

Pentru Biblioteca
Școala Politehnică din
Timișoara
SOCIETATEA
INDUSTRIALĂ
TIMIȘOARA
P. 10/29

LES IIGNITFS DE ROUMANIF ET LEURS CARACTÈRES DANS LA QUESTION DE CARBURANTS

PAR

I. CRISTESCO ET A. SANDOR

EXTRAIT DU „BULLEIN SCIETIFIQUE DE L'ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE TIMIȘOARA“



Ministerul Lucrurilor Publice
ȘCOALA POLITEHNICĂ
din TIMIȘOARA
BIBLIOTECĂ
No. 6170
21.8
din colecția

TIMIȘOARA
IMPRIMERIE „CARTEA ROMÂNEASCĂ”
1929.

BUPT

LES LIGNITES DE ROUMANIE

ET LEURS CARACTÈRES DANS LA QUESTION DE CARBURANTS

PAR

I. CRISTESCO et A. SANDOR

Introduction.

L'industrie de la distillation des lignites a pris naissance en Saxe vers 1855 par l'intérêt que présentaient les paraffines pour la fabrication des bougies et les huiles lampantes pour l'éclairage public.

Malgré les difficultés rencontrées plus tard, après l'apparition des dérivés du pétrole sur les marchés européens, cette industrie a continué à se développer. En 1920 les fabriques de la Saxe ont distillé 1.138.486 tonnes de lignite dans leurs 26 centres de production, avec un rendement total de 51916 tonnes de goudrons primaires¹⁾.

La crise des combustibles liquides qui sévit pendant la guerre mondiale et ne fit que s'accroître ensuite par l'emploi de plus en plus fréquent des moteurs à combustion interne, — a cependant imprimé une nouvelle orientation à cette industrie et ce fait est mis en évidence par l'habitude qu'a pris actuellement la littérature de spécialité, de classer la distillation des lignites dans la catégorie des moyens techniques pour la réalisation des combustibles liquides.

Ces moyens — (nombreux au point de vue pratique) — préconisent en principe trois méthodes scientifiques, à savoir :

- I. La méthode de l'hydrogénation.
- II. La méthode synthétique.
- III. La méthode de la distillation.

Chacune de ces méthodes peut être appliquée séparément ou combinée aux autres, par, ou sans l'entremise des catalyseurs.

Pour que les conclusions qui découlent des résultats de nos recherches puissent être suivies plus facilement, nous nous proposons de présenter en résumé, l'état où se trouve le problème de la production des combustibles liquides extraits des lignites, par rapport aux trois méthodes énoncées ci-dessus.

1) W. Scheithauer, — Die Schwelteere, ihre Gewinnung und Verarbeitung. pag. 246.

1). La méthode prend son origine dans les recherches faites par Berthelot vers 1869 relativement à l'action de l'acide iodhydrique sur le charbon. Les recherches ayant été reprises vers 1914 par Mrs. Tropsch, Fisher et Schrader, il a été constaté, que, en chauffant de la poudre fine de lignite à 400°C, en présence du formiate de soude, il en résultait de l'oxalate de soude et de l'hydrogène libre dont l'action sur le carbone produit des hydrocarbures liquides. Le pourcentage des hydrocarbures réalisés varie avec la pression et peut atteindre 36% du poids du carbone contenu par le lignite traité, c'est-à-dire l'hydrogénation intégrale.

Les mêmes résultats ont été obtenus plus tard, en remplaçant le formiate de soude par une solution de carbonate de soude et de l'hydrogène sous pression¹⁾.

L'industrie allemande utilise actuellement la méthode de l'hydrogénation pour le traitement des huiles lourdes et des goudrons résultés de la distillation des lignites, des huiles et du pétrole, dans le but de réaliser des essences et des huiles légères. Le procédé „Bergius“ appartient à la méthode de l'hydrogénation directe, sous pression et il est préconisé dans les usines Mannheim sous la firme: „Deutsches Bergius Aktien Gesellschaft für Erdöl und Kohlenchemie“. Les opérations s'effectuent dans des autoclaves en acier, d'une capacité de 3,5 m³ chauffés au moyen d'un courant d'azote qui circule entre les parois doubles de l'autoclave, à la pression de 100—200 atm., la même qu'à l'intérieur. Par ce chauffage, les goudrons souffrent d'abord un „kraking“ qui produit des hydrocarbures légers; l'hydrogénation des résidus qui donne les hydrocarbures saturés, s'effectue en deuxième phase²⁾.

Mr. Fischer apprécie à 11% le rendement des transformations, c'est-à-dire à 31% environ le rendement théorique obtenu par l'hydrogénation en présence du carbonate de soude qui joue le rôle de catalyseur.

L'hydrogénation par l'entremise des catalyseurs est employée dans le procédé „Mélamid“ défini par les brevets anglais: No. 171367 — No. 174321 — No. 180625 de 1921³⁾ comme dans les procédés „Blümmer“ et „Siegler“.

On a essayé en France, avec des résultats satisfaisants, le procédé „Mony“ qui préconise la méthode de l'hydrogénation combinée avec la méthode de la distillation; les goudrons sont distillés en présence de substances sur la nature desquelles l'inventeur n'a fait aucune communication jusqu'à présent. Le carburant réalisé par ce procédé a le point d'inflammation sous — 15°C, la densité 0.85 et distille complètement entre 60° et 150°⁴⁾.

C'est encore par la méthode de la distillation qu'on opère dans le procédé „Prudhomme—Houdry“ qui présente cependant cette particularité que l'hydrogénation catalytique est appliquée directement aux vapeurs de goudron, dans leur acheminement vers le condenseur⁵⁾.

1) Gesammelte Abhandlungen zur Kenntnis der Kohle. I. 6. 87. 921.

2) Gh. Mariller. — La Carbonisation des bois, lignites et tourbes.

3) E. Marcotte. — Les Lignites et leurs applications industrielles.

4) Le génie Civil, No. 12 din 1924 pag. 253.

5) La Technique moderne, No. 22 din 1927 pag. 712.

II. *La méthode synthétique* appliquée aux gaz, n'est en principe qu'une création de conditions nécessaires et suffisantes afin que l'hydrogène mis en contact avec l'oxyde de carbone, puisse réagir dans le sens de la production d'hydrocarbures liquides.

L'intérêt que présente la méthode synthétique, réside dans le fait qu'il permet une mise en valeur des gaz résultés des combustions incomplètes et spécialement des gaz produits dans les gazogènes par les restes de la distillation des lignites.

Cette méthode s'appuie sur les communications faites vers 1897 par Mrs. Sabatier et Sanderens sur la catalyse; la possibilité de l'utilisation de cette méthode dans le domaine de la production des combustibles liquides a été établie par Mr. Fischer et elle est mise en application par le procédé de la préparation du Synthol¹⁾.

Le Synthol constitue une huile propre à la consommation des moteurs à combustion interne et se prépare avec les gaz des gazogènes, connus sous le nom de gaz d'eau, par la réaction de l'hydrogène sur l'oxyde de carbone, sous pression, en présence des catalyseurs.

La force calorifique du synthol est de 8200 calories, sa densité 0.82 et son point de solidification sous -90°C . Chauffé dans les autoclaves, sous pression, il change en synthin, un produit pareil à la benzine.

On considère de même comme applications de la méthode scientifique de synthèse catalytique les procédés définis par les patentes D. R. P. No. 93787, mars 1913 — No. 295202, mai 1914 et No. 295203, juin 1914 — de même que le procédé français „Bourgeois“. On a annoncé dernièrement de nombreuses patentes qui indiquent des modalités de l'extraction de l'alcool métylique des gaz d'eau et par synthèse catalytique, dont les frais de production sont bien inférieurs à ceux qu'entraîne la distillation du bois.

Nous tenons à remarquer en passant, que la facilité avec laquelle, le synthol obtenu des gaz d'eau, peut passer en produits similaires à ceux que nous avons obtenus jusqu'ici exclusivement dans l'industrie du pétrole, remet en discussion l'origine anorganique des huiles de terre²⁾.

III. *La méthode de la distillation* appliquée aux lignites dans le but d'obtenir des goudrons primaires riches en essences, huiles et paraffines, est connue sous le nom de carbonisation ou distillation à basses températures. Cette méthode, quoique connue depuis longtemps en Angleterre, n'a été étudiée scientifiquement qu'après 1914 et la première fois par M. Fr. Fischer, le directeur de l'Institut de Mülheim pour l'étude des combustibles. L'opération est caractérisée par un chauffage progressif et uniforme du combustible, jusqu'à la température au-delà de laquelle on n'obtient plus de goudrons primaires; cette température varie selon la nature du combustible entre 380° et 520°C .

1) Fr. Fischer, Die Umwandlung der Kohle in Oele. pag. 269—349.

2) Fr. Fischer, Die Umwandlung der Kohle in Oele pag. 337.

Pour obtenir le rendement maximum dans les goudrons primaires l'opération doit être conduite de manière à ce que les produits de la distillation ne rencontrent pas dans leur chemin jusqu'au condensateur, des températures supérieures à celles auxquelles elles ont pris naissance.

Cette condition est nécessaire, car la masse des goudrons est constituée en somme par les produits dégagés successivement à certaines températures, au delà desquelles ces produits perdent leurs propriétés initiales et peuvent passer à l'état de gaz non condensables. La réalisation de ces conditions est cependant assez difficile en pratique ce qui fait que le rendement industriel des goudrons primaires ne se maintient pas d'une façon constante et ne dépasse pas 80% du rendement théorique établi au laboratoire.

La connaissance du rendement théorique présente ainsi un double intérêt : d'abord, parce qu'elle peut servir à la comparaison des combustibles et ensuite parcequ'elle constitue un critérium dans la comparaison des divers procédés pratiques de distillation.

Avec n'importe lequel des procédés adoptés jusqu'à présent dans l'industrie, la distillation des combustibles à basses températures, mène à la réalisation des quatre produits primaires suivants : eau, gaz, goudrons et un résidu solide le *semi-coke*.

3. Les goudrons pourraient être définis, en lignes générales, comme étant un mélange de divers composés organiques, dans lesquels règnent les hydrocarbures saturés, avoisinant les nonsaturés, phénols et creusols ; les goudrons contiennent aussi en plus petites quantités, des hydrocarbures aromatiques, des bases pyridiques et des composés sulfurés, etc.

On n'est parvenu à identifier jusqu'ici qu'un nombre d'environ 10% du total des composés organiques qui constituent la masse des goudrons¹⁾. Les huiles minérales ne sont, du reste pas mieux connues à ce point de vue.

Le poids spécifique des goudrons primaires (généralement sous¹⁾) ne constitue pas une caractéristique importante, car il varie tant par la nature du lignite que par le contenu des goudrons en paraffines et phénols.

Les goudrons ressemblent beaucoup aux *huiles minérales* et ce qui est remarquable c'est qu'on a établi tant pour ces dernières que pour les goudrons, des propriétés optiquement actives, de même que l'absence des naphthalines.

Soumis aux distillations fractionnées, ces goudrons donnent les produits suivants :²⁾

Essences légères	0.05 ÷ 1,00 %
„ lourdes	2 „ 3,— „
Huile (solar?) lampante	2 „ 3,— „
Huile paraffineuse	20 „ 27,— „
Gaz-Oil	30 „ 35,— „
Paraffines	11 „ 10,— „
Asphalte (Bitume) coke,-pertes	20 „ 25,— „

1) Fr. Fischer, Die Umwandlung der Kohle in Oele, pag. 41.
 2) E. Graefe, Die Braunkohleteerindustrie, pag. 410.

Dans l'étude publiée dans le „Génie civil“ No. 7 février 1927, M. Ch. Berthelot est d'avis qu'on pourrait réaliser en France, par distillations fractionnées les résultats suivants :

Essences	Rendement en kgr. (par tonne)	Valeur par kgr. en Fracs-or	Valeur totale en Fracs-or
Phénols	80	0.375	30
Huile lampantes	150 150	0.125	18.75
Motorines-Fuel-Oil	150	0.250	31.25
Lubrifiants	150	0.125	18.75
Paraffines	100	0.250	25.00
Résidus lourds	60	0.750	45.00
	170	0.100	17.00
Valeur totale			185.00

Le pourcentage en essences et huiles pour moteurs peut cependant être accru par les procédés d'hydrogénation, comme on peut s'en rendre compte du tableau suivant („Braunkohle“ No. 21, août 1923). Les dates se rapportent au procédé „Melamid“ :

Fractions tirées du goudron	Pourcentage du rendement par distillation	Pourcentage du rendement par hydrogénation
Essences (benzines)	6.4%	23.7%
Huile pour moteurs	14.0 „	36.0 „
Huiles diverses	19.7 „	19.7 „
Paraffines	4.1 „	8.4 „
Résidus lourds	46.8 „	12.2 „

4. Le dernier produit primaire de la distillation des lignites, désigné sous le nom de *semicoke*, constitue quantitativement la partie la plus importante des résultats obtenus, 55%, en moyenne de la masse du lignite distillé.

Le *semicoke*, peut trouver les emplois suivants: comme matériel combustible, dans l'état de production ou après briquetage; combustion sous forme de charbon pulvérisé; combustion dans les gazogènes, pour en utiliser les gaz produits, tant pour les moteurs à combustion interne que dans les fourneaux, aux opérations métallurgiques; combustion dans les gazogènes spéciaux, dans le but d'être transformé en hydrocarbures liquides, à l'aide de la méthode synthétique, comme par exemple par le procédé Fischer pour la préparation du synthol, dont il a été question plus haut.

La combustion directe du *semicoke*, s'il n'est pas trop riche en cendres, présente des avantages par rapport à la combustion du lignite brut dont il a été tiré, pour le motif que le *semicoke* étant dépourvu d'humidité et en partie de matières volatiles, le réglage de l'air nécessaire à la combustion complète peut être réalisé plus facilement. Il s'en suit donc une réduction des effets des deux phases caractéristiques de la combustion des matières riches en hydrocarbures: le manque d'air, dans la période du chargement du gril et l'excès d'air dans la partie finale du processus de combustion, qui se traduisent en pratique par la chute du rendement des installations et par le dégagement de fumées noires (par la cheminée).

Le briquetage peut être utile, dans les cas, d'ailleurs fréquents, où le *semicoke* contient beaucoup de poussières; on emploie habituellement comme matière agglomérante, les résidus lourds de la distillation des goudrons primaires. Sous cette forme de briquet, le *semicoke* est, comme le charbon inférieur, d'une commercialisation bien plus aisée.

La combustion sous forme de charbon en poudre est indiquée dans les cas qui réclament l'utilisation sur place de quantités importantes du combustible riche en cendres si toutefois l'énergie produite trouve une utilisation convenable. Le *semicoke* resté de la distillation des lignites, réunit généralement les conditions nécessaires à sa combustion sous forme de charbon en poudre, car il ne contient pas d'humidité, est facile à moudre mais d'un transport difficile sur grandes distances, sans pertes notoires. Que cette forme de combustion répond aux exigences spécifiques des centrales techniques, cela est évident; quoique le séchage et le broyage fin des charbons, fraîchement extraits de la mine présente des difficultés sérieuses et réclame des frais importants, maintes centrales techniques modernes d'Angleterre, de France, d'Allemagne et surtout d'Amérique emploient actuellement le charbon pulvérisé¹⁾.

La première installation de ce genre, dans notre pays, a été faite par la société U. D. R. de Reșița et fonctionne dans des conditions d'économie très satisfaisantes.

La réalisation de l'économie dans la combustion des charbons pulvérisés est due pour la plupart des cas, au fait que ce système permet l'adoption de types perfectionnés de chaudières à grande surface de chauffe, dans lesquelles la vapeur peut être produite à de hautes pressions. Pour évaluer l'intérêt que présente l'utilisation du *semicoke* dans la question de l'industrialisation des lignites par distillation, nous prendrons un exemple approprié aux conditions de chez nous.

Supposons une usine type réduit, capable de distiller 100 tonnes de lignite en 24 heures, en réalisant 30% de *semicoke* riche en cendres et d'une

1) Chaleur et Industrie No. 67 din 1925.
Fr. Münziger, Kohlenstaubfeurungen.
Le Génie Civil, No. 11 Septembre 1924, pag. 230.

force calorifique de 4500—5000 calories par kgr. et que ce *semicoke* doive être brûlé dans une centrale thermoélectrique.

Pour un rendement minimum de 10%, de la centrale (par rapport aux 860 calories théoriques nécessaires à un Kilowatt-heure, la consommation en *semicoke* ne peut dépasser 2 kgr. par K. W. H. et par conséquent, pour un coefficient d'utilisation de la centrale d'environ 0.4 qui correspond à 10 heures de travail par jour, le *semicoke* résulté de la distillation des 10 wagons de lignite serait suffisant pour que la centrale travaillât avec 2500 K. W. Au cas où l'utilisation serait intégrale 100%, le *semicoke* est suffisant pour 1000 K. W.

Il faut remarquer que de pareilles centrales pourraient fonctionner en liaison avec les centrales hydroélectriques, comme centrales auxiliaires et que partant, la distillation des lignites pourrait très bien être encadrée dans l'étude des problèmes d'intérêt général, relativement à l'aménagement et à l'utilisation des sources d'énergie.

Un autre genre d'utilisation du *semicoke* est sa combustion dans des gazogènes, préconisée, au besoin, avec tout autre combustible solide.

L'adoption de ce mode d'emploi n'est subordonnée en pratique, qu'aux conditions dans lesquelles se trouvent — ou que peut créer d'emblée — l'usine productrice de *semicoke*, par rapport aux possibilités d'emploi à bon rendement, des gaz, car les gaz de gazogène ont aujourd'hui des emplois courants, tant pour les moteurs à combustion interne que pour les fours métallurgiques.

Avec le procédé „Fischer“ ou avec d'autres procédés du même genre, dérivés de la méthode catalytique, le *semicoke* pourrait encore être brûlé dans des gazogènes, pour atteindre la transformation des gaz produits en hydrocarbures liquides, *en réalisant ainsi, parallèlement aux méthodes connues du traitement des goudrons, une transformation presque intégrale des lignites en combustibles liquides.*

* * *

En admettant que dans l'état actuel, la mise en valeur des produits de la distillation des lignites bénéficie d'assez de moyens techniques, il nous reste à examiner encore deux points importants pour le problème de l'industrialisation de nos lignites par distillation :

1. La rendement des opérations
2. La caractéristique des gisements de lignites, sous le rapport des possibilités d'emploi.

Relativement au rendement — comme facteur de premier ordre dans la vie des entreprises industrielles. — il faut tout d'abord remarquer que les méthodes courantes d'appréciation réclament une connaissance au moins en lignes générales de la situation qu'auraient, dans un certain laps de temps les usines productrices de combustibles liquides extraits des lignites, par rapport

aux autres entreprises qui vivent du même domène de l'exploitation des sources d'énergie, c'est-à-dire par rapport aux industries du pétrole, du gaz méthan et du charbon.

Reste donc à savoir d'abord si notre économie nationale trouve son compte et en quelle mesure, dans la création d'une source de produits pareils à ceux qu'elle peut tirer uniquement de l'industrie du pétrole. Il faudrait établir en suite, les modalités de la mise d'accord des divers intérêts privés avec les intérêts de l'État, en tenant compte toutefois, de la situation des pays avisés à l'utilisation de nos combustibles liquides, car l'importance du pétrole est en grande partie fondée précisément sur les besoins des états industriels.

En supposant que les enquêtes indiqueraient l'adoption d'une politique économique dans la consommation des combustibles nobles, le pétrole et la houille, on pourrait aisément avoir recours à l'utilisation la plus large des lignites et des chutes d'eau, en réservant le pétrole et la houille exclusivement aux nécessités d'ordre spécial, conformément à un programme dans le sens adopté par exemple, aux Etats-Unis.

Une étude sur nos lignites au point de vue de leur industrialisation par distillation, présente, donc, plusieurs côtés intéressants.

Nous nous sommes proposé d'examiner dans cet ouvrage, un seul d'entr' eux, à savoir : celui par lequel se définissent les éléments caractéristiques de nos gisements de lignite, sous le rapport des produits pouvant être libérés par distillation.



Les moyens d'investigation.

Les éléments qui caractérisent chaque échantillon de lignite ont été établis par : l'analyse immédiate, la force calorifique et le rendement théorique en goudrons primaires.

L'analyse immédiate a été exécutée conformément aux procédés courants de laboratoire. La force calorifique a été déterminée avec le calorimètre Berthelot-Mahler, sans sécher les échantillons avant leur combustion dans la bombe : les résultats que nous communiquons, représentent la force calorifique supérieure. En ce qui concerne le rendement théorique maximum pour les goudrons primaires, nous avons les remarques suivantes à faire :

En Allemagne, on détermine le rendement théorique des goudrons primaires d'après la méthode Fischer, en distillant le combustible dans une cornue en aluminium, par chauffage progressif jusqu'à 500° ou 600°.

Les gaz et les vapeurs sortent de la cornue par un tube latéral penché et passent dans le récipient de condensation, d'où les parties incondensables peuvent s'écouler dans l'atmosphère. Après la fin de l'opération qui dure quelques heures, on procède au pesage des condensés, en établissant séparément le pourcentage d'eau et de goudrons du combustible. En suivant la cornue, après refroidissement, on pèse de même le *semicoke* résulté ; la différence, par rapport au poids initial du combustible, est formée par la somme des trois autres produits : eau, goudrons et gaz.

On a objecté en France, que cette méthode ne permettait pas de savoir au juste si le rendement obtenu est réellement le rendement théorique maximum en goudrons primaires et l'on a fait des recherches avec d'autres appareils¹⁾.

Le trait caractéristique de la méthode française est dans le fait que les appareils sont chauffés électriquement et les dégagements des matières volatiles se font par le centre.

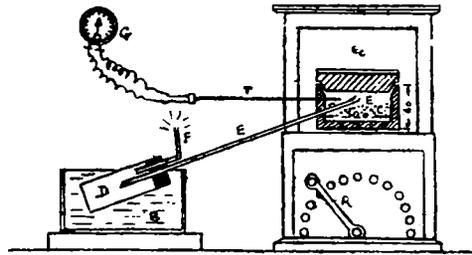
Le chauffage électrique a été ultérieurement adopté aussi en Allemagne à la cornue Fischer et dans l'appareil Nobling-Hentze.

Par le chauffage électrique, nous avons, en effet la possibilité du réglage des températures à discrétion, mais cela n'est pas suffisant, car la difficulté principale réside dans la particularité des combustibles d'être mauvais conducteurs de chaleur et il faudrait donc pouvoir éviter d'opérer avec des couches épaisses et de hautes cornues verticales.

1) Méthodes d'étude du lignite, — E. Damoure et M. Lafargue *Chemie-Industrei* — No. spécial 1923. Ch. Berthelot, — Extraction du goudron, — *Le Génie Civil* 1924. pag. 210.

Dans les hautes cornues, même si le dégagement des matières volatiles se fait centralement, les vapeurs ont trop de contact avec les parois métalliques chauffées à des températures supérieures à celles auxquelles elles ont pris naissance et elles se pyrogènent. Le contact étant favorisé par la tendance qu'ont les gaz de se diriger vers les parois chaudes de l'appareil, la réduction de la hauteur de la cornue devient ainsi une condition nécessaire.

Pour ces motifs, nous avons adopté au début, le dispositif à chauffage électrique (figure ci-contre) construit dans l'atelier de l'École Polytechnique de Timișoara, d'après nos indications.



La cornue (c) est en acier durci, à surfaces intérieures bien lisses. Le couvercle à fermeture conique est recouvert de plaques d'azbest, afin de réduire l'action de la chaleur rayonnée par le four sur la paroi supérieure, vers laquelle se dirigent les vapeurs dégagées du combustible.

De cette manière, les vapeurs ne rencontrent pas, avant de pénétrer dans le tube central d'évacuation (E) des températures supérieures à celles auxquelles elles sont formées, ou, en tout cas, les vapeurs trouvent moins de circonstances favorables à la pyrogénéation que dans les appareils hauts. Par la décroissance de la température le long du tube d'évacuation (E) les vapeurs se condensent graduellement et les goudrons tombent goutte à goutte dans le récipient collecteur (D) disposé dans un bain froid (B) et les gaz non-condensés peuvent s'échapper dans l'air par le tube (F).

Le thermoélément (T) mis en liaison avec le galvanomètre (G) indique les variations de température dans le four électrique : Ec. Par la manipulation du rhéostat (R) nous pouvons obtenir que les variations de température restent liées à la durée de temps nécessaire à l'extraction des goudrons, de sorte que, en opérant avec des récipients de condensations diverses dont les pesanteurs sont connues, nous pouvons facilement établir le rendement en goudrons primaires, à des intervalles de temps différents.

Pour plus de sûreté, nous avons exécuté en suite, des distillations comparatives, d'échantillons identiques et dans des conditions de travail semblables, dans l'appareil Fischer à chauffage électrique, modèle „Haereus“ sans avoir eu à enregistrer des différences notables dans les résultats obtenus.

En passant aux distillations à injection de vapeurs surchauffées, nous avons constaté, au contraire, que les résultats obtenus avec cette méthode,

dans la cornue Fischer chauffée à l'électricité, étaient en tout cas supérieurs. Nous avons enregistré des différences de 0,3% à 0,7% en plus, par rapport aux résultats obtenus dans les distillations sèches.

En partant de ces constatations, nous avons admis comme rendement théorique maximum en goudrons primaires (on y rapporterait les résultats des opérations industrielles) le rendement obtenu par distillations dans l'appareil Fischer, chauffé à l'électricité et pourvu d'un dispositif pour l'injection des vapeurs surchauffées. La composition des goudrons et les caractéristiques des huiles brutes, ont été établies de la manière suivante :

Nous avons d'abord distillé séparément dans des cornues verticales de fer, chauffées extérieurement au gaz et pourvues d'un tube central pour le dégagement des vapeurs, — environ 5—6 kgr. de chaque échantillon de lignite, car on nécessite évidemment dans ces opérations, des quantités de goudrons supérieures à celles qu'on peut utiliser dans les cornues destinées exclusivement au fixage du rendement théorique dans les goudrons primaires. La densité des goudrons ainsi obtenus, a été déterminée à la température de 50°C, avec des aéromètres, et leur force calorifique dans le calorimètre Berthelot-Mahler.

La distillation de ces goudrons a été faite dans des cornues de verre, pourvues de thermomètres, conformément aux règles en vigueur (Prof. Dr. Graefe — Laboratoriumsbuch). La première fraction, constituant le total des huiles brutes, distille jusqu'à une température voisine de 300°C et nous avons pris comme limite, le moment où une goutte du distillé se solidifie sur la glace, en notant la température correspondante ; la seconde fraction recueillie séparément constitue la masse paraffineuse ou la paraffine brute ; les restes contenus dans la cornue constituent le groupe de l'asphalte et du coke.

Le pourcentage de paraffine de la masse paraffineuse a été établi par la méthode Holdes en opérant sur une quantité de 5 gr. dissoute dans de l'alcool pur et de l'éther, en parties égales. Après refroidissement à — 20°, la paraffine est filtrée à travers un entonnoir double de porcelaine.

Pour la caractérisation des huiles brutes, nous avons utilisé l'appareil et la méthode Engler, en recueillant trois fractions : essences, huiles et huiles lourdes, avec les spécifications du tableau No. III.

Le point d'inflamabilité a été déterminé avec l'appareil Marcuson, et la viscosité, avec l'appareil Engler.

À la fin du chapitre suivant, qui contient les résultats de ces recherches, faites dans le laboratoire de Physique industrielle de l'École Polytechnique de Timișoara, nous avons ajouté quelques dates et informations intéressantes sur les résultats moyens obtenus jusqu'en 1926, dans la fabrique de coke de Lupeni. Ceci, pour faciliter par comparaison, les conclusions, ayant trait à l'opportunité de l'utilisation de la méthode de distillation à basses températures, que nous avons examinée dans cet ouvrage, ou bien la méthode de la distillation à hautes températures, préconisée à Lupeni.

Tableau

No. courant	Dénomination des échantillons	Analyse	
		Humidité %	Matières volatiles %
1	Lignite „Sinersig“ District Timiș-Torontal	45,22	21,55
2	„ „ „Cârpa“ „ „ „ „	19,06	24,28
3	„ „ „Izvorul Aneștilor“ District Mehedinți	23,51	31,83
4	„ „ „Rovinari“ District Gorj	30,21	33,25
5	„ „ „Schitul-Golești“ Mine Poenari, District Muscel	23,10	36,32
6	„ „ „Sotânga-Doicești“ District Dâmbovița	28,10	35,83
7	„ „ „Ojasca“ District Buzău	20,81	37,52
8	Charbon brun „Dârmănești“ District Bacău	12,10	36,15
9	„ „ „Surduc“ District Salajul	9,28	37,52
10	„ „ „Tihău“ District Salajul	10,85	10,85
11	„ „ „Țebea-Brad“ District Hunedoara	20,64	33,86
12	„ „ „Petroșani-Vulcan“ M. C. couche 1.	2,76	37,74
13	„ „ „ „ „ „ „ 2.	2,65	38,55
14	„ „ „Petroșani“ Mine Est couche 3.	4,12	35,38
15	„ „ „ „ Ouest 4.	5,64	38,16
16	„ „ „ „ „ 5.	3,86	36,14
17	„ „ „ „ „ 6.	6,20	33,10
18	„ „ „ „ Est 7.	5,34	37,66
19	„ „ „ „ „ 8.	3,81	38,19
20	„ „ „ „ „ 9.	3,34	44,16
21	„ „ „ „ Petrita couche 10.	4,10	35,40
22	„ „ „ „ „ 11.	4,64	35,66
23	„ „ „ „ „ 12.	5,14	35,86
24	„ „ „ „ Ouest „ 13.	5,72	35,28
25	„ „ „ „ Est „ 14.	4,84	32,66
26	„ „ „ „ Ouest „ 15.	5,10	31,90
27	„ „ „ „ „ 17.	3,15	34,35
28	„ „ „ „ „ 18.	4,10	37,70
29	„ „ „ „ Mélange de l'inst. nettoyage	3,20	37,30
30	„ „ „Lonea“ couche 3.	5,30	40,20
31	„ „ „ „ 4.	5,14	34,36
32	„ „ „ „ 5.	4,82	40,98
33	„ „ „Lupeni“ „ principal 0.	3,21	36,79
34	„ „ „ „ 1.	2,56	37,74
35	„ „ „ „ 2.	2,32	38,18
36	„ „ „ „ 3.	1,83	42,60
37	„ „ „ „ 5.	2,10	36,92
38	„ „ „ „ 7.	1,82	36,15
39	„ „ „ „ mélange au lavage mécanique	3,81	38,26

No. I.

immédiate		Résultats de la distillation							Semicoke		No.
Coke %	Cendres %	Charbon fixe %	Force calorifique du lignite	Goudron %	Eau %	Semicoke %	Gaz %	Cendres %	Force calorifique		
33,23	9,92	23,31	3615	4,20	51,35	34,43	10,02	28,81	5695	1	
56,66	36,43	20,24	2301	3,00	26,32	57,33	13,15	62,32	2986	2	
44,66	20,31	24,35	2751	3,85	41,20	45,92	9,03	44,23	4295	3	
36,54	10,23	26, 31	3265	3,10	40,25	38,52	18,13	26,74	5963	4	
40,58	10,15	30,43	4326	5,20	36,12	43,35	15,33	23,59	6228	5	
36,07	8,52	17,55	4015	5,10	39,62	40,36	15,02	21,16	6119	6	
41,67	13,02	28,65	3.27	4,82	31,56	46,20	17,42	28,18	5844	7	
51,75	11,70	40,05	5231	4,95	22,63	54,21	18,21	21,59	6382	8	
53,20	10,50	42,50	5623	5,90	19,45	57,30	17,35	18,32	6642	9	
54,90	12,02	42,88	5130	4,36	19,28	58,70	17,66	20,47	6471	10	
45,50	7,56	37,94	4605	3,85	32,21	49,30	14,64	15,34	6891	11	
59,50	9,80	49,70	6521	11,80	10,28	62,84	15,07	15,69	6871	12	
58,80	20,33	38,46	5302	13,10	9,85	62,23	14,82	32,68	5480	13	
60,50	15,60	44,90	5981	10,50	11,85	63,32	14,33	24,63	6135	14	
56,20	9,18	47,02	6108	8,53	14,12	60,80	16,55	15,45	6882	15	
59,00	16,50	42,50	5828	10,48	9,65	62,06	17,81	26,61	5974	16	
60,70	15,94	44,76	5723	8,10	13,15	63,21	15,54	25,21	6088	17	
57,00	6,30	50,70	6523	8,50	12,28	60,42	18,80	10,43	7291	18	
58,00	17,18	40,82	5596	10,45	11,23	61,87	16,45	27,76	5880	19	
52,50	25,20	27,30	5182	19,75	10,23	53,88	16,14	46,77	4333	20	
60,50	12,24	48,26	6105	10,15	10,80	62,27	16,78	19,66	6540	21	
59,70	13,56	46,14	5893	9,35	12,15	62,18	16,32	21,80	6365	22	
59,80	9,84	49,16	6302	7,50	13,11	60,90	18,49	20,34	7977	23	
59,00	6,80	52,20	6582	7,15	14,23	61,50	17,12	11,06	7240	24	
62,50	16,86	45,64	5390	8,54	11,82	64,45	15,19	26,16	6010	25	
63,00	15,72	47,28	5573	7,10	10,55	64,38	17,97	24,41	6153	26	
62,50	20,92	41,58	5320	8,50	10,15	64,20	17,15	32,58	5488	27	
58,20	7,42	50,78	6495	12,10	10,25	60,38	17,27	12,39	7131	28	
59,50	20,32	39,18	5318	9,32	10,01	61,53	19,14	35,57	5406	29	
54,50	13,24	41,28	6021	9,50	14,32	56,68	19,50	23,33	6241	30	
60,50	17,10	43,40	5630	7,15,	12,82	62,68	16,35	27,28	5919	31	
54,20	10,76	43,44	6301	12,51	10,39	58,85	18,25	18,92	6600	32	
60,50	6,30	53,70	7185	13,20	9,52	62,15	15,13	10,14	7314	33	
60,00	12,63	47,37	6502	12,85	6,82	62,41	17,92	20,27	6490	34	
59,50	9,70	49,80	6858	12,95	8,12	61,10	17,83	15,88	6845	35	
55,57	5,68	49,89	7760	15,21	6,30	62,84	15,65	10,07	7620	36	
60,98	10,60	50,38	6861	13,15	7,40	63,18	16,27	16,77	6775	37	
62,03	12,37	49,66	6182	11,75	6,90	65,21	16,14	18,96	6597	38	
57,93	7,61	50,31	6963	13,20	8,15	60,58	17,97	12,54	7119	39	

Tableau No. II.

Produits des goudrons	Schitul-Golești	Doicești	Surduc	Petroșani mélange des séparations	Petroșani couché 18	Lupeni mélange
Densité à 50° C	0,935	0,941	0,968	0,964	0,974	0,962
Huiles brutes %	42,10	47,34	46,62	35,67	37,80	44,92
Paraffine brute %	48,20	44,25	44,38	57,33	50,04	46,26
Asphalte coke — pertes %	9,70	8,41	9,00	8,00	12,16	8,82
Paraffine pure en paraffine brute	14,05	13,2	12,35	5,40	5,40	5,93
Paraffine pure en goudrons par %	6,77	5,84	5,48	3,02	2,72	2,74
Point de fusion de la paraffine	53°	47°	49°	48,1	52°	49,2°
Force calorifique des goudrons	9020	9086	9035	9058	9150	9348

Tableau No. III.

Caractéristiques des huiles		Schitul-Golești	Doicești	Surduc	Petroșani	Lupeni
Densité à 24° C		0,930	0,936	0,928	0,936	0,920
Point d'inflammabilité		82° C	85° C	83° C	79° C	76° C
Viscosité		1,320	1,380	1,270	1,360	1,769
Force calorifique		9085	9050	9170	9218	9105
Distillés	de 99° à 150° %	0,65	0,56	1,10	1,65	1,80
	de 150° à 235° %	56,30	57,20	55,19	54,28	53,60
	de 235° à 400° %	40,10	40,50	41,26	42,31	40,25
	coke et pertes %	2,95	1,74	2,45	2,26	3,35

La distillation à hautes températures dans la fabrique de coke de Lupeni.

L'installation de 1926, comprenait 45 fourneaux à régénération, système „Otto“ pour chauffage jusqu'à 1100° C.

Chaque fourneau peut être chargé avec 8,52 tonnes de charbon lavé et peut produire 5,7 tonnes de coke pour chaque combustion, de sorte que pour 22 chargements en 24 heures, l'installation possède une capacité de production de 45771 tonnes annuellement.

Une tonne de charbon produit, en 24 heures, 255,4 mètres cubes de gaz, d'une force calorifique moyenne de 3060 calories par mètre cube.

On recueille de ces gaz, par condensations successives, au total 2509,9‰ tonnes de goudrons par an, c'est-à-dire 4,15‰ du poids du charbon brut utilisé.

La séparation des goudrons d'avec les eaux ammoniacales se fait, en vertu de la différence de densité, dans les récipients de recueillagement même.

On recueille en 24 heures, en moyenne, une quantité de 51 m³ d'eau ammoniacale, d'un contenu de 764 kgr. NH₃, qui sert à la préparation du sulphate d'ammoniaque.

Les gaz épurés de goudrons et de vapeurs d'eau, passent dans la fabrique de sousproduits, où l'on opère l'extraction du benzol, du xylol et de la naphthaline.

A la sortie de la fabrique de sous produits, les gaz ont une force calorifique de 2850 calories par mètre cube et sont utilisés au chauffage des fourneaux de coke et comme matériel de combustion dans les foyers des générateurs de vapeur.

À la suite des inondations du printemps 1926, la fabrique a souffert des pertes considérables et ne travaille plus. Du reste, les produits obtenus, trouveraient très difficilement le débouché nécessaire à la couverture des frais car le produit principal, le coke est impropre aux opérations métallurgiques et le sulphate d'ammoniaque a des utilisations très restreintes dans notre pays.

Les goudrons se vendent eux aussi, difficilement, parceque nous n'avons pas d'industries spécialisées pour leur emploi et l'on préfère à l'étranger le matériel riche en paraffines.

Analyse élémentaire du coke

Carbone	70,65%	77,16%
Hydrogène	0,95 „	0,86 „
Soufre	2,68 „	2,58 „
Azote	1,64 „	1,53 „
Oxigène	1,96 „	1,71 „
Cendres	22,12 „	15,61 „
Force calorifique	5810 calories	6419 calories

Analyse des goudrons.

Densité		1,17
Huiles légères (170° C)		2,5%
Huiles moyennes (230° C)		13,0 „
Huiles lourdes (270° C)		20,0 „
Anthracène (360° C)		53,0 „
Résidus, asphalte, coke		10,0 „
Eau		1,5 „
Force calorifique: 9000 calories		

Le résultat des opérations rapporté au charbon brut.

Coke	44,100%
Goudron	2,680 „
Sulphate d'amoniaque	1,160 „
Benzol	0,710 „
Xylol brut	0,032 „
Naphtaline brute	0,045 „
Gaz, — eau, — pertes	50,273 „

