delà de ce point, et on risque au contraire, si la pression du gaz est trop faible, de voir l'inflammation se communiquer au bec inférieur L.

Avantages
de
cette lampe.

3. — Le plus grand avantage que présente l'emploi de cette lampe sur celui des lampes Bunsen, c'est que la flamme est pleine, au lieu d'être creuse, comme on peut s'en assurer à l'aide d'une toile métallique. La température supérieure à 1200°, est très uniforme, puisqu'un fil fin de cuivre rouge fond dans toutes les parties de la flamme. Un creuset de platine, chauffé avec cette lampe, est porté au rouge depuis sa base jusqu'au couvercle ; on peut y fondre les sels les plus réfractaires, tels que du sel marin, du borax, du phosphate de soude, ; y faire des attaques de silicates, opérations qui nécessitent généralement l'emploi de souffleries ou de fourneaux spéciaux. En outre les gaz de la flamme étant presque uniquement formés d'azote et d'oxyde de carbone, n'attaquent pas la surface du creuset, comme le font les flammes qui contiennent des gaz carbonés.

La flamme, grâce aux cloisons supérieures est très fixe, et la combustion ne se communique plus au bec inférieur, quand la lam a

été bien réglée. Le pied et le tube qui amène le gaz ne s'échauffent pas, à cause de la séparation complète du tube CD et du pied ; ce tube lui-même est constamment refroidi par le courant d'air ascendant qui se produit le long de ses parois ; même s'il s'échauffe légèrement, le maniement de la lampe reste facile, grâce au levier qui sert à élever ou à abaisser le tube CD. On peut, en retirant complètement le tube CD, nettoyer et réparer la lampe, et enfin on a évité l'emploi des deux tubes concentriques des lampes Bunsen, qui se soudent presque toujours l'un à l'autre au bout d'un certain temps. On peut sur ce modèle faire des lampes de toutes dimensions, dont les tubes auraient plus de 4 à 5 centimètres de diamètre.

Production
d'une flamme
horizontale.

4. — Si l'on veut, avec cette lampe, chauffer des appareils que la flamme ne doit pas toucher, on place au-dessus des deux cloisons verticales supérieures un petit disque de cuivre (fig. 2), qui étale la flamme horizontalement. En réglant convenablement l'entrée du gaz d'une part, à l'aide du robinet R, et de l'autre l'écartement du tube CD de la base, on peut produire des échauffements très-variables et très-constants.



Fig. 2.

LAMPE MONOCHROMATIQUE.

Description.

5. — La lampe monochromatique destinée à produire la lumière jaune, employée pour la saccharimétrie et d'autres opérations d'optique, se compose d'une plaque de fonte PQ, portant une tige RS, le long de laquelle glissent les pièces suivantes, qui peuvent être fixées à diverses hauteurs :

1° La pièce AB, qui reçoit le gaz et porte la tubulure centrale par laquelle il s'échappe.

2° Le tube CD qui peut être fixé à une distance convenable de la pièce AB, à l'aide d'une vis de pression.

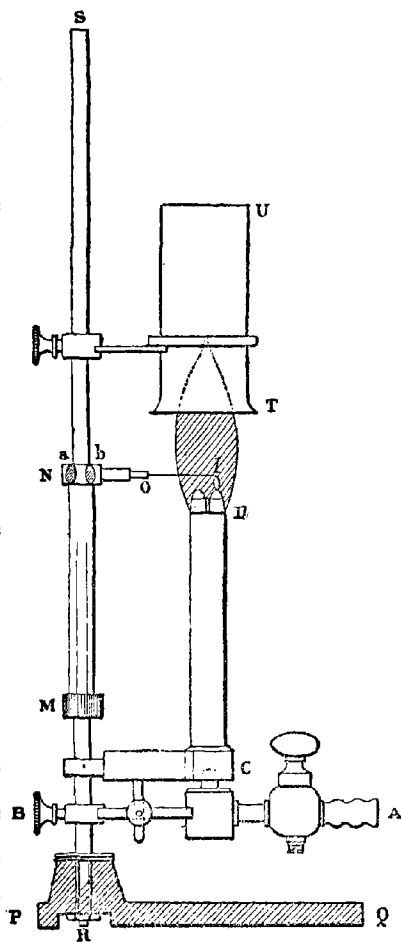
3° Le tube MN, qui porte à la partie supérieure une étoile de cinq fils de fer repliés en Y, terminés chacun par deux boucles où se trouvent les perles du sel marin fondu, qui, en se volatisant et se décomposant, colore la flamme en jaune.

4° Une cheminée TU, destinée à rendre la flamme plus fixe et à en cacher la partie supérieure.

5° Comme pièce accessoire, un anneau destiné à supporter un creuset, qu'on fait chauffer sur la lampe, pour y fondre le sel marin dont on doit se servir. Grâce à cette addition, cette lampe peut en outre servir à tous les usages des laboratoires, en dehors de son emploi spécial.

Réglage
et emploi
de la lampe.

Le tube CD étant descendu complètement, on allume le gaz en haut de ce tube, qu'on relève ensuite en l'écartant de la pièce AB, jusqu'à ce qu'on obtienne quatre petits cônes bleu-verdâtre, avec une flamme pleine de couleur pourpre au-dessus. On place ensuite la pièce AB avec le tube CD qui y est fixé, à une hauteur telle que la base de la flamme pleine soit vis-à-vis de l'appareil à éclairer; on recouvre enfin le haut de la flamme avec la cheminée TU.



Les fils de fer *ol*, sont fixés à des tiges de laiton, qui entrent dans de petits cylindres que porte la virole *ab*. On doit préalablement

former les perles de chlorure de sodium dans les boucles qui terminent les fils de fer. Pour cela, prenant chaque fil de fer avec une pince, on plonge l'anneau dans de l'eau salée, puis dans du sel marin fondu et pulvérisé. On chauffe ensuite l'anneau dans la flamme, jusqu'à ce que le sel commence à fondre. Chaque fil est mis ensuite en place, de telle sorte que la perle soit vers la partie extérieure de la flamme, et enfin on fait monter ou descendre la pièce MN, jusqu'à ce que les perles soient placées au-dessus du sommet des quatre petits cônes. Il faut éviter d'ébranler l'appareil, quand il est réglé et en expérience, de peur de faire tomber les perles de sel marin fondu. En substituant par la rotation du tube MN, une perle à une autre, et les écartant de la flamme, quand une observation est finie, on peut obtenir une lumière très-fixe et suffisante pour les opérations les plus longues de la saccharimétrie. Il serait du reste préférable, quel que soit le luminaire employé, de faire les lectures, sur les cercles divisés par exemple, à l'aide d'une autre lampe convenablement placée, quand ce ne serait que pour permettre à l'œil de se reposer de la fatigue qu'occasionne l'emploi prolongé de la lumière jaune monochromatique.

Le fil OL est replié en Y et porte deux œillets à ses extrémités, ce qui permet de préparer d'avance dix perles de sel fondu ; si l'on désire avoir une flamme plus lumineuse, on met deux perles dans la flamme, en serrant les deux branches de l'Y.

La flamme, regardée dans le plan de la figure, c'est-à-dire en plaçant en arrière la tige RS, présente au milieu un léger sillon noir, à cause de la présence du fil de fer ; regardée latéralement, c'est-à-dire perpendiculairement au plan de la figure, elle a un éclat uniforme.

Quelquefois, surtout si l'on n'a pas fait fondre le sel d'avance dans les œillets, il tombe une goutte de sel fondu qui peut éteindre la lampe ; il est bon alors de soulever complètement le tube CD, et de passer une épingle dans le bec qui amène le gaz.

Avantages
de
cette lampe. 7. — La lumière émise par la flamme de cette lampe est environ quatre fois plus intense que celle des autres lampes destinées au même usage ; la flamme est très fixe, et même avec une faible pression de gaz, on n'a plus à craindre que la combustion se communique au bec inférieur. En prenant une lampe beaucoup plus petite, et se servant d'hydrogène pur, on obtient une flamme qui émet de 10 à 20 fois plus de lumière que les lampes usuelles. L'hydrogène peut être produit facilement à l'aide de l'appareil continu de MM. Deville et Debray, ou mieux être préparé à l'avance et recueilli dans un petit gazomètre.

DE

LA FABRICATION DES HUILES ET GRAISSES DE RÉSINE
ET DE LEURS FALSIFICATIONS

PAR

JEAN DE MOLLINS,

Docteur ès-sciences de l'Université de Zurich.

INTRODUCTION.

MESSIEURS,

Ayant eu il y a quelques mois l'occasion d'analyser les graisses pour voitures qui se vendent dans notre région, nous constatâmes un fait qui, s'il n'est pas nouveau, ni inconnu de vous tous, n'en mérite pas moins d'attirer sérieusement l'attention de MM. les industriels intéressés.

Il s'agit de l'adjonction d'une quantité plus ou moins forte de sulfate de baryte que quelques fabricants de graisse font subir à leurs produits. Tous les échantillons de graisse qui tombèrent entre nos mains étaient chargés de ce corps; seul, un produit dit graisse pure supérieure du Midi était exempt de sulfate de baryte.

Nous avions l'intention de vous communiquer, Messieurs, le résultat de nos analyses, mais il nous manquait les renseignements indispensables pour nous orienter sur la nature très-complexe des graisses de voitures; nous nous sommes alors adressé au fabricant dont provenait la graisse pure sus-mentionnée; ce dernier nous a gracieusement donné tous les renseignements désirés, en même temps qu'il nous autorisait à les livrer à la publicité.

Nous avons trouvé le mémoire de cet honorable industriel si sérieux et si instructif, que nous le reproduisons ici presque *in extenso*.

Les industriels du Nord qui ajoutent à leurs graisses 30 à 50 % de sulfate de baryte disent à leurs acheteurs, *lorsqu'on leur en fait la remarque*, que le sulfate de baryte est nécessaire pour donner » du corps » à la graisse.

Nous espérons prouver par notre travail toute la fausseté de cette assertion et démontrer :

1° Qu'il existe des moyens chimiques de donner du corps à la graisse, sans adjonction de sulfate de baryte;

2° Que le sulfate de baryte diminue de beaucoup le pouvoir lubrifiant d'une graisse;

3° Que l'on doit considérer l'adjonction de sulfate de baryte aux graisses de voitures comme une falsification.

**LES LANDES SONT LE PRINCIPAL LIEU DE PRODUCTION DE LA RÉSINE.
EXTRACTION DE LA GEMME DU PIN MARITIME.**

On sait que les Landes sont les pays producteurs de la résine. Aucun sol n'est plus favorable à la culture du pin maritime que les sables brûlants qui s'étendent sur les rives du golfe de Gascogne. Aucun terrain, même le plus fertile en céréales et en prairies, ne communique à cet arbre autant de vigueur, et une puissance de production résineuse aussi forte.

Aussi, le département des Landes seul exporte-t-il annuellement deux fois plus de produits dérivant de la résine que n'en consomme la France entière. On sait encore que la matière première des produits résineux se nomme la gemme; d'un blanc grisâtre, elle a la consistance du miel et une saveur âcre et amère. Elle s'écoule des incisions pratiquées dans l'écorce des pins maritimes.

Pour produire la gemme, on prend des arbres qui ont atteint au moins vingt ans; du mois de février au mois d'octobre, on fait dans leur écorce, à partir du pied, des entailles de 8 à 10 centimètres de largeur sur 15 à 20 de hauteur, et une incision dans l'arbre de 5 millimètres de profondeur sur 3 ou 4 centimètres de hauteur. De cette incision, s'écoule la gemme que l'on recueille au pied de l'arbre ou dans un petit pot suspendu à l'arbre afin qu'elle ne se mélange pas avec des matières terreuses.

Lorsque la gemme a cessé de couler, on pratique une nouvelle incision au-dessus de la première, et ainsi de suite, jusqu'à la hauteur de cinq mètres. Un arbre peut donner 4 kil. de gemme par an, et bien aménagé, peut durer 60 ans et plus.

**PURIFICATION DE LA GEMME, ESSENCE DE TÉRÉBENTHINE, BRAI SEC,
COLOPHANE, SOLÉINE.**

La gemme est ensuite emmagasinée dans de grandes cuves, et séparée des matières terreuses et ligneuses entraînées avec elle,

par une purification préalable qui consiste à l'exposer à l'action du soleil et de la vapeur d'eau, puis à la décantation. On la distille ensuite dans des cucurbites en fonte ou en cuivre, et l'on recueille les produits.

400 kil. de gomme donnent :

1^o 45 kil. d'essence de térébenthine recueillie par distillation ;

2^o 85 kil. de brai qui reste à l'état liquide dans la cornue ; il s'écoule quand il est encore chaud, puis se solidifie après refroidissement.

Ce brai lui-même est filtré, et suivant qu'il atteint un degré de purification plus ou moins grand, et une couleur jaune d'or plus ou moins claire et translucide, il garde le nom de *brai sec* ou prend le nom de *colophane*.

Par la distillation des gemmes, M. Kraft a obtenu une huile propre à l'éclairage, moins inflammable que les huiles de schistes, de houille, etc., etc., mais brûlant avec une lumière très-vive. On obtient cette huile en rectifiant, c'est-à-dire en redistillant l'essence de térébenthine. C'est cette huile, jetée de nos jours dans le commerce qu'on brûle sous le nom de *soleïne* dans des lampes nouvellement adaptées à cet usage, et dont le bec est muni d'un double et actif courant d'air. On connaît la multiplicité des usages de l'essence de térébenthine et notre but n'est pas de nous étendre sur les emplois de ce produit.

Mais nous avons dit qu'après la distillation de l'essence, restait dans la cucurbite à l'état de dépôt liquide un produit qu'on appelait indistinctement brai ou colophane, suivant son degré d'épuration et sa couleur sombre ou jaune clair qui varie du noir foncé (brai noir) au jaune paille translucide (colophane 1^{er} choix).

On obtient ces dernières presque incolores en les chauffant dans un courant de vapeur d'eau ; à cet effet, on fait fondre la colophane sortie de la cucurbite et refroidie sur une sole en fer ; puis on dirige sur elle un courant de vapeur d'eau qui entraîne la colophane ; c'est

le procédé de Gay-Lussac, pour la distillation des acides gras (répertoire de chimie t. IV p. 134).

Lorsque, faisant écouler le brai fondu de la cucurbite, on l'arrose d'eau, il s'empare de 8 à 10 % de ce liquide, et forme en se refroidissant une résine d'un jaune clair opaque, dite *résine de boutique*, qui sert à fabriquer les chandelles de résine.

On connaît les différents et nombreux emplois des brais et colophanes dans la fabrication des vernis, des savons, des pâtes de papiers, etc.; mais un des emplois les plus importants et dont nous voulons nous occuper est celui de la fabrication des huiles et des graisses de résine pour la lubrification des essieux de wagons, de berlines de mines et de voitures.

COMPOSITION ET PROPRIÉTÉS CHIMIQUES DES PRINCIPAUX PRODUITS RÉSINEUX.

Les produits résineux sont des carbures d'hydrogène.

La formule de l'essence de térébenthine est $C_{10}H_{16}$; celle de la colophane $C_{10}H_{16}O$; on sait qu'en effet, en absorbant de l'oxygène l'essence de térébenthine se résinifie.

La gomme du pin maritime est composée de :

| | |
|---------------------|---------|
| Carbone | 5.944 % |
| Hydrogène | 10.719 |
| Oxigène | 13.337 |
| | <hr/> |
| | 100.000 |

La colophane n'est pas un principe immédiatement pur; elle contient tantôt deux, tantôt trois acides isomériques qui sont désignés sous le nom d'acide pinique, pimarique et sylvique. Ces trois acides ont le même équivalent qui est exprimé par $C_{20}H_{30}O_2$, leurs sels ont pour formule $C_{20}H_{29}O_2M'$.

Ils forment avec les bases des sels qui portent le nom de *résinates* et que l'on nomme improprement *savons de résine*.

Les savons de résine moussent dans l'eau comme les savons formés par les corps gras, mais ils ne sont pas précipités par le sel marin comme les savons ordinaires.

Les colophanes sont solides, cassantes, à cassure conchoïdale, inodores, insipides, insolubles dans l'eau, solubles dans l'alcool et l'éther sulfurique, dans les huiles grasses et essentielles, et dans les solutions de potasse et de soude.

L'acide azotique les attaque et les décompose avec violence.

L'acide sulfurique les dissout et l'eau précipite immédiatement la matière résineuse de cette dissolution.

Il en est de même de l'action des acides chlorhydrique et acétique.

Soumises à l'action du feu, en vase ouvert, les brais ou colophanes brûlent avec une flamme jaune; en vase clos, elles se transforment en une grande quantité de gaz hydrogènes carburés, d'huiles empyreumatiques, et en une petite quantité de charbon.

Lorsqu'on soumet les colophanes à la distillation, on les décompose, et l'on trouve, lorsque la distillation est conduite d'une manière lente, quatre carbures d'hydrogène différents qui ont été étudiés par divers chimistes.

L'un a été nommé *rétinaphte* et sort le premier de l'alambic en constituant naturellement les produits les plus volatils; il bout à 108° et il a pour formule C_7H_8 ce n'est autre chose que le toluène.

Le second, nommé rétinyle bout à 150° et a pour formule C_9H_{12} .

Le troisième est le rétinole, il bout à 240° et a pour formule $C_{32}H_{32}$.

Le quatrième est la méthanaphthaline, masse blanche, cristalline qui fond à 67° et bout à 325° .

Les mélanges de ces différents carbures d'hydrogène constituent les *huiles de résine*.

M. Schiel, en distillant la colophane dans des cornues de fonte

a obtenu en outre un liquide bouillant à 97° qu'il nomme colophanone, et un produit bouillant à 160° coloré en vert jaunâtre.

Parmi les gaz produits par cette distillation, plusieurs ne sont pas condensables à la pression et à la température ordinaires, et s'échappent dans l'atmosphère, ou sont recueillis dans des gazomètres pour être distribués dans des conduits et servir à l'éclairage de l'usine.

On a depuis longtemps fait des essais pour employer les huiles de résine dans la préparation d'un gaz d'éclairage qui possède un pouvoir éclairant très-intense; mais le procédé n'avait pas donné des résultats économiques assez pratiques. Depuis un an, un appareil nouveau a été inventé au moyen duquel l'huile de résine est transformée rapidement en gaz qui est immédiatement emmagasiné sous une cloche. Plusieurs usines se montent pour éclairer des villes avec le gaz de résine, et parmi elles, nous citerons celle de Langon, dans la Gironde, qui fonctionne d'une manière satisfaisante et productive depuis 7 à 8 mois.

Parmi les gaz de la distillation des colophanes, se trouvent l'éthylène et le butylène.

LES LANDES RÉUNISSENT LES CONDITIONS LES PLUS FAVORABLES A LA FABRICATION DES HUILES DE RÉSINE.

C'est dans le département des Landes, à Mont-de-Marsan que pour la première fois, il y a une trentaine d'années, la distillation des colophanes et la fabrication des huiles de résine ont vu le jour.

Cette industrie s'est développée rapidement en fournissant au graissage du gros matériel des chemins de fer et des mines, un produit économique et d'une valeur réelle; depuis cette époque, d'autres usines se sont établies, en France, dans le centre, à Paris, dans le Nord, en Belgique, en Allemagne et en Espagne; mais en aucun lieu, la pureté des produits fabriqués n'a pu atteindre le degré que possèdent ceux qui proviennent des Landes ou de la Gironde. Les motifs en sont faciles à comprendre: placés au milieu de la produc-

tion des matières premières dont les qualités sont si diverses, les fabricants peuvent choisir et acheter celles qui satisfont le mieux aux conditions exigées pour le produit fabriqué et les obtenir au meilleur marché possible.

Nulle part, le prix de revient ne peut descendre aussi bas, car nulle part le prix de la colophane et les frais généraux ne peuvent être restreints dans des limites aussi étroites.

Les concurrents des autres points de la France ou de l'Europe sont obligés de tirer la colophane du département des Landes ou de l'importer d'Amérique.

De plus, nous verrons plus loin que la fabrication des huiles de résine laisse au fond des cornues de distillation un résidu charbonneux et stérile de 20 % environ; en transportant la matière première, on grève donc le prix de revient du transport de ce déchet.

Ces conditions, moins favorables aux fabricants étrangers aux Landes nous expliquent pourquoi l'on trouve dans nos régions sur le marché une graisse dite graisse de résine ou graisse de voitures, qui est un dérivé de l'huile de résine; cette graisse pouvant être facilement mélangée avec des matières inertes de peu de valeur, le fabricant obtient un prix de revient qui lui permet de réaliser de beaux bénéfices et cela au détriment des industriels ou des agriculteurs.

Nous croyons rendre un véritable service en divulguant les prétendus secrets de ces mélanges lubrifiants de plus ou moins de valeur et en jetant dans le domaine public les procédés simples, scientifiques et honorables qui, comme nous l'avons dit, nous ont été communiqués par un industriel landais dont nous avons trouvés les graisses complètement exemptes de sulfate de baryte, tandis que tous les produits fabriqués dans notre région et qui nous ont passé par les mains étaient chargés de ce corps.

FABRICATION DES HUILES DE RÉSINE.

La fabrication des huiles de résine est aujourd'hui très simple à Mont-de-Marsan. L'appareil dont on se sert pour distiller les brais résineux ou colophanes est une cucurbite ou cornue de distillation formée d'une demi-sphère inférieure en fonte, que l'on remplit de la matière première et recouverte d'une autre demi-sphère ou chapeau en cuivre communiquant avec un serpentín en cuivre plongé dans une cuve pleine d'eau, laquelle est maintenue froide à l'aide d'un renouvellement d'eau continu.

On charge de brai jusqu'au bord le segment sphérique inférieur en fonte qui a 1^m 80 de diamètre sur 1^m 03 de flèche; cette chaudière pleine contient environ 1,330 à 1,350 kil. de brai. On allume le feu sur son foyer, et on laisse fondre le brai, le vase restant ouvert afin d'éviter les boursoufflements et de permettre à l'eau de s'évaporer en plein air. Dès que le brai est liquide, on recouvre la chaudière avec le chapeau en cuivre et l'on se contente de luter le joint au moyen d'un mastic très-simple fait avec de la chaux et de l'argile. On évite ainsi tout danger d'explosion, car si la tension du gaz devenait trop forte, le chapeau serait soulevé et les gaz s'échapperaient dans l'atmosphère. Dès que le lutage du chapeau est terminé, la distillation commence; elle est menée très-rapidement ou très-lentement suivant la qualité des huiles que l'on veut obtenir. — Si elle ne dure que 3 ou 4 heures, les huiles recueillies sont des huiles dites fortes ou lourdes, c'est-à-dire épaisses, visqueuses et d'une densité de 980 à 990. Si la distillation est menée lentement et dure 12 à 13 heures, les huiles sortent beaucoup plus légères; leur densité descend à 950 ou 960; elles sont fluides et la goutte se détache bien sans viscosité; on les nomme huiles faibles ou légères. On peut encore augmenter cette fluidité des huiles de résine, en mélangeant dans la chaudière avec la colophane, une certaine proportion de chaux blutée, 1 ou 2 % de son poids. On obtient alors

des huiles de différentes couleurs suivant le moment de la distillation, de différentes densités et de différente composition chimique. Pour donner un exemple des huiles obtenues et de leurs proportions dans des distillations, en huiles fortes et huiles légères, nous supposons un appareil chargé à 4,325 kil. et marchant rapidement 3 1/2 à 4 heures seulement. On obtiendra successivement :

1° 30 kil. d'une huile légère, bouillant entre 108 et 150° mélange de rétinaphte et de rétinyle, qui rectifiée donnera un produit dit essence de résine. Il est employé dans l'industrie pour remplacer l'essence de térébenthine dans quelques-unes de ses applications, et dans les chemins de fer, pour nettoyer les pièces de machines.

2° 975 kil. d'une huile blonde, forte, lourde, visqueuse, épaisse.

3° 100 kil. d'une huile forte, lourde, visqueuse, épaisse aussi, mais bleue.

Ces deux dernières sortes servent à faire la graisse, comme nous l'indiquerons plus loin, et sont même indispensables pour cette fabrication.

4° Enfin, au fond de la chaudière, reste à l'état solide, compacte et dur, un résidu charbonneux qu'on est obligé d'arracher après chaque distillation à coup de pic ou de ciseau aciéré et qui, avec les gaz qui se sont échappés dans la distillation sans se condenser, constitue un déchet de 224 kil. ou 16 à 17 %. On comprend que ce déchet sera plus ou moins grand suivant que les brais employés seront moins ou plus purs.

Au lieu d'avoir des huiles de couleur blonde, on peut les obtenir blanches, laiteuses, en distillant un peu plus lentement, et en tenant le serpentín constamment refroidi; elles sont alors demi-fortes.

Si l'on charge du même poids de brai clair le même appareil et que l'on ajoute 1 % de chaux, soit 43 kil., la charge totale de 4,338 kil. donnera à la distillation et successivement :

1° 30 kil. d'essence de résine.

2° 250 kil. d'huile blonde.

3° 400 kil. d'huile blanche.

4° 460 kil. d'huile blonde.

5° 440 kil. d'huile bleue.

6° 80 kil. d'huile verte.

Total 1,060 qui retranchés de la charge totale de 1,338 kil. laissent un déchet de 278 kil. ou 20 à 21 %.

Dans le résidu solide restera la chaux à l'état de carbonate de chaux. Si de ce déchet, nous retranchons ce 4 % de chaux que nous avons ajouté, nous trouvons encore 19 à 20 % de déchet, d'où nous concluons que la fabrication des huiles légères donne un résidu plus grand que la fabrication des huiles lourdes ; ceci s'explique par ce fait, que la distillation marchant lentement, les gaz pouvant mieux se produire et s'échapper, les produits doivent être moins chargés en carbone, lequel reste dans le résidu et augmente son poids, tandis que l'huile qui se dégage est plus chargée en hydrogène qu'en carbone et est plus légère.

Nous pensons donc qu'il est difficile d'assigner des formules chimiques fixes pour chacune de ces catégories d'huile et que la formule variera comme proportion de carbone et d'hydrogène pour chaque opération et pour chaque prise d'essai, puisqu'elle dépend de la manière dont est menée la distillation et de la quantité de chaux qu'on ajoute.

La chaux agit chimiquement, puisqu'elle produit des colorations vertes qui n'existent pas dans la distillation des brais sans addition de chaux, mais elle agit surtout mécaniquement, en intercalant ses molécules entre celles de la matière à distiller, ce qui permet aux gaz de mieux se dégager. La chaux a encore l'avantage de neutraliser les acides résineux qui, quoique faibles, n'en existent pas moins dans les huiles de résine, comme dans toutes les huiles végétales, puisqu'elles agissent légèrement sur la teinture de tournesol.

On obtient pour les huiles une plus grande fluidité par plusieurs moyens : d'abord, en augmentant la proportion de chaux ; mais

c'est au détriment de la proportion des huiles de cœur (huiles blondes et blanches) qui sont les plus recherchées. La quantité des huiles bleues et vertes appelées *bas produits* augmente au dépend des premières. — On peut encore rectifier les huiles de première distillation, par une deuxième et une troisième distillation, et l'on obtiendra à chaque opération des huiles plus légères, ce qu'explique facilement le résidu de carbone que laisse au fond de la cornue chaque distillation.

On a vu que les huiles provenant d'une distillation avec adjonction de chaux prenaient différentes colorations suivant le point de la distillation. Blondes d'abord, elles deviennent blanches pour reparaitre blondes, puis bleues et vertes. Il faut cependant pour obtenir toutes ces différentes couleurs, employer des brais clairs ; avec des brais noirs, les teintes ont une tendance à s'assombrir, et l'on n'obtient même pas de l'huile blanche. Chacune de ces couleurs obtient des préférences particulières dans le commerce, suivant l'usage auquel on la destine.

Les fabricants d'encre d'imprimerie demandent des huiles très fluides, sans viscosité, limpides et blanches ou blondes, dont la densité se rapproche le plus possible de l'huile de lin, avec laquelle ils la mélangent ou qu'ils lui substituent pour la fabrication de leurs encres typographiques.

Les marchands d'huiles qui se servent des huiles de résine pour faire des mélanges avec des huiles minérales, ou des huiles végétales, réclament les huiles dont la couleur et la densité se rapprochent le plus de l'huile avec laquelle ils veulent faire la mixture.

Les Compagnies de chemins de fer qui, pour le graissage de leurs wagons ou de leurs machines fabriquent une huile mi-partie résine, et mi-partie colza, choisissent l'huile de résine blonde, parce qu'elle a la couleur du colza, et exigent la densité de 22° à l'alcoomètre de Gay-Lussac sous la température de 45° c.

Elle doit être fluide pour qu'elle obéisse bien aux lois de la capil-

larité et monte le long de la mèche de coton qui la met en communication avec l'essieu.

Les fabricants de graisse prennent la couleur dont ils veulent orner leur graisse, verte, bleue, blonde, et blanche quand ils veulent agrémenter leur produits de nuances fantaisistes, rose, violet, chocolat, amarante, nuances qu'ils obtiennent en mêlant à cette huile blanche, des principes colorants en poudre ou en dissolution.

Les exploitants de mines qui emploient l'huile de résine pour le graissage de leurs wagonnets sont indifférents à la couleur, et se contentent des huiles bleues ou vertes, mais ils les veulent fortes et épaisses, ou légères et fluides, suivant la forme de l'engin à lubrifier et suivant que l'huile est directement versée entre l'essieu et son coussinet, auquel cas elle doit être adhérente et visqueuse, ou qu'elle se trouve renfermée dans une boîte d'où elle s'échappe goutte à goutte sur l'essieu, auquel cas elle doit être très-légère et aussi dépourvue de carbone que possible pour ne pas former de cambouis.

Mais tous ces consommateurs exigent une huile aussi limpide que possible, clarifiée quoique de couleur sombre, translucide et non opaque, et dépouillée de cet aspect louche qui indique des suspensions de mucilages ou des mélanges d'eau entraînée par la distillation.

Plusieurs procédés existent pour clarifier les huiles ; le plus simple est de les laisser vieillir, c'est-à-dire reposer dans de grandes bâches. L'eau et les mucilages se déposent avec le temps au fond du récipient, et peuvent ainsi par décantation être séparés de l'huile clarifiée ; mais ce procédé n'est ni le plus économique ni le plus rapide, car outre le temps employé (plusieurs mois), il faut occuper un matériel considérable et coûteux pour peu que les provisions emmagasinées soient considérables ; on a alors cherché d'autres procédés plus industriels. On chauffe l'huile dans des chaudières en cuivre, soit à feu nu, soit plongées dans des bains-marie, soit enfin entourées d'une enveloppe de vapeur d'eau ; la densité de l'huile

diminue rapidement avec une élévation de température, et la séparation de l'eau et des mucilages s'opère plus vite ; mais cette opération se fait toujours au détriment de la couleur de l'huile qu'une chaleur artificielle fonce toujours. Pour éviter cet inconvénient, certains fabricants emploient un procédé bien dangereux pour la qualité des huiles, procédé qui est usité quelquefois aussi pour la clarification de certaines huiles végétales ; ils brassent leur huile avec 2 ou 3 % d'acide sulfurique, qui brûle les mucilages ; mais il est ensuite très-difficile de se débarrasser de cet acide malgré un lessivage de soude à bas titre, et une nouvelle et lente distillation.

La nature paraît avoir gratifié de toutes ses libéralités les fabricants des Landes ; après leur avoir donné la matière première, elle met à leur disposition le seul et puissant agent naturel qui puisse perfectionner les produits obtenus. C'est le soleil du midi dont l'immense et salutaire lumière échauffe et éclaircit tous les objets que frappent ses rayons ; son calorique chaud et régulier, uniformément projeté sur la surface d'une bâche remplie d'huile de résine, ne tarde pas à précipiter au fond les mucilages et l'eau d'hydratation et à rendre claire et presque incolore l'huile qui monte à la surface. — Pour obtenir ce résultat, les fabricants des Landes placent leurs bâches d'une faible hauteur et d'une grande surface sous des toitures vitrées à travers lesquelles les rayons solaires viennent constamment les frapper ; quelques jours suffisent pour obtenir une clarification complète.

On est encore arrivé dans les Landes à pousser plus loin l'épuration des huiles de résine et la perfection de ce produit, c'est-à-dire à lui enlever son odeur désagréable, son reflet bleuâtre et surtout une certaine proportion de colophane non décomposée, maintenue liquide, qui nuit à sa qualité et tend à se resolidifier et à former du cambouis.

La méthode employée pour obtenir ces excellents résultats consiste à mélanger l'huile à épurer avec une lessive de soude, dans une chaudière demi-cylindrique ouverte, chauffée à feu nu ou par un

courant de vapeur et munie d'un agitateur à palettes destiné à bien opérer le lessivage de l'huile, et le contact de chacune de ses molécules avec la soude. Si le chauffage se fait au moyen d'un courant de vapeur passant dans un tube plongé dans la chaudière, l'agitateur est inutile, et le bouillonnement produit par la vapeur suffit pour opérer le mélange.

L'huile doit être chauffée à 120°, la soude saponifie la colophane et la rend soluble dans l'eau ; le savon formé se dissout. On ajoute ensuite une certaine quantité d'eau et l'on amène la masse de liquide à une température de 40 à 50°, puis on laisse reposer le tout, et la lessive contenant le savon résineux se sépare de l'huile. On soutire alors l'huile, on la lave encore en la mélangeant avec de l'eau chaude, puis on met le tout dans des bassins peu profonds à large surface exposés à l'air et maintenus à une température de 50 à 70°; au bout de quelques jours, l'eau et les huiles volatiles qui produisent la mauvaise odeur se volatilisent, et la matière qui produit le reflet bleuâtre disparaît, oxidée par l'air.

L'huile décantée est d'autant plus claire que les rayons du soleil qui l'ont frappée ont été plus nombreux ; elle n'a plus ni odeur, ni reflet et ne se résinifie plus.

On comprend bien aussi que les acides faibles, complètement neutralisés par le contact de la soude, aient entièrement disparu.

EMPLOIS DE L'HUILE DE RÉSINE. — THÉORIE DU GRAISSAGE

On sait que l'huile de résine ne se congèle jamais sous la température la plus froide, mais elle s'épaissit et se trouble légèrement à quelques degrés au-dessous de zéro ; c'est cette propriété qui la rend très-utile dans le graissage pendant l'hiver, soit qu'on l'emploie pure, soit qu'on la mélange avec d'autres huiles végétales ; elle retarde le degré de congélation des huiles avec lesquelles on la mélange. Ainsi dans les froids rigoureux que nous venons de traverser et qui se sont abaissés à — 20 ou — 24°, la Compagnie du

chemin de fer du Nord a dû cesser le graissage de ses wagons opéré avec un mélange d'huile de résine et d'huile d'arachides et a pu le continuer sans difficulté en substituant aux arachides les huiles de colza, dont le degré de congélation est plus bas que celui où cristallisent les premières, mais bien supérieur encore à — 15°.

Comme presque toutes les huiles, et bien plus que toutes les autres, celles de résine demandent à ne pas être battues, soit par l'essieu plongeant dans la boîte qui leur sert de récipient, soit par des palettes attachées à l'essieu et venant plonger dans la boîte; cette action répétée les échauffe, leur fait absorber de l'oxygène qui les résinifie et forme une *mayonnaise* qui, mélangée à la poussière et aux limailles de fer, produit un cambouis dont la boîte est bientôt encombrée.

Mais l'huile de résine, pure ou mélangée, conserve parfaitement son action lubrifiante quand elle est injectée simplement entre l'essieu et son moyeu; le cambouis, s'il s'en forme, se trouvant extravasé rapidement en dehors du moyeu. Ou mieux lorsque, placée dans une boîte immobile comme celle des wagons de chemins de fer, elle n'est jamais secouée, et monte le long d'une mèche en coton par le simple effet de la capillarité pour aller imbiber une brosse constamment en contact avec l'essieu.

On paraît avoir généralement rejeté le graissage des paliers de transmissions par l'huile de résine pure ou mélangée, sous prétexte qu'il se produisait trop rapidement du cambouis. Nous ne savons si ce préjugé n'a pas eu son origine dans de malheureuses applications sur des paliers ou des godets mal appropriés à l'emploi de cette huile, ou encore dans la nature défectueuse d'une huile mal fabriquée; car nous pouvons affirmer que dans la grande scierie de Trégnier appartenant à la Compagnie des chemins de fer du Nord, le graissage des paliers de transmissions de mouvement avait été essayé avec toutes sortes d'huiles, et aucune n'a donné d'aussi bons résultats que l'huile à graisser les wagons de cette Compagnie, composée de 75 % d'huile de résine et de 25 % de colza ou d'arachides.

L'économie considérable que l'on trouve à employer une huile qui coûte 25 fr. les 100 kilog. à la place de celles dont le prix s'élève de 80 à 100 fr. (tout en ayant, comme nous le verrons plus loin, une puissance de lubrification égale, sinon supérieure) nous fait penser que la question vaut la peine d'être étudiée sérieusement et que de nouveaux essais doivent être poursuivis par les industriels intéressés.

C'est cette économie sérieuse et qui se chiffre par des sommes importantes pour les grands consommateurs d'huiles de graissage, qui a poussé ces derniers dans la voie de rechercher si des mélanges intelligemment faits, d'huile de résine avec des huiles glycériques, ne leur fournirait pas un mode de lubrification aussi parfait et moins coûteux que celui précédemment usité avec des huiles glycériques pures, comme le colza, les arachides, les olives, etc., qui toutes se cotent à un prix élevé.

Nous devons dire que les efforts tentés depuis quelques années ont pleinement réussi, et qu'aujourd'hui presque toutes nos grandes Compagnies de chemins de fer achètent leurs huiles ainsi mélangées ou opèrent elles-mêmes ce mélange afin d'être plus assurées des proportions nécessaires et de la perfection de l'opération.

La Compagnie des chemins de fer du Nord a commencé la première, il y a plusieurs années; puis est venue la Compagnie des chemins de fer d'Orléans, celle des chemins de fer du nord d'Espagne, les chemins de fer de l'État, la Compagnie du Midi, etc. Toutes ces Compagnies vont acheter les produits élémentaires aux sources de leur production; les huiles de résine dans les Landes, les colzas dans le Nord, les olives en Espagne. Nul doute qu'avant peu de temps, aucun chemin de fer ne se servira d'un autre graissage.

Les Compagnies des mines ont de tout temps adopté les huiles de résine, car à l'économie dans le prix lui-même de cette matière, elles ajoutent celle de préserver leurs huiles de graissage, colza, olives ou arachides, des soustractions de leurs ouvriers. Sur les

huiles minérales, elles trouvent cet avantage bien autrement important, que l'odeur *sui generis* de la résine ne peut se confondre dans les travaux de mines avec les émanations des feux ou des échauffements de charbons, complètement semblables aux odeurs dégagées par les huiles minérales.

Dans ces derniers temps, cette question des mélanges avec l'huile de résine a été étudiée et présentée sous un jour nouveau dans un rapport remarquable présenté à la Société d'encouragement par M. Aug. Gérardin, docteur ès-sciences, agrégé de l'Université et inspecteur des établissements classés à Paris. Ces dernières fonctions lui ont ouvert les portes des nombreuses usines et fabriques d'huiles qui entourent Paris, et il a pu y trouver des renseignements et des expériences qui donnent à son travail un intérêt et une valeur hors ligne.

Il est intitulé *Recherches nouvelles sur l'essai des huiles et le graissage* (J. Baudry, 15, rue des Saints-Pères).

« Le graissage, dit M. Gérardin, se compose de deux actions, » l'une est mécanique, elle consiste à établir entre deux surfaces » frottantes une couronne de galets destinée à transformer le frot- » tement de glissement en frottement de roulement; tous les liquides » peuvent produire cette action; il suffit qu'ils s'étalent en lame » continue entre les surfaces frottantes et qu'ils ne soient pas » exprimés par la pression », c'est-à-dire que les sphéroïdes dont ils sont formés soient solides et résistent bien à la pression qui tendrait à les aplatir et à détruire leur forme sphérique. Nous verrons plus tard que l'huile de résine jouit mieux que toute huile glycérique de cette propriété.

« La seconde action qui concourt au graissage, ajoute » M. Gérardin, est une action chimique. Elle a pour effet de » déterminer le décapage des surfaces frottantes et d'éliminer les » oxydes métalliques à l'état de cambouis tenus en émulsion dans » le corps gras en excès. Elle ne peut être produite que par les » composés glycériques. Pendant le travail, la glycérine se décom-

» pose suivant la règle formulée par M. Cloetz , et les acides gras ,
» mis en liberté , s'unissent à l'état naissant avec les oxydes métal-
» liques qu'ils saponifient. »

Or l'huile de résine est celle qui peut remplir le mieux le rôle mécanique ; l'autre élément du mélange , huile animale ou végétale, oléine , colza ou arachide , remplira l'action chimique en décapant les surfaces frottantes et saponifiant les oxydes métalliques.

« Les mélanges d'huile de résine et d'huile animale ou végétale
» sont donc bien rationnels , dit encore M. Gérardin ; ils donnent
» de bons résultats , mais souvent ils n'ont pas rendu les services
» qu'on en attendait. La cause de ces insuccès tient à la quantité
» et à la qualité des corps mélangés. »

Puis M. Gérardin indique que la proportion des éléments mélangés doit être telle que le mélange doive conserver son homogénéité , que l'un ne s'use pas plus vite que l'autre , et qu'ils doivent être en *raison directe de la consommation respective que déterminent les deux actions qui composent le graissage.*

Une des conditions de l'homogénéité du mélange , c'est que les corps composants se rapprochent comme densité et surtout comme oxydabilité afin qu'ils ne se comburent pas irrégulièrement.

Or les huiles de résine sont beaucoup moins oxydables que les huiles glycériques , colza , arachides ou autres , et s'usent , ou mieux s'oxydent , beaucoup plus lentement. On a cherché , mais inutilement à diminuer l'oxydabilité des huiles glycériques , mais on est arrivé à augmenter l'oxydabilité des huiles de résine et à la rendre à peu près égale à celle des huiles glycériques en les oxydant pendant la distillation au moyen d'un corps oxydant mêlé à la matière première dans la cucurbite. L'huile de résine , à cet état d'oxydation , atteint la densité et l'oxydabilité de certaines huiles glycériques. Alors , leur mélange est parfait , elles se consomment ensemble et régulièrement pendant le graissage , satisfaisant chacune à l'action qui lui est propre ; l'huile de résine à l'action mécanique , l'huile glycérique à l'action chimique.

On est arrivé, avec des huiles bien appropriées, à pouvoir faire des mélanges parfaits, c'est-à-dire lubrifiant parfaitement et ne produisant aucune trace de cambouis avec 10 % d'huile glycérique et 90 % d'huile de résine.

Or si l'on veut se rappeler que l'huile de résine fabriquée dans les Landes ne coûte pas plus de 25 fr. les 100 kilos, rendue à Paris ou dans le Nord, on comprendra l'énorme économie qu'apporte dans le graissage un mélange établi dans ces proportions.

FABRICATION DES GRAISSES DE RÉSINE.

Les huiles de résine se combinent avec les bases, et forment avec elles des sels qui portent le nom de résinates. Cette propriété a conduit à l'idée de fabriquer avec les huiles de résine des graisses plus ou moins fluides ou fermes, adhérentes au corps avec lequel on les met en contact, et insolubles dans l'eau.

On s'est primitivement servi de la litharge pour solidifier et concréter les huiles de résine, mais cette base, outre d'autres inconvénients, offrait celui de ne pas être assez économique pour le fabricant par son prix, et pour le consommateur par son poids. La litharge fut remplacée par la chaux grasse blutée et tamisée, et les effets qu'on en a obtenus ont été très-satisfaisants.

C'est encore des Landes qu'est venue l'initiative de cette fabrication, d'où elle s'est répandue dans la France et l'Europe entière, mais avec des variations de procédés, des falsifications et des fraudes que nous signalerons plus loin.

Nous avons vu que les huiles de résine s'obtenaient soit par la distillation rapide des brais résineux, soit par une distillation lente; d'où huiles fortes et huiles légères. Nous savons aussi qu'en distillant lentement les brais avec un mélange de 1 % de chaux, on obtient des huiles encore plus légères. Or, cette chaux neutralise assez les acides résineux, pour les empêcher de se combiner avec toute autre base, c'est-à-dire de *concréter*, tandis que les huiles distillées sans

addition de chaux dans la cucurbite, concrètent toujours quand on les met en contact avec une base, chaux, potasse, soude, etc. ; qu'elles soient fortes ou légères.

On a utilisé dans les Landes ces diverses propriétés pour fabriquer des graisses molles ou fermes, fluides ou très-dures, susceptibles de s'approprier aux divers engins dans lesquels on les emploie. Voici le procédé pratique généralement employé par les fabricants du Sud-Ouest.

Sachant que pour obtenir la concrétion de l'huile de résine, il faut 5 % de chaux blutée au moins, on obtient une graisse de moyenne dureté en mélangeant 25 % d'huile forte avec 70 % d'huile légère distillée à la chaux et 5 % de chaux.

On ajoute l'huile légère à l'huile forte pour obtenir plus de viscosité dans la graisse ; l'huile forte seule donnerait une graisse dure à l'excès.

Étant données cette base et cette proportion pour la fabrication d'une graisse de moyenne dureté, on comprendra qu'il est facile de la faire, ou plus ferme, ou plus molle, en augmentant ou en diminuant la proportion d'huile forte.

Voici maintenant le tour de main adopté pour arriver à la production pratique, homogène et rapide de la concrétion de l'huile.

Il est évident que si l'on jetait la chaux brute dans le mélange d'huiles forte et faible, la concrétion se produirait immédiatement sur le point où serait tombée la chaux, et il serait impossible, même en brassant vivement la matière, de porter les molécules de chaux au contact des molécules d'huile. On a donc dû chercher un véhicule à cette chaux par lequel elle pût être rapidement distribuée à toute la masse d'huile.

Pour cela, on la délaie dans une certaine quantité d'huile réfractaire à toute concrétion, comme l'*huile légère distillée à la chaux*, ou l'huile minérale ; c'est ce qu'on appelle en terme de métier *préparer la composition*.

Cette composition se fait en mélangeant bien intimement 1/3 de

chaux tamisée avec les $\frac{2}{3}$ de son poids d'huile légère et en versant 20 kil. de cette composition dans un baquet contenant 400 kil. d'huile forte et d'huile légère mélangées dans la proportion de 1 à 2. — On a ainsi 420 kil. de matière dans la proportion indiquée de 25 % d'huile forte, 70 % d'huile légère et 5 % de chaux.

On la brasse vivement avec la main ou le bras pendant une minute ou deux pour bien mettre en contact la composition avec toutes les molécules des huiles mélangées; puis, avant que la concrétion soit complète, et lorsque le mélange est encore liquide, on le coule dans les barils ou les boîtes où il doit être logé. Quelques minutes après, la graisse arrive à l'état de dureté voulue. On donne à la graisse les couleurs blondes, bleues ou vertes, en se servant des huiles qui possèdent ces nuances. On peut aussi lui donner toute autre coloration en versant dans le mélange ou la composition, avant la concrétion, des liquides teintés des nuances recherchées.

GRAISSE LANDAISE NOIRE.

Il peut arriver que la graisse de résine se résinifie; ce cas se présente quelquefois lorsqu'un refroidissement brusque succède à un échauffement; il se produit alors une adhérence entre l'essieu et le moyeu, adhérence qui a besoin d'un premier effort de traction assez grand pour être vaincue.

On empêche cette résinification de la graisse en ajoutant à l'huile de résine 10 à 15 % d'huile minérale.

C'est le motif pour lequel les fabricants landais mélangent quelquefois à leur graisse 20 ou 25 % du goudron de l'usine à gaz de Mont-de-Marsan. Le gaz de cette usine étant fabriqué par la distillation de moitié bois et moitié houille, le goudron qui en provient est probablement un mélange de moitié huile minérale et moitié huile végétale.

Une adjonction plus forte d'huile minérale diminuerait le pouvoir lubrifiant de la graisse.

Les graisses industrielles trouvent de très-grands débouchés ; on les emploie pour graisser les voitures, les camions, les grosses charrettes de transport, certaines berlines de mines, surtout dans les exploitations du Nord. Tantôt la graisse est enfermée dans des boîtes et alors elle ne demande pas une grande fermeté ; tantôt elle est collée sur l'essieu et ne s'y maintient que par simple adhérence. Ce mode nécessite plus de dureté, surtout en été où la graisse fond plus facilement.

Il est très-difficile au consommateur de rendre une graisse molle plus ferme ; mais il lui sera très facile de rendre plus fluide une graisse très-dure, non point en l'exposant au feu, ce qui en amènerait immédiatement la décomposition complète, mais en y ajoutant au moment de l'employer une petite quantité d'huile de résine légère et en mélangeant le tout avec un bâton.

DE LA FALSIFICATION DES GRAISSES DE RÉSINE.

Essai de la graisse. — Deux procédés également simples peuvent servir de contrôle l'un à l'autre.

1^o Incinération de la graisse. On incinère deux grammes de matière dans un four à moufle ; on a au préalable taré la capsule, ce qui permet de reconnaître le poids des cendres ;

2^o On introduit 4 à 5 grammes de substance dans un tube à essais taré, on agite avec 20 cc. d'éther et on laisse reposer jusqu'à clarification complète ; on décante et on lave à deux reprises le précipité avec de l'éther, également par décantation ; le tube est alors introduit dans une étuve et pesé après refroidissement.

On pourrait aussi jeter le précipité sur un filtre taré ; on faciliterait alors l'opération en rinçant en dernier lieu le tube avec de l'alcool.

L'analyse qualitative du résidu insoluble dans l'éther dénota dans tous nos essais la présence de la baryte et de l'acide sulfurique ;

3° Essai au frictomètre ; nous parlerons de cet appareil à la fin de notre travail.

Du sulfate de baryte. — On rencontre dans le commerce deux espèces de sulfate de baryte : le sulfate naturel et le sulfate artificiel.

Le sulfate naturel coûte 5 fr. les 100 kil.

Le sulfate artificiel préparé par l'action de l'acide sulfurique ou d'un sulfate sur une solution d'un sel de baryte, est beaucoup plus cher.

Vu au microscope, ce dernier apparaît sous forme d'agrégats de petites sphères opaques ou translucides.

Nous avons examiné le sulfate de baryte extrait par l'éther des graisses de voitures ; nous y avons vu comme dans le sulfate artificiel, des agrégats de petits globules, mais on apercevait en outre des fragments cristallins, anguleux, transparents ; ces fragments étaient certainement constitués par du sulfate naturel broyé à la meule.

On conçoit difficilement quelle peut être la valeur du sulfate de baryte comme corps lubrifiant ; nous demanderons cependant à Messieurs les fabricants de graisses quelle peut être l'action lubrifiante d'un *minéral* dur et anguleux introduit dans la graisse ; il nous semble que, dans ce cas, au lieu de parler de graissage, nous ferions mieux de parler d'usure des essieux.

Il est aisé de constater l'action anti-lubrifiante des fragments anguleux sus-mentionnés. On triture sur une plaque de verre polie un peu de graisse au moyen d'un pilon de verre également poli ; la graisse pure ne produit aucun bruit au frottement ; la graisse au sulfate fait

entendre, par contre, un grincement plus ou moins fort (1).

Résultats des analyses. — Nous avons vu précédemment quels procédés emploie un fabricant des Landes pour donner plus de consistance à sa graisse, examinons maintenant quels moyens quelques fabricants de nos régions ont utilisés pour atteindre le même but; pour donner « du corps » à la graisse, disent-ils; nous dirons, « pour donner du poids. »

Certains fabricants trouvent que 30 % de sulfate de baryte remplissent le but désiré; d'autres ne trouvent pas le chiffre 50 % trop monstrueux.

ANALYSES.

- N° 1. Graisse du Nord, renferme 30 % de sulfate de baryte.
- N° 2. Graisse du Nord, renferme 50 % de sulfate de baryte.
- N° 3. Graisse pure du Midi, renferme 3,65 % de cendres calcaires;
exempte de sulfate de baryte.
- N° 4. Graisse du Nord, renferme 40 % de sulfate de baryte.
- N° 5. Graisse du Nord, renferme 32 % de sulfate de baryte.
- N° 6. Graisse pure du Midi, renferme 4,3 % de cendres calcaires;
exempte de sulfate de baryte (2).

(Se vendent toutes de 40 à 45 fr. les 100 kilos).

(1) Notre pilon est bien simple: on fond au chalumeau le bout d'un agitateur de 8^{mm} d'épaisseur de manière à former une surface sphérique un peu aplatie et parfaitement lisse.

(2) Les numéros 3 et 6 sont du même fabricant, livrées à des époques différentes.

FALSIFICATION AU MOYEN D'HUILES MINÉRALES OU DE GOUDRONS
DE HOUILLE.

On nous signale, comme se trouvant sur le marché des graisses qui auraient la composition suivante :

| | | |
|---------------------------|------------------------------|----------------------|
| Graisse de résine..... | 10 kilos à 45 fr. les 100 k. | = 4 fr. 50. |
| Eau (à l'état d'émulsion) | 8 » » | = |
| Sulfate de baryte..... | 50 » à 5 fr. » | = 2 fr. 50. |
| Huiles de houille..... | 25 » à 8 fr. 50 » | = 2 fr. 12. |
| Chaux blutée..... | 7 » à 1 fr. 50 » | = 0 fr. 11. |
| Total..... | 100 kilos. | Total..... 9 fr. 23. |

Cette graisse se vendrait 45 fr. les 100 kil. tandis qu'elle ne vaut que 9 fr. 23.

On rencontrerait aussi des graisses falsifiées avec du goudron de houille ou ajoutées d'un grand excès de goudron minéro-végétal.

Nous n'avons pas à notre disposition une méthode d'analyse chimique permettant d'isoler tous les éléments parfois sans nom et sans formule, de semblables mélanges.

Pour des graisses exemptes de sulfate de baryte, il n'y a que le frictomètre, ou l'observation intelligente de leur action sur les essieux, qui puissent dénoter la présence d'huiles étrangères d'un faible pouvoir lubrifiant.

Nous avons pris note du jugement de quelques industriels qui ont substitué la graisse pure à la graisse sulfatée.

Au premier moment, disent-ils, les charretiers disent que la graisse « coule », cela provient de ce qu'ils sont habitués à employer un produit qui renferme le tiers ou la moitié de son poids de matières inertes; ils en mettent alors une quantité beaucoup trop forte sur l'essieu.

L'essieu enduit d'une faible quantité de graisse pure, reste graissé longtemps; il reste en outre lisse, tandis qu'avec la graisse sulfatée il se recouvre quelquefois d'une croûte consistante que l'on est obligé d'enlever au couteau.

Ce jugement est pleinement confirmé par les données que fournit le frictomètre de M. Fayol que nous allons décrire sommairement (1).

FRICTOMÈTRE DE M. FAYOL.

M. Fayol, ingénieur en chef des mines de Commentry, s'est placé dans les conditions les plus rapprochées de l'application pratique et réelle.

Il prend l'essieu d'un de ses wagonnets de mines, lui imprime un mouvement de rotation d'une vitesse égale à celle des roues de bennes dans la mine (65 tours par minute), lui applique un coussinet semblable à celui de la berline, et par un système ingénieux de leviers, charge ce coussinet de différents poids, de manière à amener la charge par centimètre carré de projection du tourillon, à varier depuis 0 kil. jusqu'à 6 kil.

Le coussinet, toujours comme dans l'application, n'embrasse que la moitié supérieure du tourillon dont l'autre moitié inférieure baigne dans l'huile à essayer contenue dans une petite cassolette disposée *ad hoc*.

Le coussinet est armé d'un levier, horizontal dans l'état du repos, mais entraîné plus ou moins dans le mouvement, suivant que le frottement est plus ou moins grand, c'est-à-dire l'huile ou la graisse moins ou plus lubrifiante.

(1) Nous en trouvons le dessin et la description dans le procès-verbal de la séance de la Société des Ingénieurs de l'industrie minérale (district du Centre), séance tenue à Montluçon le 23 février 1879.

(Montluçon, imprimerie A. Herbin, 1879).

Une des extrémités de ce levier est armée d'un petit crayon qui trace des diagrammes sur une bande de papier mue par un mouvement d'horlogerie, et y indique les déplacements du levier. Des ordonnées, tracées par ce petit crayon, on tire, au moyen de certaines formules, la mesure des efforts de frottement, lesquels sont naturellement proportionnels aux efforts de traction.

On peut alors tracer les diagrammes des différentes huiles sur un tableau dans lequel les abscisses représenteront les variations de charge de 0 kil. à 6 kil. par centimètre carré de projection du tourillon, et les ordonnées, les efforts de frottement correspondants.

Voici maintenant quelques résultats indiqués par la machine de M. Fayol, et les efforts de frottement produits par différentes huiles et graisses, sous une charge constante de 6 kil. par centimètre carré de la projection du tourillon.

La durée de chaque essai a été de deux heures, les huiles et graisses de résine essayées proviennent toutes de l'usine de M. J. Chabalier, ingénieur civil des mines et fabricant de produits chimiques dérivés des résineux, à Mont-de-Marsan.

| DÉSIGNATION DES PRODUITS ESSAYÉS SOUS UNE CHARGE TOTALE DE 300 k ^{cs} soit 6 k ^{cs} par centimètre carré de projection du tourillon. | EFFORTS DE FROTTEMENT EN KILOGRAMMES mesurés à la circonférence du tourillon. |
|--|--|
| Huile de pied de bœuf..... | 2 k ^{cs} 500 |
| Huile blonde et blanche de résine, légères..... | 2,930 et 2,950 |
| Huiles d'olives..... | 3 " |
| Huile forte de résine..... | 3 " |
| Oléonaphte de Russie..... | 3,100 |
| Huile du chemin de fer du Nord { 70 % h. de résine. 30 % h. de colza. } | 3,450 |
| Graisse de résine des Landes..... | 3,500 |
| Huile bleue de résine..... | 4,150 |
| Huile minérale..... | 26 " |
| Graisse minérale pure..... | 28 " |
| Graisse chargée au sulfate de baryte 30 %..... | 52 " |

On voit d'après ce tableau qu'en mettant de côté les trois derniers produits dont l'emploi sera toujours trop onéreux pour tout graissage industriel, les capacités lubrifiantes des autres huiles ou graisses s'écartent assez peu pour qu'on puisse les employer indifféremment et ne mettre en balance que la question de prix.

Disons en passant, que les huiles de résine ne sont ni congelables, ni inflammables, et ne se vaporisent qu'à des températures très élevées.

Nous avons prouvé que le sulfate de baryte n'est pas nécessaire pour donner du corps à la graisse, le dernier chiffre de notre tableau montre combien il est nuisible; il n'a donc été ajouté à la graisse que pour lui donner du poids et pour faire baisser le prix de revient; *c'est donc une falsification.*

Nous terminerons ce travail en conseillant à Messieurs les consommateurs de graisses de faire subir à leurs produits un petit essai bien simple (1).

Étant données deux sortes de graisses, graissez séparément les essieux d'une voiture avec le même poids de chacune d'elles, et comparez les actions lubrifiantes au bout d'un certain temps de marche. On a, par exemple, un camion à quatre roues et les graisses A et B; on graissera les deux roues d'un côté avec la graisse A et les deux roues de l'autre avec la graisse B.

Cet essai est bien simple, et à la portée de tout le monde; si même, on ne veut pas peser la graisse, car tout

(1) Il va sans dire que nous recommandons à Messieurs les industriels de faire analyser leurs graisses de voitures par un chimiste; ou même d'en faire l'essai eux-mêmes; un simple flacon d'éther et un tube à essais suffisent pour cela.

le monde n'a pas une balance sous la main, que l'on en prenne un volume donné; par exemple un petit verre à liqueurs ou un verre ordinaire.

Nous ne doutons pas, si Messieurs les industriels veulent bien faire les essais précédemment décrits, nous ne doutons pas, disons-nous, que la graisse au sulfate de baryte ne se voie expulsée de nos marchés comme mérite de l'être un produit falsifié.

Croix, avril 1880.

Jean DE MOLLINS.

NOTE

SUR LA

PRÉPARATION INDUSTRIELLE DE L'AZOTINE

Par A. M. LADUREAU,

Directeur de la Station agronomique du Nord.

Les chiffons, déchets et résidus textiles divers, que l'on trouve dans le commerce, se divisent en trois grandes catégories :

1° Ceux qui ne renferment que des fibres végétales, tels que le coton, le lin, le chanvre, le jute, le phormium, etc.

2° Ceux qui ne contiennent que des matières d'origine animale, telles que la laine, la soie, le poil de chèvre, etc.

3° Enfin ceux qui sont composés de fibres végétales animales, tels que les tissus chaîne coton, trame laine ; chaîne coton, trame soie, etc.

L'industrie tire des premiers un excellent parti ; elle les déchiquette, les met en pâte, les blanchit et en fait du papier.

Elle tire encore des seconds un parti intéressant en les effilochant et en les transformant en nouveaux fils, puis en nouveaux tissus : c'est ce que l'on appelle la *Renaissance*.

Mais elle ne peut utiliser que très-difficilement les déchets de la troisième catégorie, mélangés de fibres de matières diverses. Ces résidus ne peuvent convenir à la fabrication du papier à cause de la

laine qu'ils renferment ; on ne peut en faire que des cartons grossiers, et leur valeur est par conséquent très-faible : elle varie entre 5 et 7 fr. les 100 kil.

L'agriculture emploie une certaine quantité de ces matières pour la fertilisation du sol, vu la proportion notable de laine, c'est-à-dire de matière animale azotée qu'elles renferment, mais cela constitue un fort médiocre engrais ; ces tissus mettent un temps parfois considérable avant de subir la décomposition qui les rend aptes à l'assimilation par les plantes.

Leur épandage et leur égale répartition dans le sol sont en outre extrêmement difficiles pour ne pas dire impossibles. C'est ce qui explique le bas prix de ces substances.

C'est de ces tissus et déchets divers mélangés, que M. Heddebault, fabricant d'engrais et agriculteur, à Houplin (Nord), a trouvé une utilisation complète et intéressant assez l'industrie et l'agriculture, pour qu'il soit utile d'expliquer sa découverte.

M. Heddebault fabrique depuis quelques années un engrais complet à base d'azote organique, dans lequel cet élément existe sous la forme de cuir torréfié. La torréfaction des cuirs, cornes, sabots d'animaux, qu'il emploie dans la fabrication, s'opère dans de grands cylindres en fer sous une pression et à une température très-élevées.

Ayant remarqué souvent que les morceaux de toiles, de bois, de matières végétales en un mot, qui se trouvaient par hasard mêlées aux matières animales dans les torréfacteurs, ne subissaient aucune altération, tandis que celles-ci étaient désagrégées par la chaleur, il conçut l'idée heureuse de séparer par ce moyen la laine, des tissus mélangés et de recueillir ainsi : d'une part, une matière fertilisante d'un titre élevé et, d'autre part, les fils végétaux, débarrassés de laine et devenus propres à la fabrication du papier.

Quelques expériences industrielles l'ayant convaincu de la possibilité de ce traitement au point de vue pratique, il n'hésita pas à faire immédiatement breveter son procédé et à monter une installa-

tion nouvelle qui lui permet de transformer chaque jour 5.000 kil. de déchets.

Voici comment s'opère ce traitement :

On remplit aussi complètement que possible les cylindres à torréfaction avec les chiffons et déchets à traiter et l'on ferme hermétiquement. On y fait alors arriver de la vapeur d'eau à 150° et sous la pression de 5 atmosphères, que l'on maintient durant 7 heures, en ayant soin de faire écouler l'eau de condensation au moyen d'un robinet de purge placé à la partie inférieure des digesteurs.

Cette eau est très-colorée en brun et chargée d'une grande quantité de laine dissoute. Au bout des 7 heures de digestion, on arrête l'introduction de la vapeur et on retire les chiffons. Il suffit ensuite de les laver pour séparer complètement les fibres végétales demeurées intactes ou à peu près, de les sécher et de les battre par un agent mécanique. La dissolution de laine concentrée et évaporée à sec donne un beau produit noir, brillant, facile à pulvériser et susceptible d'être employé tel quel par l'agriculture ou d'être incorporé aux engrais mixtes comme matière azotée riche.

Voici la composition des échantillons de ce nouveau produit qui nous ont été présentés au début de sa fabrication par M. Heddebault qui lui a donné le nom d'*Azotine*.

COMPOSITION DE L'AZOTINE.

| | |
|---|---------|
| Humidité | 6.60 |
| Matière organique azotée (à 16 % d'azote) . . . | 58.12 |
| Matières organiques diverses non azotées . . . | 11.68 |
| Sable, terre, impuretés diverses des chiffons . . | 23.60 |
| | <hr/> |
| | 100.00 |
| Azote | 9.20 %. |

D'autres chimistes y ont trouvé, dans des échantillons différents, jusqu'à 11 et 12 % d'azote, ce qui montre que, quand l'inventeur aura régularisé sa fabrication et qu'il aura diminué la proportion

considérable de terre, sable et impuretés diverses que renferme son produit, il arrivera à fabriquer couramment une matière renfermant 42 à 45 % d'azote entièrement soluble dans l'eau. Nous croyons pouvoir donner à l'azote engagé dans cette nouvelle combinaison, la même valeur que le commerce lui assigne dans le sang desséché, soit environ 2 fr. 50 le kil.

L'azotine à 42 % d'azote aurait donc une valeur de 30 fr. les 400 kil. Nous engageons toutefois vivement M. Heddebault à faire un sacrifice dans l'intérêt de l'agriculture qui a un si sérieux besoin d'engrais à bon marché et à ne pas le faire payer à plus de 2 fr. 25 le kil. d'azote, ce qui lui en assurera un débit considérable. Cela lui sera d'autant plus facile que la production de cet engrais ne lui coûte absolument rien, attendu que tous les frais de sa fabrication sont très-largement couverts par la plus-value considérable qu'acquière les parties végétales des tissus et chiffons ainsi traités.

Voici quelques considérations à ce sujet :

On peut admettre qu'il faut cinquante kil. d'azote pour obtenir la récolte d'un hectare de froment. L'hectare de cette céréale rapporte trente hectolitres de grain ; c'est donc soixante litres de blé pour 4 kil. d'azote.

L'auteur de la découverte qui nous occupe, produisant chaque jour environ 180 kil. d'azote, offre par conséquent à la consommation l'élément de production de cent hectolitres de blé.

C'est 30.000 hectolitres par année de travail. La consommation de l'homme, sous notre climat, étant environ de deux hectolitres par individu, c'est le moyen de donner la subsistance à quinze mille hommes qu'a trouvé M. Heddebault.

Nous avons employé cette année une certaine quantité du nouveau produit sur un champ d'expériences destiné à la culture de la betterave, nous dirons à l'automne, si comme nous le supposons, il est digne d'être placé sur la même ligne que le sang desséché et les autres engrais renfermant de l'azote rapidement soluble.

A. LADUREAU.

MÉMOIRE

SUR

LA FABRICATION DE LA DIPHÉNYLAMINE

Par JEAN DE MOLLINS,

Docteur ès-sciences de Zurich.

INTRODUCTION.

Les brillantes recherches effectuées depuis vingt ans par une cohorte de savants chimistes, dans le domaine des matières tinctoriales artificielles, ont donné naissance à d'innombrables applications.

L'industrie des matières colorantes se basant, à l'origine, sur des travaux d'observation directe ou empirique acquiert de jour en jour un caractère plus synthétique. Le chimiste ne se borne plus à constater la formation d'une matière colorante dans tel ou tel cas particulier; il va plus loin; cette matière étant donnée, il fixe sa place dans la série des corps connus, il étudie sa constitution intime, et parfois, imitant un architecte, il la reconstruit de toutes pièces, employant dans ce but des matériaux très-divers.

C'est ainsi que la science, après avoir déterminé la parenté qui existe entre la matière tinctoriale de la garance et les corps que renferme le goudron de houille, effectua une des plus brillantes synthèses industrielles des temps modernes, celle de l'alizarine.

Antérieurement à cette découverte, l'industrie, donnant la main à la synthèse, avait trouvé dans les goudrons une source inépuisable de richesses : des rouges, des violets, des verts, des bleus et des noirs d'une beauté incomparable inondèrent l'univers et nous croyons ne pas trop nous aventurer en prétendant qu'il n'y a aujourd'hui, parmi les peuples civilisés, pas un individu qui n'ait sur lui quelque pièce de vêtement teinte en couleur artificielle.

Nous avons aujourd'hui l'honneur de présenter à la Société Industrielle du Nord de la France une étude spéciale sur la fabrication de la diphénylamine, fabrication qui a pour origine les brillantes recherches synthétiques de M^{rs} Girard et DeLaire et A. W. Hofmann.

Nous avons exécuté nos travaux sur ce sujet en 1875 et 1876 alors que nous avions la direction d'une fabrique de bleus d'aniline en Allemagne; tous les faits que nous présentons sont le résultat d'expériences exécutées soit dans l'usine, soit au laboratoire.

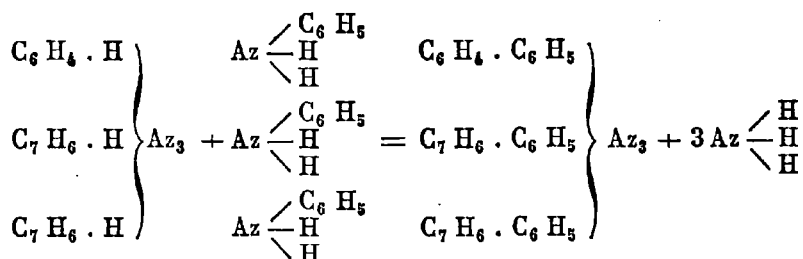
L'industrie nous ouvrant ses portes dans une direction toute différente de celle que nous avons suivie jusqu'à maintenant, nous faisons hommage de ce mémoire à Messieurs les Industriels du Nord.

La fabrication des matières colorantes artificielles en France a été pendant longtemps entravée par des brevets protecteurs; il n'en était pas de même en Allemagne et en Suisse; aussi, de nombreuses et importantes fabriques se sont-elles établies dans ces deux pays; aujourd'hui encore, beaucoup de teinturiers du Nord achètent leurs matières colorantes à l'étranger.

En France, quelques-uns des principaux brevets sont tombés, il y a quelques années, dans le domaine public; dès lors, l'industrie des matières tinctoriales a pris dans ce pays un nouvel essor; puisse notre petit mémoire lui faciliter sa tâche, et hâter le moment où le Nord fournira lui-même de couleurs ses grands établissements de teinture.

Quelques mots sur les bleus d'aniline et de diphénylamine sont nécessaires pour expliquer par quelle succession d'idées synthétiques les chimistes ont été conduits à faire de la diphénylamine un produit industriel.

Les bleus d'aniline prennent naissance lorsqu'on fait réagir dans certaines conditions l'aniline sur la rosaniline; le produit principal de cette réaction est la rosaniline triphénylée :

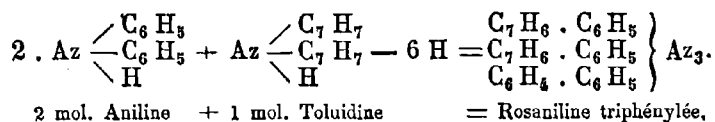


1 mol. Rosaniline + 3 mol. Aniline = 1 mol. Rosaniline triphénylée + 3 mol. Ammoniaq.

Ainsi que l'indiquent ces formules, il y a eu échange réciproque d'hydrogène (H) et de phényle (C₆H₅), entre la rosaniline et l'aniline, et de l'ammoniaque a pris naissance; sous l'influence de l'aniline, il y a eu ce que nous appellerons « phénylation » de la rosaniline.

La rosaniline triphénylée se fabrique aujourd'hui sur une très-grande échelle; elle est la base des principaux bleus d'aniline; bleus alcalins pour laine et soie, bleus solubles pour soie, laine et coton, etc.

La science, qui cherche toujours à simplifier les méthodes, découvrit bientôt une nouvelle réaction conduisant à la rosaniline triphénylée; la théorie indiquait la possibilité d'obtenir ce corps par l'oxydation d'un mélange de diphénylamine et de ditolylamine; la pratique vint confirmer cette hypothèse.



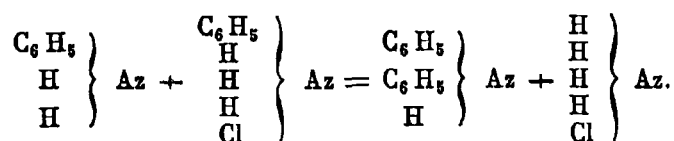
Le corps oxydant ou plutôt déshydrogénant le plus employé était le sesquichlorure de carbone.

Cette méthode si ingénieuse se répandit promptement ; cependant nous croyons qu'elle n'a pas entièrement répondu à ce que l'on pouvait en espérer ; son plus grand mérite est peut-être d'avoir attiré l'attention des industriels sur la *Diphénylamine*.

La diphénylamine a été reconnue en 1864, par M. Hofmann, parmi les produits de la distillation sèche des bleus d'aniline.

Messieurs Girard et de Laire en ont effectué la synthèse par l'action de la phénylamine ou aniline sur ses sels.

La méthode la plus généralement adoptée, consiste à faire réagir le chlorhydrate d'aniline sur l'aniline.



1 mol. Aniline + 1 mol. Chlorhydrate d'aniline = 1 mol. dyphénylamine + 1 mol. Chlorhydrate d'ammoniaque.

La diphénylamine est un corps cristallisé incolore, fondant à 54° et distillant vers 300° (1); elle est presque insoluble dans l'eau ; très soluble, par contre, dans l'alcool, la benzine, le pétrole et l'aniline ; c'est une base faible, ses sels sont décomposés par l'eau ; ils ne peuvent exister en solution aqueuse qu'en présence d'un grand excès d'acide.

La diphénylamine acquiert d'année en année plus d'importance industrielle ; elle est aujourd'hui la base de deux grandes fabrications.

1° Bleus de diphénylamine ;

2° Orangés du groupe diazoïque.

(1) La plupart des manuels de chimie indiquent 340°, ce chiffre nous paraît trop élevé, nous en reparlerons dans la suite de ce travail.

Les bleus s'obtiennent par la fusion de la diphénylamine ou de quelques uns de ses dérivés avec l'acide oxalique.

Ce sont des bleus d'un éclat et d'une pureté incomparables. On les fabrique maintenant sur une grande échelle.

Les orangés prennent naissance lorsqu'on fait réagir la diphénylamine sur divers dérivés diazoïques. — Cette nouvelle branche d'industrie paraît avoir un brillant avenir devant elle.

Lorsque nous fûmes chargé d'installer la fabrication de la diphénylamine, nous avons pour nous guider les quelques rares données que l'on trouve dans diverses publications.

Nous suivîmes d'abord scrupuleusement l'excellent *Traité des dérivés de la houille*, de MM. Girard et de Laire ; après un essai préliminaire exécuté au laboratoire, nous installâmes notre fabrication en nous conformant aux indications de ces habiles chimistes.

Au bout d'un certain temps, nous basant sur notre propre expérience, nous appliquâmes de nouveaux procédés ; de là, ainsi que nous le verrons plus tard, deux périodes bien caractérisées dans nos travaux.

La préparation de quelques grammes de diphénylamine peut être rangée parmi les opérations les plus simples de la chimie organique : un tube scellé, contenant molécules égales d'aniline et de son chlorhydrate est chauffé pendant 8 heures de 300 à 320° ; on traite à plusieurs reprises le produit de cette réaction par l'acide chlorhydrique dilué chaud qui dissout l'aniline à l'état de chlorhydrate, tandis que la diphénylamine donne par le refroidissement un gâteau cristallin. Après tous ces traitements à l'acide, on neutralise avec de la soude faible, et la diphénylamine est purifiée soit par distillation, soit par cristallisation dans quelque dissolvant.

Nous verrons plus tard la différence qui existe entre l'essai précédent et la préparation industrielle de la diphénylamine ; nous ferons ressortir combien il est parfois difficile de prévoir les écueils que

l'on rencontrera dans la fabrication, lorsque l'on n'a comme base que quelques observations de laboratoire.

Pour bien faire comprendre la marche que nous avons suivie, nous allons reproduire une partie de l'article que MM. Girard et de Laire consacrent à la diphénylamine ; nous soulignons les passages qui nous ont spécialement servi de point de départ dans nos essais (1).

« L'aniline réagit sur presque tous ses sels, sous la pression ordi-
» naire et à la température de son mélange avec eux, en donnant
» naissance à la diphénylamine. Mais dans ces conditions de pression
» et de température, même au bout d'un temps très-long, plusieurs
» jours, le poids de la monamine secondaire n'est qu'une fraction
» très-minime de celui des corps mis en présence ; dans les cas les
» plus favorables, il ne dépasse pas dix à douze centièmes du poids
» de l'aniline employée ; le plus souvent, il n'atteint pas cette pro-
» portion.

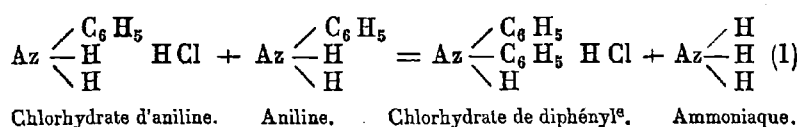
» Si, au lieu d'opérer à la pression ordinaire, on effectue la réac-
» tion *en vase clos, dans un tube fermé, par exemple, ou dans*
» *un autoclave, la proportion de diphénylamine, engendrée*
» *dans ces conditions, est à peu près double de celle obtenue*
» *en vase ouvert, elle varie de 20 à 25 ou 30 pour 100.*
« Mais à partir du moment où cette proportion est atteinte,
» la prolongation de l'opération n'exerce plus qu'une
» influence à peine sensible sur la production de la diphé-
» nylamine, et l'on y retrouve, sans altération, les soixante-
» dix ou quatre-vingts centièmes de l'aniline employée à
» l'état de base libre ou de chlorhydrate. — La réaction est
» arrêtée, les actions réciproques des corps mis en présence,
» et en vertu desquelles elle s'est produite, semblent dès lors

(1) Voir *Traité des dérivés de la houille*, p. 448.

» *paralysées*. Il est possible que par suite de la formation de gaz
 » ammoniac, corrélative de celle de la diphénylamine, la pression
 » développée à un certain moment devienne telle que les conditions
 » primitives de la réaction soient renversées; *l'ammoniaque*
 » *réagirait alors sur la diphénylamine formée pour repro-*
 » *duire de l'aniline*⁽⁴⁾. Ce serait un cas de réaction inverse.
 » *En enlevant, au moment convenable, l'ammoniaque pro-*
 » *duite, on parvient à reculer notablement la limite à laquelle*
 » *s'arrête la réaction.* »

La génération de la diphénylamine repose sur la phénylation de l'aniline, cette opération est en une certaine mesure analogue à la phénylation de la rosaniline dont nous avons parlé plus haut.

La réaction à haute température serait la suivante :

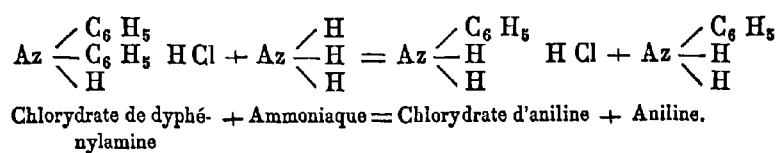


Il paraît que la pression peut modifier les affinités qui sont ici en jeu; la réaction inverse mentionnée par MM. Girard et De Laire, n'est pas une pure hypothèse. Nous lisons en effet au bas de la page 418. « *En chauffant dans un tube fermé un sel d'am-*
 » *moniaque et de la diphénylamine, nous avons reproduit*
 » *de l'aniline.* »

Sous deux influences diverses successives, un atome d'hydrogène

(4) Il est difficile de fixer le rôle que joue chaque corps dans l'autoclave. La température élevée et probablement aussi la pression modifient les affinités des corps. Nous ne serions pas surpris si, dans de semblables conditions, le chlorhydrate d'ammoniaque n'était que faiblement attaqué par l'aniline ou la diphénylamine. Nous verrons, en effet, plus tard que le dégagement d'ammoniaque pendant l'opération ne nous semblait pas être en proportion avec ce qu'il aurait dû être si la décomposition de son chlorhydrate avait été complète.

et un groupe phényle auraient simplement effectué un voyage d'aller et retour entre deux molécules d'aniline.



A la page 419 nous trouvons la description du procédé industriel de MM. Girard et De Laire.

Un autoclave émaillé placé dans un fourneau spécial porte :

« 1° une soupape de sûreté ; 2° un manomètre métallique ; 3° un » tube en fer forgé, fermé à sa partie inférieure, vissé dans le cou- » vercle, de manière à venir effleurer la surface du liquide dans » l'autoclave, et servant à recevoir un thermomètre ; 4° un robinet » auquel est adapté un tube communiquant avec un ser- » pentin ; par son moyen, on peut mettre l'appareil en » communication avec l'extérieur et recueillir les produits » qui s'échappent.

» On charge l'appareil avec 70 kilogrammes de chlorhydrate » d'aniline parfaitement sec, et 50 kilogrammes d'aniline, et on » chauffe en employant pour plus de régularité du coke. Le ther- » momètre monte rapidement jusqu'à 200°, le manomètre restant » à zéro ; arrivé à ce point, la variation ascendante et continue du » thermomètre est moins rapide et le manomètre commencerait à » indiquer l'existence d'une pression croissante, si l'on n'avait eu » soin de laisser, au moyen du robinet, l'appareil en communica- » tion avec l'extérieur. On chauffe environ deux heures dans ces » conditions, le robinet ouvert ; au bout de ce temps, le thermo- » mètre marquant environ 215 ou 220°, on ferme le robinet et on » continue à chauffer. La température croît de 215 à 250°, tandis » que la pression varie de zéro à cinq atmosphères et demie. La

» durée d'une opération est de douze heures : les six dernières, la
» température doit s'élever graduellement de 240 à 260°, tandis
» que la pression monte de trois à cinq et six atmosphères. *On*
» *obtient en opérant ainsi facilement 60 à 75 pour 100 de*
» *diphénylamine.* »

Suivent ensuite quelques détails sur la purification de la diphénylamine, à la page 420 nous lisons :

« La diphénylamine ainsi lavée et ensuite séchée est, *ou bien*
» *distillée dans des cornues plates présentant une large*
» *surface de chauffe*, ou bien dissoute dans les huiles de pétrole
» ou de houille, et purifiée par cristallisation. »

CHAPITRE I^{er}

APPAREILS. — MATIÈRES PREMIÈRES. — TRAVAIL.

Les appareils qu'exige la fabrication de la diphénylamine sont de trois espèces.

- 1° Autoclave ;
- 2° Chaudière à cuisson acide ou alcaline ;
- 3° Alambic.

AUTOCLAVE.

La fig. 4, représente un autoclave de fonte émaillée de 450 litres de capacité. — Le grand couvercle C C porte un manomètre hydraulique ; le petit couvercle C' C' est destiné à recevoir divers appendices tels que thermomètre, robinet, etc., dont nous parlerons plus tard. La fig. 2, donne le détail du joint ; une rainure pratiquée dans le bord de la chaudière correspond à un petit cordon en relief que porte le couvercle ; on place une couronne de plomb de 12 mm. d'épaisseur dans la rainure et l'on serre fortement les vis au nombre de 16, jusqu'à l'écrasement complet du joint ; les fig. 3 et 4 représentent les sections du joint avant et après cette opération. — Nous n'avons jamais employé de soupape de sûreté ; après une série d'opérations nous éprouvions l'autoclave à une pression de 50 atmosphères, puis nous le remettions en marche. — Nous aurions au besoin laissé monter la pression jusqu'à 25 atmosphères avec la plus grande tranquillité.

Notre autoclave n'était pas en contact direct avec les gaz brûlants provenant du foyer ; il était placé dans un bain d'alliage de plomb et d'étain destiné à le préserver des changements brusques de température.

Un registre réglait le tirage ; la pression venait-elle à monter trop rapidement, on couvrait le feu de cendres, et l'on ouvrait le registre et la porte du foyer ; un violent courant d'air faisait baisser la température du bain d'alliage, sans toutefois que l'autoclave fut exposé à un refroidissement subit.

CHAUDIÈRES A CUISSON ACIDE OU ALCALINE.

Deux chaudières de fonte émaillée d'une capacité de 400 litres chacune sont placées dans des cuves un peu plus grandes que ces récipients ; on peut à volonté remplir ces cuves d'eau bouillante ou d'eau froide ; d'eau bouillante lorsque l'on veut fondre la diphénylamine pour lui faire subir les lavages à l'acide ou à la soude caustique ; d'eau froide lorsqu'on veut rapidement provoquer la solidification de la base.

ALAMBIC.

Nous fîmes nos premiers essais de distillation sur un à deux kilogs de matière ; notre chaudière de 0^m35 de diamètre sur 0^m40 de profondeur, reposait sur un petit brasier ordinaire. — Après une série d'essais nous construisîmes un fourneau permettant l'emploi d'une chaudière beaucoup plus volumineuse et *plus profonde*.

La fig. 5 représente notre appareil : G grille, F foyer. La chaudière, qui a 0^m50 de diamètre sur 0^m50 de profondeur, s'emboîte dans le fourneau ; ses parois sont distantes de 3 centimètres des parois latérales internes de ce dernier, de façon à laisser un canal annulaire pour les gaz chauds du foyer. Une hotte de tôle surmonte le tout et se termine par une cheminée.

Les parois latérales du fourneau s'échauffent et envoient par rayonnement de la chaleur sur la chaudière en même temps que celle-ci absorbe le calorique des gaz de la combustion. Le chauffage par rayonnement ne se produit qu'au bout d'un certain temps ; il arrive juste à point pour augmenter l'action du foyer, lorsque la diphénylamine commençant à distiller, on court le risque que les vapeurs se condensent dans l'intérieur de la chaudière.

Le couvercle de la chaudière, luté avec une tresse d'étoupe enduite d'un mélange de minium et d'huile, est fixé par des vis de pression.

Le tuyau T conduit les vapeurs de diphénylamine dans un réfrigérant de plomb R entouré d'eau à une température supérieure à 54° .

Il importe de mentionner ici un petit détail pratique. Nous avons observé que le meilleur raccord des deux tuyaux était le raccord par collets. On bat au bout des tuyaux de plomb deux petits collets ; on les serre fortement l'un contre l'autre au moyen de forts anneaux de fer forgé munis d'écrous.

S'il est indispensable de faire un raccord par soudure, il faut éviter avec soin l'emploi de l'étain vu le point de fusion peu élevé des alliages qui prendraient naissance.

MATIÈRES PREMIÈRES. — LEUR ESSAI.

A. *Aniline*. — L'essai de l'aniline comporte trois opérations :

L'observation du *poids spécifique*, la *cristallisation* et la *distillation*.

Le *poids spécifique* de l'aniline est de 1.0250 à 1.0245 à la température de $17^{\circ},5$.

Pour observer la *cristallisation* de l'aniline, on place un tube renfermant cette base dans un mélange réfrigérant à -20° ; de l'aniline pure doit cristalliser entièrement.

Distillation. — On distille 100 centimètres cubes d'aniline en

ayant soin de plonger le thermomètre dans la cornue jusqu'à mi-profondeur du liquide. Voici un exemple que nous prenons dans nos notes (1) :

| Températures : | Quantités distillées en centim. cubes. |
|------------------|--|
| 183° | 5 |
| 183°50 | 10 |
| 184° | 25 |
| 184°50 | 60 |
| 184°25 | 80 |
| 184° | 95 |

On voit que la plus grande partie du liquide distille entre 183°,5 et 184°,5, soit dans des limites distantes l'une de l'autre de 1/2° à 1°.

La température baisse vers la fin de l'opération, il devra toujours en être ainsi avec une aniline pure ; cette baisse commence au moment où le thermomètre cesse de plonger dans le liquide.

B. Chlorhydrate d'aniline. — Le chlorhydrate d'aniline doit être absolument anhydre ; il doit en outre avoir été préparé avec de l'aniline pure ; si on ne l'a pas fabriqué soi-même, il sera prudent d'en décomposer une certaine quantité par un excès de soude caustique ; l'aniline mise en liberté sera essayée d'après la méthode précédente.

C. Acide chlorhydrique. — Nous avons employé de l'acide chlorhydrique à 20° B° ne renfermant pas, au delà de 1 % d'acide sulfurique (calculé avec SO³ acide sulfurique anhydre).

TRAVAIL

La préparation de la diphénylamine comporte trois phases :

1° Travail en autoclave ou *génération* de la diphénylamine ;

(1) Il va sans dire que nous appelons aniline la phénylamine C₆H₅. Az H₂, on rencontre encore aujourd'hui sur le marché un produit improprement nommé aniline ou huile d'aniline, et qui est un mélange d'aniline et des diverses toluidines.

2° *Purification* du produit brut sortant de l'autoclave ;

3° *Distillation*.

La *génération* de la diphénylamine fait le sujet principal de ce mémoire ; nous en parlerons en détail un peu plus loin.

Nous décrirons par contre, maintenant, la purification et la distillation de la diphénylamine, ces opérations étant d'une application générale.

Purification du produit brut. Nous avons pris en œuvre des quantités de matières renfermant 80 à 100 kil. d'aniline libre ; voici la marche des opérations :

1° Introduire la masse brute dans 100 litres d'eau et ajouter 100 kil. d'acide chlorhydrique ; porter à l'ébullition et agiter une demi-heure ; refroidir, décanter ; la diphénylamine, mélangée d'un peu de son chlorhydrate, reste au fond de la cuve sous forme de gâteau cristallin verdâtre ; la solution mère renferme du chlorhydrate d'aniline et quelque peu de chlorhydrate de diphénylamine ;

2° Verser sur le gâteau de diphénylamine brute 200 litres d'eau ; maintenir pendant une demi-heure à 100° ; refroidir, décanter. Cette opération a un double but : l'eau bouillante enlève à la diphénylamine un peu de chlorhydrate d'aniline qu'elle retient captif ; elle achève en outre presque complètement la décomposition du chlorhydrate de diphénylamine ; pour que cette décomposition soit totale, il faut le traitement alcalin suivant :

3° Porter à 100° dans 100 litres d'eau avec 10 kil. de soude caustique, refroidir, décanter ;

4° Bouillir avec 100 litres d'eau pour enlever l'excès de soude caustique, refroidir, décanter.

La diphénylamine, sous forme de gâteau cristallin blanc verdâtre, est débarrassée par fusion d'une petite quantité d'eau qu'elle retient captive ; on obtient après refroidissement un gâteau compacte cristallin ne renfermant que fort peu d'eau ; dans cet état le produit est bon pour la distillation.

Les solutions acides ou alcalines ainsi que les eaux de lavage que l'on a séparées par décantation de la diphénylamine, sont toutes envoyées dans une grande cuve de bois ; on brasse bien, et après quelques jours de repos, il se sépare encore une petite quantité de diphénylamine sous forme de poudre verdâtre amorphe ; on la sépare du liquide par une simple filtration ou par décantation.

Le liquide ne renferme plus que du chlorhydrate d'aniline ; on le traite à la chaux et l'on distille l'aniline dans un courant de vapeur d'eau. (Voir à la fin de ce mémoire).

Distillation de la diphénylamine. — La charge de la chaudière est de 30 à 35 kil ; le chauffage se fait avec un mélange de coke et de charbon de bois ; on allume dès l'abord un feu très vif ; lorsqu'il se produit un léger crépitement dans la chaudière, on modère le feu jusqu'à ce que la petite quantité d'eau que retenait la diphénylamine ait distillé ; si l'on néglige cette précaution, il peut se produire une distillation tumultueuse et la masse en fusion que renferme la chaudière est projetée dans le réfrigérant.

Lorsque l'eau a été éliminée, on chauffe de nouveau fortement jusqu'à ce que la diphénylamine soit en pleine distillation ; elle passe alors absolument claire et incolore, et donne par refroidissement une masse cristalline blanche à peine teintée de jaune.

La dernière partie qui distille est un peu jaunâtre ; on la recueille à part pour lui faire subir une seconde distillation.

CHAPITRE II

GÉNÉRATION DE LA DIPHÉNYLAMINE. — PREMIÈRE PÉRIODE D'ESSAIS. — L'AUTOCLAVE EST MUNI D'UN ROBINET POUR LE DÉGAGEMENT DE L'AMMONIAQUE.

Après l'exposé que nous venons de faire, il semble qu'il n'y ait rien de plus facile que de fabriquer de la diphénylamine; nous ne devons pas tarder à découvrir à nos dépens qu'il n'en était pas ainsi.

Une propriété du contenu de l'autoclave, propriété qu'aucun ouvrage ne mentionnait, à savoir l'extrême pouvoir corrosif du chlorhydrate d'aniline envers les métaux, nous réservait maints déboires.

Le chlorhydrate d'aniline, soit fondu, soit à l'état de vapeur, soit encore en mélange avec certaines quantités d'aniline, possède un extrême pouvoir corrosif; vers 280° le cuivre est sensiblement attaqué; le plomb est dissous, et le fer forgé est réduit à l'état de filaments noirs; la fonte résiste mieux que ce dernier.

Les gaz retenus captifs dans l'autoclave devraient être inertes à l'égard des métaux puisqu'ils doivent consister essentiellement en ammoniaque et en vapeurs d'aniline; malheureusement, vers 250°, le chlorhydrate d'aniline se vaporise et leur communique ses propriétés corrosives. Avis aux amateurs de robinets à dégagement d'ammoniaque.

Cela dit, passons à la description détaillée des opérations.

N.-B. Outre les quantités de diphénylamine fournies par chaque opération nous ferons figurer le rendement rapporté à 100 kil. d'aniline prise en œuvre.

PREMIÈRE OPÉRATION. — PREMIER ACCIDENT.

L'autoclave est muni d'un robinet cône à vis (voir fig. 6), le cône fermant l'orifice est de fer forgé, le tuyau T conduit les vapeurs dans un réfrigérant également de fer forgé.

Charge de l'autoclave :

| | |
|---------------------------------|---------|
| Chlorhydrate d'aniline. | 70 kil. |
| Aniline. | 50 kil. |

Lorsque la pression eût atteint 6 atmosphères on ouvrit légèrement le robinet ; le dégagement de gaz, régulier pendant une heure environ, prit soudain de telles proportions qu'il ne fut plus possible de refermer le robinet ; on avait beau serrer la vis, le cône ne joignait plus ; le tuyau du réfrigérant s'obstrua et creva, un torrent de vapeurs aniliques suffocantes nous obligea à éteindre immédiatement le feu et à abandonner la place tandis que tout le contenu de l'autoclave s'en allait dans les airs.

L'examen de l'appareil après cet accident nous démontra que le robinet avait été très fortement corrodé, la vis conique avait l'aspect d'une aiguille formée d'un faisceau de fibres noires.

DEUXIÈME OPÉRATION. — RENDEMENT 30 %.

L'autoclave est muni d'un robinet de bronze à manette (fig. 7) ; on a eu soin de l'huiler convenablement pour faciliter sa manœuvre.

Charge :

| | |
|----------------------------------|---------|
| Chlorhydrate d'aniline | 70 kil. |
| Aniline. | 50 kil. |

Le feu est allumé à 5 heures du matin. Le robinet reste ouvert jusqu'à 8 h. 30.

| | | | | |
|--------------------------------------|---|-----------------|---|---|
| 10 heures, pression = 6 atmosphères. | | | | |
| 10 h. 15 | — | 4 | — | } On ouvre légèrement le robinet, chaque fois que l'on est à 6 atmosphères. |
| 11 | — | 6 | — | |
| 11 15 | — | 4 | — | |
| 12 | — | 6 | — | |
| 12 15 | — | 4 | — | |
| 2 | — | 6 | — | |
| 2 15 | — | 4 | — | |
| 4 | — | 5 $\frac{1}{2}$ | — | |
| 4 30 | — | 5 $\frac{1}{2}$ | — | |

On éteint le feu, et l'on ouvre légèrement le robinet jusqu'à ce que le manomètre soit à zéro.

Au dernier moment, le robinet refusa de se fermer; le dégagement aurait pris des proportions inquiétantes si le feu n'eût été éteint depuis un certain temps; nous réussîmes à refroidir assez rapidement l'autoclave pour éviter toute perte.

Pendant cette opération nous fûmes frappé de constater qu'il ne se dégageait qu'une faible quantité d'ammoniaque; nous nous serions attendu à une production beaucoup plus considérable de ce gaz, vu les quantités de matières prises en travail (1).

(1) Il fallait pour constater un faible dégagement d'ammoniaque mettre le nez à l'orifice du réfrigérant; on peut sans crainte appeler cela un faible dégagement puisque l'on a pris en œuvre 100 kil. d'aniline. La différence qui existe entre cette réaction et la phénylation de la rosaniline est frappante; si l'on chauffe 5 kil. de rosaniline et 25 kil. d'aniline en présence d'acides acétique ou benzoïque, le dégagement d'ammoniaque est si fort que les ouvriers en seraient incommodés si l'on ne conduisait ce gaz dans un appareil d'absorption.

Il se produisait en outre un faible dégagement d'hydrogène sulfuré; ce gaz provenait de la décomposition d'un peu de sulfate d'aniline; nous avons vu, en effet, que l'acide chlorhydrique, servant à la préparation du chlorhydrate d'aniline n'était pas entièrement franc d'acide sulfurique.

Après cette opération, le robinet de bronze était légèrement corrodé; il suffit de le polir de nouveau pour le remettre en bon état.

TROISIÈME OPÉRATION — RENDEMENT 37 %.

Même robinet. Même charge.

La difficulté de manœuvrer le robinet pendant cette opération, nous obligea à laisser monter la pression au-delà de 6 atmosphères.

| | | | |
|--------------------|----------------|-------------------|--|
| 10 heures. | 6 atmosphères. | | |
| 11 — | 7 — | | |
| 12 — | 9 — | | |
| 1 — | 10 — | | |
| 2 — | 10 — | | |
| 3 — | 10 — | on éteint le feu. | |
| 4 — | 4 — | | |

Le robinet fut maintenu légèrement ouvert à partir de 40 heures; par moments il s'obstruait pour se déboucher ensuite spontanément. *Dégagement d'ammoniaque faible*; il distilla en tout 3 litres d'aniline mélangée à un peu d'eau.

Rendement 37 kil., soit 37% de l'aniline prise en œuvre. Le robinet avait bien résisté.

En comparant cette opération à la précédente, nous voyons une augmentation de 7% dans le rendement; *il est donc avantageux d'augmenter la pression.*

QUATRIÈME OPÉRATION. — RENDEMENT 37,5 %.

Même robinet qu'à l'opération précédente. Même charge.

| | |
|--------------------------|----------------|
| 12 heures. | 6 atmosphères. |
| 1 — | 10 — |
| Jusqu'à 5 — | 10 — |
| 6 — on éteint le feu sur | 9 — |

Robinet légèrement ouvert pendant toute l'opération ; il s'obstrua vers 6 heures.

Rendement 37,5 kil., soit 37,5 % de l'aniline employée.

La petite quantité d'eau qui passait avec les vapeurs d'aniline était un symptôme défavorable ; le chlorhydrate d'aniline employé n'était pas absolument anhydre et l'eau pouvait peut être entraver la réaction.

N.-B. Les essais dont la description va suivre ont tous été faits avec du chlorhydrate d'aniline absolument anhydre.

CINQUIÈME OPÉRATION. — ACCIDENTS DIVERS. — INCENDIE.

Même charge et même robinet qu'aux opérations précédentes, à savoir :

| | |
|---------------------------------|---------|
| Chlorhydrate d'aniline. | 70 kil. |
| Aniline. | 50 kil. |

L'opération fut deux fois interrompue : une fuite qui se produisit au joint principal entre la chaudière et le couvercle, nous obligea à éteindre le feu et à remettre un joint neuf (perte de temps : 24 heures). L'opération marchait de nouveau quand une autre fuite prit naissance entre le support du manomètre et le couvercle ; nous essayâmes en vain de resserrer les vis : il fallut éteindre le feu et mettre également un joint neuf ; la perte de temps occasionnée par ce petit accident fut également de 24 heures. Nous avons donc perdu en tout 48 heures.

Le troisième jour on allume le feu à 6 heures du matin.

| | |
|---------------------|----------------|
| 10 heures | 6 atmosphères. |
| 11 — | 10 — |

Il se produit un sifflement inquiétant dans le robinet; nous essayons de le fermer, mais en vain car il est corrodé; le sifflement augmente rapidement, le réfrigérant s'obstrue; le tuyau de plomb crève; les vapeurs d'aniline et de diphénylamine remplissent l'atelier; le tirage du fourneau les entraîne dans les carneaux encore rouges; elles prennent feu; voilà notre autoclave transformé en un volcan.

Un fort jet d'eau nous permit de couper cette formidable flamme par la base, mais la chaudière continua pendant une heure environ à lancer dans les airs des tourbillons de vapeurs suffocantes.

Nous pensions que le produit de l'opération serait nul; contre notre attente, il resta dans l'autoclave un gâteau verdâtre qui nous donna 26 kil. de diphénylamine.

Nous venions d'échapper à un grand danger; il y avait, dans le bâtiment où nous faisons nos essais, une batterie de six autoclaves à diméthylaniline qui étaient sous pression à 25 atmosphères; chacun peut se représenter l'effet d'un incendie sur des bombes d'un pareil calibre.

Le robinet de bronze présentait un curieux aspect après cet accident, la matière corrosive avait formé autour de la clef des canaux de plusieurs millimètres de profondeur.

SIXIÈME OPÉRATION. — RENDEMENT 43,5 %.

Un petit autoclave de fonte émaillée de 50 litres de capacité est destiné à des essais que l'on fait marcher parallèlement aux opérations précédemment décrites. Le robinet était de bronze.

Nous avons en outre profité de ce que l'opération était de moindre importance que les précédentes pour fixer sur le couvercle de l'autoclave un tuyau de cuivre fermé à sa partie inférieure et destiné

à recevoir un thermomètre, cet appendice augmentant les chances d'accident (4).

N.-B. Le principe qui était la base de cette opération consistait à mettre en réaction une quantité d'aniline supérieure à celle des essais précédents.

La charge était de :

Chlorhydrate d'aniline. 20 kil.
Aniline. 20 kil.

On allume le feu à cinq heures du matin. Une fuite qui se produit au joint du manomètre nous occasionna quelques heures de retard.

| | | | |
|----------------------|----------------|-------------|------|
| 4 heures après midi, | 6 atmosphères, | température | 205° |
| 4 h. 30 | — 9 | — | 230° |
| 5 | — 10 | — | 241° |

Robinet légèrement ouvert pendant tout le temps.

On éteint le feu à cinq heures pour chauffer de nouveau le jour suivant.

| | | | |
|---------------------|----------------|-------------|------|
| 1 heure après midi, | 5 atmosphères, | température | 254° |
| 2 — — | 6 — | — | 255° |
| 3 — — | 6 — | — | 274° |
| 4 — — | 6 — | — | 287° |
| 4 30 | 5 — | — | 285° |
| 5 — — | 5 — | — | 291° |

Robinet légèrement ouvert pendant tout le temps.

Rendement 45 kil. = 43,5 % de l'aniline employée.

(4) Avant d'employer un tuyau de cuivre, nous avons, sur le conseil d'un homme très compétent, employé un tuyau de fer forgé doublé de plomb extérieurement. Le plomb fut détruit et le fer forgé, percé à jour, donna issue au contenu de l'autoclave qui fut perdu ; le thermomètre fut projeté à une grande hauteur quelques moments après que nous venions d'observer la température.

Après l'opération, l'examen du tuyau de cuivre renfermant le thermomètre dénota que le métal avait été faiblement attaqué par les vapeurs de l'autoclave; par contre, la partie qui avait plongé dans la masse en fusion était sensiblement corrodée.

Cet essai nous démontre qu'un excès d'aniline et une température supérieure au point d'ébullition du chlorhydrate d'aniline sont favorables à la formation de la diphénylamine.

COUP D'OEIL RÉTROSPECTIF SUR LE CHAPITRE II.

Les essais que nous venons de décrire prouvent que nous étions en bonne voie pour augmenter le rendement en diphénylamine, puisque de 30 % de l'aniline prise en œuvre, nous sommes montés à 43,5 %; mais hélas, nous voyons du même coup les dangers que présente l'emploi du robinet à dégagement d'ammoniaque. Triste plaisir que d'augmenter le rendement quand cela doit être au risque de perdre le tout ou de mettre le feu à l'établissement.

CHAPITRE III.

GÉNÉRATION DE LA DIPHÉNYLAMINE. — DEUXIÈME PÉRIODE D'ESSAIS. AUTOCLAVE SANS ISSUE.

Après les divers accidents dont nous venons de parler, nous abandonnâmes complètement l'idée de mettre la fabrication de la diphénylamine en accord avec la théorie de la réaction inverse développée à la page 7.

Nous avons vu que le dégagement d'ammoniaque ne nous paraissait pas être en rapport avec l'importance de la réaction; il nous vint de sérieux doutes sur l'action défavorable que pourrait exercer ce gaz sur la formation de la diphénylamine; nous résolûmes en conséquence de faire des essais dans un autoclave sans robinet de dégagement.

Les températures observées pendant l'opération N° 6 nous avaient suffisamment orienté sur la gouverne du feu; aussi n'avons-nous plus employé de thermomètre.

Notre autoclave, fermé avec le plus grand soin avait pour unique appendice un manomètre hydraulique; la pression seule devait nous guider.

Nous portâmes la plus grande attention sur le manomètre (voir fig. 8).

Après une série de trois opérations, l'eau qu'il contenait ainsi que celle du tuyau support était renouvelée; nous fîmes le raccord pour pouvoir démonter facilement le manomètre.

Le joint J formé d'un anneau de plomb enduit d'un mélange de minium et d'huile « se brûlait » au bout de quelque temps et devenait excellent ; c'est pour éviter d'avoir à le démonter que nous avons fait l'autre raccord R ; ce dernier n'est en contact qu'avec de l'eau et n'est par conséquent pas exposé à l'action corrosive du chlorure d'aniline.

Pendant toute la durée de l'opération le tuyau support doit rester froid ou devenir à peine tiède dans la partie pleine d'eau ; s'il s'échauffait sensiblement il y aurait danger que des vapeurs corrosives ne pénétrassent jusque dans la spirale du manomètre.

SEPTIÈME OPÉRATION. — RENDEMENT 46,5 %.

Petit autoclave. La charge est de :

| | |
|---------------------------------|---------|
| Chlorhydrate d'aniline. | 20 kil. |
| Aniline. | 20 kil. |

Feu allumé à cinq heures du matin.

| | |
|--------------------|----------------------------|
| 10 h. 30 | 5 atmosphères. |
| 11 » | 6 — |
| 11 30 | 7 — |
| 12 » | 10 1/2 — |
| 2 » | 11 — |
| 3 » | 12 — |
| 4 » | 12 1/2 à 12 3/4. |
| 5 » | 12 à 13. |
| 6 30 | 13 atm., on éteint le feu. |

Nous voyons d'après ces chiffres qu'un excès de pression ne nuit pas à la formation de la diphénylamine puisque la quantité obtenue est plus forte que dans aucune des opérations précédentes.

Rendement 46 kil. soit 46,5 % de l'aniline prise en œuvre.

Nous ferons remarquer ici que la charge était la même que celle

de l'opération N° 6 où la pression fut presque tout le temps entre 5 et 6 atmosphères (sauf un instant à 10 atmosphères). La pression du N° 7 fut pendant plus de 6 heures entre 10 et 13 atmosphères et le rendement fut de 3 % supérieur à celui du N° 6.

Donc: il n'est pas défavorable de laisser monter la pression au-delà de 6 atmosphères.

HUITIÈME OPÉRATION. — RENDEMENT 52 %.

Grand autoclave chargé de :

Chlorhydrate d'aniline. 60 kil.
Aniline. 60 kil.

| | | |
|----------------------------------|--|---|
| 9 heures. 5 atmosphères. | | 2 h. 30 12 atmosphères. |
| 10 — 7 — | | 3 » 12 — |
| 10 30 9 — | | 3 15 13 — |
| 11 — 9 — | | 3 45 12 ³ / ₄ — |
| 11 30 10 — | | 4 30 11 — |
| 12 — 10 — | | 4 45 10 ¹ / ₂ — |
| 2 — 10 — | | 5 » 10 — |

Feu éteint à 5 heures, à 6 heures il y avait encore 8 atmosphères.
Rendement 53,6 kil. soit 52 %.

NEUVIÈME OPÉRATION. — RENDEMENT 53 %.

Même charge que la précédente.

| | | |
|----------------------------------|--|-------------------------------------|
| 9 heures. 3 atmosphères. | | 12 heures. 12 à 13 atmosph. |
| 10 — 8 — | | 2 — 12 13 — |
| 10 30 10 — | | 3 — 12 13 — |
| 11 — 11 — | | 4 30 13 — |
| 11 30 13 — | | 5 heures on éteint le feu. |

Rendement 54 kil. soit 53 % de l'aniline.

DIXIÈME OPÉRATION. — RENDEMENT 53 %.

Charge :

| | |
|---------------------------------|---------|
| Chlorhydrate d'aniline. | 70 kil. |
| Aniline. | 70 kil. |

Mêmes conditions de chauffage et de pression que pour les N^{os} 8 et 9. Rendement 64 kilogs soit 53 %.

Les trois opérations qui précèdent, en nous donnant des résultats concordants, nous amènent à une conclusion très importante pour la pratique ; c'est que : *Lorsque l'autoclave renferme parties égales d'aniline et de son chlorhydrate, la pression indiquée par le manomètre est un excellent guide sur la marche de l'opération.*

Il nous reste à voir si cette conclusion est encore juste, lorsque l'on prend en œuvre d'autres quantités de matières ; nous renvoyons pour cela le lecteur aux numéros qui suivent ; il verra qu'ici également, on peut répondre affirmativement.

Nous ferons en outre remarquer que les rendements de ces trois opérations sont de 6 à 7 % supérieurs à ceux des opérations précédentes. — Il y a donc lieu d'espérer que l'on pourra favoriser la production de la diphénylamine en augmentant la pression et la durée de l'opération.

Nous ne donnerons pas ici le détail de toutes les opérations que nous fîmes pour fixer les quantités respectives les plus avantageuses d'aniline et de son chlorhydrate.

Pour 70 kilogs d'aniline prise en œuvre, nous sommes descendus graduellement à 63 kilogs de chlorhydrate. Le tableau suivant donne le détail de trois des dernières opérations qui ont fourni les meilleurs rendements.

ONZIÈME, DOUZIÈME ET TREIZIÈME OPARATIONS.

| | Pression du N° 11. | Pression du N° 12. | Pression du N° 13. |
|----------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| 8 heures | 4 atmosphères. | » | » |
| 9 — | 8 — | 2 atmosphères. | 2 atmosphères. |
| 10 — | 12 — | 8 — | 6 — |
| 11 — | 12 — | 14 ² / ₃ — | 9 — |
| 12 — | 13 — | 13 — | 12 ¹ / ₂ |
| 1 — | 13 — | 14 — | 13 — |
| 2 — | 13 ¹ / ₂ — | 14 — | 13 — |
| 3 — | 13 ¹ / ₂ — | 14 ¹ / ₂ — | 13 ¹ / ₂ — |
| 4 — | 13 ¹ / ₂ — | 15 — | 13 ¹ / ₂ — |
| 5 — | » | » | 13 — |

Les feux furent éteints à 5 heures. Le n° 11 avait été chauffé le jour précédent jusqu'à 6 atmosphères ; par suite d'une légère fuite qui s'était manifestée au joint du manomètre, il avait fallu interrompre l'opération. Le fourneau étant resté chaud, l'on conçoit que ce numéro ait de l'avance sur les autres,

Examinons maintenant les rendements :

Le N° 11 donna 61 kil. de diphénylamine, soit 53%.
 Le N° 12 62,5 — soit 54%.
 Le N° 13 63,5, soit 55% de l'aniline prise en œuvre.

COUP D'OEIL RÉTROSPECTIF,

Les chiffres qui précèdent sont suffisamment éloquents pour que nous nous abstenions d'en faire une discussion détaillée ; nous ferons seulement remarquer que *par l'action de l'aniline sur son chlorure, en vase clos, nous avons obtenu une quantité de diphénylamine correspondant à 55 % de l'aniline prise en œuvre.*

Au point de vue théorique nos essais diminuent de beaucoup l'importance de la théorie de la réaction inverse développée par MM. Girard et De Laire, p. 6.

Au point de vue industriel, nous voyons les essais de la première période occasionner plusieurs graves accidents, malgré une attention soutenue de notre part ; nous étions en bonne voie pour augmenter le rendement, mais c'était parfois au prix d'opérations perdues.

Pendant la seconde période, par contre, les rendements vont en augmentant ; les accidents ont cessé et l'opération pouvant être conduite en toute sécurité, devient désormais pratique, c'est-à-dire industrielle.

Nos rendements sont encore un peu plus faibles que ceux de MM. Girard et De Laire ; néanmoins, leur progression ascendante régulière nous fait espérer que le plus fort rendement possible en vase clos n'a pas encore été atteint.

CHAPITRE IV

DONNÉES ET OBSERVATIONS DIVERSES.

RÉVIVIFICATION DE L'ANILINE.

Les solutions mères renfermant du chlorhydrate d'aniline, (voir page 357,) sont mélangées avec du lait de chaux en excès, puis on chasse l'aniline au moyen d'un courant de vapeur d'eau. On emploie à cet effet l'appareil suivant :

Une chaudière cylindrique horizontale de 2^m50 de long sur 1^m50 de diamètre porte : 1^o un trou d'homme, 2^o un robinet de vidange, 3^o un dôme d'où part un tuyau muni d'un robinet et communiquant avec un serpentín, enfin 4^o un tuyau d'arrivée de vapeur plongeant jusqu'au fond de ladite chaudière.

Ce récipient étant rempli aux trois-quarts, on donne de la vapeur jusqu'à une atmosphère de pression; on laisse alors les produits volatils passer dans le réfrigérant et l'on distille en maintenant tout le temps la pression à une atmosphère.

Le produit de cette distillation qui est un mélange d'eau et d'aniline est envoyé dans de grands reposoirs, on brasse avec du sel marin et après vingt-quatre heures on soutire le liquide clair; l'aniline qui surnage est purifiée par rectification.

On révivifie par ce procédé au minimum 30 % de l'aniline employée, lorsque l'opération a donné un rendement de 55 % de diphénylamine.

PRIX DE REVIENT DE LA DIPHÉNYLAMINE.

Nous prenons comme type l'opération N° 13 et nous ferons remarquer que nos prix calculés en marks sont traduits en francs à raison de 1 fr. 25 = 1 mark.

| | | |
|-------------------------------------|---|---------------------|
| 70 kil. aniline | = | 70 kil. aniline. |
| 63 kil. chlorhydrate d'aniline. . . | = | 45 kil. aniline. |
| Une opération emploie | | 115 kil. d'aniline. |

Il faut déduire de ce chiffre 30 % que l'on révivifie, soit 35 kil., on a donc :

| | | |
|--|---|----------------|
| Aniline, 80 kil. à 3 fr. le kil. | = | 240 fr. |
| Acide chlorhydrique, 200 kil. à 3 fr. les 100 kil. | = | 6 » |
| Soude caustique, 10 kil. à 50 fr. les 100 kil. | = | 5 » |
| Total | | <u>251 fr.</u> |

Rendement 63,5 kil. de diphénylamine.

$$\frac{251}{63,5} = 3.97, \text{ soit } 4 \text{ fr. le kil.}$$

A cela il faut ajouter la main-d'œuvre, l'intérêt et l'amortissement, soit au maximum 20 %, en sorte que le kilog de diphénylamine reviendrait à 5 fr. Il se vend couramment à raison de 10 à 12 fr.

POINT DE FUSION DE LA DIPHÉNYLAMINE.

La diphénylamine fond à 54°; elle présente d'intéressants phénomènes de surfusion; nous l'avons vue rester liquide quoique la température fût redescendue à 41°; le moindre ébranlement provoquait la cristallisation instantanée de la masse.

DISTILLATION DE LA DIPHÉNYLAMINE.

La diphénylamine préparée par nous distillait en totalité dans des limites espacées de $1^{\circ}\frac{1}{2}$, le thermomètre plongeant jusqu'à mi-profondeur du liquide; de même que lors de la distillation de l'aniline pure, on remarquait ici un abaissement de température vers la fin de la distillation.

Voici un exemple que nous prenons au hasard parmi beaucoup d'autres :

| | |
|---|--------------------|
| En pleine distillation à | 295° $\frac{3}{4}$ |
| Monte graduellement à | 296° |
| Et à | 297° |
| Dès que le thermomètre n'est plus dans le liquide | 296° |

La température se maintient sur ce degré jusqu'à la fin; il ne reste dans la cornue qu'un résidu inappréciable.

Il est difficile de trouver des thermomètres concordants à des températures aussi élevées; les nôtres différaient souvent entre eux de 2 à 3 degrés.

ESSAI DE CRISTALLISATION DE LA DIPHÉNYLAMINE DANS L'ALCOOL.

La diphénylamine se dissout abondamment dans l'alcool à 90-95 %; si l'on ajoute à cette solution froide environ 10 % d'eau, il se forme d'abord un léger trouble, on agite et l'on voit bientôt se former d'abondantes paillettes blanches; on les sépare du liquide par filtration, et on les presse entre plusieurs doubles de papier Joseph; on obtient ainsi une masse cristalline d'un beau blanc; on en élimine complètement l'alcool en maintenant pendant un certain temps sur un bain-marie à 100°. Il serait peut-être avantageux de remplacer la distillation par cette cristallisation dans l'alcool aqueux.

ESSAI DE CRISTALLISATION DE LA DIPHÉNYLAMINE DANS LA LIGROÏNE.

Nous avons, suivant l'exemple de divers auteurs, essayé la ligroïne comme dissolvant de la diphénylamine.

On dissout 200 grammes de diphénylamine dans 900 centimètres cubes de ligroïne, à une température de 60°. On laisse reposer 12 heures à une température de 12°. On filtre pour recueillir les cristaux formés, on les presse entre du papier Joseph, et l'on sèche à l'air à une température modérée. Rendement 167 gr. Distilla en totalité entre 296° 1/2 et 296°.

ESSAI DE DISTILLATION DE LA DIPHÉNYLAMINE DANS UN COURANT DE VAPEUR D'EAU.

5 kilog. de diphénylamine furent introduits dans une chaudière à distillation munie d'un agitateur donnant passage à un courant de vapeur d'eau à 120-130°. Malgré un chauffage énergique et un fort courant de vapeur, il ne nous fut pas possible de distiller une quantité notable de la base.

L'aniline distille dans de semblables conditions avec la plus grande facilité; il y aurait peut-être dans cette différence de volatilisation des deux bases une propriété utilisable pour leur séparation. Le produit sortant de l'autoclave serait, à cet effet, décomposé par la soude et distillé dans un courant de vapeur; l'aniline passerait seule, tandis que la diphénylamine resterait dans la chaudière.

PRÉPARATION DU CHLORHYDRATE D'ANILINE ANHYDRE.

Le chlorhydrate d'aniline obtenu par cristallisation de sa solution aqueuse est fondu dans une chaudière émaillée munie d'un chapiteau et d'un serpentín; il exige une température très-élevée et attaque fortement les appareils, il est en conséquence difficile de l'obtenir

anhydre. On facilite de beaucoup sa manutention en ajoutant lors de la fusion 15 à 20 % de son poids d'aniline; on retrouve cette base parmi les produits qui ont distillé.

ENCORE DEUX MOTS A PROPOS DU ROBINET A DÉGAGEMENT D'AMMONIAQUE.

Il serait intéressant de pousser l'opération de diphénylamine jusqu'à des pressions et des températures plus élevées encore que celles où nous sommes arrivé (faire attention au danger de fusion des joints de plomb).

Il serait en outre intéressant de voir quelle serait l'action du dégagement d'ammoniaque dans ces conditions.

A ceux qui désireraient faire ces essais nous nous permettrons de donner le conseil suivant : intercalez entre l'autoclave et le robinet à dégagement un réfrigérant à rebours, en cuivre assez fort pour résister à la haute pression ; les vapeurs d'aniline et de chlorhydrate se condensant retomberont dans l'autoclave, tandis que l'ammoniaque seule parviendra au robinet. Il serait peut-être bon que le tuyau de cuivre fût garni intérieurement d'une mince couche de plomb pour résister à l'action de l'ammoniaque.

INFLUENCE DES QUANTITÉS RESPECTIVES D'ANILINE ET DE SON CHLORHYDRATE SUR LA PRESSION.

Lorsque l'autoclave est chargé de 63 kil. de chlorhydrate d'aniline et de 70 kil. d'aniline, il arrive vers 44 atmosphères un moment où le manomètre reste stationnaire ; on peut alors aviver le feu sans que la pression augmente sensiblement ; si l'on varie les proportions d'aniline et de chlorhydrate, les conditions changent.

Une opération était en marche ; la charge était de :

| | |
|---------------------------------|---------|
| Chlorhydrate d'aniline. | 60 kil. |
| Aniline. | 80 kil. |

La pression atteignit rapidement 14 atmosphères et aurait même dépassé 18 atmosphères ; il se produisit une brusque augmentation de pression entre 16 et 18 atmosphères, à tel point que le manomètre ne mit que 5 minutes pour passer de 16 à 17 1/2. Nous mîmes un terme à cette ascension brusque en éteignant le feu.

Il est probable que le grand excès d'aniline favorisait la formation de l'ammoniaque.

Le rendement de cette opération fut de 50,5 kil. soit de 41 %.

CONCLUSIONS.

1. La réaction proposée par MM. Girard et de Laire, à savoir : l'action de la chaleur sur un mélange d'aniline et de son chlorhydrate, étant à la base de notre travail, il nous a été possible d'obtenir en vase clos et sous une pression de $1\frac{1}{2}$ atmosphères un rendement en diphénylamine correspondant à 55 % de l'aniline prise en œuvre.

2. Les propriétés corrosives que possède le mélange d'aniline et de son chlorhydrate à l'égard des métaux obligent le fabricant à user de beaucoup de prudence.

3. L'emploi d'un autoclave sans issue présente beaucoup plus de sécurité que l'emploi d'un autoclave muni d'un robinet à dégagement d'ammoniaque.

Croix près Roubaix, juin 1880.

Jean DE MOLLINS.

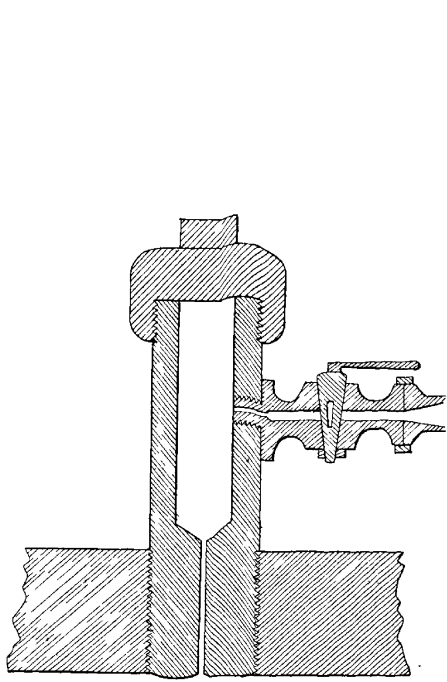


Fig. 7

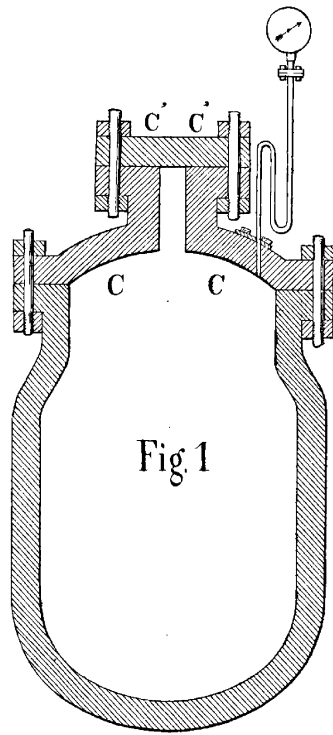


Fig. 1

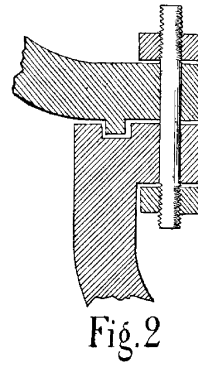


Fig. 2



Fig. 4



Fig. 5

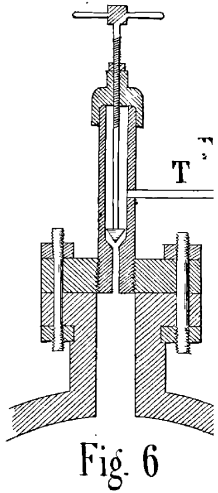


Fig. 6

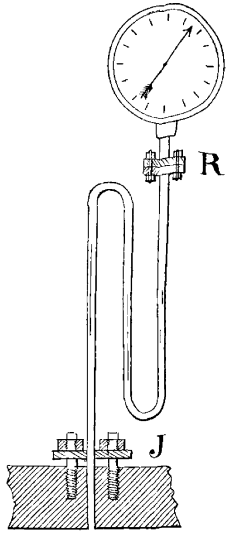


Fig. 8

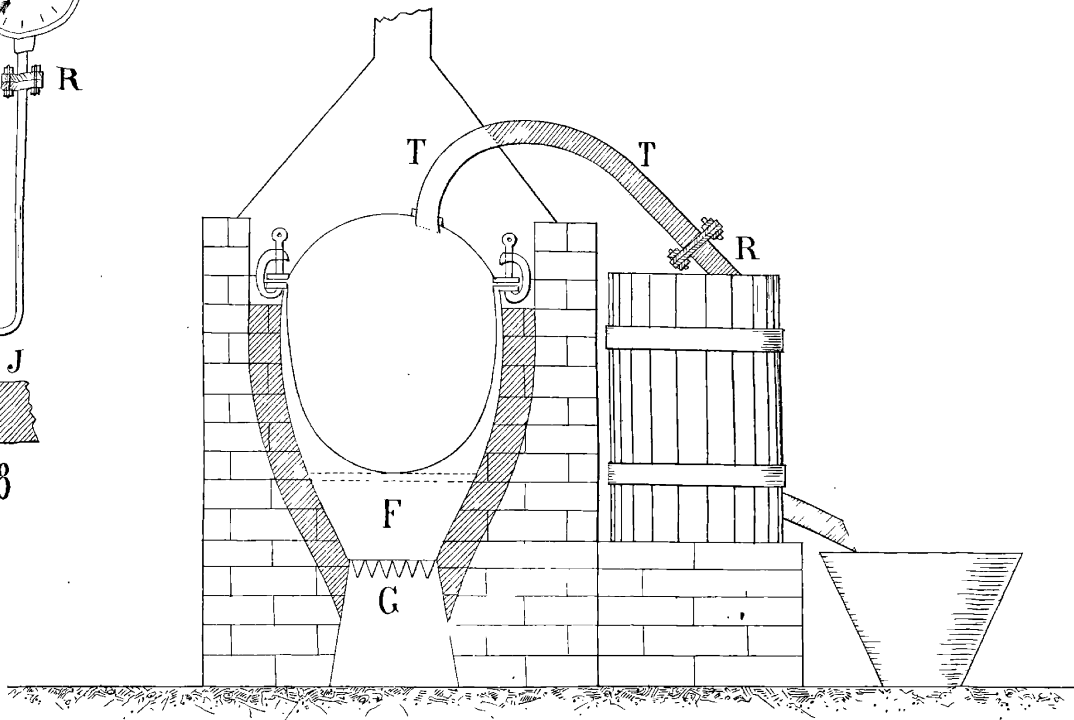


Fig. 5

CINQUIÈME PARTIE.

DOCUMENTS DIVERS.

I. — OUVRAGES REÇUS PAR LA BIBLIOTHÈQUE.

LIVRES DE FONDS.

^{N^{OS}}
D'ENTRÉE.

- 601, 606, 610. A. RENOARD. Études sur le travail des lins, fasc. 66 à 77.
Don de l'auteur.
- 602, 607, 611. ÉL. RECLUS. Géographie, fasc. 297 à 312. *Acquisition.*
603. MAXIME LECOMTE. La vocation d'Albert. *Don de l'auteur.*
604. FICHET et PÉRISSÉ. Chauffage par gazogènes. *Don de l'auteur.*
605. CHAMBRE DE COMMERCE DE ROUBAIX. Archives, tome V. *D^o.*
608. SOCIÉTÉ DE L'INDUSTRIE DU GAZ. 6^e congrès (1879). *D^o.*
609. GASSEND et PELLET. Conférences à la réunion des cultivateurs de la sucrerie de Maugis. *Don de l'auteur.*
-

II. — SUPPLÉMENT A LA LISTE GÉNÉRALE
DES SOCIÉTAIRES.

A. — Sociétaires décédés.

M. Édouard BOYER, ingénieur, constructeur de machines, à Lille,
Membre fondateur.

B. — Sociétaires nouveaux

Admis du 1^{er} Avril au 30 Juin 1880.

| N ^o d'ins- cription | MEMBRES ORDINAIRES. | | | COMITÉS. |
|--------------------------------------|---------------------|--|----------------------|----------------|
| | Noms. | Professions. | Domicile. | |
| 356 | A. CONTAMINE..... | Architecte..... | Lille..... | Génie civil. |
| 358 | E. COQUELLE..... | Négociant..... | D ^o | Commerce. |
| 359 | L. GARBEAU..... | D ^o | D ^o | Chimie. |
| 360 | DELANNOY..... | Distillat ^r de pétrole. | Wattrelos... | D ^o |
| 361 | A. DELAUNAY..... | Raffineur de salpêtre | Auby..... | D ^o |
| 362 | VALLET-ROGER..... | Négociant..... | La Madeleine. | Commerce. |
| 363 | G. DELESALLE..... | Représentant des mines de Liévin..... | Lille..... | Génie civil. |
| 364 | A. SCHUBART..... | Négociant..... | D ^o | Commerce. |
| 365 | F. DESCHAMPS..... | Fondeur en cuivre.. | D ^o | Génie civil. |
| 366 | T. COLLOT..... | Négociant..... | D ^o | Chimie. |
| 367 | LE LAVANDIER..... | Chimiste chez M. Simon Legrand..... | Bersée..... | D ^o |
| 368 | P. GROUOIS..... | Négociant..... | Lille..... | Commerce. |

La Société n'est pas solidaire des opinions émises par ses Membres dans les discussions, ni responsable des Notes ou Mémoires publiés dans le Bulletin.

