

sule de porcelaine et complètement brûlé sous une cloche de verre. Il ne doit pas rester de résidu.

Arsenic. — L'arsenic donne au soufre une coloration orangée ou légèrement rougeâtre. Pour mettre ce corps en évidence, on fait bouillir assez longtemps du soufre pulvérisé avec de l'acide sulfurique; on verse la dissolution dans un vase à précipité et neutralise avec du carbonate d'ammoniaque. Une addition de nitrate d'argent ne doit pas produire le précipité jaune caractéristique d'arséniate d'argent. — On peut encore traiter le soufre par une dissolution d'ammoniaque, puis par l'acide chlorhydrique : on aurait un précipité jaune de sulfure d'arsenic.

En Belgique, on mélange le soufre avec 4 fois son poids de salpêtre, on le met dans un creuset chaud et on le fait fondre. La matière est ensuite reprise par l'eau distillée et traitée par l'acide sulfurique. Après avoir chassé l'eau, on ajoute de l'alcool au résidu et plonge une lame de zinc dans la liqueur. Si cette lame se recouvre d'un dépôt noir feuilleté, c'est un indice certain de la présence de l'arsenic.

Le soufre qui contient de l'arsenic est toujours exclu de la fabrication de la poudre.

§ IV.

RAFFINAGE DU SOUFRE.

Le raffinage du soufre a pour objet de le débarrasser des matières étrangères qu'il renferme et qui nuiraient à la qualité de la poudre. C'est cette considération qui a fait proscrire l'usage du soufre en fleur et aussi, sauf en Suède, celui du soufre provenant du grillage des pyrites.

Nous passerons en revue les principaux appareils et procédés de raffinage successivement employés à la raffinerie de Marseille, en Allemagne et dans les Indes orientales.

I. A LA RAFFINERIE DE MARSEILLE.

Le raffinage du soufre s'effectue, à Marseille, dans 16 grandes usines dont le mode d'installation a été reproduit presque partout

sans changements appréciables. Le traitement repose sur la vaporisation ou la distillation du soufre; les matières terreuses restent comme résidus, et les vapeurs sont amenées par la condensation à l'état liquide, pour être coulées ensuite dans des moules, lorsqu'elles ne sont pas recueillies à l'état pulvérulent. Les mêmes installations peuvent d'ailleurs être utilisées pour la production de ces deux variétés. Elles se composent toutes essentiellement de deux parties principales : une chaudière en fonte pour recevoir, chauffer et volatiliser le soufre brut, et une chambre en maçonnerie assez grande pour recevoir et condenser les vapeurs. En général, on ajoute une chaudière spéciale, destinée à chauffer le soufre brut et à l'amener à l'état liquide, en utilisant la chaleur perdue du fourneau de distillation.

a) Appareil de Michel.

Le plus ancien des appareils employés pour la purification du soufre et celui qui a servi de point de départ à tous les perfectionnements ultérieurs est l'appareil de Michel. Il se composait, à l'origine, d'une chaudière en fonte très-épaisse, pouvant recevoir 5 à 600^k de soufre brut, communiquant par un carneau en maçonnerie avec une chambre de 100^m environ. Plus tard, le carneau fut remplacé par une hausse et des tuyaux métalliques. L'appareil de Michel fournissait, en moyenne, par mètre cube de la chambre et par 24 heures, 22 à 23^k de soufre en canons ou 3^k.500 à 3^k.750 de fleur de soufre. Cette installation, bien qu'assez rationnelle, présentait de sérieux inconvénients : les matières terreuses fixes qui, pendant le traitement, s'accumulaient dans la chaudière de distillation, exigeaient, pour en être retirées, une opération longue et pénible; la communication entre la chaudière et la chambre ne pouvant être interceptée, l'enlèvement des résidus ou l'introduction de soufre neuf ne pouvaient se faire sans que l'air pénétrât par l'ouverture pour aller brûler une partie du soufre. La perte due à cette cause n'était pas inférieure à 10 ou 12 p. 100; en outre, le dégagement d'acide sulfureux qui en résultait constituait une incommodité réelle pour les ouvriers.

b) Réchauffeur de Feissat et Parry-Signoret.

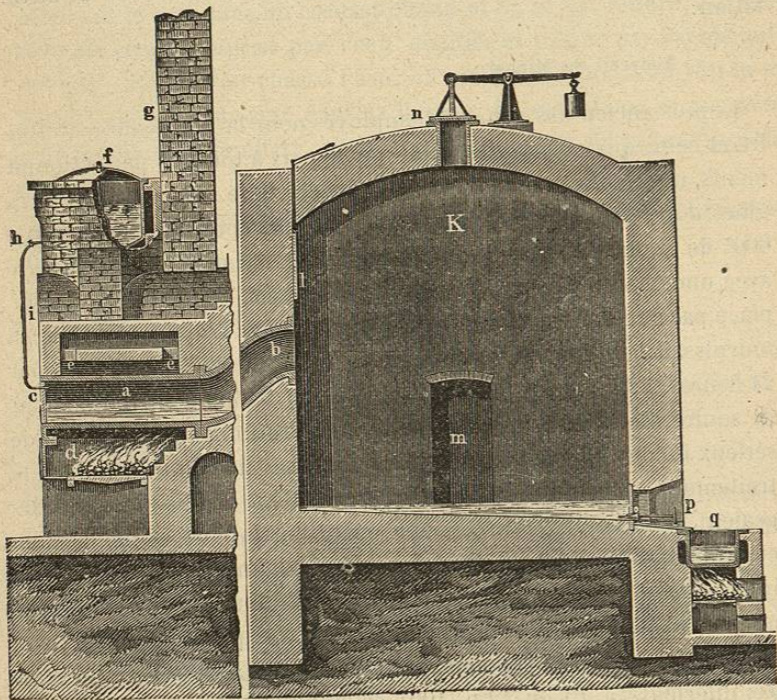
Ces imperfections conduisirent Feissat et Parry-Signoret à ajouter à l'installation un réchauffeur, où le soufre était préalablement

fondu pour être conduit ensuite dans la chaudière de distillation. Un registre, établi sur la hausse de cette dernière, permettait d'interrompre la communication avec la chambre des vapeurs. Ce dispositif avait encore l'inconvénient de conserver la forme incommode des anciennes chaudières de distillation.

c) Appareil de Lamy (1844).

Dans l'appareil de Lamy, qui obtint, en 1844, un prix de l'Académie des sciences, la chaudière est formée par deux cylindres *a* (fig. 16) de 1^m,50 de long sur 0^m,50 de diamètre, qui sont envelop-

Fig. 16.



pés par la flamme du foyer *d*. Ces cylindres sont fermés à l'avant par un couvercle mobile *c*; à l'arrière, ils communiquent, par un tuyau coudé *b*, avec la chambre de condensation *K*. Cette chambre, de forme rectangulaire, a un volume de 84^m. La porte *m* permet de la vider; *n* est une soupape de sûreté équilibrée. La bonde *op* sert à

l'écoulement du soufre liquide qui se condense dans un récipient *g*, installé au-dessus d'un foyer. — Les cylindres sont chargés alternativement avec 300^k de soufre brut, provenant du réchauffeur *f*, et chaque opération dure 8 heures. On distille donc, en 24 heures, 1 800^k de soufre. Au point où le tuyau *b* débouche dans la chambre, est disposée une trappe mobile *l*. Les gaz chauds, en quittant les cylindres, viennent passer en *ee* sous le réchauffeur commun *f* et, de là, après avoir circulé autour de l'appareil, se rendent dans la cheminée *g*. Le soufre brut, qu'on introduit, en soulevant le couvercle, dans le réchauffeur, s'y liquéfie et alimente chacun des cylindres par les tuyaux *hi*. Pour éviter que les résidus, en s'accumulant au fond du réchauffeur, ne viennent obstruer ce tuyau, on le fait déboucher un peu au-dessus du fond.

L'enlèvement des résidus est très-simple; malheureusement, ils restent imprégnés de soufre qui échappe à la distillation. D'un autre côté, le joint du cylindre et de son couvercle reste rarement étanche et laisse perdre du soufre.

d) Appareil de Court et Déjardin (1852).

L'appareil construit par Court et Déjardin, sur la demande de l'Administration de la guerre, pour la raffinerie de l'État à Marseille, et représenté fig. 17 et 18, évite les deux inconvénients que nous venons de signaler dans l'appareil précédent. Le réchauffeur *A* est muni, à la partie inférieure, d'une large tubulure qu'on peut fermer avec un tampon *b* et qui communique avec un tuyau *a*, par lequel le soufre fondu passe, en même temps que les résidus, dans la chaudière de distillation *B*. Celle-ci, qui est aplatie en forme de lentille, est venue de fonte d'une seule pièce avec les deux raccords *f* et *d*: elle ne présente donc aucun joint dans la partie chauffée. Un tuyau en plomb ou en fonte *D* établit la communication avec la chambre et est muni d'une valve *e*. Le foyer est en *C*; la flamme chauffe d'abord la partie supérieure de la chaudière de distillation, puis la face inférieure, et passe de là au réchauffeur. Pendant l'opération, la valve *e* reste ouverte. Quand on veut enlever les résidus, on la ferme, on enlève le couvercle en *f* et l'on retire par cet orifice les résidus terreux; l'opération ne présente aucune difficulté. Les résidus sont jetés par le conduit *F* dans la citerne *G*, où on les laisse refroidir.

Le réchauffeur contient 600^k de soufre brut, dont la distillation

Fig. 17.

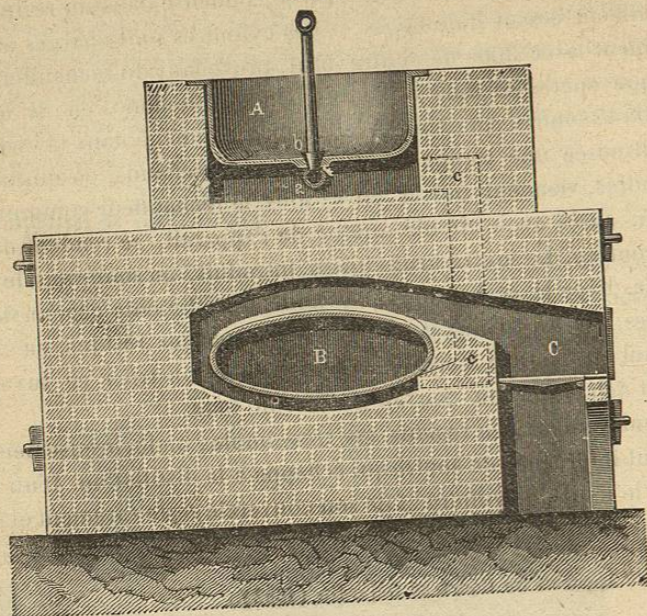
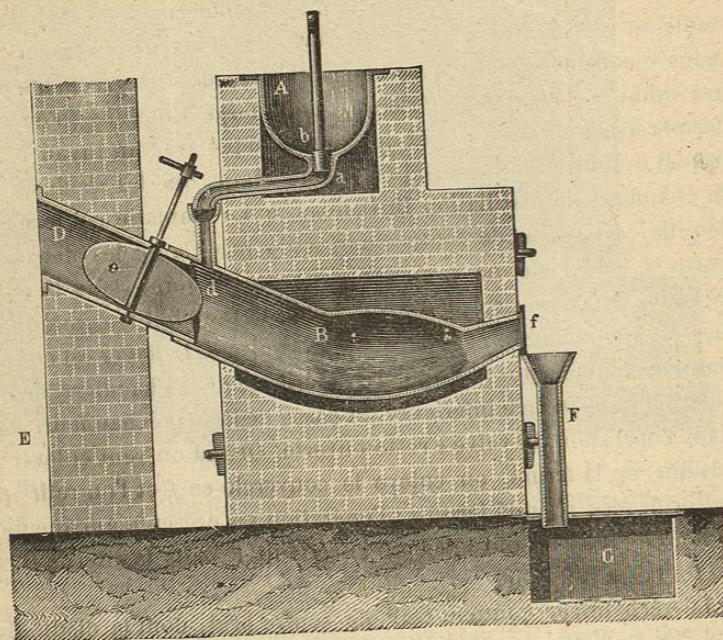


Fig. 18.



dure 4 heures. On opère donc, par 24 heures, sur 3 600^k de soufre, qui exigent 500^k de houille demi-grasse. Au bout de 5 ou 6 jours, on coule dans les moules le soufre liquide. Pour la fleur de soufre, la chambre doit être maintenue à une température assez basse pour que le soufre se dépose immédiatement à l'état solide: dans ce cas, on ne peut distiller que 400^k de soufre par 24 heures.

L'appareil de Court et de Déjardin peut durer de 6 à 7 mois, tandis que celui de Lamy était hors de service au bout de 10 semaines.

A la raffinerie de Marseille, où le travail n'est pas continu, la comparaison des deux appareils a donné les résultats ci-après :

	APPAREIL LAMY.	APPAREIL COURT ET DÉJARDIN.
Dépense en combustible pour 100 kil. de soufre. . .	38 ^k ,500	19 ^k ,400
Perte au raffinage id.	6 ^k ,600	3 ^k ,500
Main-d'œuvre id.	0 ^f ,500	0 ^f ,400
Entretien et réparations id.	0 ^f ,360	0 ^f ,200
Frais généraux de raffinage id.	2 ^f ,480	1 ^f ,690

L'économie réalisée avec le nouvel appareil est d'environ 7 000^f par an.

Chez MM. de Wyndt et C^{ie}, à Merxem (Belgique), où le travail est continu, le déchet de raffinage n'est que de 0,75 p. 100.

L'appareil Clément, breveté en 1854, se rapproche beaucoup de l'appareil Court et Déjardin.

e) Coulage du soufre raffiné.

Le soufre fondu est coulé dans des futailles en bois. On attend, pour cela, que sa température se soit abaissée jusqu'à 115°, afin qu'il soit parfaitement liquide et que, solidifié, il prenne la couleur jaune citron; puis on coule dans le baril un peu de soufre fondu, pour boucher les fentes, et l'on verse le liquide. On laisse refroidir pendant 24 heures, en ayant soin de mouiller la surface extérieure, et l'on ferme le baril par un tampon en bois mastiqué avec des crasses de soufre.

Il se produit, pendant le refroidissement, de petits crépitements dus à la transformation du soufre prismatique en soufre rhomboédrique soluble dans le sulfure de carbone. Toutefois, la modification n'est jamais complète, même après un temps très-considérable, et l'analyse montre que ces soufres sont généralement composés d'une

BIBLIOTECA

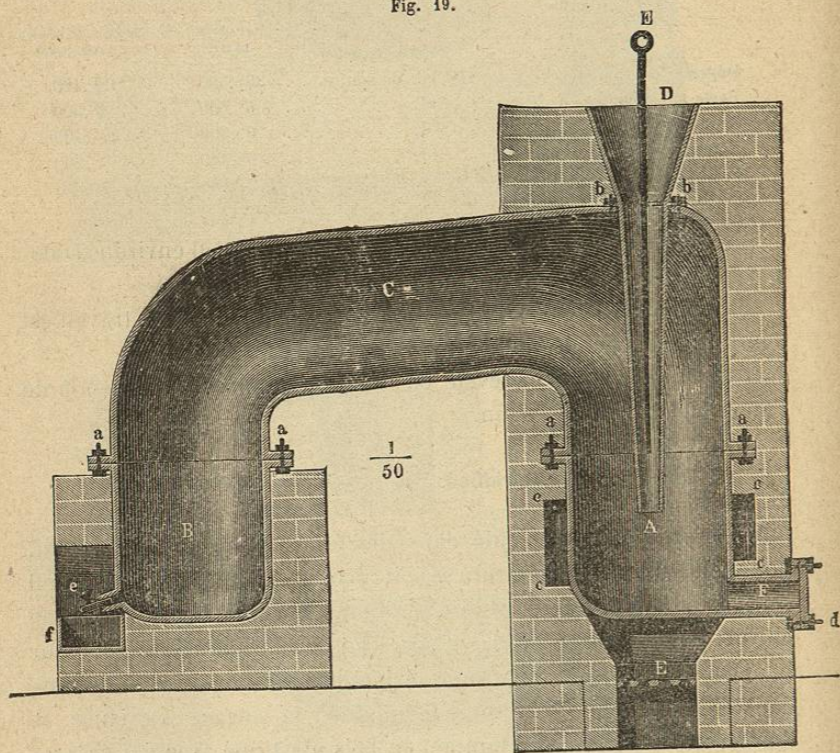
partie insoluble dans le sulfure de carbone (3 à 7 p. 100, d'après Deville) et d'une partie soluble.

II. EN ALLEMAGNE.

a) Dans les raffineries.

Dans les fabriques allemandes, où l'on peut utiliser les résidus de la fabrication pour les fours des chambres à acide sulfurique, on a adopté le dispositif en fonte représenté *fig. 19*, qui a l'avantage

Fig. 19.



d'exiger très-peu de place. La chaudière de distillation A est reliée au condenseur B par un tuyau C, de même section que la chaudière elle-même. E est le foyer avec ses carneaux de fumée *cc*, F une tubulure fermée par un couvercle *d* pour le nettoyage de la chaudière A, D une trémie pour l'introduction du soufre brut. Son extrémité in-

férieure débouche en A, au-dessous de la surface du bain liquide, et une tringle G en fer permet de maintenir le passage toujours libre. Le soufre, condensé en B, s'écoule par la tubulure *e* dans le récipient *f*.

Les chambres de raffinage fournissent des sulfures en canons ou en fleur, suivant leur température et la rapidité du travail : plus on opère rapidement, plus il arrive de vapeurs sulfureuses dans la chambre en un temps donné, et plus cette vapeur cède de la chaleur aux parois. Ainsi, l'appareil de Lamy fournit, par jour, 6 distillations de 300° pour le soufre en canons, et seulement 2 de 150° pour la préparation de la fleur de soufre. On distille donc, dans le premier cas, 6 fois plus de soufre que dans le second, pour maintenir la chambre à la température du soufre liquide.

b) A la poudrerie de Spandau.

Une chaudière, solidement fixée dans un massif en maçonnerie au-dessus d'un foyer, est remplie de 75° de soufre, qu'on fait fondre lentement; dès qu'il est liquide, on le verse dans des pots en fer émaillé, contenant chacun 25°, qu'on a essuyés intérieurement avec un linge trempé dans de l'eau chaude et recouverts d'un tamis sur lequel est tendue une toile. On laisse refroidir le soufre filtré, qui, en passant à la variété rhomboédrique, devient éminemment friable, et on le conserve dans des barils de 100°. — Les crasses restées dans la chaudière et sur les filtres sont traitées comme soufre brut.

III. DANS LES INDES ORIENTALES.

Le soufre est raffiné dans des chaudières en bronze de 0^m,8 de diamètre et 0^m,5 de profondeur. Le soufre brut est d'abord concassé et débarrassé des mauvais morceaux que l'on fait fondre à part. On chauffe doucement la chaudière, en apportant successivement le soufre par pelletées, de manière que le remplissage dure 4 heures. Dès que les dernières portions de soufre sont fondues, on laisse tomber le feu et l'on enlève les impuretés qui montent à la surface, jusqu'à ce que de fines aiguilles commencent à s'y former. On décante alors le soufre dans des moules en bois, en laissant au fond de la chaudière les crasses qui s'y sont rassemblées. Ces moules contiennent également des crasses qui tombent au fond, montent à la surface ou adhèrent aux parois; on en purifie le soufre par un second

BIBLIOTECA

raffinage, identique au premier. — Le soufre retiré des écumes et des crasses par une fonte spéciale est traité comme soufre brut.

§ V.

ÉPREUVES DU SOUFRE RAFFINÉ.

Les épreuves du soufre raffiné sont analogues à celles du soufre brut (§ III) ; l'incinération ne doit laisser aucun résidu, les eaux de lavage ne doivent pas être acides, et la dissolution sulfurique ne doit pas être précipitée en jaune par le nitrate d'argent.

CHAPITRE III.

CHARBON.

Des trois éléments de la poudre, le charbon est celui dont la préparation présente le plus de difficultés et exige le plus de soins. Il est facile, en effet, grâce aux procédés de raffinage que nous avons précédemment indiqués, d'amener le salpêtre et le soufre à un état de pureté tel qu'on peut considérer ces matières comme n'introduisant aucune substance étrangère dans la fabrication. Mais il n'en est pas de même du charbon de bois, le seul employé, qui, pour une même essence, présente une composition extrêmement variable avec la température développée pendant la carbonisation et avec la durée de cette opération. Il en résulte que sa pureté, son homogénéité et, par suite, son inflammabilité présentent elles-mêmes de grandes variations, qui ont longtemps été regardées comme l'un des éléments les plus importants de la fabrication de la poudre.

Nous aurons donc à examiner, en premier lieu, les propriétés générales des charbons et l'influence du mode de carbonisation sur leur qualité; nous décrirons ensuite les principaux systèmes de carbonisation adoptés ou proposés jusqu'à nos jours.

§ I.

GÉNÉRALITÉS SUR LES BOIS ET LES CHARBONS.

D'une manière générale, le charbon destiné à la fabrication de la poudre doit s'enflammer facilement, brûler vite et ne pas donner de cendres. Ces trois qualités dépendent à la fois de l'essence du bois