

seule, que l'on décante à 30 ou 32° B., et l'on répète deux ou trois fois cette opération, jusqu'à ce que les dernières eaux décantées ne marquent plus que 10° B. Les boues sont enlevées, égouttées et jetées aux détritns.

Les croûtes retirées des chaudières de cuite contiennent de 15 à 16 p. 100 de salpêtre : on les casse et on les jette par petites portions dans les chaudières de fabrication.

b) Balayures et poudres avariées.

Les balayures provenant des ateliers de raffinage, de séchage et d'embarillage, qui ne contiennent que du salpêtre pur, sont portées aux chaudières de raffinage; toutes les autres sont versées dans les chaudières de fabrication.

Les poudres avariées sont placées dans des cuves en bois et lessivées avec de l'eau pure; on brasse de temps en temps. Quand les eaux sont chargées de salpêtre, on les envoie au raffinage, et l'on ajoute de nouvelles eaux jusqu'à épuisement complet de la matière.

§ VI.

ÉPREUVES DU SALPÊTRE RAFFINÉ.

Le salpêtre raffiné en France ne contient guère plus de  $\frac{1}{3000}$  d'impuretés; l'État tolère  $\frac{1}{3000}$ .

Ces impuretés se composent de chlorures et de nitrate de soude, sels qui, par leur hygrométrie, nuisent à la qualité et à la bonne conservation de la poudre.

Les procédés réglementaires ne se rapportent, en général, qu'au dosage des chlorures; nous insisterons, en outre, sur le dosage du nitrate de soude.

I. ÉPREUVES RÉGLEMENTAIRES.

a) En France (Instruction du 7 décembre 1818).

On suppose que les impuretés consistent uniquement en sel marin, et l'on dose ce corps par une solution titrée de nitrate d'argent.

On opère sur 10<sup>gr</sup> de salpêtre raffiné : le maximum de sel marin

que l'on puisse avoir sera donc 0<sup>gr</sup>,0033, ce qui correspond à 0<sup>gr</sup>,0096 de nitrate d'argent. On fait une dissolution de nitrate telle qu'une mesure déterminée, par exemple une pipette de 1<sup>cc</sup>, sature exactement 0<sup>gr</sup>,0033 de sel marin; il suffira, pour cela, de faire dissoudre  $p$  grammes de nitrate d'argent fondu dans  $\frac{p}{0,0096}$  grammes d'eau.

Pour faire l'épreuve, on dissout 10<sup>gr</sup> de salpêtre dans le moins d'eau tiède possible, on y verse une mesure de la liqueur d'épreuve et l'on filtre immédiatement. Le liquide filtré est divisé en deux parties : dans l'une, on verse quelques gouttes du réactif; s'il se produit un trouble, le salpêtre est rejeté. L'autre partie sert de contre-épreuve, dans le cas où la liqueur est restée limpide : quelques gouttes de sel marin doivent la troubler. — Pour faire un dosage exact, il suffirait de verser le réactif par gouttes dont on aurait déterminé le volume.

Ce procédé a subi de légères modifications à la raffinerie de Lille. On dissout 100<sup>gr</sup> de salpêtre dans 1<sup>l</sup> d'eau et opère sur 100<sup>cc</sup> de la liqueur. La solution du nitrate d'argent est telle, que 1<sup>cc</sup> correspond à  $\frac{1}{3000}$  et 1 goutte à  $\frac{1}{75000}$  de sel marin. On verse d'abord 14 à 15 gouttes, correspondant à  $\frac{1}{5400}$  environ; pour voir si la saturation est complète, on met un peu de la liqueur dans un filtre et recueille quelques gouttes dans une capsule de porcelaine dont l'intérieur est recouvert de noir de fumée, de manière que le liquide ne mouille pas la surface; on y verse un peu de nitrate, et l'on s'assure qu'il ne se produit plus de trouble. Sinon, on continue à ajouter le réactif dans la liqueur, jusqu'à ce que le liquide filtré ne soit plus troublé par le nitrate. On termine par une contre-épreuve.

En Suède, le procédé réglementaire est entièrement analogue au procédé français.

A Waltham-Abbey, le nitrate d'argent ne doit donner aucun trouble dans la dissolution.

b) A Spandau.

La méthode suivie en Prusse est semblable à celle qui se rapporte à l'analyse qualitative du salpêtre brut. Le chlorure de baryum et l'oxalate de potasse ne doivent pas donner le moindre trouble, et le nitrate d'argent doit tout au plus altérer la transparence de la dissolution. — Pour reconnaître le nitrate de soude, le salpêtre est soumis à l'analyse spectrale et aussi à l'épreuve dite d'humidité.

On procède à cette dernière épreuve en pesant exactement 5<sup>er</sup> du salpêtre raffiné, parfaitement séché et pulvérisé, et 5<sup>er</sup> du salpêtre normal, également séché et pulvérisé; on met ces deux échantillons dans deux capsules de porcelaine séchées et tarées, placées sous une cloche de verre à côté d'une troisième capsule remplie d'eau. On les y laisse 24 heures et on les repèse. Si le salpêtre raffiné a éprouvé une augmentation de poids notable par rapport à celle du salpêtre normal, on conclut à la présence du nitrate de soude, puisqu'on s'est préalablement assuré de l'absence des autres sels déliquescents. — Enfin, pour vérifier l'élimination complète des matières insolubles (sable, colle-forte, etc.), on met un peu de salpêtre raffiné dans un vase à précipité et on l'arrose de 6 à 7 fois son poids d'eau froide : la matière doit se dissoudre entièrement et, sous l'influence d'une douce chaleur, il ne doit pas se former de mucosités.

## II. DOSAGE DU NITRATE DE SOUDE.

### a) Analyse spectrale.

Ce procédé, employé par Dullo, ne sert qu'à constater la présence du nitrate de soude, et pèche d'ailleurs par un excès de sensibilité.

### b) Épreuve d'humidité.

Nous avons indiqué (I, b) la méthode employée à Spandau pour mettre en évidence des quantités notables de nitrate de soude.

### c) Procédé de Wild.

D'après Wild, du salpêtre pur fondu a une transparence parfaite après le refroidissement, tandis qu'un peu de nitrate de soude lui donne un aspect blanchâtre et émaillé. Pour faire l'épreuve, on fond 3 à 4<sup>er</sup> de salpêtre dans un verre de montre; s'il y a moins de 3 p. 100 de nitrate de soude, il est difficile de se prononcer sans une grande habitude. En outre, la présence de sulfates ou de chlorures donne lieu aux mêmes apparences.

### d) Procédé de Reinsch.

H. et P. Reinsch ont fait remarquer que l'on pouvait sûrement reconnaître la présence du nitrate de soude à la coloration et à l'irisation de la flamme du chalumeau, quand on enflamme un peu de

salpêtre placé sur un morceau de charbon. On peut découvrir ainsi de 0,5 à 1 p. 100 de nitrate de soude, en pratiquant dans un charbon incandescent une petite cavité où l'on met au moins 0<sup>er</sup>,5 du salpêtre à essayer et dirigeant sur les bords la flamme du chalumeau, jusqu'à ce que le salpêtre prenne feu.

### e) Procédé de Nöllner.

D'après Nöllner, on place le salpêtre à essayer dans un entonnoir et on le lave avec précaution; les eaux de lavage sont recueillies et évaporées. Le salpêtre se précipite par refroidissement, tandis que le nitrate de soude, qui est déliquescent, reste dans la dissolution. On filtre, lave, et recommence la même série d'opérations jusqu'à ce qu'on ait concentré tout le nitrate de soude dans un petit volume. La dernière dissolution est évaporée sur une plaque de verre : la forme rhomboédrique des cristaux de nitrate de soude et examen optique auquel on les soumet, à l'aide du microscope et de l'appareil de polarisation, permettent de les distinguer facilement des cristaux de salpêtre ou de sel marin.

### f) Procédé de Toel et Hoyer.

D'après Toel et Hoyer, on commence par déterminer le titre en salpêtre par la méthode de Huss. On prend alors une seconde portion de la liqueur d'épreuve qu'on additionne de carbonate de soude, on détermine le point de cristallisation et fait bouillir pendant une demi-heure. Dès que la dissolution s'est refroidie jusqu'à 50° R., on remplace l'eau évaporée, filtre et détermine de nouveau le point de cristallisation. Si l'échantillon contenait du nitrate de soude, on doit trouver le point de cristallisation remonté :

De 0,15 pour une proportion de nitrate de . . . . .	1 p. 100
De 0,35 id. . . . .	2 —
De 0,80 id. . . . .	3 —
De 1,55 id. . . . .	4 —

Ce procédé, qui est long et délicat, paraît se prêter difficilement à une détermination centésimale du nitrate de soude.

### g) Procédé d'Anthon.

Le principe de ce procédé est le suivant : une dissolution de salpêtre saturée à une température déterminée a toujours une densité

constante, mais la densité de la liqueur augmente en proportion du nitrate de soude qu'elle contient. Anthon préparait des liqueurs concentrées en dissolvant 2 parties de salpêtre dans 1 partie d'eau; puis il déterminait, à la température de 16°,5 C., la densité de la dissolution pure et les densités correspondant à des additions de 1, 2, 3,..... p. 100 de nitrate de soude. Il put former ainsi le tableau suivant.

A une addition de	0 p. 100 de nitrate	correspondait $\delta = 1,140$ ou 18°,0 B.;
Id. 1	id.	1,163 20,5 ;
Id. 3	id.	1,195 23,3 ;
Id. 6	id.	1,217 26,0 ;
Id. 10	id.	1,242 28,1 ;
Id. 40	id.	1,436 44,0 ;
Id. 45	id.	1,464 46,0 ;
Id. 47	id.	1,475 47,0 .

Après de nombreux essais, Bolley est arrivé à cette conclusion que la méthode d'Anthon conduit à des écarts considérables et mérite peu de confiance.

D'après Morin, au contraire, ce procédé peut donner le titre du nitrate de soude à  $\frac{1}{1500}$  près environ; pourvu que l'on opère à une température parfaitement fixe et déterminée, par exemple à la température de la glace fondante. Morin dissolvait 500<sup>gr</sup> de salpêtre avec 400<sup>cc</sup> d'eau dans un ballon chauffé et fermé par un bouchon de caoutchouc, que traversait un tube long de 2<sup>m</sup> et incliné, de manière à ramener dans le ballon la vapeur condensée; la liqueur était refroidie jusqu'à la température extérieure dans le ballon muni de son tube, puis versée dans une éprouvette à pied entourée de glace, où on la laissait séjourner pendant 12 à 14 heures; on faisait enfin la lecture au moyen d'un aréomètre très-sensible. Deux séries d'expériences ont donné les résultats suivants :

POIDS de nitrate de soude ajouté à 500 <sup>gr</sup> de salpêtre.	TAUX de nitrate de soude p. 100 de salpêtre.	DENSITÉ DE LA LIQUEUR.		
		1 <sup>re</sup> expérience.	2 <sup>e</sup> expérience.	Moyenne.
0 <sup>gr</sup>	0,0	10°,675 B.	10°,675 B.	10°,675 B.
1	0,2	10,775	10,800	10,787
2	0,4	10,900	10,900	10,900
3	0,6	11,025	11,025	11,025
4	0,8	11,175	11,175	11,175
5	1,0	11,350	11,325	11,337
6	1,2	11,500	11,475	11,487
7	1,4	11,650	11,600	11,625
8	1,6	11,800	11,775	11,787
9	1,8	11,950	11,925	11,937
10	2,0	12,100	12,060	12,080
15	3,0	12,800	12,800	12,800
20	4,0	13,575	13,550	13,567

D'après ce tableau, lorsque le taux du nitrate est compris entre 0,2 et 1,6 p. 100, l'erreur que l'on commet dans la lecture est toujours inférieure à 0°,050 B., et comme, dans ces limites, 1<sup>re</sup> correspond à 1,4 p. 100 de nitrate, il en résulte que l'on a le taux cherché à  $\frac{1}{1400}$  près environ.

Pour isoler le salpêtre de l'eau refroidie à 0° et faciliter ainsi les lectures, Morin a proposé d'employer un appareil qui consiste essentiellement en une cloche munie d'une douille à sa partie inférieure; à l'intérieur de la cloche est placée une allonge en verre, dont le col passe à travers un anneau en caoutchouc fixé dans la douille et peut être fermé par un bouchon placé à l'extrémité d'une tige qui traverse l'allonge; au-dessous de ce bouchon est disposé un tampon de coton pressé, destiné à arrêter les cristaux de salpêtre. L'intervalle compris entre la cloche et l'allonge est rempli de glace. On verse la dissolution dans la cloche, où on la laisse séjourner pendant 12 heures au moins, en agitant de temps à autre. On enlève alors le bouchon au moyen de sa tige et l'on recueille la liqueur exempte de cristaux dans une éprouvette à pied. Ce mode d'opérer comporte une légère cause d'erreur, résultant de l'augmentation de volume de la liqueur par suite de l'élévation de température qui se produit toujours au moment de la lecture.