

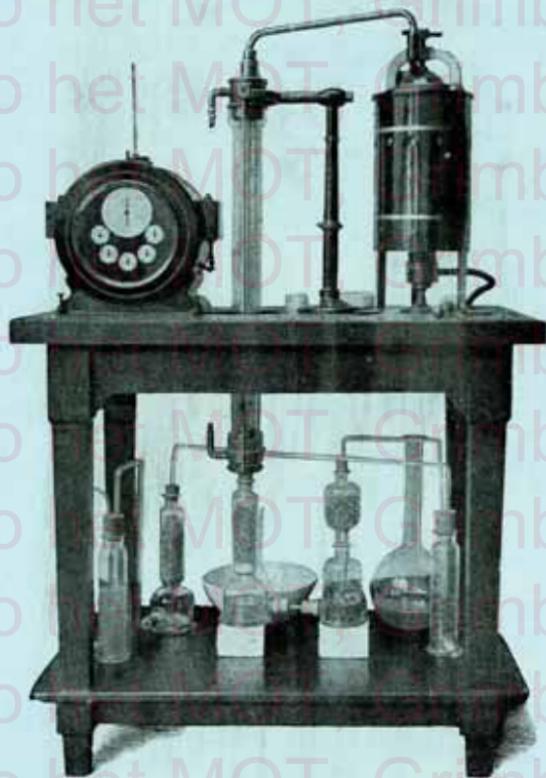
NOUVEL APPAREIL

POUR

L'ANALYSE DE TOUS CHARBONS

OU COMBUSTIBLES

AU POINT DE VUE DE LEURS SOUS-PRODUITS



Système Jos. MARCHAL (Breveté S. G. D. G.)

PRODUITS ET APPAREILS

POUR LES SCIENCES, L'INDUSTRIE ET LES ARTS

Jos. MARCHAL, Chimiste-Métallurgiste

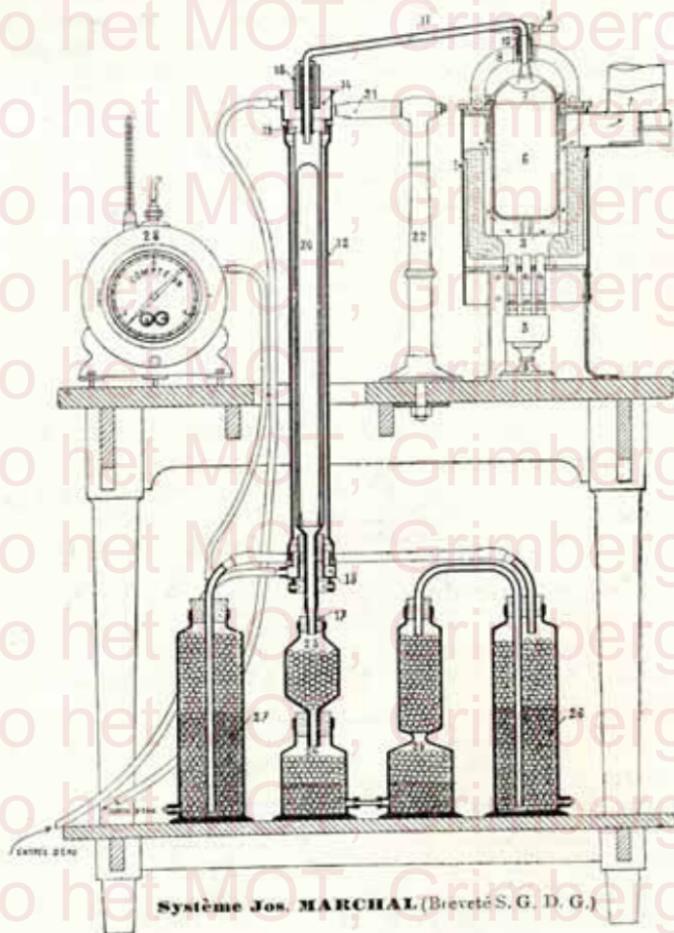
BRUXELLES

NOUVEL APPAREIL

POUR

L'ANALYSE DE TOUS CHARBONS OU COMBUSTIBLES

au point de vue de leurs sous-produits



INTRODUCTION

L'essor important pris, en ces dernières années, par la récupération des sous-produits des charbons transformés en coke, rendait de plus en plus nécessaire un appareil permettant de déterminer les qualités des houilles à ce point de vue spécial.

En effet, le constructeur de fours à coke, celui de gazogènes et d'usines à gaz, le propriétaire de l'un ou de l'autre genre de ces installations, tous ont intérêt à connaître à l'avance le résultat qu'ils peuvent espérer obtenir en pratique et à contrôler aussi la perfection de marche de leur usine.

Jusqu'à ce jour, cependant, l'analyse des sous-produits, bien que parfaite en théorie, donnait toujours des résultats tellement dissemblables qu'il était très difficile, sinon impossible, d'en tirer aucune conclusion saine. Pourquoi ? Parce que le chimiste, opérant sur de très petites quantités (10 à 25 grammes ordinairement), se plaçait dans des conditions totalement différentes de celles réalisées dans les différents fours industriels ; parce que précisément, à cause du faible poids de matière traitée dans des conditions excessivement variables, il lui était impossible de faire deux analyses de suite pouvant se contrôler l'une par l'autre.

Aussi, mon but fut-il, avant tout, de constituer un appareil permettant l'essai des charbons sur une échelle aussi grande que peut le permettre le laboratoire.

Chaque opération d'analyse porte sur un kilogramme de charbon sec, et cette quantité est suffisante pour annuler toute cause d'erreur provenant d'un dosage trop délicat ou d'un chauffage trop irrégulier.

L'appareil accuse la totalité des sous-produits que renferme la houille expérimentée.

Si ceux-ci s'écartent trop sensiblement de ceux de la pratique, il y a lieu pour l'industriel de rechercher la cause de cette différence, soit dans la marche des fours, soit dans la construction de ceux-ci.

C'est le cas de certaines usines qui ont été amenées à apporter des changements à leur fabrication, à la suite des résultats obtenus avec l'appareil en question, changements qui ont eu pour effet d'augmenter la production des sous-produits dans une notable proportion.

DESCRIPTION

L'ensemble de mon appareil se compose :

1° **Un four à cornue verticale** en fer chauffé au gaz d'éclairage au moyen d'un brûleur Bunsen à becs multiples, ou par un brûleur intensif au pétrole (pour les laboratoires privés de gaz) ; assez puissant pour porter la cornue à une température de 800 à 900° c. ;

2° **Un appareil réfrigérant** à circulation d'eau destiné au refroidissement des gaz de distillation et à la condensation des goudrons lourds ;

3° **Une série de flacons laveurs** destinés à retenir les goudrons légers, l'ammoniaque et, éventuellement, les benzols retenus dans les gaz ;

4° **Enfin un compteur d'expérience** marquant le litre permettant la mesure du volume du gaz dégagé par le charbon carbonisé.

Le tout se trouve disposé sur une table de forme spécialement étudiée pour cet usage.

Mon but en étudiant cet appareil fut de le combiner d'une façon telle qu'il soit possible d'opérer chaque essai sur une quantité d'un kilogramme de charbon sans que le temps nécessaire pour l'opération soit complètement perdu pour l'opérateur, lequel peut, une fois l'appareil mis en marche, s'occuper de toute autre chose en attendant la fin de la distillation.

Il fallait aussi que la carbonisation s'effectue dans des conditions identiques à celles réalisées dans les fours industriels.

Nous verrons, en détaillant les diverses particularités du système, comment ces conditions ont été remplies.

Le Four se compose d'une enveloppe en tôle portée par trois pieds en fer et garnie intérieurement d'une brique réfractaire de forme spéciale. Le fond et le couvercle du four sont en fonte et portent les ouvertures nécessaires: le premier pour le passage des tubes brûleurs, le second pour la cornue de distillation ou du couvercle amovible qui le remplace lors du chauffage préalable du four.

L'air de combustion pénètre par les trous (1), se chauffe en récupérant une partie de la chaleur perdue par conductibilité et rayonnement le long des parois, et s'y rencontrent (2) avec le gaz de chauffage dont il détermine la combustion.

Le brûleur (3) se compose d'une boîte en fonte portant sept tubes Bunsen (4) avec leur bague de réglage; afin de faciliter l'enlèvement de ce brûleur, il est maintenu à hauteur par un pied amovible en fonte (5), qu'il suffit de retirer pour dégager les tubes Bunsen de l'ouverture du fond en fonte dans laquelle ils se trouvent maintenus.

La Cornue (6) en fonte, faite aussi mince que possible, se ferme au moyen d'un couvercle (7) maintenu par un étrier (8) et la vis de pression (9). Une des branches de l'étrier porte une goupille qu'on retire lorsqu'il est nécessaire de basculer l'étrier pour enlever le couvercle. L'étanchéité du joint est assurée par une garniture en amiante graphitée.

Le couvercle de la cornue porte une tubulure à cuvette (10) où s'engage le tube en fer (11), le joint se faisant au moyen d'une garde de mercure de hauteur suffisante pour maintenir la pression requise par l'ensemble des appareils d'absorption.

Le tube (11) conduit le gaz de distillation au réfrigérant.

Le Réfrigérant se compose d'une colonne en verre (12) maintenue entre les pièces métalliques (13) et (14) par les bielles (15). Ces pièces portent respectivement les tubulures d'entrée et de sortie de l'eau de refroidissement, et laissent passer le tube réfrigérant (16), dont la partie inférieure se trouve maintenue

par le bouchon en caoutchouc (17). La partie supérieure du tube réfrigérant porte la cuvette en fer (18) dans le bouchon en caoutchouc (19), lequel est recouvert d'eau en marche normale pour éviter tout échauffement.

Le tube de dégagement (11) vient plonger dans la dite cuvette, le joint se faisant, comme d'autre part, au moyen d'une garde de mercure.

Le Déflecteur (20) se trouve à l'intérieur du tube réfrigérant et a pour objet de maintenir le courant gazeux près des parois réfrigérantes.

Les pièces (13) et (14) constituent le support du réfrigérant. La pièce (14) se trouve suspendue par la fourche (21) à la colonne (22), la dite fourche réalisant une suspension à la cardan, permettant de connecter plus facilement les flacons laveurs avec le tube réfrigérant.

Les gaz produits dans la cornue (6) sont conduits par le tube (11) dans le réfrigérant (12), où ils se refroidissent et abandonnent leurs matières condensables le long des parois.

Du réfrigérant, les gaz, goudrons et eaux ammoniacales s'écoulent successivement dans les vases (23), (24) et (25) lesquels, remplis de billes de verre d'une grosseur déterminée, offrent une grande surface favorable à la précipitation des vésicules de goudron et d'eau ammoniacale en suspension dans les gaz. Dans les vases (24) et (25) a lieu également un premier barbottage destiné à parfaire cette précipitation. Enfin, les flacons laveurs (26) et (27) servent respectivement à retenir l'ammoniaque et les benzols, le premier au moyen d'acide sulfurique dilué, le second au moyen d'huile lourde de goudron préalablement débarrassée de sa naphthaline.

Dans ces laveurs on utilise également des billes de verre pour rendre le barbottage aussi efficace que possible pour la division des bulles de gaz au centre de la masse et leur laminage entre des surfaces étendues et mouillées.

Le dosage de l'ammoniaque s'effectue, soit directement sur la liqueur acidulée dont on parfait la neutralisation, soit par ébullition en présence de bases fortes, telles que chaux, baryte, soude, potasse, etc., lesquelles mettent la totalité de l'ammoniaque en liberté permettant de faire intervenir dans le dosage l'ammoniaque combiné sous forme de sels fixes qui aurait pu se former.

Le dosage des benzols s'effectue en distillant l'huile de lavage en tout ou en partie à température convenable et en pesant les produits obtenus par condensation.

Lorsque ce dosage est demandé, il est prudent d'intercaler, entre le laveur à ammoniaque et celui à benzols, une colonne de chaux vive ou de chlorure de calcium destiné à dessécher complètement le gaz avant son barbottage dans l'huile.

Enfin, le gaz traversant le compteur, celui-ci indique le volume de gaz dégagé par le poids de charbon traité, volume qu'on

ramènera par le calcul à 0° c. et 760 m/m de pression barométrique.

L'ensemble des appareils est monté sur une table appropriée et suffisamment compacte pour qu'il puisse trouver place dans n'importe quel laboratoire.

Tel qu'il est décrit ci-dessus, cet appareil constitue l'un des plus parfaits du genre.

En une seule analyse, il donne tous les résultats qui intéressent les praticiens : résultats obtenus en réalisant, autant que possible, les conditions de la carbonisation en fours industriels.

Exemple :

Coke. Nature : Compact : Aspect : gris métallique.	
» Rendement.	71,605 o/o
Sulfate d'Ammoniaque	0,854 »
Correspondant à Ammoniaque	0,220 »
Goudron	6,050 »
Benzols à 150° c.	0,271 »
Gaz. Volume rapporté à 0° c et 760 m/m de pression	23 m ³ 450

Par le chauffage préalable du four, le charbon se trouve, de même que dans l'industrie, brusquement soumis à la température de distillation. La masse de charbon d'un volume supérieur au décimètre cube permet à la carbonisation de se propager par tranches successives de la périphérie vers le centre, et la compression que l'on fait subir au charbon traité, en même temps qu'elle exalte les propriétés agglutinantes du charbon, permet aussi de se rendre compte de la texture du coke obtenu dans les meilleures conditions.

Voici maintenant la marche à suivre pour effectuer l'analyse complète au moyen de mon appareil.

MODE OPÉRATOIRE

L'humidité du charbon, préalablement broyé fin, ayant été déterminée à l'étuve sur une petite prise d'essai faite aussi soigneusement que possible, on charge la cornue d'un poids de charbon telle qu'elle contienne un kilogramme de charbon théoriquement sec. On ajoute ensuite l'eau nécessaire pour porter la teneur totale à 10 p. c., et on remue bien la masse au moyen d'une spatule en fer, puis on tasse modérément avec le petit pilon fourni avec l'appareil.

On garnit ensuite la cornue de son couvercle en établissant le joint des deux pièces au moyen d'une rondelle d'amiante graphitée et mouillée. Le cavalier rabattu au-dessus du couvercle, on serre la vis de pression à la main, mais fortement.

Tous ces préparatifs auront été faits avec la cornue hors du four, et on aura soin de veiller à tenir toujours le couvercle de celle-ci suffisamment droit pour éviter de répandre le mercure contenu dans la cuvette de jonction.

Entretemps, on aura chauffé le four en remplaçant la cornue absente par le couvercle prévu pour cela. — Ce chauffage doit être absolument régulier et le même pour toutes les analyses; aussi le brûleur est-il muni d'un manomètre à eau indiquant la pression d'écoulement au bec Bunsen.

D'après la qualité du gaz employé, le client déterminera, une fois pour toutes, la pression la plus favorable, laquelle variera en général entre 20 à 25 m/m d'eau. Il va sans dire que l'appareil aura été disposé de façon à connecter la cheminée du four avec une cheminée existante.

On procède ensuite à l'arrangement des récipients absorbeurs que l'on relie tout d'abord ensemble, comme l'indique la figure, avec cette différence qu'on intercale entre les flacons (26) et (27) une colonne semblable à celle figurée sous le n° (25) remplie de chaux caustique ou de chlorure de calcium pour retenir l'eau d'entraînement.

Les appareils étant reliés entre eux d'une façon bien étanche, on introduit la solution demi-normale titrée d'acide sulfurique, dont on a pris un volume de 300 c. c., comme suit : d'abord environ 100 c. c. par le tube (18); de cette façon, la solution lave, en tombant, les parois du déflecteur pour venir ensuite mouiller les billes et offrir ainsi la plus grande surface de contact avec le gaz. On soulève le bouchon du flacon laveur (25) et on verse 100 c. c. de la même solution; on opère de la même façon pour introduire le reste dans le flacon (26). On lave le flacon jaugé avec de l'eau distillée et on ajoute les eaux de lavage dans les différents flacons. On met ensuite entre les flacons (26) et (27) une colonne de chaux caustique ou de chlorure de calcium sec. L'opération terminée, on aura soin de fermer hermétiquement ce flacon, pour éviter l'absorption de l'acide carbonique et l'humidité, de façon à faire servir le réactif plusieurs fois.

Le flacon (28), servant à absorber les benzols, est rempli à mi-hauteur d'huile lourde débarrassée, au préalable, de sa naphthaline par une ébullition prolongée.

Tout le dispositif étant bien en place, on vérifie à nouveau tous les joints, et l'appareil est prêt à fonctionner, si le four est à la température convenable.

Dans ce cas, on enlève le couvercle et on place la cornue dans le four; on réunit celle-ci avec le réfrigérant au moyen du tube.

Avant l'introduction de la cornue, on a remis le compteur à zéro, on note la température, la pression barométrique et l'heure exacte.

Le dégagement commence immédiatement d'abord sous forme de vapeur d'eau qui se condense, et ensuite, pour aller jusque la fin, de goudrons que l'on voit glisser sur les parois du déflecteur.

Tous les quarts d'heure, on note la température du gaz pour établir une moyenne à la fin de l'opération.

Celle-ci est terminée lorsque l'aiguille du compteur est presque immobile.

On enlève ensuite le tube de communication entre la cornue et le réfrigérant.

Goudron. — Au moyen d'eau bouillante projetée par une pissette, on fait descendre les goudrons qui garnissent le réfrigérant et le déflecteur dans les flacons absorbeurs; on enlève ceux-ci et, au moyen du même procédé, on en extrait les goudrons que l'on fait tomber dans une grande capsule; on filtre sur un grand filtre plissé préalablement mouillé d'eau: on reçoit les eaux de lavage dans un flacon jaugé de 5 litres; on lave à l'eau bouillante jusqu'à ce que l'on soit certain que tout l'acide sulfurique soit complètement chassé. Les goudrons sont ensuite dissous par de la benzine de goudron rectifiée au-dessus d'une capsule en porcelaine tarée qui est portée à l'étuve à vapeur à une température de 50 degrés centigrades jusqu'à poids constant.

Sulfate d'ammoniaque — Le flacon jaugé renfermant les eaux de lavage reçoit ensuite de l'eau distillée froide jusqu'au trait de jauge et est ensuite secoué énergiquement de façon à mélanger intimement le liquide duquel on prélèvera un litre pour servir à la détermination de l'ammoniaque.

Le litre de liquide prélevé est mis dans un ballon de 2 litres; on fait bouillir pour chasser l'acide carbonique et, pour que le liquide s'éclaircisse, on ajoute du méthyl-orange et on titre l'acide libre non neutralisé par l'ammoniaque au moyen d'une liqueur titrée de soude caustique.

La différence entre la quantité d'acide sulfurique qui a servi à l'expérience et celle qu'accuse le titrage définitif, indique la proportion d'acide sulfurique combiné à l'ammoniaque dégagé par le charbon.

Par un simple calcul, on établit la proportion d'ammoniaque et la proportion de sulfate d'ammoniaque correspondante.

Si l'on trouve que la fin de la réaction dans le titrage n'est pas suffisamment perceptible à cause des sulfocyanures et autres produits secondaires abandonnés par les gaz, on peut prélever une nouvelle quantité de liquide dont on chassera l'ammoniaque par distillation en présence d'une base forte (magnésie de préférence), ayant pour but d'opérer le déplacement de l'ammoniaque que l'on recevra dans une solution titrée d'acide sulfurique étendue.

Le liquide bien clair est additionné de méthyl-orange et traité comme plus haut par une solution titrée de soude caustique.

Fenzols. — Le liquide (huile lourde) est transvasé dans une cornue, munie d'un thermomètre, que l'on porte à la température

de 150° c. et dont on reçoit les produits de la distillation dans un petit ballon préalablement taré. On peut aussi fractionner les benzols obtenus en opérant la distillation à des températures régulièrement croissantes pour chacune desquelles on pèsera le distillata total.

Gaz. — Le compteur indique, en fin d'opération, le volume de gaz produit par un kilogramme de charbon. On fera subir au chiffre lu sur le compteur les corrections usuelles pour ramener le volume du gaz à 0° c. et 760 ^m/_m de pression barométrique.

Coke. — La cornue étant refroidie, on sort le coke que l'on pèse pour établir le rendement et que l'on examine au point de vue de la qualité.

Essais photométriques et calorimétriques

Si l'on a en vue les essais photométriques ou calorimétriques, il est nécessaire de prendre l'appareil muni d'un *gazomètre* de précision remplaçant le compteur pour pouvoir expérimenter sur la qualité moyenne du gaz obtenu.

Je suis, du reste, à la disposition de mes clients pour leur proposer des installations de ce genre et pour étudier toute modification nécessitée par des essais spéciaux, et j'ai toujours en magasin des appareils complets prêts à être livrés sur commande.

L'appareil est livré avec les accessoires suivants :

- | | |
|------------------------------|--------------------------|
| 1 cornue de rechange. | 1 grand entonnoir. |
| 1 grande capsule porcelaine. | 6 joints en amiante. |
| 1 petite » » | Les tubes en caoutchouc. |
| 1 ballon jaugé 5 litres. | 1 petit pilon |
| 1 » » 300 c. c. | 2 paquets filtres. |

Solutions :

- | | |
|----------------------------------|---------------------------------|
| 2 litres acide sulfurique titré. | 1 litres huile lourde spéciale. |
| 2 » soude caustique titré. | 1 kilo de chlorure de calcium, |
| 1/4 » méthyl-orange | 1/2 » de mercure. |
| 2 » benzine de houille. | |

Prix de l'appareil complet : 975 francs