

ANNEXE III

Note sur le dosage de l'humidité dans les explosifs

par G. NENQUIN,
chimiste, attaché à l'Institut.

Jusqu'à présent, nous avons utilisé pour le dosage de l'humidité dans les explosifs, une méthode consistant à déplacer l'eau y contenue au moyen d'un courant d'air sec.

Cette opération se faisait à l'aide d'un appareil (voir fig. 30) composé de 3 flacons laveurs (I) (II) (III), d'un ballon pyrex à fond plat (IV) de 750 cc de capacité renfermant le creuset (C) avec

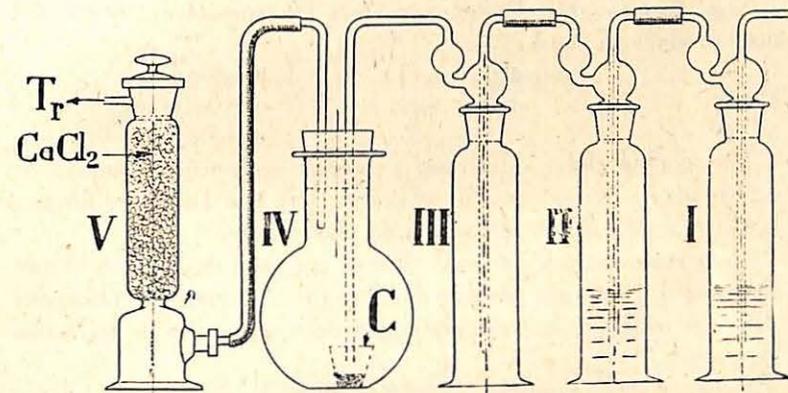


Figure 30

l'échantillon d'explosif et d'un cylindre à dessécher de Frésenius (V) avec du chlorure calcique (CaCl_2), le tout connecté en série et réuni par le tuyau (Tr) à une trompe à eau non représentée sur le croquis.

Les deux premiers flacons laveurs, flacons (I) et (II), contenaient de l'acide sulfurique, tandis que le flacon (III) était vide.

L'air aspiré par la trompe traversait les deux flacons à acide sulfurique à raison de 4 bulles par seconde; puis passait dans le flacon laveur vide où il se débarrassait de l'acide sulfurique entraîné et arrivait parfaitement desséché à 10 ou 15 millimètres au-dessus de l'échantillon (1 gramme d'explosif contenu dans le creuset).

Les dimensions de ce dernier étaient les suivantes: diamètre supérieur 35 mm, hauteur 35 mm et diamètre à la base 17 mm.

Le flacon à chlorure calcique avait pour objet d'éviter un retour de l'air humide sur l'explosif. La circulation de l'air était arrêtée lorsque deux pesées consécutives de l'explosif indiquaient un poids constant, ce qui en général, était obtenu après 8 heures de fonctionnement.

Ce procédé nous avait toujours donné des résultats satisfaisants, même avec des explosifs renfermant de la nitroglycérine quand l'introduction de binitroglycol dans ces mêmes explosifs fit apparaître des discordances qui nous amenèrent à rechercher une nouvelle méthode de titrage.

Les erreurs provenaient du fait que la tension de vapeur du binitroglycol est de loin supérieure à celle de la nitroglycérine; pour cette raison, une fraction de binitroglycol était comptée comme humidité.

Nous croyons utile d'indiquer ci-après les tensions de vapeur des deux produits en cause:

	nitroglycérine (1)	dinitroglycol (2)
à 20°	0,00025 m/m	0,0565 m/m
à 0°	—	0,0072 m/m

La volatilité élevée du second s'opposait également à l'emploi de déshydratants énergiques sous exsiccateur tels que l'acide sulfurique, le chlorure de calcium et l'anhydride phosphorique.

Nous nous sommes demandé alors si, par suite de leur consistance huileuse, il n'était pas possible d'utiliser pour le titrage de l'humidité dans les explosifs, la méthode couramment utilisée pour les huiles et graisses.

Cette méthode consiste à enlever l'eau du produit étudié par distillation d'une dissolution dans un liquide non miscible à l'eau et à recueillir ainsi le condensat dans un récipient gradué qui donne immédiatement, par lecture directe, la quantité d'eau déplacée.

(1) D'après G. Peace (Trans. Chem. Soc. 1916, p. 298).

(2) D'après Rinckenbach.

Pour les huiles et graisses, le liquide généralement utilisé dans ces analyses est le xylol.

A première vue, cette méthode paraissait pouvoir être utilisée sans modification, mais dans le cas des explosifs, la température d'ébullition du dissolvant était forcément limitée par la température de dissociation de la nitroglycérine ou le dinitroglycol.

Nous avons donc adopté comme dissolvant le benzol cristallisable à point d'ébullition de 80-82°.

Nous donnons ci-dessous (fig. 31) le croquis de l'appareil utilisé, ainsi que le mode opératoire.

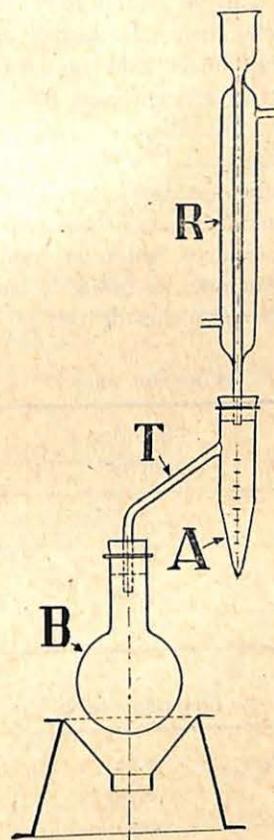


Figure 31

Description de l'appareil

L'appareil comporte un ballon en pyrex (B) à fond rond, chauffé par un bain d'eau. Ce ballon est connecté à un tube (T) prolongé vers le bas par un appendice (A) gradué en dixièmes de cm³. Enfin, l'appareil est complété par un réfrigérant droit (R) d'une longueur minimum de 400 mm.

Mode opératoire

Cas de la dynamite. — Dans le cas de la dynamite à 75 % de nitroglycérine et 25 % de guhr, nous pesons 50 gr environ d'explosif que nous introduisons dans le ballon avec 150 cc de benzol. Le ballon est porté à l'ébullition; le benzol et l'eau entraînés se condensent dans le réfrigérant et tombent dans le tube gradué où se fait la séparation. L'eau se concentre au fond du tube gradué et le benzol en excès retourne au ballon.

L'opération est arrêtée quand le volume d'eau n'augmente plus soit environ après 4 heures de distillation. Avant de faire la lecture, il faut attendre évidemment que le benzol soit complètement clarifié.

Nous donnons ci-après deux séries de résultats obtenus avec un même échantillon de dynamite, les essais de chaque série ayant porté sur un mélange de deux cartouches de 100 gr.

Première série

Poids de la matière mise en œuvre en gr.	Humidité en %	Humidité moyenne en %
30,8565	0,81	—
29,1648	0,77	—
31,2341	0,85	0,79
42,5986	0,76	—

Deuxième série

30,6636	0,81	—
35,5246	0,77	—
31,6178	0,71	0,77
20,1774	0,74	—
31,577	0,80	—

Cas d'une dynamite au binitroglycol. — Pour la préparation de cette dynamite, on a utilisé le mélange de nitroglycérine et de binitroglycol obtenu en soumettant à la nitration un mélange de 70 % de glycérine et de 30 % de glycol.

Nous indiquons ci-après trois séries de résultats obtenus avec le même échantillon, chaque série se rapportant à un mélange de deux cartouches de 100 gr. pour les deux premières séries, de 4 cartouches pour la troisième série.

Première série

Poids de la matière mise en œuvre en gr.	Humidité en %	Humidité moyenne en %	Humidité renseignée par le fabricant en %
29,6816	0,61	—	—
29,897	0,67	0,656	0,79(1)
30,184	0,63	—	—

Deuxième série

29,8852	0,67	—	—
29,966	0,67	0,697	0,79(1)
30,7542	0,71	—	—
29,8242	0,74	—	—

Troisième série

30,7736	0,65	—	—
30,2780	0,66	—	—
30,2516	0,661	—	—
30,6768	0,65	0,661	0,79(1)
30,5474	0,654	—	—
30,2554	0,661	—	—
30,7560	0,65	—	—
26,0698	0,70	—	—

(1) Ce chiffre de 0,79 a été trouvé par le fabricant sur le lot d'un kilog. d'explosif.

Le résultat moyen trouvé sur un lot de 8 cartouches de 100 gr. est donc de :

$$\frac{0,636 + 0,697 + 0,661}{3} = 0,664 \%$$

contre 0,79 % trouvé à l'usine.

Le fabricant utilisait l'exsiccateur, selon lui, 0,79 % représentait non seulement l'humidité, mais aussi la perte inévitable en binitroglycol.

Ces résultats montrent que notre méthode convient pour le dosage de l'humidité dans les dynamites. Les petites différences constatées proviennent du fait qu'il est malaisé d'obtenir un mélange homogène de la masse à cause de son caractère huileux et de la volatilité naturelle, de ses constituants.

Cas des explosifs S.G.P. — Il reste maintenant à examiner si cette méthode peut être utilisée pour les explosifs S.G.P. — En effet, ceux-ci ne sont pas uniquement constitués par des dérivés nitrés, ils renferment également une grande quantité de matière minérale cristalline (85 à 90 %).

Ici, la quantité à utiliser est plus grande (50 gr. environ) et le volume de benzol est porté à 200 cc.

Nous indiquons ci-dessous les résultats obtenus avec quatre méthodes : ébullition avec benzol, exsiccateur à l'anhydride phosphorique (P_2O_5), entraînement par l'air sec et exsiccateur au chlorure calcique ($CaCl_2$).

I. — Sabulite B bis

Poids de matière mise en œuvre en gr.	Humidité en % par la méthode au benzol	Humidité en % trouvée après 24 h. sous exsiccateur au P_2O_5	Humidité en % par entraînement sous courant d'air sec durant 8 h.
50,1656	1,20	1,24	1,18

II. — Triamite

Poids de matière mise en œuvre en gr.	Humidité en % par la méthode au benzol	Humidité en % trouvée après 24 h. sous exsiccateur au P_2O_5
49,4726	0,15	0,16

III. — Alkalite II

Poids de matière mise en œuvre en gr.	Humidité en % par la méthode au benzol	Humidité en % par entraînement d'air sec durant 8 h.
48,9544	0,20	0,18

IV. — Alkalite II

Poids de matière mise en œuvre en gr.	Humidité en % par la méthode au benzol	Humidité en % après 24 h. sous exsiccateur au $CaCl_2$	Humidité en % trouvée par entraînement sous courant d'air sec (8 h.)
103,8676	0,20	0,26	—
52,6556	0,14	0,15	0,14
50,840	0,12	0,14	0,16
55,8794	0,12	0,16	0,12

V. — Amatol

Poids de matière mise en œuvre en gr.	Humidité en % par la méthode au benzol	Humidité en % après 24 h. sous exsiccateur au $CaCl_2$	Humidité en % trouvée par entraînement sous courant d'air sec (8 h.)
57,1176	0,15	0,20	0,14

VI. — Sabulite oo

Poids de matière mise en œuvre en gr.	Humidité en % par la méthode au benzol	Humidité en % après 24 h. sous exsiccateur au $CaCl_2$	Humidité en % trouvée par entraînement sous courant d'air sec (8 h.)
55,5314	0,37	0,56	0,56

Nous ferons remarquer que tous les explosifs S.G.P. ci-dessus renferment comme dérivés nitrés du trinitrotoluol et non de la nitroglycérine et du dinitroglycol.

VII. — Explosif S.G.P. à base de nitroglycérine et de dinitroglycol
Flammivore V bis.

Poids de matière mise en œuvre en gr.	Humidité en % par la méthode au benzol	Humidité en % renseignée par le fabricant (dosage sous exsiccateur)
49.4236	0,657	} 0,655 0,60
46.4991	0,645	
49.499	0,656	
52.0676	0,672	
50.2236	0,647	
49.8368	0,652	

Remarques au sujet du dosage de l'humidité dans les explosifs S.G.P. :

1° — La durée de distillation doit être portée à 8 heures ;

2° — Après les quatre premières heures de distillation, il faut agiter au moyen d'une baguette de verre la masse cristalline qui se trouve au fond du ballon avant de continuer le dosage.

Il semble que la méthode par entraînement à l'intervention du benzol est celle convenant le mieux pour le dosage de l'humidité dans les explosifs renfermant de la nitroglycérine et du dinitroglycol.

Pour les explosifs ne renfermant aucun de ces produits, les résultats obtenus par la méthode au benzol sont identiques à ceux trouvés par l'air sec, selon la méthode décrite au début de cette note. Or, le temps que dure le dosage de l'humidité étant le même dans les deux cas, on peut indifféremment utiliser l'une ou l'autre méthode.

Institut National des Mines
Frameries-Pâturages

RAPPORT SUR LES TRAVAUX DE 1946

ANNEXE IV

LISTE

DES

APPAREILS ELECTRIQUES

ET DIVERS

agréés en 1946

sur proposition de l'Institut National des Mines.