
R A P P O R T

SUR la séparation de l'Antimoine de sa mine ;

Par l'inspecteur des mines HASSENFRATZ.

LA conférence des mines a chargé les C.^{ns} *Miché, Louiche* et moi, de lui rendre compte des procédés employés pour séparer l'antimoine de sa mine, et des perfections qu'ils sont susceptibles d'obtenir.

L'antimoine se rencontre dans les entrailles de la terre sous cinq états différens :

- 1.^o Natif,
- 2.^o Oxydé,
- 3.^o Sulfuré,
- 4.^o Muriaté,
- 5.^o Hydrosulfuré.

L'antimoine sulfuré est celui que l'on exploite le plus généralement, parce qu'il est le plus commun et qu'il se rencontre souvent avec abondance.

L'antimoine sulfuré a plusieurs dénominations différentes en raison de l'état sous lequel il se présente ; ainsi on distingue

L'antimoine sulfuré {
gris,
spéculaire,
en plume grise,
&c.

Quel que soit l'état sous lequel l'antimoine sulfuré se rencontre, le procédé que l'on emploie pour en séparer le métal, est assez généralement le même. Comme il se trouve très-souvent de la gangue mêlée avec l'antimoine sulfuré, et que ce minéral est très-fusible, on sépare facilement ces deux substances par la fusion.

Le plus ordinairement on met la mine concassée

dans un creuset percé de plusieurs trous à sa partie inférieure, laquelle est engagée dans un second et lui sert de couvercle. L'orifice du premier creuset, qui contient la mine, étant fermé, on l'échauffe; l'antimoine sulfuré se liquéfie, passe à travers les trous du fond, tombe et se réunit dans le creuset inférieur; les terres et les pierres qui forment la gangue restent dans le creuset supérieur.

Lorsque l'antimoine sulfuré est ainsi séparé de sa gangue, on le brise et on le met dans un fourneau de réverbère faiblement échauffé; on en volatilise le soufre peu à peu, et on l'amène à l'état d'oxide gris d'antimoine.

Cet oxide d'antimoine est ensuite placé dans de grands creusets, avec moitié de son poids de tartre de vin; on chauffe alors fortement le mélange: le carbone de tartre se combine avec l'oxygène de l'oxide d'antimoine; une portion de la potasse se combine avec le soufre restant dans l'oxide, et l'autre détermine la fusion de l'oxide.

Tels sont les trois procédés constamment employés, depuis une longue suite d'années, pour obtenir l'antimoine pur des mines d'antimoine sulfuré qui le contiennent. Nous allons examiner séparément chacun de ces procédés, afin de déterminer s'ils sont susceptibles de changemens et d'améliorations.

1.° Tout le monde sait que l'on sépare ordinairement toutes les mines de leur gangue par des procédés mécaniques et aréométriques. Ces moyens consistent à ôter à la main et avec le marteau les pierres et les terres qui y sont mélangées. Lorsque la gangue est trop intimement combinée, on pulvérise le tout; on fait passer un courant d'eau à travers: le minéral, entraîné avec l'eau, coule sur

une table plus ou moins inclinée, sur laquelle la mine, plus pesante, se dépose, tandis que la gangue, plus légère, est emportée par l'eau.

Ces procédés mécaniques et aréométriques pourraient être employés avec un succès égal pour séparer la mine d'antimoine de la gangue qui y est mêlée, puisque la pesanteur spécifique de l'antimoine sulfuré est de 4.0643, et que celle des pierres calcaires, silicees et argileuses, qui sont mêlées avec elle, sont entre 1.6543 et 2.8535; la seule barite sulfatée, lorsqu'elle se rencontre, présente des difficultés, parce que sa densité, d'environ 4.4300, est presque égale à celle de la mine.

Ce procédé nécessite une manipulation plus coûteuse que la séparation par la fusion, parce que l'antimoine sulfuré étant fusible à une légère température, le combustible employé pour le fondre est en petite quantité, et n'exige pas des frais considérables; on préfère donc, dans la pratique, d'employer le procédé économique de la séparation de la gangue par la fusion, plutôt que celui du marteau, et sur-tout du lavage, qui est plus coûteux.

Le procédé de la séparation de la gangue par la fusion de la mine dans des creusets ou pots, a l'inconvénient d'exiger l'emploi d'une quantité de calorique assez considérable pour pénétrer les creusets ou pots, conséquemment une dépense particulière en combustible pour fournir le calorique inutilement employé, et en renouvellement de pots ou creusets qui se cassent pendant ou après la fusion.

On peut remédier à ce défaut par le moyen d'un fourneau de réverbère droit et faiblement

chauffé, où la mine se fond, coule le long d'une rigole, et sort hors du fourneau pour se rendre dans un réservoir destiné à la recevoir.

Nous donnerons, à la fin de ce rapport, le dessin de plusieurs fourneaux qui peuvent servir aux diverses opérations.

Vaporisation
du soufre.

2.^o La vaporisation du soufre dans la plupart des mines qui en contiennent, s'exécute par des procédés qui diffèrent entre eux en raison de l'affinité du soufre pour le métal, de la température à laquelle il se dégage, de la fusibilité et de la volatilité de la substance métallique : pour toutes les mines d'une fusion et d'une vaporisation difficile, dans lesquelles le soufre tient fortement, comme le fer, le cuivre, on vaporise ce combustible à l'air libre ou sous des hangars ; pour toutes les mines d'une fusion ou d'une vaporisation facile, comme l'arsenic, l'antimoine, le bismuth, l'étain, le plomb, la vaporisation du soufre se fait de préférence dans des fourneaux de réverbère.

Lorsque la valeur du combustible sera encore plus grande qu'elle n'est aujourd'hui, il est possible que l'on se détermine à employer le fourneau de réverbère pour vaporiser le soufre de toutes les mines qui en contiennent : il y aurait alors économie de combustible, et l'on retirerait le soufre, qui est perdu en grande partie dans la plupart des vaporisations à l'air libre ou sous les hangars.

Quelques personnes ont retiré l'antimoine pur de l'antimoine sulfuré, en fondant directement dans un creuset huit parties d'antimoine cru avec six de tartre et trois de nitre. Il se fait dans ce procédé une quadruple action : l'oxygène du nitre fait de l'acide sulfurique avec le soufre de l'antimoine sulfuré ; l'acide sulfurique fait du

sulfate de potasse avec la potasse des deux sels ; le carbonate de tartre fait de l'acide carbonique avec l'oxygène en excès qui se trouve dans le nitre ; et une portion de potasse détermine la fusion de l'antimoine.

Mais ce procédé a l'inconvénient d'employer une quantité de tartre et de nitre dont la valeur est beaucoup plus considérable que celle du combustible pour vaporiser le soufre et oxider l'antimoine, et que celle du tartre pour désoxider et fondre ; ce qui fait que l'on préfère, dans toutes les fabriques, la double opération à l'opération simple et directe.

3.^o Il reste à parler maintenant de la méthode pour désoxider et fondre l'antimoine, où l'on se sert de la moitié de son poids de tartre.

En réfléchissant sur l'action de l'oxygène pour les différentes substances, ses rapports d'affinité, les procédés analogues employés sur d'autres métaux, on est conduit à poser cette question : Le tartre est-il d'une utilité absolue dans la désoxygénation et la fusion de l'antimoine ?

On savait déjà que l'oxide d'antimoine pur, exposé seul au feu, se fondait en un verre rougeâtre et un peu transparent ; conséquemment, qu'il était impossible d'obtenir l'antimoine pur en exposant simplement son oxide à l'action du feu, qu'il fallait nécessairement ajouter une matière qui eût de l'affinité avec l'oxygène ; mais pourquoi lui ajouter plutôt le tartre que la poussière de charbon, ou quelques autres substances semblables qui ont une grande affinité avec l'oxygène ?

Le plomb sulfuré se traite, dans plusieurs établissements, en l'exposant d'abord à un feu doux dans un fourneau de réverbère, afin de vaporiser le soufre en oxidant le plomb. Lorsque

Désoxidation et fonte de l'antimoine.

le soufre est entièrement vaporisé, et que le métal est à l'état de plomb oxidé gris, on chauffe fortement le fourneau; et en jetant de la poussière de charbon sur l'oxide, le carbone arrache l'oxygène au plomb, se combine avec lui, forme de l'acide carbonique; le plomb pur, atteint par le calorique, se fond, et coule aussitôt le long d'une rigole pratiquée dans la brasque au milieu du fourneau, pour se rendre dans un bassin de réception.

Le plomb, de même que l'antimoine, se trouve très-communément à l'état sulfuré; à une faible température, il laisse dégager son soufre en s'oxidant; le plomb et l'antimoine oxidés, exposés à l'action du feu, se fondent en un verre jaune plutôt que de laisser dégager l'oxygène: combien d'analogie entre la manière dont se comportent ces deux métaux! pourquoi ne pourrait-on pas espérer qu'en appliquant à l'antimoine le procédé pratiqué pour le plomb, on obtiendrait le même succès?

En conséquence de cette analogie, j'ai mêlé dans un creuset de l'antimoine oxidé gris avec de la poussière de charbon; j'ai exposé le tout à l'action du feu; après avoir donné au creuset une température plus forte que celle qui est nécessaire à l'antimoine pur et même à l'antimoine oxidé pour entrer en fusion, je l'ai retiré du feu, et n'ai trouvé avec la poussière du charbon que quelques grains épars d'antimoine pur; le reste avait disparu.

Cette expérience a été répétée avec soin par les C.^{ens} *Vauquelin*, *Bouillon-la-Grange* et *Louiche*; le résultat a toujours été le même.

Craignant que la poussière de charbon qui sépare la poudre d'antimoine oxidé, ne fût un obstacle à la réunion des grains de métal fondu,

j'ai substitué de la graisse et de la résine au charbon, et j'ai obtenu le même résultat.

Enfin, pour observer avec soin ce qui se passait dans cette opération, j'ai fait chauffer de l'antimoine oxidé dans une moufle: lorsque cette substance a été près de la température qui peut la fondre, j'ai projeté dessus de la poussière de charbon pour la désoxidier; à chaque projection, il s'est élevé une gerbe de feu produite par l'inflammation de la poussière de charbon combinée à l'oxide métallique, et tout a disparu de dessous la moufle.

Il suit évidemment de ces expériences, que l'antimoine oxidé ne peut être traité comme le plomb oxidé; que la seule combinaison de la poussière de charbon, ou de quelque autre combustible, ne suffit pas pour enlever l'oxygène au métal et le faire entrer en fusion. Le métal se vaporisant pendant la combinaison du carbone à l'oxygène, il faut donc ajouter au charbon une substance qui arrête et empêche cette évaporation.

J'ai fait fondre de l'antimoine oxidé,

- 1.^o Avec parties égales de chaux, d'alumine, de silice;
- 2.^o Avec parties égales de sulfate de barite, de carbonate de chaux, et d'argile;
- 3.^o Avec du sel marin;
- 4.^o Avec du sulfate de soude.

J'ai eu, dans la première et dans la seconde expérience, des verres terreux jaunis par l'oxide d'antimoine;

Dans la troisième, un verre jaune en partie soluble dans l'eau;

Dans la quatrième, un émail un peu moins jaune.

Dans aucun des quatre résultats je n'ai obtenu un atome d'antimoine pur.

En ajoutant à l'antimoine oxidé de la poussière de charbon, et mêlant ces matières aux quatre fondans ci-dessus, dans chaque fusion le fondant a été vitrifié, et j'y ai remarqué quelques globules d'antimoine pur.

Le nombre de globules métalliques était à peu près le même que dans l'expérience avec la poussière de charbon seule, et j'ai observé pendant l'opération qu'il se volatilisait une quantité considérable d'antimoine.

Il suit de ces expériences, que la matière vitrifiable ajoutée au mélange d'antimoine oxidé et de poussière de charbon, ne suffit pas pour séparer et obtenir le métal pur.

Le procédé des manufactures, c'est-à-dire, le mélange d'antimoine oxidé à moitié de son poids de tartre de vin, m'a donné un culot complet d'antimoine pur.

On voit donc que cette substance, employée par tâtonnement pour séparer l'antimoine de son oxide et l'obtenir tout entier, est une des meilleures que l'on ait pu employer.

Mais comment cette substance agit-elle sur l'antimoine oxidé ?

Est-ce par le charbon contenu dans l'oxide tartareux ? le charbon seul brûle et volatilise l'antimoine.

Est-ce par l'hydrogène réuni au carbone dans l'acide tartareux ? l'hydrogène réuni au carbone dans la graisse et la résine, volatilise l'antimoine.

Est-ce par la potasse fondue qui recouvre l'antimoine oxidé lorsque le carbone et l'hydrogène de l'acide tartareux s'emparent de l'oxygène de

l'antimoine ? les verres terreux, le sel marin et le sulfate de soude fondus n'empêchent point l'antimoine de se vaporiser.

Ne serait-il pas possible qu'une partie de la potasse de tartre, se combinant avec l'antimoine, formât un nouveau composé, changeât ses propriétés, et empêchât sa vaporisation (1) ? Plusieurs substances métalliques se combinent avec des substances particulières, le fer se combine intimement avec le verre terreux des substances qui sont combinées ou mélangées dans les mines ; la potasse a été reconnue, d'après les expériences de *Klaproth* et de *Vauquelin*, exister dans un grand nombre de substances où elle n'était pas soupçonnée.

J'ai essayé, d'après cette idée, de faire dissoudre de l'antimoine pur dans de l'acide nitrique, d'évaporer l'acide, et de chercher si l'on y trouve des traces de potasse.

Deux expériences consécutives ont été faites dans ce dessein par *Bouillon-la-Grange* : la première avait paru lui donner des indices de potasse ; mais la seconde a détruit complètement l'espérance que la première a fait naître.

Cependant la réduction de l'antimoine oxidé, sa désoxidation et la fusion du métal ne peuvent avoir lieu qu'en employant un flux qui contienne de la potasse. La potasse devient donc une substance essentielle, nécessaire : mais quelle est son influence ? La potasse se décomposerait-elle, et une partie de ses composans se combinerait-elle

(1) Les verres terreux, pour entrer en fusion, exigent un feu assez violent et long-temps continué, pendant lequel l'antimoine se volatilise, tandis que la potasse fond très-facilement, recouvre l'antimoine, empêche la vaporisation et facilite la fusion.

à l'antimoine pour le rendre fixe au feu ! Ce sont des questions que je n'ai pu décider encore, et vers lesquelles se dirige une partie de mes recherches. Ce qu'il y a de certain, c'est que l'antimoine simplement désoxidé par le charbon, doit différer de celui qui est désoxidé en présence de la potasse, puisque le premier est volatil au feu de fusion ; et que le second y est fixe.

De ces expériences comparées il est facile de déduire que, dans plusieurs désoxidations métalliques, il ne faut pas, comme la loi des affinités le fait croire, employer simplement la poussière de charbon ; qu'il est des cas où il faut que d'autres substances contribuent à cette opération : on voit encore pourquoi les anciens *docimasistes* employaient, dans leur réduction par le feu, des flux particuliers, et comment, en raison de la nature du flux, on obtenait de la même mine des proportions de métal différentes.

De toutes ces expériences et observations, vos commissaires concluent que le procédé à employer pour séparer l'antimoine pur de sa mine, se réduit à trois opérations distinctes :

- 1.° De séparer l'antimoine sulfuré de sa gangue par l'action du feu ;
- 2.° De volatiliser le soufre par l'action du feu, et d'oxidier l'antimoine par la même opération ;
- 3.° De fondre l'antimoine oxidé dans des creusets, avec moitié de son poids de tartre de vin.

Pour séparer par la fusion l'antimoine sulfuré de sa gangue, on peut faire usage de deux creusets *A, B* (*planche XXXIII*), placés l'un dans l'autre ; de deux creusets *C, D*, communiquant l'un à l'autre ; d'un fourneau *E, F, G*, sur l'aire duquel on étend le minéral, concassé en morceaux

de deux à trois kilogrammes (la chaleur y arrive par cinq à six ouvertures pratiquées, et l'antimoine sulfuré fondu sort du fourneau par des rigoles) ; enfin des fourneaux de réverbère *H, I* et *K, L*.

On peut employer, pour cette fusion, de la houille, du bois, ou du charbon de bois ; l'un ou l'autre est préféré en raison de sa valeur.

Lorsque l'on fait usage des creusets *A, B*, on les met ordinairement dans un fourneau à étage *M, N*, ou à double voûte, comme *O, P*.

Lorsque l'on emploie les creusets *C, D*, on peut avoir un fourneau circulaire *Q, R*.

Ces deux procédés diffèrent l'un de l'autre en ce que l'on peut mettre un plus grand nombre de creusets dans les fourneaux *M, N* et *O, P*, que dans celui *Q, R*, mais aussi, après chaque opération, il faut laisser refroidir ces fourneaux pour ôter les premiers creusets et en replacer d'autres : dans le fourneau *Q, R*, au contraire, on peut recharger les creusets *C* à mesure que l'antimoine sulfuré est fondu, et retirer celui qui est dans le récipient *D*, sans arrêter le feu des fourneaux, et sans perdre le combustible nécessaire pour le réchauffer lorsqu'on l'a laissé refroidir. Mais ce rechargement a un terme, parce qu'à chaque opération il reste dans le creuset *C* une portion des pierres, des terres et de la gangue mélangées à la mine, qui le remplit peu à peu.

Le fourneau *E, F, G*, ainsi que ceux *H, I* et *K, L* (1), jouissent de l'amélioration de celui *Q, R* ;

(1) J'ai vu se servir avec beaucoup d'avantage, en 1786 (*vieux style*), à la mine d'antimoine de la Ramée, près de Pouzaugue, département de la Vendée, du fourneau circulaire

ils ont de plus l'avantage de ne pas exiger le renouvellement des creusets cassés pendant l'opération, et de permettre de retirer les dépôts de pierre et gangue, restés sur le sol du fourneau.

Pour vaporiser le soufre de l'antimoine sulfuré et oxider le métal, on fait usage d'un fourneau de réverbère simple *S, T*, ou d'un fourneau de

(*fig. K, L*), pour séparer l'antimoine de sa gangue par la fusion. On y avait anciennement fondu dans des pots de terre analogues à ceux figurés *A, B*, et disposés en file à la suite les uns des autres; mais on avait abandonné cette méthode minutieuse et coûteuse, pour fondre sur l'âtre incliné d'une espèce de four ordinaire, situé en plein air, ayant cinq pieds de diamètre, incliné vers le côté opposé à la chauffe, où il y avait une rigole qui conduisait le métal, aussitôt qu'il était fondu, dans une chaudière de fer fondu placée au dehors. Il avait moins de hauteur au milieu que celui *fig. L*; elle n'était que d'environ deux pieds: il y avait une cheminée étroite, pour le passage de la fumée, au côté opposé à la chauffe. On y employait du menu bois, que l'on jetait dans la chauffe par l'ouverture supérieure marquée *fig. L*; il y brûlait dans une position verticale. On faisait deux coulées l'hiver, trois l'été: on y jetait à la fois sept à huit quintaux de mine, qui, à la première coulée, y restaient quatre heures; et à la troisième deux heures seulement; alors on faisait une percée, laquelle donnait environ quatre quintaux d'antimoine sulfuré, que l'on nommait *antimoine cru*. On y consommait, pour les trois coulées, une corde de menu bois, de huit pieds de couche, quatre de hauteur et deux pieds et demi de longueur, du prix, alors, de 10 à 11 francs. Il y avait deux portes latérales et opposées: on en voit une *fig. L*; on les ouvrait toutes les deux à la fois; soit pour remiler la mine, soit pour retirer la gangue lorsque l'antimoine était fondu: l'ouvrier se plaçait vis-à-vis de la porte tournées du côté d'où venait le vent; malgré cela, il était souvent enveloppé de vapeurs considérables. (je l'ai été moi-même plusieurs fois), mais sans en être incommodé. J'ai fait part, en 1786, au C.^{en} Duhamel père, de ce fourneau, qu'il fit dessiner alors, et qu'il n'avait encore vu employer nulle part. Il serait bon de faire le sol en brâsqué légère.

(Note du C.^{en} Gillet-Laumont.)

réverbère

réverbère à double ou à plusieurs étages *U, V*, plus ou moins éloignés, pour recueillir le soufre qui se dégage dans l'opération.

Quant à la désoxidation de l'antimoine oxidé, et à la fusion du métal par la présence de la potasse, on peut employer un fourneau de réverbère *X, Y*, dans lequel les creusets se placent successivement, et se retirent à mesure que l'opération est faite, pour y en replacer d'autres; ou employer un fourneau à vent ou à soufflets, dans lequel on place plusieurs creusets, comme en *Z, Z'*, ou un seul creuset, comme en *AA, BB*.

Journ. des Mines, Vent. an VII.

Hh