

pentin en verre refroidi par un courant d'eau et surmonté d'un tube bifurqué, dont l'une des branches recevait la glycérine et l'autre le mélange froid des acides; l'extrémité inférieure du serpentín plongeait dans un vase plein d'eau destiné à recevoir la nitroglycérine. Le rendement de ce procédé ne dépassait pas 120 à 130 p. 100, parce que le contact des liquides réagissants n'était réalisé que d'une manière imparfaite.

On obtint un rendement de 145 p. 100 en remplaçant le serpentín par une série d'entonnoirs, dont chacun laissait écouler le liquide sur le bord intérieur de celui qui se trouvait au-dessous. Mais cette disposition augmentait le dégagement des vapeurs dans l'atmosphère et ne produisait pas une réfrigération suffisante.

Champion et Pellet ont finalement adopté le procédé suivant (1871). On traite 0<sup>s</sup>,38 de glycérine (densité 1,27) par un mélange de 1<sup>s</sup> d'acide nitrique (densité 1,52) avec 2<sup>s</sup> d'acide sulfurique; l'acide nitrique est préalablement débarrassé des vapeurs rutilantes par un courant d'air ou d'acide carbonique à la température de 70°. Le vase dans lequel s'effectue la réaction est mobile autour d'un axe horizontal; au-dessus de ce vase se trouve le récipient contenant la glycérine, que l'on peut tourner rapidement. La réaction est accélérée par un fort courant d'air, et, au bout de quelques secondes, le contenu du vase est versé, par une simple rotation, dans un grand réservoir plein d'eau placé au-dessous et muni d'un agitateur; le dernier lavage se fait avec une solution étendue de soude. Le rendement indiqué est, en moyenne, de 200 p. 100.

Les procédés qui nous restent à décrire s'appliquent à la nitroglycérine spécialement destinée à la fabrication des dynamites à base inerte ou à base active.

g) Procédé de Forster.

A la fabrique de M. v. Forster, à Opladen, près de Cologne, on se sert de cuves en pierre refroidies par un courant d'eau ou par un mélange de glace et de sel marin. Chaque cuve contient un mélange de 1<sup>s</sup> d'acide nitrique concentré et de 2<sup>s</sup> d'acide sulfurique, auquel on ajoute peu à peu, et en agitant vivement, 0<sup>s</sup>,5 de glycérine pure; la température ne doit pas dépasser 15 à 20°. On laisse la réaction se produire pendant 1/4 d'heure et l'on verse le tout dans l'eau par petites portions; on ajoute aux eaux du dernier lavage 1 p. 100

de magnésie. La nitroglycérine ainsi préparée est exclusivement employée à la fabrication de la dynamite.

h) Procédé de Capitaine.

La méthode de F. Capitaine est plus exactement connue. La production journalière de nitroglycérine doit suffire pour la fabrication de 2 500<sup>k</sup> de dynamite environ.

Le mélange acide est préparé, un jour avant l'emploi, dans des bassins en fonte; chacun d'eux contient 1 300<sup>k</sup> d'acide sulfurique anglais et 650<sup>k</sup> d'acide nitrique, obtenu en traitant du nitrate de soude par son poids d'acide sulfurique. On fait couler la liqueur dans un cuvier en bois doublé de plomb, ayant 1<sup>m</sup>,20 de diamètre sur 2<sup>m</sup> de hauteur, dans lequel s'effectue la réaction; deux serpentins en plomb, à travers lesquels on peut à volonté faire passer un courant d'eau, servent à produire le refroidissement. On traite 315<sup>k</sup> de glycérine par 1 950<sup>k</sup> du mélange acide. La glycérine est contenue dans un récipient en tôle placé sur le toit de l'atelier; on en règle l'écoulement à l'aide d'un robinet.

Dès que la réaction commence, trois ouvriers donnent un mouvement d'oscillation vertical à un agitateur formé de deux plaques de fer trouées et doublées de plomb; un thermomètre émergeant du cuvier permet de surveiller attentivement la température, qu'il est prudent de ne pas laisser s'élever au-dessus de 18°. La durée de l'opération varie de 1/2<sup>h</sup> à 2<sup>h</sup> 1/2, suivant la saison. La réaction terminée, les liquides sont conduits, par des rigoles en plomb, dans un cuvier en bois ayant environ 4<sup>m</sup> de diamètre sur 2<sup>m</sup>,60 de hauteur, qui se trouve en partie rempli d'eau; pendant l'écoulement, on agite le mélange avec des brassoires en bois. La nitroglycérine se rassemble au fond du cuvier, qui est légèrement incliné; on la décante alors dans un petit récipient, en vue d'un second lavage qui se fait avec une addition de soude; puis on élimine les dernières traces d'acide en la mélangeant avec une dissolution de soude dans un vase muni d'un agitateur spécial et qui n'est autre qu'une baratte, et en décantant le produit ainsi purifié.

Dans ce procédé, les différentes opérations sont le plus possible séparées les unes des autres; elles s'exécutent dans des constructions légères, abritées derrière des merlons en terre. Le rendement, qui atteint son maximum en hiver, varie de 151 à 190 p. 100.

## i) Procédé de la poudrerie de Vonges.

Le procédé employé depuis 1872 à la poudrerie de Vonges, et dû aux recherches de H. Boutmy et de L. Faucher, repose sur la préparation préalable de deux mélanges binaires, sulfoglycérique et sulfonitrique. La nitroglycérine se trouve ainsi engagée dans une combinaison qui n'est détruite que peu à peu, sans dégagement brusque de chaleur, ce qui permet de se passer de réfrigérant pendant la réaction, devenue tout à fait régulière; en outre, on fait dégager, avant l'opération, la chaleur qui résulte de la combinaison de l'acide sulfurique avec l'eau d'hydratation de l'acide nitrique et de la glycérine. Enfin, on recueille la nitroglycérine sur le mélange acide lui-même, sans ajouter d'eau, de sorte que les acides de décantation peuvent être employés à d'autres usages industriels.

L'acide sulfoglycérique, qui se compose de 320 parties d'acide sulfurique pour 100 de glycérine, est préparé dans un barboteur à double enveloppe, avec courant d'eau froide, afin de prévenir la formation d'une certaine quantité d'acroléine. Cet appareil comprend un récipient en fonte à fond demi-cylindrique, sur l'axe duquel tourne un arbre en fer, portant une manivelle et muni de distance en distance de croisillons disposés en hélice et reliés deux à deux par des plaques épaisses de plomb parallèles à l'axe. Cet auget est recouvert d'un demi-cylindre, percé à sa partie supérieure d'une fente longitudinale et surmonté d'une cuve évasée dans laquelle on verse les liquides; il est muni d'une seconde enveloppe permettant de faire circuler un courant continu d'eau froide; enfin, l'appareil est divisé dans sa longueur, par des bandes de plomb, en plusieurs compartiments. On commence par verser 41<sup>k</sup>,6 d'acide sulfurique, puis peu à peu 13<sup>k</sup> de glycérine; on tourne la manivelle pendant 1<sup>h</sup> à 1<sup>h</sup> 1/2, suivant la saison, et l'on recueille le mélange convenablement refroidi dans des touries en grès, qui sont conservées jusqu'au lendemain dans un bassin plein d'eau.

L'acide sulfonitrique, formé de poids égaux d'acide sulfurique et d'acide nitrique, est préparé dans des touries en grès à deux tubulures où les acides, contenus dans des touries semblables, sont transvasés au moyen de pompes de pression. A cet effet, chaque tourie d'acide reçoit sur l'une de ses tubulures une rondelle en bois portant un ajutage de plomb, par lequel on peut la mettre en communication avec la pompe; l'autre tubulure est traversée par un

tube de plomb plongeant au fond de la tourie et recourbé au dehors, par lequel le liquide peut s'écouler dans la tourie de mélange, sans produire aucun dégagement de vapeurs acides. Les touries contenant le mélange sulfonitrique sont également conservées dans un bassin plein d'eau.

Pour préparer la nitroglycérine, on verse successivement le mélange sulfoglycérique, puis le mélange sulfonitrique dans des piles en grès cylindriques, ayant 0<sup>m</sup>,40 de diamètre sur 0<sup>m</sup>,65 de hauteur; les proportions des mélanges réagissant dans une pile sont les suivantes :

Mélange sulfoglycérique.	{	Glycérine. . . . .	10 <sup>k</sup>	}	42 <sup>k</sup>
		Acide sulfurique. . .	32		
				} 60 <sup>k</sup>	56
Mélange sulfonitrique. . .	{	Acide sulfurique. . .	28		
		Acide nitrique. . . .	28		

Les piles sont munies d'un couvercle en plomb qui s'enfonce dans une rainure garnie d'acide sulfurique, et qui porte deux petits couvercles mobiles plongeant également dans une rainure garnie d'acide sulfurique et à travers lesquels passent deux tubes en plomb permettant de chasser les vapeurs nitreuses de l'intérieur de la pile; le couvercle, accroché à l'une des extrémités d'un levier coudé, se trouve presque équilibré par un contre-poids fixé à l'autre extrémité, de manière à se renverser sous l'influence du plus petit excès de pression intérieure. Il se produit, pendant le premier quart d'heure, une élévation de température dont la valeur maximum varie de 27° (novembre) à 48° (août), suivant la saison; en même temps, on voit se former, à la surface, des gouttes huileuses qui finissent par constituer une couche supérieure assez nettement séparée du restant de la masse. On laisse la réaction s'achever pendant la nuit, puis on décante la liqueur par siphonnement au moyen de tubes en plomb; le mélange acide, qui s'écoule le premier, est reçu dans des touries en verre, et la nitroglycérine dans des terrines en grès que l'on porte aussitôt à l'atelier de lavage.

Les terrines en grès sont versées dans une pile cylindrique, en fonte émaillée, contenant de l'eau et munie à sa partie inférieure d'un ajutage d'écoulement; la nitroglycérine, qui s'est rassemblée au fond, est recueillie dans d'autres terrines semblables aux premières. Les eaux acides sont jetées dans un trou communiquant avec un puits perdu, et la nitroglycérine est versée par charges de 55<sup>k</sup>, avec un volume triple d'eau tiède à 30°, dans un appareil la-

veur analogue, sauf la double enveloppe, au barbotteur précédemment décrit. Après avoir tourné les manivelles pendant quelques minutes, on fait écouler l'eau, on remet de l'eau nouvelle, et l'on recommence la même opération tant que l'eau emporte quelque trace d'acidité. Le nombre des lavages successifs peut varier de 10 à 18, suivant la pureté de la glycérine employée; pour arriver à neutraliser plus facilement la substance, on ajoute à l'eau de lavage, dans deux opérations, 100<sup>gr</sup> environ de bicarbonate de soude.

La nitroglycérine lavée, qui est trouble, émulsionnée et même hydratée, est filtrée à travers des éponges dans un cylindre en tôle forte dont le fond est percé de trous; ces éponges sont comprimées entre le fond du cylindre et une rondelle de bois également percée de trous et surmontée d'une tige de fer filetée qui s'engage dans un écrou à oreilles. Le tout repose sur un entonnoir en fer-blanc, placé au-dessus de vases cylindriques également en fer-blanc; on recommence, au besoin, l'opération, jusqu'à ce que la nitroglycérine sorte parfaitement limpide. Ce mode de filtration repose sur la propriété que possède l'éponge de se saturer à la fois d'eau et de nitroglycérine, en enlevant à celle-ci toute l'eau qu'elle peut contenir.

La nitroglycérine parfaitement neutre, anhydre et limpide, est envoyée à l'incorporation (p. 700).

Le rendement obtenu par ce procédé varie de 185 à 190 p. 100.

### § III.

#### PROPRIÉTÉS DE LA NITROGLYCÉRINE.

##### I. PROPRIÉTÉS PHYSIQUE

La nitroglycérine, parfaitement séchée et purifiée, constitue un liquide huileux, d'un jaune clair, sans odeur et d'une saveur brûlante; sa densité est de 1,6.

Elle possède, même en petites doses, des propriétés vénéneuses très-marquées. D'après Schuchardt, qui en a fait l'expérience sur lui-même, si l'on avale une goutte de nitroglycérine, on éprouve des douleurs de tête et des vertiges accompagnés d'une lassitude générale; si l'on absorbe, par mégarde, une plus grande quantité

de liquide, les accidents deviennent plus graves: on ressent des frissons, des nausées, et l'on finit même par perdre connaissance. Les vapeurs de nitroglycérine paraissent également, bien que dans de moindres proportions, produire les mêmes effets; on a pu toutefois constater, dans la plupart des cas où des plaintes ont été exprimées sur les inconvénients de cette substance, que le commencement d'empoisonnement provenait du contact direct de la peau avec le liquide: c'est pour cette raison que les ouvriers sont souvent munis de gants spéciaux. On recommande, comme contre-poison, d'absorber du café noir et de se frictionner avec une solution de potasse caustique ou d'acide iodhydrique, qui décompose le liquide en reconstituant la glycérine. Schuchardt croit que la nitroglycérine traverse la peau et subit une décomposition en présence du sang, peut-être avec formation de protoxyde d'azote.

D'après Werber, on peut découvrir des traces de nitroglycérine en se servant d'un mélange d'aniline et d'acide sulfurique concentré: il se produit une coloration rouge pourpre, qui tourne au vert par addition d'eau.

La nitroglycérine se dissout facilement dans l'alcool, l'éther, l'esprit de bois et la benzine; les procédés de purification qui lui sont généralement appliqués reposent sur son insolubilité presque complète dans l'eau.

Refroidie jusqu'à + 8°, la nitroglycérine se congèle et forme une masse cristalline en augmentant, d'après la plupart des auteurs, de 1/16 de son volume environ; Mowbray a observé, au contraire, une contraction de 1/24. Cette divergence doit tenir à la pureté du produit employé par Mowbray, et notamment à l'absence d'acide nitreux.

La nitroglycérine gelée fond vers + 11°; elle présente dans cet état moins de dangers qu'à l'état liquide, parce qu'elle détone moins facilement par le choc; on affirme cependant que la rupture des cristaux suffit pour provoquer l'explosion. Elle doit donc être maniée avec beaucoup de prudence; il faut surtout prendre les plus grandes précautions pour la dégeler. Cette dernière opération ne doit jamais s'effectuer en employant la chaleur directe d'un foyer: il faut se contenter de plonger la matière dans l'eau tiède (cf. p. 703); on doit également proscrire d'une façon absolue l'usage d'instruments durs ou tranchants. Les transports de la nitroglycérine gelée en Suède n'ont donné lieu qu'à un petit nombre d'accidents: ceux