

Conditions d'utilisation des contenus du Conservatoire numérique

1- [Le Conservatoire numérique](#) communément appelé [le Cnum](#) constitue une base de données, produite par le Conservatoire national des arts et métiers et protégée au sens des articles L341-1 et suivants du code de la propriété intellectuelle. La conception graphique du présent site a été réalisée par Eclydre (www.eclydre.fr).

2- Les contenus accessibles sur le site du Cnum sont majoritairement des reproductions numériques d'œuvres tombées dans le domaine public, provenant des collections patrimoniales imprimées du Cnam.

Leur réutilisation s'inscrit dans le cadre de la loi n° 78-753 du 17 juillet 1978 :

- la réutilisation non commerciale de ces contenus est libre et gratuite dans le respect de la législation en vigueur ; la mention de source doit être maintenue ([Cnum - Conservatoire numérique des Arts et Métiers - http://cnum.cnam.fr](#))
- la réutilisation commerciale de ces contenus doit faire l'objet d'une licence. Est entendue par réutilisation commerciale la revente de contenus sous forme de produits élaborés ou de fourniture de service.

3- Certains documents sont soumis à un régime de réutilisation particulier :

- les reproductions de documents protégés par le droit d'auteur, uniquement consultables dans l'enceinte de la bibliothèque centrale du Cnam. Ces reproductions ne peuvent être réutilisées, sauf dans le cadre de la copie privée, sans l'autorisation préalable du titulaire des droits.

4- Pour obtenir la reproduction numérique d'un document du Cnum en haute définition, contacter [cnum\(at\)cnam.fr](mailto:cnum(at)cnam.fr)

5- L'utilisateur s'engage à respecter les présentes conditions d'utilisation ainsi que la législation en vigueur. En cas de non respect de ces dispositions, il est notamment passible d'une amende prévue par la loi du 17 juillet 1978.

6- Les présentes conditions d'utilisation des contenus du Cnum sont régies par la loi française. En cas de réutilisation prévue dans un autre pays, il appartient à chaque utilisateur de vérifier la conformité de son projet avec le droit de ce pays.

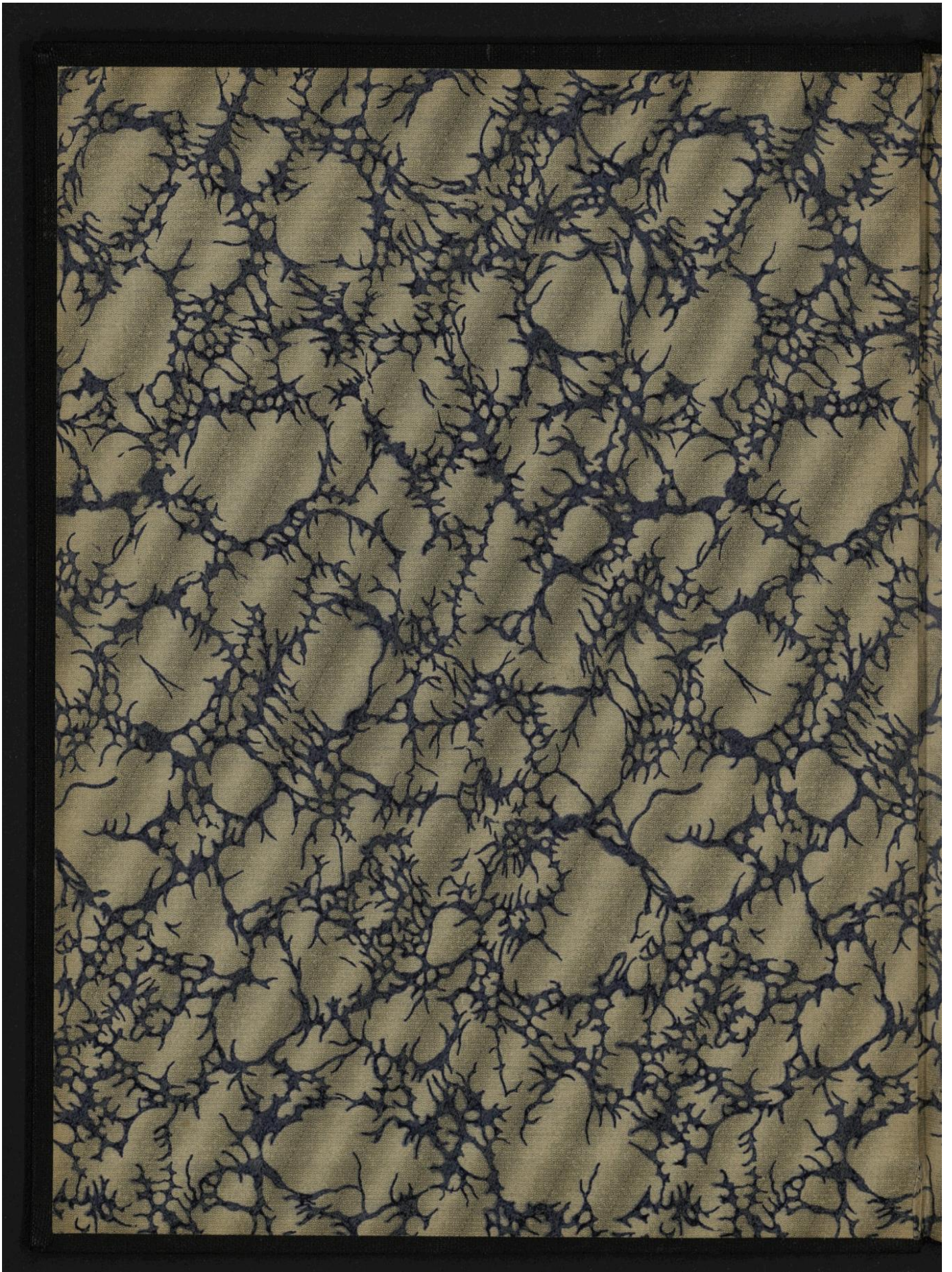
NOTICE BIBLIOGRAPHIQUE

Auteur(s)	Dalsace, Gobert (1824-1908)
Titre	Notes sur l'aniline
Adresse	[s.l.] : [s.n.], [1865?]
Collation	1 vol. (20 f.) : portr. ; 23 cm
Nombre de vues	48
Cote	CNAM-BIB Ms 177
Sujet(s)	Dalsace, Gobert (1824-1908) Aniline - Expériences Nitrobenzène - Expériences Teinture
Thématique(s)	Matériaux
Typologie	Manuscrit
Langue	Français
Date de mise en ligne	10/06/2022
Date de génération du PDF	10/06/2022
Permalien	http://cnum.cnam.fr/redir?MS177

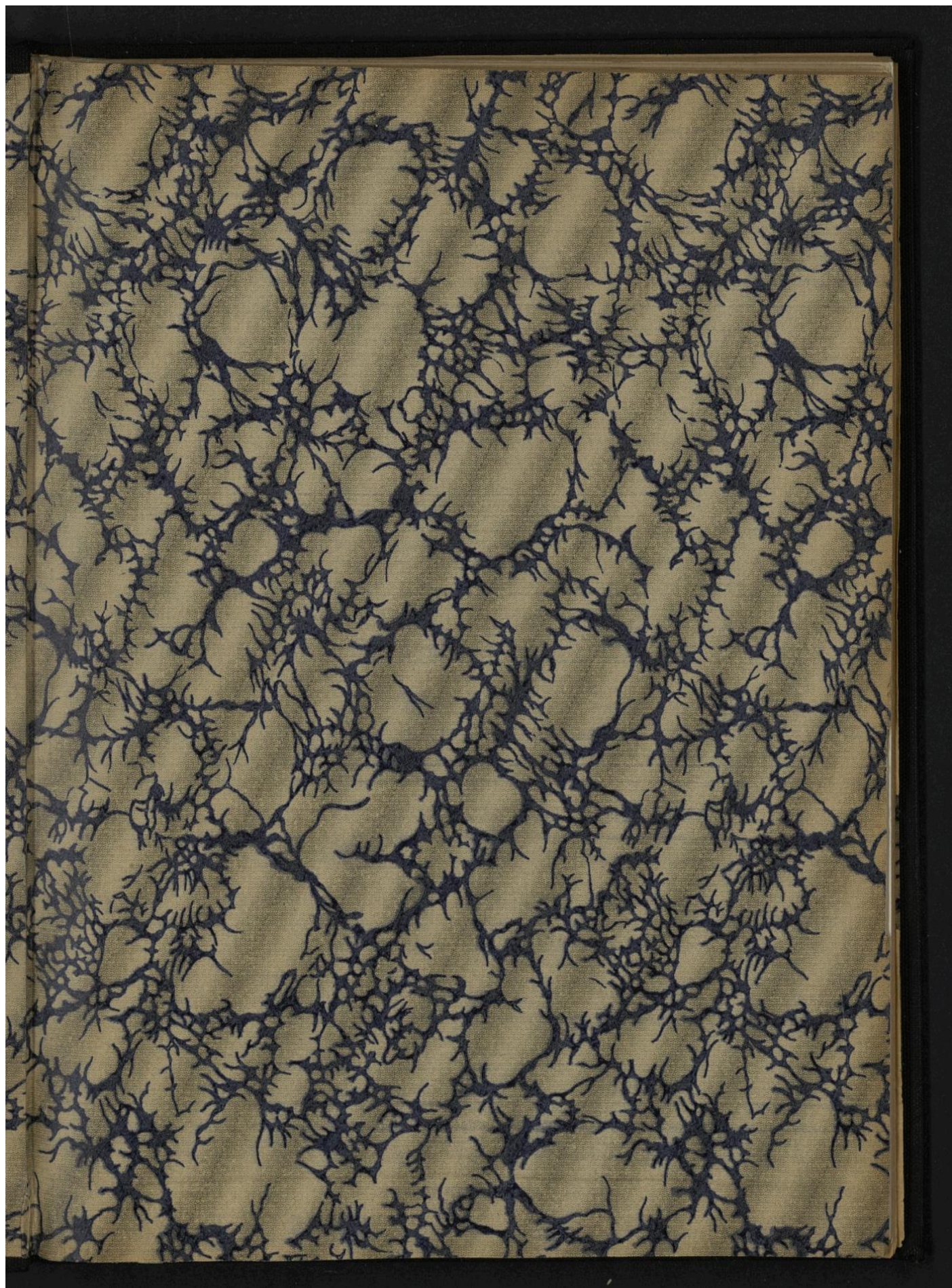
GOBERT DALSA

NOTES

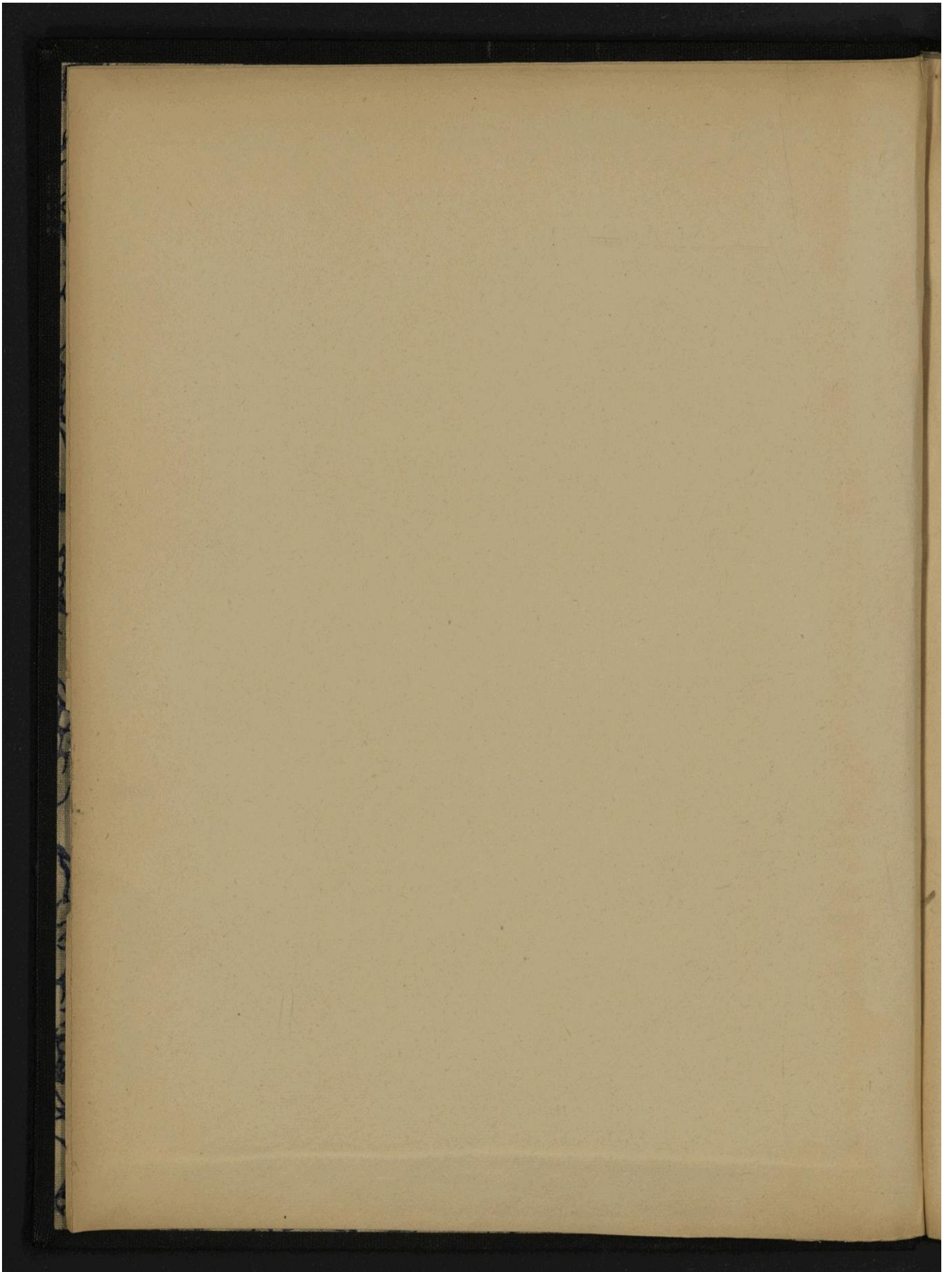
SUR L'ANILINE



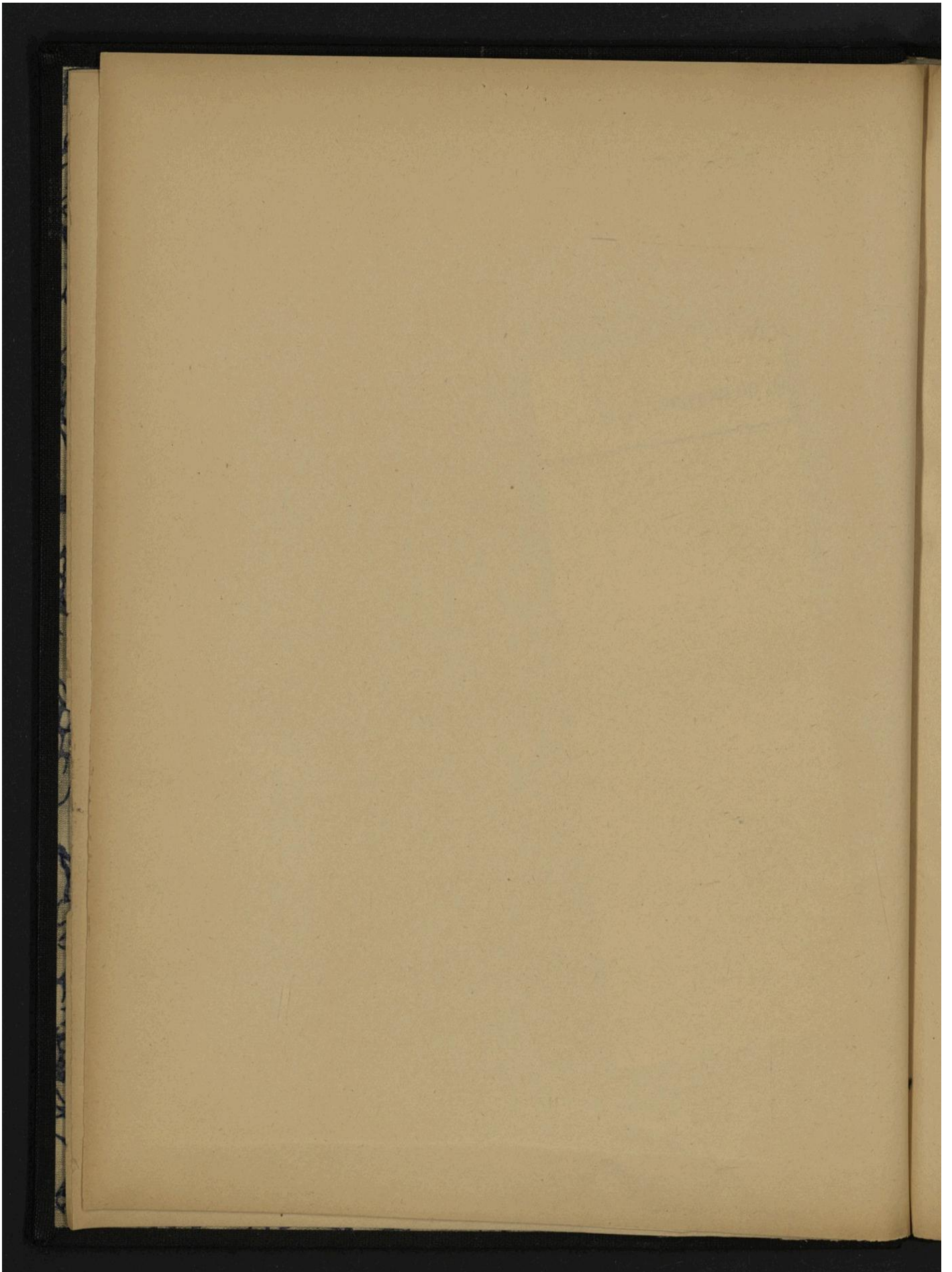
Droits réservés au [Cnam](#) et à ses partenaires

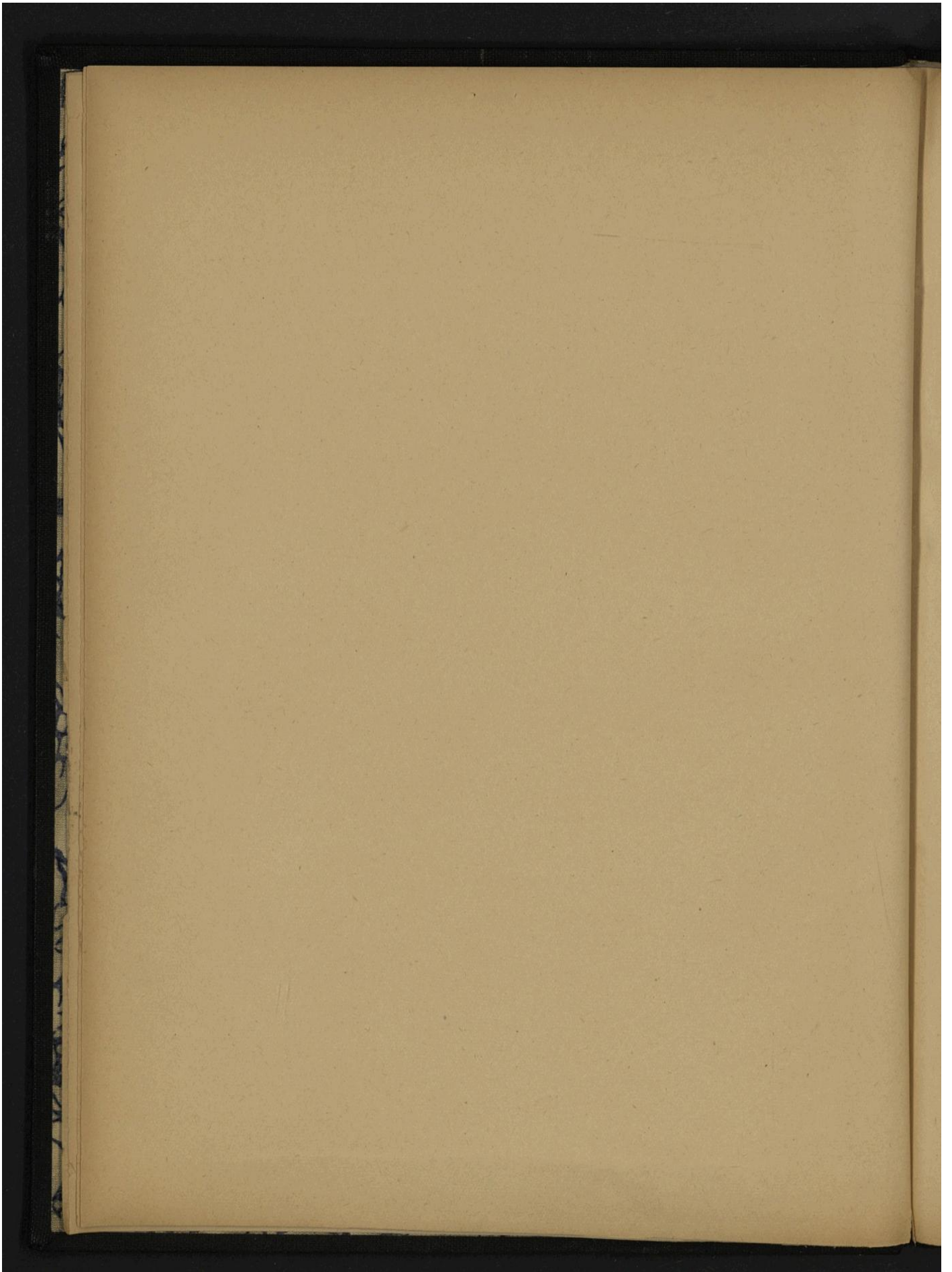


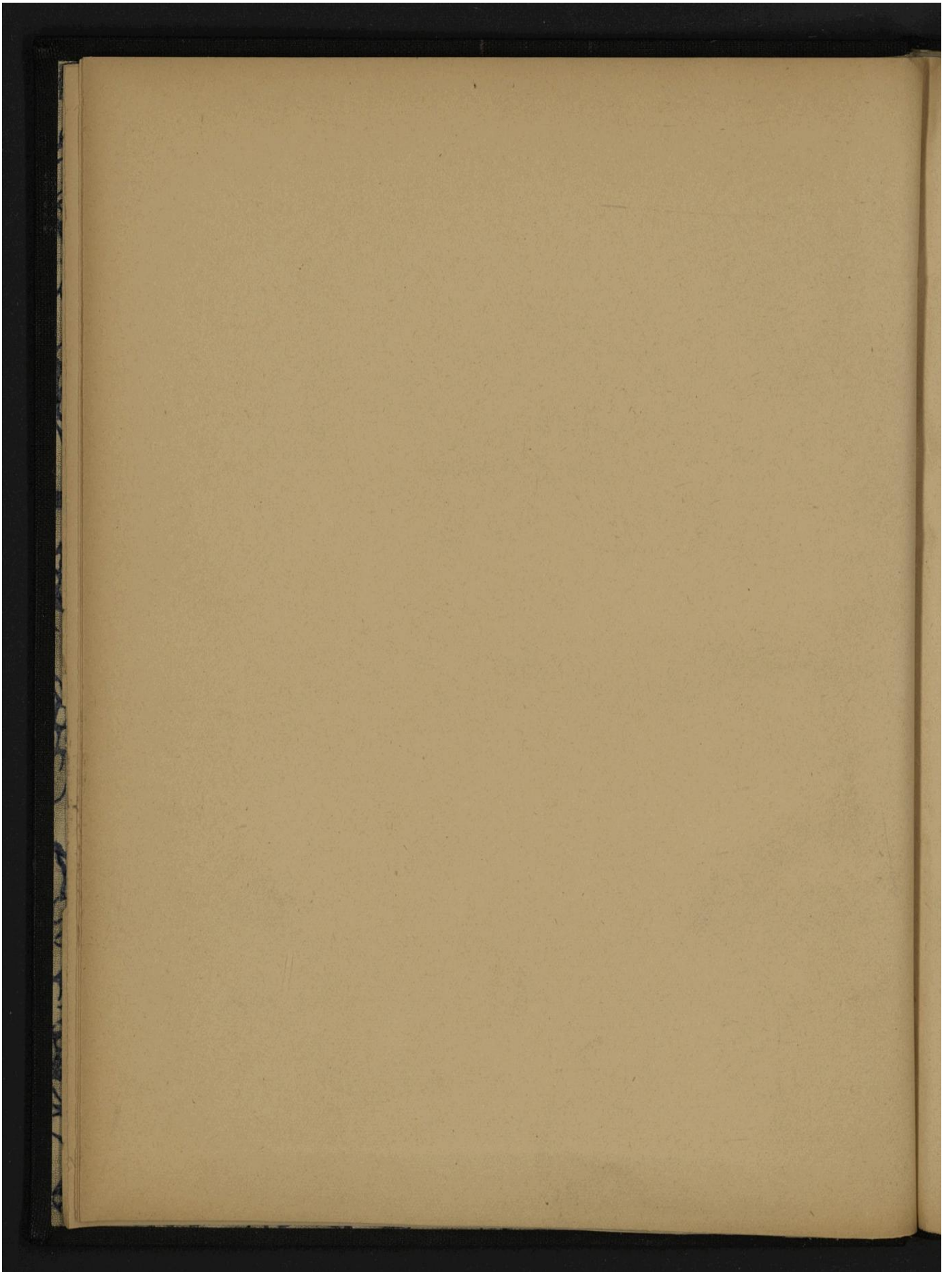
Droits réservés au [Cnam](#) et à ses partenaires

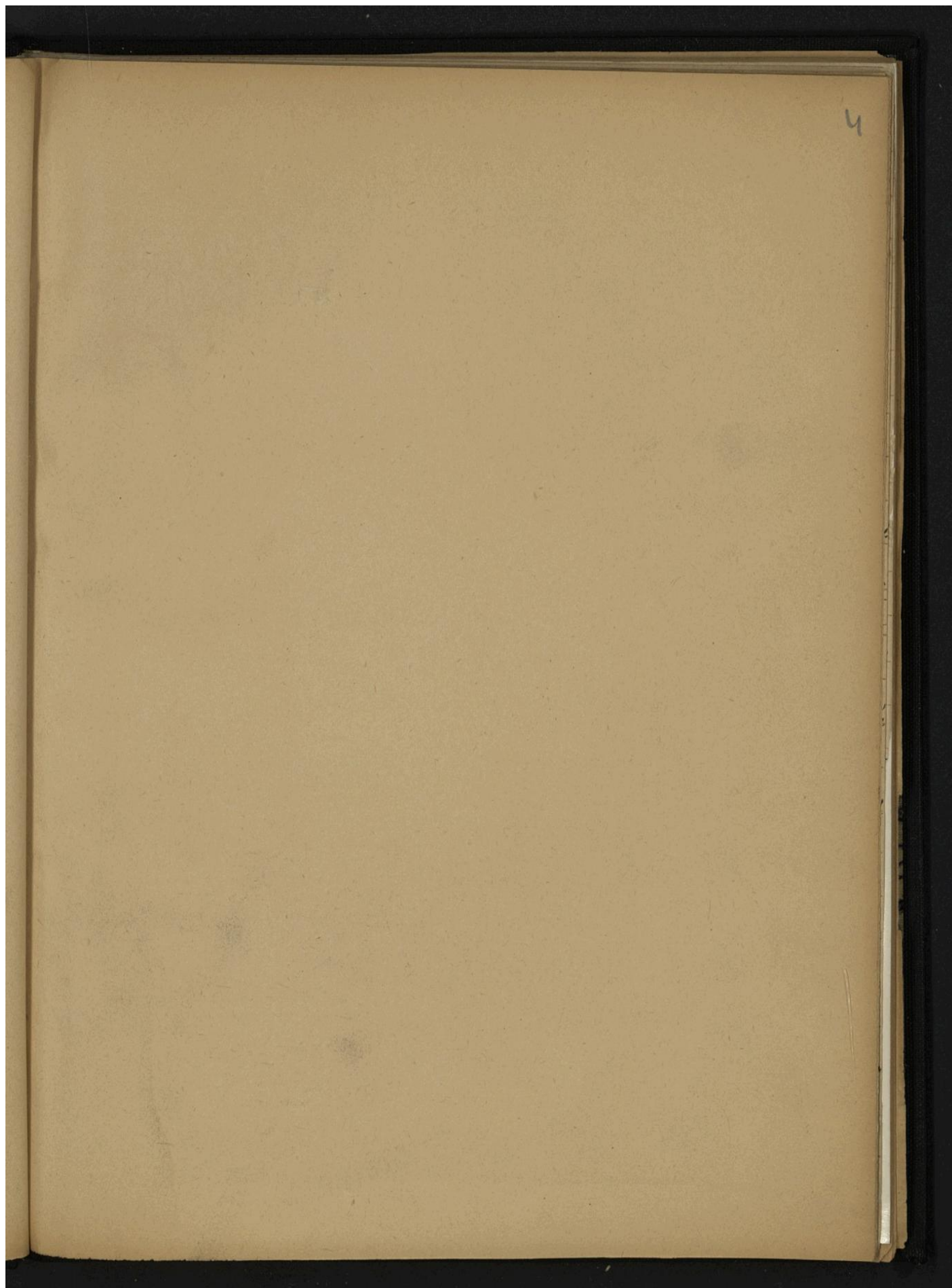


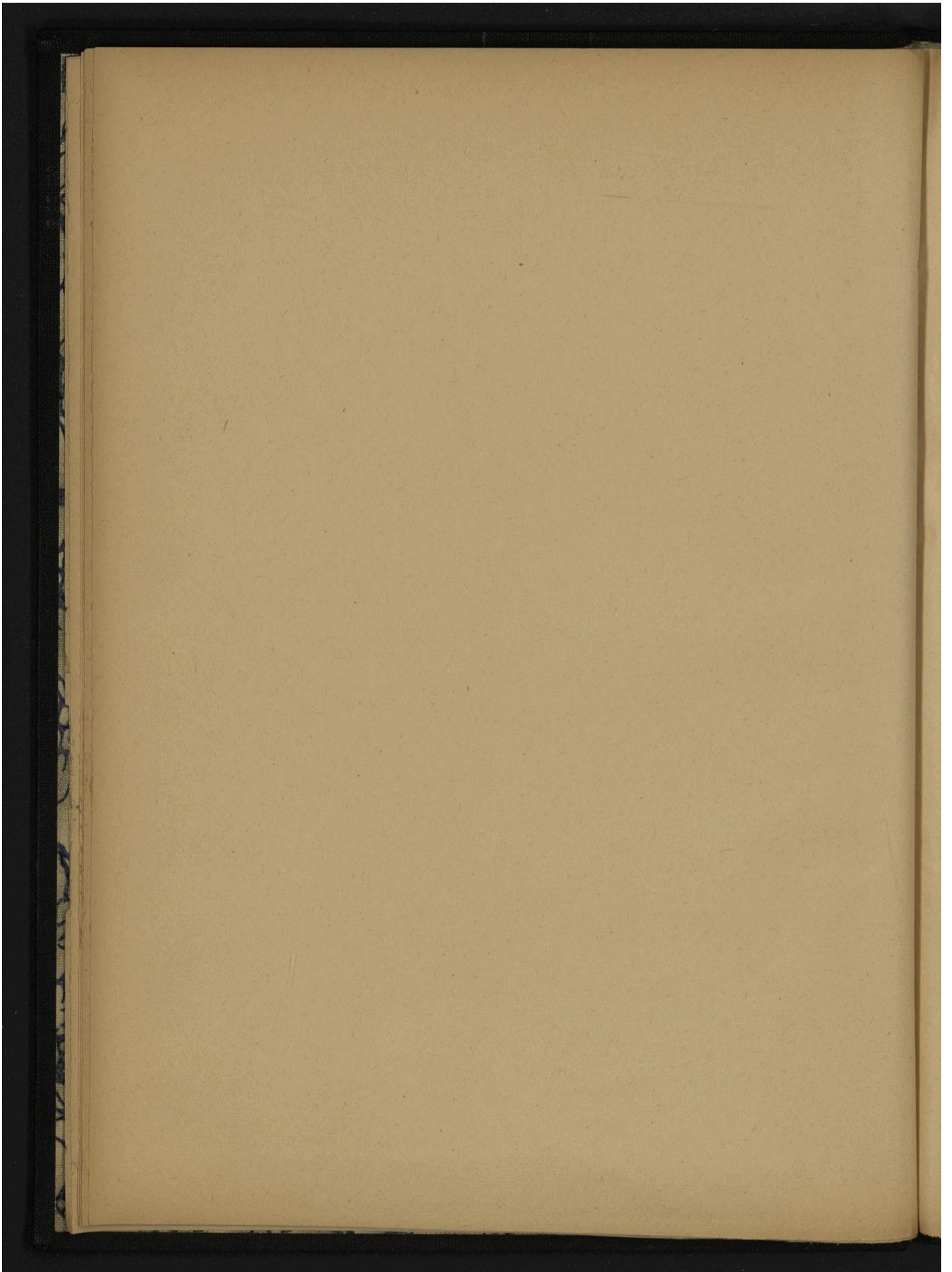
MS 177 1

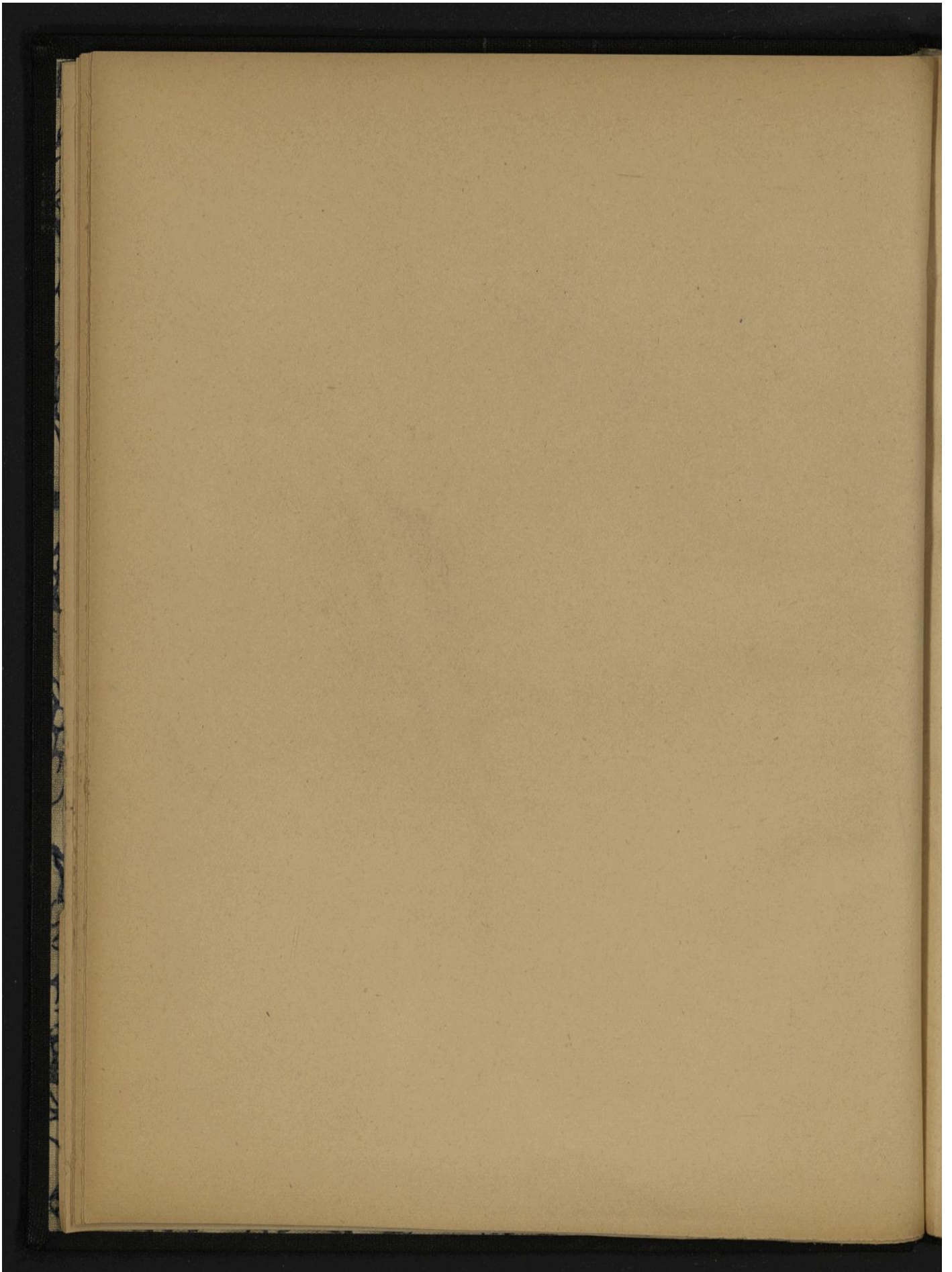




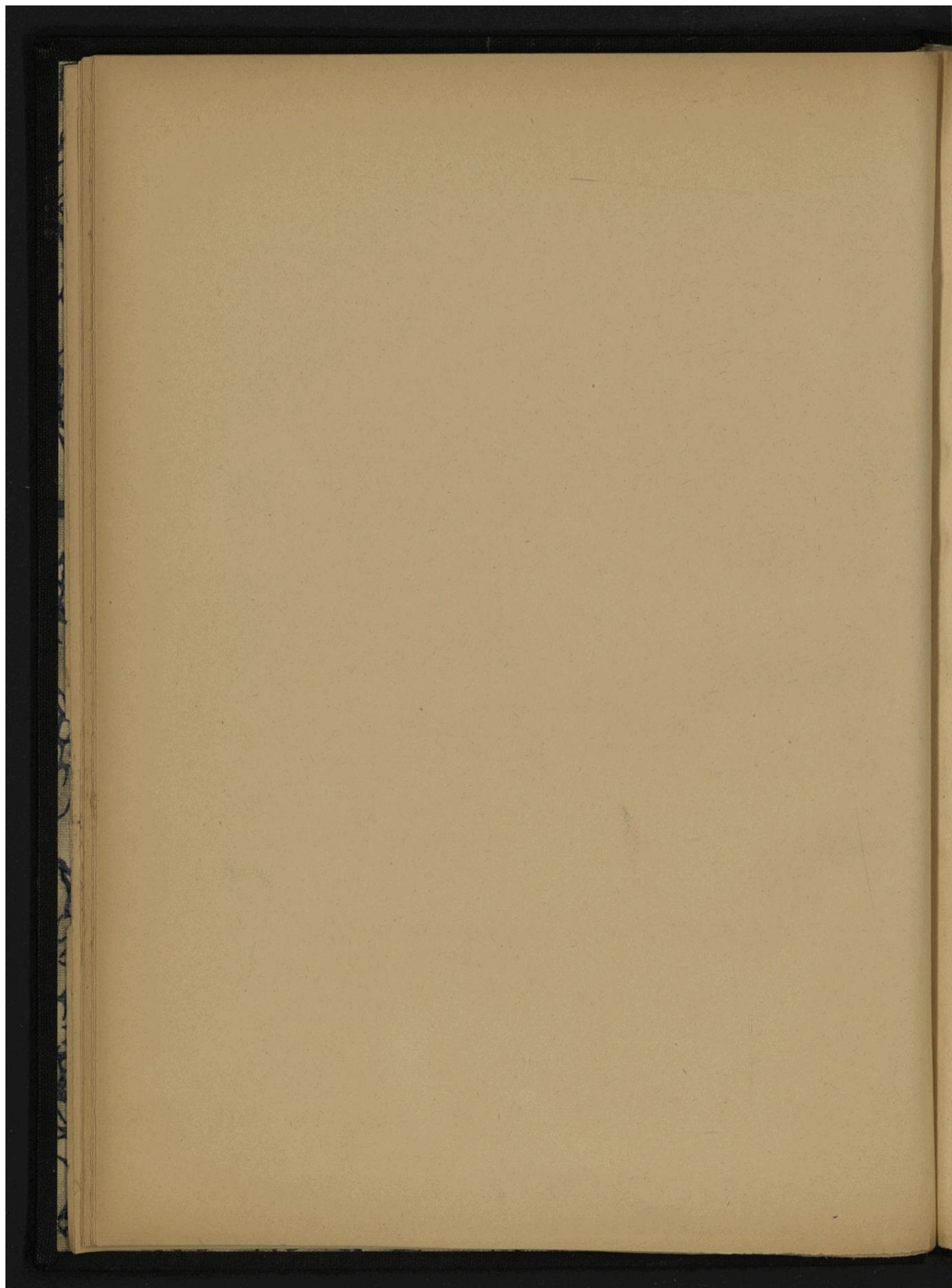




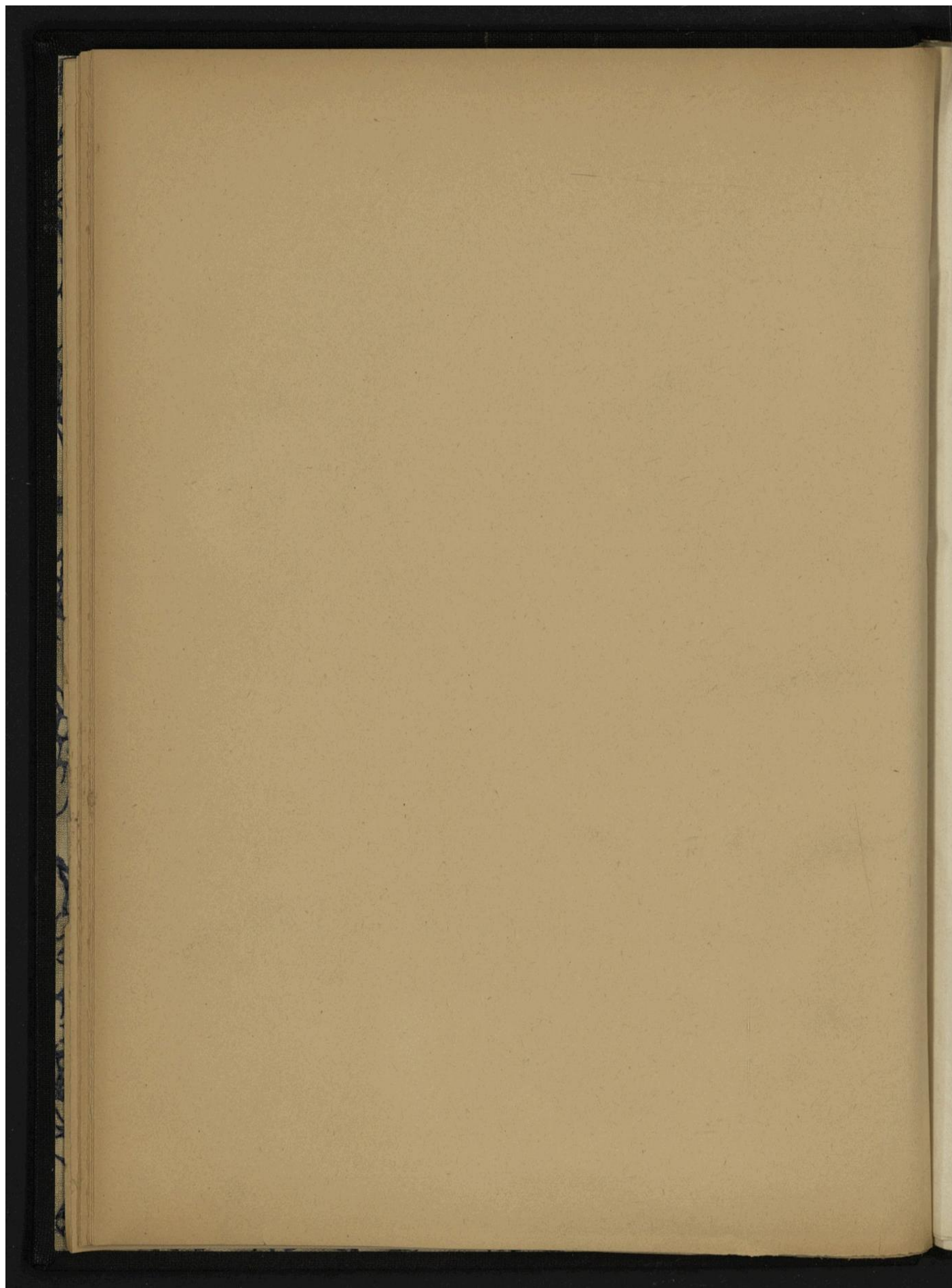




Droits réservés au [Cnam](#) et à ses partenaires



4



Bn. 2150

MS 177 8

1859
Lundi 19 Juin, Essai comparatif

de deux nitrobenzines dans le but de déterminer leur rendement en aniline sur nitrobenzine qui pour moi n'est pas la même.

Poids du ballon qui doit servir pour la réduction & la distillation	322 ^g 500
id. avec feuille & papier roché autour du col.	353 ^g .
Contenance du dit ballon jusqu'à la naissance du col.	2140 ^{cc}
J'ai mis dans le ballon nitrobenzine à 21 degrés	900 gram.
Eau	125 id
fonte ordinaire	1050 g.
Acide à 22 [°]	84 id
Eau.	125 id



La nitrobenzine mélangée avec 125 grammes d'eau a d'abord été chauffée dans le ballon à une température voisine de l'ébullition (de l'eau) on y a ajouté ensuite la fonte froide, puis, la température du mélange étant entre 55 & 60, on y introduit peu à peu, avec une pipette de 50^{cc} laquelle ne laisse s'écouler la totalité de sa liqueur qu'en 45 secondes, l'acide étendu avec 125 gram. d'eau; durant l'introduction de l'acide il est nécessaire d'imprimer au ballon une agitation constante par un mouvement très rapide. Commencé l'addition de l'acide à 11 h 25 m. fin à 11 h 34 m. le ballon chargé mis alors sur la balance a pesé 2437^g après ensuite l'appareil de condensation premiers signes de l'ébullition à 11 h 57 m. l'ébullition complète à 12 h 14 m. durant la première heure ensuite cette ébullition a été d'une violence extrême, parce que la fonte employée contenait trop de fer, & il a fallu, pour modérer la réaction,

Plonger assez souvent le ballon dans de l'eau froide; malgré cela, il ya eu à l'extrémité du tube porte fort notable des vapeurs.

Mis le ballon dans le bain marie à $2^{\circ}53^m$ et resté jusqu'à $5^{\circ}33^m$.

L'opération a donc duré 6 heures & vingt huit minutes.

Il va sans dire que pendant toute la durée de la réaction, il est nécessaire, indispensable d'agiter & tourner le ballon, pour que les matières contenues ne s'agglomèrent pas; si cela arrive par négligence ou maladresse, on peut considérer l'opération comme manquée.

Mardi 20 Juin

Aujourd'hui, à 4 heures du matin, le ballon remis sur la balance a pesé 2404.4^g c'est une perte de 33 gram. sur le poids 2437 gram. trouvé hier. avant la réduction, cette perte est la plus forte que j'ai observée; on l'éviterait toujours, quelle que soit la violence de la réaction, avec un serpentin condensateur, en métal, plomb, ou fonte, disposé supérieurement à l'appareil de réduction, & plongé dans de l'eau qui se renouvelerait.

Au dessus de la masse contenue dans le ballon, il ya une couche liquide bien séparée, égale à 50 ou 60° , & qu'il est impossible de mélanger avec la matière pâteuse, par une agitation prolongée:

L'odeur est très bonne; c'est à dire qu'elle ne rappelle aucunement celle de la nitrobenzine, qu'elle n'a rien d'ammoniacal, & qu'on y trouve l'odeur aromatique de l'aniline pure; un papier de tournesol rouge est surveillé, suspendu dans l'intérieur du col pendant cinq minutes, & devient très lentement violet, comme cela a lieu avec de l'aniline rectifiée pure; il ya génération d'ammoniaque comme produit secondaire, pendant la réduction, mais dans une proportion très minime.

La couleur du liquide, vu par transparence en agitant le ballon, est une riche nuance canelle foncée.

La partie intérieure vide du ballon est parfaitement nette, & par une agitation prolongée de la masse le verre ne se brasse ni lacté ni obscurci;

En imprimant au ballon un mouvement rapide, on entend un frottement rude sur le verre, occasionné par les plus grosses parcelles de fonte incomplètement attaquées; ces parcelles sont d'ailleurs visibles à la surface de la masse pâteuse.

Le ballon chargé mis alors sur la balance a pesé 2437 $\frac{1}{2}$

La matière n'est pas à l'état pâteux, elle n'a aucun liant, ni aucune adhérence avec elle même, différent en cela d'une pâte acétique.

Distillation

Avant la distillation, j'ai ajouté 50^{cc} de potasse caustique à 90 degrés, par une agitation suffisamment prolongée, il s'est produit une faible odeur ammoniacale; les parois du ballon sont ensuite enduits d'hydrate de fer un corps qui s'est adhérent est enduit sans être détrempé.

Le poids du ballon après l'addition de la potasse est de 2469 gram.

C'est dans cet état que la masse a été distillée immédiatement (soit 15 à 16 heures après la réduction)

Après avoir commencé à chauffer à neuf heures & quart (dans un bain de sable) & après avoir adapté au col du ballon un long tube incliné qui simule le col d'une cornue) la distillation, ou le contact dans le ballon récipient, commence à 10^h & 3 minutes

En respirant alors au bouchon du recipient, lequel ne ferme pas hermétiquement, c'est à peine si on reconnaît une faible odeur ammoniacale, & quel que temps après cette odeur a complètement disparue.

Pendant une heure & quart au moins, il passe une mélange d'eau & d'aniline, qu'il est très facile de suivre des yeux dans le tube légèrement incliné, qui unit l'appareil distillatoire au recipient, & qui est exposé à l'air dans une longueur de soixante mètres. L'aniline anhydre, qui est dans le tube incliné semble d'une blancheur parfaitement insuite; mais peu de temps après, elle est à l'état de vapeur invisible dans toute la longueur du tube, en sorte que celui-ci pendant longtemps paraît être vide.

Vers les derniers temps de la distillation, & lors que le bain de sable, sougé & endossé, était à son maximum de chaleur, les dernières traces de vapeurs, puis la faible quantité de liquides qui coule ensuite dans le tube avait une teinte jaune ambrée, dont la nuance approchant de la sienne de l'orange avec celle de la nitrobenzine c'est sans doute une matière pyrogénée due à la décomposition de certains produits non volatiles qui ont une odeur d'ammoniaque très forte.

La distillation a duré 3 heures 45 minutes.

Le ballon, etipient contenant le produit mixte (Aniline & eau) de la distillation a été pesé de suite, & son poids total est trouvé être de 963 grammes -

Poids du ballon seul 212 - w

Produit mixte seul 751 gram -

Ce produit versé dans un flacon cylindrique divisé, & gradué à 100 degrés, occupe un volume total égal à 745 cc dont 500 cc en aniline & 243 en eau surnageante.

L'eau surnageante, est tout à fait sans couleur, légèrement trouble & blanchâtre, la couleur de l'aniline est d'une nuance de miel jaune très pâle.

10 cc d'acide sulfurique ont saturé 160 cc d'eau -

Vendredi 23 Juin. Rectification de l'aniline

Aujourd'hui après soixante heures, l'eau s'amalgamée est limpide, vu dans un tube étroit elle est d'un rose jaune sale, & cette teinte ne paraît plus devoir changer, l'aniline est devenue plus transparente, elle a une très belle nuance, un peu rose & a une faible odeur ammoniacale, j'ai pesé d'avance deux ballons recipients l'un 227 gram pour recueillir le produit mixte de la rectification qui doit passer jusqu'à 187 degrés l'autre 212 gram. pour recevoir l'aniline anhydre. j'ai introduit le produit dans un ballon à rectifier

Poids du ballon	197 gram
id id avec fragments de verre	267 "
" " avec produit mixte	<u>856 "</u>
" " Produit mixte seul.	589.

Le coulage a commencé à midi 50 minutes à 1^h 40 minutes le thermomètre marquant 187 degrés le ballon recipient a été changé pour recevoir l'aniline anhydre, j'ai distillé jusqu'à siccité le 1^{er} ballon avec le produit mixte recueilli

jusqu'à 187 degrés	350 gram.
ballon seul	<u>729 "</u>
Produit mixte seul	123 gram

2 ^e Ballon avec aniline anhydre	675 gram
Ballon seul	<u>212 "</u>
Aniline anhydre seule	463 gram.

le nombre 463 divisé par sept donne un rendement de 66 %
si on additionne le nombre 463 avec l'analyse du produit mixte,
ou 823, on obtient plus de 69 pour cent.

Cet essai offre un grand intérêt à cause de sa concordance très
rapprochée avec l'autre essai pareil fait il y a 6 mois en
employant la même nitrobenzine & puis pour poids d'aide
de plus il est prouvé maintenant qu'en réglant sans la réduction
on peut augmenter considérablement le rendement, nous voici
maintenant lors de rendement de 60 % & trois ans l'une anisidine
recueillie qui contient de la nitro benzine non réduite.

2° Nitrobenzine - 21 Juin

Cette nitro benzine est extrêmement belle d'apparence, mais elle
a une mauvaise odeur, elle ne sent l'ammoniac comme la précédente
elle ne rougit pas ou très lentement le papier bleu à la température
de 22 à 23 elle marque 23 degrés forts tandis que la ^{2e} nitrobenzine
la réduction de cette nitro benzine a été faite auparavant dans
les mêmes conditions où j'avais opéré pour la ^{1re} nitrobenzine
en cherchant autant que possible à rendre les 2 essais
pareils dans le plus minutieux détails.

Nitrobenzine 22
juin

J'observe que la réaction a été plus violente que dans le précédent
essai, & sans un bague d'eau froide, dans lequel j'ai souvent
plongé le ballon de réduction, mais apparemment la condensation est
très insuffisante pour liquéfier les vapeurs, la perte a été de 13 %

La distillation a eu lieu le lendemain, sans que j'ai pu remarquer aucune différence avec la 1^{re} fois employée.

Balloz & produit mixte 973 gram

Ballon seul 212

Produit mixte seul 763 gram

Dans un litre divisé le volume total était de 755 cc dont 520 cc d'alcool; l'odeur d'ammoniacque est très forte.

Dimanche 27 Juin Rectification

Le produit mixte conservé depuis jeudi dans le litre divisé n'était plus reconnaissable, quant à la couleur, soit de l'andine soit de l'eau surmouante, celle-ci, offre une teinte bleu-violette très foncée dans une grande épaisseur, mais très pâle & à peine colorée dans un tube de 3 à 4 millimètres. L'andine d'un jaune de miel est devenue d'un blanc vert très sombre, cette particularité, qui consiste dans une coloration très rapide au contact de l'air, était part à l'exès, mais ne semble pas comme on se le croit être un obstacle au rendement. cela m'impressionne également désagréablement.

Balloz de rectification seul 202 gram

à ses fragments de verre 272 w

L'anc produit mixte coloré 868

272

Le produit mixte seul 596 gram

J'avais prélevé aussi 160 cc de l'eau surmouante pour en déterminer la quantité d'acide à employer pour la neutralisation.

Le bouillage commença à 10 heures 15 minutes
 Changé le réceptif à 12 h 5 minutes
 Rendement.

1^o. Poids de ballon rempli d'éprouve avec produit mixte
 vieillie jusqu'à 98^o. 330 gram
 Ballon seul. 224
 Produit seul mixte 111 gram

Ces 111 gram contiennent 20 gram d'aniline.

2^o. Poids de 2^o ballon d'éprouve contenant l'aniline anhydre 691 gr²
 Ballon seul. 212
 Aniline anhydre 479 gr²

Ces 479 gram divisé par sept donne un rendement de
 68^o₅₀ & si on y ajoute les 20 gram d'aniline du produit
 mixte le rendement s'élève à 71^o₀₀
 Le poids du produit mixte ou 111 gram & le poids de l'aniline
 anhydre 479^o donnent une somme égale à 590 gram inférieur
 de 6 gram du poids mixte introduit dans le ballon & rectifié
 a défilé tout ce un accident qui s'est produit à la fin de
 l'opération.

Ces 2 anilines sont pour ainsi dire pures, des lors
 après la rectification elle ont toutes deux une légère
 teinte jaune un peu foncée. A la rectification la pureté
 est un peu forte, le noir très à distiller autrement qu'à
 feu nu, en tous cas se sera très satisfait de ces essai.

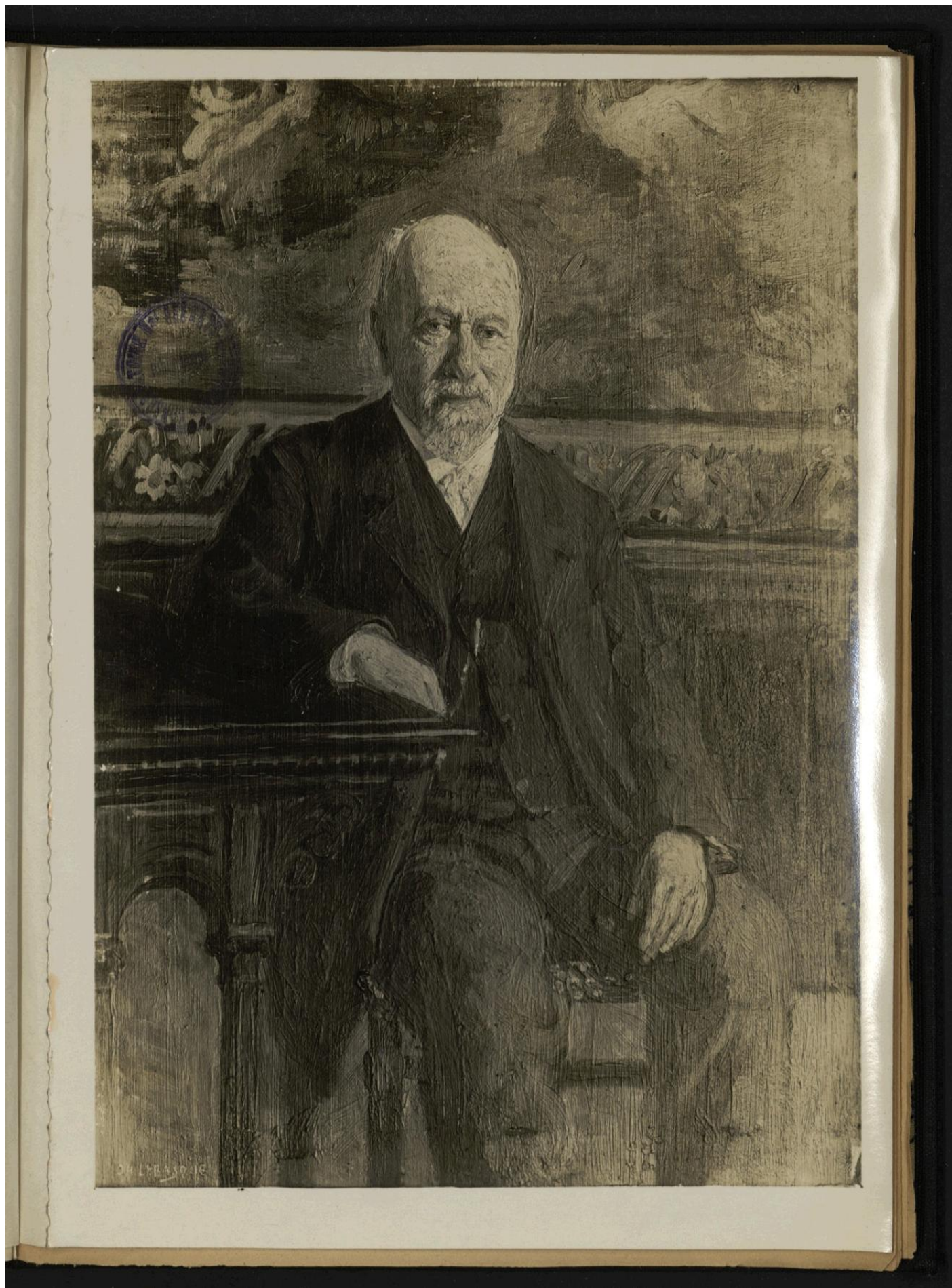
49. Procédé pour obtenir un noir d'aniline inérodissable
& indécolorable sur fils de coton & fil d'Ecosse

Pour obtenir ce nouveau noir d'aniline inérodissable
& indécolorable voici comment il faut procéder
Les dévidés décrassés de la manière ordinaire,
sont traités après lavage, essorage & séchage, dans
un bain unique, composé d'une dissolution de chlorure
de potasse & de chlorhydrate d'ammoniaque, d'huile
d'aniline, délayée dans de l'eau, d'acide muriatique
& de sulfure de cuivre, le tout en proportions variables
suivant les effets à obtenir.

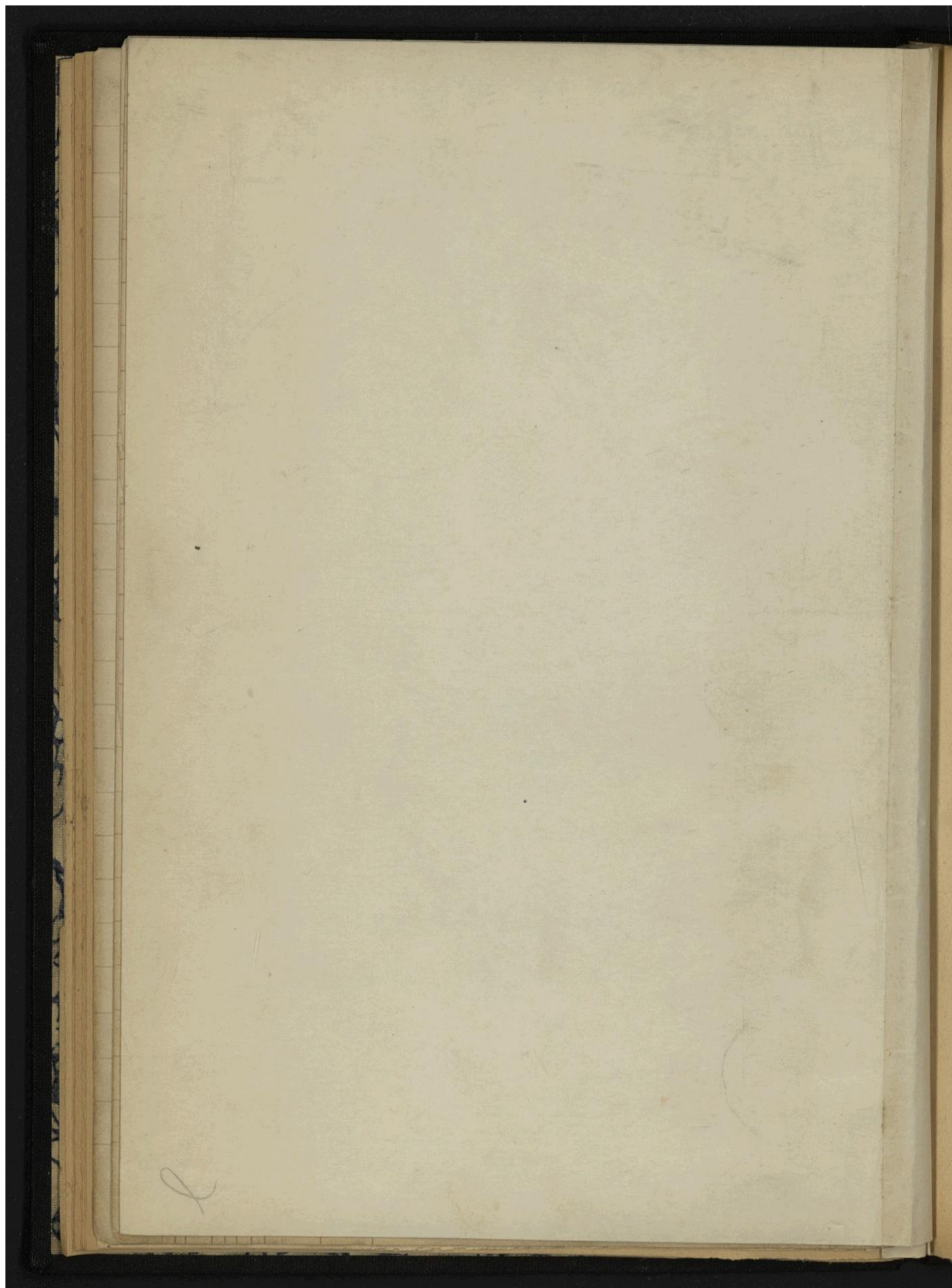
Au sortir de ce bain, les fils en écheaux sont
essorés & séchés, puis portés dans une chambre
d'oxydation dont l'atmosphère est maintenue
humide par une injection permanente de
vapeur d'eau.

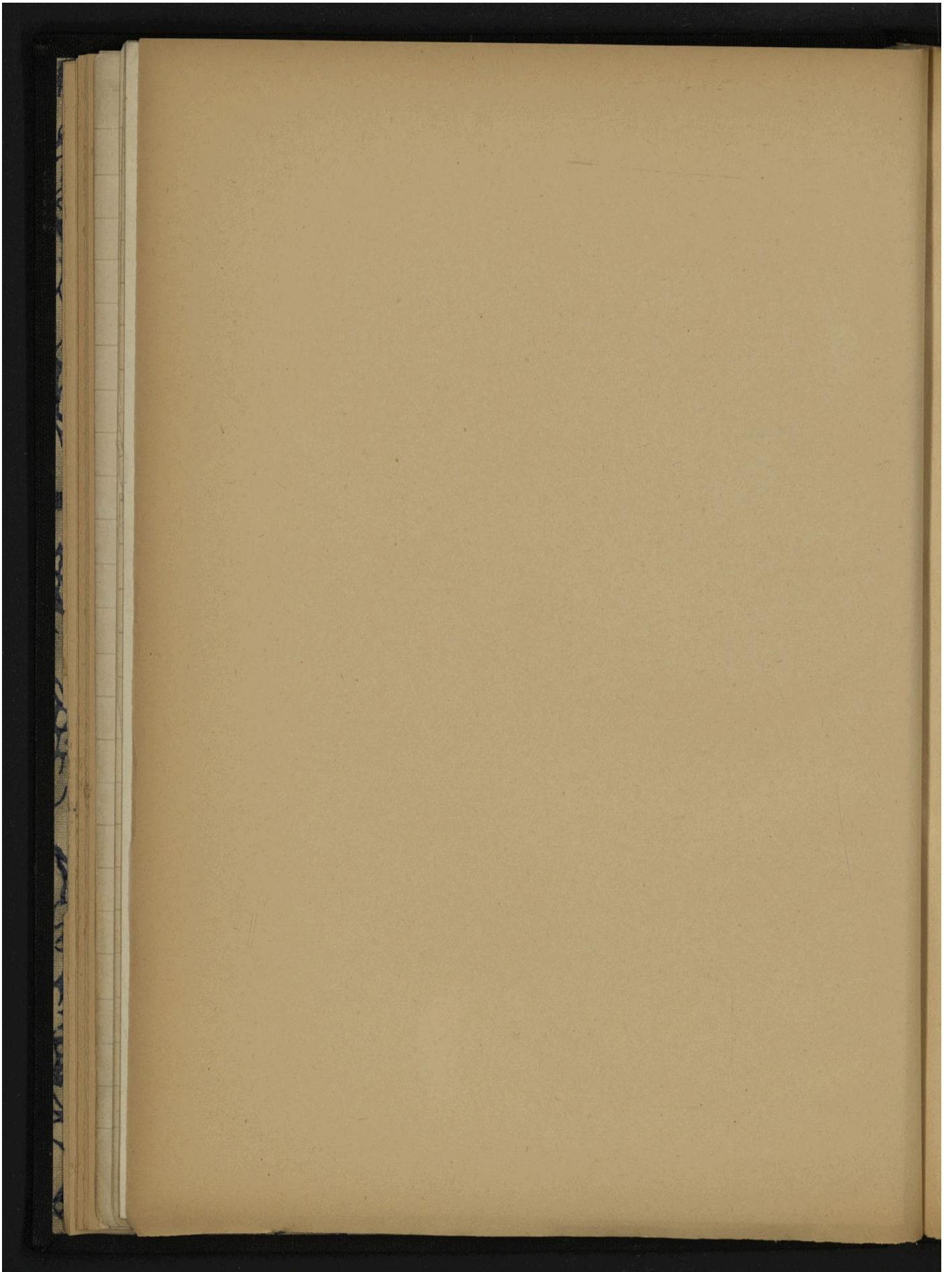
Après cette oxydation les filés sont chromatisés
comme de coutume & le traitement se termine
par les opérations connues du zincage,
adoucissage, essorage & séchage.

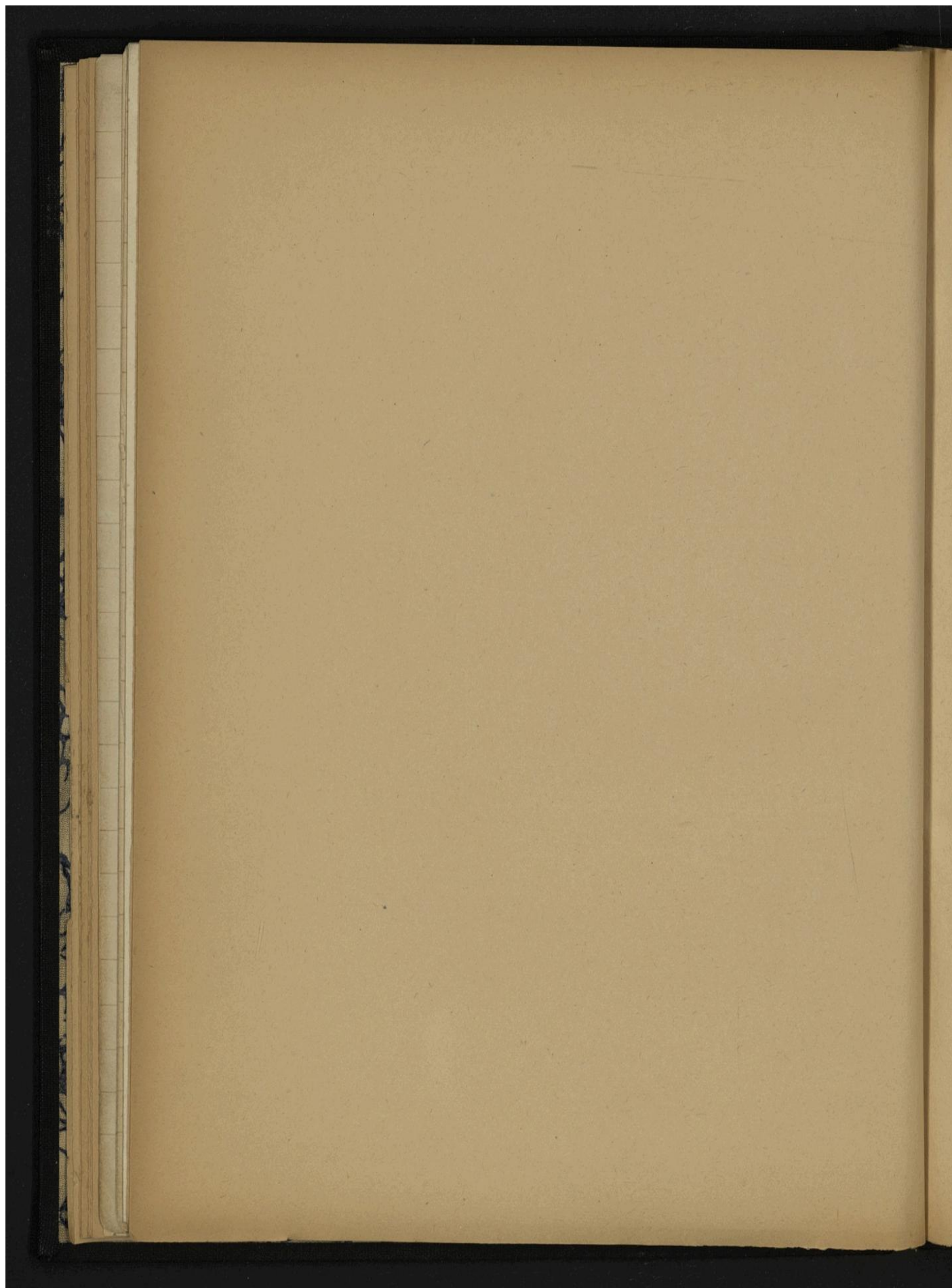




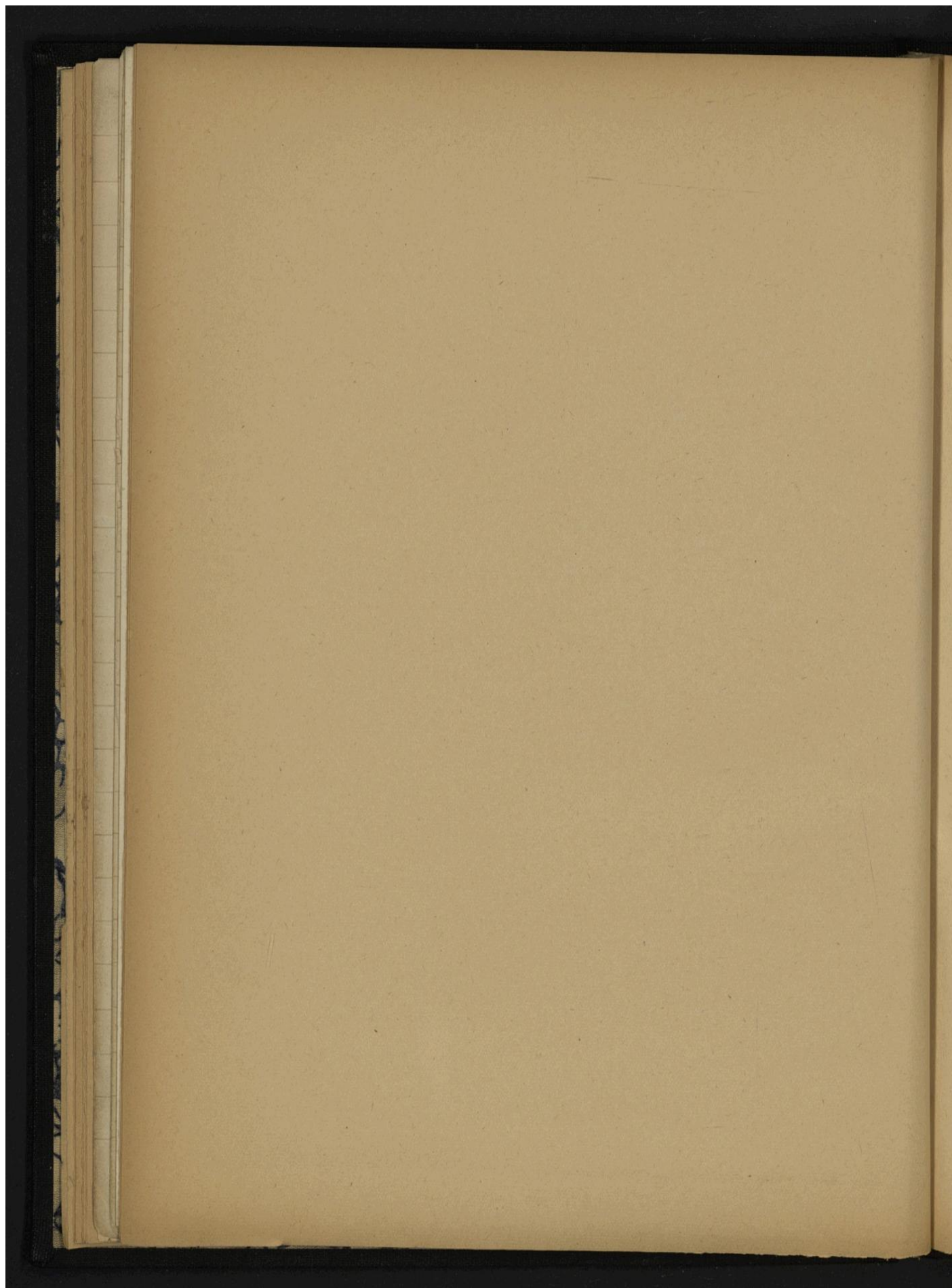
Droits réservés au [Cnam](#) et à ses partenaires



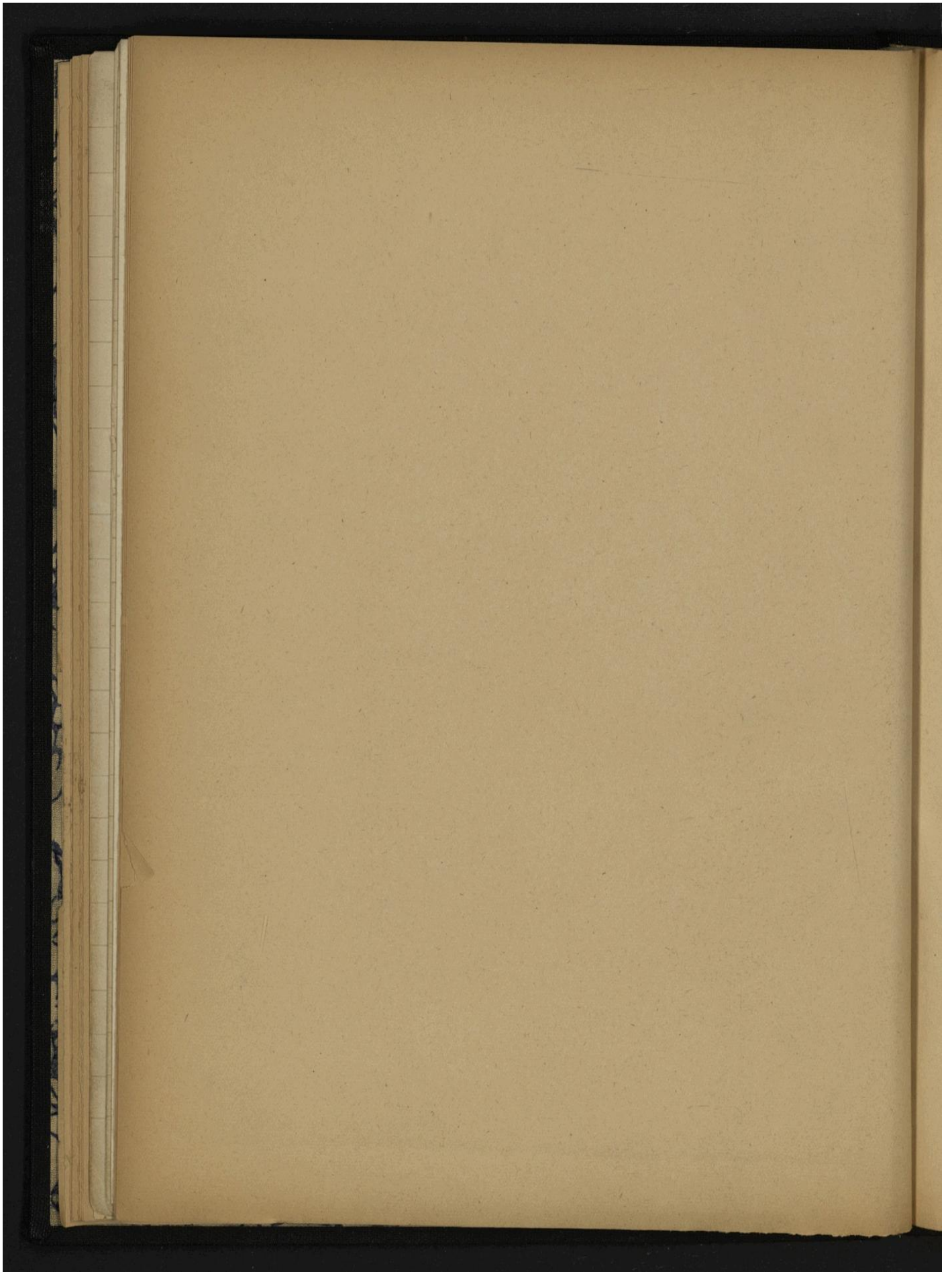


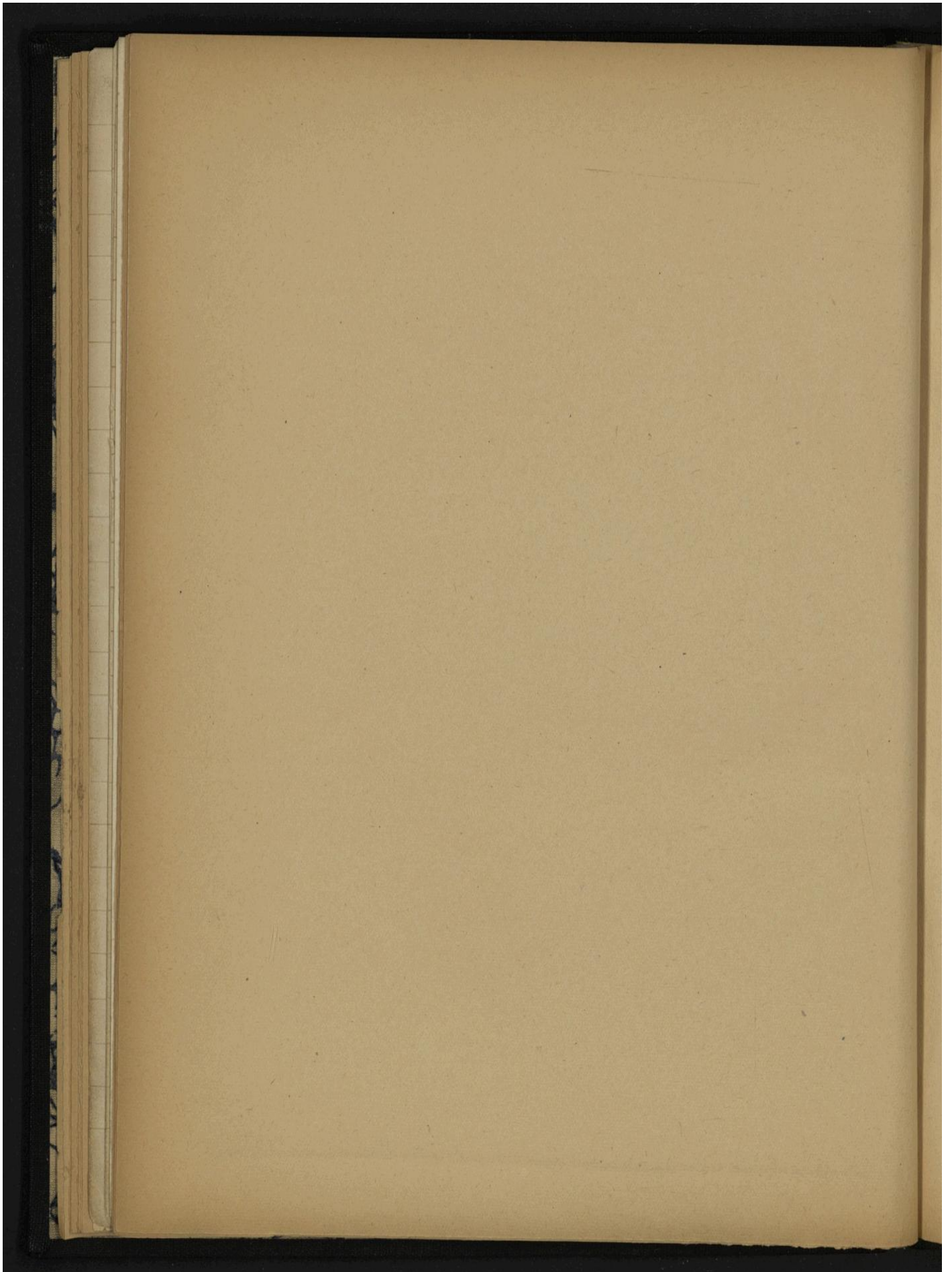


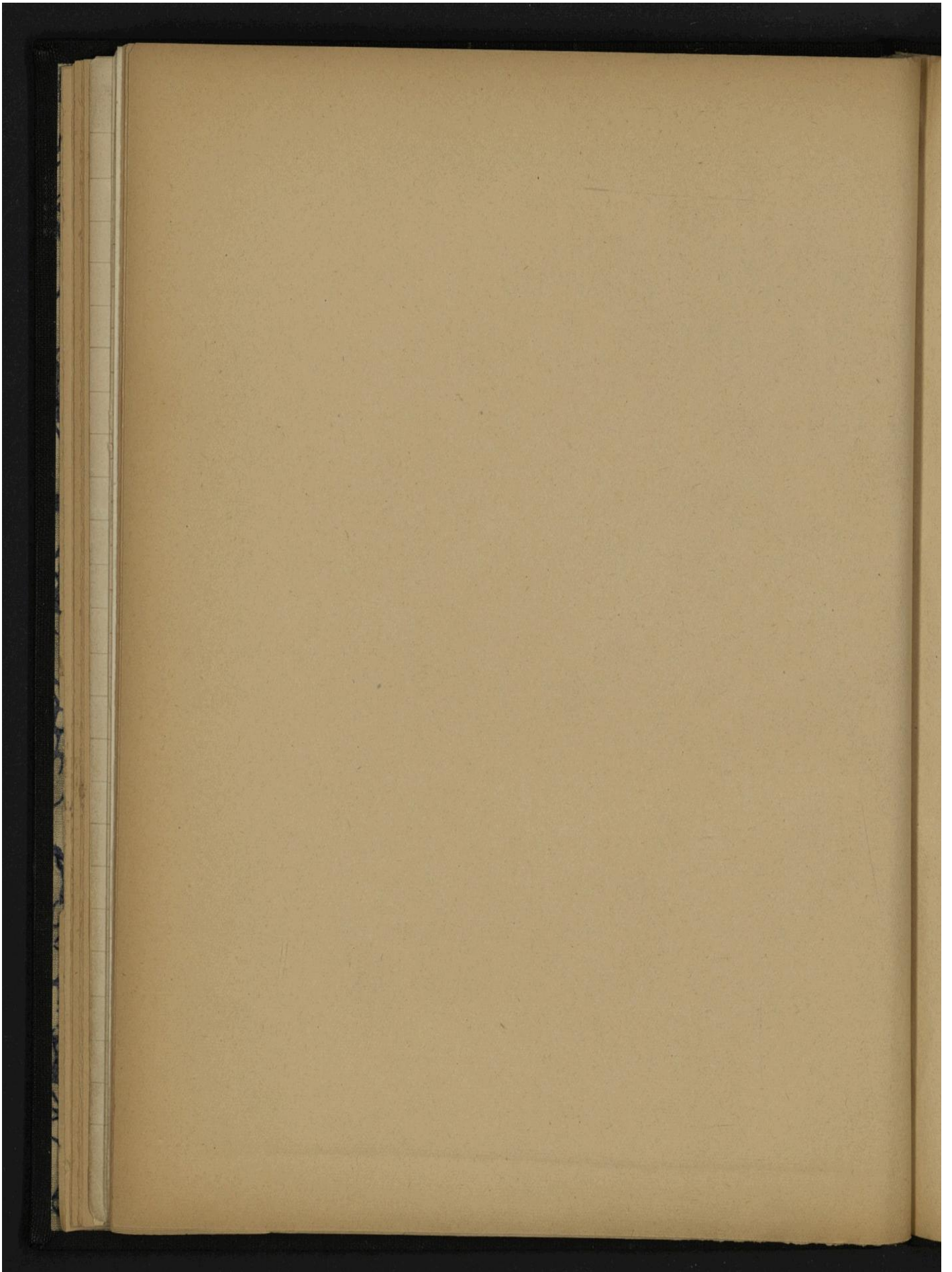
16

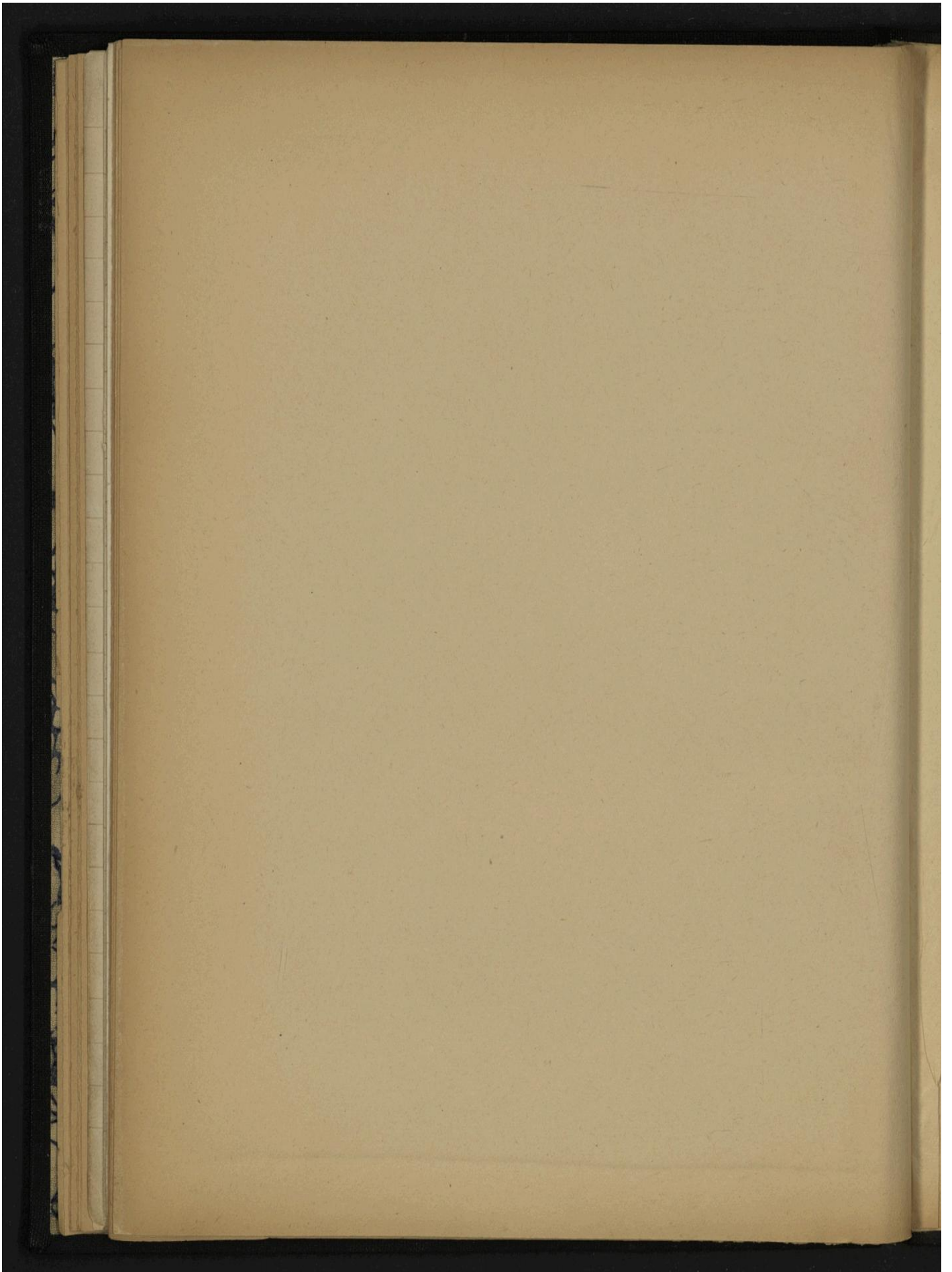


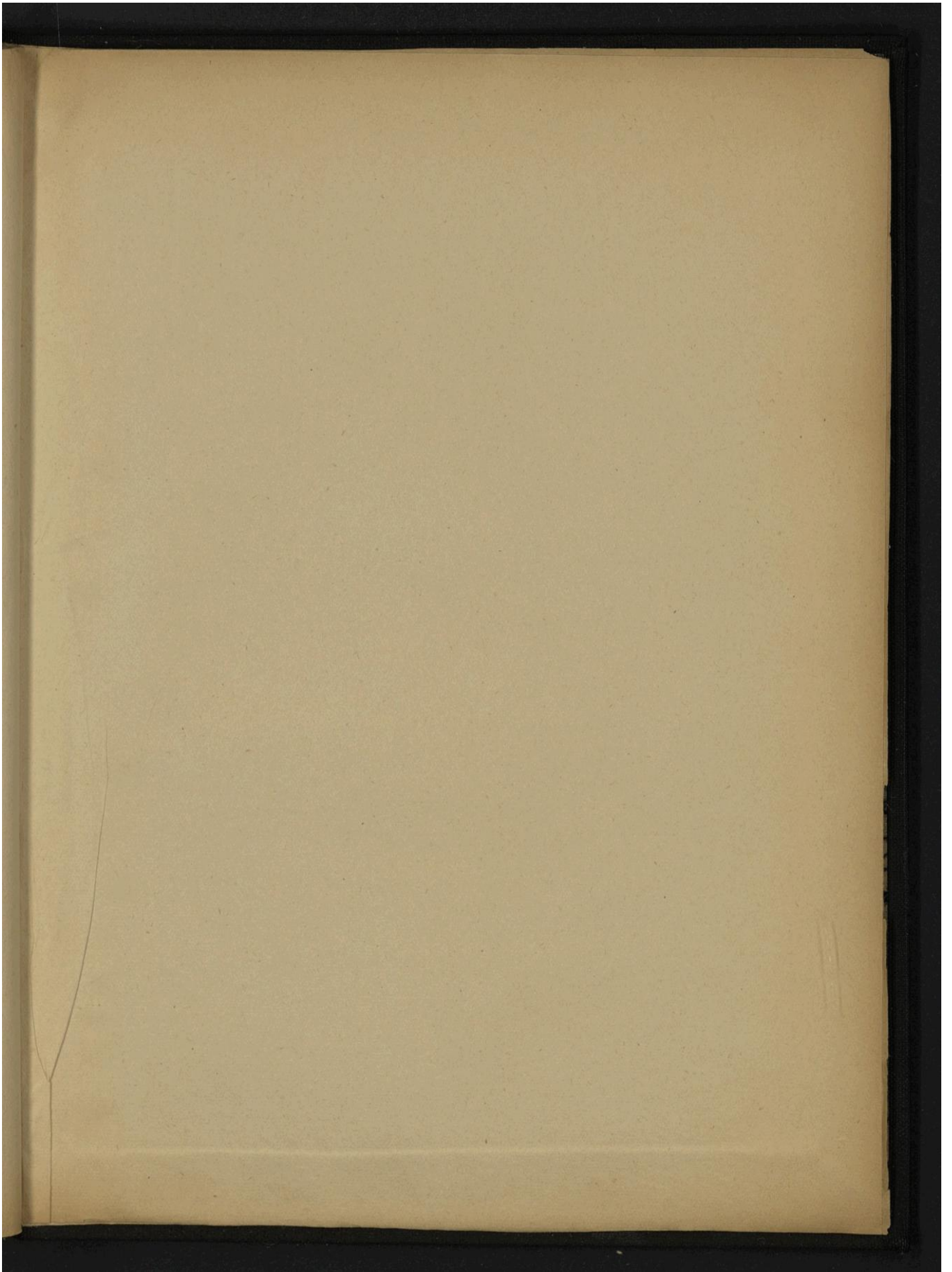
17







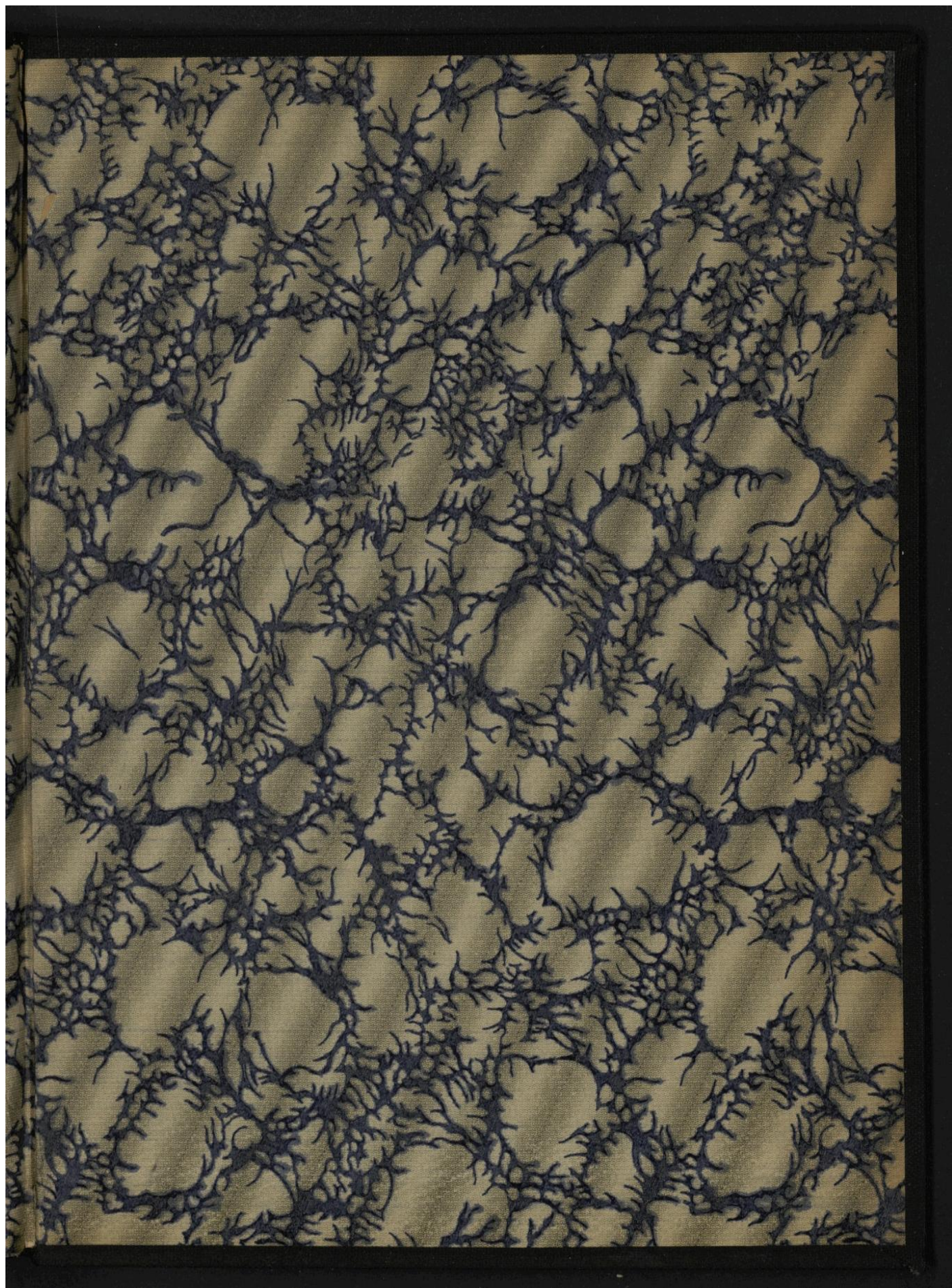




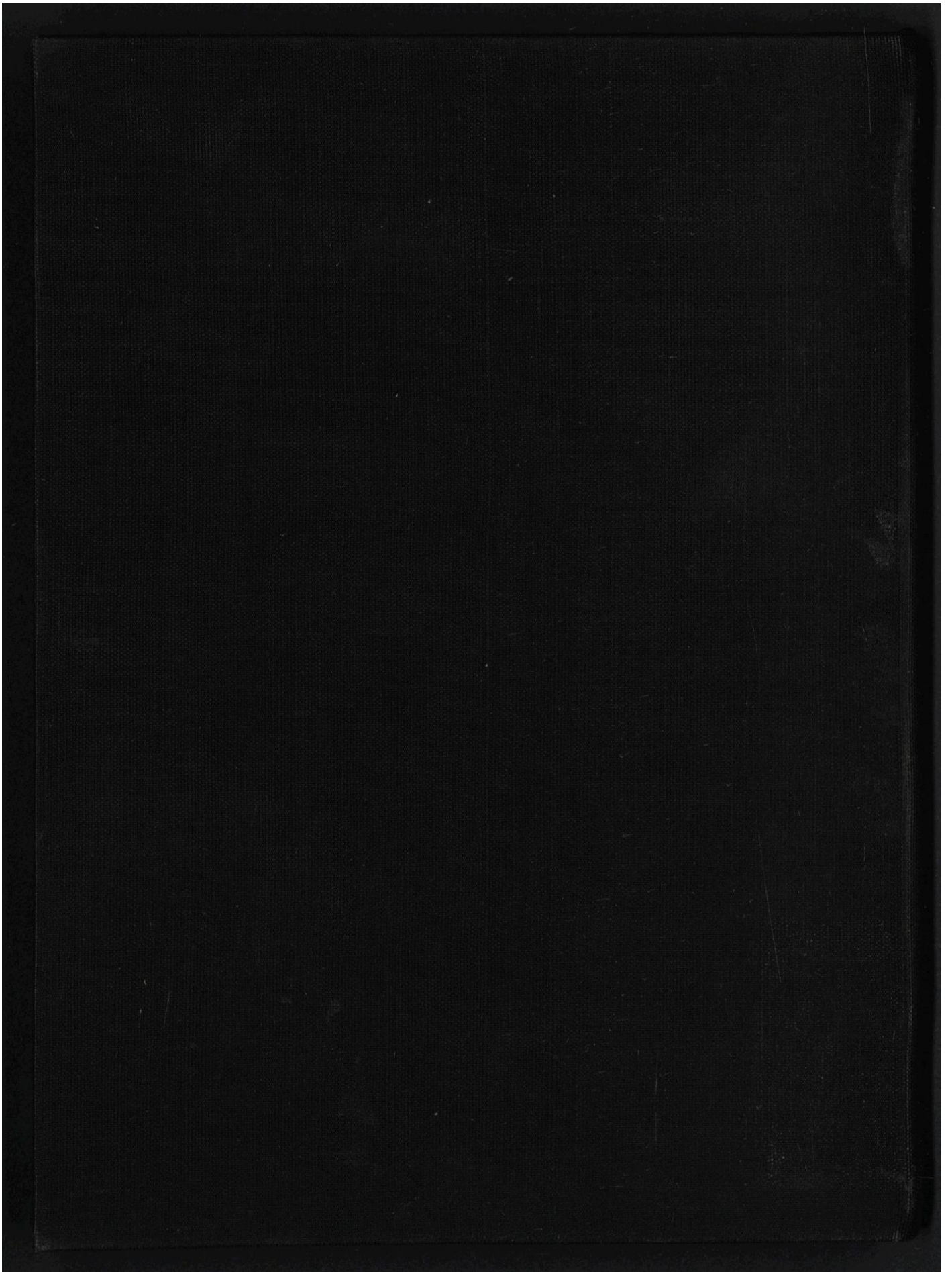
Droits réservés au [Cnam](#) et à ses partenaires



Droits réservés au [Cnam](#) et à ses partenaires



Droits réservés au [Cnam](#) et à ses partenaires



Droits réservés au [Cnam](#) et à ses partenaires