

GRAND-DUCHÉ DE LUXEMBOURG
MINISTÈRE DES TRAVAUX PUBLICS
SERVICE GÉOLOGIQUE

Publications du Service géologique de Luxembourg

VOLUME VII.

Recherches en vue de la possibilité d'une
Exploitation industrielle du schiste bitumineux
du Toarcien dans le Grand-Duché de Luxembourg

par

Gustave Faber

Avec 15 planches et figures

LUXEMBOURG 1947
SERVICE GÉOLOGIQUE DE LUXEMBOURG

AVANT - PROPOS.

Mon attention fut attirée sur le schiste à Posidonies en septembre 1900, lorsque je traversai pour la première fois la tranchée de chemin de fer entre Schouweiler et Bascharage, quelques jours après l'ouverture de la nouvelle ligne Pétange-Luxembourg. Cette curieuse formation géologique exerça sur moi un puissant attrait et je résolus de l'étudier de plus près.

Je visitais la tranchée plusieurs fois avec mon ami, le Docteur MICHEL LUCIUS, alors, comme moi, étudiant en sciences.

En 1909, dès que j'eus à ma disposition le laboratoire de chimie de l'Athénée de Luxembourg, je me mis au travail. Entre-temps, le schiste avait été mis à découvert sur une très grande étendue par les travaux de déblayement exécutés pour la construction de l'Usine d'Esch-Bel-Val.

Depuis 1909 j'ai poursuivi les recherches jusqu'à ce jour pendant mes moments de loisir, principalement dans les périodes de 1915—1924 et de 1935—1939. A partir de 1918, les travaux furent exécutés au laboratoire de chimie de l'Ecole industrielle et commerciale, aujourd'hui Lycée de garçons. J'eus comme collaborateurs successivement MM. HERBERT SCHAEFER, ingénieur-constructeur, VICTOR FRANÇOIS, pharmacien, AUGUSTE JUNGBLUT, ingénieur-chimiste, FRANÇOIS BOVÉ, ingénieur-chimiste.

Je rends hommage à leur collaboration éclairée et dévouée; l'aide de M. HERBERT SCHAEFER, qui s'est exercée pendant une très longue période, m'a été surtout précieuse. Qu'il trouve ici l'expression de mon souvenir amical et reconnaissant.

Je remplis un devoir bien agréable en nommant, avec des sentiments de gratitude, aussi ceux qui, d'une façon ou de l'autre, m'ont encore prêté leur appui dans mes travaux. Ce furent MM. J. P. AREND, CAM. ASCHMAN, LÉOP. BIVER, A. DERKUM, L. FRANK, EM. JACOBY, JACQUINOT, FÉL. JUNGBLUT, JUL. LAMORT, N. LAUX, ERN. DE MUYSER, EM. MAYRISCH, N. PROTH, JUL. RAZEN, P. SCHILTZ, R. SEIDEL, SELIGE, ROB. STUMPER, OSC. THILGES,

ARTH. THILL, JOS. WAGNER, ERN. WILHELMY, ALPH. WILLEMS.
et la famille WECKER-HARTZ.

Je remercie le Gouvernement en les personnes des Ministres BLUM, KRIER et MARGUE pour avoir rendu possible, par l'allocation d'un fonds spécial, l'acquisition d'appareils dépassant la puissance d'achat ordinaire d'un laboratoire d'enseignement.

Je salue la mémoire de M. PAUL WURTH qui m'a encouragé et secondé dans mes recherches dès 1915 et particulièrement au cours de l'année 1935.

Enfin, je m'en voudrais d'omettre dans cette liste le nom de M. JEAN MOOTZ, préparateur de chimie, qui, pendant plus de 20 années, m'a prêté en toutes circonstances, au laboratoire comme sur le terrain, son aide intelligente et dévouée.



PUBLICATIONS ANTÉRIEURES.

1. Recherches sur le Schiste bitumineux du Liasique Supérieur. «Gesellschaft Luxemburger Naturfreunde». Festschrift zur Feier des 25-jährigen Bestehens. Luxemburg. 1915.
2. Der Posidonienschiefer im Großherzogtum Luxemburg. «Gesellschaft Luxemburger Naturfreunde». Vereinsschrift. Jahrg. 1916.
3. L'Industrie des Schistes Bitumineux. Une industrie nouvelle à créer dans le Grand-Duché? Programme des cours de l'Athénée de Luxembourg (Gymnase), publié à la fin de l'année scolaire 1915—1916.
4. Le Thalassol. Bulletins de la «Société des Naturalistes Luxembourgeois». 1920.
5. Etude sur l'huile du Schiste à Posidonies. Programme des cours de l'Ecole ind. et com. de Luxembourg, publié à la fin de l'année scolaire 1923—1924.
6. Beitrag zur Kenntnis des Posidonienmeeres. Bulletins de la Société des Naturalistes Luxembourgeois». 1931.
7. Contribution à l'étude du schiste bitumineux toarcien. Revue technique Luxembourgeoise. Novembre-Décembre 1937.

Chapitre I. - Notions générales.

Définition.

Le schiste à Posidonies appartient au Lias supérieur ou Toarcien. Il doit son nom à sa texture feuilletée qui se manifeste surtout après altération par les agents atmosphériques, et à la présence, par endroits très fréquente, d'un bivalve fossile, la *Posidonomya Bronni* VOLTZ. C'est, au point de vue pétrographique, une marne ou une argile de couleur foncée, qui renferme, dispersées dans toute sa masse, des matières organiques d'origine animale et végétale se trouvant, en majeure partie, à l'état de ce que ENGLER a appelé «polybitume»; une faible quantité est arrivée au stade plus avancé de «catabitume» de cet auteur. On le range pour cela dans le groupe des schistes bitumineux. Il faudrait cependant éviter d'employer en l'occurrence le terme «schiste», car la texture feuilletée n'est pas due à un métamorphisme; elle est un effet de la sédimentation. KREJCI-GRAF¹⁾ propose d'appeler les roches de ce genre «marnes polybitumineuses» ou «argiles polybitumineuses». Ce même auteur fait remarquer avec raison que le terme allemand «Oelschiefer», qui correspond au terme «naphtoschiste», usité en France, et qui est appliqué au schiste à Posidonies et aux roches analogues, est encore impropre sous un autre rapport. En effet, ces roches ne contiennent pas de l'huile de naphte toute formée; elles ne la renferment pour ainsi dire qu'en puissance, à l'état potentiel, et c'est seulement sous l'action de la pyrogénéation qu'elles donnent naissance à un liquide comparable au pétrole brut. En France, on a introduit pour cette raison le nom «pyroschiste». Une autre appellation française, celle de schiste à kérogène, est acceptable dans sa seconde partie puisque, comme il sera dit plus loin, le terme «kérogène» se couvre en grande partie avec celui de «polybitume».

En Angleterre, les schistes bitumineux sont appelés «oil-shale». Si la première partie de ce terme est impropre, la seconde est parfaitement acceptable puisque «shale», par opposition à «shist», n'implique pas une transformation par métamorphisme.

C'est sous la réserve ainsi faite que nous emploierons dans l'exposé qui va suivre le terme «schiste bitumineux», encore généralement usité.

Usage des schistes bitumineux.

Les schistes bitumineux peuvent être utilisés de différentes façons:

1. Le plus souvent, ils sont soumis à la pyrogénéation ou carbonisation à basse température; ils sont alors chauffés à l'abri de l'air, dans des cornues, à une température ne dépassant pas 500°. Ils fournissent, dans ces conditions, une huile, l'huile brute, de l'eau ammoniacale, des gaz non condensables et un résidu, le coke de schiste, ou bien la cendre de schiste, suivant la façon dont la pyrogénéation est effectuée.

2. Le plus rationnel, semble-t-il, c'est de traiter les schistes bitumineux dans des gazogènes, en vue de la production de gaz combustibles. Le rendement thermique serait de 86 % en théorie et de 70 % dans la pratique, alors qu'il n'atteindrait que 30—40 % dans la pyrogénéation à basse température.²⁾ De nombreux essais ont été faits depuis une trentaine d'années pour arriver à une forme de gazogène spécialement adaptée aux schistes bitumineux; mais le type idéal, convenant surtout au traitement des schistes pauvres, n'a pas encore été réalisé.

Dans la région supérieure du gazogène les schistes subissent inévitablement la pyrogénéation à basse température et on peut donc aussi recueillir, dans ce genre de traitement, de l'huile brute, à moins qu'on ne préfère la gazéifier.

3. Les schistes bitumineux peuvent aussi être employés à la production de gaz d'éclairage. A cet effet, ils sont concassés et chauffés à l'abri de l'air à des températures comprises entre 1000 et 1300°; les vapeurs d'huile formées sont décomposées et transformées en gaz et en carbone. Ce carbone, comme celui qui reste dans le schiste après le départ des matières volatiles, réagit sur l'anhydride carbonique résultant de la décomposition du carbonate de calcium, contenu presque toujours dans les schistes; il se forme de l'oxyde de carbone. L'opération peut être effectuée dans les cornues ordinaires utilisées dans les usines à gaz.

Le rendement thermique est très faible; il était de 20 % dans un essai fait, en 1919, par RAU et V. D. BURCHARD dans l'usine à gaz de Tailfingen dans le Wurtemberg.³⁾ L'emploi du schiste bitumineux comme matière première en vue de la production de gaz d'éclairage ne pourrait être envisagé que dans une usine à gaz établie dans le voisinage immédiat d'un gisement de schiste.

4. Emploi comme combustible.

Les schistes bitumineux sont presque tous des combustibles pauvres; le schiste à Posidonies du Gr.-D. de Luxembourg équivaut

à peu près au sixième de son poids en houille. Ils laissent un résidu de cendres dont le volume est le même que celui du schiste brûlé.

Du point de vue économique, la combustion directe est la méthode la moins rationnelle de mise en valeur.

5. Extraction des matières bitumineuses.

Certaines roches bitumineuses abandonnent à des solvants appropriés une grande partie du bitume qu'elles contiennent et leur extraction peut donc être profitable. Comme nous le verrons plus loin les dissolvants organiques enlèvent au schiste à Posidonies une faible portion seulement de son bitume, celle qui s'y trouve à l'état de catabitume. Aussi ne mentionnons nous ce mode d'utilisation que pour être complet. Pour arriver à un pourcentage plus élevé de matière extractible, il faudrait dépolymériser le bitume par pyrogénéation; mais une extraction succédant à une pyrogénéation ne pourra être envisagée.

Les cendres de schiste se prêtent à la fabrication de briques agglomérées. Comme elles ont des propriétés hydrauliques, elles peuvent servir à fabriquer du ciment. Dans certaines régions elles ont été employées à l'amendement des terres; elles ont, en effet, une certaine action fertilisante, due à leur teneur en acide phosphorique et en potasse.

La présence de chaux vive ou de chaux éteinte a fait songer à les employer au dépilage des peaux en tannerie.

Principales industries schistières existantes.

Jetons un coup d'œil rapide sur les principales industries schistières utilisant des schistes bitumineux autres que le schiste à Posidonies.

Ecosse. Industrie très ancienne, datant du milieu du siècle passé (1845). Le schiste exploité appartient au Carboniférien; il est recouvert de bancs de houille et de minerai de fer. L'extraction se fait par puits et galeries.

France. Dans les bassins de Buxière (Allier) et d'Autun (Saône-et-Loire) on soumet à la pyrogénéation un schiste permien qui est extrait par puits et galeries. Cette industrie est plus ancienne que l'industrie écossaise; elle date de 1838. Le rendement, voisin de celui des schistes écossais, est de 90 litres par tonne.

Suède. Ce pays possède de puissants dépôts de schistes bitumineux cambro-siluriens, exploitables à ciel ouvert, mais plus pauvres que les schistes écossais et français; le rendement en huile brute est

compris entre 4 et 6 %. L'industrie schistière suédoise compte quelques dizaines d'années; il existe une usine de pyrogénéation à Kinne-Kleva.

E s t h o n i e. A proximité du golfe de Finlande on rencontre plusieurs lits de schiste bitumineux enfermés dans un dépôt de calcaire silurien. Ce schiste, appelé kuckersite d'après le nom d'une localité (Kuckers), contient 50 % de matière organique et même davantage. On l'emploie comme combustible dans les locomotives et il sert aussi à produire de l'huile brute; le rendement est de 25 %. Les premiers essais de pyrogénéation datent de 1919; quelques années plus tard l'exploitation industrielle fut entreprise et pour 1938 la production d'huile brute était estimée à 150 000 tonnes.

Actuellement, une immense usine à gaz serait envisagée pour la région de Kochla-Jarve, devant approvisionner la ville de Léninegrad. On compte majorer l'extraction du schiste de façon qu'elle atteigne 8,7 millions de tonnes en 1950.

M a n d c h o u r i e. D'origine assez récente, l'industrie schistière de ce pays se développa rapidement. La Compagnie des Chemins de Fer de Mandchourie possède dans la province de Fushun un gisement de schiste bitumineux associé à du charbon; le rendement en huile brute est de 5—6 %. En 1923, la Compagnie envoya environ 500 tonnes de schiste à une société écossaise afin de connaître les possibilités industrielles. En 1924, elle installa une usine pilote pouvant traiter 10 tonnes de schiste par jour. Peu après, elle construisit une petite installation de 50 tonnes par jour, qu'elle agrandit en 1929. En 1939, elle disposait de 160 fours, chacun d'une capacité de 50 tonnes par jour.

Mentionnons enfin l'industrie schistière de S e e f e l d , au Tirol, et celle de M e s s e l , près de Darmstadt. L'huile de Seefeld fournit la matière première pour la fabrication de l'Ichthyol; l'huile de Messel sert à fabriquer des huiles minérales et le Tuménol, produit antiseptique.

Nous parlerons plus loin des entreprises de pyrogénéation du Schiste à Posidonies.

Chapitre II. - Historique du gisement luxembourgeois.

Dans sa «Description géognostique du Gr.-D. de Luxembourg», parue à Bruxelles en 1828, ENGELSPACH-LARIVIÈRE parle du schiste bitumineux; il appelle cependant l'attention principalement sur les amas de lignite y inclus. ⁴⁾

En 1844, M. ORIANNE d'Arlon, avait construit une usine de pyrogénéation du schiste à Aubange, près de la frontière luxembourgeoise. ⁵⁾

Le premier qui ait tenté de mettre en valeur le schiste à Posidonies dans le Gr.-D. de Luxembourg fut M. DE PRÉMOREL de Differdange, qui envisageait son emploi comme combustible. Il avait entrepris des essais de combustion dans un fourneau de dimensions ordinaires. Dans une «Note sur l'emploi du schiste comme combustible», publiée en 1853, ⁶⁾ il manifeste l'espoir «que l'on pourra utiliser le schiste au chauffage des appartements et à la cuisson des légumes; il pense aussi que l'industrie pourra s'emparer du nouveau combustible dont le prix est presque nul, attendu la quantité incalculable qui en existe et le peu de frais que demande son extraction.

«M. DE PRÉMOREL engage la société à rechercher, si du schiste pris ailleurs et à différentes profondeurs, ne contiendrait pas plus de principes combustibles que celui extrait à Differdange.

«M. DE PRÉMOREL avait déjà étudié le schiste sous le rapport de ses qualités fertilisantes; il a fait, à ce sujet, une communication à la société d'Agriculture du Grand-Duché. M. WELLENSTEIN de Dreibern a fait connaître par une lettre insérée dans le 39^e bulletin de cette société l'excellent effet que produit le schiste sur la végétation de la vigne.

«Dans les environs de Sedan, l'usage du schiste naturel et brûlé est apprécié depuis plus de 40 ans; brûlé, il fait, sous le nom de cendres de Flize, l'objet d'un commerce assez étendu.

«Toutes les communes qui avoisinent les endroits d'où l'on extrait le schiste, lui doivent un accroissement considérable de leurs produits agricoles.»

En 1857, FR. FISCHER junior ⁷⁾ en décrivant les richesses minérales du Gr.-Duché de Luxembourg, releva l'importance que le schiste à Posidonies pourrait avoir comme source de chaleur. Voici comment il s'exprime:

«Das Großherzogtum Luxemburg, sowie die belgische Provinz Luxemburg, die umgrenzenden Departements in Frankreich bergen mächtige Ablagerungen von bituminösen Mergeln der Liasformation.

«Andere Länder wußten aus diesem Rohstoff Nutzen zu ziehen, zum Bessern der Äcker, zur Produktion von Brennölen, Schmierölen, Asphalt, Paraffin.

«Bisher wurden bei uns noch keine ernsten Versuche zu ihrer Anwendung gemacht; bedenkt man aber, daß diese Schiefer oft bis 20 % Brennstoff enthalten, daß sie am Licht angezündet fortbrennen, daß selbe sich in anhaltenden Schichten von mehreren Fuß Dicke, welche viele Quadratstunden bedecken, vorfinden, so verdient dieser Gegenstand gewiß die größte Aufmerksamkeit. Wüßte man diesen Brennstoff wohlfeil zu trennen, seine Heizkraft in den Industrien anzuwenden, so wäre unser Land reich und hätte es keines fremden Brennmaterials, der Steinkohlen, nötig.

«Die Unmöglichkeit ihrer Verwertung zu diesem Zwecke ist mir durchaus nicht bewiesen, und habe ich im Gegenteil die Ueberzeugung, daß dieselben binnen kurzem schon hierzu angewandt werden. Welch eine Veränderung in Bezug auf Reichtum und Industrie unseres Landes hierdurch eintreten würde, braucht nicht weiter erörtert zu werden, und verdient daher dieser Gegenstand die Aufmerksamkeit unserer Regierung und der Industrie.»

Ce chaleureux appel n'eut pas de suite.

Dans «l'Aperçu général de la constitution géologique et de la richesse minérale du Luxembourg» ⁸⁾ de CH. CLEMENT, nous trouvons le passage suivant:

«Le schiste bitumineux a été exploité à Aubange pour en tirer du gaz, des huiles et du goudron. On l'a brûlé à Ruette pour le convertir en cendres destinées à l'amendement des terres. L'analyse nous y a fait découvrir du calcaire, du gypse, de la pyrite, de l'argile et 9 à 10 % de bitume. Dans le Grand-Duché il est l'objet d'une industrie nouvelle. On le change en un excellent ciment par calcination effectuée dans des fours spéciaux. C'est ce ciment qui a remplacé avec avantage, et exclusivement, toute autre espèce de ciment dans les grands ouvrages d'art du rail-way à travers les fortifications de Luxembourg (Rapport de la Chambre de commerce de Luxembourg).» ⁹⁾

N. WIES, dans son Guide de la Carte Géologique du Grand-Duché de Luxembourg, ¹⁰⁾ fait mention des essais de M. Orianne.

Nous devons à VAN KERKHOFF les premières analyses quantitatives du schiste luxembourgeois ¹¹⁾.

H. PÉTRY, dans sa «Description Géologique du Grand-Duché de Luxembourg», ajoute un détail nouveau sur l'emploi du schiste.

«Lorsque ces marnes (schisteuses) ont éprouvé un certain degré d'altération, elles deviennent grisâtres et jaunâtres, grasses au toucher; on les emploie alors à faire des briques, des tuiles et des tuyaux». ¹²⁾ L'auteur fait sans doute allusion à l'emploi du schiste comme matière première dans les briqueteries de Bettembourg et d'Esch. Le bitume donne lieu à une économie appréciable de combustible à la briqueterie de Bettembourg, seule encore en marche à l'heure actuelle.

En 1890, une société avait demandé auprès du Gouvernement l'autorisation d'exploiter le schiste de la région de Bettembourg-Dudelange pour en retirer des huiles et des matières charbonneuses. La demande fut déclinée sur l'avis défavorable de l'Administration des Mines, qui avait jugé probablement que la pyrogénéation du schiste ne serait pas lucrative et que les matières charbonneuses (= lignite) se trouvaient en quantité trop faible pour couvrir les dépenses d'une exploitation.

En 1915, un projet pour la construction d'une usine de pyrogénéation à Bettembourg avait été conçu; il n'a pas été exécuté.

La même année, M. PAUL WURTH, avait bien voulu nous permettre de faire un essai de combustion avec du schiste de la grande tranchée de Schouweiler sur la grille mobile de l'Acierie de Hollerich. Le schiste brûlait fort bien, mais la quantité de chaleur dégagée dans l'unité de temps ne suffisait pas pour les besoins des services, étant donné que le schiste ne vaut que le sixième de son poids en houille.

Dans la suite, M. PIERRE SCHILTZ aborda, lui-aussi, le problème de l'utilisation du schiste bitumineux; il publia les résultats de ses recherches et ses vues en 1923 ¹³⁾ et 1925 ¹⁴⁾. Pour la pyrogénéation il se servait d'un four cylindrique rotatif, chauffé au gaz. M. SCHILTZ considère le schiste comme une de nos richesses nationales et pense qu'il faudrait aborder sérieusement la question de sa mise en valeur.

En 1918, 1931 et 1936 des voix se sont fait entendre dans la presse indigène en faveur de l'exploitation du schiste. Nous nous bornerons à renvoyer aux articles en question: *Vom Erze strotzen unsere Berge. Der Wegweiser*, N° 7 du 31 août 1918. — Les schistes bitumineux en Lorraine et en Luxembourg. *Indépendance Luxembourgeoise* du 21 juin 1931. — *Neue Verwertungsmöglichkeiten für den einheimischen Oelschiefer. Luxemburger Zeitung* du 19 août 1936.

En séance de la Chambre des Députés du 30 mars 1938, à l'occasion du vote du budget, M. le député ERPELDING engagea le Gouvernement à faire procéder à des travaux de prospection en vue d'une exploitation éventuelle du schiste.

Dans la presse de l'étranger ma publication de 1916 (N° 3) avait suscité quelque attention; elle a été commentée dans les articles

suivants: «Zur Lage der europäischen Schieferölindustrie mit besonderer Berücksichtigung Luxemburgs. »Petroleum» 1916. XI. Jahrg. N° 24, p. 1308—1315. — O. Debatin, Oel aus Schiefer. «Der Bergbau». N° 6 du 7 février 1918. — Schieferöl par ED. GRAEFE, dans Ullmann, Enzyklopädie der techn. Chemie. Volume 10, 1922, p. 77 et 78. Dans l'édition de 1932 le passage concernant le schiste luxembourgeois n'a pas été reproduit.

Chapitre III. - Description du gisement luxembourgeois.

A. Stratigraphie.

D'après les recherches de M. MICHEL LUCIUS, chef du Service géologique, le Lias supérieur ou Toarcien du Grand-Duché de Luxembourg se subdivise comme suit:

Lias supérieur ou Toarcien	Couches à <i>Lytoceras jurensis</i> Lias zeta	Schistes à <i>Ammonites fallaciosus</i> Grès à <i>Ammonites striatulus</i> Marnes à <i>Ammonites striatulus</i>
		Couches à <i>Posidonomya</i> <i>Bronni</i> -Lias epsilon (Schistes bitumineux)

La puissance des Couches à *Posidonomya Bronni* (Lias epsilon) varie de 35—45 m. C'est en se basant sur la fréquence plus ou moins grande du fossile caractéristique, de la *Posidonomya Bronni*, et de nodules calcaireux, également caractéristiques pour l'assise, que M. LUCIUS a pu distinguer les deux horizons indiqués dans le tableau ci-dessus: l'horizon inférieur, où la *Posidonomya Bronni* est très répandue, les Schistes à *Posidonies*, épais de 18—20 m, et

l'horizon supérieur, caractérisé surtout par l'abondance des nodules calcaireux, les Schistes à *Hildoceras bifrons*, épais de 20—25 m.¹⁵⁾

Le mur des Schistes à Posidonies est formé par les Couches à *Ammonites spinatus*, assise supérieure du Lias moyen, facile à reconnaître. D'ailleurs, les Schistes à Posidonies renferment, tout près de leur base, un banc de calcaire argileux fétide, gris-bleu, de 0,10—0,15 m, riche en bélemnites. La rencontre de ce banc annonce donc la base des Schistes. La fixation du toit est moins aisée à cause du passage presque insensible d'un horizon dans l'autre. La teneur en bitume atteint des proportions intéressantes seulement dans les lits inférieurs, d'une puissance totale de 10—12 m; cette partie du gisement viendrait seule en ligne de compte pour une exploitation.

A une distance de 3—4 m de la base, donc des Couches à *Ammonites spinatus*, s'intercale un banc continu de calcaire pouvant atteindre une puissance de 0,50 m. Par endroits, il y a à ce niveau deux bancs de calcaire au lieu d'un seul.

En dehors des couches de schiste, des bancs de calcaire et des nodules calcaireux il faut signaler comme éléments constitutifs de l'étage la pyrite, le gypse, le lignite et la vivianite.

B. Tectonique.

Le *pendage* des couches est de 1° à 1,5°, en direction sud-ouest. Cependant, des plis peu prononcés engendrent de larges synclinaux et anticlinaux de direction NE-SW, dont les versants accusent des angles de 2°—3°.

Le gisement est affecté par plusieurs *failles* de direction SW-NE, savoir:

- a) la faille de Differdange avec un rejet de 10 m environ de la lèvre N-W; elle peut être observée au km 6.370, compté à partir de Pétange, de la voie de chemin de fer Pétange-Luxembourg, tout près de la halte de Schouweiler;
- b) la faille d'Audun-le-Tiche; le rejet de la lèvre N-W, de 40 m à Esch, se réduit à 20 m à Bergem;
- c) la faille dite «médiane»; elle meurt dans la région de l'affleurement du schiste.

Etant donné la quantité de schiste qui se trouve en dehors du champ de ces failles, on pourrait négliger l'existence de celles-ci au cas que le schiste fût exploité. Il convient cependant de faire remarquer que des failles secondaires avec faible rejet, qui viennent hacher le gisement le long des failles principales, ont pour effet de déranger la continuité horizontale en juxtaposant des lits de schiste ayant des teneurs différentes en bitume.

De nombreuses *fractures* (diaclasses), presque verticales, non accompagnées de dénivellation (rejet) sillonnent le massif du Schiste à Posidonies et le divisent en de grands blocs séparés par des fentes, parfois larges de 1—2 cm. Fréquemment, ces fentes sont remplies de calcite. Entre Schouweiler et Bascharage elles se coupent suivant deux directions qui prédominent: l'une, orientée à peu près du nord au sud; l'autre, formant avec la première un angle voisin de 100°. ¹⁶⁾ Par suite de l'existence de ces diaclasses, les fronts de taille dans les carrières et les tranchées s'effondrent au bout de peu de temps.

C. Fossiles.

Le Schiste à Posidonies est généralement riche en fossiles; souvent les plaques de schiste en sont parsemées. Le relevé donné par M. LUCIUS ¹⁷⁾ comprend 33 genres représentés par 46 espèces, qui se répartissent comme suit:

	Genres	Espèces
Plantes	2	3
Echinodermes.	1	2
Brachiopodes	3	4
Lamellibranches	14	18
Gastéropodes	2	2
Bélemnites	1	6
Ammonites	7	8
Poissons	2	2
Reptiles	1	1?
	33	46

Sur le terrain on constate que les Lamellibranches, les Bélemnites et les Ammonites prédominent.

Parmi les Lamellibranches nous avons rencontré en abondance *Plicatula spinosa* Sow. (surtout à Bettembourg), *Posidonomya Bronni* Voltz., *Posidonomya Bronni* var. *magna* Voltz., *Inoceramus dubius* Sow.;

parmi les Bélemnites, *Bélemnites paxillosus* Schloth. et *B. tripartitus* Schloth.;

parmi les Ammonites, *Coeloceras commune* Sow. et *Pseudolioceras lythense* Y. et B.

Les Posidonies, qui ont donné au schiste son nom, ne sont pas aussi généralement répandues qu'on serait tenté de le croire. Elles sont limitées à certains niveaux; de plus, alors qu'elles sont très fréquentes par endroits de façon à se toucher et même à se recouvrir

partiellement, elles sont rares ou manquent ailleurs. La même constatation a été faite pour le Schiste à Posidonies du Wurtemberg¹⁸⁾ et de France¹⁹⁾.

B. HAUFF émet, pour le Wurtemberg, l'opinion suivante: La Posidonomya v. p. n'y serait pas autochtone; sa répartition irrégulière serait à attribuer à des charriages par courants; les posidonies seraient de nature pseudo-planctonique.

Deux espèces de poissons ont été rencontrées dans nos fouilles: *Leptolepis Bronni* Ag. et *Tetragonolepis discus* Egert, la première assez souvent, la seconde jusqu'à présent en un seul exemplaire.

Leptolepis Bronni semble constituer un horizon bien défini. Au km 5.450 de la ligne de chemin de fer Pétange-Luxembourg nous avons observé à la cote 324.50²⁰⁾ et sur un emplacement restreint quatre empreintes complètes de ce poisson, six empreintes de crânes et une dizaine de colonnes vertébrales. De nombreuses vertèbres et côtes isolées semblent provenir du même poisson. B. HAUFF fait remarquer que, pour ce qui concerne le Wurtemberg, tout porte à croire que les poissons apparaissent sporadiquement dans la mer posidonienne et qu'ils n'étaient pas autochtones aux lieux de leur sépulture. Il se demande si leur apparition n'était pas due à quelque contrainte.

Les *Ichthyosaures* sont les plus intéressantes de toutes les trouvailles. Il convient de relever surtout celles qui furent faites, en 1933, par M. ERNEST DE MUYSER, à l'occasion de travaux d'élargissement exécutés sur la voie Pétange-Luxembourg. Deux squelettes, dont l'un tout à fait complet et l'autre presque complet, ont pu être mis à jour. Un demi-corps d'un troisième individu et des parties d'un crâne de grandes dimensions ont été recueillis à la même occasion.

Dans la carrière de la briqueterie d'Esch, M. FÉLIX HEUERTZ avait trouvé, en 1916, un crâne d'Ichthyosaure, un bassin, un fragment de la région pectorale et plusieurs vertèbres²¹⁾.

D. Topographie et étendue du gisement.

L'affleurement des Couches à Posidonies forme une plaine au pied de la falaise doggérienne; un escarpement doux marquant le passage de la plaine à la falaise est constitué par l'étage à *Lytoceras jurense* (LUCIUS).

Les Couches à Posidonies apparaissent à la surface ou se rencontrent à une faible profondeur sur une superficie de 80—90 kilomètres-carrés environ, dans les cantons d'Esch et de Capellen.

La carte de la figure 3, dressée par le Service géologique d'après les levés de M. LUCIUS, fait voir les affleurements des Schistes à Posidonies 1 o¹ (Schistes bitumineux proprement dits) et ceux des Schistes à Hildoceras bifrons 1 o², recouvrant les premiers.

Vers le nord et le nord-est, les Couches à Posidonies viennent expirer sur les Couches à Amomnites spinatus du Lias moyen. A l'ouest, elles dépassent la frontière belgo-luxembourgeoise vers Athus et Aubange. Au sud, elles disparaissent sous les Couches à Lytoceras jurense le long d'une ligne passant par Lamadeleine, Niedercorn, Belvaux, Esch, Schiffange, Tétange et Dudelange. Au sud de Dudelange, les Couches à Posidonies apparaissent dans les tranchées de la ligne de Bettembourg-Thionville.

Etant donné que seule une exploitation à ciel ouvert viendrait en ligne de compte, une grande partie du gisement se trouverait soustraite à une utilisation éventuelle par suite du fait que le terrain est occupé par des usines, des gares ou par des villes et des villages. Par ailleurs, le recouvrement des assises les plus riches est trop considérable. La région de Schouweiler-Bascharage semble être la plus intéressante pour les raisons que voici: la teneur en bitume y est assez élevée, les voies de communications sont bonnes; il y a de grandes surfaces non bâties, le recouvrement des lits plus riches en bitume est faible ou ne dépasse pas la limite tolérée.

La superficie du schiste qui pourrait être exploitée à ciel ouvert dans la supposition d'un rapport déblai/roche exploitable = $\frac{1}{4}$ a été évaluée par M. LUCIUS à 3600 ha, soit 36 kilomètres-carrés. En admettant une épaisseur moyenne de 8 m et une densité de 1,8, on arrive à une provision de 518 400 000 tonnes, soit, en chiffres ronds, 500 millions de tonnes de schiste.

E. Puissance du gisement.

Comme le passage des Schistes à Posidonies aux Schistes à Hildoceras bifrons est pour ainsi dire insensible, les deux présentant des caractères lithologiques très voisins, comme d'autre part le fossile caractéristique, la Posidonomya Bronni, se trouve aussi bien dans les Schistes à Hildoceras bifrons que dans les Schistes à Posidonies, bien que moins fréquemment, il n'est pas étonnant que les données sur la puissance du schiste bitumineux soit divergentes.

Voici d'abord quelques citations:

EMILE D'HUART, Les Eaux minérales luxembourgeoises: «Le trou de forage de la source de Bel-Val traverse d'abord quelques mètres



Fig. 1. Schiste bitumineux à Differdange
(travaux de fondation-Usine).
(Phot. Jules Welter)



Fig. 2. Schiste bitumineux dans une tranchée entre
les stations de Bascharage et de Schouweiler
(km. 4.692-5.525) (Phot. Neubronner)

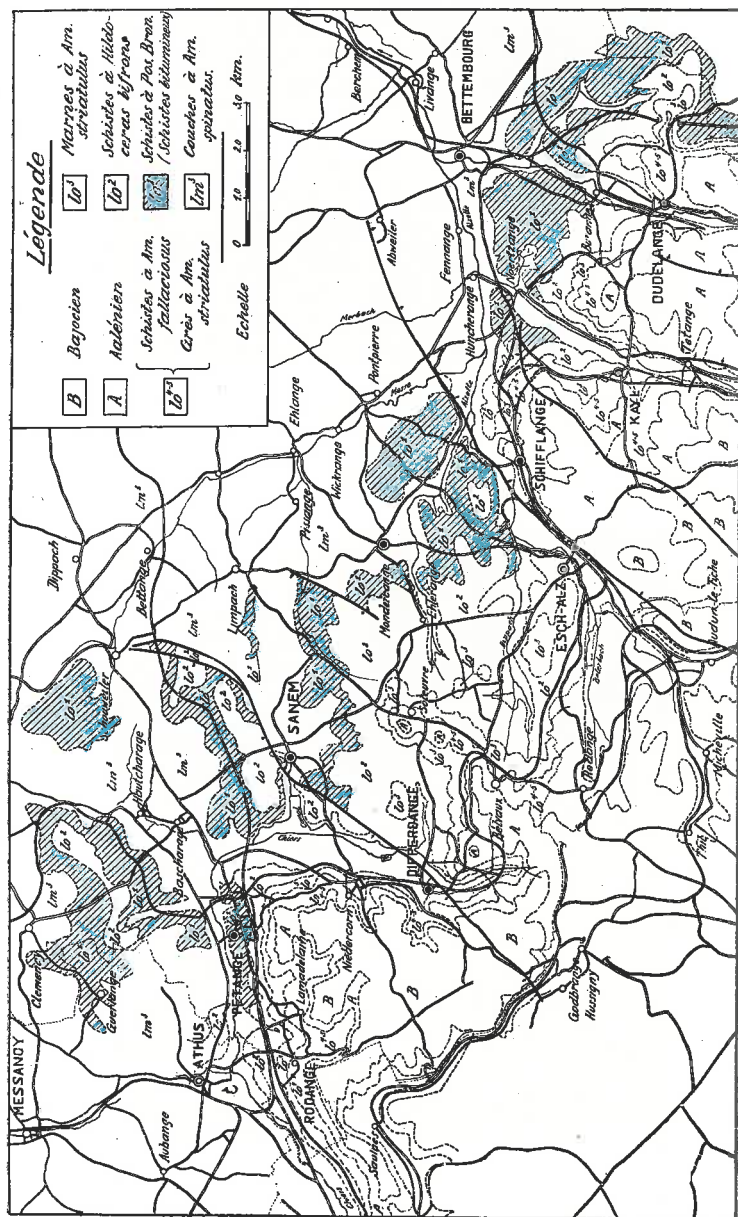


Fig. 3.

d'alluvions argileuses pour pénétrer ensuite jusqu'à une trentaine de mètres dans le schiste bitumineux.»

CHARLES LIMPACH, Hydrologisch-Geologische Notizen: Cet auteur relate que dans un sondage que fit exécuter, en 1900, la Société métallurgique de Differdange pour se procurer de l'eau, on rencontra d'abord 3.50 m d'alluvions, puis 40.50 m de schiste à Posidonies, ensuite 17 m de Macigno et enfin 140 m de marnes gris-bleu.

H. JOLY, Observations sur le sondage de Longwy: «Le sondage exécuté en 1907, rencontra, à une profondeur de 86 m, sur une épaisseur de 8 m, des marnes feuilletées bitumineuses du Lias supérieur et, à 94 m, des schistes bitumineux (schistes à Posidonies) d'une puissance de 12 m.»

L. VAN WERVEKE, Erläuterungen, etc.: L'auteur dit que le Lias supérieur débute avec des schistes bitumineux facilement reconnaissables, d'une puissance de 10—12 m.

Voici quelques autres données:

P. SCHILTZ, Die Wege des Eisens etc.: Puissance constatée dans un sondage exécuté à Differdange, en 1933: 22 m; à Saulnes: 23 m.

Puits de forage exécuté en 1904, près du moulin de Bascharage: 4 m de lehm, 1 m de marne compacte, 14.50 m de schiste bitumineux, ensuite Macigno. (D'après un rapport fait en 1907 à l'Administration communale de Bascharage par CH. LIMPACH. — Documents géologiques et minéralogiques publiés par M. MARCEL HEUERTZ, Bulletins Mensuels de la Société des Naturalistes Luxembourgeois. 1934.)

Voilà pour la puissance totale. Et voici des données que nous avons obtenues par des mesures faites dans les affleurements ou lors de l'exécution de travaux de prospection ou de terrassement:

Carrière de la briqueterie d'Esch	5.00 m
» » » de Bettembourg	7.00 »
Fondation de la nouvelle centrale électrique (Usine de Differdange, 1939)	5.40 »
Puits de la Société Solhyd à Bascharage	4.00 » *
Au km 5.100 de la ligne de chemin de fer Pétange-Luxembourg	9.10 » *
» » 5.314	4.20 »
» » 5.456	1.60 » *
» » 6.373	3.90 »
» » 6.425	1.40 » *
» » 6.450	3.80 »
» » 6.500	3.50 »
» » 6.550	1.80 »

Pour les données marquées d'un astérisque le mur avait été atteint.

F. Coupes et Profils.

Parmi les coupes de quelque importance il convient de citer les suivantes:

Tranchée de chemin de fer de la ligne Pétange-Luxembourg,
du km 1.025 au km 1.090;

»	»	»	»	»	1.834	»	»	2.300;
»	»	»	»	»	2.594	»	»	3.336;
»	»	»	»	»	3.782	»	»	4.259;
»	»	»	»	»	4.692	»	»	5.525;
»	»	»	»	»	5.992	»	»	7.000;

Tranchée de chemin de fer entre Pétange et Differdange;

»	»	près de la gare de Hautcharage;
»	»	entre Bettembourg et Noertzange (côté Bettembourg);
»	»	au sortir du tunnel entre Dudelange et Zoufftgen (côté sud);
»	»	près de la gare de Noertzange;

Tranchée sur la route de Sanem à la gare de Bascharage, non loin
de celle-ci;

Tranchée sur la route de Huncherange à Noertzange (Noertzen-
Kopp);

Terrain de l'usine de Differdange, près du moulin pour scories
Thomas;

Carrière de la briqueterie d'Esch;

Carrière de la briqueterie de Bettembourg.

C'est à Bettembourg et dans la tranchée entre les km 4.692 et 5.525 de la ligne Pétange-Luxembourg (fig. 2) que se trouvent les plus belles coupes.

En automne 1918, nous avons pu faire creuser un puits dans le schiste bitumineux à Sanem. Voici les notes prises au cours des travaux par M. HERBERT SCHAEFFER:

Profondeur	Observations
0 — 0.3 m	Terre arable.
0.3 — 1.5 m	«Lehm» gris-clair, ferrugineux avec des fragments de fossiles; dans les couches inférieures on reconnaît nettement la texture feuilletée, surtout après dessiccation.
1.5 — 2.2 m	Le «lehm» passe insensiblement au schiste; à partir de 2.2 m la présence de bitume est manifeste.
2.2 — 3.0 m	Schiste bitumineux fortement altéré: Dans les fentes et les interstices, abondance de gypse. La roche a une texture feuilletée; jaune-brun sur les cassures; de nombreuses Posidonies (petite variété).
3.0 — 4.0 m	Schiste bitumineux, plus sombre sur les cassures; gypse; de nombreuses empreintes de fossiles.
4.0 — 5.2 m	Schiste bitumineux avec pyrite; brun sur les cassures; les posidonies sont moins nombreuses.
5.2 — 6.0 m	A partir de 5,2 m le schiste devient dur et noir, sans aucune transition. Les nodules de pyrite sont nombreux; absence de gypse. Les posidonies sont plus rares; Coeloc. commune, en exemplaires de 3—5 cm de diamètre, devient plus fréquent. En somme les fossiles sont plutôt rares. La teneur en bitume augmente.
6.0 — 7.0 m	Le schiste garde la même apparence; il est cependant plus dur. A 6.5 m on rencontre un banc de calcaire, épais d'environ 2 cm et contenant des bélemnites. Entre 6.0 et 6.5 m quelques concrétions calcaires ont été recueillies.
7.0 — 8.0 m	Le schiste devient de plus en plus dur et il faut avoir recours à des explosifs. Coeloceras commune augmente en nombre; les posidonies disparaissent.
8.0 — 9.0 m	Même apparence; sur une assise de «lehm» de l'eau suinte à 8.50 m.
9.0 — 12.0 m	L'apparence du schiste ne change pas; on peut enlever des bancs épais de 10—30 cm. L'espèce Coeloc. commune se présente en masses.

Des cassures, larges de 1 à 2 cm, traversent le gisement de schiste.

L'apparition de grandes masses d'eau (la saison était fort pluvieuse) et l'accumulation de gaz délétères²²⁾ rendaient les travaux très pénibles et ceux-ci furent arrêtés. Aucun indice ne faisait présumer qu'on avait atteint la base du gisement bitumineux.

A la même époque, un second puits fut creusé dans la forêt dite «Hoerchen». Il fut poussé jusqu'à une profondeur de 12 m également; les travaux furent arrêtés pour les mêmes raisons. Voici les notes prises au cours du creusement de ce puits par M. HERBERT SCHAEFER:

Profondeur	Observations
0.0 — 0.6 m	Terre arable et «lehm».
0.6 — 3.0 m	Marne brune avec beaucoup de gypse; pas de traces de fossiles.
3.0 — 6.0 m	Couches à texture feuilletée alternant avec d'autres où une telle texture est à peine perceptible. A 3.5 m des traces de bitume peuvent être constatées. La roche est imprégnée de gypse; les fossiles sont rares.
6.0 — 8.2 m	La texture feuilletée est très nette. A 6.5 m on rencontre une couche de nodules calcaireux avec Pseudolit. lythense. La présence de matières bitumineuses est manifeste.
8.2 — 12.0 m	Sans transition aucune la roche devient plus dure. On rencontre fréquemment des exemplaires de Pseudolit. lyth. et de Posidonomya Bronni var. magna; par contre, Coeloceras commune est très rare. Il n'y a pas de gypse, mais de la pyrite. On n'a pas observé des fractures en cet endroit.

Carrière de la briqueterie de Bettembourg (profil dressé par M. P. SCHILTZ). ²⁸⁾

	Profondeur	Puissance	
I	0 — 0.70 m	0.70 m	Lehm diluvien
IIa	0.70 — 1.40 m	0.70 m	Schiste fortement altéré, couleur de rouille
IIb	1.40 — 2.65 m	1.25 m	Schiste en feuilles minces, en partie altéré, gris à l'état humide
III	2.65 — 3.75 m	1.10 m	Schiste bleu-noir à l'état humide
IV	3.75 — 6.15 m	2.40 m	Schiste en bancs, sans trace de texture feuilletée
V	6.15 — 6.65 m	0.50 m	Calcaire
VI	6.65 — 8.25 m	1.60 m	Schiste marneux facile à émietter
	8.25 — 8.45 m	0.20 m	Gypse en petits nodules
VII	8.45 — 8.75 m	0.30 m	Intercalation schisteuse, brune
VIII	8.75 — 10.95 m	2.20 m	Schiste marneux facile à émietter
IX	10.95 — ?		Schiste à texture feuilletée très nette, noir foncé à l'état humide.

Chapitre IV. - Le Schiste à Posidonies dans les pays limitrophes.

A. En Belgique.

Le gisement de schiste du Grand-Duché de Luxembourg s'étend au-delà de la frontière ouest dans la province du Luxembourg belge, où on le rencontre à Athus, à Aubange et Ruette.

Comme il a été dit précédemment, M. ORIANNE d'Arlon avait installé à Aubange, en 1844, une usine pour la distillation du schiste de la région; il abandonna son entreprise en 1849, parce qu'il n'arrivait pas à enlever aux huiles leur odeur pénétrante, les méthodes de raffinage alors employées étant encore imparfaites. «Le puits d'extraction se trouvait près de la gendarmerie actuelle d'Aubange. Il avait 24 m de profondeur; au bas existait une large galerie horizontale, d'où partaient deux autres galeries analogues d'égale longueur. La distillation du schiste durait 18 heures; une tonne de matières produisait 12,5 litres d'huile brute.»²⁴⁾

En 1870, une demande en concession des schistes bitumineux fut présentée à l'administration des Mines; elle n'eut aucune suite pratique.²⁵⁾

En 1926, MM. E. ASSELBERGHS et E. MERTENS avaient fait creuser trois puits sur le territoire d'Athus; voici quelques-unes des données recueillies par eux.²⁶⁾

	Cote	Epaisseur du recouvrem ^t .	Epaisseur du schiste	La zone d'altération descend à
Puits 1	305 m	1.80 m	1.30 m	2.20 m de profondeur
Puits 2	285 m	1.85 m	2.95 m	3.00 m "
Puits 3	285 m	2.00 m	3.00 m	3.00 m " env.
			au moins	

Un 4^{me} puits, creusé à la lisière du bois d'Aubange, a dû être abandonné; profond de 11 m, il n'avait pas encore atteint la tête de la couche bitumineuse.

Voici les conclusions auxquelles sont arrivés MM. ASSELBERGHS et MERTENS: «Les recherches faites nous permettent de conclure à l'existence, dans le sous-sol d'Aubange et d'Athus, d'une couche de schistes bitumineux dont l'épaisseur est supérieure à 3 mètres, mais ne peut dépasser 7 mètres.»

Dans le but de reconnaître la puissance maximum de la formation bitumineuse, M. CH. GUILLEAUME avait fait creuser 3 puits, dont les indications ont été complétées par celles d'un puits (N° 4), creusé sous la direction du service français des Ponts et Chaussées, en vue de fournir de l'eau à la ville de Mont-St.-Martin; en outre, plusieurs sondages avaient été effectués. La zone prospectée est située de part et d'autre de la frontière franco-belge, à cheval sur la route d'Aubange à Mont-St.-Martin. Les constatations faites se résument ainsi: ²⁷⁾

	Cote	Epaisseur du recouvrem ^t .	Epaisseur de la formation bitum.	Observations
Puits No 1	310 m	15.00 m	6.00 m	
2	290 m	3.50 m	16.00 m	La base du gisement n'a pas été atteinte
3	285 m	3.50 m	16.50 m	id.
4	265 m	3.50 m	18.00 m	Le Lias moyen a été atteint à la cote 245
Sondage a	280 m	3.50 m	21.50 m	Le Lias moyen n'a pas été atteint
b	280 m	3.50 m	23.00 m	Le Lias moyen a été atteint

Les quatre puits «ont rencontré des roches de caractères identiques. Le schiste bitumineux se présente en bancs de structure feuilletée, se débitant en larges lames très minces. On rencontre de minces couches de lignite. Le schiste brûle avec une légère flamme. L'ensemble est uniforme et comporte un banc gréseux très dur, bien localisé vers son centre.

Des venues importantes de gaz se sont manifestées au cours du creusement.»

En août et septembre 1936, des travaux de prospection ont été exécutés à Athus et à Aubange par M. PAUL WURTH; nous avons pu les suivre de près et analyser les échantillons.

A Athus, il s'agissait d'examiner la formation bitumineuse mise à découvert dans la grande tranchée à proximité des bâtiments de la station de chemin de fer. De nombreux échantillons ont été prélevés sur le flanc nord de cette tranchée; en outre, un puits de faible profondeur (0.80 m) avait été creusé au même endroit à partir du niveau des rails.

Le recouvrement, argileux, avait une puissance de 2 m. A partir de 2.10 m de la surface nous avons pris un échantillon tous les 10 cm;

nous sommes ainsi descendus jusqu'à une distance verticale de 11.20 m du bord de la tranchée. Comme les échantillons accusaient de faibles teneurs en bitume, nous avons abandonné la prospection à ce niveau et nous avons recommencé le prélèvement d'échantillons à partir du niveau des rails vers le haut, en remontant le flanc de la tranchée, et vers le bas, en creusant un puits de 0,80 m. A cause du trafic intense sur les voies nous n'avons pas pu aller plus bas.

Nous reproduisons ici nos annotations; les chiffres entre parenthèses indiquent le rendement en huile brute.

De 2.10 à 3.20 m: argile feuilletée, schisteuse (2.0 — 2.6 — 2.8 — 2.0 — 1.8 — 2.8 — 2.8 — 1.4 — 1.6 — 2.8 — 2.0 — 1.6 %).

à	3.30 m	schiste à texture irrégulière (1.6 %).
	3.40 m	id. (1.0 %).
	3.50 m	schiste dur (1.8 %).
	3.60 m	schiste à texture irrégulière (1.6 %).
	3.70 m	id. (2.4 %).
	3.80 m	schiste à texture irrégulière; Posidonies mal conservées (2.2 %).
	3.90 m	roche dure, compacte (2.4 %).
	4.00 m	id. (2.2 %).
	4.10 m	roche dure, compacte; empreinte d'une ammonite de grande taille (2.2 %).
	4.20 m	schiste à texture irrégulière, légèrement gréseux; empreinte d'une ammonite de grande taille (2.4 %).
	4.30 m	roche argileuse, non schisteuse; empreinte d' <i>Inoceramus</i> ? (1.9 %).
	4.40 m	roche argileuse, schistosité à peine marquée (2 %).
	4.50 m	roche en partie gréseuse; empreinte peu nette d'une ammonite de grande taille (1.6 %).
	4.60 m	roche argileuse à texture irrégulière; empreinte d'une ammonite de grande taille (2.2 %).
	4.70 m	roche argilo-gréseuse, à texture irrégulière (2.6 %).
	4.80 m	id.; empreinte d' <i>Inoceramus</i> ? (2.8 %).
	4.90 m	texture plus régulière, schistosité peu prononcée (2.4 %).
	5.00 m	compact; argilo-gréseux (2.6 %).
	5.10 m	schisteux; argilo-gréseux (3.0 %).
	5.20 m	schisteux; gréseux (2.0 %).
	5.30 m	schistosité irrégulière; gréseux (2.4 %).
	5.40 m	schistosité plus nette; gréseux; faible résistance (1.2 %).

5.50 m	schisteux; gréseux; empreinte de <i>Posidonomiya</i> var. magna? (2.6 ‰).
5.60 m	texture irrégulière; gréseux (1.4 ‰).
5.70 m	texture irrégulière; gréseux; empreinte mal conservée d'Ammonite (1.2 ‰).
5.80 m	(manque)
5.90 m	schisteux; argilo-gréseux (2.6 ‰).
6.00 m	texture irrégulière; gréseux; dur; ne ressemble point du tout à du schiste bitum.; (2.2 ‰).
6.10 m	Id., mais friable. (1.4 ‰).
6.20 m	Id. (0.8 ‰).
6.30 m	texture irrégulière, moins gréseux, plutôt argil. (2.8 ‰).
6.40 m	texture plus régulière; schisteux; dur; argilo-gréseux (3.0 ‰).
6.50 m	schisteux; dur; gréseux; traces de fossiles (3.2 ‰).
6.60 m	empreintes d'Ammonites et de Monotis (?) (3.2 ‰).
6.70 m	compact, schistosité peu prononcée (2.6 ‰).
6.80 m	id. (2.2 ‰).
6.90 — 7.20 m	schisteux; gréseux (2.2 — 2.4 — 2.6 — 2.2 ‰).
7.30 m	» » de nombreuses empreintes de fossiles mal conservées (3.0 ‰).
7.40 m	» » (2.0 ‰).
7.50 m	texture irrégulière (2.6 ‰).
7.60 m	id. (1.8 ‰).
7.70 m	schistosité nette; gréseux; traces de fossiles (Lamelli-branches (1.6 ‰).
7.80 m	assez fissile, mais gréseux (2.6 ‰).
7.90 m	un fragment de bélemnite (2.8 ‰).
8.00 m	schistosité nette, gréseux; un fragment de bélemnite (2.6 ‰).
8.10 m	ressemble à un grès argileux; traces de fossiles (0.8 ‰).
8.20 m	id. (1.8 ‰).
8.30 m	schistosité irrégulière, gréseux (2.8 ‰).
8.40 m	» » ; fragile; traces d'empreintes de Lamellibranches (3.4 ‰).
8.50 m	schistosité irrégulière, gréseux; fragile (2.8 ‰).
8.60 m	schisteux; gréseux (3.6 ‰).
8.70 m	schistosité moins régulière, gréseux (3.0 ‰).
8.80 m	schisteux; gréseux; traces de fossiles (2.6 ‰).

8.90 m	» » ; empreinte d'une ammonite de grande taille (2.8 ‰).
9.00 m	» » ; empreintes de Lamellibranches (= Posidonies?) (3.2 ‰).
9.10 m	» » ; traces d'empreintes d'ammonites (2.6 ‰).
9.20 m	» » » (3.2 ‰).
9.30 m	schistosité nette; empreintes d'ammonites (3.6 ‰).
9.40 m	» » ; gréseux; traces de fossiles (2.6 ‰).
9.50 m	schisteux; gréseux; petites côtes de poissons? (1.8 ‰).
9.60 m	(2.6 ‰).
9.70 m	compact; texture moins régulière (2.6 ‰).
9.80 m	schistosité nette; gréseux (2.6 ‰).
9.90 m	schisteux; gréseux; de nombreux fossiles (Lamellibranches, Ammonites de grande taille (2.6 ‰).
10.00 m	Ammonite de grande taille (2.6 ‰).
10.10 m	(2.6 ‰).
10.20 m	(2.2 ‰).
10.30 m	(1.6 ‰).
10.40 m	texture irrégulière; gréseux (1.4 ‰).
10.50 m	(2.4 ‰).
10.60 m	(2.2 ‰).
10.70 m	schisteux, compact (2.4 ‰).
10.80 m	id. » plus argileux (3.0 ‰).
10.90 m	Ammonite de grande taille (2.8 ‰).
11.00 m	(3.2 ‰).
11.10 m	manque.
11.20 m	argileux avec intercalations gréseuses; compact (1.8 ‰).

Lacune

à 50 cm au-dessus des rails: schisteux, gréseux, empreintes mal conservées de *Coeloceras* commune (2.6 ‰).

à 40 cm etc.	(2.6 ‰).
à 30 cm etc.	(2.2 ‰).
à 20 cm etc.	schisteux, plus argileux (2.6 ‰).
à 10 cm etc.	(2.0 ‰).

Niveau des rails (2.6 ‰).

à 10 cm sous le niveau des rails: schisteux, gréseux (2.4 ‰).

à 20 cm etc.	(4.0 ‰).
à 30 cm etc.	schisteux, argileux-gréseux (3.0 ‰).
à 40 cm etc.	schisteux, argileux (3.0 ‰).
à 50 cm etc.	nettement schisteux; argileux-gréseux (3.2 ‰).
à 60 cm etc.	schistosité régulière; dur (3.6 ‰).
à 70 cm etc.	texture irrégulière; compact (3.0 ‰).
à 80 cm etc.	compact (3.4 ‰).

Aucun échantillon n'avait l'aspect d'un schiste-carton. L'impression qui se dégage de l'aspect et de la faible teneur en bitume est que l'ensemble appartient à l'étage à *Hildoceras bifrons* et à la partie supérieure de l'étage des Schistes à *Posidonies*.

A A u b a n g e, un puits fut creusé près de la lisière sud de la forêt, non loin de la frontière franco-belge, à un endroit choisi d'après les indications de M. CH. GUILLEAUME. Le puits avait atteint une profondeur de 6 m lorsqu'on cessa les travaux. Des suintements d'eau gênaient continuellement les opérations et causaient des pertes de temps considérables. Le recouvrement argileux avait une puissance de 2.70 m; la zone d'altération descendait jusqu'à 3 m. Aucun des 34 échantillons, prélevés à des intervalles de 10 cm, n'avait l'aspect de schiste-carton; quelques-uns seulement avaient une texture nettement schisteuse; beaucoup étaient durs et compacts, six montraient des empreintes de fossiles. La teneur en bitume était partout faible; le rendement en huile brute était de 3.8 % au maximum. Selon toutes les apparences, les couches mises à jour appartiennent aux horizons supérieurs du dépôt, tout comme à Athus.

B. En France.

Le gisement belge d'Athus-Aubange se retrouve dans le sous-sol de la région de Mont-St.-Martin, où il a été rencontré dans le puits N° 4, mentionné par M. CH. GUILLEAUME, et dans les sondages exécutés par lui.

Le gisement luxembourgeois de la région de Bettembourg-Burange-Dudelange réapparaît, comme il a été dit plus haut, dans une tranchée à la sortie sud du tunnel de Zoufftgen. Le schiste affleure à flanc de coteau dans les vallées de la Moselle et de la Meurthe; il se trouve près de Sedan, dans la Franche-Comté, dans les Départements de la Lozère et de l'Aveyron, entre la Loire et l'Allier, au Seuil du Poitou, dans le Bassin d'Aquitaine et en Normandie, donc tout au tour du Bassin de Paris.

Voici quelques détails sur les gisements de la Franche-Comté, de la Lozère et de l'Aveyron.²⁸⁾

A. Franche-Comté. (Départements de la Haute-Saône, du Doubs et du Jura).

1. Dans le Département de la Haute-Saône le gisement le plus intéressant est celui de Creveney-Saulx, qui couvre plus de 5 000 ha avec une épaisseur moyenne de 25 m. Il était exploité, à titre d'essai, pendant une grande partie de l'année 1934 et en 1942.

Un sondage exécuté par les soins de M. BURSAUX a donné la coupe suivante.²⁹⁾

Découverte stérile d'une puissance de 2 à 5 m. Ensuite:

Schistes altérés marneux, à éliminer	1.30 m		3.70 % d'huile
Bancs exploités (en 1942)	4.50 »		4.20 % brute
Bancs pauvres, schiste bleu compact	3.60 »		3.30 %
Zone plus riche	1.34 »		4.20 %
Bancs compacts pauvres	6.00 »		3.20 %
Bancs compacts plus riches	2.46 »	} 21.10m	4.35 %
Grès calcaire presque stérile	0.64 »		
Schiste riche avec boghead	0.68 »		6.00 %
Grès calcaire stérile	0.52 »		
Schistes feuilletés riches (carton)	1.36 »		5.90 %
Marnes du mur.			

En 1933, la Société des Schistes et Pétroles de Franche-Comté avait entrepris l'exploitation du gîte de Creveney. Dans 4 fours tournants du système Petit elle soumettait le schiste à la pyrogénéation dans des conditions industrielles pendant une grande partie de l'année 1934. «Mais sa situation financière était pénible, en période de tâtonnements et sans l'aide de l'Etat, le type de four utilisé n'étant pas encore au point. Aussi, les travaux furent-ils suspendus et la Société dissoute, malgré les intéressants résultats qu'elle avait obtenus.»³⁰⁾

2. Dans le Département du Doubs, des affleurements du Schiste à Posidonies ont été constatés dans 72 communes; dans 64 autres la formation serait rencontrée à de faibles profondeurs.

Le gisement de Morre, dans la banlieue nord-est de Besançon, paraît avoir une épaisseur d'au moins 10 m; le rendement moyen serait de 160 litres d'huile brute par mètre cube. Ce gisement avait fait l'objet d'une demande de concession comme houillère en l'an VII; une autre demande pour tirer des schistes «par voie de distillation

les produits huileux qu'ils renferment», avait été introduite en 1847; aucune d'elles n'eut un accueil favorable.

Le gisement de L o o d s avait été exploité vers 1852, peu activement, pendant quelques années. Il affleure sur environ 2 kilomètres et son épaisseur moyenne paraît être de 40 m. Le rendement en huile brute atteindrait 190 litres par mètre cube.

3. Département du Jura.

Le schiste affleure dans 61 communes; des recherches à de faibles profondeurs permettraient de l'atteindre dans 62 autres communes. Les gisements de Conliège et de Revigny, dans la région de Lons-le-Saunier, ont 15 à 20 m d'épaisseur; le rendement est d'environ 130 litres par mètre cube. Celui des environs de Saint-Claude a une puissance de 50 m; des échantillons ramassés sur le sol ont donné jusqu'à 140 litres au mètre cube.

B. Département de la Lozère.

Gisement de Mende: épaisseur de 10 à 15 m; le rendement probable au mètre cube ne serait pas inférieur à 130 litres. L'exploitation pourrait se faire par galeries horizontales.

Gisement de Canourgue-Campagnac: la puissance moyenne paraît être d'une quinzaine de mètres; rendement de 150—200 litres au mètre cube; exploitation en carrière ou par galeries.

C. Département de l'Aveyron.

Gisement de Sévérac: superficie d'environ 3000 hectares; les affleurements indiquent une épaisseur d'au moins 15 m; rendement d'environ 140 litres³¹⁾ au mètre cube; l'huile ne renferme que 0.4 % de soufre; il semble possible de mettre en valeur le gîte en carrière sur plus de 500 hectares. En 1943, divers essais de traitement des schistes de ce gisement furent effectués. La construction d'une usine de pyrogénéation fut décidée en considération des résultats obtenus.³²⁾

Gisement de Millau: la superficie totale est évaluée à 2000 ha; l'épaisseur ne semble pas être inférieure à une vingtaine de m; les essais de rendement ont donné 150 litres au mètre cube; l'exploitation pourrait se faire en galeries et partiellement en carrière.

Gisements de Roquefort, Tournemire, Saint-Jean et Saint-Paul: les affleurements indiquent une épaisseur de 10 à 15 m; la superficie, considérable, n'a pas encore été évaluée; diverses analyses ont donné des rendements variant de 130 à 160 litres au mètre cube.

C. En Allemagne.

Le schiste à Posidonies affleure en une bande continue le long de l'Alb de Souabe et de l'Alb de Franconie, depuis la partie méridionale du pays de Bade à travers le Wurtemberg jusqu'en Franconie; près de Lichtenfels, il contourne l'Alb de Franconie pour s'étendre ensuite vers le sud-est par la région de Bayreuth jusque près de Ratisbonne. La puissance est variable; elle passe de 0,5 à 10.0 m. A. SAUER évaluait à 200 kilomètres carrés la superficie de l'affleurement le long de l'Alb de Souabe.³³⁾ Opposant une assez grande résistance à l'action des agents destructifs, le schiste forme des terrasses étendues nettement dessinées dans le paysage de l'avant-plan de l'Alb.

En Allemagne septentrionale il existe de nombreux gisements séparés: au Brunswick, près de Schandelah; dans le Hanovre, près de Fallersleben, Goslar, Hildesheim, Osnabrück, Sehnde, etc.; en Westphalie, près de Bielefeld, Herford et ailleurs; en Lippe-Detmold, près de Oerlinghausen; enfin, en Poméranie et dans le Mecklenbourg.

On rencontre encore des îlots près de Fribourg-Badenweiler, à Baden-Baden et à Ubstadt-Langenbrücken.

On a essayé de mettre à profit le schiste en plusieurs endroits: à Schandelah, à Oerlinghausen, aux environs de Geisfeld et de Mistelgau en Franconie, près de Bamberg, Werther et Falkenhagen, à Langenbrücken. Datant du milieu du siècle passé, ou bien créées ou reprises pendant la première guerre mondiale; presque toutes ces entreprises ont eu une courte existence, sauf celles qui avaient pour objet la production de briques ou de ciment avec les cendres de schiste.

Mais c'est principalement au Wurtemberg que le problème de la mise en valeur du schiste à Posidonies a préoccupé les esprits depuis un siècle. C'est que dans ce pays le schiste est développé mieux qu'ailleurs en Allemagne. En outre, le Wurtemberg est complètement dépourvu de gisements de houille et de lignite; l'énergie hydraulique est moins abondante qu'en Bavière p. ex. et dans le pays de Bade. De plus, les roches dures convenant pour la construction et l'empierrement sont rares précisément dans les vastes régions du pays qui sont occupées par le Jurassique inférieur; or, certaines assises du schiste à Posidonies sont très dures et peuvent servir aux fins indiquées. Le calcaire fétide intercalé entre les lits de schiste peut être utilisé comme pierre à chaux et comme pierre à bâtir.

Il n'est pas sans intérêt de retracer en ses grandes lignes l'histoire du problème.

Déjà en 1596, le chimiste PANTALÉON KELLER aurait produit de l'huile de schiste. Dans un traité paru en 1601, le médecin du duc Frédéric I^{er}, JOHANNÈS BAUHIN, attribuait l'action curative des eaux de la station balnéaire de Boll, très célèbre alors, à l'huile contenue dans le schiste à Posidonies d'où elles sortent.

Les chroniqueurs racontent qu'en 1668, du schiste avait pris feu dans une carrière près de Boll. On ne put maîtriser le feu qui dura six années; pendant ce temps, de l'huile suintait du schiste et les gens de la région la recueillaient et l'employaient comme huile d'éclairage.³⁴⁾

Sur l'instigation du professeur QUENSTEDT de Tubingue, des usines de distillation furent créées, vers le milieu du siècle passé, à Ohmenhausen, à Reutlingen, Mössingen, Gross-Eislingen, Hechingen (Steinhofen). Mais leur existence fut courte par suite de l'apparition sur le marché européen des huiles minérales américaines. Pendant la première guerre mondiale, dès la fin de 1914, la reprise de la production d'huiles avec le schiste à Posidonies avait été envisagée sérieusement par FRAAS, ENGLER, SAUER, L. DORN. La firme ZELLER u. GMELIN d'Eislingen, qui faisait le raffinage d'huiles minérales, offrit volontiers son concours. En 1920, fut fondée, avec la participation du gouvernement wurtembergeois, la société «Jura-Oelschieferwerke A.-G.», qui devait entreprendre la distillation du schiste. Le capital engagé s'élevait à 16 millions de RM. dont 10 versés par l'Etat. Au début de 1921, une première usine fut construite près de Holzheim; d'autres furent créées à Stuttgart-Rosenheim, à Ulm et à Crailsheim. Fin 1929, la société occupait 350 ouvriers et 35 employés. Depuis une quinzaine d'années la fabrique de Holzheim a cessé sa fabrication; elle fut vendue dans la suite avec charge de la démolir. Tout d'abord, la société avait en vue principalement la production d'huiles. Mais dès le début, les cendres de schiste avaient servi à la fabrication d'une espèce de brique agglomérée (Liasit) et d'un ciment genre Portland (Jurament). Cette fabrication, considérée d'abord comme complément, passa bientôt au premier plan et la production d'huile devint en quelque sorte accessoire. On avait envisagé une production annuelle de 15 à 20 millions de briques.

A côté de la «Jura-Oelschieferwerke A.-G.» plusieurs autres entreprises, bien plus modestes, s'occupaient de la fabrication de briques et de ciment avec la cendre de schiste: la Baustein- u. Zementwerk A.-G. Mössingen, les «Dotternhausener Zementwerke», etc.

Le pouvoir calorifique du schiste a été souvent mis en valeur pour le chauffage des cornues et des fours de distillation dans les schisteries, dans des foyers de chaudières, dans des gazogènes.

Les usines à gaz assez rapprochées d'un gisement de schiste employaient parfois le schiste comme matière première à la place de la houille.

Comme il a été dit plus haut, l'étage du Schiste à Posidonies contient dans le Wurtemberg des couches présentant une grande dureté. Quelques-unes, le «Tafelfleins» et le «Fleins» ou «Schieferfleins» sont extraites depuis fort longtemps dans de nombreuses carrières. Elles servent à la confection de tuiles, de dalles, de dessus de tables, de dessous de poêles, de tableaux de distribution, de tableaux noirs pour écoles, d'éviers, de seuils de fenêtres, etc. Les carrières exploitées par B. HAUFF à Holzmaden ont fourni les beaux squelettes de reptiles fossiles, surtout d'Ichthyosaures, connus partout.

Les bancs de calcaire fétide intercalés dans le gisement servent à fabriquer de la chaux.

Déjà en 1701, le jais trouvé dans le schiste de Reutlingen était employé à la confection d'objets de parure, de boutons, de portecigarettes, etc. C'est surtout pendant la période d'activité de la schisterie de Reutlingen (1858—1892) que le jais était recueilli et expédié à Vienne pour servir en joaillerie.

Pendant la deuxième guerre mondiale la question de l'huile de schiste attira de nouveau l'intérêt général. La société «Dotternhausen Zementwerke» pratiquait la distillation du schiste à Posidonies dans son usine de Dotternhausen près de Balingen; elle vendait l'huile brute obtenue à une raffinerie de pétrole de l'Allemagne du Nord. Une seconde usine pour la pyrogénéation du schiste fut créée dans la même région bientôt après. Le gisement d'Ubstadt-Langenbrücken fut exploré par des forages; le résultat fut peu encourageant: le schiste qui y est rencontré à une profondeur de 80 m n'aurait donné que 3—4 % d'huile brute.³⁵⁾

Lorsqu'on vit approcher le moment où, pour continuer la lutte, l'Allemagne serait réduite à ses propres ressources, le problème de l'obtention d'huiles minérales à partir du schiste à Posidonies passa au premier plan.^{35bis)} Dans la région de *Balingen* principalement l'extraction et la pyrogénéation du schiste furent entreprises sur une très grande échelle. Plusieurs mines furent ouvertes; une quinzaine de fabriques furent ou devaient être construites.

A *Schoemberg*, situé entre Balingen et Rottweil, la «Doelf» (Deutsche Oelschieferforschungsgesellschaft) créa une puissante

installation de pyrogénéation. La production d'huile fut commencée en août 1944. A côté de la pyrogénéation en cornues on pratiquait une méthode qu'on pourrait qualifier de primitive, mais dont l'adoption était justifiée par les circonstances et qui aura peut-être de l'avenir. Sur un système de tuyaux aspirateurs, à parois perforées, qui étaient en communication avec des appareils de condensation, on entassait les morceaux de schiste de façon à en faire une immense meule. On allumait celle-ci sur toute sa surface libre avec de la tourbe et d'autres combustibles de moindre valeur. Le feu se propageait vers l'intérieur; de zone en zone il se produisait la pyrogénéation du schiste et la combustion du coke résiduaire. Les vapeurs d'huile et d'eau ainsi que les gaz se dirigeaient vers les tubes aspirateurs, s'y engageaient et arrivaient dans les appareils de condensation. Il restait de la cendre de schiste agglutinée qu'il fallait concasser pour pouvoir l'enlever. Elle servait à confectionner des briques après avoir reçu une addition de ciment. Une grande briqueterie existait à *Mundingen*, aux environs de Balingen. L'excédent était vendu à d'autres briqueteries; des offres avaient été faites à la briqueterie de Bettembourg, entre autres.

Une partie de l'huile brute était employée, après avoir été distillée, dans des moteurs de tracteurs sous la désignation «Bulldoggkraftstoff». On la vendait aux agriculteurs de la région. Le reste était envoyé à une raffinerie d'Eislingen.

L'entreprise était placée sous la haute direction du commandement de la Luftwaffe et dirigée par toute une équipe d'ingénieurs, dont plusieurs étaient venus d'Esthomie, où ils avaient travaillé dans l'industrie schisteuse de ce pays. Classée dans la «höchste Dringlichkeitsstufe» — Geilenberg-Programm, Wüste-Programm —, elle jouissait d'une priorité absolue pour la fourniture de combustibles, de matériel et de main d'œuvre.

Examinons maintenant quelques profils.

BERN. HAUFF ³⁶⁾ a donné une description détaillée du Lias supérieur (Lias epsilon) de la région de H o l z m a d e n; nous en faisons suivre un résumé. La terminologie est empruntée au langage des ouvriers-carriers.

Epsilon supérieur	pouvant atteindre 10 m de puissance; formé de schistes plus tendres que ceux de l'epsilon moyen; ne se laisse guère subdiviser; manque dans beaucoup de profils, où alors les couches à <i>Lytoceras jurense</i> (Lias zeta) recouvrent directement l'epsilon moyen.
-------------------	--

Epsilon moyen	11. «Schiefer mit Schlacken (= bancs de calcaire) u. Kloake» (riche en écailles de poissons); 20—68 cm; 3.10 % de bitume; 10. «Falchen», schiste jaune blafard; 10 cm; 9. «Wilder Stein», moitié schiste et moitié calcaire; 10—15 cm; 8. «Oberer Stein», calcaire riche en fossiles, dont la cuisson est malaisée; séparé de 9 par un schiste épais de 4—6 cm; 18 cm; 7. «Gelbe Platte», calcaire fétide; 5—9 cm; séparé de 8 par une couche de schiste de 3—5 cm; 6. «Schiefer mit Steinplatte (= calcaire) u. Wolke» (= schiste à cassure conchoïdale irrégulière); 60—94 cm; teneur du schiste en bitume: 4.3 %; 5. «Unterer Stein», calcaire fétide, 15—18 cm; 4. «Unterer Schiefer»; épaisseur variable: 40—80—105—130 cm; contient les fameux restes d'ichthyosaures; teneur en bitume: 5.2 % et 8 % immédiatement au-dessous de 5; pas de Posidonies; 3. «Fleins» (= «Schieferfleins» de Quenstedt); 18 cm; divisé, par des diaclases, en plaques longues de 3—4 m, larges de 0.30—4.00 m, se laissant débiter en 4 plaquettes de plusieurs centimètres d'épaisseur; teneur en bitume: 5.9 %; Posidonies; 2. «Hainzen», riche en nodules de pyrite; 5 cm; Posidonies; 1. «Koblenzer»; 10—15 cm; se débite en plaques, cependant inutilisables, parce que trop tendres. Parmi les fossiles, des Posidonies.
Epsilon inférieur	4. Marnes gris-cendré; 50—55 cm; 3. «Seegrasschiefer»; 12—25 cm; marne bleu-gris, dure, feuilletée, riche en fucoides; 2. «Tafelfleins»; schiste dur, se débitant en plaques; 25 cm; 1. Marnes bleu-gris, reposant immédiatement sur les Couches à Amaltheus spinatus du Lias moyen; 35 cm.

Voici un profil dressé par QUENSTEDT³⁷⁾ pour la région de Balingen:

Epaisseur	Nature de la roche.
2 m	Schiste («Fleins»)
0.10 m	«Steinplatte»
0.70 m	Schiste
0.10 m	«Steinplatte»
1.40 m	Schiste
0.14 m	Calcaire fétide supérieur (pierre à bâtir)
1.90 m	Schiste bitumineux, avec une intercalation faible
0.20 m	Calcaire fétide inférieur
1.80 m	Schiste bitumineux, avec source sulfureuse
0.12 m	«Schieferfleins»
1.38 m	Argiles grises, avec Bélemnites paxillosus Schl.
0.14 m	«Steinfleins», vers le haut schistes avec fucoides
En tout; 9.98 m	

Dans la carrière qui avait appartenu à la «Jura-Oelschieferwerke A.-G.» la succession des couches est la suivante:³⁸⁾

Terre arable	30 — 35 cm	} Etage supérieur (Oberflöz); rendement moyen en huile brute: 1 — 3 %
Marnes à Lyt. jurensé . . .	100 — 120 cm	
Schiste	50 cm	
Petit banc de calcaire fétide.	8 — 12 cm	
Schiste	40 — 60 cm	} Etage inférieur (Unterflöz); rendement moyen en huile: 6 — 7 % ³⁹⁾
Grand banc de calcaire fétide .	15 — 18 cm	
Schiste	15 — 20 cm	
Petit banc de calcaire fétide .	5 — 10 cm	
Schiste	230 — 300 cm	
Marnes bleues.		

Un forage exécuté à Eislingen dans un gisement exploité de 1917 à 1922 par la firme «Zeller u. Gmelin, Mineralölraffinerie, Eislingen»,

a permis de dresser le profil ci-après: L'exploitation ne pouvait se faire que par galeries. ⁴⁰⁾

Nature de la roche	Pro- fondeur en m	Epaisseur en cm	Teneur en eau	Ren- dement en huile	
Terre et Marnes à Ammonites jurenses	0.20 m				Etage sup. (Oberflöz), avec un rendement moyen de 3.5% en huile brute.
Schiste	20.30 "	30 cm	3.5% poids	3.6 % vol.	
Calcaire fétide	20.44 "	14 "	0.4 "	0.2 "	
Schiste	20.63 "	19 "	3.0 "	2.7 "	
"	20.83 "	20 "	3.8 "	4.5 "	
"	20.98 "	15 "	2.6 "	3.2 "	
Calcaire fétide	21.05 "	7 "	1.2 "	0.6 "	
"	21.18 "	13 "	0.4 "	0.35 "	
Schiste	21.35 "	17 "	4.0 "	8.0 "	
Calcaire fétide	21.45 "	10 "	0.8 "	0.7 "	
Schiste	21.58 "	13 "	4.6 "	6.8 "	Etage inférieur (Unterflöz), avec un rendement moyen de 6.5% en huile brute.
"	21.73 "	15 "	3.6 "	6.3 "	
"	21.88 "	15 "	5.2 "	7.6 "	
"	22.03 "	15 "	4.6 "	5.9 "	
"	22.18 "	15 "	3.8 "	5.7 "	
"	22.33 "	15 "	4.4 "	7.6 "	
"	22.48 "	15 "	4.6 "	8.0 "	
"	22.63 "	15 "	5.2 "	5.5 "	
"	22.78 "	15 "	5.0 "	6.8 "	
"	22.98 "	20 "	5.2 "	7.6 "	
"	23.15 "	17 "	5.6 "	6.1 "	
"	23.30 "	15 "	5.2 "	7.2 "	
"	23.45 "	15 "	4.5 "	6.8 "	
"	23.60 "	15 "	4.8 "	5.0 "	
"	23.75 "	15 "	3.6 "	4.9 "	
"	23.91 "	16 "	5.4 "	2.4 "	

D'une façon générale il a été constaté pour le Wurtemberg ceci:

1. Les schistes les plus riches en bitume montrent une texture feuilletée très prononcée. Par désagrégation ils se divisent en feuillets

minces plus ou moins flexibles (schistes cartons); en même temps ils se couvrent de légères efflorescences blanches formées par du gypse.

2. Les calcaires fétides se trouvent vers la partie médiane du gisement.
3. Les schistes placés sous les calcaires fétides sont les plus riches.

Ces constatations cadrent bien avec celles que nous avons faites dans le Grand-Duché.

Chapitre V. - Description du Schiste et des roches et minéraux qui l'accompagnent.

I. Schiste.

A. Caractères généraux.

1) Aspect.

Quand le schiste sort de terre, il est bleu foncé, presque noir; par dessèchement il devient gris et par altération brun ou jaune-brun. A la longue, il se transforme en une masse plastique brune ou jaune-brun qui conserve la texture feuilletée.

La texture feuilletée du schiste frais devient plus apparente quand le schiste reste exposé à l'air; souvent elle est tellement prononcée que le schiste se laisse débiter en grandes lames très minces pouvant avoir une surface d'un quart de mètre carré et davantage (schiste carton). Si la teneur en calcaire augmente, le débitage fournit des plaques dures, de la grosseur d'une ardoise ou plus épaisses que celles-ci. Par endroits, la texture feuilletée est moins prononcée; alors les surfaces de clivage sont inégales et les cassures, dans le sens vertical, conchoïdales.

2) Odeur.

Sur les cassures récentes il est facile de percevoir une odeur caractéristique de bitume; celle-ci se manifeste encore par suite d'un frottement ou d'un choc.

3) Dureté.

Comprise entre 2 et 3 (donnée de Katz pour le schiste de Schandelah).

4) Densité.

Pour le schiste tel qu'il sort de la carrière: 1.8 (schiste de Differdange).

Pour le schiste séché à 105° et réduit en poudre: 2.20 (schiste de Differdange).

5) Chaleur spécifique.

Nous n'avons pas pu déterminer celle-ci pour le schiste luxembourgeois. Pour le schiste wurtembergeois BEYSLAG donne le chiffre de 0.207.

6) Coefficient de conductibilité calorifique.

A défaut de données pour le schiste luxembourgeois nous indiquons la valeur de 0.00086 unités C. G. S. pour le schiste français (Chimie et Industrie 1923, N° 7).

7) Grosseur des grains.

Nous avons déterminé la grosseur des grains par la méthode aréométrique de TERZAGHI, en opérant sur un schiste altéré de Differdange. ⁴¹⁾

Pourcentage des grains ayant un diamètre

compris entre 0.1	et 0.09	mm.	5 %
"	0.09	" 0.06	12 %
"	0.06	" 0.04	2 %
"	0.04	" 0.02	1 %
"	0.02	" 0.009	10 %
"	0.009	" 0.006	11 %
"	0.006	" 0.004	11 %
"	0.004	" 0.003	10 %
"	0.003	" 0.0011	24 %
"	0.0011	" 0.00095	2 %
"	plus petit que 0.00095	mm.	12 %
			100 %

P. HAAS, en examinant des coupes minces de schiste à Posidonies, a trouvé des diamètres variant de 0.0093 à 0.0558 mm, soit, en chiffres ronds, entre 0.009 et 0.06 mm. En arrondissant les chiffres de notre analyse aréométrique nous arrivons aux données suivantes:

Grains ayant un diamètre supérieur à 0.06 mm	17 %
" " " " compris entre 0.06 et 0.009 mm.	13 %
" " " " inférieur à 0.009 mm	70 %

8) Humidité (eau d'imbibition).

La quantité d'eau contenue dans le schiste au moment où il est extrait, abstraction faite de l'eau combinée, dépend de la porosité du schiste, de sa schistosité, de la tectonique de l'endroit, de la présence ou de l'absence d'un recouvrement et de la nature de celui-ci, de la profondeur à laquelle le schiste se trouve placé (de la cote), de la saison; il s'en suit qu'elle doit être variable. Voici quelques chiffres:

	Pro- fondeur		
Puits de Sanem	9 m	10.45 %	Echantillons conservés dans des flacons bouchés, essuyés rapidement, puis pesés; chauffés ensuite à 105° jusqu'à constance de poids.
"	12 m	11.00 %	
Puits de Hoerchen.	5 m	20.55 %	
"	8 m	20.75 %	
"	11 m	12.00 %	Echantillons séchés à 100° (Analyses Proth).
Puits du „Deiregard“ (Ehlerange)	7.50 m	12.00 %	
"	9.80 m	11.62 %	
"	10.20 m	13.55 %	
"	11.40 m	10.95 %	
"	12.00 m	10.90 %	
"	12.40 m	16.00 %	

Un schiste de Schouweiler recueilli par un temps très pluvieux à quelques cm sous l'assiette et gardé pendant 4 semaines dans une salle chauffée pendant le jour, a perdu 18,6 % de son poids primitif. Un schiste conservé depuis plusieurs années dans une collection de roches absorba par immersion 18 % de son poids en eau.

L'humidité des schistes de Creveney va jusqu'à 7 %, la moyenne étant de 4,5 %. ⁴²⁾

9) Pouvoir calorifique.

Provenance	P. c. sup.	P. c. inf.	
Schouweiler (km 5.450 de la vole, cote 324.50) . .	1501 cal.	1359 cal.	Anal. Arbed-Dommeldange
Bettembourg	1446 cal.		Anal. Arbed-Dommeldange
Differdange		674 cal.	Anal. Arbed-Schiffange
Eislingen (Wurtemberg) . .		1380 cal.	Neubronner
Holzheim (Wurtemberg) schiste sec.	1420 cal.		Neubronner
Holzheim (Wurtemberg) schiste humide	1350 cal.		Neubronner
Schandelah (Brunswick) . .	1184 cal.	920 cal.	Katz
Coke d. schiste d. Schouweiler	650 cal.	604 cal.	Anal. Arbed-Dommeldange
Coke du schiste de Holzheim	750 cal.		Neubronner

RAU a examiné le rapport entre le pouvoir calorifique d'un schiste et son rendement en huile brute. Voici les chiffres qu'il communique:

Rendement en huile brute	Pouvoir calorifique
2.83 %	614 calories
5.33 %	1132 „
6.12 %	1295 „
6.26 %	1269 „
6.63 %	1321 „
9.00 %	1867 „

Si on divise les chiffres de la 2^e colonne par ceux de la 1^{re}, on trouve des quotients peu différents: 216 — 212 — 211 — 202 — 199 — 207, soit une moyenne de 208. Cela se comprend, puisque le pouvoir calorifique dépend principalement de la teneur en bitume (accessoirement de la teneur en pyrite), et que le rendement en huile est, lui aussi, proportionnel à la teneur en bitume. Pour un schiste de Schouweiler, qui donne 6.4 % d'huile, on obtient le quotient 212 (pouvoir calor. inf.).

B. Composition.

Le schiste se compose d'une partie organique que, pour des raisons de simplicité, on peut désigner sous le nom de bitume, et d'une partie minérale dont les constituants principaux sont l'argile, le calcaire et la pyrite, ce qui implique la présence des éléments Al — Fe — Ca — Si — C — S — O — H.

En outre, les éléments suivants ont été décelés: métaux alcalins (K, Na) — Mg — Mn — Ti — V — Cr — P.

1. Partie minérale.

«D'une manière générale, on doit, comme l'a fait remarquer M. JAQUÉ,⁴³⁾ attacher un vif intérêt à la connaissance précise des constituants minéraux des combustibles fossiles, certains d'entre eux pouvant jouer, même à très petite dose, des actions catalytiques favorables ou défavorables dans certaines des transformations qu'on est appelé à leur faire subir, et notamment dans les traitements d'hydrogénation.»

M. BARLOT⁴⁴⁾ souligne, lui aussi, le rôle important joué par le substratum minéral, à la fois par sa nature chimique et par la dispersion de la matière organique qu'il maintient dans la masse de la roche. Cet auteur a montré, comme il sera exposé plus loin, que la présence simultanée de calcaire et de pyrite favorise la formation d'huiles fortement sulfurées.

Pour ce qui concerne plus spécialement l'influence de l'argile, R. POTONIE⁴⁵⁾ la caractérise ainsi: Les plus fines parmi les particules d'argile fixent, par adsorption, le bitume, plus ou moins mobile au début. Dans la suite, le contact du bitume avec l'argile devient de plus en plus intime et il se peut que par cela la polymérisation du bitume soit facilitée. Il est encore possible que par suite du contact intime il se produise une combinaison chimique entre certaines parties de la substance minérale et le bitume. Comme le suppose AD. SPIEGEL,⁴⁶⁾ il se formerait une combinaison comparable aux sels d'acides gras à poids moléculaire élevé.

On a l'impression, dit BR. SANDER, que l'argile colloïdale a fixé et entraîné avec elle les matières génératrices du bitume, probablement colloïdales elles aussi.⁴⁷⁾

D'après HUMMEL, la composante minérale des schistes bitumineux agirait moins par sa nature chimique que par sa constitution physique, par la finesse de ses grains p. ex.

Pour connaître le rôle que la partie minérale peut jouer lors de la pyrogénéation, TAUSZ a distillé des mélanges de carbures d'hydrogène lourds synthétiques, ainsi que des pétroles naturels de diverses provenances, en présence de matières minérales ayant une composition voisine de celle de la partie minérale des schistes bitumineux. Dans tous les essais il obtenait une proportion élevée de carbures non saturés.⁴⁸⁾

Nous faisons suivre un certain nombre d'analyse quantitatives.

1. Analyse du schiste situé entre Fœtz et Esch (VAN KERCKHOFF, professeur à l'université de Groningue).

Silicates insolubles	42.77 %
Silice soluble	0.11 %
Alumine et	7.09 %
Oxyde de fer	
Carbonate de chaux	36.25 %
Carbonate de magnésie . . .	1.87 %
Acide phosphorique	0.23 %
Bitume et eau	11.68 %
	100.00 %

Acide sulfurique (traces sensibles).

Ce qui frappe dans cette analyse, c'est le pourcentage élevé en carbonate de calcium. Nous n'avons jamais rencontré un schiste aussi riche en calcaire.

2. Analyse du schiste bitumineux de Differdange (VAN KERCKHOFF).

	1.	2.
Silice	41.98 %	52.44 %
Alumine	13.39 %	16.73 %
Chaux	2.96 %	7.35 %
Magnésie	1.22 %	1.52 %
Carbonate de chaux	16.09 %	10.09 %
Phosphate de chaux	0.57 %	0.72 %
Carbonate ferreux	4.91 %	
Oxyde ferrique		5.56 %
Bisulfure de fer	1.64 %	
Sulfate de chaux	0.63 %	5.59 %
Bitume, carbone et eau (contenant 0.011 % d'azote)	16.61 %	
	100.00 %	100.00 %

1 = Schiste naturel ⁴⁰⁾; 2 = Schiste calciné.

3. Analyses de schistes de Bettembourg (données fournies par M. JACQUINOT).

	1. Prof.: 0.80 m	2. 1 m	3. 3 — 6 m	4. 8 — 10 m
SiO ₂	55.03 %	57.96 %	52.96 %	46.73 %
Al ₂ O ₃	18.13 %	18.67 %	16.09 %	16.14 %
Fe ₂ O ₃	5.87 %	10.53 %	4.61 %	4.40 %
CaO	7.20 %	1.88 %	7.92 %	10.15 %
MgO	1.15 %	0.84 %	1.51 %	2.13 %
Alcalis	0.28 %	0.30 %		
SO ₃	0.25 %	0.23 %	3.15 %	2.30 %
P ₂ O ₅	0.28 %	0.23 %		
Perte par calcination	11.90 %	9.30 %	13.76 %	18.15 %

1 et 2 = Schistes altérés; 3 et 4 = Schistes non altérés.

4. Schistes de Bettembourg (analyses de M. P. SCHILTZ; les chiffres romains se rapportent au profil donné plus haut, p. 20).

	II a	II b	III	IV	VI	VII	IX
Profondeurs	m	m	m	m	m	m	m
	0.70 - 1.40	1.40 - 2.65	2.65 - 3.75	3.75 - 6.15	6.65 - 8.25	8.25 - 8.75	10.95 - ?
Perte p. calcination	12.97	16.48	18.13	8.35	9.50	18.40	11.68
SiO ₂	53.72	49.92	48.40	52.96	54.56	50.92	49.92
Al ₂ O ₃	22.25	21.85	21.88	16.44	16.87	17.95	18.35
Fe ₂ O ₃	7.75	6.95	3.72	4.36	5.65	5.65	5.65
CaO	0.20	0.32	3.08	8.60	7.20	2.60	5.20
MgO	1.08	1.15	1.08	1.30	1.30	0.94	1.37
Soufre total	0.21	0.36	1.15	1.27	1.96	1.54	1.97

5. Schiste de Schouweiler (Analyses faites au laboratoire de chimie d'Arbed-Dommeldange).

	Schiste avant pyrogénéation	Schiste après pyrogénéation (Coke)
SiO ₂	33.70 %	38.51 %
Al ₂ O ₃	11.98 %	13.64 %
Ti O ₂	0.52 %	0.59 %
Fe ₂ O ₃	5.83 %	6.66 %
CaO	11.62 %	13.27 %
MgO	1.50 %	1.71 %
P ₂ O ₅	0.44 %	0.50 %
MnO	0.26 %	0.30 %
SO ₃	0.95 %	1.08 %
Alcalis (diff.)	2.30 %	2.74 %
Perte au feu	30.90 %	21.00 %
	100.00 %	100.00 %
Carbone total	14.31 %	10.59 %
Carbone dans CO ₂ min.	1.67 % (6 14 CO ₂)	2.74 % (16.06 CO ₂)
Carbone combustible	12.64 %	7.85 %
Hydrogène total, y compris H à l'état d'eau combinée	2.65 %	0.85 %

6. Analyses de schistes faites au laboratoire d'Arbed-Esch-Usines.

	Schiste de Schouweiler	Schiste de Differdange
SiO ₂	31.44 %	38.07 %
TiO ₂	0.64 %	0.68 %
Fe total	1.83 %	1.34 %
Mn	0.12 %	0.04 %
Cr	0.0054 %	0.0075 %
V	0.013 % ⁵⁰⁾	0.017 % ⁵⁰⁾
Al ₂ O ₃	14.62 %	18.13 %
CaO	11.02 %	12.22 %
MgO	1.52 %	1.68 %
P ₂ O ₅	0.38 %	0.37 %
SO ₃	2.81 %	5.38 %
Perte au feu	31.74 %	23.34 %
Carbone	10.30 %	6.15 %
CO ₂	8.44 %	9.24 %
N	0.367 %	0.265 %

7. Analyses de deux schistes de Schouweiler, faites au laboratoire d'Arbed-Esch-Belval.

	1.	2.
Perte au feu	38.50 %	29.22 %
dont CO ₂	9.39 %	6.91 %
SiO ₂	24.86 %	35.64 %
Al ₂ O ₃	7.67 %	11.25 %
Fe ₂ O ₃	6.08 %	7.86 %
CaO	13.58 %	10.58 %
CaCO ₃	21.34 %	15.71 %
CaO restant	1.63 %	1.78 %
MgO	1.12 %	1.06 %
MnO	0.37 %	0.35 %
P ₂ O ₅	0.25 %	0.30 %
S (comme S élément.)	3.70 %	1.48 %

En associant entre eux les corps figurant dans les tableaux d'analyses, on arrive à dire que la partie minérale du schiste à Posidonies se compose en majeure partie de silicates d'aluminium, de carbonate de calcium et de pyrite et qu'il y a de faibles quantités de phosphate de calcium, de sulfate de calcium, de carbonate de magnésium, de silicates complexes contenant du potassium et du sodium, de silice sous forme de quartz.

Composition de la partie minérale de quelques schistes étrangers.

1. Schistes français.

Analyses de schistes du Doubs et du Jura.⁵¹⁾

	Morre (Doubs)	Lods (Doubs)	Conliège (Jura)	Salins (Jura)
SiO ₂	30.95 %	41.00 %	35.48 %	31.00 %
Al ₂ O ₃	10.09 %	7.10 %	6.20 %	9.40 %
Fe ₂ O ₃	3.71 %	6.40 %	5.50 %	7.30 %
CaO	20.10 %	9.28 %	19.60 %	21.28 %
MgO	0.20 %	0.18 %	0.30 %	1.26 %
Soufre total	1.41 %	2.89 %	0.63 %	0.59 %
Carbone fixe	2.00 %	1.45 %	1.90 %	2.85 %
Mat. vol.	11.70 %	15.30 %	10.10 %	6.80 %

2. Schistes du Wurtemberg.

Voici, en grandes lignes, leur composition d'après SAUER:

Argile	40	%
Carbonate de calcium (y compris de minimes quantités de carbonate de magnésium)	30	%
Bisulfure de fer	7 — 8	%
Matières organiques	15 — 20	%

Le restant se répartit sur les alcalis et l'acide phosphorique. Il y a aussi un peu de silice libre sous forme de petits grains de quartz finement répartis dans la masse. Le potassium semble être contenu surtout dans de petites paillettes de mica potassique; peut-être aussi existe-t-il à l'état d'un silicate colloïdal. L'acide phosphorique apparaît comme phosphate tricalcique.

Voici quelques analyses plus détaillées.⁵²⁾

	Holzheim	Moessingen	Eislingen
H ₂ O	2.10 %	1.94 %	1.47 %
C O ₂	9.69 %	13.05 %	9.38 %
S	4.10 %	2.63 %	4.42 %
Matière organ.	19.60 %	7.87 %	16.14 %
Si O ₂	30.81 %	28.27 %	31.78 %
Al ₂ O ₃	9.48 %	8.20 %	7.37 %
Fe ₂ O ₃	7.09 %	4.26 %	7.60 %
P ₂ O ₅	0.15 %	0.94 %	—
Ca O	15.39 %	28.10 %	16.96 %
Mg O	0.23 %	1.19 %	0.15 %
K ₂ O	1.98 %	1.98 %	3.36 %
Na ₂ O	1.81 %	1.35 %	—
Cl	0.015 %	0.017 %	—

Dans un schiste de Holzheim NEUBRONNER a trouvé entre 0.035 et 0.04 % de V₂O₅ et environ 0.01 % de MoO₃.⁵³⁾

B. HAUFF a fait analyser plusieurs échantillons de schiste provenant de ses carrières de Holzmaden. Ces schistes renferment une plus forte proportion de carbonate de calcium, 37.77—39.89 % pour le «résidu débituminé», nom sous lequel il désigne probablement la cendre de schiste. HAUFF appelle l'attention sur la faible teneur en anhydride phosphorique, constatée d'ailleurs pour tous les schistes à Posidonies. Il l'explique par le fait que les vertébrés étaient rares à cette époque, l'anhydride phosphorique ne pouvant provenir que des os de vertébrés.

3. Schiste du Brunswick.

Schiste de Schandelah (d'après SCHOTT).

Si O ₂	25.10 %	
Al ₂ O ₃	11.52 %	
Fe ₂ O ₃	5.86 %	
CaCO ₃	30.00 %	
MgCO ₃	3.34 %	
SO ₃	4.59 %	} S total: 3.57 %
S	1.73 %	
H ₂ O + Subst. organ.	17.39 %	
N	0.50 %	

2. Partie organique du schiste («bitume»).

Pour isoler le bitume, le schiste ⁵⁴⁾ finement pulvérisé a été soumis aux opérations suivantes:

1. trois traitements, au bain-marie, par l'acide chlorhydrique;
2. lavage du résidu; pesée après séchage;
3. trois traitements, au bain-marie, par l'acide fluorhydrique;
4. lavage du résidu; pesée après séchage;
5. trois traitements par l'acide chlorhydrique concentré;
6. lavage du résidu; pesée après séchage.

Une partie du résidu a été brûlée pour établir sa teneur en cendres.

Résultats:

Perte par les 3 premiers traitements avec HCl	31.90%	} 79.20%	} 100.00%	} 20.80%
Perte par les 3 traitements avec HF . . .	26.20%			
Perte par les 3 derniers traitements avec HCl	21.10%			
Résidu		20.80%		
Perte au feu			19.30%	} 20.80%
Cendres			1.50%	

On peut donc dire que le schiste contenait 19.3 % de «bitume». Le résidu obtenu après les 6 premières opérations et qui se compose donc essentiellement de bitume, est une poudre légère, rouge-brun.

Une méthode employée par M. J. BARLOT ⁵⁵⁾ comprend les opérations suivantes:

1. extraction du schiste, pulvérisé et séché à 105—115°, au moyen de benzine, de chloroforme ou d'un mélange alcool-benzène;

2. traitement par l'acide chlorhydrique pour éliminer les carbonates de calcium et de magnésium, le sulfate de calcium, un peu de fer et d'alumine, des traces de sels alcalins;
3. traitement par l'acide fluorhydrique pour séparer les silicates et une partie du quartz.

Il peut devenir nécessaire de traiter plusieurs fois alternativement par l'acide chlorhydrique et par l'acide fluorhydrique.

La matière organique résiste parfaitement bien à ces traitements répétés, pourvu qu'on opère avec précaution.

Le résidu des traitements décrits comprend la matière organique et une petite quantité (2 %) de matière minérale, constituée presque exclusivement par des grains de pyrite, parfois, en outre, par du quartz. En raison du mélange intime de ces trois corps leur séparation est délicate et le dosage de chacun se fait par voie indirecte. Le quartz pourrait être négligé puisque son poids n'est que 0.5 % du poids total; si on désire avoir une plus grande précision, on le dose à part dans une partie aliquote du résidu des trois premières opérations, comme on le fait d'ailleurs pour la pyrite. La matière organique peut être débarrassée de la pyrite et du quartz par simple agitation avec de l'eau; les densités de ces deux corps étant plus grandes, ceux-ci se déposent plus rapidement, en entraînant toutefois un peu de matière organique.

A titre d'exemple, un échantillon de schiste de la vallée de la Loue (Franche-Comté) a perdu 23 % de son poids dans l'acide chlorhydrique et 61 % dans l'acide fluorhydrique; le reste, 16 %, est composé de 13 % environ de matière organique et de 3 % de matière minérale, presque exclusivement formée de pyrite.⁵⁶⁾

La matière organique que M. BARLOT a pu isoler de cette façon des schistes à Posidonies français se présentait sous forme d'une poudre légère dont la couleur variait du brun clair au brun très foncé. Pratiquement insoluble dans les dissolvants organiques usuels, elle se décomposait à partir de 225—250°. L'analyse élémentaire n'a pas permis de fixer une formule; il s'agit certainement d'un mélange de plusieurs corps. La composition centésimale varie dans les limites suivantes:⁵⁷⁾

Carbone	de 75 — 85 %
Hydrogène	7 — 9
Azote	0.5 — 3
Soufre	0.5 — 6
Oxygène	8 — 12

Pour la matière organique d'un schiste de Holzmaden (Wurtemberg) les données d'une analyse de STREMMER, communiquées par W. KOEHNE,⁵⁸⁾ permettent de calculer les pourcentages suivants:

Carbone	79.5%
Hydrogène	9.8
Azote	2.1
Oxygène	8.5
et Soufre	

F. G. GAISSER et H. BADER⁵⁹⁾ ont cherché à isoler la matière organique d'un schiste du Wurtemberg de la façon suivante: le schiste pulvérisé a été introduit dans de la soude caustique fondue (5 ou 10 parties de soude sur 1 partie de schiste); le tout a été chauffé avec petite flamme pendant 5—10 minutes. Toutes les substances solubles ayant été enlevées ensuite par lavage, le résidu a été traité par de l'acide chlorhydrique dilué. Tous les composants minéraux auraient ainsi été solubilisés et, à part quelques minimes transformations, le composant organique n'aurait pas été changé.

Le résidu obtenu était une poudre brune, fine, très volumineuse; son pouvoir calorifique était de 6821 calories; sa masse était comprise entre 15.92 et 23 % de celle du schiste.

Teneur des schistes bitumineux en C et en H.

	Carbone total	Carbone de CO ₂	Carbone organ.	Hydro- gène total	Hydro- gène de l'eau	Hydro- gène organ.
Schouweiler (Lab. Arb.-Dom.)	14.31%	1.67%	12.64%			
Differdange (Lab. Arb.-Esch-Us.)	6.15	2.52	3.63			
Eislingen (Gaisser)	12.94	2.58	10.36	2.09	0.78	1.31
Schandelah (Katz)	12.36	2.38	9.98	2.04	0.56	1.48

Quant à la nature chimique de la substance organique, du «bitume», il s'agit évidemment d'un mélange de plusieurs corps. Jusqu'à ce jour peu de données précises ont pu être acquises. AD. SPIEGEL (Zeitschrift f. angew. Chemie, 1921, p. 332) admet que nous avons à faire à des sels d'acides gras à poids moléculaire élevé.⁶⁰⁾ K. KREJCI-GRAF précise en disant que nous sommes en présence de sels calcaires des acides palmitique et stéarique.⁶¹⁾ ENGLER a pu

démontrer la présence de cholestérols; ceux-ci sont exclusivement d'origine animale. Certains schistes bitumineux contiennent, comme certains pétroles naturels, des porphyrines, dérivés de l'hémine et de la chlorophylle, ce qui prouve l'origine à la fois animale et végétale de leur bitume.⁶²⁾ Comme ces substances ne résistent pas à l'action de températures supérieures à 300°, on en a conclu que toute hypothèse admettant pour la genèse des pétroles l'intervention de températures supérieures à 300° doit être exclue, par conséquent aussi celle qui considère les schistes bitumineux comme des roches-mères du pétrole et admet que celui-ci provient du bitume sous l'influence d'une augmentation de la température.

La matière organique contient des composés azotés; c'est à eux que le schiste doit sa teneur en azote. Cet élément présente un certain intérêt si on envisage la production de sulfate d'ammonium pour rendre plus lucratif le traitement du schiste. On admet qu'il est possible de récupérer ainsi les trois quarts de l'azote. La teneur est toujours faible; elle n'est que de quelques dixièmes de pourcents. Voici quelques données à ce sujet:

Schistes luxembourgeois.

Puits de Sanem; prof.	5.0 — 5.6 m	0.154 ‰ d'azote
"	5.6 — 6.2 m	0.168 "
"	6.2 — 6.8 m	0.350 "
"	6.8 — 7.4 m	0.130 "
"	7.4 — 8.0 m	0.280 "
"	8.0 — 8.5 m	0.126 "
"	8.5 — 9.0 m	0.280 "
"	9.0 — 9.6 m	0.196 "
"	9.6 — 10.2 m	0.126 "
"	10.2 — 10.8 m	0.140 "
"	10.8 — 11.0 m	0.266 "
"	11.0 — 11.4 m	0.182 "
"	11.4 — 12.0 m	0.084 "
Schouweiler		0.367 "
"		0.350 "
Diifferdange		0.265 "
"		0.358 "
"		0.504 "

Schistes étrangers.

Schiste d'Athus	N ^o 3986	0.58	% d'azote	Asselberghs et Mertens
"	N ^o 3987	0.39	"	"
"	N ^o 3988	0.49	"	"
"	N ^o 4074	0.56	"	"
"	N ^o 4087	0.43	"	"
Schiste de Morre		0.334	"	Grosjean
Schiste de Lods		0.277	"	"
Schiste de Conliège		0.174	"	"
Schiste de Salins		0.198	"	"
Schiste du Wurtemberg (Holzheim)		0.45	"	Neubronner
Schiste du Brunswick (Schandelah)		0.50	"	Katz
Schiste de Fallersleben (Hanovre)		0.26	"	Beyschlag Analys. faites par la Geolog. Landes- anstalt Berlin.
Schiste d'Oerlinghausen (Lippe-Detmold)		0.26	"	id.
Schiste de Langenbrücken (Bade)		0.21	"	P. Haas.
id.		0.49	"	P. Haas.
Schiste de Flechtorf (Brunswick)		0.30	"	P. Haas.

C. Rendement en huile brute.

Pour déterminer le rendement en huile brute nous avons employé la méthode suivante: Une quantité de cinquante gr de schiste réduit en menus morceaux est placée dans une cornue en aluminium (cornue Fischer), munie d'un thermomètre et d'un tube collecteur, représenté dans la fig. 4. La partie supérieure, oblique, de ce tube collecteur a une longueur de 8 cm environ et un diamètre de 4 cm; elle est fermée par un bouchon de liège laissant passer le col de la cornue et un mince tube de verre, destiné à livrer passage aux gaz et aux vapeurs non condensées. La partie verticale, plus étroite, a une longueur de 12 cm environ et un diamètre intérieur de 1 cm; elle est graduée comme une burette et se termine par un robinet.

La cornue est chauffée moyennant un bec Bunsen à 3 ou 4 flammes et la température est portée assez rapidement à 400° et maintenue ensuite au-dessous de 500°. Le tube collecteur est arrosé avec de l'eau froide, sa partie supérieure étant entourée de papier à filtrer pour rendre la réfrigération plus efficace. Nous n'avons pas eu recours à de la vapeur d'eau surchauffée pendant la pyrogénéation; l'emploi de celle-ci nous a semblé constituer une complication inutile. ⁶³⁾

Vers 250°, les premières vapeurs d'huiles apparaissent et vers 400° leur dégagement est maximum. La durée d'une opération est de 30 minutes environ.

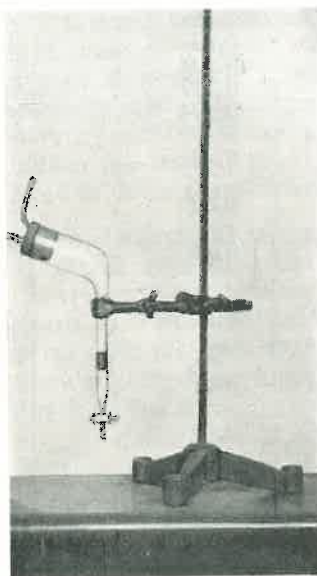


fig. 4.

L'huile et l'eau condensées se rassemblent presque entièrement dans la burette, l'huile étant nettement séparée de l'eau; jamais il ne s'est produit une émulsion d'huile dans l'eau. On peut, en lisant les volumes, suivre l'allure de la pyrogénéation et estimer déjà la richesse du schiste. Les gaz et les vapeurs d'huile non condensées peuvent être enflammés à partir d'un certain moment à l'extrémité du tube engagé dans le bouchon; la grandeur de la flamme est fonction de la vitesse de la pyrogénéation et de la richesse du schiste en bitume.

Quand la pyrogénéation est terminée, on pèse le tube collecteur après l'avoir bouché et essuyé avec soin. Puis on enlève le plus complètement possible l'eau condensée dans la partie évasée du tube collecteur et dans la burette au-dessus du ménisque de l'huile. Ensuite on laisse s'écouler goutte à goutte l'eau rassemblée sous l'huile, en ayant soin de fermer le robinet de temps en temps et de secouer le tube collecteur d'un coup sec. Il est certain qu'on n'arrivera pas à séparer ainsi toute trace d'eau et ce ne sera donc pas de l'huile tout à fait exempte d'eau qu'on pèsera après; l'erreur commise sera pourtant bien minime. Nous avons rassemblé dans un flacon et conservé longtemps les quantités d'huile ainsi séparées de l'eau dans un très grand nombre d'essais; jamais il ne s'est montré sur le fond

une trace appréciable d'eau. Si l'on considère que les essais de laboratoire ont pour but de comparer entre eux les échantillons de schiste et d'établir quelles couches d'un gisement sont les plus riches — le rendement effectif devant être établi par un essai au moins semi-industriel —, on conviendra qu'une méthode simple comme celle que nous venons de décrire permet d'obtenir des résultats suffisamment précis.

Au début de nos recherches nous employions une cornue en verre de Bohême, chauffée sous une enveloppe en tôle, pendant 5—6 h, d'abord avec une flamme très petite, ensuite avec une flamme de plus en plus grande. Il est préférable d'employer une cornue en aluminium fortement chauffée dès le début.

1. Rendement en huile brute de schistes luxembourgeois
(pourcentages en poids).^{6a)}

a. Echantillons recueillis en divers points de l'affleurement.

	Perte totale par pyrogé- nation	Huile brute	Eau ammoni- acale	Gaz
Puits creusé entre Dudelange et la ferme Krackelshof	15.68 ⁰ / ₀	3.68 ⁰ / ₀	8.49 ⁰ / ₀	3.46 ⁰ / ₀
Carrière de la briqueterie de Bettem- bourg	15.2 11.4 13.6	4.80 0.60 *) 2.00 *)	8.0 9.0 9.6	2.4 1.8 2.0
*) N ^o IIa - IIb - III - VII - IX du profil Schiltz	12.2 14.8 9.0 11.2 16.4 15.3 15.9	3.40 *) 2.20 *) 2.30 *) 3.25 5.10 3.48 3.82	6.4 8.8 6.6 5.6 9.0	2.4 3.8 1.1 2.3 2.3
		4.62 4.07 2.23 3.02		
Nœrtzange, près de la gare	15.0	4.60	7.9	2.5
Nœrtzange, „Nœrtzinger Kopp“ . . .	16.4	6.00	8.2	2.2
Kayl, moulin Toussaint	14.65	2.25	11.4	1.0
Esch, route d'Ehlerange	8.98	2.56	5.52	0.9
Esch, Parc Laval	13.52	2.66	7.78	3.08
Esch, Usine Belval	12.4	2.1	8.5	1.8
Esch, Usine Belval	14.9	3.4	8.2	3.3
Esch, Bassin de natation		2.4		
Esch, Briqueterie	14.8	3.54	8.97	2.29
Belval		3.8		
Soleuvre	14.8	2.7	9.46	2.64

		Perte totale par pyrogé- nation	Huile brute	Eau ammoni- acale	Gaz
Differdahge (puits entre la Chiers et la clôture de l'Usine)					
	1.	14.50%	2.00%	9.50%	3.00%
	2.	16.50	2.55	10.50	3.45
	3.	16.00	2.90	10.30	2.80
	4.	10.90	2.30	6.10	2.50
	5.	14.50	2.45	8.15	3.90
	6.	15.15	2.00	10.80	2.35
	7.	17.60	4.40	10.85	2.35
Ligne Pétange-Luxembourg					
	1.		9.00		
(échantillons prélevés sur les	2.		5.00		
talus de la tranchée près de	3.		4.20		
la station de Schouweiler)	4.		4.40		
	5.		8.20		
	6.		6.70		
	7.		7.20		
	8.		6.80		
	9.		4.60		
Id. échantil. pris au km 5.3	10.		7.40		
Id. " "	11.		6.40		
Id. " "	12.		8.20		
Id. échantil. pris au km 5.7	13.		8.80		
Id. " "	14.		3.00		
Id. tranchée à l'ouest de la	1.		2.20		
station de Bascharage	2.		2.30		
Id. grande tranchée entre les					
stations de Bascharage et					
de Schouweiler (moyenne					
de 14 essais). - Analyse					
P. Schiltz			5.00		
Ligne Pétange-Clemency (aux					
environs de la tourbière	1.	12.30	3.50	6.70	2.10
"Bofferdang")	2.	13.40	4.50	6.80	2.10
	3.	17.00	6.30	6.50	4.20
	4.	18.25	5.25	9.95	3.05
	5.		7.80		
	6.		8.80		

b. *Echantillons provenant de travaux de fondation.*

Terres-Rouges, Esch s. Alz.
Travaux de fondation exécutés en
1939.

Profondeur	Huile brute
0.35 m	2.20% en poids
0.40	1.8
0.50	1.8
0.60	2.2
0.80	1.2
0.90	1.2
1.10	1.8
1.25	2.6
1.40	3.2
1.60	2.6

Usine de Differdange
Travaux de fondation exécutés en
1939.

Profondeur	Huile brute
1.40 m	4.20% en poids
1.80	4.2
2.20	2.6
2.80	3.4
3.20	3.2
3.60	2.2
4.00	2.6
4.40	3.0
4.60	3.4
4.70	1.8
5.00	2.4
5.40	2.6

c. *Echantillons provenant de travaux de prospection.*

Travaux de prospection exécutés en 1935 sur le territoire des communes de Dippach et de Bascharage par M. PAUL WURTH. (Consulter à ce sujet la carte publiée dans la Revue Technique Luxembourgeoise, N° 6 de 1937).

Point A, Terrain de la Société «Solhyd».

Echantillons pris à une profondeur de 1.40 m — 2.40 m — 3.40 m — 4.40 m — 5.40 m — 6.40 m.

Rendements en huile brute: 0.00 p. c., 5.2 p. c., 5.0 p. c., 4.2 p. c., 5.8 p. c., 4.4 p. c., soit 4.92 p. c. en moyenne.

Rendement en huile brute d'une prise moyenne: 4.8 p. c. (à partir de 2.40 m).

Un essai de pyrogénéation fait avec une plus grande quantité d'une prise moyenne de schiste a donné un rendement de 3.85 p. c., soit 80 p. c. du rendement obtenu avec 50 gr dans la cornue en aluminium.

Point B, sur la voie Pétange-Luxembourg, au km 5.100 et à la cote 320.86 de l'assiette, dans la grande tranchée entre Bascharage et Schouweiler. La tranchée y est profonde de 7.50 m. Les échantillons ont été pris à partir de 2 m de la surface, de 50 en 50 cm, dans une rainure pratiquée dans le talus; à la cote 320.86 un puits d'une

profondeur de 3.50 m a été creusé, jusqu'aux marnes des couches à *Am. spinatus*.

Voici les rendements en huile brute observés à partir de 2 m:
 2.6 % — 1.6 — 3.8 — 1.6 — 2.6 — 2.6 — 2.6 — 3.8 — 3.6 — 5.0 —
 4.4 (ici commençait le puits) — 4.0 — 4.4 — 8.2 — 6.2 — 4.0 — 2.6 —
 1.2 — 1.2 % — Moyenne: 3.47 %.

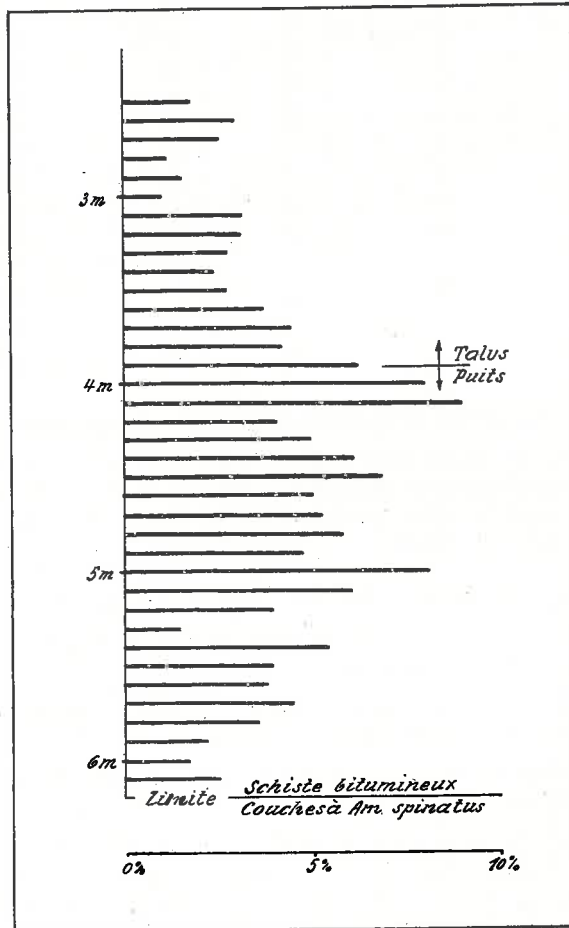


fig. 5.

Point C, au km 5.314 de la voie; tranchée, ensuite puits, commencé au niveau de l'assiette, à la cote 323.

Rendements en huile brute, à partir de 2.50 m, de 10 en 10 cm (voir fig. 5):

Entaille: 1.8 % — 3.0 — 2.6 — 1.2 — 1.6 — 1.0 — 3.2 — 3.2 — 2.8 — 2.4 — 2.8 — 3.8 — 4.4 — 4.2 — 6.2;

Puits — 8.0 — 9.0 — 4.0 — 5.0 — 6.2 — 7.0 — 5.0 — 5.3 — 5.8 — 4.8 — 9.2 — 6.2 — 4.0 — 1.6 — 5.5 — 4.0 — 3.9 — 4.5 — 3.1 — 2.4 — 1.8 — 2.6 % — Couches à Am. spinatus.

Moyenne 4.13 %.

Point C', sur la voie, en face de C, échantillons pris de 10 en 10 cm, à partir de 2 m du bord de la tranchée, dans une entaille pratiquée à cette fin.

Rendements en huile brute: 2.4 % — 3.8 — 3.6 — 5.0 — 5.4 — 4.4 % — Moyenne 4.1 %

Point D, sur la voie, au km 5.456 et à la cote 324.42. Entaille dans le talus qui a ici 1.20 de haut; puits commencé à la cote 324.42 et profond de 1.40 m; échantillons de 10 en 10 cm.

Rendements: talus, à 0.70 m de son bord, 1.3 %; ensuite traces seulement d'huile; puis 0.2 % — 2.7 %; — 5.2 %;

puits: 6.0 % — 5.2 — 4.0 — 3.8 — 4.8 — 6.0 — 4.8 — 3.0 — 2.4 — 1.8 — 2.4 — 3.8 %. A 20 cm plus bas, le lias moyen est atteint.

Moyenne: 3.37 %.

Point K, terrain de la société «Solhyd». Puits poussé jusqu'aux couches du Lias moyen; premier échantillon pris à 1.20 m, les autres de 10 en 10 cm.

Rendements (voir fig. 6): 1.0 % — 1.6 — 3.2 — 4.0 — 3.4 — 4.0 — 3.5 — 4.9 — 4.2 — 4.0 — 5.2 — 2.6 — 2.6 — 3.0 — 3.2 — 3.6 — 3.8 — 4.2 — 5.6 — 6.0 — 6.4 — 7.4 — 4.6 — 6.2 — 8.8 — 8.6 — 9.4 — 7.8 — 5.0 — 6.4 — 5.6 — 5.4 — 4.6 — 4.2 — 4.4 — 4.4 — 3.8 — 1.6 — 1.6 %. — Moyenne: 4.61 %.

Point M, sur la voie, au km 6.373 (près de la faille qui passe au km 6.370), à la cote 333.60 de l'assiette. Entaille pratiquée dans le talus; premier échantillon à 2.50 m du bord supérieur de la tranchée; les autres de 10 en 10 cm jusqu'au niveau du fossé latéral de drainage (à 6.40 m du bord supérieur du talus).

Rendements: 1.8 % — 2.4 — 2.6 — 3.2 — 4.4 — 3.6 — 3.8 — 3.4 — 4.0 — 3.8 — 3.6 — 5.2 — 5.6 — 4.2 — 5.2 — 5.8 — 6.2 — 5.4 — 4.2 — 4.6 — 4.2 — 4.8 — 4.2 — 2.6 — 2.8 — 3.4 — 2.6 — 4.2 — 6.6 — 5.8 — 5.2 — 8.4 — 5.6 — 8.6 — 7.2 — 3.8 — 4.8 — 4.6 — 3.0 %. — Moyenne: 4.49 %.

Point M', sur la voie, au km 6.400, à la cote 333.86 de l'assiette. Sept échantillons pris dans une entaille pratiquée dans le talus: 8.6 % — 5.8 — 3.4 — 3.2 — 4.0 — 5.6 — 6.2. — Moyenne: 5.25 %.

Point N., sur la voie, au km 6.425, à la cote 334.02 de l'assiette. Puits commencé au niveau de l'assiette et poussé jusqu'à 1.40 m de profondeur à laquelle le Lias moyen fut atteint; échantillons de 10 en 10 cm.

Rendements: 8.2 % — 4.2 — 5.2 — 5.4 — 5.6 — 4.8 — 3.2 — 3.2 — 2.6 — 1.6 — 1.6 — 1.4. — Moyenne: 4.1 %.

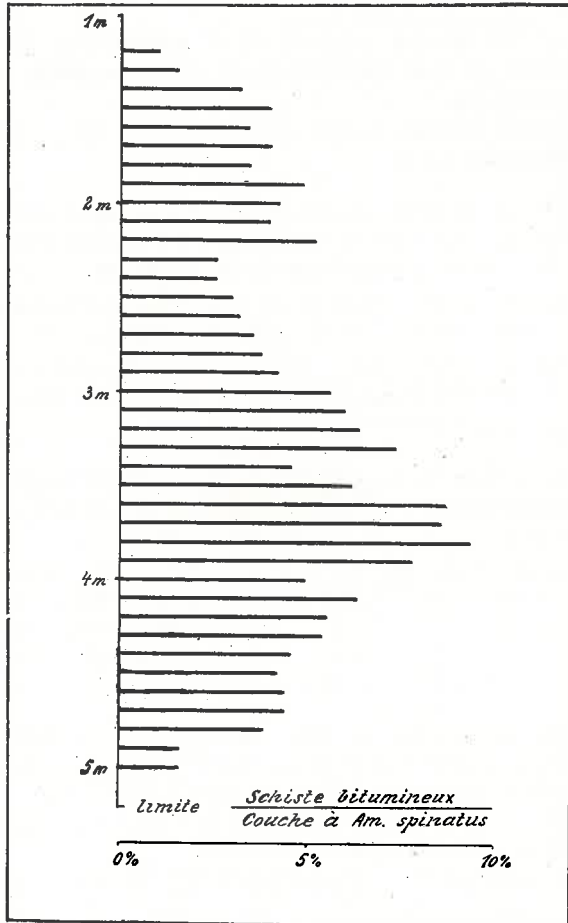


fig. 6.

Point O, sur la voie, au km 6.450, à la cote 334.18 de l'assiette. Entaille pratiquée dans le talus; échantillons de 10 en 10 cm, à partir de 2.20 du niveau supérieur du talus.

Rendements: 0.8 % — 2.8 — 2.6 — 4.8 — 4.8 — 5.8 — 5.2 — 5.4 — 4.6 — 4.2 — 3.8 — 4.6 — 4.2 — 4.2 — 2.8 — 2.8 — 2.2 — 3.8 — 3.4 —

3.4 — 0.8 — 4.8 — 7.8 — 9.2 — 5.8 — 7.6 — 3.2 — 4.8 % —
Moyenne: 4.4 %.

Point P., sur la voie, au km 6.500; cote de l'assiette 334.5.
Entaille dans le talus; échantillons pris de 10 en 10 cm à partir de
2.20 m du bord.

Rendements: 2.0 % — 1.8 — 3.0 — 2.8 — 5.0 — 3.8 — 3.8 —
3.8 — 2.6 — 2.8 — 2.6 — 3.8 — 3.0 — 3.6 — 3.2 — 4.8 — 4.4 —
6.6 — 8.6 — 7.2 — 5.2 — 4.4 — 3.0 — 3.6 — 5.2 %. — Moyenne:
4.02 %.

Point Q., sur la voie, au km 6.550; cote de l'assiette 334.5.
Entaille dans le talus; échantillons pris de 10 en 10 cm, à partir de
2.20 m du bord.

Rendements: 1.0 % — 1.6 — 3.2 — 3.2 — 5.4 — 5.8 — 7.6 —
6.0 — 6.6 — 4.8 — 5.4 — 7.2 — 5.4 — 5.2 — 3.2 — 4.2 — 4.2 —
4.2 %. — Moyenne: 4.68 %.

*Echantillons pris sur l'assiette, à une faible profondeur, de dix en
dix m, du km 4.800 au km 5.500. Rendements:*

à partir du km 4.800	à partir du km 4.900	à partir du km 5.000	à partir du km 5.100	à partir du km 5.200	à partir du km 5.300	à partir du km 5.400	
cote 317.86	cote 318.86	cote 319.86	cote 320.86	cote 321.86	cote 322.86	cote 323.86	
4.6 %	4.4 %	4.8 %	3.3 %	2.8 %	4.4 %	6.4 %	Moyenne : 4.50 %
5.0	4.2	4.0	3.0	3.6	7.8	6.0	
5.6	4.0	3.4	3.0	4.2	4.8	4.2	
5.0	4.5	4.4	2.8	4.4	4.6	6.5	
5.4	4.9	4.8	2.6	3.8	6.0	7.6	
4.6	4.8	5.6	2.8	4.6	5.6	7.8	
5.4	4.4	4.4	2.4	4.6	4.0	4.0	
5.0	4.0	3.6	1.8	4.6	9.2	Néant	
5.5	4.0	2.0	2.8	3.4	5.4	Néant	
4.7	4.4	3.2	2.8	4.2		cote au km 5.500 = 324.86	

*Puits creusé en 1918, sur le territoire d'Ehlerange
(lieu dit «am Deieregard») ⁶⁵*

Profondeurs	Huile brute	Profondeurs	Huile brute*)	Eau ammoniacale *)
2.6 — 3.2 m	1.2 ‰	6.6 ‰	1.6 ‰	
3.2 — 3.8 „	2.6	6.5	4.0	3.6 ‰
3.4 — 5.0 „	2.0	9.8	2.6	4.4
5.0 — 5.6 „	2.9	10.2	2.6	3.2
7.0 — „	3.9	11.4	2.8	2.6
8.5 — 10.0 „	2.1	12.0	2.8	3.2
10.0 — 12.0 „	2.4	12.6	2.5	3.0

Puits creusé à Sanem, en 1918 (page 19).

Profondeurs	Huile brute	Profondeurs	Huile brute
2.60 — 3.20 m	1.2 ‰	8.00 — 8.50m	2.6 ‰
3.20 — 3.80	1.8	8.50 — 9.00	3.0
3.80 — 4.40	1.9	9.00 — 9.60	3.0
4.40 — 5.00	1.9	9.60 — 10.20	2.7
5.00 — 5.60	2.6	10.20 — 10.80	1.6
5.60 — 6.20	2.8	10.80 — 11.00	
6.20 — 6.80	2.0	11.00 — 11.40	2.2
6.80 — 7.40	2.5	11.40 — 12.00	2.1
7.40 — 8.00	2.6		

Le rendement en huile brute varie donc beaucoup dans le sens vertical. Même dans un lit de quelques centimètres d'épaisseur seulement il prend des valeurs assez différentes. Une plaque épaisse de 7 cm, très homogène en apparence, a été débitée en 11 lames qui ont été soumises chacune séparément à la pyrogénéation. Voici les rendements en huile: 7.4 ‰ — 6.6 — 8.0 — 8.0 — 8.8 — 9.6 — 8.8 — 8.4 — 8.2 — 6.4 — 7.6, soit une moyenne de 7.98 ‰. Une prise moyenne a donné 8.0 ‰.

2. Rendement en huile brute de schistes à Posidonies étrangers.

a. Schistes du Luxembourg belge.

Recherches de MM. ASSELBERGHS et MERTENS:

Puits 1 (Athus)	3.5 ‰
Puits 2 (Athus)	7.4
Puite 2 (Athus)	3.6
Puits 3 (Athus)	8.3
Puits 3 (Athus)	6.6
Fouille au nord d'Aubange . .	2.9

Recherches de M. CH. GUILLEAUME:

Puits N° 1, . . . cote 310	Teneur en huile primaire 6.80/o
Puits N° 2, . . . cote 290	Teneur en huile primaire 8.3 %o
Sondage b, . . . cote 290	Teneur en huile primaire 7.0 %o

Travaux de prospection de M. PAUL WURTH.

Des échantillons de schiste recueillis à Athus en 1936, lors de travaux exécutés pour la canalisation, ont fourni 3.7 — 5.7 — 4.0 %o d'huile. Les deux premiers provenaient de la base de l'assise.

Tranchée de la gare d'Athus (page 23).

Rendement en huile brute inférieur à 1 %o . . .	5 échantillons
Rendement en huile brute compris entre 1 et 2 %o	34 échantillons
Rendement en huile brute compris entre 2 et 3 %o	59 échantillons
Rendement en huile brute compris entre 3 et 4 %o	6 échantillons

Un échantillon recueilli dans les fondations d'un mur de soutènement au même endroit, sous le niveau des rails, a donné 5.4 %o.

Puits creusé à Aubange (page 26).

Profondeurs	Huile brute	Profondeurs	Huile brute
2.70 m	0.2 o/o	4.30 m	2.8 %o
2.80 „	0.3	4.40 „	3.4
2.90 „	0.6	4.50 „	3.4
3.00 „	2.2	4.60 „	3.2
3.10 „	3.0	4.70 „	3.8
3.20 „	2.0	4.80 „	3.0
3.30 „	1.8	4.90 „	1.0
3.40 „	2.2	5.20 „	3.2
3.50 „	2.8	5.30 „	2.0
3.60 „	2.8	5.40 „	2.2
3.70 „	2.8	5.50 „	3.0
3.80 „	1.8	5.70 „	} 3.0
3.90 „	1.8	5.80 „	
4.00 „	1.8	5.90 „	
4.10 „	3.2	6.00 „	2.4
4.20 „	2.8		

b. Schistes français.

Nous complétons les données fournies au chapitre IV, page 27 et 28.

Département du Doubs : Morre	2.0 à 7.5 ‰	(d'après Grosjean et
Département du Doubs : Lods	2.0 à 9.0 ‰	Dosios)
Département du Jura : Conliège	4.0 à 6.5 ‰	
Département du Jura : Salins	2.0 à 4.0 ‰	

Département de la Lozère et de l'Aveyron.⁶⁶⁾

	Matière organique	Huile	Rapport Huile/ Mat. org.	Gaz	Rapport Gaz/ Mat. org.	Rapport Gaz/Huile
Mende	11.8 ‰	6.0 ‰	50 ‰	1.7 ‰	14 ‰	28 ‰
La Canourgue	19.0	9.6	53	3.1	16	32
Environs d'Ajas	13.4	7.2	53	2.3	17	32
Sévérac-le-Château	12.9	6.9	53	2.0	15	30
Boric-Blanque	12.7	7.0	55	2.0	16	30
St. Georges de Luenzon	8.1	4.0	50	1.4	17	35
Ste Eulalide-de-Cernon	14.6	8.0	54	2.2	15	27
Tournemire	10.0	5.2	52	1.9	19	36
Tiergues	14.1	8.1	56	2.1	15	26
Roquefort	12.7	6.9	54	2.0	16	30
St. Jean et St. Paul	12.0	6.5	54	1.6	13	25
La Bastide - Pradines	11.4	6.4	56	1.7	15	27

c. Schistes allemands.

Nous trouvons dans la monographie de P. HAAS les données suivantes:

Flechting (Brunswick).	2.8 ‰
Geisfeld	1.8 - 2.0 - 2.3 ‰
Ohmden-Schlierbach (Wurtemberg)	1.5 - 1.8 - 1.9 - 2.2 - 2.2 - 3.1 ‰
Ohmden-Holzmaden (Wurtemberg)	1.2 - 2.5 - 2.5 - 2.6 ‰
Eislingen (Wurtemberg)	4.73 - 6.48 - 6.5 - 6.7 ‰
Sehnde (Hanovre)	6.13 ‰

KATZ a obtenu avec un schiste de Schandelah (Brunswick) des rendements compris entre 6.0 et 6.6 ‰; la pyrogénéation dans le vide a donné 6.85 ‰. D'autres échantillons ont fourni des quantités allant de 3.9 à 5.5 ‰.

Le laboratoire de la «Geologische Landesanstalt» de Berlin a communiqué les données suivantes:⁶⁷⁾

Provenance du schiste	Huile brute	Eau ammoniacale	Gaz et pertes
Schandelah (Brunswick), moyenne de 5 essais	5.12 ‰	9.86 ‰	5.46 ‰
„ „ „ de 40 échant.	4.27	15.70	4.35
„ „ „ de 40 échant.	4.98	9.20	5.37
„ „ „ de 12 essais	4.28	11.03	5.74
Fallerleben (Hanovre), „ de 40 essais	4.73	8.10	4.97
Oerlinghausen (Lippe-Detmold)			
moyenne de 12 essais	4.48	6.11	4.91
Oerlinghausen (Lippe-Detmold)			
moyenne de 5 échant.	5.57	5.40	5.25
Werther (Westphalie), moyenne de 7 essais	6.04	12.06	4.50
Weseke	6.65	8.60	8.02
Sehnde (Hanovre), prise moyenne d'une			
couche de 3 m	4.42	16.40	4.02
Dörnten, prise moyenne	4.57	6.00	5.59

Données concernant plus spécialement des schistes du Wurtemberg.

	Huile brute	Eau ammon.	Gaz	
Boll	4.14 ‰	5.30 ‰	3.72 ‰	
Eislingen (Neubronner)	6.60	4.5	2.90	
Eislingen, Forage Zeller u. Gmelin ((voir p. 35)	2 — 3			2 échant.
Eislingen, Forage Zeller u. Gmelin	3 — 4			2 échant.
„ „ „	4 — 5			3 échant.
„ „ „	5 — 6			3 échant.
„ „ „	6 — 7			5 échant.
„ „ „	7 — 8			6 échant.
Holzheim (Neubronner)	6 — 7.5	5 — 12	20 — 40 litres par kg	
Holzheim (Neubronner)	6.5	6.0	3.00 ‰	
Mögglingen (Neubronner)	4.2	7.6	2.10	
Ohmenhausen	6.72	5.76	5.24	

RAU a donné pour des schistes wurtembergeois les rendements suivants en huile brute: 2.83 — 5.33 — 6.12 — 6.36 — 6.63 — 9.00 ‰.⁶⁸⁾

D. Examen microscopique.

1. Schiste de Schouweiler.

M. ROB. STUMPER a eu l'amabilité de préparer un certain nombre de coupes minces. Ensemble nous les avons définies et interprétées comme suit:

Examinées par transparence, à l'œil nu, ces coupes ont une couleur brun-gris. Sous le microscope elles présentent presque partout une teinte brune qui est renforcée par endroits. Elle est due au bitume; celui-ci, fixé par adsorption aux particules argileuses, est intimement associé à celles-ci et les dérobe à la vue, il est impossible de les distinguer. Pour cette raison, le bitume se trouve diffusé dans toute la masse du schiste, qui semble ainsi être formé uniquement de bitume, alors qu'en réalité celui-ci n'y entre qu'à raison de 16 %, au maximum de 20 % du poids total.

Quelques espaces clairs, incolores sont occupés par de la calcite ou des grains de quartz, ou sont encore à ramener à des pores soit naturels soit produits lors de la préparation des coupes minces. Sur le fond brun de la coupe se dessinent partout de nombreux petits points circulaires sombres, presque noirs, ils sont constitués en majeure partie par de la pyrite, quelques-uns pouvant représenter de petits amas concentrés de bitume.

On distingue, en outre, des particules charbonneuses, noires, de différentes formes et dimensions, des filaments bruns rappelant par leurs contours des algues filamenteuses ou des fibres végétales, mais n'ayant pas de structure différenciée.

On n'observe aucune forme nettement figurée; certaines particules font penser à des cellules isolées, à des infusoires ou à des diatomées.

Une microphotographie d'une des coupes a été prise par M. WALDEMAR SCHUMACHER au laboratoire de la Cimenterie d'Esch (fig. 7).

En examinant une coupe mince avant et après calcination vers 900°, M. W. SCHUMACHER a constaté que par le traitement thermique les points circulaires sombres virent au brun-foncé, rappelant alors l'aspect du sulfure de fer grillé. Leur nature (pyrite) est ainsi nettement établie.

2. Résultats de l'examen microscopique de schistes à Posidonies étrangers, communiqués par divers auteurs.

a. D'après STADLER, des spores de *Sporangites Huronensis* auraient été observées dans des coupes minces de schistes du Wurtemberg.⁶⁹⁾

b. R. POTONIE a examiné un grand nombre de coupes minces de schistes du Wurtemberg. Voici quelques-unes des constatations qu'il a faites:

Dans le schiste de Holzmaden, le bitume est réparti à l'état diffus dans la masse du schiste et présente une teinte jaune-brun.

Examen d'un schiste de Moessingen: Sur un fond de bitume jaune-brun, diffusé dans toute la masse, apparaissent des îlots presque circulaires de calcite, dépourvus de bitume; en outre, on voit partout, sur ce même fond, de petits grains noirs de pyrite (pris souvent pour des amas de bitume). De plus, on distingue des restes ligneux et des taches rouge-brun d'humite.

c. B. HAUFF décrit aussi des coupes minces. Voici ce qu'il dit du «Tafelfleins»: Sur un fond presque complètement homogène, teintée en brun très foncé par le bitume, se dessinent de petites stries très nettes et des points en disposition parallèle formés de calcite; on distingue des poussières extrêmement fines, noires, qu'on peut considérer comme étant de la pyrite.

Le «Unterer Schiefer» fournit des coupes du même aspect.

d. BARLOT, après avoir fait l'examen microscopique de schistes appartenant aux étages silurien, permien et toarcien est arrivé à conclure que la matière organique est formée par deux composants: des *masses brunâtres* amorphes, plus ou moins nettement limitées, et dans lesquelles il est souvent possible de distinguer avec certitude des éléments cellulaires parfaitement conformés, et parfois de reconnaître de gros filaments d'algues; ensuite, de nombreux *éléments jaunes ou orangés*, parfois déchiquetés et sans formes précises, se présentent souvent sous l'aspect de disques ayant quelques millièmes de millimètre de diamètre. En l'état actuel des recherches il ne paraît pas possible de décider s'il s'agit d'éléments végétaux ou animaux.

II. Constituants accessoires rencontrés dans l'étage du Schiste à Posidonies.

1. Pyrite.

2. Gypse.

Ces deux corps, entre lesquels il existe une relation étroite, méritent une attention particulière; il leur sera consacré un chapitre spécial (chap. VI).

3. Barytine.

Lors de l'exécution de travaux de drainage au cimetière d'Esch, dont l'emplacement se trouve dans le schiste bitumineux, L. BLUM a trouvé fréquemment des cristaux assez grands et bien développés de barytine.⁷⁰⁾

4. Vivianite.

Cette espèce minérale a été signalée pour la première fois dans le schiste à Posidonies en 1933 par M. ERN. DE MUYSER, qui l'a trouvée au km 1.082 de la voie Pétange-Luxembourg, dans le talus d'une tranchée, sur une longueur de plusieurs mètres. L'analyse faite par M. P. SCHILTZ a montré qu'il s'agit d'une vivianite terreuse, impure et partiellement oxydée.⁷¹⁾

M. P. SCHILTZ⁷²⁾ est d'avis que la majeure partie de l'anhydride phosphorique révélé par l'analyse existe sous forme de vivianite. Celle-ci serait très répandue dans le schiste, à l'état de grains de dimensions microscopiques, mais pouvant aussi atteindre la grosseur d'une noisette, comme c'est le cas pour la trouvaille de M. DE MUYSER. M. SCHILTZ l'a rencontrée à Sprinkange et à Clemency; nous l'avons trouvée aussi à Differdange.

5. Lignite (jais).

Déjà ENGELSPACH-LARIVIÈRE⁷³⁾ avait signalé la présence de lignite dans le schiste bitumineux et dans d'autres formations du Grand-Duché de Luxembourg.

« Cette substance combustible a été trouvée, dit-il, à Belvaux, Bettembourg (Nonen-Mühle), près d'Echternach, Lischer, Thiaumont, Niederkorn, Wellensteiner-reif, Hemerange, Sanem. Elle paraît y exister généralement sous la forme de rognons excepté à Sanem, où on a retrouvé une couche ayant la direction de l'Est à l'Ouest. C'est à Sanem que l'on en a recueilli les quantités les plus considérables. La découverte de cette substance a servi, parmi les habitants

des campagnes, à accréditer l'erreur que les terrains où on l'avait découverte renfermaient de la houille. Ce lignite présente pour caractères minéralogiques: couleur noir-brunâtre; texture ligneuse, susceptible d'acquiescer un poli assez vif; brûlant facilement avec une flamme blanche, exhalant alors une odeur légèrement bitumineuse, donnant du charbon et une cendre semblable à celle du charbon de bois; pesanteur spécifique 1.3. Présentant enfin, pour caractère d'élimination, de ne point tacher les doigts après avoir été réduit en poussière.

«Belvaux, Ruette, Aspelt, Gœsdorf, Burmerange, Hemerange, Dahlem, Vance, Echternach, Villers-sur-Semoy, Stockem, Dudlange, Bettembourg et Sanem offrent des lignites en amas quelquefois assez volumineux. On dit avoir recueilli des masses de 200 à 300 kilogrammes. C'est ordinairement en creusant des puits ou des fossés que l'on a mis ce combustible à découvert, sans que jusqu'à ce moment on ait cherché à l'utiliser.»

Voici ce que dit STEININGER: «Enfin, il n'est peut-être pas sans intérêt de remarquer que le grès marneux et les marnes grises contiennent quelquefois à Aubange des masses de lignite piciforme, qui, bien qu'elles ne se trouvent nulle part en assez grande quantité pour être exploitées, contribuent cependant à caractériser le terrain dans lequel elles se trouvent.» ⁷⁴⁾

N. WIES ⁷⁵⁾ mentionne le lignite du Schiste à Posidonies sous le nom de «houille glaiseuse». Il pense que, tout comme celle qu'on rencontre çà et là dans les argiles supérieures et inférieures du Keuper et dans le Calcaire infraliasique, elle ne pourra pas être exploitée parce qu'elle se trouve en trop petite quantité.

Le lignite, sous forme de jais, est assez fréquent dans le schiste pour qu'on puisse dire qu'il en est un élément caractéristique. Le plus souvent il forme, entre les lits de schiste, des amas aplatis, amincis sur leurs bords, épais de un ou de plusieurs centimètres, dont certains font penser à des troncs d'arbres fossiles (bois flottés). A ce qu'il paraît, une couche de lignite (jais) de 2 à 3 cm d'épaisseur aurait été rencontrée en différents points au niveau inférieur de l'assiette dans la grande tranchée entre les stations de Bascharage et de Schouweiler. A Bettembourg, une couche de plusieurs centimètres d'épaisseur a été trouvée en 1890. M. P. SCHILTZ signale que des quantités assez considérables de jais ont été mises à jour lors des travaux exécutés à Schiffange pour l'établissement d'une station d'épuration des eaux d'égout et à Hautcharage, au lieu dit «op Salt», pour la pose de la conduite d'eau intercommunale. Un très beau spécimen de bois flotté, mesurant $1.20 \times 0.40 \times 0.07$ cm, et recueilli près de la station de Schouweiler, en 1933, se trouve au Musée d'histoire naturelle.

La présence de jais dans le Schiste à Posidonies a été signalée aussi en Belgique par MM. ASSELBERGHS et MERTENS ainsi que par M. GUILLEAUME; en France, par MM. BARLOT, DOSIOS et GROSJEAN; en Allemagne, par DEFFNER, FRAAS, HAUFF et d'autres. Dans le schiste du Wurtemberg on rencontre des troncs atteignant 6 m de longueur. Sur une superficie de 100 m² on trouverait, d'après HAUFF, généralement un grand tronc; les pièces plus petites seraient plus fréquentes.⁷⁶⁾

W. GOTHAN admet que le jais du Schiste à Posidonies s'est produit à partir du bois; les fibres et les cellules se seraient remplies peu à peu de bitume provenant de la roche encaissante.⁷⁷⁾ Ce qui parlerait en faveur de cette thèse c'est que la roche attenante au lignite est appauvrie en bitume. Nous avons pu constater ce fait aussi: un amas de lignite se trouvait inclus dans un lit de schiste qui accusait un rendement en huile brute de 6 %; le schiste touchant au lignite ne donnait que 3 % d'huile.

La pyrogénéation du jais a fourni les résultats suivants:

	Jais de Schouweiler	Jais de Hautcharage
Huile brute . . .	28.0 %	28.9 %
Eau ammoniacale . . .	19.6	18.9
Gaz (p. différence) . . .	9.4	13.4
Coke	43.0	38.8 dont 0.74 de cendres

Pour le jais d'Athus, ASSELBERGHS et MERTENS communiquent les chiffres suivants:

huile: 24.7 %; coke résiduel: 39.48 %.

6. Calcaire fétide et rognons calcaires (pains pétrifiés).

a) Nous avons dit plus haut qu'un banc de calcaire de 0.50 cm d'épaisseur est intercalé dans la formation schisteuse à Bettembourg (N° V du profil SCHILTZ).

M. JACQUINOT nous a fourni, sur sa composition, les données suivantes:

Perte par calcination	32.90 %
SiO ₂	23.90
Al ₂ O ₃	2.90
Fe ₂ O ₃	5.70
MnO	0.45
CaO	24.40
MgO	8.72
P ₂ O ₅	0.10
SO ₃	1.02

La somme CaO + MgO est 33.12, ce qui indique une teneur de 62 % environ de CaCO₃ + MgCO₃. Nous avons trouvé 33.36, pour la somme CaO + MgO, dans un échantillon pris dans la carrière.

Ce banc de calcaire se résoud dans la partie nord de la carrière en de gros nodules alignés en chapelet.

b. Des nodules calcaires, appelés «pains pétrifiés» à cause de leur forme, s'intercalent dans le schiste à des niveaux différents, mais c'est vers le haut qu'ils sont surtout abondants.

Beaucoup de ces nodules ont une structure assez homogène; souvent ils renferment des fossiles. Fréquemment on observe vers leur périphérie une zone tellement riche en pyrite finement répartie qu'elle possède un éclat métallique. Il n'est pas rare que les nodules présentent la structure des septaries: partie corticale plus argileuse entourant des polyèdres irréguliers de calcaire, séparés par des cloisons de calcite.

M. ROB. STUMPER nous a communiqué des données d'analyses des différentes parties d'un nodule ellipsoïdal, trouvé à Belval et mesurant $460 \times 320 \times 200$ mm.

	Couche corticale	Polyèdres de calcaire	Cloisons de calcite
Perte au feu	28.46 %	36.72 %	43.10 %
CO ₂	28.87	36.42	43.01
SiO ₂	11.73	5.75	0.21
Fe ₂ O ₃	14.50	3.95	1.31
Mn ₃ O ₄	0.15	traces	0.05
Al ₂ O ₃	7.49	1.40	0.03
CaO	31.43	46.79	55.13
MgO	0.94	1.39	0.21
P ₂ O ₅	0.28	0.19	0.05
SO ₃	4.27	5.45	traces
CaCO ₃	52.00 %	82.69 %	97.66 %

Couleur de la partie corticale, épaisse d'environ 10 mm: jaune-brun.

» des polyèdres: grise.

» » cloisons: blanche.

Chapitre VI. Pyrite et gypse; soufre provenant de la pyrite.

A. Formes affectées par la pyrite.

Tous les échantillons de schiste à Posidonies examinés, quelle que soit leur provenance, Luxembourg, Belgique, France, Allemagne, contiennent de la pyrite. On peut dire, malheureusement, car ce minéral influence défavorablement les tentatives de mise en valeur du schiste.⁷⁸⁾

Le soufre que l'analyse permet de reconnaître dans le schiste non altéré s'y trouve presque entièrement à l'état de pyrite; une minime quantité seulement se trouve dans le bitume.

Souvent la pyrite est reconnaissable à l'œil nu; elle forme alors des nodules atteignant ou dépassant la grosseur d'une noisette et présentant souvent un étranglement médian; ou bien elle se présente comme amas lenticulaires, à structure radiaire et à bords tranchants, atteignant un diamètre de 2 à 3 cm. Il n'est pas rare que la pyrite revête des fossiles d'un enduit à éclat métallique jaune. Comme il a été dit dans le chapitre précédent, certains nodules calcaires présentent à quelques millimètres de leur surface une zone à laquelle la pyrite y accumulée communique une teinte franchement métallique d'une jaune pâle. Nous n'avons jamais observé des cubes de pyrite comme on les rencontre p. ex. dans les schistes dévoniens de Troisvierges.

Comme le permettent de constater les coupes minces, toute la masse du schiste est parsemée de grains très petits de pyrite. Ce sont ces grains qui donnent au schiste frais et sec sa couleur grise; et quand, par suite de l'altération, le fer de la pyrite disséminée dans le schiste forme de l'hydrate ferrique, la roche devient brune ou jaune-brun. SAUER rapproche cette forme de pyrite de la variété colloïdale désignée sous le nom de Melnicoffite.

B. Teneur en soufre respect. en pyrite des schistes
à Posidonies luxembourgeois et étrangers.

Pour les 7 premiers la teneur en pyrite a été calculée sur le pourcentage
en soufre.

Provenance	Soufre	Pyrite	
Esch (briqueterie) . . .	1.74 ‰	3.26 ‰	Analyse Arth. Thill
Bettembourg (briqueterie)	0.21 — 1.97	0.89 — 3.69	Analyse P. Schiltz
Schouweiler	1.12	2.10	An. Arbed-Esch-Usines
"	0.88	0.71	Analyse Arbed-Domm.
"	3.70	6.90	An. Arbed-Esch-Belval
"	1.48	2.70	" "
Differdange	2.15	4.00	An. Arbed-Esch-Usines
"		1.64	van Kerckhoff
Athus No 3985	8.97		Asselberghs et Mertens
" No 3986	4.64		" "
" No 3987	8.50		" "
" No 3988	4.69		" "
" No 4074	2.27		" "
" No 4087	2.97		" "
Morre (Doubs)	1.41		Grosjean
Lods "	2.89		"
Conliège (Jura)	0.63		Grosjean et Dosios
Salins "	0.59		" "
Wurtemberg (Goeppingen)	1.5 — 4.7		Grube
"		7 - 8	Sauer
" (Holzheim)		1 - 3	Neubronner
" "	4.0		"
" "	4.1		Gaisser et Bader
" (Eislingen)	4.46		Gaisser
" (Moessingen)	2.63		Gaisser et Bader
"	4.28		Metzger
Brunswick (Schandelah) .	3.23		Katz

Rappelons que L. BLUM avait estimé qu'à Aubange la teneur du
schiste en pyrite était suffisante pour rendre son extraction lucrative.

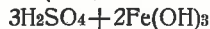
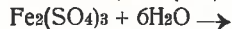
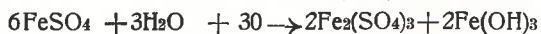
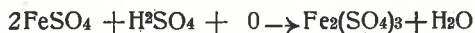
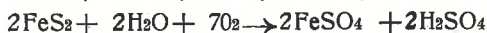
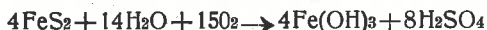
Ce même auteur avait exprimé l'opinion que le fer de la minette proviendrait de la pyrite du schiste à Posidonies.⁷⁹⁾ Dans son étude sur la genèse de la minette M. M. LUCIUS arrive à la conclusion qu'il est permis de mettre en doute cette conception.⁸⁰⁾

C. Origine de la pyrite.

M. P. SCHILTZ⁸¹⁾ explique la genèse de la pyrite du schiste en se basant sur les travaux de V. RODT et E. T. ELLEN. Ces savants ont démontré que la production du bisulfure de fer sous la forme de marcassite et de pyrite a lieu au contact de l'hydrogène sulfuré avec des eaux ferrugineuses neutres ou faiblement acides. Voici comment les choses se seraient passées. L'hydrogène sulfuré aurait pris naissance soit par la putréfaction des substances albuminoïdes soit par la réduction de sulfates sous l'action de substances humiques et d'organismes anaérobies. Le fer aurait été apporté des continents sous forme de silicates; ceux-ci auraient donné lieu à la formation de bicarbonate ferreux. Ce composé, éminemment oxydable, se serait transformé en hydrate ferrique. Au contact de l'hydrogène sulfuré se dégageant du fond des eaux il se serait produit du sesquisulfure de fer, Fe_2S_3 , qui aurait gagné peu à peu le fond. Arrivé dans une région où les substances humiques créaient un milieu légèrement acide, le sesquisulfure se serait scindé en bisulfure FeS_2 et en monosulfure FeS ; ce dernier se serait dissous dans l'eau acide, tandis que le bisulfure se serait déposé et aurait été englobé dans la vase du fond.

D. Altération de la pyrite sous l'influence des agents atmosphériques et formation de gypse.

Cette altération affecte, en premier lieu, la pyrite finement disséminée; les amas plus gros résistent plus longtemps. Les équations ci-après montrent la marche probable de la transformation:



Comme termes intermédiaires apparaissent le sulfate ferreux et le sulfate ferrique et, comme résultat final, l'acide sulfurique libre et l'hydrate ferrique.

L'hydrate ferrique forme les revêtements ocreux qu'on observe sur le schiste altéré et les inclusions ocreuses qu'on y trouve; c'est lui qui communique au schiste altéré sa teinte.

L'acide sulfurique libre est la cause de la réaction acide que présentent parfois les eaux qui circulent ou stationnent dans la masse du schiste. Le plus souvent cet acide réagit aussitôt sur le carbonate de calcium qui ne fait jamais défaut, ce qui donne lieu à la production de sulfate de calcium et d'acide carbonique ou d'anhydride carbonique et d'eau.

D'après M. EM. D'HUART, c'est à la décomposition de la pyrite du schiste à Posidonies qu'elle traverse et à la réaction de l'acide sulfurique sur le carbonate de calcium que l'eau minérale de Belval doit sa teneur en sulfate de calcium et en anhydride carbonique.⁸²⁾

Le sulfate de calcium apparaît dans le schiste altéré sous forme d'enduits blancs, de taches blanches, de cristaux, d'amas plus ou moins compacts, microcristallins. Il remplit parfois les crevasses des diaclases. Dans les assises superficielles fortement altérées il peut former jusqu'à 10 % de la masse du schiste.

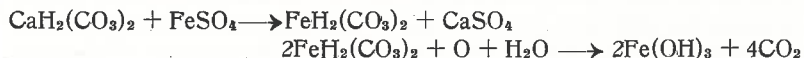
Lorsque le schiste doit servir comme terrain à bâtir et qu'il est altéré au point que nous venons de décrire, il exige des précautions particulières pour garantir les constructions contre les glissements et les effondrements et aussi contre le pouvoir agressif des eaux qu'il contient.

Ces eaux tiennent toujours en dissolution du sulfate de calcium; parfois la proportion en est telle que le degré de saturation est presque atteint. Ces eaux séléniteuses sont peu propres aux usages domestiques.⁸³⁾ Elles corrodent les tuyaux des conduites d'eau et de gaz placés dans le sol et attaquent les constructions en béton. A côté du sulfate de calcium l'eau du schiste contient de l'acide carbonique, H_2CO_3 , qui a pris naissance en même temps que le sulfate, et du bicarbonate de calcium, résultant de l'action de l'acide carbonique sur le carbonate de calcium. Comme la tension de dissociation du sulfate est forte, celle du bicarbonate s'en trouve gênée; par voie de conséquence, celle de l'acide carbonique est favorisée. La présence du sulfate a donc pour effet une augmentation des ions de H : l'eau contenue dans le schiste devient plus acide.

Ainsi s'explique l'action destructive du sulfate de calcium. (Conf. P. MEDINGER, Einfluß des Calciumsulfates auf die Aggressivität des Wassers gegenüber Eisen. Société des Naturalistes Luxemb., année 1917, p. 255).

Le gaz carbonique peut s'accumuler dans les fentes de diaclases et des accidents dus à son échappement brusque au cours du forage de puits se seraient déjà produits plusieurs fois.⁸⁴⁾

Le bicarbonate de calcium, produit par l'action de l'acide carbonique sur le carbonate de calcium, est soluble et peut donc être transporté par l'eau souterraine; en se décomposant, il peut donner lieu à un dépôt de calcaire. Il peut encore entrer en réaction avec le sulfate ferreux de la manière suivante:



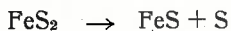
Il se forme probablement aussi du sulfate d'aluminium en petites quantités et une variété minéralogique de sulfate basique de fer semblable à l'espèce minérale connue sous le nom de Misy et qui a probablement la composition suivante: $2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SO}_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$.

La formation de Mélantérite ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), minéral observé par M. P. SCHILTZ dans la minette noire, n'est pas exclue.

M. M. LUCIUS pense que des venues d'hydrogène sulfuré peuvent se produire.⁸⁵⁾

E. La pyrite pendant la pyrogénéation.

Quand elle est chauffée à l'abri de l'air, ce qui est le cas dans la pyrogénéation du schiste, la pyrite se décompose en donnant du soufre libre:



Certains auteurs, comme M. BARLOT, admettent la formation de sesquisulfure:



On peut constater la formation de soufre libre dans les essais de pyrogénéation en petit; le soufre se dépose sous forme de petits cristaux sur la face intérieure des bouchons des tubes collecteurs et dans le col des cornues. Il se peut qu'une minime quantité soit entraînée et se trouve dans l'huile brute. NEUBRONNER⁸⁶⁾ est d'avis que tel n'est pas le cas; malgré de minutieuses recherches il n'a pu déceler la moindre trace de soufre dans l'huile brute du Wurtemberg. Ce qui est certain, c'est que la majeure partie du soufre mis en liberté entre en réaction avec d'autres produits de la pyrogénéation.

1. C'est ainsi qu'il réagit sur les vapeurs d'hydrocarbures et enlève à ceux-ci de l'hydrogène:



De cette façon naissent une partie des composés non saturés qu'on rencontre en si grande quantité dans l'huile de schiste. C'est encore ainsi que s'explique la présence de l'hydrogène sulfuré dans les gaz recueillis, où, à certains moments, il atteint une très forte proportion. Une partie de l'hydrogène sulfuré passe dans l'eau ammoniacale pour former du sulfhydrate d'ammonium.

2. Dans la pyrogénéation il se produit de l'anhydride carbonique; une partie de ce gaz est réduite et passe à l'état d'oxyde de carbone. Le soufre entre en réaction avec l'anhydride carbonique comme avec l'oxyde de carbone pour former de l'oxysulfure de carbone, COS. Ce composé se produit aussi par la réaction de l'anhydride carbonique sur l'hydrogène sulfuré. L'oxysulfure de carbone peut être mis en évidence dans les produits de la pyrogénéation de schistes riches en calcaire (BARLOT ⁸⁷); c'est lui qui est, d'après cet auteur, l'agent actif de la fixation du soufre sur l'huile. Il est, en effet, soluble dans les hydrocarbures. Dans le cas de carbures saturés et de carbures aromatiques il y aurait simple dissolution; dans le cas de carbures éthyléniques, qui se trouvent en quantité considérable dans les huiles de schiste, il y aurait d'abord dissolution, puis fixation par addition. A l'appui de sa thèse M. BARLOT cite les faits suivants:

a) Le dosage du soufre contenu dans une huile brute donne des résultats variant avec l'âge de cette huile. Une huile fraîchement obtenue accusait un pourcentage de 1.97 après lavage à l'eau et à la soude; une autre portion de la même huile, traitée d'une façon identique, mais après un délai de 2 jours, accusait une teneur de 2.80 %. A partir du 4^e jour, la teneur était voisine de 4 % et restait constante. ⁸⁸)

b) Quand deux schistes différents sont distillés dans des conditions comparables, celui qui renferme le moins de calcaire donne aussi l'huile la moins riche en soufre.

c) Dans une exploitation de schistes du Kimmeridgien (Jurassique sup.), où il s'agissait d'avoir une huile aussi riche que possible en soufre en vue de la formation de produits ichthyoliques, on cherchait à augmenter la teneur de l'huile en soufre en ajoutant de la pyrite au schiste qui devait être distillé. Cependant le soufre cédé par la pyrite se dissolvait dans l'huile et ne s'y combinait pas. En ajoutant en même temps du calcaire on a réussi à faire passer de 10 à 16 % la teneur de l'huile en soufre combiné.

M. BARLOT conclut donc que le calcaire intervient pour une grande part dans la fixation du soufre par l'huile et cela parce qu'il rend possible la production d'oxysulfure de carbone grâce à l'anhydride carbonique qu'il peut dégager.

Afin d'abaisser la teneur en soufre des huiles provenant de schistes liasiques M. BARLOT recommande d'opérer la distillation à une température aussi basse que possible et dans un minimum de temps, de façon à limiter la décomposition de la pyrite et du carbonate de calcium; et, d'autre part, de favoriser la décomposition de l'oxysulfure de carbone au fur et à mesure qu'il tend à se former.

Quant au premier point, M. BARLOT a fait les constatations suivantes: Une pyrogénéation faite en une heure et poussée jusqu'à 700° donnait une huile avec 5.82 % de soufre; le même schiste, chauffé pendant dix minutes seulement et sans dépasser 500°, fournissait une huile ne renfermant que 2.10 % de soufre.

M. P. MARÉCAUX⁸⁹⁾ met lui aussi la teneur de l'huile en soufre en relation avec la pyrite. Il estime cependant que, la décomposition de la pyrite ne se produisant qu'à partir de 750°, elle ne peut pas avoir lieu pendant la pyrogénéation, puisque celle-ci se fait à des températures bien plus basses. Il démontre qu'aux températures atteintes dans la pyrogénéation il y a sulfuration directe de la matière organique par la pyrite. D'après lui il serait difficile d'éviter une profonde sulfuration des huiles par la pyrite alors même que la pyrogénéation serait de très courte durée. Voilà pourquoi M. GUILLEAUME pense qu'il serait d'un intérêt capital d'éliminer la pyrite ou de la détruire avant la pyrogénéation. La séparation étant pratiquement impossible, il ne reste que la destruction. A notre avis c'est seulement la destruction par altération qui puisse être envisagée. Il faudrait pour cela abattre le schiste et le distiller seulement quelques années après. Ce serait là une complication bien grande en cas d'une exploitation.

Le soufre de la pyrite passe donc pour une part dans l'huile brute; une seconde part se retrouve dans les gaz de la pyrogénéation, une troisième, dans l'eau; le reste est contenu dans le coke. Pour les détails nous renvoyons aux chapitres relatifs.

F. Eaux sulfureuses sortant du schiste à Posidonies (Allemagne).

Signalons, pour terminer ce chapitre, que les eaux sulfureuses de Langenbrucken (Bade), de Boll, Reutlingen et Sebastiansweiler (Wurtemberg) sortent du schiste à Posidonies et que leur teneur en soufre est mise en rapport avec la pyrite contenue dans ce schiste. Il y aurait d'abord formation de sulfates et ceux-ci seraient ensuite réduits à l'état de sulfures par les matières organiques du schiste.

Chapitre VII. - Etude de la pyrogénéation au laboratoire.

(Essais faits en commun avec M. Herb. SCHAEFER,
ensuite avec M. Fr. BovÉ)

A. Appareillage employé.

Afin d'obtenir une quantité d'huile brute suffisante pour des essais de raffinage et de fractionnement ainsi que pour l'examen des sous-produits, nous avons employé successivement les dispositifs suivants:

1. Cornue horizontale en tôle, à section circulaire, longue de 1.30 m et d'un diamètre de 0.30 m. Contenance: 90 kg de schiste environ. Elle était entourée d'une maçonnerie en briques, placée à une distance de 10 cm. Le chauffage était effectué à l'aide de houille, brûlée dans deux foyers disposés sous la cornue. ⁹⁰⁾ La pyrogénéation se faisait en présence de vapeur d'eau surchauffée.

Une opération durait une dizaine d'heures; le rendement, comparé avec celui obtenu dans les essais en petit, était peu satisfaisant. Cela tenait à la circonstance que la cornue était trop large et, par conséquent, l'épaisseur de la couche de schiste à pyrogéner trop grande. Comme le schiste est mauvais conducteur de la chaleur, les zones intérieures n'atteignaient que lentement la température nécessaire pour la décomposition du bitume, alors que les couches extérieures étaient surchauffées. L'huile qui se dégageait de celles-ci était en partie décomposée par l'effet du cracking et se condensait ensuite sur les parties de schiste encore moins chaudes, placées plus vers l'axe de la cornue; elle en était chassée quand la température montait et allait se déposer plus loin. Elle subissait ainsi des distillations et des condensations répétées, chaque distillation étant accompagnée d'une perte d'huile avec formation de gaz et de coke. D'autre part, la cornue était trop longue et les vapeurs d'huile avaient à parcourir un trop grand chemin avant de la quitter; il en résultait aussi de continuelles pertes par cracking.

2. Cornue horizontale à section circulaire, rotative, d'une longueur de 50 cm et d'un diamètre de 30 cm. Entourée d'un revêtement en amiante, placé à une certaine distance de sa surface, elle était chauffée à l'aide de plusieurs rampes de grands brûleurs Bunsen. Pendant la pyrogénéation on faisait passer de la vapeur d'eau surchauffée. Encore ici le rendement en huile brute était peu satisfaisant. De plus, la poussière produite par le déplacement continu des mor-

ceaux de schiste pendant la rotation était entraînée et englobée dans l'huile; celle-ci formait avec l'eau condensée une émulsion dont il était difficile de séparer l'huile.

3. Cornue verticale, à section rectangulaire, pouvant contenir 70 kg de schiste, en couche haute et large, mais peu épaisse. Elle était munie en haut d'une trémie de chargement, fermée par un couvercle, et son ouverture inférieure plongeait dans une cuve remplie d'eau, ce qui permettait d'évacuer le schiste épuisé tout en évitant l'entrée de l'air. La marche de la pyrogénéation était donc continue; elle se faisait dans une atmosphère de vapeur d'eau surchauffée. Le chauffage, à la houille, était effectué à l'aide d'un foyer latéral et de carneaux. Le départ des vapeurs et des gaz avait lieu tout le long des côtés latéraux, constitués par des grilles à barreaux inclinés formant jalousie. Leur évacuation était rapide et par conséquent le rendement en huile beaucoup plus satisfaisant.⁹¹⁾

4. Obligés de renoncer à ces procédés qu'on pourrait qualifier de semi-industriels, nous nous sommes décidés à opérer avec des quantités plus petites de schiste (5—6 kg), quittes à devoir effectuer un grand nombre d'opérations. Nous avons fait construire alors la cornue décrite dans notre «Etude sur l'huile du schiste à Posidonies» (N° 4 des publications antérieures). Ses dimensions sont 60×30×4 cm. Son rendement est 88 % de celui qui est obtenu dans les essais en petit⁹²⁾.

La fig. 8 montre la cornue en place et l'ensemble des appareils employés pour la condensation des produits, la mesure du volume du gaz et son recueillage.

5. Depuis 1937 nous nous sommes servis de la cornue représentée par la figure 9.

Il s'agit d'une cornue en tôle, parallélépipédique, comme celle que nous employions auparavant, mais présentant plusieurs modifications proposées par M. FR. BOVÉ.

a) Un des côtés latéraux de la cornue, laissé ouvert sur toute son étendue, est muni d'un rebord sur lequel peut être fixée, avec des boulons, une plaque de fermeture. Entre celle-ci et le rebord est intercalée une plaque de carton d'amiante. Par cette ouverture latérale le chargement et le déchargement de la cornue se font facilement.

b) Sur le côté antérieur les trois bouches de sortie sont réunies en un tube unique très long.

c) Ce tube collecteur est entouré d'un manteau permettant la circulation d'eau froide; il s'y produit une condensation rapide, don-

nant lieu à une forte aspiration des vapeurs et des gaz produits dans la cornue.

d) Si la pyrogénéation doit être faite en présence de vapeur d'eau surchauffée, celle-ci est introduite dans un distributeur disposé sur le côté postérieur de la cornue. Le surchauffage de la vapeur d'eau est effectué dans un bloc en aluminium visible sur la figure 9.

e) Comme le fait voir la fig. 10, l'enveloppe qui recouvre la cornue est munie de 3 petites cheminées qui facilitent l'échappement des produits de la combustion du gaz de chauffage. Elles permettent aussi, dans une certaine mesure, de régler la température de la cornue.

Les ballons qui servent à la condensation des vapeurs d'huile et d'eau peuvent être placés dans de l'eau froide et être recouverts de papier à filtrer plongeant dans cette eau.

Devant le compteur est intercalée une tour remplie de limonite, destinée à absorber l'hydrogène sulfuré.

La cornue peut recevoir une charge de 5.5 kg en moyenne. Une opération dure environ 2 heures. Le rendement est de 90 % de celui obtenu dans les essais en petit.

Le brûleur consomme par heure 4 mètres cubes de gaz, celui-ci se trouvant sous une pression de 140 mm.

Pour une pyrogénéation avec vapeur d'eau surchauffée, la quantité de vapeur consommée était de 1 kg par charge de 5.5 kg de schiste.

B. Provenance du schiste employé.

Avec la cornue que nous venons de décrire nous avons produit 30 litres d'huile sans injection et 3 litres avec injection de vapeur d'eau surchauffée. Le schiste provenait de l'assiette de la ligne de chemin de fer Pétange-Luxembourg (km 5.450 à partir de Pétange, cote 324.50). Recueilli en février 1938, il se trouvait à découvert depuis 1933.

L'eau d'imbibition était nettement acide par suite de l'altération de la pyrite. Au moment où furent commencées les opérations de pyrogénéation, le schiste avait séjourné pendant plusieurs semaines dans une pièce chauffée; il était sec au toucher.

C. Marche de la pyrogénéation.

Les données ci-après rendent compte de la marche de la pyrogénéation sans injection de vapeur d'eau. Elles ont été obtenues avec

une charge de 6 kg de schiste; le rendement en huile brute était de 7 % en volume, soit 6.6 % en poids.

Ont été obtenus :	Eau	Total	Huile	Total	Eau + Huile — Total
pendant les premières 25 minutes	200 cmc		58 cmc		258 cmc
de la 25 ^e à la 30 ^e minute	25	225 cmc	35	93 cmc	318
" 30 ^e " 35 ^e "	20	245	35	128	373
" 35 ^e " 40 ^e "	10	255	35	163	418
" 40 ^e " 45 ^e "	10	265	35	198	463
" 45 ^e " 50 ^e "	15	280	29	227	507
" 50 ^e " 55 ^e "	10	290	29	256	546
" 55 ^e " 60 ^e "	5	295	35	291	586
" 60 ^e " 65 ^e "	5	300	29	320	620
" 65 ^e " 70 ^e "	5	305	23	343	648
" 70 ^e " 80 ^e "	10	315	35	378	693
" 80 ^e " 90 ^e "	5	320	29	407	727
" 90 ^e " 100 ^e "	10	330	13	420	750

Ces données sont représentées dans le diagramme de la figure 11.

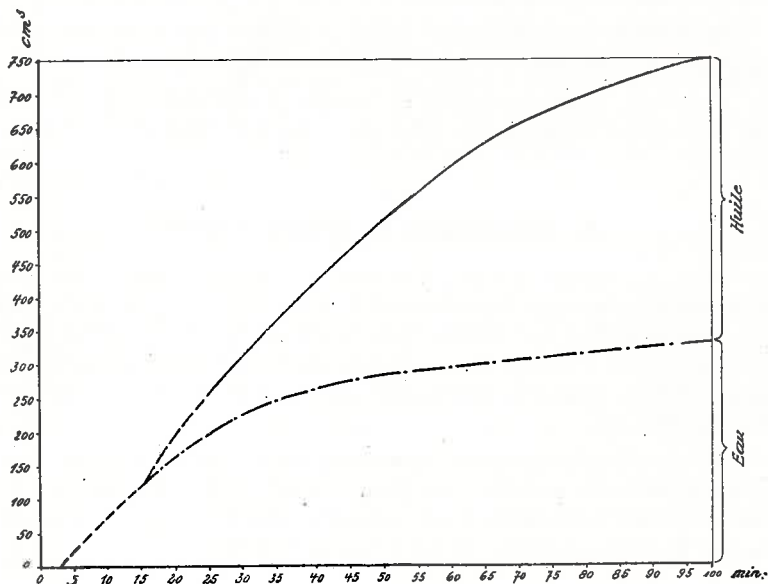


fig. 11.

Au début se dégagent de grandes quantités de vapeur d'eau, 60 % environ de la quantité totale pendant les 25 premières minutes.

Sa quantité diminue ensuite; mais vers la fin il y a, à deux reprises, une légère augmentation.

Vers 220°, température atteinte 20 minutes environ après le début, les premières vapeurs d'huile apparaissent. A la température de 450°, la vitesse du dégagement d'huile est maximum.⁹³⁾

Quantités d'huile obtenues pendant des intervalles donnés et volumes gazeux recueillis pendant ces mêmes intervalles.

Intervalles de temps	Huile	Gaz (Moyennes de 3 essais)
Pendant les 40 premières minutes	38.8 % du volume total (durée de la pyrogénéation = 100 minutes)	37.9% du volume recueilli pendant 100 minutes
de la 40° à la 60° minute	30.5 % du volume total	31.5
" 60° " 80°	20.7	21.0
" 80° " 100°	10.0	9.6

Le dégagement d'huile va donc de pair avec la production de gaz.

Comparaison entre les rendements en huile et gaz suivant que la pyrogénéation se fait sans ou avec injection de vapeur d'eau surchauffée.

a) Rendements en huile brute.

Sans injection de vapeur d'eau: 6.4 % en volume, soit 6.0 % en poids;

Avec " " " : 6.8 % " " , " 6.5 % " " .

Ces chiffres sont la moyenne de 5 essais pour chaque série.

Le rendement en huile brute est majoré par l'emploi de la vapeur d'eau surchauffée. Celle-ci protège l'huile contre le cracking en l'enrobant. C'est encore pour cela que l'huile obtenue dans ces conditions est plus lourde et plus visqueuse (chap. 9).

b) Rendements en gaz.

Dans la pyrogénéation en présence de vapeur d'eau surchauffée la quantité des gaz provenant du cracking partiel de l'huile est plus faible. Cette diminution trouve son contrepois dans la production de gaz par l'action de la vapeur d'eau sur le carbone du coke de schiste et le sulfure de fer contenu dans ce coke. Il sera encore question plus loin de cette action. Le gain semble être plus grand que la perte, car le volume total des gaz recueillis est supérieur à celui des gaz obtenus sans vapeur d'eau. Comme moyenne de cinq essais nous avons obtenu avec 5.5 kg de schiste 201.4 litres de gaz

pour la pyrogénéation sans vapeur d'eau et 210.7 litres pour la pyrogénéation avec injection de vapeur d'eau.

Quant à l'allure du dégagement gazeux, elle est différente dans les deux cas, comme il résulte de l'examen des données contenues dans le tableau ci-après et des courbes A et B, représentées par les figures 12 et 13.

Intervalles de temps	Pyrogénéation sans vapeur d'eau		Pyrogénéation avec vapeur d'eau	
	Volumes	Pourcentages	Volumes	Pourcentages
Pendant les 40 premières min.	70 lit.	34.3 0/0	42 lit.	20.5 0/0
de la 40° à la 60° minute	64 „	31.3	44 „	21.5
„ 60° „ 80° „	38 „	18.6	46 „	22.5
„ 80° „ 100° „	18 „	8.8	36 „	17.6
„ 100° „ 120° „	10 „	4.9	24 „	11.7
„ 120° „ 140° „	4 „	1.9	12 „	5.8
	Moyennes de 3 essais		Moyennes de 2 essais	

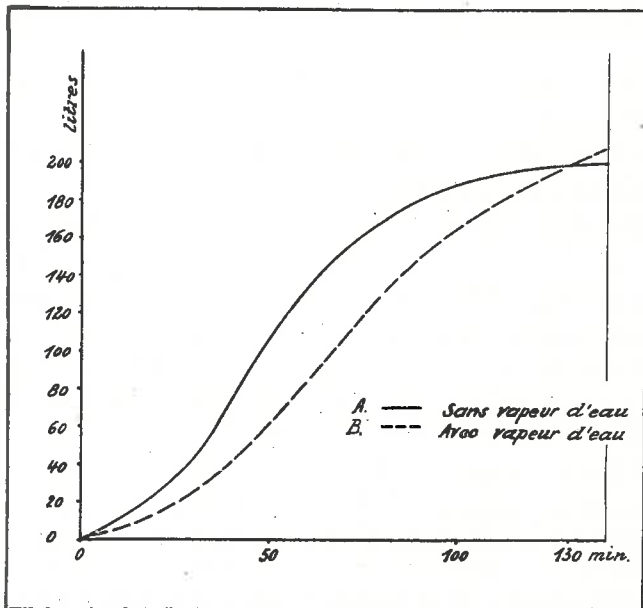


fig. 12.

Les courbes de la fig. 12 montrent l'accroissement du volume gazeux au cours des pyrogénations. Celles de la fig. 13 font voir comment les volumes dégagés pendant des intervalles de temps déterminés varient dans les deux cas.



Fig. 7. Microphotographie d'un schiste de Schouweiler (lumière ordin., grossissem. 200).
(Phot. Waldem. Schumacher)

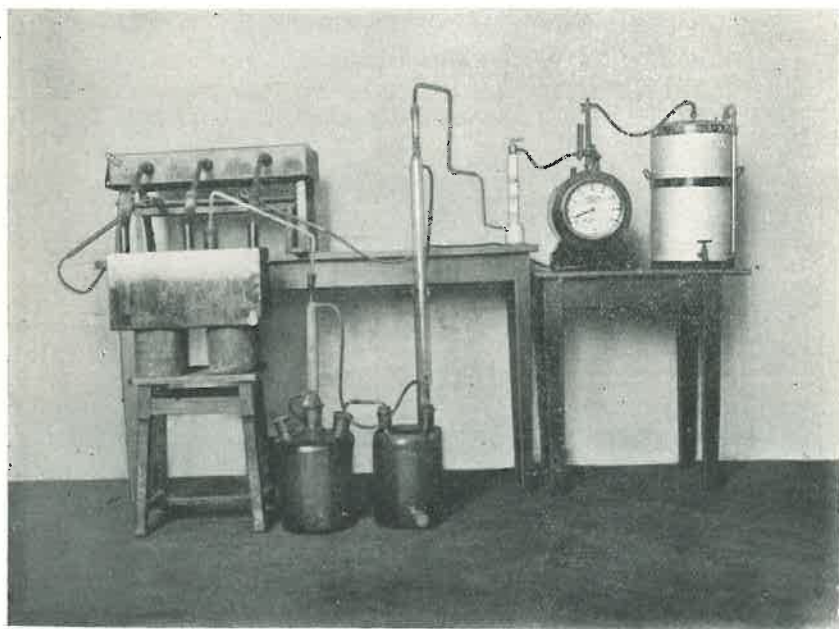


Fig. 8.

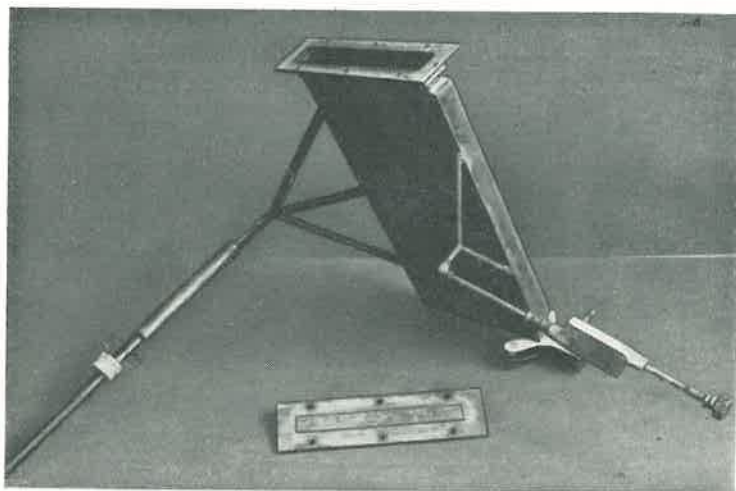


Fig. 9.

(Photo Louis Coutel)

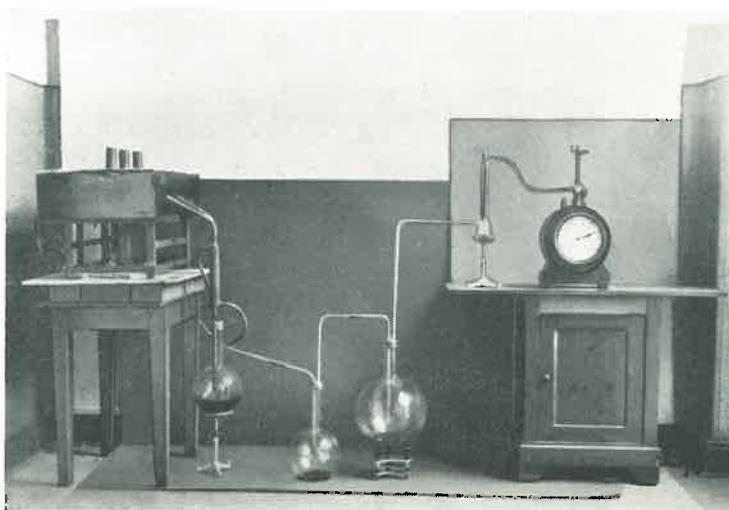


Fig. 10.

(Photo Louis Coutel)

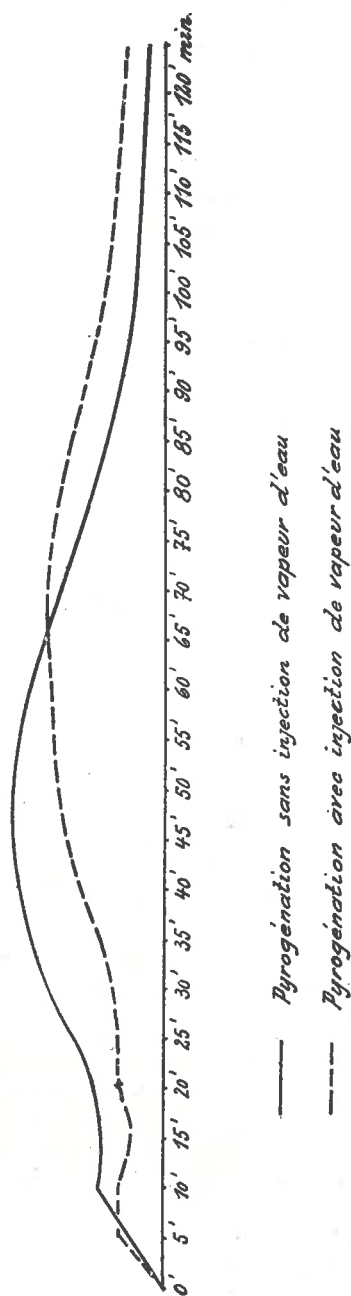


fig. 13.

Dans la pyrogénéation avec injection de vapeur d'eau, le dégagement des gaz est plus uniforme, plus rectiligne.^{9a)} Moins abondant au début, il persiste plus longtemps, principalement par suite de la réaction entre la vapeur d'eau et le carbone du coke de schiste. Si on continuait à chauffer après le dégagement de l'huile, cette source de gaz ne tarirait pas aussi longtemps qu'il y aurait du carbone. La perte subie par le schiste dans la pyrogénéation avec vapeur d'eau est sans doute plus grande que dans la pyrogénéation sans vapeur; la différence sera pourtant petite, si la pyrogénéation est arrêtée au moment où le dégagement d'huile cesse. Pour 12 gr de carbone, qui seraient gazéifiés, il y aurait un plus de 67 litres de gaz; pour la majoration de 9—10 litres constatée dans nos essais moins de 2 gr de carbone seraient gazéifiés.

D. L'essence du gaz.

On sait qu'une partie des vapeurs d'huile échappe à la condensation ordinaire et se trouve dans les gaz qui sortent des condenseurs. Pour en déterminer la quantité et la qualité nous les avons séparées soit par réfrigération soit par absorption.

1. Réfrigération.

Le gaz s'échappant du 3^e ballon de condensation a été conduit dans deux éprouvettes de 30 cm de longueur et d'un diamètre de 4 cm, placées dans un vase Dewar, et entourées de neige carbonique. Sur une quantité de 5.5 kg de schiste soumis à la pyrogénéation, 40 cm³, soit 0.7 %, d'essence légèrement teintée en jaune se sont condensés dans les deux éprouvettes. A la température de la salle (20°) elle entraînait en ébullition vive.

Dans cet essai le rendement en huile brute condensée dans les 3 ballons récepteurs était de 7.0 % (70 litres par tonne de schiste); avec l'essence du gaz le rendement s'élève à 7.7 % (77 litres par tonne de schiste).

2. Absorption avec du charbon actif.

Le gaz non désulfuré traversait une tour contenant 180 gr de charbon actif «Merk». Pendant l'absorption de l'essence, le charbon s'échauffait d'une façon très sensible. Après l'absorption le charbon fut chauffé dans un ballon, au bain d'huile, jusqu'à 140°; il abandonna 14 cmc d'une essence presque incolore. Le ballon fut chauffé ensuite sans toile avec une flamme éclairante jusqu'à 200°; il se dégagait un volume de 8.5 cmc d'essence jaune. Traité enfin par de la vapeur d'eau surchauffée le charbon n'abandonna plus que des traces d'huile. Le charbon Merk avait donc fixé $14 + 8.5 = 22.5$ cm³ d'essence, soit 0.4 % ou 4 litres par tonne de schiste.

Le schiste avait donné 7.27 % d'huile brute dans les trois ballons récepteurs.

Le rendement total de cet essai était donc de $7.27 + 0.40 = 7.67$ % (76.7 litres d'huile par tonne de schiste).

Fractionnement de l'essence du gaz.

Le poids spécifique de l'essence du gaz obtenue par désessencement avec le charbon actif «Merk» est de 0.7315 à 15°.

Son fractionnement donna les résultats suivants:
Commencement de l'ébullition: 55°. Quantité fractionnée: 13,5 cmc.

	Volume	En %	Aspect après 14 mois
Il passait de 55 — 60°	2.8 cmc	20.7	légèrement jaune
„ 60 — 70°	2.9 „	21.4	incolore
„ 70 — 80°	0.9 „	6.6	légèrement jaune
„ 80 — 100°	2.3 „	17.0	teinte jaune un peu plus prononcée
„ 100 — 110°	1.6 „	11.8	{ gomme abondante sur le fond et les parois latérales; teinte jaune de plus en plus accentuée
„ 110 — 115°	1.0 „	7.4	
jusqu'au point sec	1.5 „	11.1	teinte plus claire
Perte	0.5 „	3.7	
	13.5 „	99.7	

A titre de comparaison, quelques chiffres communiqués par MM. E. ASSELBERGHS et E. MERTENS pour le schiste d'Athus.

No de l'échantillon	Rendement en huile brute à la tonne de schiste	Essence du gaz fixée par du charbon actif, à la tonne de schiste
No 3988	74.00 kg	0.5 kg
3986	36.00 „	0.1 „
3236	29.25 „	0.8 „

Chapitre VIII. - La pyrogénéation industrielle.

Nous nous bornerons à énoncer les principes d'après lesquels la pyrogénéation doit être conduite et à montrer très sommairement comment elle est effectuée, en nous arrêtant toutefois un peu davantage aux fours employés pour la pyrogénéation du schiste à Posidonies.

A. Principes qu'il faut observer dans la pyrogénéation des schistes bitumineux en général. ⁹⁶⁾

1. La pyrogénéation doit se faire en marche continue.
2. Le schiste doit être chauffé progressivement et rapidement à une température comprise entre 450 et 500°; la température de 500° ne doit pas être dépassée dans la zone de pyrogénéation proprement dite. Une heure suffit généralement pour que l'épuisement soit pratiquement complet.

3. Le schiste doit être chauffé sous une faible épaisseur (9 cm au maximum ⁹⁶⁾), à moins que le chauffage ne soit interne, à l'aide de gaz chauds.

4. Les produits volatils doivent être évacués aussitôt formés afin de les soustraire le plus tôt possible à l'action destructive d'un chauffage prolongé.

En diminuant le plus possible le temps de contact des vapeurs d'huile et du schiste on réduit aussi la sulfuration de l'huile.

5. Les cornues dans lesquelles la pyrogénéation s'effectue doivent être parfaitement étanches; toute rentrée d'air doit être évitée.

6. Il est recommandable de dessécher le schiste préalablement en utilisant les chaleurs perdues, afin de ne pas amoindrir le débit des fours.

B. Généralités sur les cornues de pyrogénéation.

On se sert de cornues horizontales ou verticales.

Les *cornues horizontales* sont tournantes ou fixes. Les cornues tournantes sont animées d'un mouvement lent de rotation ce qui assure un chauffage uniforme et, par suite, un épuisement uniforme et complet, ainsi que la propulsion de la masse de schiste.

M. CH. BERTHELOT définit ainsi l'effet des fours tournants: «Essentiellement un four tournant constitue un mélangeur homogénéisant la température des morceaux de schiste à la suite d'une série de

décollements auxquels ils sont soumis par rapport à la paroi chauffante du four et consécutivement à la rotation de cet appareil. Ils retrouvent ainsi périodiquement et rapidement cette paroi, après s'être mélangés plus ou moins parfaitement entre eux.»

Si la cornue horizontale est fixe, elle peut être pourvue d'un organe mécanique intérieur qui produit le brassage et la propulsion du schiste.

Dans les *cornues verticales* un tube métallique, animé d'un lent mouvement de rotation, est généralement disposé dans l'axe. Il est percé de trous qui permettent l'évacuation des vapeurs et des gaz. Sur son pourtour extérieur il est muni d'une hélice servant à briser les voûtes qui pourraient se former dans le schiste et empêcher la descente régulière de celui-ci.

M. CH. BERTHELOT envisage deux critères de la bonne marche d'un four:

1. La teneur en matières volatiles du schiste épuisé doit être inférieure à 0.2 %.

2. Le rapport entre le rendement pratique et le rendement théorique en huile, ce dernier déterminé au moyen de la cornue Fischer avec injection de vapeur d'eau, ne doit pas être inférieur à 92 %. Ce rapport peut s'élever jusqu'à 95 %.

Très souvent on injecte dans les cornues de la vapeur d'eau surchauffée. Son rôle est multiple; nous avons déjà eu l'occasion d'en parler:

a) En enrobant les vapeurs d'huile, et en empêchant ainsi leur contact direct avec le schiste chaud ou avec les parois chaudes des cornues et des conduites, elle les protège contre le cracking. Il se forme, comme dit BEYSCHLAG, une émulsion de vapeurs d'huile et de vapeur d'eau.

b) Tout en apportant des calories, elle régularise la température à l'intérieur des cornues; en pénétrant dans tous les interstices qui se produisent entre les fragments de schiste, elle transporte les calories des régions chaudes vers les régions moins chaudes.

c) En produisant une légère surpression elle pousse vers les condenseurs les vapeurs d'huile et empêche les rentrées d'air.

d) En se condensant elle facilite la condensation des vapeurs huileuses.

e) Elle réagit sur le carbone fixe du coke de schiste et donne lieu à la production d'hydrogène:



f) En attaquant le sulfure de fer contenu dans le coke elle peut provoquer la production d'hydrogène sulfuré.

g) Dans les cornues dites «écossaises» on réalise dans la zone inférieure des températures de 800—900°; il se produit, dans ces conditions, de l'oxyde de carbone à la place de l'anhydride carbonique. En même temps l'azote du schiste est transformé en grande partie en ammoniac.

Par des essais de laboratoire M. J. BARLOT⁹⁷⁾ a montré qu'il est possible d'améliorer considérablement la pyrogénéation des schistes bitumineux en effectuant cette opération dans une atmosphère d'hydrogène ou de gaz à l'eau renfermant au moins 60 % d'hydrogène. Le rendement en huile brute est augmenté et l'huile brute est stabilisée. Soumise à la rectification, elle donne un pourcentage plus élevé en produits légers et moins de brai. Le soufre est éliminé en partie sous forme d'hydrogène sulfuré. L'hydrogène exerce aussi une action mécanique tout comme la vapeur d'eau, en entraînant les vapeurs huileuses au fur et à mesure de leur formation. Bon conducteur de la chaleur, il assure une meilleure répartition des calories dans toute la masse.

C. Description sommaire des cornues employées pour la pyrogénéation de schistes autres que les schistes à Posidonies.

En E c o s s e , on emploie pour la pyrogénéation des schistes carbonifériens des cornues verticales appartenant à quatre types, construits d'après des principes peu différents. Celle qui donne le meilleur rendement est la cornue *Bryson* ou *Pumpherson*. Dans sa partie supérieure, en fonte, haute de 3—4 m, le schiste subit la pyrogénéation en donnant, comme résidu, du coke de schiste; dans la partie inférieure, en briques réfractaires, haute de 5—6 m, le coke est porté à une température plus élevée et se trouve en contact avec de la vapeur d'eau surchauffée. Le carbone résiduaire est transformé en oxyde de carbone et il se produit en même temps de l'hydrogène; la majeure partie de l'azote est transformée en ammoniac. Il s'agit donc d'une cornue de pyrogénéation directement accouplée à un gazogène. Le résidu final est de la cendre de schiste. Le chauffage est externe; les gaz provenant de la cornue sont débarrassés de l'huile, de l'essence et de l'ammoniaque, puis brûlés dans des carneaux entourant la cornue.

En F r a n c e , la pyrogénéation des schistes permien est effectuée dans des cornues verticales de différents genres, parmi lesquelles celle de *Pumpherson* et celle de la *Société de la Grande-Paroisse*. Celle-ci est à chauffage interne au moyen de gaz chauds. Elle est entièrement métallique. Pour un traitement de 500 tonnes de schiste par jour elle a 2 m de largeur, 11 m de longueur et 16 m de hauteur. La distillation est faite avec les gaz de la distillation et le carbone résiduaire, sans recourir à une autre source de chaleur.

Pour les morceaux de schiste du calibre de 0—15 mm, la pyrogénéation est faite à Saint-Hilaire (Allier) dans des fours *Ab-der-Halden*. Dans ceux-ci le schiste arrive sur une sole tournante de 5—7 m de diamètre, chauffée par en bas. Un système de raclettes le répartit d'une manière régulière en lui faisant décrire une spirale qui l'amène du centre à la périphérie de la sole, grâce à la rotation de celle-ci.

En Suède aussi on emploie des cornues verticales; elles sont spécialement adaptées à la nature du schiste.

En Estonie, on se sert de cornues verticales, à chauffage interne. Comme leur conduite est assez délicate, à cause de la nature agglutinante des cendres de schiste, on utilise aussi le four tournant *Davidson*. Ce four est constitué par un cylindre horizontal tournant, de 15 m de longueur et 1.20 m de diamètre; il est chauffé extérieurement; le schiste y est porté à 480°.

En 1938, on a mis en service un four-tunnel, le four *Eesti Kiviöli*, d'une longueur de 53 m, chauffé intérieurement par un flux de gaz ou de vapeur. Le schiste est chargé dans des wagonnets de 2,2 t., qui sont introduits directement dans le tunnel où on les fait avancer de leur longueur toutes les 8 minutes, la durée de séjour du schiste dans le four étant de 104 minutes.

Pour le traitement des schistes de *Mandchourie* (Fushun), on emploie un système de four apparenté à celui dit *Pintsch*. C'est un four vertical à deux compartiments, construit spécialement pour la pyrogénéation des schistes pauvres. Il est en tôles garnies de briques réfractaires sur leur paroi intérieure. La pyrogénéation proprement dite se fait dans le compartiment supérieur; celui-ci est relié par un rétrécissement au compartiment inférieur (compartiment gazogène). Le chauffage s'effectue par voie interne au moyen du gaz produit dans la partie gazogène et du gaz provenant de la pyrogénéation; celui-ci est chauffé dans un foyer avant de rentrer dans le four.

D. Fours employés pour la pyrogénéation du schiste à Posidonies au Wurtemberg et en France.

1. Pendant la première période de son activité, à partir de 1926, la société «Jura-Oelschiefer A.-G.» avait employé dans l'usine de Holzheim un four du système dit *Thyssen*, d'une production journalière de 80 tonnes. Il consistait en un tambour horizontal, d'une longueur de 22 m, pivotant sur deux supports aux extrémités, et muni à l'intérieur d'un filetage à pas allongé qui brassait le schiste et l'obligeait à avancer.

Habituellement le four Thyssen est chauffé avec des gaz. A Holzheim on utilisait pour le chauffage un mélange de schiste frais et de

schiste épuisé, recueilli au défournement. Ce mélange était brûlé dans deux foyers disposés longitudinalement de chaque côté. Les gaz des foyers léchaient le four tournant et passaient ensuite dans l'installation de dessèchement préalable du schiste. Les cendres servaient à la fabrication de ciment (Jurament) et de briques (Liasit).

Il fallait 667 calories par kg de schiste et on tablait sur un pouvoir calorifique moyen de 1100 calories pour le schiste frais et de 500 calories pour le schiste épuisé.

Par tonne de schiste on obtenait 36.90 m³ de gaz, soit 38.19 kg, et 30.11 kg d'huile, dont 9.25 kg passant au-dessous de 200° et 20.86 kg au-dessus de 200°. ⁹⁸⁾

Le désessenciement du gaz donnait 2.7 kg d'essence par tonne de schiste, d'une densité de 0.748 à 12°, distillant entre 30° et 130°. Voici, à titre de comparaison, les résultats de l'essai en petit avec la cornue Fischer et ceux de la pyrogénéation industrielle:

	Essai en petit	Pyrogénéation industrielle
Humidité	6.620 %	6.620 %
Coke de schiste	82.640	82.620
Gaz	2.674	3.819
Huile brute	4.740	3.011
Eau ammoniacale et pertes	3.326	3.930
	100.000	100.000

La somme gaz et huile était de 7.41 % dans la cornue Fischer et de 6.83 % dans le four Thyssen; le rendement industriel était donc de 92 %. Mais dans la pyrogénéation industrielle on obtenait moins d'huile et plus de gaz. Le pouvoir calorifique de ce gaz était de 9056 cal. contre 5800—6000 cal. pour le gaz dégagé dans l'essai en petit. Sur la base d'un pouvoir calorifique de 9500 calories pour l'huile on peut conclure que le bilan thermique est plus favorable pour la pyrogénéation industrielle: en chiffres ronds 620 000 calories contre 604 000.

Auparavant, on avait employé à Holzheim une installation composée de 2 agrégats séparés, sans communication directe: un four à cuve dans lequel était effectuée la pyrogénéation et que le schiste quittait à l'état de coke; un autre four à cuve où le coke était brûlé. Le four de pyrogénéation était à chauffage interne au moyen de gaz inertes, par recyclage d'une partie des gaz de pyrogénéation. ⁹⁹⁾

Rappelons le procédé des meules pratiqué à Schoemberg.

2. A Creveney on employait aussi un four tournant horizontal, le four *Petit*.

Ce four a 1 m de diamètre et 10 m de longueur. Il roule sur 4 galets. Légèrement incliné vers la sortie, il est commandé par un moteur de 12.5 ch. à réducteur de vitesse, qui permet de faire tourner à 2,3 ou 4 tours par minute. Une hélice guide le schiste dans le four. Celui-ci est chauffé extérieurement dans une enceinte en maçonnerie, avec du gaz pauvre de gazogène et du gaz de la distillation.¹⁰⁰⁾

Dans un rapport publié dans les «Annales de l'Office National des Combustibles liquides» (N° de mars-avril 1937),¹⁰¹⁾ M. BURSAUX, ingénieur au Corps des Mines, mettait en évidence les inconvénients du four Petit.

1. L'épaisseur de la couche de schiste ne dépassant pas 5 cm, celle-ci n'embrasse qu'un arc de 70 cm pour un diamètre du four de 1 m. La surface utile chauffante est donc faible.

2. Pour que le schiste arrive à la température de 440—460°, nécessaire pour son épuisement, la paroi du four doit être maintenue à 750°. Or, une partie seulement de sa surface étant recouverte par le schiste, les vapeurs bitumineuses entrent directement en contact avec la partie non couverte et sont donc exposées à un cracking accentué. M. BURSAUX a en effet constaté:

que le rendement en gaz était anormalement élevé: 50 m³ par tonne de schiste, soit deux fois plus que le volume indiqué par l'essai à la cornue Fischer;

que les huiles étaient anormalement riches en produits extrêmes, essence et huiles lourdes;

que les huiles contenaient une proportion anormale de carbone libre.

En raison du cracking prononcé, le rendement n'est que de 68 % de celui obtenu avec la cornue Fischer, alors que ce rendement dépasse 85 % dans le four Davidson et atteint 92 % dans d'autres (Grande-Paroisse, Pintsch notamment). Et M. BURSAUX concluait «que le procédé de distillation de Creveney, compte tenu de toutes les améliorations et extensions certainement possibles, n'était pas viable sous le régime de protection et dans les conditions économiques de mai 1936.»

A cette époque-là, M. BURSAUX aboutissait à un prix de revient de 1000 fr par tonne d'huile brute, ce qui, d'après lui, rendait toute exploitation impossible.

A Sévérac on se propose de faire une étude comparée de trois systèmes de fours¹⁰²⁾:

a) Le four de la Grande-Paroisse, déjà mentionné plus haut;

b) Un four composé de 2 tubes concentriques, tournant sur un axe à peu près horizontal; des vis intérieures font progresser le

schiste qui entre dans le tube central et pénètre ensuite, à l'autre extrémité, dans l'espace annulaire laissé entre les deux tubes. Là, il est pyrogéné, la paroi du tube extérieur étant chauffée; il sort, après pyrogénéation, du même côté où il entrait.

c) Le Four L. M. A., de la *Société Louvroil, Montbard et Aulnoye*, qui est formé de 2 tubes verticaux concentriques. Le tube extérieur, qui est fixe, est chauffé du dehors; le tube intérieur tourne et porte une vis qui brasse le schiste placé dans l'espace annulaire entre les 2 tubes.

Le four de la Grande-Paroisse ne sert que pour les gros calibres; les deux autres fours sont employés pour la pyrogénéation des fines.

Depuis 1944, le Centre d'Etudes et de Recherches étudie la pyrogénéation des schistes dans un four gazogène vertical comprenant, comme les cornues écossaises, une zone de pyrogénéation et une zone gazogène.

Nous sommes d'avis que seule une cornue de cette espèce pourra convenir pour le traitement du schiste à Posidonies.

Chapitre IX. - L'Huile brute.

(Essais faits en commun avec M. Fr. Bové).

A. Propriétés de l'huile brute.

M. BARLOT¹⁰³) fait remarquer que «la nature des huiles brutes obtenues semble dépendre davantage du traitement employé pour les extraire que de leur origine» ou, en d'autres termes, «que les divers échantillons examinés donnent des huiles présentant presque les mêmes constantes lorsque les conditions expérimentales sont identiques.»

NEUBRONNER¹⁰⁴) a constaté que bien que le schiste à Posidonies du Wurtemberg, les schistes français de la région d'Autun et les schistes écossais appartiennent à des étages géologiques différents — Jurassique inférieur — Permien — Carboniférien — et que leur composition soit différente, les huiles brutes qu'ils fournissent se ressemblent beaucoup tant au point de vue physique que chimique.

Nous avons pu montrer la ressemblance des huiles du schiste à Posidonies de Schandelah et du schiste à Posidonies de Bettembourg.¹⁰⁸⁾

1. Caractère spécial.

Il convient de souligner dès le début les deux points suivants, sur lesquels insistent d'ailleurs tous les auteurs:

a. L'huile obtenue avec le schiste à Posidonies contient une forte proportion de *composés non saturés*.¹⁰⁶⁾ Elle a donc un pouvoir de réaction très prononcé; elle absorbe facilement l'oxygène de l'air et donne lieu à des polymérisations. Il en résulte, avec le temps, un rembrunissement de l'huile brute et de certaines de ses fractions ainsi que la formation de dépôts, appelés gommés. Il faudra donc préserver l'huile brute contre l'action de l'air pendant sa production et pendant sa conservation si on veut la maintenir dans son état primitif.

J. TAUSZ¹⁰⁷⁾ a indiqué une méthode qui permet de déterminer la quantité des composés non saturés contenue dans une huile. Elle est basée sur la facilité avec laquelle ces composés réagissent sur une solution alcoolique d'acétate de mercure. En fixant le mercure pour former des composés complexes, ils mettent en liberté l'acide acétique; celui-ci est dosé par voie titrimétrique. Par degré de mercurisation (Mercurierungsgrad) TAUSZ entend le nombre de centimètres-cubes de soude normale nécessaires pour neutraliser l'acide acétique libéré par 100 gr d'huile.

Les huiles de naphtes naturels ont des degrés de mercurisation faibles; en voici quelques-uns:

Galizie (Klenczany) . .	0.4
Caucase (Grosny) . . .	5.74
Pensylvanie	1.81
Mexique	25.31
Roumanie (Bustenari) . .	6.13
Bavière (Tegernsee) . .	1.57

Les huiles de schiste, au contraire, présentent des degrés de mercurisation élevés. Pour certaines fractions de l'huile de schiste d'Autun LUETTGEN a trouvé des valeurs allant de 187 à 1000.¹⁰⁸⁾ KATZ a déterminé le degré de mercurisation d'une douzaine de fractions de l'huile du schiste à Posidonies de Schandelah; les chiffres sont compris entre 485 et 1510.¹⁰⁹⁾

Pour des fractions de l'huile du schiste à Posidonies d'Eislingen NEUBRONNER a trouvé les valeurs ci-après:

Fraction	30 - 35°	1203
	68 - 70°	606
	98 - 100°	543
	128 - 130°	287
	147 - 150°	258

Le degré de mercurisation diminue donc au fur et à mesure que la température d'ébullition des fractions augmente. C'est ce que montrent d'ailleurs aussi les chiffres communiqués par LUETTGEN et KATZ.

Pour la fraction 155—180° d'une huile du schiste de Bettembourg nous avons trouvé un degré de mercurisation de 268.

b. La teneur en *composés sulfurés* de l'huile du schiste à Posidonies dépasse de beaucoup celle du pétrole brut. Nous avons montré le rôle joué par la pyrite dans la sulfuration de cette huile.

Teneur en soufre de l'huile brute.

Provenance	Soufre	Auteurs
Bettembourg	3.64 %	
Wurtemberg	3 - 4	Grube
Eislingen (Wurtemb.) .	2.3 - 3.5	Neubronner
Holzheim „	2.3 - 4.0	„
Schandelah (Brunswick)	3.41	Katz
Morre (Doubs)	3.16	Grosjean et Dosios
Lods „	3.01	„
Conliège (Jura)	2.55	„
Salins „	2.38	„
Creveney (Haute-Saône)	5.86	Barlot

Teneur en soufre de certaines fractions.

Huile brute de Bettembourg.

Fractions	Soufre	
0 - 100°	3.72 %	
100 - 150°	4.27	Analyses
150 - 200°	4.75	H. Schaefer
200 - 250°	3.29	
au delà de 250°	3.10	

Huile brute d'Eislingen (NEUBRONNER).

Fractions	Soufre
70 - 71°	0.74 %
80 - 81°	1.22
100 - 102°	2.45
122 - 124°	2.21
142 - 145°	4.75

Huile brute de Schandelah (KATZ).

Fractionnement normal		Fractionnement dans le vide	
Fractions	Soufre	Fractions	Soufre
50 - 150°	4.70 %	50 - 165°	4.90 %
150 - 300°	4.165	165 - 210°	3.75
au delà de 300°	3.275	210 - 315°	3.90

Les huiles de naphthe ne contiennent que 1 % environ de soufre et, par les procédés de désulfuration, il est possible de le faire disparaître presque complètement de leurs fractions. Les consommateurs d'essence ne tolèrent que de minimes pourcentages; ainsi, les cahiers de charge en France exigent que l'essence de tourisme ne contienne pas plus de 0.1 % de soufre.

Lors de la combustion d'une huile ou d'une essence, le soufre se transforme en anhydride sulfureux et celui-ci peut passer partiellement à l'état d'acide sulfurique. D'après les essais faits aux Etats-Unis une action nocive se produit s'il y a plus de 0.1 % de soufre; elle se manifeste surtout si le moteur est souvent arrêté.

Les essais de désulfuration de l'huile de schiste n'ont donné jusqu'à ce jour que des résultats peu encourageants. Voici un court aperçu sur les procédés qui ont été employés:

1. Traitement par la limaille de fer (Katz, Neubronner), le bioxyde de plomb (Neubronner) ou un mélange d'oxyde de cuivre, d'oxyde de plomb et de sesquioxyde de fer (Neubronner).

2. Action de l'hydrogène naissant, produit par l'aluminium et l'acide chlorhydrique (Neubronner); hydrogénation en présence du sulfure de tungstène comme catalyseur (Marécaux).

3. Action du chlorure d'aluminium (Neubronner).

4. Emploi d'oxydants: acide sulfurique et bichromate de potassium — eau oxygénée — acide azotique — hypochlorite de sodium (Neubronner).

5. Passage des vapeurs d'huile sur des corps solides poreux: argiles légèrement cuites — terre à foulon — scories trempées à la vapeur d'eau — charbon actif — chaux vive (Neubronner); — silicagel (Neubronner, Saladini).

6. Passage des vapeurs d'huile sur de la tournure de cuivre (Neubronner) ou sur de la bauxite (Saladini).

NEUBRONNER pense que l'hydrogénation et surtout le cracking auront le plus de succès. Selon TRAVERS et MARECAUX la désulfuration des huiles de schiste s'obtiendrait facilement avec du sulfure de molybdène et des substances de contact telles que le cobalt, le nickel et le fer.

En Allemagne on aurait obtenu de bons résultats dans la désulfuration des huiles en général en les chauffant, vers 240—270° et sous 25 atm., en présence de soufre finement divisé et d'autres éléments, en particulier d'arsenic et d'antimoine.

2. Couleur.

Elle est rouge-brun foncé.

Les huiles de schiste du Wurtemberg sont plus foncées. L'huile de Schandelah décrite par KATZ est rouge-brun, avec fluorescence verte; une huile produite avec du schiste de Bettembourg présentait également une fluorescence verte.

3. Odeur.

Une odeur pénétrante est propre à toutes les huiles du schiste à Posidonies; elle semble provenir surtout des composés sulfurés et azotés.

4. Densité.

Huile obtenue sans injection de vapeur d'eau: 0.9432 à 20°.

» » avec » » » » : 0.9586 à 20°.

(Huile du schiste de Schouweiler).

Des huiles produites auparavant avec des schistes d'autres endroits du gisement avaient les densités suivantes: 0.910 — 0.936 — 0.944 — 0.955 — 0.957 — 0.958. — 0.961. Les deux premières de ces huiles avaient été obtenues dans des conditions où un cracking plus accentué était inévitable.

Voici les densités d'huiles de schistes à Posidonies étrangers:

Huile du Wurtemberg	0.900-0.920 à 15°	Neubronner
" " " (Eislingen)	0.9005 à 15°	"
" " " "	0.9402 à 20°	"
" " " (Holzheim)	0.960-0.965 à 15°	"
" " " (Moegglingen)	0.966-0.967 à 15°	"
" " "	0.9447	Gaisser
" " Brunswick (Schandelah)	0.957 à 18°	Katz
" " Creveney	0.930 à 15°	Barlot
" de la Lozère et de l'Aveyron	0.930 à 15°	"
" " Morre (Doubs)	0.980 à 15°	Grosjean et Dosios
" " Lods	0.951 à 15°	" "
" " Conliège (Jura)	0.968 à 15°	" "
" " Salins	0.969 à 15°	" "

5. Viscosité.

Huile obtenue sans injection de vapeur d'eau: 1.92° Engler à 18°
 » » avec » » » » : 3.15° Engler à 18°

D'après NEUBRONNER¹¹⁰)

l'huile de Holzheim a une viscosité de 4.7—5.2 degrés E. à 20°,
 de 1.9—2.1 degrés E. à 50°;

l'huile de Moegglingen a une viscosité de 3.88 degrés E. à 20°,
 de 1.7 degrés E. à 50°.

6. Pouvoir calorifique.

Huile de Schouweiler: 9804 calories (p. c. supérieur — Laboratoire de chimie d'Arbed-Dommeldange).

Huiles d'autres provenances:

Huile du Wurtemberg	9700 calories	Burkhard
" " " (Holzheim)	9900-9950 "	Neubronner
" de Morre (Doubs)	9949 " p. c. sup.	Grosjean
" " "	9442 " p. c. inf.	"
" de Lods	9981 " p. c. sup.	"
" " "	9550 " p. c. inf.	"
" " Conliège (Jura)	9926 " p. c. sup.	Grosjean et Dosios
" " Salins	9950 " p. c. inf.	" "
" " Creveney (Haute-Saône)	9900 "	Barlot
" de la Lozère et de l'Aveyron	9900 "	"

7. Pouvoir rotatoire.

Une huile lampante préparée avec l'huile de schiste de Bettembourg avait un pouvoir rotatoire de $+0.2^\circ$ dans un tube de 20 cm. Aucune des fractions retirées de l'huile de Schandelah par distillation dans le vide ne montrait une action sur la lumière polarisée (KATZ).

B. Fractionnement de l'huile brute.

Dans ce qui va suivre l'huile obtenue sans injection de vapeur d'eau surchauffée sera désignée par «huile A», celle obtenue avec injection de vapeur par «huile B».

Comme le fait remarquer M. BARLOT, qui s'appuie lui-même sur un travail de M. J. VON BRAUN, publié dans les Bulletins de la Société chimique de France en 1936, la distillation fractionnée d'une huile brute n'est pas seulement une séparation des parties plus ou moins volatiles, c'est une véritable réaction qui tend vers la stabilisation des constituants mélangés.⁽¹¹⁾ Le cracking inévitable pendant toute distillation atteint surtout les corps non saturés et les détruit en partie avec formation de produits résineux et de gaz, et en donnant naissance à des composés saturés stables. Le caractère de non-saturation disparaît donc de plus en plus, par distillation répétée.

Un premier fractionnement en 3 parties de l'huile brute non épurée a été effectué dans une cornue en cuivre d'une contenance de 2 litres. Pour obtenir une réfrigération aussi rapide que possible, le col de la cornue qui s'engageait dans le réfrigérant Liebig portait lui-même un manteau en cuivre, dans lequel passait un courant rapide d'eau froide. La première fraction était recueillie jusqu'à 150° (huile légère); la seconde, entre 150 et 300° (huile moyenne); ce qui restait constituait la 3^e fraction (huile lourde). Pour ne pas encrasser la cornue, qui devait servir à une série d'opérations successives, nous n'avons pas poussé la distillation jusqu'au point sec. Une portion seulement de la 3^e fraction a été distillée jusqu'à ce point pour connaître la quantité de coke et la perte due à la production de gaz.

Fractionnement de l'huile A.

Quantités employées: 1664 à 1770 cm³.

Commencement de la distillation: $60-62^\circ$.

Huile légère	jusque 150°	9,5 %
Huile moyenne	de $150 - 300^\circ$	46,0
Huile lourde	par différence	44,5

(Moyennes de 6 essais.)

Distillation jusqu'au point sec de l'huile lourde
(à pression réduite).

Huile	87.0
Coke	9.0
Gaz	4.0

Fractionnement d'une huile brute obtenue avec
du schiste de Bettembourg (en regard, chiffres obtenus
dans le fractionnement de l'huile du schiste de Schandelah).¹¹²⁾

Fractions	Bettembourg	Schandelah
de 0 - 150°	9.0 % en vol.	9.89 % en vol.
„ 150 - 300°	45.1	46.24
„ 300 jusqu'au point sec	32.6	27.16
Coke, gaz et pertes	13.3	16.71

Fractionnement de l'huile B.

Quantité employée: 799 cm³.

Commencement de la distillation: 68°.

Huile légère	6.6 % en vol.
Huile moyenne	41.9
Huile lourde	51.5 (par différence)

Densités de l'huile brute A, de l'huile brute B
et de leurs fractions.

	A	B	
Huile brute	0.9421	0.9586	Temp. de 20°
Huile légère. . . .	0.7898	0.8008	
Huile moyenne . . .	0.9019	0.9012	
Huile lourde	1.0202	1.0288	

Rappelons que la viscosité de l'huile A est de 1.92 degrés Engler,
et celle de l'huile brute B de 3.15 degrés Engler, à 18°.

L'huile B a une densité plus élevée que l'huile A; elle est plus visqueuse, plus épaisse. Elle donne un rendement plus faible en huile légère et en huile moyenne, plus élevé en huile lourde. Les densités de son huile légère et de son huile lourde sont plus grandes que celles des fractions correspondantes de l'huile A. Ces différences sont dues à ce qu'en présence de vapeur d'eau le cracking des vapeurs d'huiles est moins accentué par suite de leur enrobage et de leur écoulement plus rapide. On sait, dit M. BARLOT,¹¹⁸⁾ que la pyrogénéation d'un schiste dans un courant de vapeur d'eau élève le rendement, mais augmente la proportion des produits lourds.

Fractionnement plus détaillé de l'huile A et de l'huile B dans la cornue en cuivre ayant servi au premier fractionnement.

Fractions	Huile A		Huile B	
60-100°	1.5% en vol.	Volumes additionnés	1.3% en vol.	Volumes additionnés
100-110°	0.75	2.25 cmc	0.45	1.75 cmc
110-120°	0.80	3.05	0.50	2.25
120-130°	1.10	4.15	0.65	2.90
130-140°	2.7	6.85	1.00	3.90
140-150°	2.35	9.20	1.85	5.75
150-160°	2.95	12.15	1.43	7.18
160-170°	2.8	14.95	1.60	8.78
170-180°	2.9	17.85	2.50	11.28
180-190°	3.0	20.85	2.00	13.28
190-200°	2.8	23.65	2.00	15.28
200-210°	2.9	26.55	3.10	18.38
210-220°	3.2	29.75	2.8	21.18
220-230°	3.2	32.95	3.1	24.28
230-240°	2.9	35.85	2.7	26.98
240-250°	3.0	38.85	3.25	30.23
250-260°	3.0	41.85	2.9	33.13
260-270°	3.25	45.10	2.6	35.73
270-280°	3.0	48.10	2.95	38.68
280-290°	3.3	51.40	3.0	41.68
290-300°	3.7	55.10	6.3	47.98

(Moyennes de 2 essais faits avec 1655 et 1370 cm³ d'huile A, 968 et 800 cm³ d'huile B.)

Fractionnement d'après Engler (distillation
« normale ») des huiles A et B.

No	Fractions	Huile A		Huile B	
1.	— 120°	2.6% en vol.	Vol. totalisés	1.4% en vol.	Vol. totalisés
2.	120 — 140°	3.4	6.0 cmc	1.8	3.2 cmc
3.	140 — 160°	4.7	10.7	3.0	6.2
4.	160 — 180°	6.4	17.1	4.7	10.9
5.	180 — 200°	5.6	22.7	5.9	16.8
6.	200 — 220°	6.7	29.4	5.7	22.5
7.	220 — 240°	6.2	35.6	6.2	28.7
8.	240 — 260°	6.6	42.2	6.4	35.1
9.	260 — 280°	6.4	48.6	6.4	41.5
10.	280 — 300°	6.2	54.8	6.6	48.1
11.	300 — 320°	6.7	61.5	7.6	55.7
12.	320 — 340°	6.4	67.9	8.0	63.7
13.	340 — 360°	10.6	78.5	12.4	76.1
14.	Résidu	21.7		23.7	

Huile A: Moyennes de trois essais; commencement de l'ébullition à 68°;
Huile B: » » deux » ; » » » » 79°.

Voici l'aspect des fractions de A au moment de l'obtention: la première est incolore, la seconde légèrement teintée en jaune; de fraction en fraction la teinte jaune devient plus forte; à partir de la huitième la teinte jaune est remplacée par une teinte brune, de plus en plus foncée.

Aspect après six mois: on constate partout un rembrunissement de la teinte. La première, primitivement incolore, est maintenant jaune-cognac clair; la seconde est plutôt brune, avec une légère pointe rouge; la troisième est plus claire que la seconde, mais plus foncée que la première; la quatrième, très foncée; la cinquième, plus claire que la seconde; la sixième a la même teinte que la cinquième, la septième ressemble à la seconde. La huitième, très foncée, est rouge-violacé; à partir de la neuvième, teinte brune, de plus en plus foncée; la treizième montre une fluorescence verte.

Il y a dépôt de gomme dans les fractions 2 et 4; celle de 4 est rouge-violacé.

Examen des fractions après huit ans: quelques changements sont à signaler. Un léger dépôt de gomme s'est produit dans la première fraction. Un fort dépôt dans la troisième. La sixième fraction est rouge-brun avec prédominance nette du rouge. Les fractions 8 et 9 présentent des reflets rouges.

En somme, ce sont donc les 4 premières fractions qui donnent lieu à la formation de gomme. Il est facile de constater que la

gomme ne se forme pas sans le concours de l'oxygène de l'air; la lumière ne suffit pas et n'est même pas nécessaire. Des flacons complètement remplis ne montrent pas de gomme, même après une exposition prolongée à la lumière vive; par contre, dans des flacons incomplètement remplis elle se forme bientôt, même à l'obscurité.

Données sur le fractionnement d'huiles étrangères.

1. Huile du schiste à Posidonies du Wurtemberg (Gaisser).¹¹⁴⁾

Fractions	Volumes	Volumes totalisés
50 — 100°	4.2% en volume	
100 — 110°	6.0	10.2 cm ³
110 — 150°	7.2	17.4
150 — 200°	9.2	26.6
200 — 250°	14.8	41.4
250 — 310°	22.2	63.6

2. De nombreux essais de fractionnement (distillation normale Engler), exécutés par NEUBRONNER¹¹⁵⁾ avec une huile du schiste de Holzheim, ont donné comme moyenne les chiffres suivants:

Commencement de l'ébullition: 125 à 130°

Jusque	Températures	Volumes	Volumes totalisés
150°	2% en volume		
200°	6		8 cmc
250°	13		21
300°	21		42
350°	18		60
360°	6		66

NEUBRONNER fait remarquer que pendant toute la durée du fractionnement il y avait dégagement de H₂S.

Voici d'autres résultats encore, communiqués par NEUBRONNER. Il s'agit du fractionnement (distillation normale Engler) exécuté sur une grande échelle avec de l'huile de Holzheim.¹¹⁶⁾

	Températures	Pourcentages en poids	Densités
Huiles légères . . }	— 150°	2 — 4 %	0.700 — 0.815
	150 — 180°	4 — 6	0.815 — 0.845
" moyennes. }	180 — 270°	17 — 20	0.845 — 0.885
	270 — 300°	12 — 15	0.885 — 0.900
" lourdes . . }	300° et au delà	35 — 40	0.900 — 1.002
Poix tendre . . .		18 — 20	
Gaz et pertes . .		1 — 4	

3. L'huile brute obtenue avec le schiste des environs d'Athus se comporte, au fractionnement, de la façon suivante: ¹¹⁷⁾

	Huile brute du schiste No 3987		Huile brute du schiste No 3989	
	12.5 kg à la tonne	‰ en poids	10.4 kg à la tonne	‰ en poids
Huile brute à la tonne de schiste				
Huiles légères < 200°	3.5 " "	28.0 ‰	1.5 " "	14.4 ‰
Huiles moyennes 200-300°	2.5 " "	20.0	3.7 " "	35.5
Huiles visqueuses > 300°	4.0 " "	31.25	2.5 " "	24.0
Brai sec	2.5 " "	20.0	2.7 " "	25.9

Les résultats du fractionnement sont assez divergents pour les deux huiles brutes.

4. Essais de fractionnement avec des huiles de schistes français.

	Huile de Morre ¹¹⁸⁾		Huile de Conliège ¹¹⁹⁾		Huile de Salins ¹¹⁹⁾	
Prise d'essai .	98 gr = 100 cmc à 15°					
Début	164°		145°		150°	
Fin	375° (point sec)		365°		370°	
Jusque 200°	5‰	Volumes totalisés	7‰	Volumes totalisés	7.5‰	Volumes totalisés
200 - 250°	11‰	16 cmc	29‰	36 cmc	30‰	37.5 cmc
250 - 300°	13.5‰	29.5 "		86 cmc		85.0 cmc
300° - point sec	57‰	86.5 "	50‰		47.5‰	
Résidu (coke)	13.46 g‰		13.4 g‰		14.4 g‰	

Huile de Lods. ¹²⁰⁾

Prise d'essai	95 gr soit 100 cmc	
Début de la distillation	80°	
Fin de la distillation	380°	
Fraction de 80 — 100°	1.60‰	Vol. totalisés
100 — 150°	6.4	8.0 cmc
150 — 200°	10.5	18.5
200 — 250°	12.0	30.5
250 — 300°	15.5	46.0
300 — 350°	19.5	65.5
350 — 380°	26.0	91.0
Résidu (coke)	8.0 gr‰	

Huile de la Lozère et de l'Aveyron. ¹²¹⁾

De 30 à 205° il passe 39 % (essence),
 » 205 à 330° » » 41 % (pétrole, gas-oil);
 et il reste 20 % de brai.

Huile de Creveney. ¹²²⁾

Début de la distillation: 50°

De 50 à 100°, il passe 9 %	En tout
de 100 à 150°, » » 9 %	18 %
de 150 à 210°, » » 14 %	32 %
de 210 à 250°, » » 10 %	42 %
de 250 à 300°, » » 18 %	60 %
de 300 à 310°, » » 10 %	70 %
de 310 à 330°, » » 10 %	80 %

Il reste environ 16 % de brai.

Pour montrer que la nature de l'huile brute varie avec les conditions dans lesquelles la pyrogénéation est effectuée, M. BARLOT ¹²³⁾ a fait les deux essais suivants:

Un schiste de Creveney, renfermant 13 % de matières organiques, chauffé progressivement jusqu'à 700° et épuisé en une heure, a donné 5.2 % d'huile brute (1); le même schiste, épuisé en dix minutes, sans que la température dépassât 500°, a donné 9.0 % d'huile brute (2). Voici comment ces deux huiles se sont comportées à la distillation:

	Huile 1	Huile 2
Début de la distillation	150°	70°
Il passe jusque 150°		8.8 %
de 150 — 210°	9.5 %	28.9 %
de 210 — 300°	27.0 %	45.0 %
de 300 — 330°	40.0 %	9.0 %

Il reste 23.5 % et 8.8 % de brai.

C. Composition chimique de l'huile brute.

Analyse élémentaire.

	Huile de Bettembourg	Huile d'Eislingen (Wurtemberg)	Huile de Holzheim (Wurtemberg)	Huile de Schandelah (Brunswick)
C	81.69 %	82.22 %	82.2 — 83.0 %	81.16 %
H	10.00	10.02	10.0 — 10.2	9.46
S	3.64 %	2.30 ¹²⁴⁾	2.3 — 2.7 ¹²⁵⁾	3.41
N	} 4.66 %	1.46	1.45 — 1.7	0.94
O		4.00	2.4 — 4.0	5.03
		(Neubronner)	(Neubronner)	(Katz)

Un échantillon de l'huile A de Schouweiler a été analysé au laboratoire de chimie d'Arbed-Dommeldange tout récemment, donc neuf ans environ après son obtention, aux fins d'établir son pouvoir calorifique. Cette analyse a fourni les données ci-après: C=81.11 %; H=9.09 %; S=0.97 %; N=0.77 %; O=8.06% (différence); cendres =0.003 %.

Il va de soi qu'on ne peut déduire de l'analyse élémentaire aucune donnée précise sur la nature des corps qui constituent l'huile brute. Celle-ci est en effet un mélange complexe en équilibre instable, où se produisent spontanément des réactions de condensation et de polymérisation. Ce serait une tentative sinon vaine, en tout cas fort difficile que de vouloir établir, par les procédés usuels d'analyse, la série complète des constituants d'une huile et le pourcentage de chacun. L'emploi de la spectrographie infra-rouge, qui permet de distinguer facilement les isomères et les homologues des carbures saturés, est sans doute appelé à rendre ici des services précieux.

Il a bien été possible, jusqu'à présent, de démontrer la présence de tel ou tel composé et de l'isoler. Mais, pour le reste, on a dû se borner à établir quels groupes de corps sont représentés. Cette connaissance suffit pour nous renseigner sur la valeur technique d'une huile et de ses fractions. Nous savons p. ex. que la présence de carbures aromatiques augmente le pouvoir anti-détonant d'une essence. Les carbures paraffiniques donnent lieu, dans les moteurs, à un dépôt de carbone peu abondant mais dur, tandis que les carbures naphté-riques forment un dépôt de carbone plus abondant, mais tendre.

Les huiles asphaltiques présentent un pouvoir lubrifiant prononcé, mais encrassent facilement (Grosse-Oetringhaus).

Voici les groupes de corps qui sont généralement présents dans les huiles de schiste et les huiles de naphte:

1. Carbures d'hydrogène saturés ou paraffines, de la formule $C_n H_{2n+2}$, constituants principaux des huiles de naphte américaines.

2. Carbures d'hydrogène non saturés ou oléfines, de la formule $C_n H_{2n}$.

Mentionnons ici la présence des dioléfinés, carbures d'hydrogène non saturés de la formule $C_n H_{2n-2}$.

3. Naphtènes ou carbures d'hydrogène répondant à la même formule générale que les oléfines, $C_n H_{2n}$, mais ayant des chaînes fermées, cycliques, et présentant, pour cette raison, un caractère saturé, d'où leur nom de cycloparaffines. Les huiles de naphte du Caucase et de Galicie sont formées principalement de naphtènes.

4. Carbures cycliques non saturés, carbures aromatiques, de la formule $C_n H_{2n-6}$ (benzène et homologues).

5. Carbures cycliques condensés, à plusieurs noyaux benzéniques, tels que le naphtalène.

6. Composés hétérocycliques azotés (pyrrol, pyridine, quino-
léine) et sulfurés (thiophène p. ex.).

7. Autres composés sulfurés (mercaptans, sulfocétones?).

8. Composés oxygénés (phénols, crésols, aldéhydes, cétones, asphaltes).

La formation des gommés étant due à la présence de composés cycliques non saturés tels que le cyclopentadiène, le furane, le pyrrol, et de leurs dérivés,¹²⁶⁾ on peut présumer aussi la présence de ces corps dans les huiles de schiste.

Nous n'avons pas encore pu nous occuper des groupes de composés présents dans l'huile du schiste à Posidonies luxembourgeois; ce n'est que incidemment, lors du dosage du soufre par la méthode de Carius, que nous avons constaté la présence du benzène. Nous avons encore pu reconnaître la présence du pyrrol ou de ses dérivés dans la fraction 6 de l'huile A (page 99).

NEUBRONNER a fait une étude très approfondie de l'huile de schiste brute du Wurtemberg et de ses fractions.¹²⁷⁾

Voici les corps qu'il a pu identifier et doser dans l'huile brute:

1. Carbures aromatiques :	Benzène	0.06 % en poids
	Toluène	0.09
	Ethylbenzène	0.13
	o-Xylène	0.23
	m-Xylène	0.24
	p-Xylène	0.07
2. Composés hétérocycliques azotés		0.54
dont : Pyridine		0.001
Picoline		0.001
Lutidines		0.16
Collidines		0.19
3. Phénols		1.29
dont : Les 3 Crésols isomères		0.58
Xylénols, principalement le		
Xylénol 1. 3. 5.		0.27
Gaïacol		traces

La présence de nitriles d'acides a pu être démontrée, de même que celle des corps suivants: octane, pyrrol, caprylène. L'absence des composés suivants a été prouvée: carbures acétyléniques, sulfure de carbone, thiophène, thiotolène et bases quinoléiques.

Plusieurs des fractions légères contenaient de 37.6 à 60 % d'oléfines. C'est là un grand désavantage; il y a des pertes considérables lors du raffinage. Le pourcentage en oléfines diminue au fur et à mesure que la température d'ébullition augmente. Dans les fractions légères de l'huile de Schandelah il y a, d'après KATZ, entre 64.8 et 80 % d'oléfines.

Nous avons déjà dit qu'on a pu démontrer dans certains schistes bitumineux la présence de porphyrines; ces corps peuvent aussi se trouver dans l'huile des schistes à Posidonies. Rappelons que le pouvoir rotatoire des huiles minérales et de leurs fractions est attribué à des produits dérivant de la cholestérine.

Au sujet de l'huile de schiste de Creveney BARLOT¹²⁸⁾ fournit les indications suivantes:

Composés non saturés	60 %
Bases	1.3
Phénols	0.4
Asphaltes	0.1

D'après le même auteur ¹²⁹⁾ la composition de l'huile des schistes de la Lozère et de l'Aveyron est à peu près la suivante:

Hydrocarbures non saturés	52	%
Hydrocarbures aromatiques	12	
Bases	2	
Phénols	0.8	

Quant à la nature des composés sulfurés, M. BARLOT ¹³⁰⁾ fait remarquer que l'identification en est extrêmement difficile, car beaucoup n'existent qu'à l'état de traces. Voici ce qu'il a pu établir pour l'huile de Creveney, examinée au sortir des fours:

Soufre total	5.86	%
Soufre à l'état de H ₂ S et de COS	1.2	%
Soufre des mercaptans	2.0	%
Soufre des thioéthers	0.8	%
Soufre des thiophènes et dérivés .	1.6	%

Ont pu être reconnus les mercaptans butyriques et amyliques et divers sulfures renfermant les radicaux éthyl et isopropyl. Le thio-phène normal serait à peu près inexistant et remplacé par des dérivés plus ou moins complexes.

Chapitre X. - Etude des trois fractions huile légère, huile moyenne, huile lourde.

(Essais faits en commun avec M. Fr. Bové).

Cette étude portera sur les trois fractions de l'huile brute A, obtenue sans injection de vapeur.

A. Huile légère.

Liquide très mobile, de densité 0.7898 à 20°.

Odeur tout à fait particulière, rappelant la pyridine.

Au début, l'huile légère n'était que très légèrement teintée, mais après peu de temps elle était devenue rouge-brun. Pendant plusieurs semaines il se formait de la gomme qui se fixait sur le fond et sur les parois du vase.

Deux essais de raffinage ont donné lieu chacun à une perte de 15 %, soit 14 % dans le traitement par l'acide sulfurique et 1 % dans le traitement à la soude. ¹³¹⁾

Huile légère raffinée.

Après séchage avec du sulfate de sodium déshydraté c'est un liquide jaune clair, de densité 0.7888 à 20°. Son fractionnement donnait les résultats suivants:

Début de l'ébullition: 45°.

Fractions	Volumes	Volumes totalisés	Teinte
1. — 100°	25.4 %		incolore
2. 100 — 125°	28.6	54.0 %	"
3. 125 — 150°	20.0	74.0	teinte très faible
4. 150 — 175°	10.0	84.0	jaune clair
5. 175 — 200°	6.2	90.2	jaune - cognac
6. 200 — 250°	5.0	95.2	légèrem ^t plus foncé que 5
7. 250 — 300°	2.6	97.8	" " " " 6
8. 300 — 310°	1.2	99.0	" " " " 7
(point sec)		Perte: 1.0 %	

La fraction 6 montrait un dépôt de gomme après douze heures. Les fractions 1 et 2 ont été réunies et leur mélange sera désigné sous le nom d'*essence légère*; la fraction 3 sera dénommée *essence lourde*.

L'*essence légère* a une densité de 0.7490 à 20°.

Voici les résultats de sa distillation normale. A titre de comparaison nous donnons les chiffres concernant deux essences commerciales ¹³²⁾ de densité 0.7101 et 0.7483 à 15°.

	Essence légère luxemb.		Essence commerc. I.		Essence commerc. II.	
Début de la dist.	54°		48°		78°	
		Volumes totalis.		Volumes totalis.		Volumes totalis.
jusque 70 il passe	2.4 % vol.		20.00 %			
de 70 — 80° "	12.8	15.2 %	30.0	50.0 %		
80 — 90° "	20.4	35.6	15.0	65.0	15.0 %	
90 — 100° "	21.4	57.0	15.0	80.0	20.0	35.0 %
100 — 110° "	16.0	73.0	10.0	90.0	20.0	55.0
110 — 120° "	9.5	82.5	6.0	96.0	24.0	79.0
120 — 130° "	7.0	89.5	4.0	100.0	8.0	87.0
130 — 140° "	4.0	93.5			5.0	92.0
140 — 150° "	3.0	96.5			8.0	100.0
150 — 160° "	1.0	97.5				
Résidu	1.7	99.2				
(liquide jaune)						
Gaz et pertes	0.8	100.0 %				

Avec l'huile brute non raffinée d'un schiste d'Eislingen NEUBRONNER¹³³) a obtenu une fraction légère d'une densité comprise entre 0.770 et 0.775 à 15°, distillant entre 50 et 150°, et une autre, de densité 0.790—0.795 à 15°, passant entre 50 et 180°. Ces deux fractions avaient une forte tendance de polymérisation, qui se manifestait par un dépôt de gomme rouge-violacé.

Dans le raffinage de ces fractions NEUBRONNER a enregistré des pertes qui n'étaient jamais inférieures à 5 % en poids et qui atteignaient 8 et 9 % s'il poussait plus loin la purification pour abaisser la teneur en soufre.

La fraction passant entre 50 et 180° avait, après raffinage, une densité comprise entre 0.780 et 0.790 à 15°. Le fractionnement ENGLER donnait les résultats suivants:

Début de la distillation: 60°.

Fractions	Volumes	Volumes totalisés
60 — 80°	1.5 o/o	
80 — 90°	1.5	3.0 o/o
90 — 100°	9.0	12.0
100 — 110°	7.0	19.0
110 — 120°	26.0	45.0
120 — 130°	13.0	58.0
130 — 140°	12.0	70.0
140 — 150°	9.0	79.0
150 — 160°	8.0	87.0
160 — 170°	4.0	91.0
170 — 180°	5.0	96.0

La teneur en soufre était de 2.55—2.65 %.

Pouvoir calorifique sup.: 10670—10750 cal. par kg.

» » inf.: 10000—10100 » » »

B. Huile moyenne.

Liquide mobile, de densité 0.9019 à 20°; son odeur est voisine de celle du pétrole lampant retiré de l'huile de naphte.

Couleur vert-jaune, passant au brun après un certain temps. Pas de gomme.

Le raffinage occasionne une perte de 18 %, soit 14 % pour l'acide sulfurique et 4 % pour la soude (moyennes de 3 essais).¹³⁴)

Après raffinage la densité est 0.8880 à 20°.

Fractionnement de l'huile moyenne raffinée.

	Fractions	Pourcentages
1	— 150°	3.8 % en vol.
2	150 — 250°	62.8
3	250 — 300°	23.2
4	jusqu'au point sec	10.0
		99.8 %

La première sous-fraction serait à réunir avec la fraction «huile légère raffinée».

La deuxième sous-fraction est une *huile lampante*. Après 20 heures il s'y était formé un dépôt de gomme rouge. La couleur de l'huile n'a pas changé malgré une exposition à la lumière durant des mois. Densité: 0.851 à 20°.

La troisième sous-fraction pourrait être mélangée à la deuxième et l'ensemble servirait comme huile lampante. Prise seule, elle serait une *huile à gaz* ou une *huile de chauffage*.

La quatrième sous-fraction serait à joindre à la fraction «huile lourde».

Fractionnement ultérieur de la 2° sous-fraction, passant de 150° à 250° (huile lampante).

Début de la distillation: 126°.

Fractions	Volumes	Volumes totalisés
Jusque 140 il passe	2.2 %	
140 — 150°	7.0	9.2 cmc
150 — 160°	7.2	16.4 "
160 — 170°	6.2	22.6 "
170 — 180°	11.2	33.8 "
180 — 190°	9.0	42.8 "
190 — 200°	8.7	51.5 "
200 — 210°	8.2	59.7 "
210 — 220°	9.0	68.7 "
220 — 230°	7.0	75.7 "
230 — 240°	6.0	81.7 "
240 — 250°	4.0	85.7 "
au delà de 250° (différ.)	14.3	100.0 "

C. Huile lourde.

Liquide épais, brun très foncé, de densité 1.0202 à 20°. Comme nous l'avons dit plus haut, cette fraction comprend tout ce qui restait dans la cornue en cuivre, après le départ de l'huile moyenne (fraction 150—300°).

Nous avons renoncé à l'épuration chimique à cause des difficultés qu'elle présentait et nous avons procédé immédiatement à la distillation sous pression réduite. A partir d'un certain moment, vers la fin de l'opération, l'effet du cracking s'est fait sentir.

Pression: 8 cm de mercure.

Température maximum: 330°.

Début de la distillation: 155°.

Résultats de la distillation :	Huile	87.0 %
(moyenne de 4 essais)	Brai	9.0
	Gaz et pertes	4.0

L'huile obtenue a une couleur brune très foncée, avec fluorescence verte. Nous la désignerons sous le nom d'*huile verte*.

Elle a fourni 4.2 % de paraffine, dont 3.5 % de paraffine dure.¹³⁵⁾

Afin d'obtenir des *huiles de graissage* commercables, l'*huile verte* a été soumise à une série de traitements: essais de raffinage, essais de distillation sous pression ordinaire, et sous pression réduite, distillation à la vapeur d'eau surchauffée. Aucun de ces essais n'a donné des résultats très satisfaisants.

La distillation sous pression atmosphérique a fourni une huile de densité 0.975 à 20°, sentant fortement l'hydrogène sulfuré et noircissant le papier à l'acétate de plomb, suspendu dans le col du récipient. Avec de la tournure de cuivre il a été possible de faire disparaître l'odeur d'hydrogène sulfuré; le papier à l'acétate n'était plus noirci.

La distillation à la vapeur d'eau surchauffée a fourni une huile beaucoup moins foncée, avec un rendement de 96 %.

Le brai pourrait servir à fabriquer des cambouis et des asphaltes pour l'industrie routière. A ce sujet il convient de signaler les essais faits en Esthonie pour obtenir, en partant du kukersite, des matériaux pour l'industrie routière.¹³⁶⁾

En tablant sur un rendement de 6 % d'huile brute, soit 60 litres à la tonne, la pyrogénéation du schiste, conduite sans injection de

vapeur d'eau et dans des conditions semblables à celles qui étaient réalisées dans les essais de laboratoire, fournirait les produits suivants:

Essence légère	3.00 litres à la tonne de schiste
Essence lourde	1.40 " "
Huile lampante	12.80 " "
Huile à gaz	7.50 " "
Huile de graissage	25.40 " "
Paraffine	1.10 kg "
Brai	2.50 " "

Chapitre XI. - Le gaz de pyrogénéation.

A. Volume du gaz.

Le volume du gaz dégagé dans une opération de pyrogénéation a été mesuré à l'aide d'un compteur de laboratoire, aimablement mis à notre disposition par le directeur de l'Usine à gaz de la ville de Luxembourg.

Pyrogénéation sans vapeur d'eau: 201.4 lit. pour 5.5 kg de schiste, soit 36 m³ à la tonne de schiste.

Pyrogénéation avec vapeur d'eau: 210.7 lit. pour 5.5 kg de schiste, soit 38 m³ à la tonne de schiste.

Température de pyrogénéation: 450°.

Dans un essai fait à l'usine de Dommeldange le schiste était chauffé dans un tube cylindrique placé dans un four à recuit (page 75). La température atteignait 800°; la pyrogénéation durait 12 h.; elle était effectuée avec injection de vapeur d'eau surchauffée. Dans ces conditions il se dégageait une quantité de 70 m³ de gaz à la tonne. Le schiste donnait 4 % d'huile.

Volumes gazeux obtenus avec des schistes à Posidonies étrangers:

Schiste du Wurtemberg	30 — 50 m ³ p. tonne	Gaïsser
" " (Eislingen)	35 " "	Neubronner
" du Brunswick (Schandelah)	33.7 " "	Katz
" de Creveney (Franche-Comt.)	20 " "	Berthelot
" des environs d'Athus	20 " "	Guilleaume

B. Composition et pouvoir calorifique.

Nous avons pu faire analyser les gaz au cours de trois essais de pyrogénéation, dont deux avec et un sans injection de vapeur d'eau surchauffée. Les gaz à analyser étaient pris à la sortie du premier ballon (fig. 10).

1. Pyrogénéation sans injection de vapeur d'eau.

Essai N° 92. Analyses du laboratoire d'Arbed-Dommeldange.

Temps de la prise du gaz :	à partir de la 55 ^e minute	à partir de la 70 ^e minute	à partir de la 85 ^e minute
CO ₂	20.40	19.98	9.60
H ₂ S	0.60	0.42	—
C _n H _m	6.00	5.60	5.60
O ₂	0.20	0.30	0.20
CO	6.40	6.50	5.20
CH ₄	27.46	32.70	41.40
H ₂	29.56	34.50	38.00
N ₂	9.38	—	—
	100.00	100.00	100.00
Pouvoir calorif.	4972 cal.	5542 cal.	5379 cal.

2. Pyrogénéation avec injection de vapeur d'eau.

a. Essai N° 83. Analyses de M. ERN. WILHELMY.

Temps de la prise du gaz :	à partir de la 25 ^e minute	à partir de la 50 ^e minute	à partir de la 75 ^e minute	à partir de la 120 ^e minute
CO ₂ + H ₂ S	38.00%	22.50%	10.70%	14.10%
C _n H _m	5.6	6.5	5.9	3.4
CO	4.4	6.7	1.2	1.0
CH ₄	19.0	18.2	32.5	21.6
H ₂	28.4	43.2	48.2	53.6
N ₂	4.6	2.8	1.6	6.3
	100.00	100.00	100.00	100.00
Pouvoir calorif.:	3986 cal.	4623 cal.	5842 cal.	4439 cal.

b. Essai N° 86. Analyses de M. CAM. ASCHMAN.

Temps de la prise du gaz :	à partir de la 25 ^e minute	à partir de la 35 ^e minute	à partir de la 45 ^e minute	à partir de la 55 ^e minute	à partir de la 65 ^e minute	à partir de la 75 ^e minute	à partir de la 85 ^e minute	à partir de la 95 ^e minute	à partir de la 105 ^e minute	à partir de la 115 ^e minute	à partir de la 125 ^e minute	à partir de la 135 ^e minute
CO ₂ + H ₂ S	36.6	26.0	19.6	16.4	13.2	11.2	11.0	11.4	12.8	14.0	15.0	16.8
C _n H _m	6.8	7.0	6.4	6.6	6.8	6.2	5.6	5.2	4.2	4.0	3.0	2.6
CO	6.6	5.0	4.2	2.6	1.4	1.2	0.4	0.4	1.4	1.0	1.0	0.8
CH ₄	18.0	20.0	21.0	23.0	27.0	31.0	31.0	28.0	25.0	21.5	18.0	17.0
H ₂	27.0	38.0	45.0	48.0	49.0	48.0	49.0	52.0	52.0	54.0	56.0	55.0
N ₂	5.0	4.0	3.8	3.4	2.6	2.4	3.0	3.0	4.6	5.5	7.0	7.8
	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
Pouvoir calorif. :	4167 cal.	4687 cal.	4845 cal.	5121 cal.	5538 cal.	5756 cal.	5636 cal.	5358 cal.	4893 cal.	4566 cal.	4084 cal.	3368 cal.

Les données des deux dernières séries d'analyses ont servi à tracer les graphiques représentés par les fig. 14 et 15. On voit qu'il y a une belle concordance entre les deux.

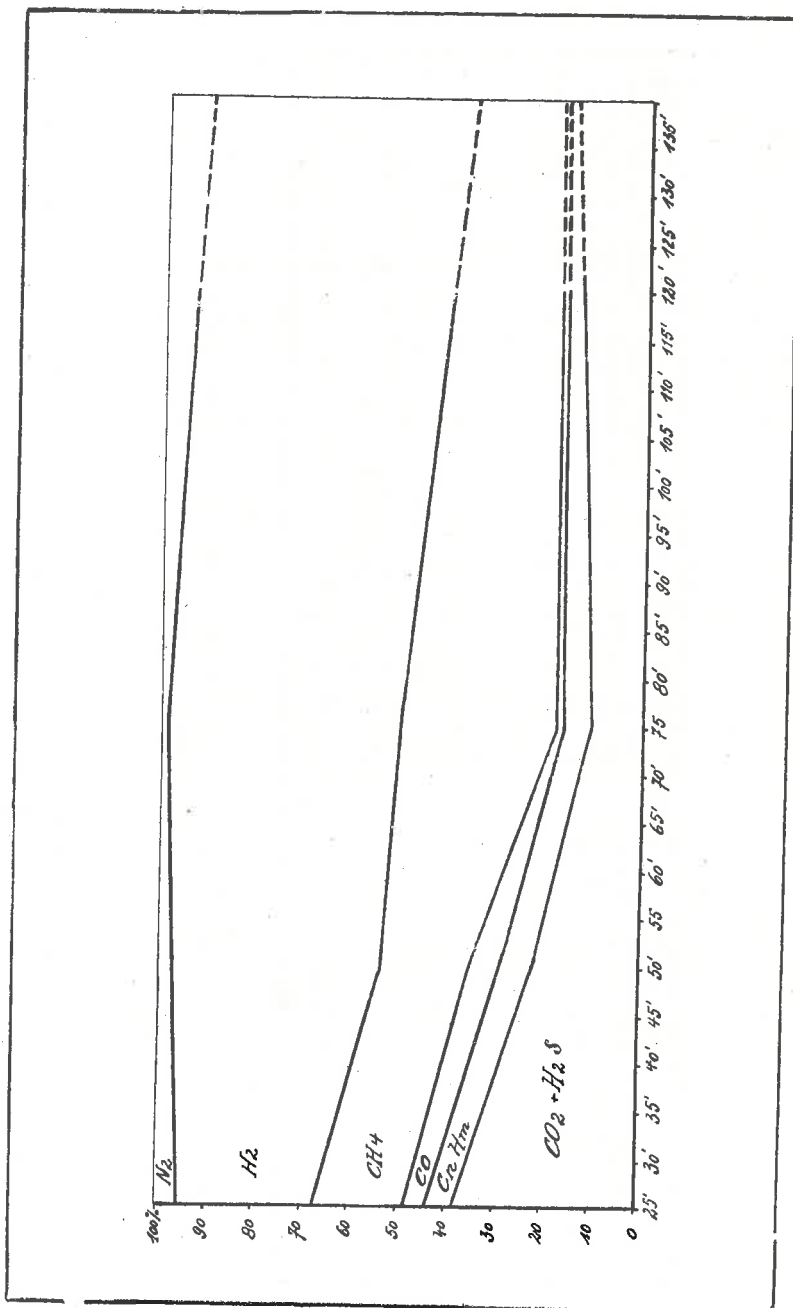


Fig. 14.

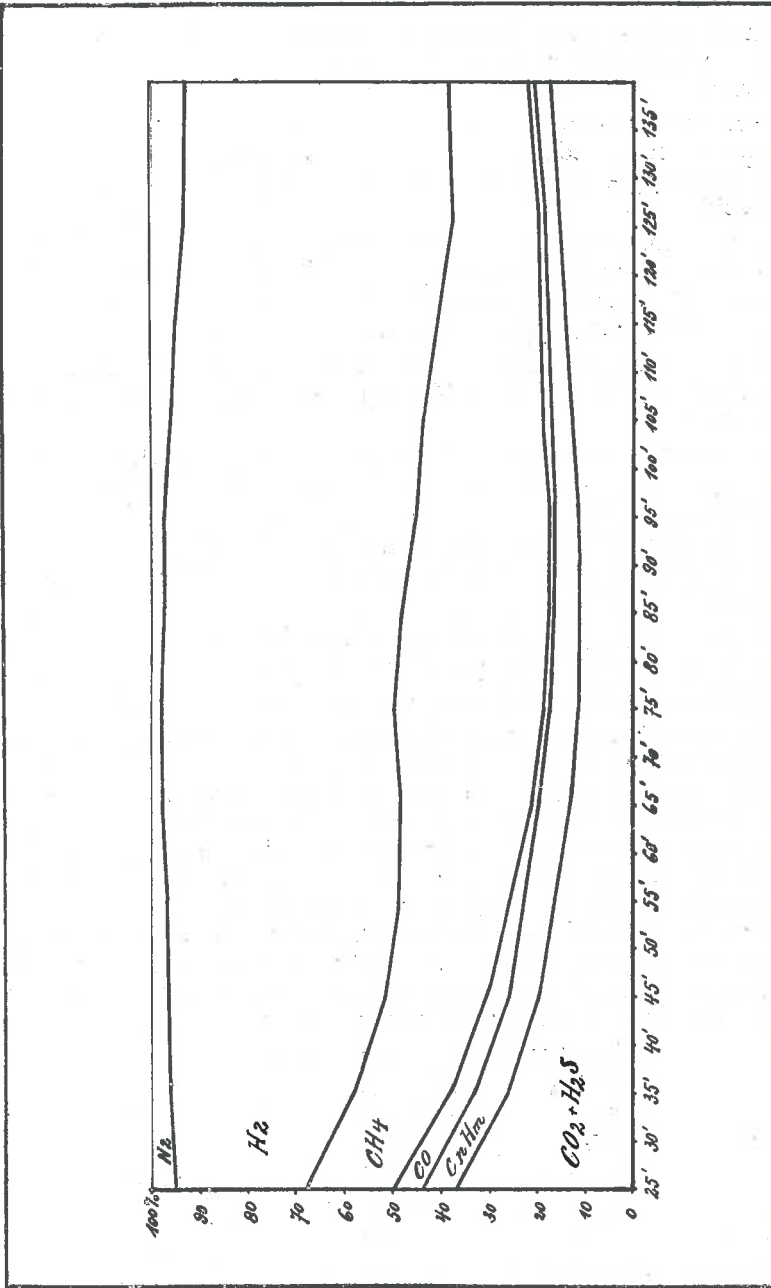


Fig. 15.

La composition du gaz diffère suivant que la pyrogénéation est effectuée sans ou avec injection de vapeur d'eau. Dans le premier cas il se produit plus d'oxyde de carbone et plus de méthane, moins d'hydrogène.

Pour ce qui concerne les variations que subit la composition du mélange gazeux au cours de la pyrogénéation avec injection de vapeur d'eau, sur laquelle nous avons des données plus nombreuses, on peut dire ceci:

1. Le pourcentage $\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{S}$, élevé au début, diminue d'une façon assez rapide jusqu'au tiers de sa valeur; il augmente de nouveau vers la fin, pour se rapprocher de la moitié de sa valeur primitive. Dans ce mélange le CO_2 prédomine.

2. La teneur en carbures $\text{C}_n \text{H}_m$ reste à peu près constante pendant la première moitié de l'opération, elle décroît ensuite progressivement.

3. Le pourcentage en CO diminue bientôt et devient presque insignifiant pour revenir, vers la fin, au sixième environ de sa valeur initiale.

4. Le volume du méthane, à peu près de même grandeur au début et à la fin, atteint son maximum vers le milieu de la pyrogénéation.

5. La teneur en hydrogène, au début voisine de 25 %, augmente d'une façon continue jusqu'à atteindre 55—56 %.

Pour l'essence du gaz nous renvoyons au chapitre VII.

En considérant les volumes gazeux dégagés dans des espaces de temps successifs de 10 minutes au cours de l'essai 86, à partir de la 25^e minute jusqu'à la 135^e inclusivement, soit pendant 11 espaces de 10 minutes, et en admettant pour la composition de ces 11 volumes gazeux celles que le graphique de la fig. 15 indique pour la 30^e, la 40^e, 50^e, 60^e, 70^e, 80^e, 90^e, 100^e, 110^e, 120^e et 130^e minute, nous avons calculé la composition moyenne probable du volume total du gaz dégagé pendant la pyrogénéation, à partir de la 25^e minute. Evidemment on aurait des chiffres plus précis si on recueillait tout le gaz et si on en analysait une prise moyenne. Voici les chiffres que nous avons trouvés par le calcul:

$\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{S}$	16.3
$\text{C}_n \text{H}_m$	5.8
CO	2.4
CH_4	24.6
H_2	47.3
N_2	3.6
	100.0

Pouvoir calorifique: 5078 cal. par m^3 .

A titre de comparaison:

Pouvoir calorif. du gaz d'Eislingen (Wurtemb)	4950 cal.	Neubronner
de Holzheim „	5500	„
de Schandelah (Brunsw.)	5046	Katz
de Creveney (Franche-Comté)	4500 - 500	Berthelot

Le gaz obtenu à l'usine de la société Jura-Oelschieferwerke A. G. avec du schiste de Holzheim avait la composition moyenne suivante: ¹⁸⁷⁾

H ₂ S	4.8 %
CO ₂	10.6
Oléfines	15.6
O ₂	0.4
CO	3.2
H ₂	25.4
CH ₄	22.8
C ₂ H ₆ et homologues	13.3
N ₂	3.9

Le poids du m³ était de 1.035 kg et le pouvoir calorifique 9056 cal. Le désessenciement donnait 2.7 kg de benzine par tonne de schiste. Tandis que les essais de laboratoire avaient fourni 25.71 m³ de gaz à la tonne de schiste, les essais industriels en ont donné 36.90; cette majoration est due au cracking.

Nous avons déjà dit que dans le Wurtemberg des usines à gaz situées à proximité de gisements de schiste employaient celui-ci à la place de la houille. Voici la composition du gaz obtenu: ¹⁸⁸⁾

CO ₂	14 — 15 %
C _n H _m	9.0
O ₂	0.3 — 0.5
CO	7 — 8
CH ₄	7 — 8
H ₂	39 — 40
N ₂ + H ₂ S	15 — 20

Voici, d'après KATZ, la composition du gaz obtenu avec du schiste de Schandelah:

CO ₂	17.25 %
C _n H _m	6.40
O ₂	3.21
CO	4.18
CH ₄	28.00
H ₂	27.00
N ₂	13.96
	100.00

L'hydrogène sulfuré avait été éliminé moyennant de l'acétate de plomb; il a été dosé dans un essai à part. En voici les pourcentages:

A 400°	31.84 %
430°	31.44
450°	16.15
480°	12.43
500°	7.60
550°	4.71
600°	3.11
650°	0.98

Dans des essais faits jadis au Wurtemberg le volume de l'hydrogène sulfuré dépassait 20 % à certains moments de la pyrogénéation (GRUBE).¹³⁹⁾

Partout les gaz sont consommés dans les usines de distillation du schiste; le plus souvent ils servent au chauffage des appareils de pyrogénéation.

Chapitre XII. - L'eau de pyrogénéation.

L'eau condensée dans la pyrogénéation du schiste a une légère teinte jaune; son odeur rappelle celle du sulfure d'ammonium. Exposée à la lumière et à l'air, elle prend une couleur plus foncée, avec pointe vers le rouge.

Sa quantité varie avec le degré d'humidité du schiste. Comme moyenne de six essais, faits chacun avec 5.5 kg de schiste séché à l'air, nous avons obtenu 324 cm³, soit 5.9 % du poids du schiste ou 60 litres en chiffres ronds à la tonne. Ceci pour donner une idée des quantités de liquide qu'il faudrait manipuler.

Ce qu'il importe surtout de connaître, c'est la composition de l'eau de pyrogénéation et plus particulièrement sa teneur en composés azotés. En dehors de petites quantités de bases pyridiques, cette eau contient des sels d'ammonium, principalement du carbonate, du sulfate et de l'hydrosulfure. M. GROSJEAN mentionne aussi la présence du chlorure d'ammonium et M. NEUBRONNER celle du sulfite. D'après ce dernier il y aurait aussi des composés phénoliques; la pyrocatechine serait pourtant absente.

La valeur industrielle de l'eau ammoniacale est donnée par la quantité d'ammoniac qu'elle dégage si on la chauffe avec de la chaux éteinte. Au cas que le schiste fût exploité, cet ammoniac servirait à la production de sulfate d'ammonium.

Rendement en ammoniac de l'eau de pyrogénéation:

Pour le schiste de Schouweiler	0.70 %	
„ „ du Wurtemberg	0.89	Gaisser et Bader
„ „ „ „ (Holzheim)	0.50	Neubronner
„ „ „ Brunswick (Schandelah)	0.73	Katz

Une tonne de schiste de Schouweiler fournirait, sous des conditions semblables à celles réalisées dans les essais de laboratoire, une quantité d'ammoniac correspondant à 1.6 kg de sulfate d'ammonium. Le rendement a été à peu près le même dans les essais de pyrogénéation avec injection de vapeur d'eau; cela se comprend, puisque la température de pyrogénéation n'avait pas été plus élevée et qu'elle était loin d'atteindre celle qui doit être réalisée pour obtenir une transformation plus complète de l'azote en ammoniac.

Ce rendement est de loin inférieur à celui que la teneur en azote permet d'escompter. Si après la pyrogénéation le schiste est porté à des températures comprises entre 700 et 800°, les $\frac{3}{4}$ de l'azote sont transformés en ammoniac. Un schiste avec 0.367 % d'azote, comme celui de Schouweiler, fournirait, si tout l'azote était transformé en ammoniac, 17.3 kg de sulfate à la tonne de schiste et en donnerait effectivement 12.9. Reste à savoir s'il y aurait intérêt à assumer les frais de première installation, de traitement et de main-d'œuvre nécessaires à cette fin.

GRUBE et V. D. BURCHARD répondent négativement à cette question pour ce qui concerne le schiste du Wurtemberg. Il ne faut pas perdre de vue, en effet, qu'à la suite de la création de l'industrie de l'ammoniac synthétique la production de sulfate d'ammonium dans les usines de pyrogénéation a perdu beaucoup de son intérêt primitif. Les usines créées dans les derniers temps n'employaient plus, pour cette raison, les cornues écossaises.

Chapitre XIII. - Les résidus de la pyrogénéation ou de la combustion du schiste.

Dans le traitement des schistes à Posidonies on obtient, comme résidu, du coke ou de la cendre. Ce résidu a le même volume que le schiste frais et son poids atteint entre 70 et 80 pour cent de celui-ci. Son maniement est dispendieux et il faudrait tâcher de l'employer utilement au cas que le schiste fût exploité.

A. Coke de schiste.

1. Propriétés et composition.

Si la pyrogénéation est effectuée sans arrivée d'air ni de vapeur d'eau, elle donne, comme résidu, du coke. Au cours de l'opération la partie minérale du schiste subit une série de transformations que nous essayerons d'analyser. Il y a :

- a) départ de l'eau d'imbibition restante;
- b) perte de l'eau d'hydratation du gypse, des silicates, de l'hydrate ferrique; ce dernier est transformé en sesquioxyde;
- c) réduction du sesquioxyde de fer en oxyde ferreux, les matières organiques et l'oxyde de carbone jouant le rôle de réducteurs; lorsque, plus tard, le coke sera exposé à l'air, l'oxyde ferreux sera retransformé en oxyde ferrique;
- d) décomposition de la pyrite avec formation de monosulfure ou de sesquisulfure de fer et mise en liberté de soufre; une partie du soufre formerait avec les silicates des polysilicates du genre de l'outremer (Sauer);¹⁴⁰
- e) faible réduction du sulfate de calcium en sulfure.

L'action de l'acide chlorhydrique donne lieu à un dégagement d'hydrogène sulfuré, provenant principalement du sulfure de fer; il se produit aussi de l'anhydride carbonique.

Le coke de schiste se présente sous forme de plaquettes noires, dures, sonores, ne montrant aucune trace de fusion. La porosité primitive du schiste s'est accrue par suite des transformations qui se sont produites.

Le coke du schiste de Schouweiler contient 7.85 % de carbone combustible; son pouvoir calorifique supérieur est de 650 calories et son pouvoir calorifique inférieur de 604 calories. Il est pyrophorique

et peut s'allumer spontanément à l'air après son évacuation de la cornue.¹⁴¹⁾

Nous avons déjà donné plus haut la composition du coke d'un schiste de Schouweiler; nous la reproduisons ici en mettant en regard les chiffres qui se rapportent au coke d'un schiste de Schandelah.

	Coke du schiste de Schouweiler (Analyse Arbed - Dommeldange)	Coke du schiste de Schandelah (Analyse Katz)
SiO ₂	38.51 %	34.52 %
Al ₂ O ₃	12.64	14.07
Fe ₂ O ₃	6.66	6.14
CaO	13.27	20.86
MgO	1.71	2.01
P ₂ O ₅	0.50	
MnO	0.30	
SO ₃	1.08	3.32
S		1.57
TiO ₂	0.59	
Alcalis	2.74	
Perte au feu	21.00	17.60

Voici quelques autres données sur la teneur en soufre du coke de schiste:

Coke du schiste d'Esch: 2.03 % (Analyse ARTH. THILL).

» » » » : 2.06 % (Analyse NIC. PROTH).

2. Usages du coke de schiste.

Au Wurtemberg le coke de schiste a été utilisé comme combustible; il a été employé au chauffage des cornues de distillation concurremment avec du schiste frais ou un autre combustible. C'est là le seul usage rationnel qu'il puisse trouver. On avait essayé de l'employer à la fabrication de cirages pour chaussures et de couleurs noires. Nous citons ces applications à titre de curiosité; la forte teneur en matières minérales et le faible pourcentage en carbone ne permettront guère de songer sérieusement à de telles applications.

La teneur en charbon actif a fait envisager l'emploi du coke de schiste à la décoloration de liquides et au désessenciement des gaz produits dans la distillation du schiste.

Voici des essais faits dans cette direction avec du coke de schiste luxembourgeois:

a) Essai de décoloration.

Le coke a été placé dans de l'eau bouillante, puis lavé sur un filtre et chauffé enfin, pendant 4 h., dans une étuve entre 110° et 120°. Il a été ensuite réduit en poudre fine. 5 gr de la poudre ont été placés dans 250 cmc d'une solution bleue de sulfate d'indigo, maintenue en ébullition pendant 30 minutes. La décoloration était complète. Le même effet a été obtenu avec une quantité de 5 gr de noir animal. La dose de coke de schiste a pu être réduite à 1.5 gr; avec une dose de 1 gr il persistait une très légère teinte, alors que 1 gr de noir animal produisait une décoloration complète.

b) Essai de désessencement.

De petites paillettes de coke séparées avec un tamis furent traitées par de l'acide chlorhydrique à chaud, lavées et calcinées, après séchage, dans un creuset couvert.

Le coke, ainsi préparé, (400 cmc) fut placé dans une tour d'absorption où passaient ensuite les gaz produits dans une opération de pyrogénéation. L'essence absorbée par le coke fut mise en liberté par un courant de vapeur d'eau surchauffée. Un second essai fut fait avec un volume égal de charbon actif Merk (110 gr). Pendant le passage des gaz sur le charbon Merk, celui-ci s'échauffa fortement; avec le coke de schiste, l'échauffement était à peine sensible.

Quantité d'essence absorbée par le charbon Merk . . 3.3 cmc.

» » » » » coke de schiste . 0.7 »

B. Cendre de schiste.

1. Propriétés et composition.

La cendre de schiste est obtenue par la combustion du coke de schiste ou du schiste frais, par le traitement du schiste dans un gazogène, enfin par la pyrogénéation du schiste dans une cornue à laquelle est accouplé un gazogène (cornue écossaise, cornue Pintsch p. ex.).

Le fer ayant passé à l'état de sesquioxyde rouge et le carbone ayant été brûlé partout où l'oxygène a eu accès, les plaquettes de cendre ont une teinte rougeâtre, très prononcée parfois. Les plus minces présentent aussi cette teinte sur les cassures. Les autres sont grises à l'intérieur et le plus souvent encore noires vers le milieu; elles renferment du carbone non brûlé et aussi du sulfure de fer; sous l'action de l'acide chlorhydrique elles dégagent de l'hydrogène sulfuré tout comme les plaquettes de coke. Mais, tandis que celles-ci

donnent un assez vif dégagement d'anhydride carbonique, la cendre ne donne qu'une faible effervescence.

Voici l'analyse d'une cendre de schiste de Schouweiler, faite au laboratoire d'Arbed-Dommeldange. La cendre avait été obtenue par la combustion du schiste dans un four de laboratoire.

Perte au feu	7.80 %	
SiO ₂	49.13	
Al ₂ O ₃	19.58	Une analyse qualitative a prouvé l'absence des éléments suivants : Ni - Co - Cu - Mo - Cr - Pb - Sb - Sn - As.
Fe ₂ O ₃	5.11	
CaO	9.95	
MgO	2.03	
TiO ₂	0.71	
SO ₃	4.97	
P ₂ O ₅	0.30	
MnO ₂	0.12	
V	0.07	

L'analyse de la cendre d'un schiste provenant de la carrière de l'ancienne briqueterie d'Esch a donné les résultats ci-après (Anal. ARTHUR THILL). La cendre avait été obtenue par calcination du coke.

SiO ₂	53.50 %
Al ₂ O ₃	24.68
Fe ₂ O ₃	7.02
CaO	8.00
MgO	1.05
Alcalis	4.90

Au cours de sa genèse la cendre de schiste acquiert une faible hydraulicité. Par l'effet de la chaleur le carbonate de calcium se transforme en oxyde de calcium et les constituants de l'argile, la silice et l'alumine, deviennent aptes à se combiner à celui-ci dans une certaine mesure.

Comme dans la fabrication des ciments, il se forme du silicate tricalcique et accessoirement des aluminates, surtout de l'aluminate tricalcique. Il se peut aussi que le sesquioxyde de fer forme avec une partie de l'oxyde de calcium des ferrites. Avec cela concorde le fait signalé par GAISSER que la solubilité du calcium diminue par la pyrogénéation.¹⁴²⁾

La cendre de schiste a un poids spécifique bien inférieur à celui du schiste; elle est plus poreuse encore que le coke de schiste et conduit mal la chaleur et le son.

2. Usages.

a) A cause de ces dernières propriétés la cendre de schiste pourrait servir comme matière de remplissage partout où il s'agit de protéger contre la chaleur ou le froid ou encore d'amortir les bruits et les sons.

b) On a proposé de l'employer comme matière filtrante, dans la filtration des eaux p. ex.

c) Des essais faits au W u r t e m b e r g ont montré que la cendre de schiste peut remplacer avantageusement le gravier dans la préparation des mortiers.¹⁴³⁾ La maçonnerie sera plus légère et plus solide. Ce dernier fait s'explique ainsi: une matière de remplissage ayant la forme de plaquettes à contours irréguliers est plus solidement fixée dans le mortier durci que ne le sont des grains de gravier, à surface souvent lisse et arrondie; la cendre de schiste a une certaine hydraulicité; il est probable que par suite de l'échauffement subi sa silice est plus apte à réagir avec l'oxyde de calcium du mortier que la silice du gravier; enfin, en raison de leur porosité, les plaquettes de cendre absorbent de l'hydrate de calcium et la liaison sera plus intime après durcissement.

d) Au W u r t e m b e r g, où les pierres à bâtir sont plutôt rares dans certaines régions et précisément dans celles où le schiste affleure, la cendre de schiste sert depuis longtemps déjà à la fabrication de briques agglomérées et c'est le plus souvent uniquement à cette fin que le schiste y était exploité. Pour la fabrication des briques «Liasit», mentionnée à la page 30, on procède comme suit. Le schiste est brûlé, la cendre concassée en petits morceaux et additionnée de 10 à 20 % de ciment; celui-ci est fabriqué avec de la cendre de schiste et le calcaire fétide intercalé dans les lits de schiste. Le mélange est arrosé d'eau et tassé dans des moules. Le durcissement demande quelques semaines. Les briques sont légères, poreuses mais non hygroscopiques; elles se laissent scier et prennent facilement les clous, qui y restent solidement fixés.

e) La cendre de schiste peut encore servir à la fabrication du ciment. Ce point a déjà été touché plus haut.¹⁴⁴⁾ A cet effet elle doit être additionnée de calcaire et soumise à une cuisson.

Le ciment fabriqué par la J u r a - O e l s c h i e f e r w e r k e A.-G aurait été préféré à tout autre ciment pour les constructions dans des sols contenant des eaux riches en bicarbonates et en sulfates, parce que sa faible teneur en chaux le faisait mieux résister à l'action destructive de ces eaux.¹⁴⁵⁾ Dans des conditions normales de prise et de durcissement ce ciment aurait eu, après 7 jours, une résistance à l'écrasement d'environ 200 kg par cm², et après 28 jours, une résistance de 400 kg par cm². Au bout d'un an, la résistance à l'écrasement aurait atteint 600 kg par cm².¹⁴⁶⁾

f) La cendre de schiste a été employée pour l'amendement des terres; on lui attribue une action fertilisante, qui serait due à sa teneur en sels potassiques, en acide phosphorique et en chaux; par sa porosité elle produirait un amendement physique.

Selon VAN KERKHOFF il n'y a «aucun doute que cette substance (le schiste de Differdange) ne puisse être employée avec avantage comme amendement, soit à l'état naturel, soit à l'état calciné, et qu'elle n'offre sous le premier état un engrais naturel». VAN KERKHOFF met en relation le pouvoir fertilisant du schiste avec sa nature de marne argileuse. Rappelons les essais de M. DE PRÉMOREL et ceux de M. WELLENSTEIN de Dreiborn, ainsi que l'emploi fait, dans les environs de Sedan, du schiste naturel et du schiste brûlé.¹⁴⁷⁾ N. WIES mentionne que le schiste à Posidonies a été employé pour l'amélioration des prairies.¹⁴⁸⁾

A Châtillon, près de Besançon, et aux environs de Vesoul, le schiste bitumineux liasique a été employé comme engrais à cause de sa teneur en acide phosphorique et en potasse.¹⁴⁹⁾

On ne peut pas contester que, dans une terre pauvre en chaux, la cendre de schiste ait une action fertilisante, tout comme la marne keupérienne qui était employée jadis chez nous pour l'amendement des terres sablonneuses. Au Brunswick, le schiste à Posidonies, plus riche en calcaire que le nôtre, est employé depuis longtemps à l'enrichissement du sol en calcium. Mais chez nous, personne ne songera à recourir à un engrais de ce genre depuis qu'il est possible de suppléer au manque de chaux par l'emploi de la scorie Thomas, qui apporte en même temps, en bien plus forte quantité, l'acide phosphorique.

Toujours est-il que la cendre de schiste constitue un substratum de beaucoup préférable au schiste naturel. Elle contient la chaux, la potasse et l'acide phosphorique du schiste; la pyrite, dont l'altération donnerait lieu à la production d'acide sulfurique libre, a été transformée en oxyde de fer, qui deviendra, dans la suite, de l'hydrate ferrique, sans action défavorable.

g) La teneur de la cendre de schiste en oxyde de calcium, qui a pu se transformer en hydrate, la présence éventuelle d'une faible quantité de sulfures ont suggéré l'idée qu'elle pourrait servir au dépilage des peaux. Sa teneur en fer semble pourtant s'y opposer; cependant, aucune action nocive de sa part n'a pu être constatée dans les essais de dépilage que nous allons décrire.

Dix-sept morceaux, d'une surface d'environ 50 cm², de peaux diverses, à poils courts et à longs poils, furent placés dans des bouillies préparées avec des quantités de cendre de schiste en poudre variant de 10—100 gr. La cendre avait été obtenue par la combustion du schiste dans un four de laboratoire.

	Quantité de cendres	Résultat après 24 h.
Essai No 1 3 morceaux	10 gr	1 morceau se laisse dépiler par une légère pression du doigt; les 2 autres ne cèdent que quelques poils;
Essai No 2 3 morceaux	20 gr	1 morceau se laisse dépiler facilement, les 2 autres ne montrent aucune action;
Essai No 3 3 morceaux	40 gr	1 morceau se laisse dépiler facilement, les 2 autres par endroits seulement;
Essai No 4 2 morceaux	60 gr	les 2 morceaux se laissent dépiler facilement;
Essai No 5 3 morceaux	80 gr	2 morceaux se laissent dépiler facilement; le 3 ^e ne laisse reconnaître aucune action;
Essai No 6 3 morceaux	100 gr	les 3 morceaux se laissent dépiler facilement.

Les morceaux qui avaient montré une action faible ou nulle furent soumis à un traitement ultérieur: ceux de l'essai N° 1 furent placés dans une nouvelle bouillie préparée avec 10 gr de cendre; ceux de l'essai N° 2, dans une nouvelle bouillie obtenue avec 20 gr de cendre; les morceaux restants des essais N° 3 et N° 5 étaient maintenus dans l'ancienne bouillie qui ne recevait aucun apport nouveau de cendre. Après un nouveau délai de 24 heures, tous les morceaux se laissaient dépiler facilement.

Une peau de veau, ramollie dans l'eau, fut saupoudrée, dans un bac, avec 1500 gr de cendre moulue et recouverte d'eau; après 48 heures, une nouvelle quantité de 1000 gr de cendre fut ajoutée; après six jours, comptés à partir du commencement, le dépilage put être effectué sans peine.

Ces essais prouvent qu'il est possible de dépiler les peaux avec de la cendre de schiste; nous ne croyons pas cependant que la tannerie adoptera la cendre de schiste au dépilage.

Chapitre XIV. - Préparation d'un produit ichthyolique avec l'huile du schiste à Posidonies.

Depuis qu'en 1882 R. SCHROETER était parvenu à rendre soluble dans l'eau l'huile de schiste de Seefeld en la traitant par l'acide sulfurique concentré, cette huile sert à la fabrication d'un produit pharmaceutique, appelé ichthyol. L'ichthyol possède à un degré supérieur l'action curative de l'huile de Seefeld, action connue et mise à profit depuis des siècles. Déjà en 1576 on pratiquait pour cette raison la pyrogénéation du schiste triasique de Seefeld.

Quand, en 1900, le brevet de la fabrication de l'ichthyol, qui avait été accordé en 1885, s'éteignit, beaucoup de produits similaires apparurent sur le marché. Déjà en 1920 leur nombre dépassait la quarantaine.¹⁵⁰⁾ Tous ces produits sont fabriqués par sulfonation d'une fraction d'huile de schiste et le plus souvent on a recours à cette fin à l'acide sulfurique concentré. Il se produit des dérivés sulfonés, solubles dans l'eau; ceux-ci rendent soluble le reste de la fraction, donc aussi les composés sulfurés y contenus déjà.

Longtemps on attribuait l'effet curatif de l'ichthyol et de ses succédanés à leur teneur en soufre combiné. On faisait une distinction entre le soufre des dérivés sulfonés, le soufre sulfonique, et le soufre dit «sulfidique» des composés sulfurés primitifs. Ce dernier seul serait actif et la valeur d'un produit de l'espèce était mesurée par sa teneur en soufre sulfidique.¹⁵¹⁾ Il est certain que ce soufre intervient pour une large part dans l'effet thérapeutique des produits ichthyoliques. Mais il ne fait pas tout.

PINCUSSEN¹⁵²⁾ a pu démontrer que l'ichthyol déplace l'équilibre Potassium $\longleftrightarrow$ Calcium en faveur du calcium, d'où il résulte une diminution de la turgescence des tissus, une décongestion.

D'autre part, la phagocytose est activée, ce qui explique l'action bienfaisante dans les cas d'infection purulente.

On a fait intervenir encore le caractère de non-saturation de certains composés contenus dans l'ichthyol et ses succédanés.

Enfin, on s'est demandé si les porphyrines, découvertes dans les huiles de schistes, n'entrent pas aussi dans la composition des produits ichthyoliques et ne sont pas pour quelque chose dans leur action.

D'autre part on sait que ASCHHEIM a trouvé dans les bitumes des substances «œstrogènes», possédant des propriétés analogues à celles des hormones folliculaires. Il est permis de supposer que les huiles de schistes renferment aussi de telles substances et qu'il y a là une autre cause de l'effet thérapeutique des produits ichthyoliques.

Mais certaines propriétés physiques peuvent aussi jouer un rôle. Dans la technique on a souvent recours au pouvoir mouillant et émulsionnant des produits de sulfonation d'huiles minérales. Ce pouvoir appartient aussi aux dérivés sulfonés des huiles de schiste et c'est à lui que sont dues la faculté de ceux-ci d'agir en profondeur et la facilité avec laquelle ils traversent les tissus adipeux et les séreuses. Ces propriétés sont mises à profit en dermatologie.

M. HERBERT SCHAEFER s'est livré à une étude systématique de la sulfonation de l'huile du schiste à Posidonies et il a trouvé que la chlorhydrine sulfurique, SO_3HCl (Chlorsulfonsäure), convenait le mieux pour la sulfonation de cette huile. Nous avons alors préparé ensemble un produit ichthyolique que nous avons appelé Thalassol.¹⁵³⁾ Voici le mode de préparation employé.

La fraction de l'huile de schiste qui passe entre 100 et 320° est traitée par la chlorhydrine sulfurique, d'abord à froid, ensuite au bain-marie. La réaction est très vive au commencement, beaucoup moins vive ensuite. Après décantation d'une petite quantité d'huile qui surnage, on traite par le carbonate d'ammonium. On dissout le produit dans l'eau et on le débarrasse ensuite par dialyse des cristalloïdes qu'il contient; puis on évapore jusqu'à consistance sirupeuse. On a alors un liquide épais brun-foncé, miscible à l'eau, à la glycérine et aux corps gras. Par évaporation complète de l'eau, on obtient des paillettes noires, brillantes, hygroscopiques.

Le thalassol fixe l'iode par addition directe et prend alors une couleur vert foncé. Ce dérivé halogéné est appelé iodothalassol.

Le pouvoir bactéricide du thalassol et de l'iodothalassol a été établi indiscutablement d'après la méthode élaborée par M. le Dr. J.-B. MEYER.¹⁵⁴⁾

Plusieurs médecins luxembourgeois ont bien voulu examiner les deux produits au point de vue thérapeutique; leurs conclusions ont été très favorables.¹⁵⁵⁾

Chapitre XV. - Essais d'extraction du bitume.

Pour voir si la matière bitumineuse du schiste à Posidonies est soluble dans des dissolvants appropriés, le schiste, pulvérisé et séché à 105°, a été soumis à l'extraction dans l'appareil décrit par GRAEFE. Voici les résultats obtenus:

Dissolvant	Schiste de Bettembourg	Schiste d'Esch	Schiste de Schouweiler
Benzol	0.28 %	0.33 %	0.29 %
Toluol	0.34		
Xylol	0.34		
Tétrachlorure de carb.	0.26	0.49	
Benzine	0.19		
Chloroforme et Sulfure de carbone		0.40	
Benzol et Alcool éthylique			0.90

L'essai avec le mélange $\text{CHCl}_3/\text{CS}_2$ a été fait dans l'appareil Soxleth. Une petite partie seulement du bitume est donc soluble; la majeure partie est insoluble. Il faut, par conséquent, distinguer deux espèces de bitume; le bitume soluble, celui que ENGLER appelle «catabitume», et le bitume insoluble, le «polybitume» d'ENGLER.

Une quantité d'un kg de schiste de Bettembourg, traitée par le benzol dans l'appareil Graefe, donna 2.66 gr d'une masse très visqueuse, presque butyreuse, d'un brun foncé. Elle contient du soufre à l'état combiné.

La quantité de bitume soluble représente au maximum un huitième du rendement en huile brute et la vingtième partie environ de la teneur totale en bitume.

P. HAAS, ¹⁵⁶⁾ en opérant sur du schiste à Posidonies de Langenbrücken, a obtenu 1.0 % d'extrait avec du benzol, 1.5 % avec du tétrachlorure de carbone, 1.4 % avec du chloroforme, 1.35 % avec de la pyridine.

Ce même auteur a fait agir, sur un même échantillon, successivement divers dissolvants. Un schiste de Langenbrücken a ainsi abandonné au benzol 1.25 % de son poids, puis, au xylol, 0.33 %, enfin, à l'alcool absolu des traces; un autre a donné avec la pyridine 1.35 % d'extrait, avec le tétrachlorure de carbone des traces et avec le chloroforme 0.3 %. Un schiste d'O h m d e n a abandonné au benzol 0.2 %, ensuite également 0.2 % au tétrachlorure de carbone.

Avec du schiste de Holzheim NEUBRONNER ¹⁵⁷⁾ a obtenu les résultats suivants:

Dissolvant	Durée de l'extraction	Teneur du schiste en mat. bitum.	Rendement sur 100 parties de schiste de mat. bit.	
Dichloréthyle	93 heures	16 %	0.30 %	1.9 %
Alcool méthylique	133 "	"	1.20	7.5
Acétone	13 "	"	1.66	10.4

D'après M. BARLOT, ¹⁵⁸⁾ le schiste de Creveney (Haute-Saône) cède aux dissolvants tels que le benzol, la pyridine, le tétrachlorure de carbone, entre 0.25 et 0.5 % d'un produit complexe, de couleur brune, présentant presque toutes les propriétés des cires. Un schiste de Morre (Doubs) abandonnait au chloroforme 1.3 % de son poids. La matière organique séparée du substratum minéral se comporte vis-à-vis des solvants à peu près comme la matière organique encore incluse dans le schiste.

L'extraction donne des rendements bien plus élevés si le schiste a été porté préalablement à une température de 350° en vase clos. C'est ce que démontrent les expériences faites par KATZ avec du schiste du Brunswick (Schandelah): ¹⁵⁹⁾

- 50 gr de schiste furent extraits pendant 24 heures avec du chloroforme dans l'appareil Soxhlet; rendement de 0.28 %;
- la même prise fut ensuite chauffée en tube scellé pendant 24 heures et puis soumise à l'extraction; rendement de 7.8 %;
- après avoir été chauffée une seconde fois en tube scellé pendant 24 heures, la prise fut soumise à une nouvelle extraction pendant 24 heures; cette fois-ci le rendement en bitume ne fut plus que de 0.05 %.

L'analyse élémentaire du bitume obtenu par l'extraction au chloroforme du schiste de Schandelah a fourni les résultats suivants:

C	77.85 %
H	8.53
N	1.13
S	3.80
O	8.69
	100.00

Déjà ENGLER avait observé qu'un schiste de Reutlingen, après avoir été chauffé à 300°, fournissait, à l'extraction au benzol, 3.24 % de matières bitumineuses, alors que sans avoir subi ce traitement il

ne donnait que 0.6 %. Il en avait conclu que le schiste à Posidonies contient, à côté d'un bitume soluble, du bitume insoluble qui peut être transformé en bitume soluble par l'action de la chaleur.

AL. FLACHS a examiné le bitume extrait du schiste de Reutlingen, au moyen du benzol. Ce bitume se présentait sous forme d'une masse brun-noir, ayant, à la température ordinaire, la consistance du saindoux. Sa densité était de 0.9714 à 17°; il fondait à 38° en donnant un liquide épais, visqueux.

Voici sa composition centésimale:

C	80.77 %
H	11.10
N	1.32
S	1.13
O	5.68
	100.00

Distillé sous pression, le bitume donnait environ 64 % d'un liquide mobile, brun-noir, avec fluorescence verte très nette; par son aspect et ses propriétés physiques il ressemblait à la plupart des pétroles naturels. Son poids spécifique était 0.8742 à 15°.

Il a été possible d'en retirer les corps suivants: pentane, hexane, heptane, octane, nonane, paraffine solide, oléfines, carbures cycliques, asphalte. Ces corps se trouvent, en des quantités variables, dans les pétroles naturels, dont ils forment les constituants essentiels.

Soumis à la distillation normale Engler, ce «pétrole artificiel» se comportait comme beaucoup de pétroles naturels.

Ces faits ont conduit ENGLER à admettre que le bitume des schistes à Posidonies représente une étape vers le pétrole et à considérer le schiste à Posidonies comme une des roches-mères du pétrole. Ce point sera encore examiné au prochain chapitre.

ENGLER a constaté que le bitume extrait du schiste à Posidonies d'Ubstadt (Bade) a les mêmes propriétés que celui du schiste de Reutlingen.

Chapitre XVI. - Genèse et évolution possible du Schiste à Posidonies.

A. Le Schiste à Posidonies est une formation marine; nous en avons la preuve dans les Ammonites et les Bélemnites qu'il contient. Ses caractères lithologiques indiquent qu'il s'est formé dans une eau stagnante, probablement dans des lagunes, en communication fréquente avec la mer. La présence de Gastéropodes et de Lamellibranches parmi les fossiles nous conduit à admettre que la profondeur de son bassin de sédimentation allait en diminuant. Et en effet, alors que le Lias inférieur et le Lias moyen accusent chez nous des marques d'affaissements continuels, l'étude paléogéographique conduit à admettre qu'une régression marine est survenue pendant le Lias supérieur, époque à laquelle le Schiste à Posidonies s'est déposé.¹⁰⁰) Avec cela concorde le fait que les dépôts supérieurs de cette partie du Lias sont de plus en plus arénacés. Les inclusions de restes de végétaux continentaux (bois flottés) prouvent que la côte n'était pas bien éloignée.

Le bassin de sédimentation du Schiste à Posidonies était peuplé principalement de Lamellibranches et de Céphalopodes, auxquels s'ajoutait une riche faune et flore planctonique. Pendant certaines périodes des Poissons et des Reptiles (Ichthyosaures) apparaissaient; leurs restes fossiles semblent se limiter à des horizons déterminés.

D'après leur genre de vie et notamment d'après leur mode de locomotion, les organismes aquatiques se répartissent sur trois groupes:

1. Les organismes benthoniques, ou le benthos tout court, dont l'existence se passe au fond des eaux. Le benthos sessile comprend les êtres fixés sur le fond, sans mouvement de déplacement propre. Au benthos vagant appartiennent les organismes vivant sur le fond, mais doués d'un mouvement de locomotion très réduit.

2. Les organismes nectoniques, le necton, animaux se déplaçant librement dans l'eau, à tous les niveaux.

3. Les organismes planctoniques, le plancton, plantes et animaux flottants dans l'eau, ballotés et transportés par le mouvement des vagues et des courants.

Ces trois groupes existaient dans la mer toarcienne et voici leurs principaux représentants:

1. Benthos sessile: Les «Fucoïdes» du genre Chondrites, les Crinoïdes, les Brachiopodes. Il se peut que des Fucoïdes et des Crinoïdes aient été fixés sur des bois flottés et aient donc appartenu à ce qu'on peut appeler pseudoplancton.

Le benthos sessile était peu développé. C'est un fait important qui est relevé par tous les auteurs et que déjà E. FRAAS avait signalé pour le Wurtemberg.¹⁶¹⁾

Au benthos vagant appartiennent la plupart des Lamellibranches, les Gastéropodes, les Echinides. B. HAUFF hésite à faire ranger les Posidonies dans le benthos. Il est probable que des bois flottés servaient de support aussi à des Lamellibranches. POMPECKJ est d'avis qu'il faut classer la plupart des Ammonites dans le benthos vagant. Cependant, comme le siphon et la chambre à air permettaient à ces animaux de se déplacer dans le sens vertical, il convient plutôt de les placer dans le groupe du necton.

2. Au necton appartiennent donc les Ammonites, puis les Bélemnites, les Poissons et les Reptiles (Ichthyosaures).

3. Les végétaux et les animaux qui formaient le plancton n'ont pas laissé de traces figurées. Il s'agissait probablement d'êtres unicellulaires (Algues, Protozoaires), de Méduses, de larves (d'Echinodermes et de Vers p. ex.), de Crustacés de petite taille, de Vers. Dans le plancton animal actuel, les crustacés inférieurs, et parmi eux les copépodes principalement, occupent une place prépondérante.

Les organismes n'ont pas nécessairement vécu là où nous trouvons leurs restes fossiles; le lieu de leur sépulture n'est pas toujours leur lieu d'habitat. Les coquillages légers et cloisonnés, comme ceux d'un grand nombre de Céphalopodes, ont pu flotter après la mort de l'animal qu'ils abritaient et être transportés au loin. Des courants marins ont charrié des coquillages de Lamellibranches morts, des cadavres de poissons et de reptiles. Pendant le transport les valves ont été disloquées souvent; rarement les deux moitiés d'un coquillage bivalve sont encore réunies à l'état fossile; on rencontre même assez souvent des débris assez fins de coquillages. A côté de squelettes entiers de Poissons on trouve des vertèbres et des côtes isolées, des fragments de colonnes vertébrales, des têtes séparées du tronc. Il en est de même des Ichthyosaures. Il se peut cependant que, sans avoir été transportés bien loin, des coquillages aient été disloqués sur place par le mouvement des vagues, qui peut exercer ses effets jusqu'à une profondeur de 200 m.¹⁶²⁾

B. On pourrait croire que la teneur d'un schiste en bitume est en rapport avec le nombre de ses fossiles. Mais la richesse en matières organiques ne va pas de pair avec la richesse en empreintes fossiles. C'est ainsi qu'un schiste contenant de nombreuses Ammonites fournissait 3.2 % d'huile brute et un autre, rempli d'empreintes de toutes sortes, 3.6 %; par contre, un schiste sans trace apparente de fossiles donnait 9.2 % d'huile.

Voici, sur ce point, des données fournies par B. HAUFF pour le schiste de Holzmaden; elles concordent avec nos propres constatations:

Schiste rempli de Posidonies	5.9 % d'huile brute
Schiste le plus riche en fossiles . . .	3.10 » »
Schiste presque dépourvu de fossiles	5.80 » »

Dans le même ordre d'idées E. BLUMER¹⁶³) souligne la rareté des fossiles, voire leur manque complet, dans beaucoup de roches bitumineuses, telles que le Schiste à ménilithe des Carpathes, les Argiles bitumineuses de Birmanie, les Schistes pétrolifères de l'Ohio.

La matière bitumineuse ne doit pas son origine uniquement aux animaux et aux végétaux dont nous observons encore aujourd'hui les restes fossiles; elle provient plutôt en grande partie d'organismes qui n'ont laissé aucune trace figurée et qui appartenaient au plancton. Certains auteurs sont d'avis que le rôle prépondérant a été joué par le plancton végétal; mais à cause du manque d'éléments figurés il est impossible de se prononcer avec certitude sur ce point. Même l'examen microscopique de coupes minces ne nous permet pas de trancher la question, puisqu'il ne nous fournit aucune indication sur la part prise par le plancton animal ou le plancton végétal dans la formation du bitume.

C. On a voulu ramener l'accumulation de matières bitumineuses dans les schistes bitumineux et dans les roches-mères des pétroles à une mort brusque en masses, provoquée par des événements ayant eu le caractère de catastrophes: épidémies, accroissement de la concentration par suite d'une évaporation intense ou de l'arrivée subite d'eaux plus salées, apports de limons, empoisonnement des eaux par du sulfate de cuivre ou de fer ou encore par de l'hydrogène sulfuré, se dégageant à la suite de mouvements sismiques ou d'éruptions sous-marines. Cependant la bituminisation du Schiste à Posidonies s'étend sur une trop grande épaisseur pour qu'elle puisse être mise en relation avec une catastrophe, à moins qu'on ne veuille admettre une longue série d'événements de ce genre, survenus successivement. Ici encore il faut abandonner l'idée de catastrophes comme on a dû le faire dans d'autres domaines de la géologie. La

bituminisation du Schiste à Posidonies est due plutôt à un phénomène de longue durée, continu et non violent.

D. Il convient de dire un mot de la conception que POMPECKJ s'est faite de l'aire de sédimentation du Schiste à Posidonies, de la mer toarcienne. D'après cet auteur, cette mer aurait présenté des conditions voisines de celles de la Mer Noire actuelle. On sait qu'à la surface de celle-ci l'eau est faiblement salée, à cause des grandes masses d'eau douce y apportées par les fleuves tributaires. Cette couche superficielle, puissante de 200 m environ, possède une faune très riche. Les eaux se trouvant à une plus grande profondeur sont plus fortement salées; mal aérées, elles sont empestées par l'hydrogène sulfuré qui se dégage des boues du fond. Ces boues, formées de vases argileuses foncées, contiennent en abondance des substances organiques, cadavres et excréments des animaux ayant vécu dans la couche superficielle. Dans cette couche plus profonde la vie est impossible; le fond est dépourvu d'organismes benthoniques qui feraient disparaître, en les élaborant, les substances organiques.

Deux circonstances parlent en faveur de la conception de POMPECKJ, qui, d'ailleurs, a été adoptée par d'autres savants: la similitude, au point de vue de leur composition chimique, de la partie minérale des boues du fond de la Mer Noire et du composant minéral du schiste à Posidonies; ensuite, le faible développement du benthos, surtout du benthos sessile, dans la mer toarcienne, circonstance qui permettait l'accumulation de matières organiques. Cependant, les conditions réalisées dans la Mer Noire sont trop particulières pour qu'on puisse admettre qu'elles aient existé dans des aires aussi étendues que celles qui sont occupées par les schistes toarciens.

E. Ce qu'il convient de retenir de l'idée de POMPECKJ, c'est qu'il faut ramener l'origine des schistes bitumineux à des boues remplies de restes et de déchets d'animaux et de végétaux. De telles boues, que H. POTONIE a appelées boues de putréfaction ou sapropèles se rencontrent sur le fond des étangs, des lacs et des mers.

R. POTONIE et D. REUNERT ont examiné le sapropèle du Unter-Seecker See, près de Prenzlau, en Poméranie, et celui du lac de Sakrow, près de Potsdam. Une prise d'essai prélevée dans ce dernier, à une profondeur de 37—38 m, avait les caractères suivants: couleur noir-bleu, due en partie à de l'hydrosulfure de fer, et d'autant plus prononcée que la teneur en celui-ci était plus grande; consistance de gelée; forte odeur d'hydrogène sulfuré.

L'examen microscopique révélait des Diatomées, des restes de Crustacés, des grains de pollen, des cuticules, des Pédiastrés. La

majeure partie cependant de la substance organique n'était pas figurée.

Un sapropèle du Unter-Uecker See, débarrassé de son eau, donnait 69.28 % de cendres; la perte au feu était de 30.72 %; il y avait 88.68 % pour le composant minéral et 11.32 % pour le composant organique.

Dans le sapropèle du lac de Ludwigshofen H. POTONIE avait pu identifier des Algues filamenteuses (en abondance), des Algues du genre *Pediastrum*, des Bacillariacées, des lambeaux de tissus provenant de végétaux supérieurs aquatiques et terrestres, du pollen de *Pinus* (en abondance), de *Betula*, de *Corylus*, d'*Alnus*, des spicules de Spongiaires, des restes de Crustacés (en abondance) et de Poissons, enfin des excréments d'animaux.

D'autres ont signalé la présence, dans les sapropèles, d'une riche faune et flore d'Infusoires, de Diatomées et de Bactéries. Les Bactéries sulfurées surtout y développent une grande activité; empruntant aux sulfates l'oxygène dont elles ont besoin, elles réduisent ceux-ci à l'état de sulfures. Certaines Bactéries décomposent aussi la cellulose par un mécanisme de respiration intramoléculaire. Parmi elles il faut mentionner en premier lieu le *Bacillus cellulosaemethanicus* et le *Bacillus cellulosaehydricus*. Le premier décompose la cellulose en produisant du méthane, de l'anhydride carbonique et des acides gras; l'activité du second engendre de l'hydrogène à la place du méthane. Ceci explique pourquoi le sapropèle est nettement réducteur; on sait que des objets en fer (ancres, chaînes) n'y rouillent pas et, selon H. POTONIE, un objet couvert de rouille y serait même dérouillé.^{16A)}

Par son origine le Schiste à Posidonies range donc parmi les sapropélites. L'absence ou le faible développement du benthos favorisaient la formation de boues de putréfaction dans la mer toarcienne. Ces boues se produisaient par la sédimentation des substances minérales en suspension provenant de la terre ferme, la chute vers le fond, après leur mort, des organismes planctoniques, le dépôt des excréments des animaux plus grands qui vivaient dans cette mer. Les boues englobaient aussi les cadavres de ces animaux et les débris végétaux apportés par les eaux continentales. Par suite de leur englobement dans la vase, les cadavres ne pouvaient pas remonter à la surface sous l'effet d'un renflouement éventuel, dû à la production de gaz de putréfaction.

Quand les apports de matières minérales étaient plus abondants ou que la faune et la flore de la mer toarcienne devenaient moins luxuriantes, il se formait une couche de sapropèle moins riche en substances organiques. Ceci explique les variations de la teneur en bitume, d'un lit à l'autre.

F. Par quelles transformations le sapropèle est-il devenu schiste bitumineux?

Il est malaisé de donner une réponse précise à cette question. Dans l'évolution du sapropèle nous ne sommes renseignés avec une précision suffisante ni sur l'état initial ni sur les états intermédiaires; l'état final lui-même et encore assez mal défini.

Dans cette diagénèse il faut distinguer le côté chimique, les modifications successives subies par les substances organiques du sapropèle, et le côté pétrogénétique, la transformation de la boue en roche dure.

Au point de vue pétrogénétique R. POTONIE et D. REUNERT¹⁶⁵⁾ ont établi les étapes suivantes:

Sapropèle;



Saprocolle, masse encore molle, mais ne coulant plus, se laissant débiter à la bêche;



Saprodile, masse ayant la consistance du carton;



Saprodite, schiste bitumineux liasique.

Pour ce qui concerne la partie chimique¹⁶⁶⁾ de la question, il convient d'examiner d'abord quelles sont, parmi les substances qui entrent dans la composition des organismes animaux et végétaux, celles qui doivent être considérées comme substances-mères du bitume.

1. Il faut citer en premier lieu les matières grasses; graisses, huiles et cires. Soulignons que les algues contiennent à peu près le même pourcentage en corps gras que les animaux, et que la composition de ces corps gras est très voisine de celle des corps gras rencontrés chez les animaux. Les grains de pollen des Pins renferment près de 16 % de corps gras (KRESSLING, Ann. der Pharmacie, 1891, Bd. 29).

En soumettant des corps gras, de l'huile de foie de morue p. ex., à la distillation sous pression, ENGLER obtint une huile comparable à l'huile de naphte naturelle. Ces expériences rendent probable la grande part prise par les corps gras dans la formation des pétroles et du bitume en général.

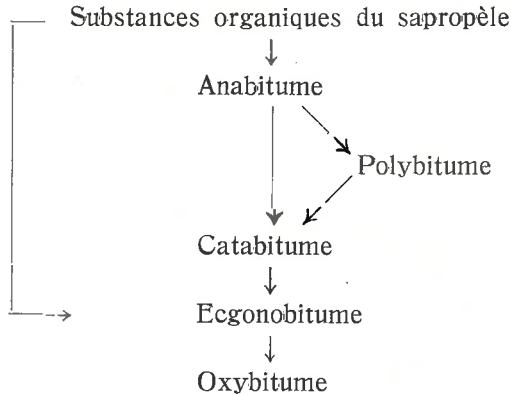
2. La cutine des cuticules et des exines des spores, la subérine du tissu subéreux jouent aussi un rôle important; elles contiennent une forte proportion d'acides gras. Les spores de Lycopode renferment environ 49 % de corps gras (Langer, Ann. der Pharmacie, 1889, Bd. 27).

3. Les substances protéiques participent également à la formation du bitume.

4. Il faut y ajouter les résines, les terpènes et les baumes.

5. Selon HOFFER, les hydrates de carbone n'auraient pas contribué à la formation des matières bitumineuses; ils donneraient lieu à la genèse de charbons ou se décomposeraient intégralement en méthane et en anhydride carbonique. Pourtant, parmi les produits de la décomposition bactérielle de la cellulose figurent les acides gras; or ceux-ci peuvent engendrer des matières bitumineuses. D'ailleurs E. BERL, en soumettant de la cellulose pure à la décomposition thermique, combinée avec une hydrogénation ou un cracking, obtint, avec un bon rendement, des huiles très voisines des huiles de naphte naturelles.¹⁶⁷⁾

Pour la transformation des substances organiques du sapropèle en bitume ENGLER avait établi le schéma suivant:



Le stade anabitume serait le résultat d'une action biochimique dans laquelle les matières minérales du sapropèle auraient pu jouer le rôle de substances de contact. Par hydrolyse les corps gras du sapropèle se seraient décomposés en acides gras libres et en glycérine. Celle-ci aurait disparu par dissolution dans l'eau. L'hydrogène naissant, engendré par la décomposition bactérielle de la cellulose, aurait donné lieu à des hydrogénations et à des réductions. Il se serait formé un mélange d'acides gras libres et de carbures d'hydrogènes auxquels se seraient ajoutées des cires non décomposées; ce mélange constitue l'anabitume.

Sous l'influence d'une augmentation de la température et de la pression il y aurait eu polymérisation, puis fixation par adsorption sur la partie minérale du sapropèle. Ainsi aurait été formé le polybitume.¹⁶⁸⁾

Par suite d'une dépolymérisation partielle, le polybitume se serait transformé en catabitume. Mais celui-ci pourrait provenir aussi de l'anabitume par voie directe, comme le fait voir le schéma.

La majeure partie du bitume du Schiste à Posidonies se trouverait à l'état de polybitume; c'est la partie non extractible par les dissolvants usuels. Une petite fraction seulement serait déjà arrivée à l'état de catabitume (partie extractible).

Le stade suivant serait celui de l'ecgonobitume, représenté par les huiles de naphte naturelles.

Enfin, par oxydation, l'ecgonobitume donnerait l'oxybitume, l'asphalte.

Le mécanisme exact de toutes ces transformations est loin d'être connu.

K. KREJCI-GRAF estime qu'il n'est pas nécessaire d'admettre l'existence des étapes anabitume et catabitume.¹⁶⁹) Pour ce qui concerne notamment l'anabitume, il pense qu'il faudrait éviter ce terme aussi longtemps que nous ne connaissons pas de représentant bien défini de cette forme de bitume. Mais certains auteurs considèrent l'adipocire comme une des formes de l'anabitume.

Une conception plus récente est celle de R. POTONIE. Cet auteur a introduit le terme de protobitume par lequel il entend des substances organiques d'origine animale ou végétale, capables de former du bitume et se trouvant encore à l'état primitif ou n'ayant encore subi que de légères modifications. Il distingue deux groupes:

a) celui des protobitumes stables, comprenant d'une part, les cutines, les subérines, les résines, et, d'autre part, les cires et les caoutchoucs, qui forment la transition au deuxième groupe,

b) celui des protobitumes instables ou labiles, embrassant un grand nombre de graisses et d'huiles animales et végétales ainsi que des substances albuminoïdes.

Souvent, d'après R. POTONIE, au cours de la diagénèse que subit la roche qui les contient, les protobitumes stables gardent leur nature première ou ne sont que faiblement modifiés dans la suite. Ils forment alors ce que R. POTONIE appelle des protobitumes stables fossiles. Parmi eux il y en a qui étaient déjà fortement polymérisés dès l'origine et, en se plaçant au point de vue purement chimique, on pourrait être tenté de les identifier avec les polybitumes d'Engler. Mais cet auteur attache, comme il a été dit, au terme polybitume l'idée d'une polymérisation et d'une stabilisation produites au cours de la diagénèse, comme les présentent les corps qui proviennent des protobitumes labiles. Pour ceux-ci et pour les polybitumes d'ENGLER, R. POTONIE a proposé le terme de bitumes

métastables. Dans cet ordre d'idées le bitume du Schiste à Posidonies serait en majeure partie du bitume métastable.

H. v. POST a désigné sous le nom de *F o e r n a* les déchets végétaux en décomposition qui proviennent de macrophytes, sous le nom de *A e v j a* ceux qui dérivent de microphytes et plus particulièrement de microphytes planctoniques. Le terme *A e v j a* est à peu de chose près équivalent au terme *protobitumes labiles* de R. POTONIE, puisque l'*A e v j a* se compose essentiellement de substances labiles. D'après WASMUD, l'*A e v j a* serait la substance-mère du bitume.

G. Dans l'évolution conçue par ENGLER le catabitume se transforme en ecgonobitume, type auquel appartiennent les pétroles naturels. Il n'est donc pas étonnant que l'on ait soulevé la question de savoir si le bitume du Schiste à Posidonies ne pourrait pas se transformer en pétrole, du moment que certaines conditions de température et de pression seraient réalisées et si, par conséquent, il ne fallait pas considérer ce schiste comme une roche-mère de pétrole.

ENGLER n'avait pas hésité à répondre affirmativement à cette question; il avait évalué à des milliers de millions de quintaux la quantité d'huile de naphte que pourraient fournir les gisements d'Ubstadt-Langenbruecken et de Boll-Reutlingen si, à la suite de mouvements tectoniques, ils arrivaient dans des régions plus profondes de l'écorce terrestre, plus chaudes et plus fortement pressées.¹⁷⁰⁾ Rappelons que la présence des porphyrines dans les pétroles parle contre toute hypothèse ayant recours à l'intervention de températures supérieures à 300° pour expliquer la formation des pétroles. Cependant plusieurs faits semblent parler en faveur de la manière de voir d'ENGLER.

a) R. POTONIE signale la présence d'un liquide semblable au pétrole dans des concrétions trouvées dans le Schiste à Posidonies.

b) Comme il a été dit plus haut, le bitume extrait du schiste à Posidonies fournit, par distillation sous pression, un liquide semblable au pétrole.

c) Contrairement à ce qui a été constaté pour le schiste du Wurtemberg, le bitume du Schiste à Posidonies de Langenbruecken (Bade) se trouverait à un stade assez avancé déjà de la transformation en pétrole.¹⁷¹⁾ NEUBRONNER admet que dans le schiste de Rottenbourg, dont la décomposition pyrogénée commence déjà vers 150°, une petite quantité du bitume s'est déjà transformée en pétrole.¹⁷²⁾

Un des horizons de pétrole d'O b e r g près de Peine, dans le Hanovre, se trouve dans le Dogger inférieur, à 75 m au-dessus du Schiste à Posidonies, et on pourrait être tenté de considérer celui-ci comme la roche-mère du gisement de pétrole sus-jacent.

R. HERRMANN ¹⁷³⁾ a étudié la question et, tout en soulignant l'analogie qui existe entre le Schiste à Posidonies du Hanovre et les Couches à Cornus de Roumanie, auxquelles KREJCI-GRAF attribue l'origine des gisements de pétrole de ce pays, il arrive à la conclusion que le pétrole doggérien d'Oberg ne peut pas provenir du Schiste à Posidonies. Voici son raisonnement:

a) On comprend difficilement pourquoi ce schiste aurait donné lieu à du pétrole dans la seule région d'Oberg; on ne rencontre, en effet, du pétrole nulle part ailleurs sur l'immense étendue occupée par le Schiste à Posidonies.

b) Un sondage poussé jusqu'au Schiste à Posidonies a fourni une suite complète, ininterrompue de carottes qui ont été examinées avec soin; sur aucune on n'a découvert la moindre trace d'un passage de pétrole; aucune n'a montré la moindre indication d'un joint ou d'une fissure; or, sans la présence de fissures ou de joints la migration du pétrole est impossible.

LANG ¹⁷⁴⁾ est d'accord à reconnaître que les marnes des Couches à Lyt. jurenses constituent une couverture parfaitement étanche, empêchant le passage de l'huile vers des couches sus-jacentes; il croit cependant que la migration de l'huile est possible dans le sens de la texture feuilletée du schiste et que l'huile a pu s'accumuler dans les anticlinaux qui existent dans le gisement.

R. POTONIE ne conteste pas que les bitumes stables tels que les polybitumes d'ENGLER ne puissent se transformer en fin de compte en pétroles, mais il ne pense pas que les bitumes stables des schistes bitumineux représentent une étape vers le pétrole. Avant de devenir pétrole, les polybitumes devraient passer par le stade catabitume. Or, les quantités de catabitume qu'on rencontre dans les schistes bitumineux sont toujours minimes. Ceci pourrait être dû à la circonstance que les catabitumes ont une existence très courte et se transforment rapidement en pétrole. On devrait, dès lors, trouver des quantités appréciables de pétrole dans les schistes bitumineux. Or, comme l'a constaté R. POTONIE, seuls les schistes qui s'écartent du type normal renferment des quantités quelque peu grandes de pétrole; ce sont ceux qui présentent des creux, des fissures ou des fentes, des interstices entre les feuillets de schiste ou ceux qui ont une composition minérale différente de la normale, qui sont p. ex. plus riches en calcaire. Le schiste d'Ubstadt en serait un exemple. Les schistes de composition normale et ceux qui n'ont pas été dérangés à la suite de mouvements tectoniques renferment des traces tout au plus de pétrole. Dans l'hypothèse d'une transformation continue des catabitumes en pétrole, il faudrait donc admettre que celui-ci quitte le schiste peu de temps après sa formation, alors que la fixation par adsorption serait plus probable. Il devrait alors être pos-

sible de dresser, dans la série de schistes d'âges divers, une gamme complète de schistes de plus en plus appauvris en polybitume. Mais cela semble peu probable d'après les observations faites jusqu'à ce jour; beaucoup de schistes anciens sont tout aussi riches en polybitume que les meilleurs des schistes plus récents.

R. POTONIE pense donc plutôt que la nature des schistes bitumineux assure la conservation des polybitumes y contenus. Il est d'avis, qu'il existe dans ces roches un état d'équilibre stable, qui ne pourra être détruit que par un accroissement de la température et de la pression. Il se produirait alors cependant non pas du pétrole, mais un mélange de corps plus riches en carbone et des gaz formés de molécules simples, du méthane p. ex.

F. M. VAN TUYLAND et C. O. BLACKBURN sont d'avis qu'il n'existe aucun rapport génétique entre les polybitumes et les pétroles; ce sont, disent-ils, les produits de deux transformations bien distinctes de restes organiques; leur dissemblance provient de la différence des actions bactérielles qui les ont engendrés.¹⁷⁵⁾

KREJCI s'exprime dans le même sens. D'après lui la bituminisation se ferait par deux voies: l'une aboutirait aux polybitumes, l'autre aux ecgonobitumes, par l'étape intermédiaire des catabitumes. La première aurait été suivie dans les schistes à polybitume (schistes bitumineux), la seconde dans les roches pétroligènes.

Complétant et précisant les idées déjà exposées, R. POTONIE distingue trois procédés de bituminisation:

1. La pseudobituminisation. Des substances organiques détritiques difficilement décomposables (protobitumes stables) s'accumulent dans les roches; elles ne subissent pas de transformation chimique ou tout au plus une modification chimique légère. Ainsi naissent les cannels, les pyropissites.

2. L'orthobituminisation qui peut être de deux sortes:

a) la métabituminisation, dans laquelle des protobitumes labiles donnent principalement des bitumes métastables (= polybitumes d'ENGLER). Elle produit les bogheads et un grand nombre des schistes bitumineux;

b) l'ecgonobituminisation, où les moins stables parmi les protobitumes labiles (= protobitumes pétroligènes) sont transformés en pétroles, sans passer par le stade polybitume. Les graisses et les huiles instables ainsi que les protéines seraient surtout aptes à donner du pétrole.

Donnons, pour terminer, l'opinion de J. DE LAPPARENT:¹⁷⁶⁾ «Les schistes bitumineux font partie de la catégorie de dépôts qu'on quali-

fié de sapropélites. Le sapropèle résulte de l'accumulation et de la putréfaction à l'abri de l'air d'une infinité d'organismes de petite taille ou de débris d'organismes: des êtres planctoniques ou vivant en fleurs d'eau, tant animaux que végétaux, mais principalement des Algues gélatineuses et huileuses en paraissent être la matière. Se sédimentant avec de fins matériaux détritiques, ces êtres variés forment le dépôt dont l'évolution donnera le schiste bitumineux.

Cette évolution est fonction de la pression et des conditions de putréfaction. On peut penser que celles-ci ont parfois pour effet de donner rapidement des hydrocarbures fluides qui tendront à quitter le sédiment constamment pressé pour gagner les dépôts poreux avoisinants. Si la putréfaction convertit toute la matière organique en produits fluides, ceux-ci pourront quitter le schiste, dans lequel il n'en restera que des traces. Tel paraît être le cas de beaucoup de gisements où l'on voit des sables pétrolifères à côté d'argiles ou de schistes stériles: argiles ou schistes seraient en réalité la roche-mère du pétrole. Mais si le mode de putréfaction ne fournit pas d'hydrocarbures fluides, le schiste bitumineux se forme.»

Chapitre XVII. - Considérations économiques.

Les schistes à Posidonies contiennent en puissance des quantités considérables d'huile minérale. Il est tout naturel qu'on se soit demandé, comme DE PRÉMOREL et FR. FISCHER l'ont fait pour le Grand-Duché de Luxembourg, si ces schistes, qui représentent une matière première peu coûteuse, actuellement sans emploi ou d'un emploi restreint, ne pourraient pas acquérir une certaine importance pour l'économie des pays où ils se trouvent.

«L'importance du gisement belge d'Athus, qui prolonge un gisement français beaucoup plus important, est suffisante, dit M. GOBLET D'ALVIELLA, pour assurer pendant des centaines d'années le ravitaillement des besoins de la Belgique en carburants». ¹⁷⁷⁾

Dans une communication faite à la section de Liège de l'Association des Ingénieurs sortis de l'Ecole de Liège, en 1936, M. CH. GUILLEAUME exprimait la pensée que le gisement de la région d'Athus et d'Aubange pourrait devenir pour la Belgique un élément de richesse nouvelle. ¹⁷⁸⁾

«Il apparaît ainsi, dit M. BARLOT en manière de conclusion, que les schistes bitumineux du Jura franc-comtois représentent une réserve énorme de combustibles liquides, dont la mise en valeur pourrait avoir une répercussion considérable sur l'économie nationale». ¹⁷⁹⁾

«C'est aussi parmi les matières utilisables à d'autres fins, écrit M. MAX SERRUYS, que se rangent les schistes qui peuvent fournir à la fois des essences et des huiles et dont l'exploitation sur une grande échelle est pour cette raison des plus désirables dans les limites où les investissements nécessaires sont possibles et rentables, les gisements français étant nombreux bien que de composition variable». ¹⁸⁰⁾

L'importance des gisements du Wurtemberg a été relevée par QUENSTEDT, SAUER, GRUBE, VON DER BURCHARD et SCHMIDT. SAUER entrevoyait, en 1917, la possibilité pour l'Allemagne de se rendre indépendante du marché étranger par l'exploitation de ses schistes à Posidonies. ¹⁸¹⁾

Le gîte de Schandelah dans le Brunswick, d'une superficie de 27 km², contient en puissance une quantité d'huile qui, en 1920, avait été jugée suffisante par R. BEYSCHLAG pour couvrir pendant 25 à 30 années les besoins de l'Allemagne.

En 1916 nous avons évalué à 240—270 millions d'hectolitres la quantité d'huile brute qui pourrait être retirée du gisement luxembourgeois. Après que nous avons rencontré des couches plus riches, nous estimons aujourd'hui que rien qu'en exploitant les assises inférieures du gisement on obtiendrait 450 millions d'hectolitres d'huile brute, donnant 21 millions d'hectolitres d'essence légère par distillation. En 1936, la consommation approximative indigène d'essence était de 0.225 millions d'hectolitres. ¹⁸²⁾ Mais, comme nous l'avons déjà dit, toute la surface du gisement ne serait pas disponible pour l'exploitation à ciel ouvert — la seule possible —, une grande partie étant occupée par des usines ou des agglomérations de maisons. De plus, souvent les couches suffisamment riches se trouvent à une trop grande profondeur, sous un recouvrement de schistes pauvres ou de dépôts plus jeunes.

D'ailleurs, il ne faut pas se laisser impressionner par les chiffres auxquels on arrive par l'évaluation de ce qu'un gisement pourrait donner. Pour obtenir l'huile contenue en puissance dans le schiste il faut avoir recours à la pyrogénéation, fort coûteuse. Il est un fait avéré que l'exploitation des schistes bitumineux donne de faibles bénéfices.

L'huile de schiste subit, en effet, de la part de l'huile de naphte naturelle une concurrence puissante. Le prix de revient de celle-ci à la source est insignifiant en comparaison de celui de la plupart des huiles de schiste. Son apparition sur le marché, vers 1860, a créé à

l'industrie des schistes bitumineux d'Ecosse et de France une situation difficile; elle a mis fin, au Wurtemberg, à l'industrie schistière qui venait de naître et aurait certainement fait périr l'entreprise d'Aubange, alors même qu'il eût été possible de mieux raffiner l'huile obtenue. A l'huile de naphthe sont venus se joindre, comme concurrents de l'huile de schiste, les huiles de lignite et les carburants de synthèse. De plus, comme nous l'avons déjà fait remarquer, la production de sulfate d'ammonium, qui rendait plus lucrative la pyrogénéation des schistes bitumineux, a perdu de son intérêt par suite de la fabrication de l'ammoniac synthétique.

En France, l'industrie des schistes permien n'est rémunératrice qu'au prix d'une exonération fiscale accordée par le Gouvernement et qui s'élevait à 145 fr par hectolitre d'essence, en 1936. Cette exonération est due à ce que les schistes bitumineux représentent une «substance minérale stratégique».

L'industrie écossaise bénéficie également d'une protection fiscale qui, en 1938, était de 125 fr environ par hectolitre tant pour l'essence que pour l'huile Diesel; elle ne serait pas viable sans cette mesure.

Au Wurtemberg la pyrogénéation du schiste à Posidonies n'est considérée comme possible qu'à condition qu'on puisse utiliser avec profit les résidus.

Pour ce qui concerne le schiste de Mandchourie, bien que son rendement en huile brute ne dépasse pas 5—6 %, sa pyrogénéation se fait avec profit grâce à la circonstance suivante. Ce schiste recouvre un dépôt de houille qui est exploité à ciel ouvert et dont il constitue les déblais. Les dépenses occasionnées par son extraction s'inscrivent au compte de la mise en exploitation de la houille. Dans le prix de revient de l'huile de schiste seules les frais de la pyrogénéation entrent en ligne de compte.

M. GUILLEAUME pense que, sans le concours financier de l'Etat, toute tentative de mise en valeur du gisement belge serait vouée à l'échec. M. GOBLET D'ALVIELLA est du même avis; d'après lui «l'industrie du traitement du schiste ne peut être rémunératrice qu'au prix d'une protection douanière et fiscale très considérable.»

Pour le Grand-Duché de Luxembourg la situation est la même que pour la Belgique et en 1937 nous avons demandé un dégrèvement de droits pour les produits qui seraient retirés du schiste bitumineux luxembourgeois.¹⁸³) Or, c'est là précisément le point névralgique du problème. L'importation de produits pétroliers est pour l'Union Economique Belgo-Luxembourgeoise une source importante de revenus. La caisse commune de l'Union recevait, en 1936, une somme de 20 937 500 fr. sous forme de taxes d'entrée sur les 22.5 millions de litres d'essence consommés dans le Grand-Duché. Cette consomma-

tion ne donnait lieu qu'à une sortie de devises relativement faible, soit 11.3 millions de fr.¹⁸⁴) Devant une telle situation on comprend que la politique des pouvoirs dirigeants ne soit pas favorable à la création d'une industrie schisteuse sur le territoire de l'Union Economique.

La mise en valeur du gisement de schiste exigerait l'investissement de capitaux considérables. BERTHELOT estimait, en 1936, qu'il serait sage de prévoir 25 000 à 30 000 francs français par tonne de schiste traitée par 24 heures, pour la pyrogénéation seulement. Comme, d'après le même auteur, l'exploitation ne pourrait être rémunératrice que si on traitait 1000 tonnes par jour, il aurait fallu immobiliser à cette époque 25 à 30 millions de francs fr. rien que pour les fours. Ces chiffres seraient dépassés de beaucoup aujourd'hui. D'autres sommes importantes seraient nécessaires pour les installations de raffinage, de fractionnement et d'emmagasinage.

L'extraction du schiste serait relativement peu coûteuse parce qu'elle se ferait à ciel ouvert. Pour le schiste toarcien français de Creveney le prix de la tonne rendue au concasseur, après enlèvement d'une couche de 2—5 m de morts-terrains, revenait, en mars 1938, à 10 fr. alors qu'il s'élevait à 50 fr. pour le schiste permien d'Autun, qu'il faut aller chercher à une profondeur de 120 à 150 m.¹⁸⁵) Chez nous, les conditions les plus favorables paraissent être réalisées dans la région de Schouweiler-Bascharage où, sous un recouvrement faible, on rencontre les assises inférieures, qui sont précisément les plus riches.

Par suite de la forte teneur de l'huile brute en composés non saturés et sulfurés, son raffinage donne lieu à des pertes considérables. On les réduirait et on diminuerait en même temps les frais de premier établissement et d'exploitation si on renonçait à vouloir appliquer à l'huile de schiste les méthodes de raffinage et de fractionnement employées dans l'industrie pétrolière. Il ne faudrait pas, comme dit si justement M. CH. BERTHELOT, vouloir produire toute la gamme des produits dérivés du pétrole brut. Il faudrait plutôt viser à produire le maximum d'essence, dont la vente est toujours facile. Trois chemins s'ouvrent pour atteindre ce but:

1. L'hydrogénation sous pression. Elle ne peut être pratiquée avec fruit que si on dispose d'hydrogène d'un prix acceptable, ce qui est le cas si, comme à Autun, en Ecosse et en Mandchourie, il y a des mines de charbon dans le voisinage de la schisterie. o

2. Le cracking en phase liquide, à une température inférieure à 500°.

3. Le cracking en phase gazeuse, pratiqué à des températures de 580° et au delà.

Le cracking en phase liquide semble être indiqué pour l'huile du schiste à Posidonies.¹⁸⁶⁾

Mais peut-être sera-t-il possible de faire abstraction du cracking qui, lui aussi, demande des installations coûteuses. En effet, la tendance s'avère de remplacer dans l'automobilisme et même dans l'aviation l'essence par des huiles moyennes et lourdes grâce à l'emploi du moteur Diesel. Il paraît possible d'obtenir, par simple distillation de l'huile brute et un léger raffinage de ses fractions, des huiles convenant parfaitement pour l'alimentation de ce genre de moteur.

Conclusion.

J'ai entrepris et poursuivi mes recherches sur le Schiste à Posidonies principalement en vue de la possibilité de son exploitation industrielle.

Longtemps je croyais à cette possibilité; j'espérais voir naître dans le Grand-Duché de Luxembourg et y prospérer une industrie de pyrogénéation; je m'attendais à voir apparaître sur le marché des huiles tirées de notre sous-sol.

Je crois aujourd'hui qu'à moins que le pays ne soit placé dans une situation l'obligeant à employer ses propres ressources, ce beau rêve ne pourra se réaliser que le jour où la concurrence des huiles de naphte et de lignite ainsi que celle des carburants de synthèse sera devenue très faible. Mais le moteur atomique n'aura-t-il pas remplacé alors les moteurs à essence et à huile?

Le grand obstacle qui s'oppose présentement à l'exploitation du Schiste à Posidonies est que dans sa grande masse il est trop pauvre en bitume; le prix de revient de l'huile brute serait trop élevé.

Les données acquises au cours des recherches renseignent sur l'étendue, la puissance et la richesse du gisement; elles permettent de se faire une idée sur la qualité et la quantité des produits de la pyrogénéation; elles montrent quel parti on pourrait tirer des résidus. En même temps elles contribuent peut-être à mieux connaître la nature des schistes à Posidonies et le mécanisme de leur pyrogénéation.

Il me reste à remercier bien vivement M. le Chef du Service Géologique, M. le Directeur des Ponts et Chaussées et Son Excellence M. le Ministre des Travaux Publics pour m'avoir mis en mesure de publier mon travail.

Notes.

(Les chiffres derrière le tiret indiquent le numéro de la liste des ouvrages consultés.)

- 1) KREJCI-GRAF, Zur Bildung bituminöser Sedimente.
- 2) Die Verwertung des Oelschiefers, p. 23. — 91.
- 3) Ibid., p. 22.
- 4) Voyez s. v. p. au chapitre V, p. 21.
- 5) Voyez s. v. p. au chapitre IV.
- 6) Société des Sciences Naturelles du Grand-Duché de Luxembourg. Tome I. 1853. En 1852, M. DE PRÉMOREL avait fait paraître une note du même contenu (Sur l'emploi des schistes bitumineux du Lias de Differdange) dans le Bulletin de la Société géologique de France.
- 7) FR. FISCHER, Mineralreichtümer unseres Landes.
- 8) 1864.
- 9) D'après une communication qui m'a été faite par M. JULES LAMORT, M. NORBERT METZ, aurait fabriqué du ciment avec les schistes provenant des déblais de l'entrée du tunnel de Bettembourg-Zoufftgen. Le bitume l'aurait cuit. Ce ciment aurait servi à construire la passerelle.
- 10) 1877.
- 11) Voyez s. v. p. au chapitre V.
- 12) Programme des Cours de l'Ecole ind. et com. de Luxembourg, publié à la fin de l'année scolaire 1897—1898.
- 13) et 14) Bulletins de la Soc. des Natur. Luxembourgeois de ces années.
- 15) Pour les Schistes à Posidonies il existe les synonymes suivants: Marnes bitumineuses, Schistes de Grandcour, Schistes à Harpoceras falci-ferum. Les Schistes à Hildoceras bifrons sont encore appelés Marnes de Grandcour et Calcaire noduleux. — Rappelons que MORIS avait proposé la division en Marnes à rognons de calcaire posidonien et en Schistes bitumineux de Differdange; sa proposition n'a pas été adoptée par N. WIES. (Guide de la Carte géol., p. 9).
- 16) Une trentaine de mesures faites en 1933 par M. HERCKES ont fourni des valeurs comprises entre 95° et 110°; moyenne: 104°.
- 17) M. LUCIUS, Die Luxemburger Minetteformation, etc.

18) SCHWENKEL, p. 20. — 97. — B. HAUFF. — 55.

19) BARLOT, N° 8.

20) Cette cote correspond à une distance de 1.40 m environ du mur du gisement. D'après les indications de P. HAAS c'est à partir de 1.50 m du mur qu'on rencontre *Leptolepis Bronni* au Brunswick. Au Wurtemberg et en Bade c'est, d'après le même auteur, dans un banc de calcaire fétide, appartenant à la partie basale du gisement, qu'on trouve des empreintes de ce poisson.

21) Pour le Wurtemberg B. HAUFF a constaté que sur 1700 m³ du lit à Ichthyosaures il y a un squelette bien conservé et 10 squelettes plus ou moins disloqués.

22) D'après une communication de MM. FR. SIMON, directeur de l'Administration des Ponts et Chaussées et AUG. WIRION, ingénieur d'arrondissement de cette Administration, un échappement de gaz délétères aurait été constaté à Sanem, en juillet 1937, par des ouvriers occupés à creuser un puits profond de 10 m environ, dans le schiste bitumineux. Un examen fait sur les lieux quelques jours après la cessation des travaux n'a plus permis de préciser le fait.

Voyez plus loin l'observation faite par M. GUILLAUME au sujet des sondages exécutés sur territoire belge, et l'observation faite par M. LUCIUS (chapitre VI).

23) Bulletins de la Société des Naturalistes Luxembourgeois, 1925.

24) ASSELBERGHS et MERTENS.

25) Ibid.

26) E. ASSELBERGHS et MERTENS.

27) CH. GUILLAUME, Un gisement belge de Schiste bitum.

28) Voir les publications BARLOT, DOSIOS et GROSJEAN, BERTHELOT.

29) Données fournies par CH. BERTHELOT (Exploitation des Schistes bit. du Toarcien).

30) GEORGES VIÉ. — 102.

31) Le rendement ne serait que de 4 % suivant M. GEORGES VIÉ.

32) GEORGES VIÉ.

33) A. SAUER, Schwäb. Kronik. 1. 8. 1917.

34) Dans la suite, plusieurs fois le coke de schiste déversé sur des crasiers était entré en incandescence; il est en effet, pyrophorique. Le dernier embrasement de ce genre se produisit près de Reutlingen, en 1873.

35) Communications de M. NEUBRONNER.

35bis) Nous devons les renseignements qui vont suivre à notre compatriote M. HENRI SCHMITZ qui, après avoir fait un séjour au camp de con-

centration de Natzweiler, avait été obligé de travailler au camp de Schoenberg, où il a pu suivre de près la marche de l'entreprise, dans de très douloureuses conditions, hélas.

³⁶⁾ B. HAUFF, Untersuchung der Fossilfundstätten von Holzmaden, etc.

³⁷⁾ QUENSTEDT, Der Jura, 1877, d'après P. HAAS. — 53.

³⁸⁾ NEUBRONNER, Petrol. 1926, N° 2.

³⁹⁾ Dans le Grand-Duché de Luxembourg aussi les couches inférieures sont les plus riches.

⁴⁰⁾ NEUBRONNER, Petroleum 1927, N° 19.

⁴¹⁾ Analyse faite au laboratoire d'essais de M. EMILE NENNIG à Luxembourg.

⁴²⁾ CH. BERTHELOT, Exploitation des schistes bitumineux du Toarcien.

⁴³⁾ Voir conférence faite à l'A. E. T. P., le 4 décembre 1937 à Paris. par M. J. BARLOT.

⁴⁴⁾ Ibid.

⁴⁵⁾ R. POTONIÉ, p. 76.

⁴⁶⁾ Zeitschrift für angewandte Chemie, 1921, p. 322.

⁴⁷⁾ R. POTONIÉ, p. 28.

⁴⁸⁾ NEUBRONNER, Thèse, p. 2. — 77.

⁴⁹⁾ Les données se rapportant au schiste naturel sont celles communiquées par L. VAN WERVEKE (Erläuterungen, etc.).

⁵⁰⁾ A titre de comparaison: teneur de la minette: 0.04—0.08 %; de la scorie Thomas: 0.3—0.4 %.

⁵¹⁾ GROSJEAN et DOSIOS.

⁵²⁾ GAISSE et BADER, Chem. Ztg. 1926, N° 46.

⁵³⁾ Chem. Ztg. 1925, N° 58.

⁵⁴⁾ A défaut de spécification il s'agit, comme ici, d'un schiste des environs de Schouweiler (km 5.450 de la ligne Pétange-Luxembourg, cote 324.50).

⁵⁵⁾ BARLOT. — 12.

⁵⁶⁾ BARLOT. — 4.

⁵⁷⁾ BARLOT. — 13.

⁵⁸⁾ W. KOEHNE, Geolog. Geschichte der Fränkischen Alb. 1907.

⁵⁹⁾ Chem. Ztg. 1926, N° 46.

⁶⁰⁾ D'après NEUBRONNER. Petroleum 1926, N° 2.

⁶¹⁾ BARLOT. — 11.

⁶²⁾ A. TREIBS, Ueber das Vorkommen von Chlorophyllderivaten in einem Oelschiefer der oberen Trias. Liebigs Annalen der Chemie, 1934.

⁶³⁾ P. HAAS et P. SCHILTZ ont, eux aussi, renoncé à employer de la vapeur d'eau pour la même raison.

⁶⁴⁾ A défaut d'autre indication les essais de pyrogénéation ont été faits soit au laboratoire du gymnase de Luxembourg, soit au laboratoire de l'ancienne Ecole ind. et com., aujourd'hui Lycée de garçons.

⁶⁵⁾ Les analyses marquées d'un astérisque ont été faites par M. PROTH.

⁶⁶⁾ Ce tableau est emprunté à une publication de M. BARLOT. — 9; il a été complété par le calcul des rapports figurant dans les colonnes 3, 5 et 6.

⁶⁷⁾ BEYSCHLAG, p. 165.

⁶⁸⁾ GAISSE, Ch. Ztg. 1921. N° 105.

⁶⁹⁾ R. POTONIÉ. — 86.

⁷⁰⁾ BLUM, Vorkommen von Schwerspath, etc.

⁷¹⁾ Pour de plus amples détails v. s. v. p. MARCEL HEUERTZ, Documents géol. et minér. — Bulletins de la Soc. des Natural. lux. Année 1934, p. 79.

⁷²⁾ SCHILTZ, Die Wege des Eisens, p. 124.

⁷³⁾ ENGELSPACH - LARIVIÈRE etc., p. 90, 91 et 120.

⁷⁴⁾ STEININGER, p. 71.

⁷⁵⁾ N. WIES, Guide de la Carte géologique, p. 96.

⁷⁶⁾ HAUFF, Palaeontologica, Tome 64.

M. P. MAUBEUGE pense qu'une partie de ces bois flottés doivent se rapporter à des Calamariacées. P. MAUBEUGE, Sur l'existence du Genre Neocalamites dans le Toarcien du Grand-Duché de Luxembourg. Arch. de l'Inst. Gr.-D. de Luxembourg. 1947.

⁷⁷⁾ R. POTONIÉ, Petrographie der Oelschiefer, etc.

⁷⁸⁾ «Ils (les schistes bitumineux du Luxembourg belge) renferment de la pyrite très disséminée». Le goudron (= l'huile brute) est très sulfuré.» ASSELBERGHS et MERTENS. — «Dans tous les échantillons de schiste que nous avons analysés la pyrite est présente en plus ou moins grande quantité, mais ne fait jamais défaut.» BARLOT, 6. — «Neben dem Bitumen bildet der Schwefelkies oder Pyrit den bedeutsamsten Bestandteil des Liasschiefers, weil er qualitätsverschlechternd auf die Schieferprodukte wirkt. Leider fehlt er nirgends.» Die Verwert. des Oelschiefers, etc., p. 7. — «L'huile extraite par distillation des schistes contient toujours un pourcentage élevé en soufre. Toutes les exploitations de schistes ont rencontré les inconvénients graves provoqués par cet élément indésirable.» GUILLAUME. Les Gisem. de Sch. bit. du Bas-Luxembourg sont-ils exploitables?, p. 6

79) BLUM, Beiträge zur Kenntnis der Minetten.

80) LUCIUS, Die lux. Minetteformation, p. 255.

81) SCHILTZ, Der Posidonienschiefer, etc.

82) EM. D'HUART. — 60.

83) Une eau jaillissant près de Bergem présentait une dureté permanente de 98 degrés français et contenait par litre 532 mgr de SO_3 , ce qui correspond à 904 mgr de CaSO_4 (LUCIUS, Erläuterungen etc.).

84) LUCIUS, Erläuterungen, etc. — Voyez aussi le passage concernant la venue de gaz à la fin du chapitre III.

85) LUCIUS, Erläuterungen, etc. — Voyez aussi l'observation 84 et le passage concernant la venue de gaz à la fin du chap. III.

86) NEUBRONNER, Thèse. — 77.

87) BARLOT. — 4.

88) NEUBRONNER recommande de débarrasser les fractions de benzine brute le plus tôt possible de l'hydrogène sulfuré pour empêcher que ce gaz n'entre en réaction avec les carbures non saturés. Petrol. 1927, p. 795.

89) P. MARÉCAUX, Le problème du soufre dans les schistes bitumineux. Thèse présentée en 1934 à la Faculté des Sciences de Nancy.

NEUBRONNER fait remarquer que pour les huiles du Wurtemberg la teneur en soufre est d'autant plus élevée que le schiste dont elles proviennent contient plus de pyrite.

90) Dans une autre série d'essais la cornue avait été chauffée dans un four à recuit de l'usine de Dommeldange (v. s. v. p. au chap. XI).

91) C'est avec cette cornue, conçue par M. HERBERT SCHAEFER, qu'avait été obtenue l'huile brute qui est l'objet de l'Etude sur l'huile du Schiste à Posidonies.

92) Nous avons fait des essais avec une cornue de 6 cm de hauteur au lieu de 4. Le rendement était plus faible et la pyrogénéation, pour être complète, exigeait une température plus élevée.

93) «D'une façon générale, on admet que la carbonisation des schistes bitumineux est terminée à la température de 450° à 470°». BERTHELOT Nature, 1^{er} novembre 1936.

«Dans la cornue FISCHER la formation de l'huile a lieu de 350° à 520°». — NEUBRONNER, Petroleum 1926, N° 2.

D'après BARLOT, la décomposition pyrogénée serait au maximum entre 350° et 450°; le dégagement de vapeurs d'huile commencerait déjà au-dessous de 250°.

94) On peut supposer que l'allure du dégagement de l'huile est elle aussi plus uniforme.

⁹⁶) D'après CH. BERTHELOT, Carburants de synthèse, etc., p. 39 et suivantes.

⁹⁶) Nous avons pu constater que l'épaisseur doit être réduite à 4 cm, si le chauffage se fait d'un côté seulement.

⁹⁷) BARLOT, — 10.

⁹⁸) FLEISCHMANN, Schwelung, etc.

⁹⁹) NEUBRONNER, Petroleum. 1927. N° 35.

¹⁰⁰) Description d'après CH. BERTHELOT, Carburants, de synthèse, etc.

¹⁰¹) Ce rapport est basé sur les essais effectués en mai-juin 1936, par M. BURSAX à la Société des Schistes et Pétroles de Franche-Comté à Creveney

¹⁰²) GEORGES VIÉ.

¹⁰³) BARLOT, N° 9.

¹⁰⁴) NEUBRONNER, Thèse, p. 3. — 77.

¹⁰⁵) Etude sur l'huile du Schiste à Posidonies.

¹⁰⁶) Dans des fractions de l'huile de Schandelah distillant entre 95 et 165° KATZ a trouvé des teneurs en composés non saturés allant de 64.8 à 80 %.

¹⁰⁷) Petroleum, 1917—18, N° 8, p. 649.

¹⁰⁸) NEUBRONNER, Thèse, p. 16.

¹⁰⁹) KATZ, Thèse.

¹¹⁰) NEUBRONNER, (Petrol. 1927.).

¹¹¹) BARLOT, 11.

¹¹²) KATZ.

¹¹³) BARLOT, 2.

¹¹⁴) GAISSE, Chem.-Ztg., 1921.

¹¹⁵) NEUBRONNER, Petrol. 1926, N° 2.

¹¹⁶) id.

¹¹⁷) ASSELBERGHS et MERTENS.

¹¹⁸) GROSJEAN, p. 94.

¹¹⁹) GROSJEAN et DOSIOS.

¹²⁰) GROSJEAN, p. 94.

¹²¹) BARLOT, N° 9.

¹²²) BARLOT, N° 2.

¹²³) id.

¹²⁴) Un autre échantillon d'huile contenait 3.47 % de soufre.

¹²⁵) Si le schiste est plus riche en pyrite, ce pourcentage monte à 3.5—4.0 %.

¹²⁶) TAUSZ, Ueber die ungesättigten Verbindungen in Benzinen und Benzolen, 39. Hauptvers. des Vereins deutsch. Chemiker in Kiel, 26.—30. Mai 1926. — Chem.-Ztg. 1926, N° 60.

¹²⁷) NEUBRONNER, Thèse.

¹²⁸) BARLOT, 2.

¹²⁹) id. 9.

¹³⁰) id. 6,

¹³¹) POUR l'huile légère de l'huile brute B, obtenue avec injection de vapeur d'eau, le raffinage occasionnait une perte de 17.6 %.

¹³²) POST, Chem.-Techn. Analyse. 1908. T. I, p. 304 et 305.

¹³³) NEUBRONNER, Petroleum, Tome XXIII, N° 19. 1927. — 81.

¹³⁴) L'huile moyenne de l'huile brute B donnait lieu à une perte de 29 %.

¹³⁵) A titre de comparaison: La fraction lourde de l'huile de Schandelah fournit 1.32 % de paraffine; celle obtenue entre 220 et 320°, à pression réduite, en donne 2.35 %.

¹³⁶) ERN. V. PEZOLD. — 84.

¹³⁷) Schwelung von Oelschiefer im Drehofen.

¹³⁸) Neue u. alte Wege der Braunkohlen- u. Schieferverschwelung, p. 83.

¹³⁹) SAUER - GRUBE etc., p. 16. — 91.

¹⁴⁰) Über württemb. Ölschiefer. Chem. Ztg., 1921.

¹⁴¹) V. s. v. p. la note 34. On peut admettre, comme l'a fait SAUER, que le caractère pyrophorique est dû au monosulfure de fer finement réparti dans la masse du coke. Il est accentué par la présence de l'oxyde ferreux et par la porosité du coke.

¹⁴²) Chem. Ztg. 1921.

¹⁴³) LUDWIG DORN. — 33.

¹⁴⁴) V. s. v. p. pages 7, 10, 30 et la note 9.

¹⁴⁵) SCHWENKEL, «Wurtemberg», p. 39.

¹⁴⁶) Der Bohrrhammer, N° 88, février 1929.

¹⁴⁷) Chapitre 2.

¹⁴⁸) Guide etc., p. 93.

¹⁴⁹) DE LAUNAY, p. 466.

¹⁵⁰) M. ROBERT STUMPER en énumère 44. L'ichthyol. Strasbourg, 1920-1921.

- ¹⁵¹) A côté du soufre sulfonique et du soufre sulfidique il y a le soufre du sulfate d'ammonium, contenu dans certains produits ichthyoliques (1—7 %, d'après M. ROB. STUMPER).
- ¹⁵²) D'après ER. A. WEKNICKE, *Oelschiefer in der Medizin*.
- ¹⁵³) L'idée de préparer un tel produit avec l'huile de schiste nous avait été suggérée par M. le pharmacien CAMILLE WAGNER. Le nom Thalassol nous a été proposé par M. le professeur ED. PIERRET.
- ¹⁵⁴) J. & B. MEYER, *Ueber Desinfektion in verschiedenen Medien der Praxis*. Luxembourg. (Thèse de docteur). Pour les essais, nous renvoyons à l'article publié dans les *Bull. de la Soc. des Natur. Lux.*, Année 1920 (N° 4 des public. ant.).
- ¹⁵⁵) Le thalassol et l'iodothalassol avaient été exposés à l'Exposition Internationale du Centenaire de Pasteur (Strasbourg, 1923).
- ¹⁵⁶) Braunkohle, 1922, p. 731.
- ¹⁵⁷) Petroleum, 1926. N° 2.
- ¹⁵⁸) BARLOT, — 3.
- ¹⁵⁹) Thèse, p. 14 et 15.
- ¹⁶⁰) Die Luxemburger Minetteformation, p. 255.
- ¹⁶¹) Entstehungszeit des Lias Epsilon etc.
- ¹⁶²) V. s. v. p. Beitrag zur Kenntnis des Posidonienmeeres. N° 5 des publications antérieures.
- ¹⁶³) BLUMER ERNST, *Die Erdöllagerstätten*. Stuttgart 1922 (cit. empruntée à R. POTONIE).
- ¹⁶⁴) Die rezenten Kaustobiolithe. Tome I. p. 15 et 211.
- ¹⁶⁵) Geol.-chem. Untersuchung von Sapropelen des Unter-Uecker Sees und Sakrower Sees.
- ¹⁶⁶) V. s. v. p. ce qui a été dit sur le rôle du composant minéral à la page 39 et à la page 40.
- ¹⁶⁷) Pflanzensubstanz als Muttersubstanz des Erdöls.
- ¹⁶⁸) Le terme polybitume, comme l'entend ENGLER, implique la fixation par adsorption sur la partie minérale; si le bitume, arrivé à ce stade, est libre, on parle de kérogène.
- ¹⁶⁹) Zur Bildung bituminöser Sedimente.
- ¹⁷⁰) Verhandlungen des Naturw. Vereins in Karlsruhe, 15. Bd., 1902, p. 105.
- ¹⁷¹) D'après une communication faite par Tausz dans une réunion de la Société chimique de Karlsruhe, en 1920. — En 1942, des sondages

auraient été exécutés pour la recherche du pétrole dans le gisement de schiste à Ubstadt.

¹⁷²⁾ Petroleum 1926, N° 2.

¹⁷³⁾ Die Erdöllagerstätte von Oberg bei Peine. — Deutsches Erdöl.

¹⁷⁴⁾ Schwäb. Kronik; Abendblatt, 22. Sept. 1917.

¹⁷⁵⁾ Oil and Gas J. 1926. D'après Petroleum, Tome XXIII, N° 19, 1927.

¹⁷⁶⁾ Traité de pétrographie, 1923.

¹⁷⁷⁾ GOBLET D'ALVIELLA, p. 74.

¹⁷⁸⁾ GUILLEAUME. — 51.

¹⁷⁹⁾ BARLOT. — 2.

¹⁸⁰⁾ M. SERRUYS, p. 33.

¹⁸¹⁾ SAUER, Schw. Kronik, 1. 9. 1917. Signalons un mémoire de la Geologische Landesanstalt Berlin ayant pour titre: Über die Möglichkeit und Notwendigkeit einer Versorgung des deutschen Reiches mit Mineralölen aus bituminösen Gesteinen. Il nous a été impossible jusqu'ici de consulter ce mémoire, édité en quelques exemplaires seulement.

¹⁸²⁾ CH. SCHWALL. — 96.

¹⁸³⁾ N° 7 des publications antérieures.

¹⁸⁴⁾ CH. SCHWALL. — 96.

¹⁸⁵⁾ CH. BERTHELOT. — 22.

¹⁸⁶⁾ A Autun on procède depuis 1936 au cracking de toute l'huile brute produite pour obtenir de l'essence de tourisme. Le rendement en essence brute stabilisée varie en volume de 60 à 65 % d'huile brute craquée (G. VIÉ). Auparavant, on retirait de l'huile brute des essences légères et lourdes, des huiles lampantes et de nettoyage, des gas oils pour moteurs Diesel, des huiles de graissage, etc.

Ouvrages et mémoires consultés.

1. E. ASSELBERGHS et E. MERTENS, Les schistes bitumineux du Luxembourg belge. Annales des Mines de Belgique. 1933, p. 277 et suivantes.
2. J. BARLOT, La pyrogénéation des schistes bitumineux du Jura franc-comtois. C. r. des séances de l'Académie des Sciences, t. 197, p. 850.
3. *Id.*, Le fractionnement des huiles de schiste de Creveney. Note présentée au 13^e Congrès de Chimie industrielle à Lille en 1933.
4. *Id.*, Sur la formation des composés sulfurés dans la distillation d. roches bitumineuses. Note, 13^e Congr. de Chim. ind. Lille 1933.
5. *Id.*, Nouvelle méthode d'essai des schistes bitumineux. Bull. de la Société chimique de France, 5^e série, t. 1, p. 1014. 1934.
6. *Id.*, Le soufre dans les huiles et les essences de schistes. Note, 14^e Congrès de chimie industrielle. Paris, Octobre 1934.
7. *Id.*, Sur les constituants chimiques des schistes bitumineux. Extrait du 67^e Congrès des Sociétés Savantes. 1934.
8. *Id.*, Essai sur les roches bitumineuses de la région du Jura. Congrès International des Mines. Paris. Octobre 1935.
9. *Id.*, Les Schistes bitumineux de la Lozère et de l'Aveyron. 68^e Congrès des Sociétés Savantes. Lyon, Avril 1935. Extrait de la Revue «Les Matières Grasses, le Pétrole et ses Dérivés», N^o 332, Année 1935.
10. *Id.*, Hydrogénation des schistes bitumineux à la pression ordinaire. C. R. Ac. des Sc., t. 201, p. 1137. 1935.
11. *Id.*, Recherches sur la Constitution et la Pyrogénéation des Schistes bitumineux, des Lignites et des Calcaires asphaltiques. Conférence faite à l'A. F. T. P., le 4 déc. 1937.
12. *Id.*, Essai sur une méthode standard et un nouvel appareil pour l'analyse des pyroschistes et des lignites. II^e Congrès Mondial du Pétrole. Paris, Juin 1937.
13. *Id.*, Etude sur la pyrogénéation des schistes bitumineux calcaires. Bull. de la Soc. chim. de France, 5^e série, t. 7, p. 761. 1940.
14. *Id.*, L'industrie Franc-Comtoise des Schistes bitumineux. Le Génie Civil. Février 1934.

15. J. BARLOT et G. HRADIL, Nouvelles recherches sur la constitution et l'origine des Schistes bitumineux et des Pétroles. Bull. de la Soc. d'Hist. nat. Doubs; N° 44, Année 1934.
16. FR. BEHREND und G. BERG, Chemische Geologie. Stuttgart. 1927. Ferd. Enke.
17. F. BERKEMER, Der fossile Gavial von Boll. Périodique «Württemberg». Janvier 1930. Ernst Klett, Stuttgart.
18. CH. BERTHELOT, Les Schistes bitumineux. La Nature, N° 2988. 1. XI. 1936.
19. *Id.*, Carburants de Synthèse et de Remplacement. Paris. 1936. DUNOD.
20. *Id.*, Le traitement des Schistes bitumineux. Les installations de Saint-Hilaire (Allier). Le Génie Civil. Avril 1938.
21. *Id.*, Le Congrès des schistes et des charbons bitumineux (Glasgow 6—10 juin 1938). Le Génie Civil. Septembre et Octobre 1938.
22. *Id.*, Le traitement des Schistes bitumineux en France. L'Usine de Saint-Hilaire (Allier). Communication présentée au Congrès de Rome, 7 mai 1938. Revue des Carburants Français. 1^{re} année, N° 11, Novembre 1938.
23. *Id.*, Les Schistes bitumineux en Mandchourie. Chimie et Industrie. Janvier 1942.
24. *Id.*, Exploitation des Schistes bitumineux du Toarcien. Chimie et Industrie. Avril 1942.
25. R. BEYSCHLAG, Neue u. alte Wege der Braunkohlen- u. Schieferverschmelzung. Berlin 1920. Wilhelm Ernst u. Sohn.
26. L. BLUM, Vorkommen von Schwerspath im oberen Lias von Esch. Soc. des Naturalistes luxemb., Bull. mensuels. Année 1905.
27. L. BLUM, Beiträge zur Kenntnis der Minetten. Société des Natur. luxemb., Bull. mensuels. Année 1907.
28. «Der BOHRHAMMER» (Périodique). Février 1929. Les schistes bitumineux et leur emploi.
29. Ax. BORN, Der untersilurische Brandschiefer von Kuckers (Estland). Geol. Rundschau. Bd. V. 1914.
30. V. CHARRIN, Les schistes bitumineux toarciens du Gévaudan. Le Génie Civil. Novembre 1934.
31. G. DEFFNER und O. FRAAS, Die Jura-Versenkung bei Langenbrücken, Stuttgart. 1859.

32. K. DORN, Der Liasschiefer und seine Bedeutung als Brennmaterial für Cementfabrikation, Mineralölgewinnung, Salinen, Landwirtschaft und andere Gewerbe. Franz Fues, Tübingen, 1877.
33. LUDW. DORN, Die technische u. wirtschaftliche Bedeutung des Liasschiefers für Oberdeutschland. Der Schwäbische Bund. Stuttgart. 1919 et 1920.
34. F. DREVERMANN, Meere der Urzeit. Julius Springer. Berlin. 1932.
35. TH. ENGEL, Geognostischer Wegweiser durch Württemberg. Stuttgart. 1908. E. Schweitzerbart'sche Verlagsbuchhandlung.
36. A. ENGELSPACH-LARIVIÈRE, Description géognostique du Gr.-D. de Luxembourg. Hayez, Bruxelles. 1828.
37. C. ENGLER, Das Petroleum des Rheintales. Verhandl. d. Naturw. Vereins in Karlsruhe. B. 15, 1902.
38. FR. FISCHER, Mineralreichtümer unseres Landes. Bull. de la Soc. des Sciences nat. du Gr.-D. de Luxembourg. T. IV. 1857.
39. AL. FLACHS, Ueber das Bitumen des Reutlinger Schiefers, ein Beitrag zur Theorie der Erdölbildung. Inauguraldissertation. Basel. 1902.
40. ER. FLEISCHMANN, Schwelung von Oelschiefer im Drehofen. Brennstoff-Chemie. 1926.
41. E. FRAAS, Ueber die Entstehungszeit des Lias epsilon in Schwaben. Jahresb. des Ver. f. vaterl. Naturkunde in Württemberg. 57. Jahrg. Stuttgart. 1901.
42. O. FRAAS, Die nutzbaren Mineralien Württembergs. Ebner und Seubert. Stuttgart. 1860.
43. GERH. FREE, Einwirkung von Destillation u. Absorbentien auf den Oelschwefel. Chem. Ztg., 1938, N° 4 et 12.
44. F. G. GAISSER, Ueber württembergischen Oelschiefer I. Chem. Ztg., 1921, N° 105.
45. F. C. GAISSER u. BADER, Ueber württembergischen Oelschiefer II. Chem. Ztg., 1926, N° 46.
46. GOBLET-D'ALVIELLA, Les Carburants nationaux en Belgique. Pierre et Alfred Kaiser, Verviers. 1938.
47. H. GROSSE-OETRINGHAUS, Ueber die Analyse von Kohlenwasserstoffen Petroleum, Jahrg. 35, N° 5. 1939.
48. GROSJEAN, Etude sur les schistes bitumineux du Lias supérieur du Département du Doubs et sur les huiles lourdes qu'ils renferment. Thèse d'Université, Besançon. 1924.

49. J. GROSJEAN et M. DOSIOS, Sur l'horizon des schistes hydrocarburés à Posidonomyes du Toarcien du Jura franc-comtois. C. R. des Séances de l'Acad. des Sciences, T. 180. 1925.
50. CH. GUILLEAUME, Un gisement belge de Schistes bitumineux. Ann. Soc. Géol. de Belg., T. LIX, B. 5 et 6. 1936.
51. *Id.*, Les Gisements de Schistes bitumineux du Bas-Luxembourg sont-ils exploitables? Rev. Univ. des Mines, Juin 1936. Liège.
52. EDM. GRAEFE, Schieferöl (dans Ulmann, Enzyklopädie der technischen Chemie, éditions de 1925 et 1932).
53. P. HAAS, Monographie der Oelschiefer des deutschen Lias epsilon. Braunkohle, 1922, N° 43, 44, 46, 47.
54. *Handbuch der Württembergischen Wirtschaft*. 1928. Deutscher Handels- u. Industrie-Verlag. Berlin Halensee.
55. B. HAUFF, Untersuchung der Fossilfundstätten von Holzmaden im Posidonienschiefer des oberen Lias Württembergs. Palaeontographica. T. 64. Stuttgart. 1921. E. Schweizerbart'sche Verlagsbuchhandlung.
56. *Id.*, Wie ein Ichthyosaurus das Licht der Welt erblickt. Périodique «Württemberg». Janvier 1930. Ernst Klett, Stuttgart.
57. E. HAUG, Traité de Géologie. Arm. Colin. Paris. 1907—1911.
58. R. HERRMANN, Die Erdöllagerstätte von Oberg bei Peine, dans «Deutsches Erdöl». Ferd. Enke, Stuttgart. 1931.
59. G. HRADIL u. H. V. FALSER, Die Oelschiefer Tirols. Leipzig. 1930. Ambr. Barth.
60. EM. D'HUART, Les eaux minérales luxembourgeoises au point de vue des théories physico-chimiques modernes. Arch. trim. de l'Institut Gr.-D. de Luxembourg, Année 1907. Luxbg. 1908.
61. H. JOLY, Observ. sur le sondage de Longwy. Bull. de la Soc. des Sciences de Nancy, 9^e année, février 1908.
62. H. KATZ, Ueber die chem. Untersuchung des Braunschweiger Posidonienschiefers u. seiner Produkte. Dissertation, Karlsruhe, 1919.
63. VAN KERKHOFF, Analyses de Minerais de fer, Argiles, Calcaires, Gypses etc. du Gr.-D. de Luxembourg. Soc. des Sc. natur. du Gr.-D. de Luxembourg. T. 3. Année 1855. Luxembourg, 1855.
64. W. KOEHNE, Geologische Geschichte der Fränkischen Alb. Abhandl. der Naturhist. Gesell. zu Nürnberg. 17. Bd. Nürnberg, 1907.
65. K. KREJCI-GRAF, Zur Bildung bituminöser Sedimente, «Erdöl-Muttersubstanz. Beiträge zu dieser Frage». Enke, Stuttgart. 1935.

66. LANG, Zur Gewinnung von Schieferöl in Württemberg. Schwäb. Kronik. 22. 9. 1917 (Abendblatt).
67. DE LAUNAY, Traité de Métallogénie. Béranger, Paris et Liège. 1913.
68. K. LIMPACH, Hydrologisch-geologische Notizen über das Jura-gebirge. Zeitschr. des Ver. lux. Naturfr. Bd. 11. Luxbg. 1901.
69. *Id.*, Hydrologisch-geolog. Beitrag zum Minette-Vorkommen in Süd-Luxemburg und den Nachbargebieten. Stahl u. Eisen. 1901. N° 18.
70. M. LUCIUS, Die Luxemburger Minetteformation u. die jüngeren Eisenerzbildungen unseres Landes. Service de la Carte Géologique de Luxembourg, T. 4 des Publications. Luxembourg. 1945.
71. *Id.*, Erläuterungen zur geol. Karte Luxemburgs. — Das Gutland. Luxembourg. 1947.
72. *Id.*, Die Entwicklung der geol. Erforschung Luxemburgs. T. 2 des Publications du Service de la Carte Géologique de Luxembourg. 1940.
73. F.-E. MAJERUS, Notes sur le Terrain Jurassique du Gr.-D. de Luxembourg. Publications de la Soc. des Sc. Natur. du Gr.-D. de Luxembourg. T. 2. Luxembourg. 1854.
74. R. MEZGER, Württembergischer Oelschiefer, ein Brennstoffspeicher Süddeutschlands, und Richtwege zu dessen wirtschaftlicher Auswertung. Stahl u. Eisen. 40. Jahrg. Heft 38. 1920.
75. M. MIGEON, Quelques Procédés de Carbonisation à basse température. Bruxelles. 1929, Imprim. médicale et scientifique.
76. FR. MUHLERT, Die Entschwefelung der Mineral- und Teeröle. Chem.-Ztg. 1937, N° 41.
77. K. NEUBRONNER, Beiträge zur Kenntnis des Schieferöls aus Württemberg. Dissertation zur Erlangung der Würde eines Doktor-Ingenieurs. Stuttgart. 1921.
78. *Id.*, Untersuchung des schwäbischen Posidonienschiefers auf seltene Bestandteile. Chem.-Ztg. Sonderteil: Die chem. Praxis. 49. Jahrg. 1925. N° 58.
79. *Id.*, Ueber den Holzheimer Schiefer und daraus hergestelltes Schwelöl. Petroleum, 22. Bd., N° 2. 1926.
80. *Id.*, Ueber einige Oelschiefervorkommen der Schwäbischen Alb. Blätter des Schwäb. Albvereins. 1927. N° 2.
81. *Id.*, Untersuchungen über das Eislinger Schieferöl mit besonderer Berücksichtigung seiner leichtsiedenden Anteile. Petroleum, 23. Bd., N° 19. 1927.

82. *Id.*, Ueber die Verschwelung schwäbischen Posidonienschiefers unter Verwendung inerte Gase. Petroleum, 23. Bd., N° 35. 1927.
83. *Oil Shale and Cannel Coal*. Proceedings of a Conference held in Scotland, June 1938. Published by The Institute Of Petroleum. London.
84. ERN. V. PEZOLD, Ueber Gewinnung und Untersuchung von festen bituminösen Produkten aus estländischem Oelschiefer. 1939. Robert Kiepert, Berlin-Charlottenburg.
85. H. PÉTRY, Description géologique du Gr.-D. de Luxembourg. Programme des cours de l'Ecole ind. et com. de Luxembourg, publié à la fin de l'année scolaire 1897—1898. Luxembourg. 1898.
86. R. POTONIÉ, Allgemeine Petrographie der «Oelschiefer» u. ihrer Verwandten. Berlin. 1928. Gebr. Bornträger.
87. *Id.*, Ueber die Petrographie der Oelschiefer u. die Entstehung des Erdöls. Braunkohle, 25. Jahrg. Heft 51 + 52. 1927.
88. R. POTONIÉ u. D. REUNERT, Geologisch-chemische Untersuchung von Sapropelen des Unter-Ueckersees u. Sakrower Sees, dans «Erdölmuttersubstanz». Enke. Stuttgart. 1935.
89. DE PRÉMOREL, Note sur l'emploi du schiste comme combustible. Soc. des Sc. natur. du Gr.-D. de Luxembourg. T. 1, 1853.
90. A. SAUER, Die schwäbischen Oelschiefer u. ihre wirtschaftliche Bedeutung in Gegenwart und Zukunft. Schwäbische Kronik, 1. 9. 1917, Abendblatt.
91. A. SAUER, G. GRUBE, E. V. D. BURCHARD, OSC. SCHMIDT, Die Verwertung des Oelschiefers. Stuttgart. 1920. Konrad Wittwer.
92. P. SCHILTZ, Der Posidonienschiefer Luxemburgs. Bull. de la Soc. des Natural. Luxemb., Années 1923 et 1925.
93. *Id.*, Hydrologisch-geologische Beschreibung von Hierschtbiert und Lâmerbiert und deren nähere Umgebung. Bull. de la Soc. des Natural. Luxembg., Année 1930.
94. *Id.*, Die Wege des Eisens durch Trias und Lias bis zum Niederschlag im unteren Dogger. Bull. de la Soc. des Natural. Luxemb., Année 1937.
95. *Id.*, Der Lias von Oberkerschen bis Küntzig mit Einschluß des Bofferdanger Moores. Bull. de la Soc. des Natural. Luxemb., Année 1938.
96. CH. SCHWALL, Les produits pétroliers dans l'économie luxembourgeoise. Revue Technique Luxembourgeoise. 1937. N° 6.
97. H. SCHWENKEL, Die Jura-Oelschieferwerke A.-G. in Holzheim. «Württemberg». Januar 1930. Ernst Klett. Stuttgart.

98. *Id.*, Die Steine reden. Ibid.
 99. M. SERRUYS, La valeur comparée des principaux carburants de remplacement et développement ultérieur de leur emploi. Paris. 1943. Hermann et Cie.
 100. J. STEININGER, Essai d'une description géognostique du Gr.-D. de Luxembourg. Bruxelles, 1828. Hayez. Imprimeur de l'Académie Royale.
 101. R. STUMPER, L'Ichthyol. Strasbourg, 1920/21. (Université-Thèse).
 102. G. VIÉ, L'Industrie des Schistes bitumineux en France. Le Génie Civil. 15. oct. 1946.
 103. A. TREIBS, Pflanzensubstanz als Muttersubstanz des Erdöls (dans «Erdöl-Muttersubstanz»). Enke, Stuttgart. 1935.
 104. ER. A. WERNICKE, Oelschiefer in der Medizin. Chem.-Ztg. 1936. N° 8.
 105. L. VAN WERVEKE, Erläuterungen zur geolog. Uebersichtskarte der südlichen Hälfte des Großherzogtums Luxemburg. Straßburg. 1887.
 106. N. WIES, Guide de la Carte géologique du Gr.-D. de Luxembourg. Luxembourg. 1877. Pierre Bruck.
 107. Zum 50-jährigen Jubiläum des Betriebes ZELLER u. GMELIN herausgegebenes Jubiläumsschriftchen. Eislingen, im Herbst 1917.
-

Table des matières.

Avant-Propos.

Chapitre I^{er}. — Notions générales:

Définition	5
Usage des schistes bitumineux.	6
Principales industries schistières existantes	7

Chapitre II. — Historique du gisement luxembourgeois

. 9

Chapitre III. — Description du gisement luxembourgeois:

A. Stratigraphie	12
B. Tectonique	13
C. Fossiles	14
D. Topographie et étendue du gisement	15
E. Puissance du gisement	16
F. Coupes et Profils	18

Chapitre IV. — Le Schiste à Posidonies dans les pays limitrophes:

A. En Belgique	21
B. En France	26
C. En Allemagne	29

Chapitre V. — Description du Schiste et des roches et minéraux
qui l'accompagnent:

1. Schiste.

A. Caractères généraux	36
----------------------------------	----

B. Composition:

1. Partie minérale.	39
2. Partie organique (bitume)	45

C. Rendement en huile brute	49
D. Examen microscopique	62
2. Constituants accessoires rencontrés dans l'étage du Schiste à Posidonies	64

Chapitre VI. — Pyrite et gypse; soufre provenant de la pyrite:

A. Formes affectées par la pyrite	68
B. Teneur en soufre respect. en pyrite des schistes à Posidonies luxembourgeois et étrangers	69
C. Origine de la pyrite	70
D. Altération de la pyrite sous l'influence des agents atmosphériques et formation de gypse	70
E. La pyrite pendant la pyrogénéation	72
F. Eaux sulfureuses sortant du schiste à Posidonies (Allemagne)	74

Chapitre VII. — Etude de la pyrogénéation au laboratoire:

A. Appareillage employé	75
B. Provenance du schiste employé	77
C. Marche de la pyrogénéation	77
D. L'essence du gaz	82

Chapitre VIII. — La pyrogénéation industrielle:

A. Principes qu'il faut observer dans la pyrogénéation des schistes bitumineux en général	84
B. Généralités sur les cornues de pyrogénéation	84
C. Description sommaire des cornues employées pour la pyrogénéation de schistes autres que les schistes à Posidonies	86
D. Fours employés pour la pyrogénéation du schiste à Posidonies au Wurtemberg et en France	87

Chapitre IX. — L'huile brute:

A. Propriétés de l'huile brute	90
B. Fractionnement de l'huile brute	96
C. Composition chimique de l'huile brute	103

Chapitre X. — Etude des trois fractions huile légère, huile moyenne, huile lourde:

A. Huile légère	106
B. Huile moyenne	108
C. Huile lourde	110
Produits tirés de l'huile fournie par une tonne de schiste.	111

Chapitre XI. — Le gaz de pyrogénéation:

A. Volume du gaz	111
B. Composition et pouvoir calorifique	112

Chapitre XII. — L'eau de pyrogénéation 118

Chapitre XIII. — Les résidus de la pyrogénéation ou de la combustion du schiste:

A. Coke de schiste.	
1. Propriétés et composition	120
2. Usages	121
B. Cendre de schiste.	
1. Propriétés et composition	122
2. Usages.	124

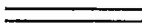
Chapitre XIV. — Préparation d'un produit ichthyologique avec l'huile du schiste à Posidonies 127

Chapitre XV. — Essais d'extraction du bitume 129

Chapitre XVI. — Genèse et évolution possible du Schiste à Posidonies:

A. Le bassin de sédimentation du schiste	132
B. Rapport entre la teneur en fossiles figurés et la richesse en bitume	134
C. L'accumulation de substance organique est-elle due à une mort en masses?	134
D. Théorie de Pompeckj	135
E. Le sapropèle et son rôle dans la formation du bitume.	135

F. Transformation du sapropèle en schiste bitumineux .	137
G. Le schiste à Posidonies roche-mère de pétrole? .	140
Chapitre XVII. — Considérations économiques .	143
Conclusion .	148
Notes .	149
Ouvrages et mémoires consultés .	158
Table des matières .	167



ACHEVÉ D'IMPRIMER SUR LES
PRESSES DE L'IMPRIMERIE
J. P. WORRÉ A LUXEMBOURG,
LE 15 NOVEMBRE 1947.
