

B. — Tir simultané par volée de mines.

Comparaison des résultats obtenus avec l'explosif S. G. P. ordinaire en procédant selon A et selon B.

Comparaison des résultats obtenus, en utilisant le procédé B et en reprenant les points *a, b, c, d* du procédé A.

Les essais se sont dans une galerie en ferme creusée au niveau de 845 mètres du siège n° 14, en suivant un veiniat. Les terrains coupés sont donc toujours les mêmes — sauf dérangements — et permettent les comparaisons des procédés.

Le creusement se fait en trois postes; il est surveillé par trois agents d'élite qui sont chargés du minage et de l'enregistrement des résultats obtenus.

Ils repèrent la position des trous de mine, notent leur charge et toutes autres indications éventuellement utiles à ce sujet. Par un système de croquis, ils notent les avancements effectués. Par un chronométrage standardisé, ils indiquent la durée des différentes parties du travail : havage, forage, minage, déblocage, boisage, etc. Les tableaux-types qu'ils remplissent à leur remonte sont établis de façon à permettre le contrôle d'un agent par un autre et le contrôle des Ingénieurs. Je descends normalement une fois par semaine, à différents postes; l'Ingénieur du siège visite également le travail plusieurs fois par semaine. L'organisation adoptée ne me paraît pas laisser de place à l'introduction d'une erreur importante dans les résultats constatés.

Les essais ont porté uniquement en 1930 sur les points *a* et *b* du programme A par mines uniques successives.

a. — Comparaison des explosifs S. G. P. non gainés et gainés.

Les essais ont porté sur une longueur totale de 61^m,15 en ce qui concerne les explosifs S. G. P. gainés et de 58^m,80 en ce qui concerne les explosifs S. G. P. non gainés. Ils ont été divisés en trois séries, la première et la deuxième série portant sur des terrains réglés, moyennement durs et la troisième série sur des terrains dérangés, également de dureté moyenne.

Les résultats de ces divers essais détaillés par tour de mines, ainsi que les totaux et moyennes, sont donnés ci-joints dans les tableaux n° 1 à 6.

L'examen de ces résultats nous permet de tirer des conclusions quant à la puissance des explosifs dans les deux cas.

Les facteurs susceptibles de faire apprécier cette puissance et que nous examinerons ci-après sont les suivants :

- 1) Consommation d'explosifs par mètre courant d'avancement;
- 2) Quantité de terre abattue par cartouche utilisée;
- 3) Avancement journalier (ce dernier facteur n'intervient que dans une certaine mesure car l'avancement peut être influencé par d'autres causes indépendantes de la puissance de l'explosif).

Le prix de revient, qui est la résultante à la fois de la puissance de l'explosif et de l'avancement journalier (ce dernier dépendant également dans une certaine mesure de la puissance de l'explosif) sera également repris dans notre comparaison.

1. — *Consommation par mètre courant d'avancement.* — Les tableaux annexes nous donnent les résultats ci-après :

Essais.	N. de cartouches par m. et		N. de détonateurs par m. et	
	gainés.	non gain.	expl. gainé.	expl. non g.
1 ^{er} essai . . .	25,10	25,53	4,1	3,41
2 ^{me} essai . . .	19,76	19,24	3,44	3,13
3 ^{me} essai . . .	30,70	27,10	4,83	4,77

Les deux premiers essais donnent des consommations de cartouches par mètre courant à peu près identiques, la différence de 43 cartouches par 100 mètres en faveur du gainé dans le premier cas et de 52 cartouches par 100 mètres en faveur du non gainé dans le deuxième cas est attribuable au minimum d'imprécision non éliminable dans le travail courant du creusement en roches. Ces différences ne sont du reste que de l'ordre de 1 à 2 %.

Le troisième essai, en veine dérangée, donne une différence de consommation de 10 % environ, en faveur de l'explosif non gainé. Cette différence provient surtout du fait que lors de l'essai avec explosif non gainé, le veiniat dans lequel on pratiquait le havage préalable au minage passait, quoique dérangé, au milieu de la section, tandis que lors de l'essai avec l'explosif gainé, ce veiniat passait en général dans l'angle supérieur d'aval de la galerie. Il en résultait que, après havage, dans le premier cas, les terrains étaient desserrés à peu près dans toute la section, tandis que, dans le second cas, ce desserrage n'avait lieu que sur une faible partie de la section, dans l'angle de celle-ci. Il est compré-

hensible que cet état de chose exigeait une consommation d'explosifs un peu plus grande dans le second cas.

En ce qui concerne la consommation de détonateurs par mètre courant, les résultats accusent une différence de 17 % à 9 %, respectivement pour les essais 1 et 2, en faveur de l'explosif non gainé. Ce fait indique, comme on place un seul détonateur par mine, que l'on a foré des mines plus nombreuses et plus courtes lors des essais avec explosif gainé. Cette méthode de forage ne s'imposait nullement lors de l'emploi de cet explosif. Je suis parvenu à la faire disparaître de la pratique du travail, à tel point que la différence de consommation de détonateurs par mètre courant pour le troisième essai est pratiquement nulle (de l'ordre de 1 %).

2. — *Quantité de terres abattues par cartouche utilisée.* — Ces quantités évaluées en chariots de 5 Hl., ont été les suivantes dans les différents cas :

Essais.	Nombre de chariots par cartouche	
	gainée.	non gainée.
1 ^{er} essai . . .	1,42	1,25
2 ^{me} essai . . .	1,56	1,58
3 ^{me} essai . . .	1,10	1,18

L'égalité approximative dans la consommation des explosifs pour les deux cas et constatée au 1^o ci-avant est corroborée par les chiffres ci-dessus. Pour le premier essai, il y a 12 % de différence en faveur de l'explosif gainé, mais il est à remarquer que le nombre de chariots de terres chargés par mètre courant a été dans ce cas de 35,12 (tableau n^o 1) alors qu'il n'a été que de 32 dans le cas des explosifs non gainés (tableau n^o 4) les terres ont donc foisonné davantage dans le premier cas, ce qui explique la différence constatée.

Pour le deuxième essai, il y a égalité. Il y a également égalité approximative dans le nombre de chariots chargés par mètre courant : 30 et 31 (tableaux n^{os} 2 et 4).

Pour le troisième essai, il y a une différence de 7 % en faveur de l'explosif non gainé. Cette différence doit provenir du travail différent des explosifs dans les deux cas, travail dont il a été fait mention ci-avant pour expliquer la différence de consommation de cartouches par mètre courant en faveur de l'explosif non gainé

dans le troisième essai. Il est à remarquer également que le nombre de chariots chargés par mètre courant a été de 34 pour l'explosif gainé et de 32 seulement avec l'explosif non gainé, ce qui augmente encore la différence en faveur du non gainé et la porte à environ 10 % au lieu de 7 %.

Il y a ainsi entière concordance entre les résultats donnés par la consommation d'explosifs par mètre courant et par le nombre de chariots abattus par cartouche.

3. — *Avancement journalier.* — Les avancements journaliers ont été les suivants :

Essais.	Explosifs gainés.	Explosifs non gainés.
1 ^{er} essai. . .	1 ^m ,68	2 ^m ,21
2 ^{me} essai. . .	2 ^m ,13	2 ^m ,18
3 ^{me} essai. . .	1 ^m ,87	1 ^m ,94

Les avancements journaliers sont sensiblement les mêmes pour les essais 2 et 3. Ils ne diffèrent que de 2 à 3 %, ce qui est pratiquement négligeable, en faveur de l'explosif non gainé.

Pour l'essai 1, l'avancement journalier en non gainé dépasse de 24 % l'avancement journalier en gainé. Cette différence provient principalement de la durée moindre, dans le cas des explosifs non gainés, de travaux partiels indépendants de l'espèce d'explosif utilisé. En effet, en comparant dans les tableaux n^{os} 1 et 4 la durée des différents travaux partiels pour 1 mètre de creusement, on s'aperçoit que seul le bénéfice du temps de forage peut être retenu. Dans le cas des explosifs gainés, le diamètre des fleurets était de 48 à 42 millimètres, tandis que dans le cas des explosifs non gainés, ce diamètre variait de 38 à 32 millimètres. Le temps de forage devait donc logiquement être plus long dans le cas des explosifs gainés et, en fait, il l'a été; il s'est élevé à 164' par mètre courant contre 130' pour l'explosif non gainé, soit une différence de 20 % sur le temps de forage. Cette différence sur le temps de forage correspond à 17 % de la différence des temps totaux pour un mètre d'avancement dans les deux cas. Il n'y a donc lieu de retenir, en faveur de l'explosif non gainé, qu'une différence d'avancement journalier de 17 % sur les 24 % constatés, soit 4 %, ce qui est comparable à la différence de 2 à 3 %, reprise ci-dessus, constatée en faveur des explosifs non gainés. Le reste du bénéfice d'avancement journalier donné par les explo-

sifs non gainés provient surtout de la durée moindre par mètre courant, des travaux divers (43' contre 53'), chargement des terres (81' contre 106'), boisage (66' contre 112'), déblocage (145' contre 182'), minage (44' contre 87'). Ces différents travaux sont indépendants de la nature de l'explosif utilisé, sauf peut être le déblocage qui peut être un peu plus long lorsque la puissance de l'explosif est plus faible. Pour le minage, la différence s'explique par le fait qu'on a tiré des mines plus nombreuses et plus courtes avec l'explosif gainé, mais, comme il a été dit ci-avant au 1^o, paragraphe des détonateurs, cette méthode ne se justifiait par aucune considération d'ordre technique.

4. — *Prix de revient.* — Le prix de revient au mètre courant a été envisagé au point de vue de l'explosif et de la main-d'oeuvre. Ces prix, repris aux annexes n^o 1 à 6, sont les suivants :

Essais.	Explosif gainé.		Explosif non gainé.	
	Explos.	Main-d'oeuvre.	Explos.	Main-d'oeuvre.
1 ^{er} essai .	37,48	522,91	34,25	479,26
2 ^{me} essai.	29,75	483,50	26,34	488,68
3 ^{me} essai.	45,80	529,83	37,45	516,43

Puisque la consommation d'explosif par mètre courant d'avancement est sensiblement la même dans les premier et deuxième essais, il est rationnel que les prix de revient en explosifs soient pratiquement égaux dans les deux méthodes expérimentées. Les quelque 3 francs en plus accusés par l'explosif gainé proviennent du coût de la gaine, évalué par cartouche à fr. 0,125. Quant à l'essai 3, la différence d'environ 8 francs constatée en faveur de l'explosif non gainé, entre les deux prix de revient, provient à la fois du coût de la gaine et de la différence de consommation, de l'ordre de 10 % expliquée ci-avant.

Quant aux prix de revient main-d'oeuvre par mètre courant, ils sont pratiquement les mêmes dans les deux méthodes pour les essais 2 et 3, ce qui est logique, puisque l'avancement journalier, pour ces essais, est du même ordre de grandeur dans les deux cas. Quant à l'essai 1, la différence constatée en faveur de l'explosif non gainé provient de la différence d'avancement expliquée au 3^o ci-avant.

Conclusion. — Il résulte des différents essais comparatifs qu'il n'y a pratiquement aucune différence entre les explosifs gainés et les explosifs non gainés, dans les terrains de dureté moyenne, au point de vue consommation des explosifs, avancement journalier et prix de revient.

b. — *Compression des explosifs dans les fourneaux de mines pendant le chargement.*

Des discussions ont surgi entre mineurs absolument avertis sur le point de savoir si l'explosif doit être simplement introduit sans vide dans le fourneau ou s'il est avantageux d'obtenir une densité de chargement plus forte par une légère compression.

On est d'accord pour reconnaître que les fortes compressions nuisent à l'aptitude à la détonation des explosifs au nitrate ammonique et doivent être évitées.

Il ne s'agit ici que de compression relativement modérée.

Une première série d'essais, terminés à la fin de 1930, a porté sur une longueur de 9^m,90 avec emploi d'explosifs non comprimés et sur une longueur de 15^m,40 avec emploi d'explosifs comprimés. Ces essais ont été réalisés en terrain dur. Le vejniat directeur, dans lequel on pratiquait un havage préalable, ayant disparu, on creuse maintenant entièrement en roche. Pour avoir une comparaison juste, j'ai procédé en faisant creuser chaque tour de mine complet alternativement en comprimant les explosifs, puis en posant les cartouches simplement bout à bout, sans compression.

Les résultats de cette série d'essais sont donnés dans les tableaux n^{os} 7 et 8 ci-joints.

Ainsi que le montre l'examen de ces tableaux, l'effet utile de l'explosif augmente légèrement quand on le comprime. On fait, en effet, 1 mètre d'avancement avec 42,7 cartouches comprimées, alors qu'il faut, pour effectuer ce mètre, avec l'explosif ordinaire 44,5 cartouches. On a abattu 91 chariots de terres avec 100 cartouches comprimées et 83 seulement avec 100 cartouches ordinaires.

L'amélioration d'effet utile de l'explosif, lorsqu'il est comprimé, est de l'ordre de 5 % si on évalue au mètre courant et de l'ordre de 9 % si on évalue au nombre de chariots abattus par cartouche. A remarquer que le nombre de chariots abattus par mètre courant est de 37 pour l'explosif ordinaire et de 39 pour l'explosif

comprimé, ce qui, pour la même base, ramène à 8 % la différence en faveur de l'explosif comprimé quand on envisage le nombre de chariots abattus par cartouche.

En ce qui concerne l'avancement journalier, les tableaux accusent 1^m,32 avec l'explosif comprimé et 1^m,45 avec l'explosif ordinaire. Ces résultats, qui sont en contradiction avec l'amélioration d'effet utile d'explosif constatée lors de la compression, ne doivent pas être retenus.

En effet, si l'on examine la décomposition des durées des différents travaux partiels par mètre courant, on constate que les temps de forage et de minage sont les mêmes dans les deux cas, ce qui est logique puisqu'il y a eu à peu près le même nombre de mines par mètre courant dans les deux cas (9,9 et 9,7). La durée des autres travaux, sauf le chargement des terres, est par contre plus élevée dans les essais de compression. Cette compression n'a cependant aucun effet sur la durée du boisage, de la pose des rails, tuyaux, canars, du changement du plancher de chargement et des travaux divers, tels repas, temps morts, accrocs survenus inopinément, etc. Je n'ai non plus constaté, pas plus que les bou-tefeux et ouvriers, que cette compression influençait défavorablement le travail de déblocage qui consiste dans le morcellement des blocs trop gros et l'abatage au marteau-pic pour égaliser le front et les parois de la galerie après le minage. Au contraire, de l'avis de tous, les mines comprimées sont plus brisantes et donnent des parois plus nettes et plus lisses.

J'en conclus que la durée plus grande par mètre courant de tous ces travaux dans les essais de compression est due à un hasard malheureux qui a rendu lesdits travaux plus difficiles ou plus longs dans l'ensemble des trous comprimés et qu'il y a lieu pour ce qui regarde la comparaison des essais au point de vue avancement journalier, de considérer ce dernier comme sensiblement le même dans les deux cas.

Les prix de revient explosif et main-d'oeuvre n'ont pas été envisagés puisqu'ils sont ici fonction exclusive respectivement de la consommation d'explosif et de l'avancement journalier et que ces deux points sont examinés ci-dessus.

Il convient pour terminer de faire une remarque au sujet du degré de compression des cartouches dans les fourneaux de mines. L'avant-dernière colonne de droite du tableau n° 8 donne simple-

ment, en %, le rapport de la longueur de la mine comprimée à la longueur de cette mine si elle n'était pas comprimée. Ce rapport n'indique pas le degré de compression, car, comme les trous de mines sont d'un diamètre supérieur à celui des cartouches, il n'y a pas équivalence entre le rapport des longueurs sus-indiquées et le rapport des volumes comprimés et non comprimés.

Pour avoir la relation qui existe entre le rapport des longueurs et le rapport des volumes, appelons V_0 le volume non comprimé, V_e le volume comprimé, d le diamètre des cartouches et D le diamètre moyen du fourneau de mine, L la longueur de la mine non comprimée et l la largeur de la mine comprimée. Nous avons :

$$V_0 = \frac{3,14 \times d^2}{4} \times L \qquad V_e = \frac{3,14 \times D^2}{4} \times l$$

$$\frac{V_e}{V_0} = \frac{D^2}{d^2} \times \frac{l}{L}$$

Des différentes mesures prises, il résulte qu'on peut adopter approximativement 36 millimètres comme diamètre moyen maximum des trous de mines. Le diamètre des cartouches étant de 30 millimètres, le rapport $\frac{D^2}{d^2}$ devient $\frac{36^2}{30^2} = 1,4$

Il faut donc, pour avoir une indication sur le rapport des volumes, multiplier par 1,4 le rapport des longueurs. Le taux approximatif de compression volumétrique est de

$$\frac{V_0 - V_e}{V_0} = 1 - \frac{V_e}{V_0} = 1 - 1,4 \frac{l}{L}$$

La dernière colonne du tableau-annexe n° 8, obtenue en multipliant par 1,4 les pourcentages de l'avant-dernière colonne et en soustrayant ces produits de l'unité ou 100 %, donne l'indication approximative du taux de compression des explosifs dans les fourneaux de mines. Ce taux de compression est, en moyenne, de l'ordre de 20 %.

Tableau n° 1. — Premier

Tours de mines	Durée des travaux en minutes								Nombre de wagnonets chargés	
	Havage	Forage	Minage	Débloc.	Boisage	Chargem. terres	Pose rails, tuyaux, canars, planches	Divers		Total
A	160	284	233	118	204	459	106	70	1634	82
B	203	397	233	408	234	347	145	125	2092	76
C	165	445	173	265	228	289	68	165	1798	68
D	60	484	182	436	279	286	112	173	2012	80
E	180	374	325	560	145	70	125	95	1874	86
F	141	210	138	431	247	71	0	90	1327	67
Total par m. ct creusé	909	2194	1284	2217	1337	1522	556	718	10.737	459
	69	165	97	167	101	115	42	54	810	34,67
K	100	346	145	275	95	130	65	85	1241	70
L	145	310	115	550	370	15	115	105	1725	75
M	130	330	150	535	370	345	155	230	2245	83
N	70	360	165	345	245	275	125	120	1705	70
Total par m. ct creusé	445	1346	575	1705	1080	765	460	540	6916	298
	54	162	69	205	130	93	55	65	833	35,90
Total du trav. norm I + II	1354	3540	1859	3922	2417	2287	1016	1258	17.653	757
Résultats par m. ct pr I + II	62	164	87	182	162	106	47	59	819	35,12

essai d'explosifs gainés.

Explosifs consommés		Nombre de chariots par cartouche	Avancement en m.		Forage			Prix de revient	
Cartouches	détos		Total	journalier	Nombre de m. forés	Durée exacte en minutes	Durée en minutes de 1 m de forage	Explosifs	Main-d'œuvre
55	7	1,46	2,70	2,095	14,35	184	12' 48"	450,24 50,35 500,59 Total . . . 37 fr 77 par m. ct 336 cartouches à 1 fr. 34 . . . 53 détos à 0,95 . . . Total . . . 307,10 soit 36 fr 85 par m. ct	Ouvriers, 270 × 13,25 = 3.577,50 Hircheurs, 33 × 50,55 = 1.668,15 Boute-feux, 22 × 58,05 = 1.277,10 Total . . . 6.522,75 soit 492 fr. 28 par m. ct
66	11	1,95	2,40	1,80	18,90	369	19' 25"		
54	8	1,26	1,80	1,80	14,35	391	27'		
58	10	1,38	2,10	1,575	14,70	371	24' 44"		
46	8	1,87	2,10	1,75	12,85	225	17' 24"		
56	9	1,20	2,15	1,612	15,60	193	12' 24"		
336	53	1,36	13,25	1,894	90,75	1733	19' 1"		
25,36	4	—	—	—	6,85	—	—		
57	9	1,23	2	2	15,05	276	18' 24"	274,70 32,40 307,10 Total . . . 307,10 soit 36 fr 85 par m. ct	Ouvriers, 31 × 84 = 2.604 » Hircheurs, 24 × 50,55 = 1.213,20 Boute-feux, 16 × 58,05 = 928,80 Total . . . 4746 » soit 571 fr. 20 par m. ct.
54	7	1,40	2,15	1,612	14,55	243	17' 14"		
49	9	1,70	2,15	1,290	15,65	254	16' 24"		
45	11	1,55	2	1,560	13,35	287	21' 24"		
205	36	1,45	8,30	1,557	58,60	1060	18' 6"		
24,10	4,3	—	—	—	7,06	—	—		
205	36	1,45	8,30	1,557	58,60	1060	18' 6"		
24,10	4,3	—	—	—	7,06	—	—		
541	89	1,40	21,55	1,677	149,35	2793	18' 42"	807,69	11.268,75
25,10	4,1	—	—	—	6,93	—	—	37,48	522,91

Tableau n° 2. — Deuxième essai d'explosifs gainés.

Tours de mines	Durée des travaux en minutes									Nombre de wagons chargés	Explosifs consommés		Nombre de chariots par cartouche	Avancement en m.		Forage				Prix de revient	
	Havage	Forage	Minage	Débloc.	Boisage	Chargem. terres	Pose rails, tuyaux, canars, planches	Divers	Total		Cartouches	détos		Total	journalier	Nombre de m. forés	Durée exacte en minutes	Durée en minutes de 1m de forage	Explosifs	Main-d'œuvre	
A	120	275	100	140	95	160	55	60	1005	48	43	8	1,11	1,60	2,40	11,50	223	19' 24"	494 cartouches à 2 fr. 34 86 détos à 0,95 Total. 743,66	Ouvriers, 36 × 83,70 + 34 × 103,05 = 6.516,90 Hiercheurs, 70 × 50,55 = 3.538,50 Boute-feux, 35 × 58,05 = 2.031,75 Total 12.087,15	
B	155	235	125	470	325	250	15	100	1675	79	55	10	1,43	2,60	1,95	15,55	180	11' 30"			
C	130	295	220	430	165	155	55	60	1400	66	54	11	1,22	2,20	2,20	15,25	286	18' 42"			
D	109	190	115	260	210	160	100	90	1225	60	52	10	1,15	1,60	1,60	15,45	151	9' 48"			
N	160	185	90	265	190	140	180	115	1325	55	44	7	1,25	1,95	1,95	14,60	141	9' 36"			
O	150	190	105	430	180	135	90	70	1350	63	53	7	1,18	1,95	1,95	13,90	171	12' 18"			
P	135	180	65	140	200	200	30	75	1025	57	38	5	1,50	1,90	2,30	10,50	137	13'			
Q	140	120	65	380	165	175	90	75	1210	60	25	5	2,40	2	2,25	8,10	95	11' 42"			
R	140	115	80	340	155	185	75	90	1180	67	26	6	2,59	2,10	2,52	8,20	85	10' 24"			
S	180	120	50	405	120	170	20	75	1140	67	29	4	2,31	2,30	2,50	7,50	102	13' 36"			
T	140	170	75	260	185	170	160	110	1270	77	44	6	1,75	2,40	2,40	13,80	132	9' 36"			
U	150	155	95	490	155	150	0	85	1320	74	31	7	2,39	2,30	2,30	20,75	132	22' 12"			
Total	1700	2230	1075	4010	2145	2090	870	1005	15125	773	494	86	1,56	24,90	2,13	145,10	1635	12' 38"	743,66	12.087,15	
Résultat par m. ct 2 ^e es. gagné	68	89	43	160	86	84	35	40	605	31	19,76	3,44	—	—	—	5,80	—	—	29,75	483,50	

Tableau n° 3. — Troisième essai d'explosifs gainés.

Tours de mines	Durée des travaux en minutes									Nombre de wagons chargés	Explosifs consommés		Nombre de chariots par cartouche	Avancement en m.		Forage				Prix de revient		
	Havage	Forage	Minage	Débloc.	Boisage	Chargem. terres	Pose rails, tuyaux, canars, planches	Divers	Total		Cartouches	détos		Total	journalier	Nombre de m. forés	Durée exacte en minutes	Durée en minutes de 1m de forage	Explosifs	Main-d'œuvre		
E	65	270	115	535	190	45	20	60	1300	58	53	9	1,09	1,70	1,70	14,70	199	13' 30"	452 × 1 fr. 34 = 605,68 71 × 0,95 = 67,45 673,13	270 × 14,70 = 3.969 48 × 50,55 = 2.426,40 24 × 58,05 = 1.393,20 7.788,60		
F	115	165	85	255	180	240	115	115	1270	53	56	7	0,94	1,50	1,50	14,70	127	8' 36"				
G	120	220	105	285	145	140	80	60	1155	50	43	7	1,16	1,50	1,80	11,90	200	16' 48"				
H	75	245	105	325	175	245	90	90	1350	74	61	8	1,21	2,40	2,40	16,60	164	9' 54"				
J	180	265	90	355	165	140	15	75	1285	71	65	9	1,09	2,20	2,20	17,70	194	10' 54"				
K	150	295	115	320	200	155	45	75	1355	65	53	11	1,21	1,90	1,90	16,95	203	12'				
L	190	300	125	295	140	195	115	75	1435	70	63	11	1,11	2	2	17	216	12' 42"				
M	135	220	105	410	195	170	95	65	1395	58	58	9	1	1,50	1,50	14,35	178	12' 18"				
Total	1030	1980	845	2780	1390	1330	575	615	10545	499	452	71	1,10	14,70	1,87	123,90	1481	12'			673,13	7.788,60
Par m. ct	70	135	57	189	95	90	39	42	717	34	30,7	4,83	—	—	—	8,43	100'48	—			45,80	529,83

Tableau n° 4. — Premier essai d'explosifs non gainés.

Tours de mines	Durée des travaux en minutes									Nombre de wagonnets chargés	Explosifs consommés		Nombre de chariots par cartouche	Avancement en m.		Forage			Prix de revient	
	Havage	Forage	Minage	Débloc.	Boisage	Chargem. terres	Pose rails, tuyaux, canars, planches	Divers	Total		Cartouches	détos		Total	journalier	Nombre de m. forés	Durée exacte en minutes	Durée en minutes de forage	Explosifs	Main-d'œuvre
B	140	376	139	405	110	0	100	65	1320	71	69	11	1,03	2,05	2,05	18,65	291	15' 36"	771 cartouches à 1,215 = 936,75 103 dits à 0,95 = 97,85 Total = 1034,60 Ouvriers = 82 journées à 99,40 = 8,150,80 Hiercheurs = 78 journées à 50,55 = 3,942,90 Boutefeux = 41 journées à 58,05 = 2,380,05	
C	145	235	85	325	175	145	105	90	1305	71	57	7	1,24	1,95	1,95	13,60	181	13' 18"		
D	120	280	125	285	175	100	220	85	1390	69	63	9	1,09	2,05	2,05	16,90	208	12' 18"		
E	190	255	110	265	110	150	150	130	1360	71	56	8	1,27	2,05	2,05	14,95	196	13' 04"		
F	145	310	100	535	105	160	20	80	1455	78	56	8	1,40	2,15	2,15	13,65	228	16' 30"		
G	120	215	85	205	145	280	110	165	1325	71	53	7	1,34	1,90	1,90	13,	163	12' 31"		
H	120	295	120	320	150	135	105	90	1335	70	59	9	1,18	2,25	2,25	16,20	245	15' 06"		
I	120	305	90	220	170	270	95	90	1360	67	61	7	1,10	2,45	2,45	15,40	221	14' 18"		
J	100	260	80	290	140	200	90	65	1225	71	51	7	1,40	2,35	2,56	13,05	211	16' 14"		
K	140	235	95	225	115	200	55	100	1165	72	55	7	1,31	2,65	3,18	14,90	203	13' 36"		
L	285	240	80	330	200	170	80	90	1475	72	38	5	1,30	1,85	1,85	10,30	186	18' 03"		
M	140	340	85	370	125	180	70	85	1395	76	50	6	1,52	2,20	2,20	14,10	249	17' 36"		
N	205	380	75	270	130	275	60	85	1480	60	49	6	1,22	2,	2,	12,50	323	25' 48"		
O	140	210	85	330	145	185	130	85	1310	74	54	6	1,37	2,30	2,30	13,90	196	14' 08"		
Total	2110	3930	1345	4375	1995	2450	1390	1305	18900	970	771	103	1,25	30,20	2,21	201,10	3101	15' 24"		1,034,60
Résult.m.ct	70	130	44	145	66	81	46	43	625	32	25,53	3,41	—	—	—	6,65	—	—	34,25	479,26

Tableau n° 5. — Deuxième essai d'explosifs non gainés.

Tours de mines	Durée des travaux en minutes									Nombre de wagonnets chargés	Explosifs consommés		Nombre de chariots par cartouche	Avancement en m.		Forage			Prix de revient		
	Havage	Forage	Minage	Débloc.	Boisage	Chargem. terres	Pose rails, tuyaux, canars, planches	Divers	Total		Cartouches	détos		Total	journalier	Nombre de m. forés	Durée exacte en minutes	Durée en minutes de forage	Explosifs	Main-d'œuvre	Total
C	140	150	75	290	205	200	135	100	1295	65	43	5	1,51	2,05	2,05	11	116	10' 30"	252 × 1,215 = 306,18 41 × 0,95 = 38,95 Total = 345,13 270 × 13,10 = 3,537 36 × 50,55 = 1,819,80 18 × 58,05 = 1,044,90 Total = 6.401,70		
D	60	205	120	415	85	260	25	90	1260	67	50	10	1,34	2,20	2,20	15,50	166	10' 42"			
I	130	175	80	295	175	190	100	115	1260	72	41	6	1,75	2,30	2,30	12	138	11' 30"			
J	90	175	95	490	140	125	30	110	1250	61	40	7	1,52	2,20	2,20	11,70	149	12' 42"			
K	60	105	90	455	130	250	75	85	1250	71	31	4	2,29	2,10	2,10	8,80	95	10' 48"			
L	50	210	115	470	125	180	35	75	1260	62	47	9	1,31	2,25	2,25	15,50	184	11' 48"			
Total	530	1020	570	2415	860	1205	400	575	7575	398	252	41	1,58	13,10	2,18	74,50	848	11' 23"	345,13	6401,70	6.746,83
Par m. ct	40	78	43	184	66	92	31	44	578	30,4	19,24	3,13	—	—	—	5,69	64'42"	—	26,34	488,68	515,02

Tableau n° 6. — Troisième essai d'explosifs non gainés.

Tours de mines	Durée des travaux en minutes									Nombre de wagons chargés	Explosifs consommés			Avancement en m.		Forage				Prix de revient		
	Havage	Forage	Minage	Débloc.	Boisage	Chargem. terres	Pose rails, tuyaux, canars, planches	Divers	Total		Cartouches	détos	Nombre de chariots par cartouche	Total	journalier	Nombre de m. forés	Durée exacte en minutes	Durée en minutes de 1m de forage	Explosifs	Main-d'œuvre	Total	
A	130	200	85	260	180	180	115	110	1260	64	49	7	1,30	2,20	2,20	13,10	152	11' 36"	$\begin{array}{r} 420 \times 1,215 = 510,30 \\ 74 \times 0,95 = 70,30 \\ \hline 580,60 \end{array}$	$\begin{array}{r} 270 \times 15,5 = 4.185 \\ 48 \times 50,55 = 2.426,40 \\ 24 \times 58,05 = 1.393,20 \\ \hline 8.004,60 \end{array}$	8.004,60	
B	110	270	135	370	160	110	20	60	1175	52	52	10	1,14	1,80	1,80	14,75	198	13' 24"				
E	105	175	90	295	210	190	100	105	1270	48	42	7	1,12	1,70	1,70	11,60	144	12' 24"				
F	30	250	170	465	125	105	60	55	1260	65	58	14	1,12	1,90	1,90	18,05	255	14' 10"				
G	75	190	105	300	180	175	155	90	1270	63	51	8	1,23	1,90	1,90	13,55	155	11' 24"				
H	75	155	90	480	120	220	35	85	1260	67	45	7	1,50	2,20	2,20	10,60	157	14' 48"				
M	75	195	120	315	160	205	65	125	1260	67	54	9	1,24	2,10	2,10	13,10	149	11' 18"				
N	75	250	145	415	80	150	50	90	1255	72	69	12	1,04	1,70	1,70	19,05	266	10' 48"				
Total	675	1685	940	2900	1155	1335	600	720	10.010	498	420	74	1,18	15,50	1,94	113,80	1416	12' 26"	580,60	8.004,60	8.585,20	
Par m. ct	43	109	61	187	75	86	39	46	646	32	27,10	4,77	—	—	—	7,34	9' 21"	—	37,45	516,43	553,88	

Tableau n° 7. — Explosifs non comprimés.

Tours de mines	Durée des travaux en minutes									Nombre de wagons chargés	Explosifs consommés			Avancement en m.		Forage			
	Havage	Forage	Minage	Débloc.	Boisage	Chargem. terres	Pose rails, tuyaux, canars, planches	Divers	Total		Cartouches	détos	Nombre de chariots par cartouche	Total	journalier	Nombre de m. forés	Durée exacte en minutes	Durée en minutes de 1m de forage	
1	—	245	155	180	125	120	30	110	1065	58	46	11	1,26	1,20	1,45	13,20	118	8' 54'	
3	—	245	200	530	140	150	105	90	1460	55	63	14	0,87	1,80	1,55	18,20	179	9' 48"	
5	—	255	245	385	40	195	40	90	1250	48	76	17	0,63	1,30	1,30	21,50	222	10' 18"	
7	—	210	165	310	145	65	115	75	1085	40	57	12	0,70	1,10	1,32	16,00	164	10' 12"	
9	—	195	210	380	150	155	50	110	1250	47	62	14	0,75	1,50	1,50	19,55	174	8' 24"	
11	—	200	170	280	105	105	105	75	1040	42	52	11	0,80	1,30	1,56	14,80	138	9' 18"	
13	—	325	255	345	105	225	105	105	1465	75	85	17	0,88	1,70	1,45	27,00	212	9' 18"	
Totaux	—	1675	1400	2510	810	1015	550	655	8615	365	441	96	0,83	9,90	1,45	130,25	1247	9' 36"	
Par m. ct	—	169	142	253	82	102	55	67	870	37	44,3	9,7	—	—	—	13,15	126	—	

Tableau n° 8. — Explosifs comprimés.

Tours de mines	Durée des travaux en minutes							Nombre de wagons chargés	Explosifs consommés		Avancement en m.	Forage		a)		b)		Rapports				
	Havage	Forage	Minage	Déblai.	Boisage	Charçem. terres	Pose rails, tuyaux, canaux, planches		Divers	Total		Nombre de cartouches par cartouche	Total	jour-nalier	Nombre de m. de forç.	Durée exacte en minutes	Durée en minutes de forage		Long. mines non comp.	Long. mines comprises	% en b/a	Compris en %
2	—	230	195	375	75	55	15	115	1060	43	53	15	0,81	1,10	1,32	18,70	174	9'18"	689	434	63%	12%
4	—	180	195	370	215	110	10	90	1170	52	53	13	0,98	1,25	1,25	16,50	147	8'54"	689	408	60	16
6	—	170	225	400	85	125	75	90	1270	50	69	15	0,72	1,30	1,30	23,15	214	9'18"	897	495	55	23
8	—	205	150	260	45	105	15	60	840	42	42	10	1,06	0,90	1,35	13,40	141	10'30"	546	325	60	16
10	—	220	216	270	195	80	185	90	1350	55	58	14	0,95	1,50	1,50	18,55	161	8'42"	754	428	57	20
12	—	225	215	360	195	225	135	100	1455	65	62	14	1,04	1,75	1,50	18,55	177	9'48"	806	469	58	19
14	—	385	270	560	200	150	105	190	1860	76	82	17	0,92	1,80	1,20	28,10	292	10'24"	1066	584	54	24
16	—	290	230	490	225	125	110	215	1685	71	76	16	0,93	1,70	1,28	24,35	226	9'18"	988	513	52	27
18	—	220	185	410	90	165	20	135	1225	40	52	12	0,77	1,20	1,20	16,60	158	9'30"	676	375	55	23
20	—	155	155	375	120	110	240	100	1255	41	52	11	0,78	1,20	1,20	15,85	137	8'12"	676	347	51	28
22	—	260	230	510	175	150	65	105	1495	58	59	15	1,16	1,70	1,45	21,90	201	9'06"	767	423	55	23
Totaux	—	2380	2260	4380	1520	1400	975	1290	14,565	603	658	152	0,91	15,40	1,32	215,65	2028	9'24"	8554	4801	56%	22%
Par m. et	—	169	146	289	105	90	63	84	946	39	42,7	9,9	—	—	—	14	131	—	—	—	—	—

INSTITUT NATIONAL DES MINES,
A FRAMERIES-PATURAGES.
RAPPORT SUR LES TRAVAUX DE 1930.

ANNEXE III.

L'analyse exacte des grisous

NOTE

DE

L. COPPENS,

Docteur en Sciences, Attaché à l'Institut.

INTRODUCTION.

La connaissance de la composition exacte des grisous a toujours revêtu un grand intérêt, toujours accru par les catastrophes successives enregistrées.

Les grisous représentent a priori l'ensemble des termes gazeux auxquels ont donné lieu les réactions complexes, qui, après le recouvrement, ont présidé à l'évolution progressive de la pulpe végétale dont dérive la houille. Bien que le méthane soit le constituant commun et principal, chaque grisou a une composition propre qui est fonction de l'origine et de l'évolution spéciales du charbon qu'il imprègne. La diffusion des gaz légers hors des couches doit d'ailleurs avoir affecté les divers grisous d'une manière différente.

On ne saurait aborder l'analyse de ces gaz naturels par les méthodes ordinaires : celles-ci manquent de précision et de souplesse. Elles peuvent en outre renseigner des constituants qui n'ont pas fait l'objet d'une observation directe; on conclut même parfois, pour les constituants non dosés directement, à la présence de certains, alors qu'il s'agit d'erreurs d'observation inévitables.

La seule façon d'opérer qui puisse donner satisfaction consiste à faire subir au mélange gazeux initial un fractionnement préalable par distillation à basse température. Les différentes fractions obtenues ainsi sont très simples et peuvent être analysées par les procédés habituels. Cette méthode a été appliquée par Lebeau et Damiens (1) à l'étude des mélanges gazeux les plus complexes. L'application des principes de cette méthode au cas des grisous fait l'objet de cette note.

Nous diviserons l'exposé en trois chapitres :

Chapitre I. — Principes de la séparation physique des gaz par distillation fractionnée et adsorption par la silice colloïdale.

Chapitre II. — Prélèvement des échantillons de grisou.

Chapitre III. — Technique expérimentale de l'analyse des grisous par distillation fractionnée.

(1) Voir plus loin.

CHAPITRE I.

Principes de la séparation physique des gaz par distillation fractionnée et adsorption par la silice colloïdale.

L'emploi des basses températures dans le fractionnement des gaz date de 1901 : Ramsay et Travers y recoururent pour la séparation des gaz rares de l'atmosphère. Depuis, le procédé est devenu d'un emploi courant dans la préparation des gaz purs. Dans une belle étude d'ensemble, Lebeau et Damiens (1) ont généralisé le procédé et sont parvenus à l'analyse quasi complète d'un mélange aussi complexe que le gaz d'éclairage. Le chimiste possède désormais un outillage qui lui permet de faire le départ certain entre la plupart des hydrocarbures.

On saisira l'extrême importance de ces travaux en songeant que dans l'analyse des gaz hydrocarbonés par les méthodes ordinaires de la combustion, l'on est inévitablement arrêté dès qu'il s'agit d'un mélange de plus de deux hydrocarbures. Même dans le cas de deux hydrocarbures seulement, la composition qualitative doit être rigoureusement connue.

Nous résumerons les méthodes employées par ces auteurs en décrivant la marche d'une analyse appliquée à un mélange complexe contenant les gaz suivants :

Hydrogène.

Azote.

Oxyde de carbone.

Oxygène.

Méthane, éthane, propane et isobutane.

Ethylène et homologues.

Acétylène et homologues.

Anhydride carbonique et hydrogène sulfuré.

En examinant le tableau des tensions de vapeurs (fig. 1) des différents constituants du mélange complexe, nous pouvons le diviser en deux fractions :

(1) Comptes Rendus Ac. des Sc., t. 156, pp. 144 et 325, *Annales de Chimie*, 1917, 9^e série, t. VIII, pp. 221 à 264.

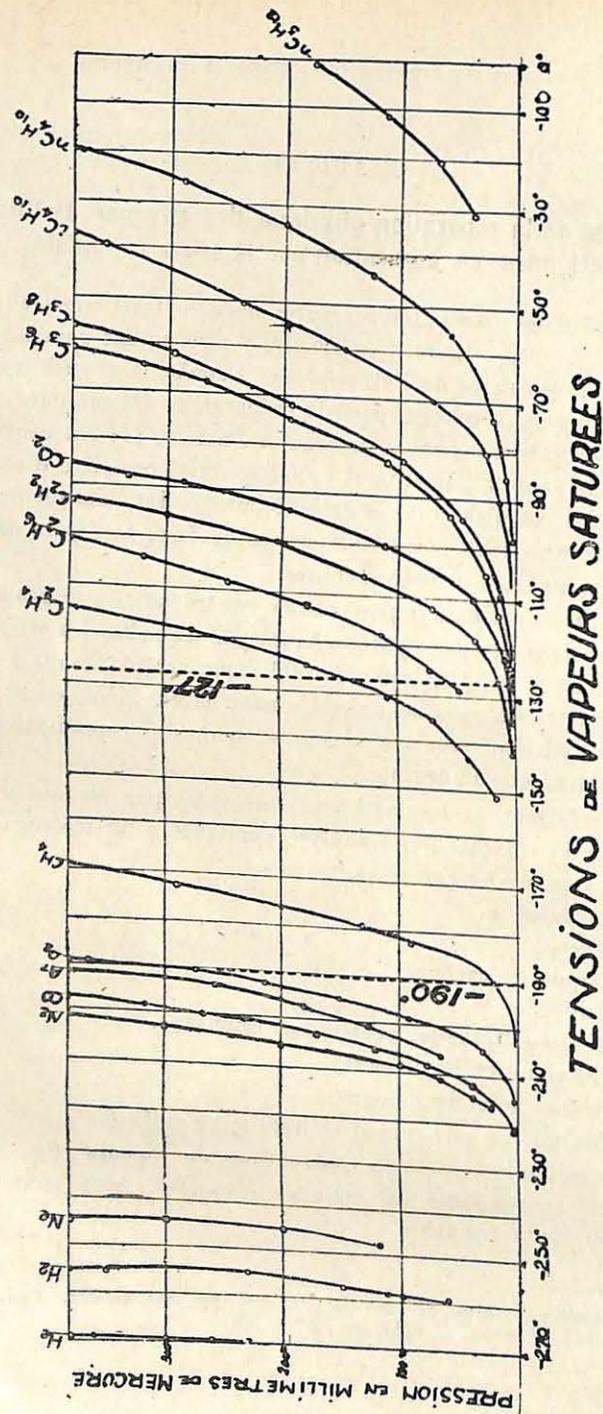


Fig. 1. — Courbe des tensions de vapeurs entre 0° et — 270°.

Fraction A : elle comprend les constituants qui conservent une certaine tension de vapeur à la température d'ébullition de l'air liquide sous pression atmosphérique (— 190° environ) :

Hydrogène.
Azote.
Oxyde de carbone.
Oxygène.
Méthane.

Fraction B : les constituants de cette fraction sont condensés à — 190° et n'ont plus de tension de vapeur à cette température :

Ethane, propane et isobutane.
Éthylène et homologues.
Acétylène et homologues.
Anhydride carbonique et hydrogène sulfuré.

Donc en refroidissant notre mélange à — 190° et en extrayant jusqu'au vide par la pompe à mercure, nous aurons la totalité de la fraction A. En laissant ensuite se réchauffer le condensat, une nouvelle extraction donnera l'ensemble de la fraction B. De cette façon, on réalise une séparation déjà fort précieuse au point de vue analytique. Le tableau suivant montre comment on peut par les moyens ordinaires achever presque complètement l'analyse.

Analyse de la fraction A :

O² : absorbé par le pyrogallate alcalin ;
CO : absorbé par le réactif cuivreux au β naphтол (1) ;
CH⁴, H² : déterminés par une combustion eudiométrique suivie de l'absorption de l'anhydride carbonique ;
N² : déterminé par différence.

Analyse de la fraction B :

CO² + H²S : absorbés par la soude caustique (2) ;

(1) P. LEBEAU et CH. BEDEL, Comptes Rendus Ac. des Sc., 1924, t. 179, n° 2, pp. 108-110.

(2) On peut dans une opération spéciale déterminer l'hydrogène sulfuré par iodométrie. En retranchant la quantité trouvée ainsi de la contraction totale observée par absorption dans la soude, l'on aura l'anhydride carbonique.

C^2H^2 et homologues : absorbés par l'iodo-mercurate alcalin (1);
Homologues de l'éthylène : absorbés par H^2SO^4 à 63 Beaumé (2);

$CH^2 = CH^2$: absorbé par H^2SO^4 à 66 Beaumé activé par 6 grammes de sulfate d'uranyle pour 100 grammes d'acide.

Il reste finalement l'éthane, le propane et le butane.

On peut encore pousser plus loin l'analyse en faisant le départ entre l'éthane, le propane et le butane après une nouvelle séparation. On refroidira le mélange des trois hydrocarbures à -127° , température à laquelle on peut pomper une fraction qui comprend la totalité de l'éthane et une partie du propane. En laissant ensuite le condensat se réchauffer, on pourra extraire le propane restant et l'isobutane. Nous obtenons ainsi deux fractions ne renfermant plus que deux hydrocarbures à la fois. La combustion eudiométrique s'applique donc sans indétermination. Dans la fraction éthane-propane, on aboutit au système d'équations :

$$2,5 x + 3 y = \text{contraction.}$$

$$2 x + 3 y = \text{anhydride carbonique.}$$

où x et y sont les quantités respectives d'éthane et de propane.

Pour la fraction propane-isobutane, on obtient les équations :

$$3 y + 3,5 z = \text{contraction.}$$

$$3 y + 4 z = \text{anhydride carbonique.}$$

y et z étant les quantités de propane et d'isobutane cherchées.

Wollers (3) indique le moyen de faire encore le départ entre les différents hydrocarbures éthyléniques. Dans une première analyse par distillation fractionnée, il détermine les teneurs en méthane, éthane, propane et butane. Au cours d'une seconde opération, il transforme les hydrocarbures éthyléniques en hydrocarbures saturés correspondants par l'action de l'hydrogène en présence de mousse de palladium servant comme catalyseur. En

(1) P. LEBEAU et A. DAMIENS, Comptes Rendus Ac. des Sc., 1913, t. 156, pp. 557-559. Les hydrocarbures éthyléniques sont légèrement solubles dans ce réactif. On peut éviter les corrections soit en extrayant les carbures dissous par le vide à la trompe à mercure, soit en n'employant que la quantité de réactif strictement nécessaire pour l'absorption des carbures acétyléniques.

(2) P. LEBEAU et A. DAMIENS, Annales de Chimie, 1917, 9^e série, t. VIII, pp. 246-248.

(3) G. WOLLERS, Stahl und Eisen, 1922, pp. 1449-1456.

déterminant alors à nouveau par distillation fractionnée et combustions ultérieures les teneurs en éthane, propane et butane, il obtient par différence les teneurs de ces gaz provenant de la réduction des termes éthyléniques correspondants.

Il nous reste à dire un mot de l'emploi simultané de l'adsorption et des basses températures. En faisant varier la température, un des facteurs de l'équilibre d'adsorption, Dewar observa l'augmentation considérable des volumes adsorbés à basse température par le charbon de noix de coco. Depuis, le procédé a été appliqué à la séparation des gaz rares. C'est en se basant sur l'adsorption des gaz à basse température par le gel de silice que Lebeau et Marmasse (1) ont mis au point une méthode permettant de déterminer directement les moindres traces d'hydrogène dans les mélanges gazeux. Il font passer la fraction A sur du gel de silice refroidi à -190° (2). Dans ces conditions, les tensions du méthane, de l'oxygène, de l'azote et de l'oxyde de carbone sont pratiquement nulles et l'on peut extraire l'hydrogène qui, lui, n'est pas fixé (3). On comprend l'intérêt capital de cette méthode au point de vue de la détermination de l'hydrogène dans les grisous.

Etant donné l'importance de l'hydrogène au point de vue de la sécurité (4), sa présence dans les grisous a fait l'objet de nombreuses controverses basées malheureusement sur des résultats d'analyse acquis par des méthodes ne pouvant offrir de garanties sérieuses.

Les uns déduisent la présence de petites quantités d'hydrogène des résultats de la combustion eudiométrique; supposant que le méthane soit en dehors de l'hydrogène le seul gaz combustible présent dans les grisous; on peut affirmer que le procédé manque absolument de précision. Dans l'exemple suivant, nous supposons

(1) P. LEBEAU et P. MARMASSE, Comptes Rendus Ac. des Sc., 1926, t. 182.

(2) La gelée de silice est purgée préalablement d'humidité et de gaz en la chauffant à 150° dans le vide.

(3) On pomperait en même temps l'hélium et le néon si ceux-ci étaient présents dans le gaz à analyser.

(4) On sait l'énorme retard à l'inflammation des mélanges inflammables d'air et de méthane. L'hydrogène, lui, présente un retard à l'inflammation pratiquement nul; sa présence dans les grisous pourrait, à partir de certaines teneurs, diminuer fortement le retard à l'inflammation. Voir à ce propos : Leçons sur le grisou par Enrique Hauser, 1908.

que les résultats de la combustion rapportés à 100 cm³ de grisou soient les suivants :

Contraction observée : 180 cc.

- CO₂ observé : 89,8 cc.

L'écart entre les deux données est du même ordre de grandeur que celui que peut obtenir un opérateur fort soigneux dans l'analyse d'un mélange composé uniquement de méthane et d'azote. De ces données, pourtant, on déduirait la présence de 0,26 % d'hydrogène (1). D'autres enlèvent l'hydrogène soit par combustion fractionnée, soit par absorption au moyen d'une solution colloïdale de palladium. A supposer que la combustion ou l'absorption soient parfaitement sélectives, il reste que l'hydrogène est déterminé par différence et la précision est encore fonction de l'exactitude de deux mesures de volumes nécessairement grands.

Il en est autrement de la méthode de Lebeau et Marmasse : partant de grandes quantités de la fraction A, on « isole » l'hydrogène présent et celui-ci ne peut être souillé que par l'hélium et le néon du grisou. La précision n'est plus fonction que de celle d'une combustion effectuée sur le mélange isolé.

Nous avons tenu à vérifier le degré de précision auquel peut prétendre cette façon d'opérer. Suivant une technique expérimentale que nous décrirons plus loin en détail, nous avons recherché suivant cette méthode la présence d'hydrogène dans un échantillon de 10 litres environ de grisou de la Station d'essais de Frameries. Nous n'avons pu mettre en évidence la moindre trace d'hydrogène. Au degré de précision près de la méthode, ce grisou ne contenait donc pas d'hydrogène. Prélevant alors un certain nombre d'échantillons de grisou de la même bonbonne, nous avons ajouté à chacun d'eux un volume connu d'hydrogène pur, puis nous avons déterminé d'après le même mode opératoire les quantités d'hydrogène ajoutées à chaque échantillon. Le tableau suivant résume les résultats de ce contrôle.

(1) On doit naturellement rejeter les analyses faites sur l'eau. La dissolution dans l'eau de l'acide carbonique amène une augmentation de la contraction et une diminution du taux de CO₂. On est amené à supposer l'existence d'hydrogène alors que le gaz n'en contiendra aucune trace. Il nous est d'avis qu'un examen attentif des méthodes suivies par certains auteurs ferait écarter de nombreux résultats d'hydrogène mentionnés dans la littérature relative au grisou.

Les volumes s'entendent en cm³ et sont calculés secs à 0° et 760 mm de mercure (1)

No de l'essai	Grisou employé	H ₂ introduit	H ₂ retrouvé à l'analyse	Δ	o/o en H ₂ introduit	o/o en H ₂ retrouvé à l'analyse	Δ des o/o
1	1144.5	4.113	4.076	- 037	.3589	.3549	- .0040
2	1463.5	1.472	1.484	+ .012	.1005	.1013	+ .0008
3	1669.0	.574	.552	- .022	.0344	.0331	- .0013
4	1959.9	.391	.390	- .001	.0200	.0199	- .0001

L'examen du tableau montre qu'en travaillant sur deux litres de grisou, on peut garantir les résultats au moins à 2 millièmes pour cent près, dès qu'il s'agit de teneurs de moins de 0,1 %.

CHAPITRE II.

Prélèvement des échantillons de grisou.

Nous avons rencontré de sérieuses difficultés dans le prélèvement des échantillons. La méthode que nous avons adoptée finalement a l'avantage d'être simple; comme nous le verrons, elle est pourtant loin d'être parfaite.

Nous avons insisté ailleurs (2) sur l'intérêt de prélever ce que nous avons convenu d'appeler les « têtes » de dégagement. La chose n'est pas aisée et le mieux que l'on puisse faire est de prélever les gaz se dégagant d'un sondage immédiatement après le forage. Encore rencontre-t-on des difficultés réelles par suite du débit capricieux des sondages. D'autre part, comme nous faisons l'analyse sur des volumes importants de grisou, il ne saurait être question de recueillir l'échantillon par déplacement de mercure.

(1) Les volumes d'hydrogène « introduits » et « retrouvés » ont été mesurés avec de petites burettes divisées en cinquantièmes de centimètres cubes pouvant donc donner facilement par évaluation le centième de centimètre cube. Dans les réductions à 0° et 760 millimètres, nous avons pourtant retenu la troisième décimale afin de ne pas trop arrondir les chiffres dans les calculs.

(2) Voir note sur l'adsorption des gaz.

Pour le même motif, l'emploi de tubes scellés (1) vidés préalablement au laboratoire, n'est pas à envisager non plus.

Dans leur étude sur les gaz rares des grisous, Ch. Moureu et Ad. Lepape (2) faisaient le prélèvement des échantillons en laissant le grisou des sondages se dégager à travers plusieurs bouteilles de cinq litres accouplées en série. Le remplacement complet de l'air des bouteilles par le grisou demandait un temps forcément très long. Le procédé ne peut donc être appliqué dans le cas de sondages à faible débit. Dans beaucoup de ceux-ci d'ailleurs, le dégagement cesse après un temps souvent très court (3). De toutes façons, on ne saurait recueillir ainsi les premiers gaz du sondage.

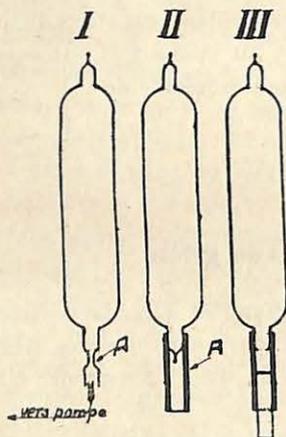


Fig. 2. — Ampoules pour prélèvements de gaz.

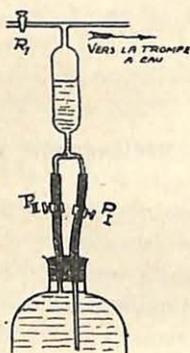


Fig. 4. — Dispositif utilisé pour priver l'eau de tout gaz dissout.

(1) Ce mode de prélèvement est avantageusement employé dans d'autres cas. On vide à la pompe à mercure de petits récipients en verre représentés par la figure 2. On les ferme ensuite au chalumeau à l'étranglement A et on y adapte un petit tuyau en caoutchouc (II fig. 2). A l'endroit du prélèvement, on casse simplement la pointe en appuyant sur le caoutchouc à l'endroit A et on ferme aussitôt, par un morceau de baguette de verre (III fig. 2). Cette façon d'opérer convient parfaitement pour le prélèvement de l'air des chantiers et rendrait possible, dans certains cas du moins, le prélèvement presque immédiat des gaz dégagés lors de certains accidents.

(2) *Annales de Chimie*, 1916, 9^e série, t. V, p. 8.

(3) Ce motif nous a fait abandonner cette manière d'effectuer le prélèvement qu'au début nous avons essayée à plusieurs reprises.

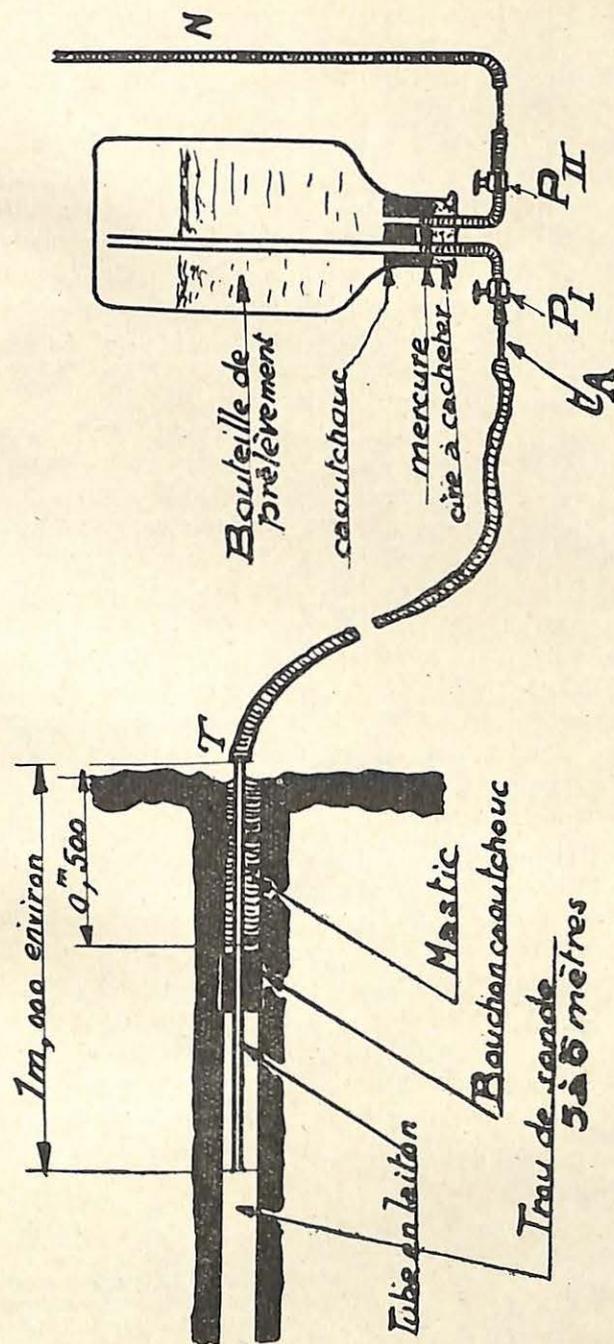


Fig. 3. — Dispositif de prélèvement du grisou.

Après plusieurs essais, nous avons finalement adopté le mode de prélèvement suivant :

On pratique dans la couche un sondage de 5 à 6 mètres de profondeur (fig. 3) — celle-ci pourtant est souvent difficile à atteindre par suite de l'éboulement des parois qui se produit dans le sondage même; — on introduit alors dans celui-ci un tube en laiton d'une longueur d'un mètre environ et on le maintient en place au moyen d'un bouchon en caoutchouc qu'on glisse jusqu'à environ 50 centimètres de l'entrée du sondage. On mastique alors soigneusement l'entrée à partir du bouchon et au moyen d'un tuyau en caoutchouc on relie l'extrémité T du tube en laiton à la bouteille de prélèvement. Celle-ci d'une capacité de cinq litres est disposée comme le montre la figure 3. Elle arrive à la mine remplie d'eau distillée que l'on a privée de gaz dissous par ébullition dans la bouteille même (1). Nous avons supprimé l'emploi de robinets qui s'ouvrent et se brisent facilement durant le transport et nous assurons la fermeture au moyen de tubes en caoutchouc à parois renforcées que serrent les pinces P_1 et P_2 . Ils sont engagés dans le goulot de la bouteille comme l'indique la figure 1. Une fermeture à mercure assure l'étanchéité à cet endroit. Avant de relier à la bouteille de prélèvement le tuyau en caoutchouc venant du sondage, il faut encore chasser l'air de l'extrémité ta de la bouteille en remplissant celle-ci d'eau. On peut alors raccorder et ouvrir la pince P_1 . Ensuite, en maintenant l'extrémité du tube de niveau N au-dessus du niveau de l'eau dans la bouteille, on ouvre la pince P_2 . Le grisou pénètre alors dans la bouteille en chassant l'eau par le tube de niveau dont l'extrémité libre est toujours maintenu un peu au-dessus du niveau de l'eau dans la bouteille. Le prélèvement se fait ainsi avec une légère surpression qui évite toute rentrée d'air dans le trou de sonde. Quand l'eau est complètement évacuée, on ferme successivement les pinces P_2 et P_1 . La bouteille est alors renvoyée à notre laboratoire

(1) On relie la bouteille à une bonne trompe à eau suivant la disposition de la figure 4. Si l'eau dans la bouteille a une température légèrement supérieure à celle de la canalisation qui alimente la trompe, on peut facilement, en peu de temps, se débarrasser par ébullition des gaz dissous dans l'eau. A la fin de l'opération, on ouvre simplement le robinet R1 et on ferme aussitôt les pinces (P_1 et P_{11}).

où le gaz est immédiatement transvasé dans des flacons conservés sur le mercure (1).

Un inconvénient de cette méthode est la dissolution d'une partie de l'anhydride carbonique dans l'eau de la bouteille pendant le prélèvement même. Malgré la durée peu longue de l'opération (2) et les faibles pressions partielles de l'anhydride carbonique dans les grisous (3), les erreurs dues à la dissolution ne sont pas négligeables. Le contrôle suivant donne une idée de l'ordre de grandeur de ces erreurs. Nous avons effectué un prélèvement à une bonbonne de grisou comprimé en observant exactement les indications précédentes. Puis nous avons déterminé la teneur en anhydride carbonique :

1° du grisou de la bonbonne;

2° du grisou de la bouteille de prélèvement.

Voici les résultats de ce contrôle :

Durée du prélèvement : 10 minutes;

Teneur en CO_2 du grisou de la bonbonne : 4,23 %;

Teneur en CO_2 du grisou de la bouteille de prélèvem. : 4,07 %;

Différence : 0,16 % (4).

Pour une pression partielle de l'anhydride carbonique correspondant à 4,23 %, l'erreur est donc loin d'être négligeable. Comme la pression partielle de l'anhydride carbonique dans les grisous de sondage (5) est beaucoup plus faible, l'erreur commise le sera également, mais restera toujours supérieure aux erreurs d'analyse.

(1) Souvent le débit du sondage est insuffisant et il faut recueillir le grisou par légère aspiration. Le mode opératoire est le même. Il suffit alors de raccorder le tube N à un flacon de niveau et garder le niveau d'eau dans celui-ci légèrement plus bas que celui de la bouteille de prélèvement. Une fois le flacon rempli de gaz, il suffit de fermer la pince du côté sondage et de relever un peu le flacon de niveau pour donner une pression de quelques centimètres d'eau au gaz avant de fermer la seconde pince. Ceci évite toute rentrée d'air dans le flacon pendant le transport.

(2) La durée du prélèvement variable avec le débit du sondage est de 15 minutes en moyenne. L'équilibre de dissolution est donc loin d'être atteint.

(3) La teneur maxima en anhydride carbonique que nous avons rencontrée jusqu'ici dans les grisous de sondages est de 1,4 %.

(4) L'erreur possible dans ces déterminations de l'anhydride carbonique peut être estimée à plus ou moins 0,015 %.

(5) Du moins ceux examinés jusqu'ici.

Les résultats pour l'anhydride carbonique seront donc légèrement trop faibles (1).

Une autre cause d'erreurs pouvait être introduite par suite de la diffusion des gaz légers à travers les tubes en caoutchouc qui ferment la bouteille. Cette diffusion pourtant n'est pas sensible, même après les deux ou trois jours que demande parfois le transport. Nous avons fait le contrôle en considérant le cas de l'hydrogène (2). Une bouteille d'une capacité de 500 cm³ était garnie du même dispositif de fermeture que les bouteilles de prélèvement. Nous l'avons remplie de grisou, additionné d'un peu d'hydrogène. Des échantillons prélevés à plusieurs intervalles de temps nous ont donné les teneurs suivantes en hydrogène.

Echantillon prélevé après

0 heures	H ² = 1,48 %
16 heures	H ² = 1,48 %
31 heures	H ² = 1,46 %
65 heures	H ² = 1,43 %
90 heures	H ² = 1,40 % (3)

La perte par diffusion peut donc être négligée pour les faibles teneurs en hydrogène (4).

La méthode de prélèvement que nous venons de décrire présente donc l'inconvénient de fausser légèrement les résultats pour l'anhydride carbonique. Elle permet par contre de prélever les premiers gaz dégagés par les sondages; elle est en outre d'une application facile.

(1) Dans le cas de grisous riches en anhydride carbonique, il faudrait évidemment saturer l'eau par le grisou même. Avant d'effectuer le prélèvement, il faudrait laisser barboter le gaz pendant une heure ou deux à travers la bouteille.

(2) L'hydrogène est le plus léger des gaz et possède par suite la plus grande vitesse de diffusion :

$$\frac{v}{v_1} = \sqrt{\frac{d_1}{d}}$$

(3) Ces déterminations ont été faites comme il sera dit plus loin; elles peuvent être considérées exactes à plus ou moins 0,015 % près.

(4) La teneur maxima que nous avons rencontrée jusqu'ici est de 0,133 %.

CHAPITRE III.

Technique expérimentale de l'analyse des grisous par distillation fractionnée.

L'analyse d'un grisou telle que nous la pratiquons comporte d'abord le fractionnement et l'analyse d'un échantillon de deux à trois cents centimètres cubes (§ 1). Cette première analyse ne saurait évidemment donner une grande précision dans la détermination des petites quantités d'hydrogène et des hydrocarbures autres que le méthane. Nous isolons ceux-ci d'un échantillon de deux litres environ de grisou (§ 2). Dans ces conditions, nous obtenons un volume suffisant d'hydrocarbures pour faire le fractionnement ultérieur de ceux-ci (§ 3) et la détermination de l'hydrogène, peut atteindre une très grande précision.

§ 1. — *Fractionnement et analyse d'un échantillon de deux à trois cents centimètres cubes.*

a) Description de l'appareil (fig. 5) :

L'appareil employé est des plus simples et ne s'écarte de celui de Lebeau et Damiens que par quelques détails.

Il comprend :

- une cloche à mercure C munie d'un robinet R₁ et d'une boule à chicane;
- deux tubes à P₂ O₅;
- un condenseur K;
- deux tubes manométriques M₁ et M₂;
- une trompe à mercure T.

Les parties recourbées des canalisations (D₁ et D₂) donnent une certaine élasticité à l'ensemble.

b) Préparation de l'appareil :

La cloche C étant remplie de mercure, on ferme le robinet R₁ et on vide complètement l'appareil par la trompe T. Le robinet R₂ du tube manométrique M₂ est resté ouvert pendant cette opération. Quand l'appareil est sous vide, on ferme R₂; ainsi le tube M₂ fonctionnera comme baromètre et l'on n'aura qu'à retrancher de la hauteur du mercure de M₂ celle de M₁ pour avoir à chaque moment la pression dans l'appareil.

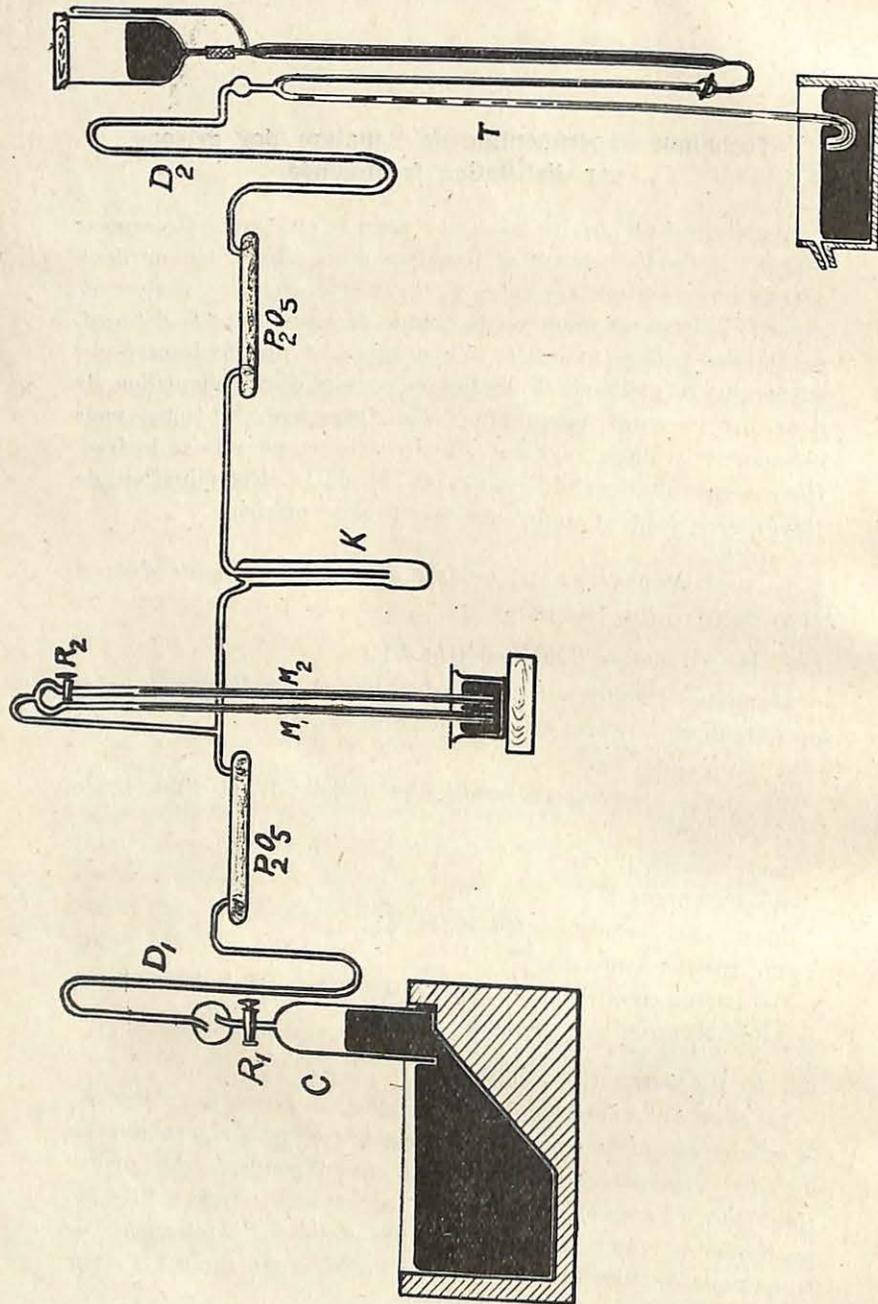


Fig. 5. — Appareil utilisé pour le fractionnement et l'analyse d'un échantillon de 200 à 300 centimètres cubes.

c) Marche du fractionnement :

On refroidit le condenseur par l'air liquide contenu dans un vase de Dewar et on introduit lentement l'échantillon de grisou qu'on a d'abord transvasé dans la cloche C. La pression dans l'appareil diminue progressivement du fait de la condensation. On peut activer celle-ci en faisant circuler plusieurs fois les gaz à travers le condenseur. A cet effet, on pompe les gaz non encore condensés et on les fait repasser dans la cloche C et de là dans l'appareil. Au bout d'un certain temps, la condensation s'est achevée et la pression reste stationnaire. A ce moment, tout en maintenant le condenseur dans l'air liquide, on pompe jusqu'au vide. On obtient ainsi une fraction A qui comprend :

- le méthane ;
- l'oxygène ;
- l'oxyde de carbone ;
- l'azote ;
- l'hydrogène et les gaz rares.

Vers la fin de l'extraction, celle-ci se fait péniblement du fait que les dernières traces de méthane sont énergiquement retenues par les autres hydrocarbures condensés. On peut abrégé de beaucoup l'extraction en laissant le condensat se volatiliser. Après avoir recondensé ensuite, on peut extraire sans peine les dernières traces de méthane.

On peut maintenant laisser revenir le condenseur à la température ordinaire et l'on extrait ainsi une fraction B comprenant les hydrocarbures autres que le méthane, l'anhydride carbonique et éventuellement les traces d'hydrogène sulfuré.

On peut alors achever l'analyse comme nous l'avons vu plus haut. Nous verrons au § 3 de ce chapitre comment on réalise le fractionnement des hydrocarbures saturés supérieurs. Le volume de ceux-ci recueilli dans la présente analyse est pourtant dans le cas de beaucoup de grisous insuffisant pour permettre un fractionnement sérieux. Le dosage de l'hydrogène manquerait en tout cas de précision. Aussi nous ne retenons de cette analyse que les résultats qui sont renseignés dans le tableau suivant qui se rattache à l'analyse d'un échantillon de grisou de la Station d'essais de Frameries prélevé le 5 juillet 1929.

Composition % en volume du grisou		
	Analyse I	Analyse II
H ₂	non dosé	non dosé
N ₂	20.85	id.
CO	absence	id.
O ₂	0.65	id.
CH ₄	76.00	id.
C _n H _{2n} + 2	0.12 (1)	0.13
C _n H _{2n}	absence	absence
C _n H _{2n} - 2	id.	id.
CO ₂	2.35	2.35

§ 2. — *Isolement de l'hydrogène et des hydrocarbures autres que le méthane.*

L'unique but de l'opération est d'isoler l'hydrogène et les hydrocarbures étrangers en partant d'un échantillon de deux à trois litres de grisou. On néglige donc entièrement les autres gaz, à l'exception du méthane que nous recueillons le plus souvent en vue d'autres expériences.

a) Description de l'appareil (fig. 6) :

Celui-ci comprend en premier un circuit fermé sur lequel on rencontre successivement :

- la chambre barométrique A ;
- le robinet R₃ ;
- un tube contenant une couche du mélange (CaO + NaOH) ;
- un tube à P₂ O₅ ;
- le robinet R₅ ;
- les condenseurs C₁ et C₂ ;
- les tubes manométriques M₁ et M₂ ;
- les robinets R₆ et R₇, entre lesquels se trouve branchée une trompe d'extraction P₁ ;
- une trompe P₂ qui pompe les gaz dans la chambre barométrique A et fait office de pompe de circulation du circuit.

(1) Les 0,12 % d'hydrocarbures saturés supérieurs sont de l'éthane ainsi que nous l'a montré une analyse faite sur un échantillon de deux litres.

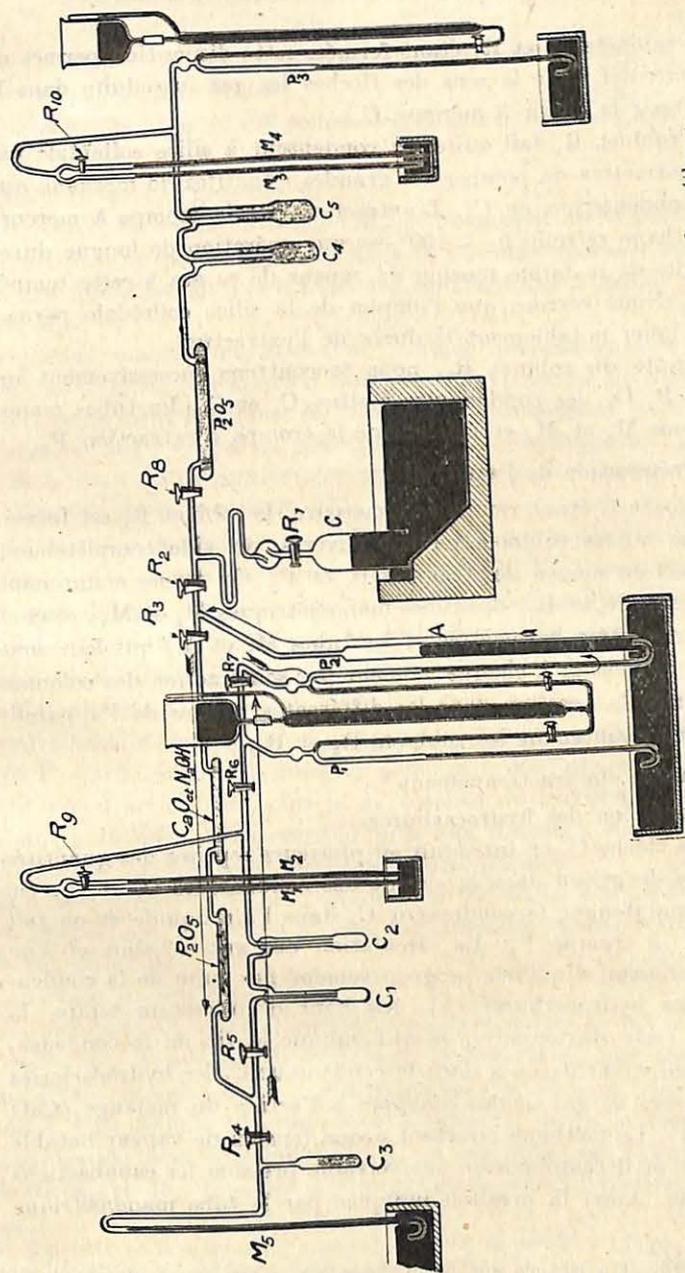


Fig. 6. — Appareil utilisé pour l'isolement de l'hydrogène et des hydrocarbures autres que le méthane, ainsi que pour la mesure de leur teneur en hydrogène.

Les robinets R_8 et R_4 étant fermés, cette disposition permet de faire circuler dans le sens des flèches les gaz introduits dans le circuit par la cloche à mercure C.

Au robinet R_4 fait suite un condenseur à silice colloïdale qui nous permettra de pomper les grandes quantités de méthane que nous condenserons en C_2 . L'extraction par la trompe à mercure du méthane refroidi à -190° est une opération de longue durée par suite de la faible tension de vapeur de ce gaz à cette température. Nous verrons que l'emploi de la silice colloïdale permet de diminuer notablement la durée de l'extraction.

A droite du robinet R_8 , nous rencontrons successivement un tube à $P_2 O_5$, les condenseurs à silice C_4 et C_5 , les tubes manométriques M_3 et M_4 et finalement la trompe d'extraction P_3 .

b) Préparation de l'appareil :

La cloche C étant remplie de mercure, le robinet R_1 est fermé. Tous les autres robinets restant ouverts, on vide complètement l'appareil au moyen des trompes P_1 et P_3 . On ferme maintenant les robinets R_9 et R_{10} , des tubes manométriques M_2 et M_4 ; ceux-ci serviront comme baromètres et les tubes M_1 et M_3 qui leur sont accolés donneront à chaque moment par soustraction des colonnes de mercure la pression dans les différentes parties de l'appareil. On ferme maintenant les robinets R_8 et R_4 .

c) Marche du fractionnement :

Condensation des hydrocarbures.

Par la cloche C, on introduit en plusieurs reprises des quantités mesurées de grisou dans le circuit des condenseurs C_1 et C_2 . On plonge maintenant le condenseur C_2 dans l'air liquide et on fait marcher la trompe P_2 . La circulation des gaz s'établit et l'on voit la pression diminuer progressivement par suite de la condensation des hydrocarbures (1). Au bout d'un certain temps, la pression reste stationnaire, ce qui indique la fin de la condensation. A ce moment, on a dans le condenseur C_2 les hydrocarbures et les traces de gaz acides échappés à l'action du mélange (CaO + NaOH). Le méthane pourtant a une tension de vapeur notable à -190° et il remplit avec une certaine pression les canalisations du circuit. Aussi la pression indiquée par le tube manométrique

(1) Au fur et à mesure que la condensation se fait, on peut introduire de nouvelles quantités de grisou jusqu'à concurrence de deux litres environ.

M_1 est la somme de la pression des gaz non condensés et de la tension de vapeur du méthane.

Nous pouvons maintenant commencer l'extraction de l'hydrogène.

Extraction de l'hydrogène.

A cet effet, on ferme le robinet R_6 et au moyen de la pompe de circulation, on pompe d'abord dans la chambre barométrique A les gaz que contient l'ensemble des canalisations à droite du robinet R_6 .

On plonge maintenant dans l'air liquide les condenseurs à silice C_4 et C_5 et on fait marcher la trompe d'extraction P_3 . Alors on ouvre légèrement le robinet R_8 : les gaz non condensés à -190° sont aussitôt adsorbés par la silice, tandis que l'hydrogène, l'hélium et le néon qu'ils contiennent sont pompés dans l'éprouvette (non figurée) de la pompe P_3 (1).

Pendant cette opération, on ouvre et ferme alternativement le robinet R_8 . On peut ainsi suivre au manomètre M_1 l'évacuation progressive des gaz non condensables du circuit des condenseurs C_1 et C_2 . La pression indiquée par M_1 diminue progressivement et au bout d'un certain temps, elle reste stationnaire et correspond alors à la tension de vapeur du méthane. A ce moment, on ferme définitivement le robinet R_8 et en pompant jusqu'au vide par la pompe P_3 qui a continué à marcher pendant toute l'opération, on obtient une fraction qui contient la totalité de l'hydrogène, de l'hélium et du néon. Nous verrons plus loin comment on rectifie cette fraction que souillent encore des traces d'azote.

On enlève maintenant l'air liquide sous les condenseurs à silice et on évacue par la pompe P_3 les gaz adsorbés. Cette fraction n'est pas recueillie.

Extraction du méthane :

Le condenseur C_2 contient encore la majeure partie du méthane, la totalité des autres hydrocarbures et des traces de gaz acides. Il nous faut d'abord enlever complètement le méthane. On refroidit à l'air liquide le condenseur à silice C_3 et on le met en communication avec le condenseur C_2 ; à cet effet, on ouvre les robinets R_4 et R_5 , tous les autres robinets restant fermés. La

(1) Pendant cette opération, l'adsorption par la silice provoque une évaporation active du méthane dans le condenseur C_2 . Nous refroidissons alors par l'air liquide le condenseur C_1 qui arrête les traces d'hydrocarbures supérieurs qui pourraient être entraînés.

silice se sature rapidement de méthane (1); aussi la pression indiquée par le manomètre M_1 , après avoir diminué fortement du fait de l'adsorption énergique du méthane, reprend la valeur correspondante à la tension de vapeur de ce gaz dès que la silice est saturée. On ferme alors le robinet R_4 et on laisse la silice revenir à la température ordinaire. Le méthane adsorbé se dégage et passe par le tube M_5 . Là on peut le recueillir dans des éprouvettes; il est tout à fait pur. On répète plusieurs fois cette opération et au bout d'une heure à peine on a extrait la presque totalité du méthane. Les dernières quantités sont pompées par la pompe P_3 après avoir fermé le robinet R_5 . A la fin de cette opération, on facilite l'extraction des dernières traces de méthane en laissant le condensat se volatiliser et en recondensant aussitôt comme il a été dit au paragraphe précédent. On peut maintenant commencer l'extraction des hydrocarbures autres que le méthane.

Extraction des hydrocarbures autres que le méthane :

A cet effet, on laisse le condensat de C_2 revenir à la température ordinaire et on pompe jusqu'au vide par la trompe P_1 . La fraction obtenue ainsi est débarrassée successivement des traces de gaz acides, des hydrocarbures acétyléniques, des homologues de l'éthylène et finalement de l'éthylène. Le résidu comprend uniquement les homologues du méthane qu'on sépare comme nous le verrons au § 3 de ce chapitre. Il arrive parfois que le volume d'hydrocarbures obtenu ici soit légèrement inférieur à celui déterminé par le fractionnement de 200 cm³ (§1 de ce chapitre). Cette légère différence peut provenir du fait que des traces d'hydrocarbures autres que le méthane peuvent être entraînés avec celui-ci quand pour l'extraction de ce gaz nous mettons le condenseur C_2 en communication avec la silice refroidie du condenseur C_3 . Par suite du vide avancé que provoque la silice, l'ébullition du méthane devient violente dans le condenseur C_2 et des traces d'hydrocarbures entraînées avec le méthane parviennent encore à échapper à la condensation dans le condenseur C_1 pourtant re-

(1) Pendant cette opération, il est indispensable de refroidir aussi le condenseur C_1

foidi à — 190°. Malgré les faibles écarts (1), nous retenons au point de vue quantitatif le volume obtenu lors du fractionnement de 200 cm³ et les homologues du méthane isolés en partant de 2 litres de grisou sont uniquement destinés au fractionnement ultérieur qui permettra de décider de la nature de ces homologues.

Rectification de la fraction $H^2 - He - Ne$:

Cette fraction que nous avons isolée plus haut a un très faible volume (4 cm³ tout au plus). Elle est encore souillée par des traces d'azote qui ont pu échapper à la première condensation sur la silice. Nous rectifions cette fraction dans le même appareil soigneusement vidé au cours des opérations précédentes. A cet effet, tous les robinets (sauf R_8) étant fermés, on place les condenseurs C_4 et C_5 dans l'air liquide et on fait marcher la trompe P_3 . La fraction à rectifier, transvasée dans la cloche C , est maintenant introduite dans l'appareil bulle par bulle. De cette façon la condensation de l'azote est complète et seuls l'hélium, l'hydrogène et le néon sont pompés par la trompe. Dans cette fraction rectifiée, on détermine maintenant l'hydrogène par une combustion eudiométrique (2) et on obtient par différence une fraction contenant tout l'hélium et probablement tout le néon (3).

(1) Les écarts sont minimes comme le montre le tableau suivant qui se rapporte aux fractionnements de trois échantillons de grisou recueillis à un même sondage (Wériser) à des intervalles de temps différents :

	% C_nH_{2n+2} obtenus par le fractionnement de 200 cm ³ (chap. III, § 1)	% de C_nH_{2n+2} obtenus par le fractionnement de 2 litres (chap. III, § 2)
Echantillon I	,19 %	,190 %
Echantillon II	,20 %	,193 %
Echantillon III	,21 %	,175 %

(2) Si la teneur de l'hydrogène est très faible dans le mélange, celui-ci sera en-dessous de la limite inférieure d'inflammabilité et pour obtenir l'explosion, il faudra, par une légère addition de gaz tonnant, le ramener au-dessus de cette limite.

(3) P. Lebeau et P. Marmasse ont montré que les tensions du CH_4 , du CO , de l' O_2 et de l'argon condensés sur la silice sont insignifiantes et que pour le passage de 1 litre d'hydrogène, l'entraînement de ces gaz condensés est nul (0,01 cm³ pour l'azote). Seuls l'hélium et l'hydrogène ne sont pas fixés. Aucun essai n'a été fait avec le néon (Comptes Rendus Acad. Sciences, 1926, 1^{er} semestre, t. 182, n° 18).

La courbe des tensions de vapeur du néon est pourtant tellement voisine de celle de l'hydrogène que nous pensons pouvoir considérer le résidu de la combustion de l'hydrogène comme comprenant aussi le néon.

§ 3. — *Séparation des homologues du méthane :*

Dans tous les grisous que nous avons examinés jusqu'ici, le seul hydrocarbure « étranger » était l'éthane. Aussi, après avoir éliminé de la partie condensée à -190° les gaz acides et après avoir vérifié l'absence des séries non saturées, on pourrait se contenter des données de la combustion endiométrique faite sur le résidu. Celles-ci ne permettent pourtant pas de conclure avec certitude à l'absence totale d'autres hydrocarbures saturés que l'éthane.

Voici par exemple les résultats d'une de ces combustions :

Pris du condensé à -190° (débarrassé de CO_2 et des non saturés) : $0,95 \text{ cm}^3$;

Contraction observée : 2,41; théorie pour C^2H^6 : 2,38;

Anhydride carb. observé : 1,90; théorie pour C^2H^6 : 1,90;

$$\frac{\text{contraction } 2,41}{\text{CO}_2 \quad 1,90} = \frac{2,41}{1,90} = 1,268 \text{ au lieu de } 1,25.$$

Certes, les écarts sont de l'ordre de grandeur des erreurs d'observation, mais les résultats ne permettent pas de conclure à l'absence complète de traces d'homologues supérieurs. Le volume d'hydrocarbures isolé en partant de 2 litres de grisou est assez conséquent et le fractionnement de celui-ci nous permettra de conclure avec certitude, cette fois-ci, à l'absence complète d'homologues supérieurs à l'éthane.

Le fractionnement est des plus simples et se fait au moyen de l'appareil décrit au § 1 de ce chapitre. Le mélange à fractionner, débarrassé soigneusement de toute trace de méthane, est mis dans la cloche C et le condenseur est refroidi à -140° . On admet maintenant bulle par bulle le mélange à fractionner. Quand tout le gaz a été introduit et condensé, on laisse revenir très lentement le condenseur à -127° , température que l'on maintient constante; on obtient ainsi, en pompant continuellement, tout l'éthane et une partie du propane. En laissant maintenant revenir le condenseur à -90° , on peut pomper le propane restant et le butane. En réchauffant ensuite le condenseur à la température ordinaire, on obtiendrait les hydrocarbures supérieurs aux butanes (1). On voit, en ne considérant que l'éthane, le propane et butane, que

(1) Ceux-ci se condenseraient dans la trompe pendant l'extraction.

le fractionnement les groupe deux par deux, ce qui permet d'appliquer la combustion sans indétermination aucune. Nous avons appliqué ce fractionnement à presque tous les grisous examinés. Dans aucun cas, il ne restait trace de gaz dans l'appareil une fois qu'on était arrivé à -127° . Ceci permet de serrer les conclusions : si les résultats de la combustion eudiométrique pour les homologues du méthane ne donnent pas tout à fait les valeurs théoriques de l'éthane, cela est du ou bien à des erreurs d'observation inévitables, ou bien à des traces de propane, négligeables tant au point de vue théorique que pratique.

Les températures intermédiaires de -140° à -90° sont facilement réalisées. On se sert d'un cylindre en aluminium percé de trois trous (1) (fig. 7). Dans le premier, on place le conden-

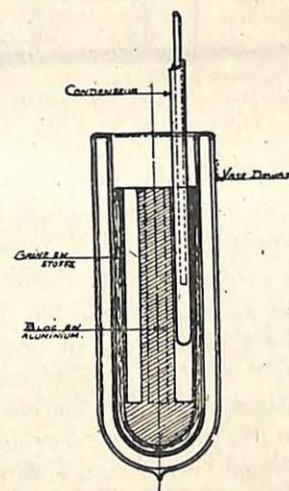


Fig. 7. — Bloc d'aluminium utilisé pour obtenir les températures de -90° à -140° .

seur, le second reçoit l'appareil thermométrique et dans le troisième, on verse l'air liquide qui sert à refroidir le bloc. Le cylindre entouré d'une gaine d'étoffe est placé dans un vase Dewar. La faible chaleur spécifique et la grande conductibilité thermique de l'aluminium aux basses températures rendent le thermostat très maniable. En réglant convenablement l'arrivée de l'air liquide, on réalise facilement les températures nécessaires au fraction-

(1) A. Stock, B. 53, s. 751, 1920.

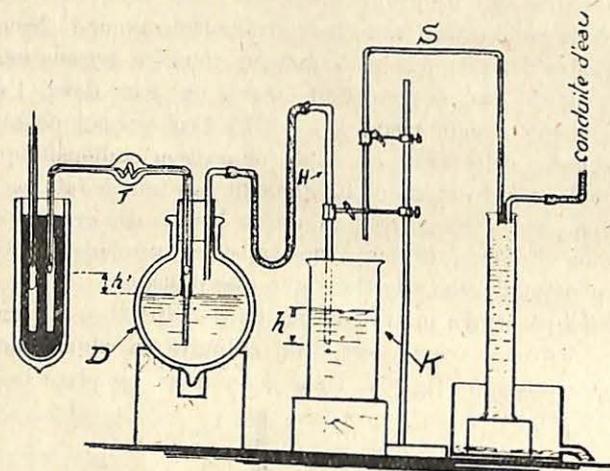


Fig. 8. — Appareil pour réaliser les températures intermédiaires de -140° à -90° .

nement. Un moyen bien simple de régler cette arrivée est décrit par F. Henning (1) (fig. 8). L'air liquide contenu dans le vase de Dewar D est poussé par la pression de sa propre vapeur dans un tube T à double parois (vidé et argenté) qui débouche dans un des trous du bloc en aluminium. Là l'air liquide s'évapore en le refroidissant. La pression sur l'air liquide dans D peut être réglée par la hauteur h de l'eau dans le vase K. Si l'on change cette hauteur en déplaçant le tube H, on modifie aussi la pression dans le vase D et ainsi la vitesse de l'écoulement de l'air liquide. Du fait de cet écoulement, la différence de niveau h' s'accroît. Il faudra donc augmenter en conséquence la hauteur h par l'eau s'écoulant d'un siphon capillaire réglable (S). Du fait de l'imperfection encore réelle de l'isolement thermique du vase, il s'évapore continuellement de l'air liquide qui peut, quand sa pression dépasse celle de la colonne d'eau h , s'échapper par le tube H. Le réglage du débit dépend donc de la hauteur h . Comme celle-ci pour un débit constant d'air liquide doit augmenter avec h' , c'est en dernière analyse la position du siphon capillaire S qui règle ce débit. Le réchauffement du thermostat peut se faire en aspi-

(1) *Zeitschr. f. Instrumentenkunde*, 33-35 (1913).

rant de l'air à travers le trou qui sert au refroidissement par l'air liquide. On se sert à cet effet d'une trompe à eau. En réglant l'aspiration de celle-ci, on peut réchauffer plus ou moins rapidement le cylindre.

La lecture des températures peut se faire à l'aide d'une pince thermo-électrique. On obtient pourtant une bien plus grande précision en employant un thermomètre à tension de vapeur (1). Le principe de ces thermomètres est fort simple : on mesure à la température considérée la tension de vapeur d'un gaz pur, liquide ou solide à cette température. Connaissant la tension de vapeur, on peut déduire la température à l'aide de la courbe des tensions de vapeur du gaz employé. Ces thermomètres sont fort commodes, mais ne peuvent servir que pour une gamme de températures peu étendue. Comme gaz thermométrique pour les températures aux environs de -127° , nous avons employé l'éthane.

RESUME.

Nous avons décrit une méthode d'analyse exacte des grisous. Celle-ci est basée sur le fractionnement préalable du mélange complexe par distillation à basse température. Appliquée à l'examen d'un grand volume de grisou, cette méthode permet d'atteindre une grande précision dans la détermination de l'hydrogène et des hydrocarbures autres que le méthane. Etant donné les nombreuses controverses auxquelles a donné lieu la présence d'hydrogène dans les grisous, nous avons soumis à plusieurs contrôles la sensibilité des déterminations de l'hydrogène. Ceux-ci nous ont montré qu'une grande précision peut être atteinte. Ces méthodes sont employées dans les laboratoires de l'Institut National des Mines pour l'étude des grisous belges.

Pâturages, le 15 mars 1931.

(1) *Stock und Nielsen*. B. 39. s. 2066 (1906).

Considérations sur l'adsorption du grisou par les houilles

Le gisement du grisou dans les couches de houille

NOTE

DE

L. COPPENS,

Docteur en Sciences — Attaché à l'Institut

Nous signalerons dans cette note quelques observations de laboratoire qui sont en relation étroite avec le gisement du grisou. Nous décrirons en détail la théorie que ces observations tendent à faire admettre. A la lumière de celle-ci nous analyserons le mécanisme du dégagement du grisou. Nous verrons que des données expérimentales justifient les conclusions de cette analyse. Nous diviserons l'exposé comme suit :

- A. *L'espace libre des charbons.*
 - B. *L'adsorption des gaz par les parois inertes.*
 - C. *Le gisement du grisou et la théorie de l'adsorption.*
 - D. *Analyse théorique du dégagement du grisou.*
 - E. *Vérification expérimentale.*
- Résumé et conclusions.

A. — L'espace libre des charbons.

Si l'on se rapporte à l'examen microscopique des charbons, on arrive à la conclusion que l'espace libre dans ceux-ci doit être infime. Il se limite aux fentes de retrait, visibles, des matières colloïdales desséchées et évoluées qui forment la pâte fondamentale de la roche et aux vides que peuvent offrir les éléments figurés dont la structure cellulaire semble encore conservée. Ces cellules sont d'ailleurs souvent remplies par la pâte fondamentale. A ce volume, il y a lieu d'ajouter les vides sub-microscopiques : nous entendons par là les vides qu'ont laissés entre elles en précipitant dans la lagune houillère les particules matières colloïdales desséchées et évoluées qui forment la pâte colloïdale qui, desséchées et évoluées, forment maintenant la pâte du charbon. Les figures 1 à 4 donnent des coupes agrandies de divers charbons. Le volume, somme toute, doit être faible. Comme l'écrivait E. Lemaire (1):

« La densité apparente du charbon est de 1.25. Si on admet que la densité absolue soit celle du carbone diamant, ce qui est faire la large part aux vides, on peut estimer à 300 litres environ le volume des vides dans une tonne de charbon en place. Or les expériences de pulvérisation de charbon en vase clos montrent que l'on peut retirer de certains charbons 3 à 4 m₃ de grisou par tonne ce qui dans l'hypothèse du grisou à l'état gazeux suppose une pression de dix à treize kilos par cm₂ dans un fragment de houille abattu. Un charbon tendre n'y résisterait pas. » (2)

Done en considérant d'une part le volume gazeux imposant que doit loger l'espace libre très restreint du charbon et d'autre part la pression limite à laquelle un charbon abattu peut être supposé pouvoir résister, l'on arrive à cette conclusion qui précise déjà singulièrement la question ; *Si une partie du grisou existe dans les vides à l'état gazeux, une partie importante est dans un état dans lequel il n'exerce pas de tension.*

(1) Etude sur les dégagements instantanés de grisou. *Annales des Mines de Belgique*, 1926, t. 27, p. 854.

(2) Le volume de grisou qu'on peut retirer de certains charbons est de loin supérieur à 4 m³ à la tonne. Ces chiffres sont donnés par Fontenelle et Lecocq. (*Annales des Mines de Belgique*, 1902, t. 7, pp. 657-685.) Ces auteurs se sont contentés d'un simple broyage alors qu'il aurait fallu pomper les gaz au fur et à mesure de leur dégagement et cela jusqu'au vide persistant.

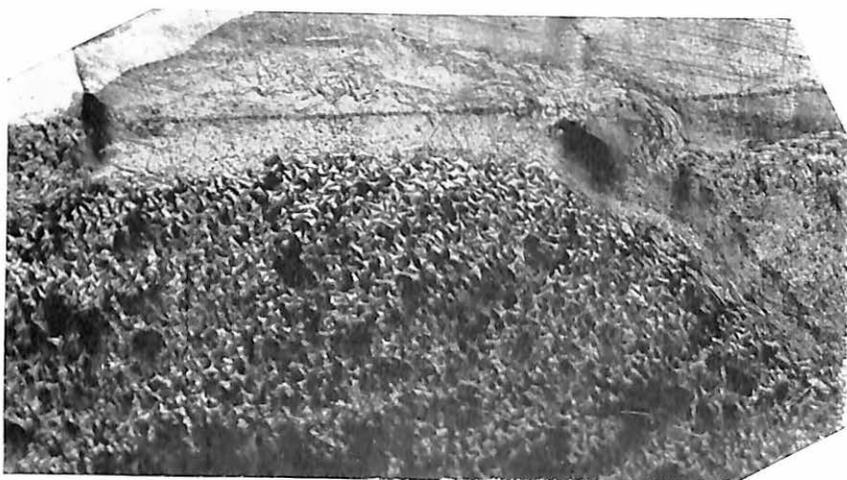


Fig. 1. — Structure en étoiles — Anthracite de la Mure.
Grossissement : 45 diam.

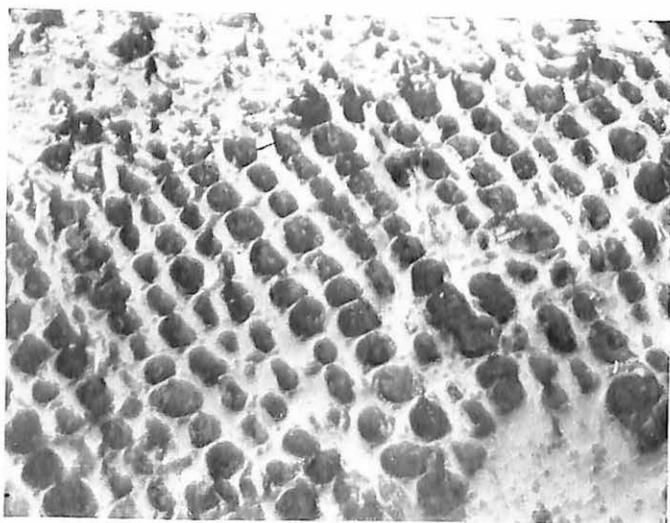


Fig. 2. — Structure celluleuse Couche Grand Fontaine
à Blegny-Trembleur — Grossissement : 150 diam.

Photos aimablement communiquées par M. Legraye.

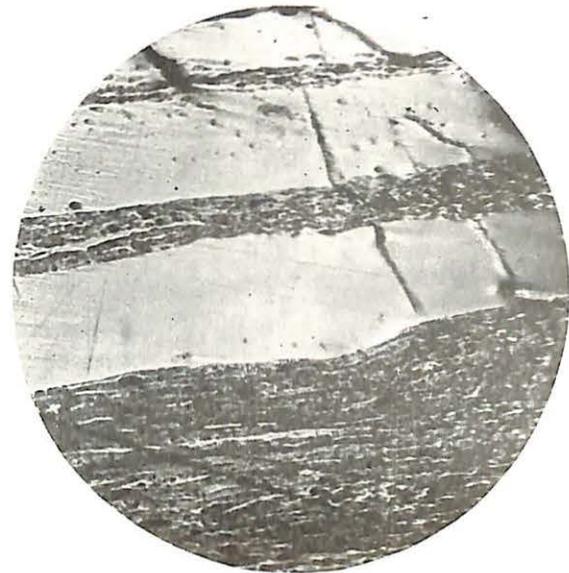


Fig. 3. — Durain et Vitrain avec fissures de retrait.
(Charbonn. d'Abhoos). Grossissement: 20 diam.



Fig. 4. — Lignite de Roumanie, avec fissures de retrait dans le vitrain. Les fissures de retrait présentent de même dans le vitrain des charbons belges. — Grandeur naturelle.

Photos aimablement communiquées par M. Legraye.

On ne peut songer à l'état liquide puisque à -95.5° C., il faut encore une pression de 50 atmosphères pour obtenir la liquéfaction du méthane... à moins qu'une propriété spéciale de structure physique ou chimique du charbon puisse faciliter la condensation.

La restriction mérite au moins d'être examinée; nous verrons que des faits expérimentaux et des rapprochements semblent lui donner tout son sens.

B. — L'adsorption des gaz par les parois inertes.

On constate qu'au voisinage d'un solide délimitant une solution, il s'établit une concentration du corps dissout différente de la valeur moyenne dans la solution : dans l'immense majorité des cas, elle y est supérieure. Le phénomène a reçu le nom d'adsorption. Ainsi, si dans une solution quelconque de titre connu, nous mettons une quantité suffisante d'une poudre très fine et absolument indifférente à la solution au point de vue chimique, nous constaterons, à l'analyse, que la concentration de la solution surnageant la poudre a varié; généralement, elle aura diminué.

De même, une augmentation de concentration analogue se produit à la délimitation solide d'un volume gazeux et l'on admet que le gaz reste à la surface du solide, qu'il recouvre d'une pellicule de densité plus élevée. Ainsi, si dans une enceinte renfermant de l'azote, nous introduisons de la silice colloïdale desséchée, nous verrons la pression diminuer par suite de l'adsorption de l'azote qui est cependant indifférent à la silice au point de vue purement chimique.

L'interprétation qu'on donne à l'adsorption dans le cas des gaz est basée sur les valences résiduelles. Au point de vue purement chimique, il existe des corps saturés : ce sont ceux qui ayant toutes leurs valences saturées ne peuvent donner des produits d'addition. Le type de ces composés est le méthane : les quatre valences du carbone sont saturées par les quatre valences des quatre atomes d'hydrogène et le méthane ne saurait donc donner des produits d'addition. Pourtant le méthane est loin d'être un gaz parfait; l'attraction intermoléculaire n'est pas nulle. La molécule n'est donc saturée qu'au seul point de vue chimique et présente en réalité des valences résiduelles. C'est à

la mise en œuvre de celles-ci qu'on attribue l'adsorption d'un gaz par une paroi inerte. On ne pourrait soutenir que l'oxygène par exemple entre en combinaison avec le carbone du charbon de bois qui adsorbe des volumes considérables de ce gaz. Les combinaisons du carbone avec l'oxygène sont très stables et dans ces conditions on ne saurait récupérer l'oxygène par une légère diminution de pression ou une élévation de température de quelques degrés seulement. Les valences principales n'entrent pas en jeu et les liaisons se font simplement par les valences résiduelles. Quoique l'on ne puisse rien affirmer de général, la polarité des molécules semble jouer un rôle important. Dans certaines molécules, la distribution des charges électriques est telle que ces charges se neutralisent les unes par les autres : la molécule n'a pas de champ extérieur et n'exercera aucune attraction. Ces molécules se prêteront peu à l'adsorption. D'autres, comme celles de l'eau, ont un champ extérieur très fort et seront plus facilement adsorbées (1). Tel est le principal aspect qualitatif du phénomène.

Au point de vue quantitatif, nous constatons que l'adsorption aboutit à un équilibre. Le phénomène est d'ailleurs réversible et il semble bien que dans beaucoup de cas les exceptions à la loi de réversibilité puissent être expliquées par le fait qu'on ait pris pour un état d'équilibre un état fort voisin dans lequel la vitesse de fixation, pour être très faible, n'en était pas moins réelle encore. Il semble à peine nécessaire d'ajouter que certains phénomènes concomitants peuvent masquer l'adsorption tandis que d'autres peuvent la simuler.

L'examen d'un grand nombre de résultats expérimentaux a conduit Freundlich à la formule empirique suivante qui représente d'une manière assez satisfaisante l'isothermie d'adsorption:

$$\frac{x}{m} = a P^{\frac{1}{n}} \quad (2)$$

$$\Delta t = 0$$

(1) J. DUCLAUX, 1929. — *Les colloïdes*. — Paris, Gauthier-Villars.

(2) Cette relation peut être mise sous la forme:

$$\ln \frac{x}{m} = \frac{1}{n} \ln P + c$$

On voit que le logarithme de la concentration de l'adsorbé dans l'adsorbant est une fonction linéaire du logarithme de sa concentration ou de sa pression résiduaire.

a et n sont des constantes dépendant des corps adsorbant et adsorbé.

x est la quantité adsorbée par une masse m d'adsorbant.

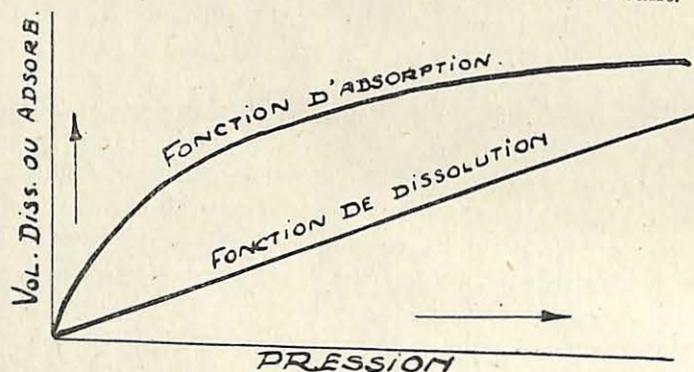


Fig. 5. — Courbes des 2 phénomènes.

P est la pression gazeuse ou osmotique du gaz ou du corps dissous non adsorbé après établissement de l'équilibre.

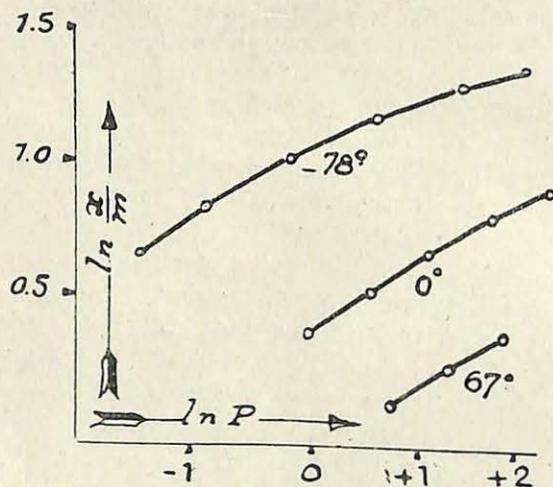


Fig. 6. — Courbes de l'adsorption à diverses températures.

On voit que si n devient égal à l'unité, la relation se confond avec la loi de Henry relative à la dissolution des gaz par les

liquides. La loi de Henry peut donc être envisagée comme un cas particulier de la loi d'adsorption. L'adsorption et la dissolution sont des phénomènes d'ailleurs fort voisins. Dans la dissolution d'un gaz par un solide, les molécules gazeuses sont logées entre les molécules du solide et sont retenues par les forces d'attraction de ces dernières. Dans le cas de l'adsorption par une gelée colloïdale, les molécules du gaz sont logées entre les granules du colloïde et y sont retenues par des forces de même nature. La cause profonde est la même : seule la dimension des particules agissantes (molécules dans le premier cas, agrégats de molécules dans le second) semble dicter les différences d'allure observées.

La figure 5 donne les courbes représentatives des deux phénomènes.

La température a une influence marquée et la quantité adsorbée par unité de surface active diminue rapidement (fig. 6) quand la température s'élève (1). L'influence de celle-ci semble être la même que dans le cas d'une véritable dissociation. L'adsorption est d'ailleurs un phénomène exothermique et le dégagement des gaz adsorbés demande un apport de chaleur.

Nous avons vu que l'équilibre d'adsorption dépendait aussi de la nature du gaz. Le tableau suivant emprunté à G. Vater (2), montre comment les différents gaz se comportent vis-à-vis d'un même adsorbant : un charbon animal préparé spécialement (3). Il donne en cm^3 (4) les volumes absorbés par un cm^3 d'adsorbant à différentes températures et sous une pression d'équilibre de 760 mm.

(1) TAYLER: *The Chemistry of colloids*, p. 256, Londres.

(2) G. VATER. — Studien über die adsorption von Gasen durch Kohle und einige andere poröse Körper, p. 42. Diss. Dresden, 1910.

(3) Ce charbon est préparé en chauffant à 600° du charbon animal imbibé d'une solution de sang de bœuf à 10 %.

(4) Ces volumes sont réduits à 0° et 760 mm. de mercure.

TABLEAU I

	+ 20°	— 78°	— 185°
Hydrogène.	7.3	19.5	284.7
Azote	21.0	107.4	663.2
Oxyde de carbone	26.8	139.4	697.0
Oxygène	25.4	122.4	
Méthane	41.7	174.3	
Ethylène	139.2	360.7	
Ethane	119.1	275.5	
Acétylène	135.8	488.5	
Anhydride carbonique	83,8 (1)	568.4	
Hydrogène sulfuré	213.		

On voit que les gaz composés à poids moléculaire élevé sont adsorbés plus énergiquement que les gaz simples; il est vrai qu'ils sont à la température ordinaire plus voisins de leur liquéfaction que ces derniers.

Il nous reste à examiner le cas de l'adsorption non plus d'un gaz pur, mais d'un mélange. Au moyen du tableau que nous venons de donner, il nous sera possible de prévoir dans une certaine mesure le résultat auquel aboutira cette adsorption. Prenons le cas d'un mélange simple composé de x % d'hydrogène et $(100 - x)$ % de méthane. Après établissement de l'équilibre, nous constaterons que les compositions de la phase condensée et de la phase gazeuse diffèrent sensiblement de la composition initiale du mélange. Dans le mélange non adsorbé, la teneur en hydrogène a passé de x à x' , x' étant de loin supérieur à x . Dans la phase condensée, nous trouverons une exaltation correspondante du taux en méthane. Ces considérations ont été vérifiées expérimentalement. Il en découle que si un adsorbant a fixé un mélange gazeux complexe, le dégagement des gaz adsorbés (2) se fera d'une façon rappelant en quelque sorte une distillation fractionnée. Les gaz peu adsorbables seront

(1) Le chiffre obtenu pour l'absorption de l'anhydride carbonique à 20° semble trop faible.

(2) Par suite, par exemple, de l'élimination de la phase non adsorbée.

surtout dans les « têtes » de dégagement alors que les gaz facilement adsorbables seront surtout concentrés dans les « queues ».

C. — Le gisement du grisou et la théorie de l'adsorption.

Beaucoup de théories qui ont eu leur moment d'actualité ne font que déplacer la difficulté et prennent comme point de départ une hypothèse qui n'a jamais reçu de confirmation. On ne saurait attacher d'importance à une théorie admettant le méthane dans les couches sous la forme d'un polymère; le chimiste n'a jamais reconnu l'existence de polymères du méthane et ce qu'il sait de la constitution et des propriétés de ce gaz rendent l'hypothèse, sinon impossible, du moins invraisemblable. Dans ces conditions, il serait aussi facile de faire appel au concept vague des combinaisons instables; la décomposition brusque d'un composé fragile du méthane avec certains groupements du charbon serait responsable des volumes souvent énormes de méthane dégagé. Rien n'est plus aisé que de changer d'inconnue et de telles hypothèses, si elles ne sont pas impossibles, à la rigueur, ne peuvent contenter celui qui se tient au niveau des faits observés réellement.

Pour qu'une théorie soit admissible, il faut qu'elle puisse interpréter et grouper un ensemble de faits observés, qu'elle permette d'en prévoir d'autres et que ses corollaires n'aillent pas à l'encontre de principes solidement établis.

Tout d'abord, que peut apprendre l'histoire du charbon? La preuve de l'origine végétale de la houille ne doit plus être faite. Celle-ci dérive de l'accumulation et de la transformation de débris végétaux dont certaines parties plus résistantes ont gardé jusqu'à nos jours une figure qui rappelle leur aspect primitif. L'examen des charbons, soit en lame mince — opération très difficile — soit au banc métallographique à l'aide de surfaces polies, y révèle des éléments figurés souvent bien conservés tels que des tissus lignifiés, des corps résineux, des cuticules, des spores et, dans certains charbons, des algues. Ces éléments figurés sont noyés dans une pâte (substance fondamentale de la

roche) qui ne s'est (1) « individualisée que secondairement, c'est-à-dire postérieurement au dépôt des corps figurés. L'étude microscopique de la houille montre, en effet, qu'elle est venue faire prise entre ces corps en suspension dans l'eau et encore animés d'un mouvement de translation lente sans déranger leur alignement. » — « La pâte est de nature colloïdale et s'est individualisée au sein d'une solution ou d'une pseudo-solution (solution colloïdale) comme le démontre l'étude des phénomènes de retrait qui attestent qu'elle a acquis la consistance d'une gelée avant de se solidifier. » — « L'étude des tourbières actuelles a montré qu'au cours du phénomène de la tourbification, il y avait non seulement formation d'un humus acide (tourbe), mais encore mise en liberté de produits solubles, à réaction acide que l'on a désignés par le terme vague d'acides humiques. Ce sont ces produits solubles qui donnent parfois aux eaux qui s'écoulent des tourbières une teinte foncée qui leur a valu le qualificatif d'« eaux brunes ». Dans certaines conditions, ces acides humiques se précipitent et forment des flocons qui s'agglomèrent pour donner naissance à une gelée de plus en plus consistante. C'est de cette façon que se forment les couches de dopplérite que l'on rencontre interstratifiées dans les lits de tourbe. Les lits de dopplérite particulièrement purs ont leurs homologues dans les lits de vitrain de la houille, ces derniers lits étant uniquement formés de substance fondamentale. » — « Il est donc bien fondé d'admettre que la substance fondamentale (pâte de la houille), est le résultat de la précipitation de tous les produits solubles (acides humiques) des réactions chimiques très complexes qui se produisaient dans la lagune houillère. Dans certaines conditions, dont la principale devait être une saturation, la solution colloïdale donnait naissance à des flocons qui enrobaient les corps figurés en suspension dans l'eau et arrêtaient leur mouvement de translation lente. En s'agglomérant, ces flocons formaient peu à peu une couche continue d'une gelée qui devenait de plus en plus consistante et où les corps figurés se trouvaient soustraits à l'action de la plupart des agents de destruction. »

(1) A. DUPARQUE : La structure microscopique et macroscopique de la houille. Son origine et son mode de formation. — *Revue de l'Industrie Minière*, 1926, n° 142, pp. 500 et 501.

Si l'on considère maintenant l'énorme surface que présentent les gelées colloïdales desséchées, on est au moins tenté d'admettre que la pâte fondamentale du charbon, édifice complexe de ces granules colloïdaux desséchés et évolués, doit présenter une surface active énorme et, dès lors, donner lieu à des phénomènes d'adsorption.

Ces considérations ne peuvent évidemment avoir la valeur d'un argument, mais montrent au moins que les propriétés adsorbantes éventuelles du charbon n'offriraient rien d'inattendu. Or on sait depuis longtemps que les charbons absorbent des volumes considérables de gaz. Dans l'examen d'une série de charbons belges, nous avons rencontré des échantillons qui d'abord vidés de gaz par une extraction prolongée à la trompe à mercure absorbaient à 0° jusque 500m³ de méthane par 100 gr. de charbon et cela sous une pression de 700 mm. de mercure seulement (1). Sans doute, la préparation de l'échantillon altère celui-ci et on ne saurait comparer l'échantillon préparé au laboratoire avec le charbon vierge du gisement. On ne pourrait pourtant soutenir que l'oxydation plus ou moins profonde qu'a subi l'échantillon soit seule responsable des volumes absorbés. Au contraire, en examinant deux échantillons dont l'un était oxydé pendant quatorze jours à 100° Iv. Graham (2) a trouvé que dans les mêmes conditions opératoires, 100 gr. du charbon oxydé absorbaient 35 cm³ d'azote, alors que le charbon frais absorbait, dans les mêmes conditions de température et de pression 57,6 cm³ de ce gaz. Tout au

(1) Ainsi, un échantillon provenant d'un sondage pratiqué dans la veine Bouleau au charbonnage de Hornu et Wasmes, nous a donné les résultats suivants :

H ² O	1,22
Matières volatiles	22,82
Cendres	10,36
Mat. Vol. du charbon exempt d'humidité et de cendres .	25,81

Le volume de méthane absorbé par 100 gr. de ce charbon sec était de 472,4 cm³ réduits à 0° et 700 mm. L'échantillon était broyé jusque passage complet au tamis de 900 mailles au cm² et on a retenu pour les déterminations la partie de l'échantillon située entre le tamis 900 et 1600 mailles au cm². Le charbon destiné à la mesure du pouvoir absorbant était séché dans le vide, dans l'appareil de mesure même, en présence de P² O⁵ et cela à la température ordinaire.

(2) Iv. GRAHAM. *Trans. of the Inst. of Mining-Engineers*, Febr. 1917. — The Permeability of Coal to Air or Gas, and the solubilities of different Gases in Coal.

plus peut-on dire que l'altération doit, en changeant dans une certaine mesure la structure physique et chimique du charbon, modifier dans un sens ou l'autre ses propriétés absorbantes.

On peut par l'extraction à la pompe à mercure, récupérer entièrement les volumes de gaz absorbés (1). Dans une de nos déterminations, nous avons introduit dans l'appareil de mesure contenant le charbon vidé préalablement de gaz, un volume de méthane pur égal à 705.2 cm₃. Par extraction à la trompe à mercure, nous avons récupéré un volume gazeux égal à 707.5 cm₃ et composé uniquement de méthane. Les écarts observés sont de l'ordre de grandeur des erreurs d'observation que pouvaient causer les méthodes employées dans ce cas pour la mesure des volumes.

Les volumes absorbés varient d'un charbon à l'autre et dépendent aussi de la nature du gaz, de la pression de celui-ci et de la température. Le phénomène aboutit à un véritable équilibre entre la phase absorbée et la phase gazeuse. Nous retrouvons donc les mêmes facteurs qui régissent l'équilibre d'adsorption et une variation de ceux-ci déplace les deux équilibres dans le même sens.

Une autre analogie apparaît quand on examine les différences quantitatives auxquelles donne lieu la nature des différents gaz. En examinant l'adsorption de ceux-ci par un même adsorbant, nous avons vu que les gaz à poids moléculaire élevé sont adsorbés plus énergiquement que les gaz simples. Nous aurions pu ajouter qu'en rangeant les différents gaz dans l'ordre des volatilités décroissantes, on remarque, à une ou deux exceptions près, une gradation ascendante des volumes absorbés. La même gradation s'observe dans le cas de l'absorption de différents gaz par un même charbon. Le tableau suivant est emprunté à Iv. Graham (2). Il donne en cm₃ (réduits à 0° et 760 mm.) les volumes de quelques gaz absorbés par 100 gr. d'un même charbon à 30° et 100° (3).

(1) Du moins dans le cas de gaz indifférents au charbon au point de vue chimique.

(2) Cité plus haut.

(3) L'échantillon a été broyé de façon à passer complètement au tamis de 200 mailles au pouce linéaire.

TABLEAU II

	30°	100°
H ₂	6.81	3.80
N ₂	57.60	11.50
CO	71.20	15.90
CH ₄	non déterminé	25.00
CO ₂	800.00	148.00

Ce tableau nous donne l'occasion de reprendre le raisonnement que nous avons fait en examinant l'adsorption de deux gaz. En laissant absorber dans des conditions déterminées de

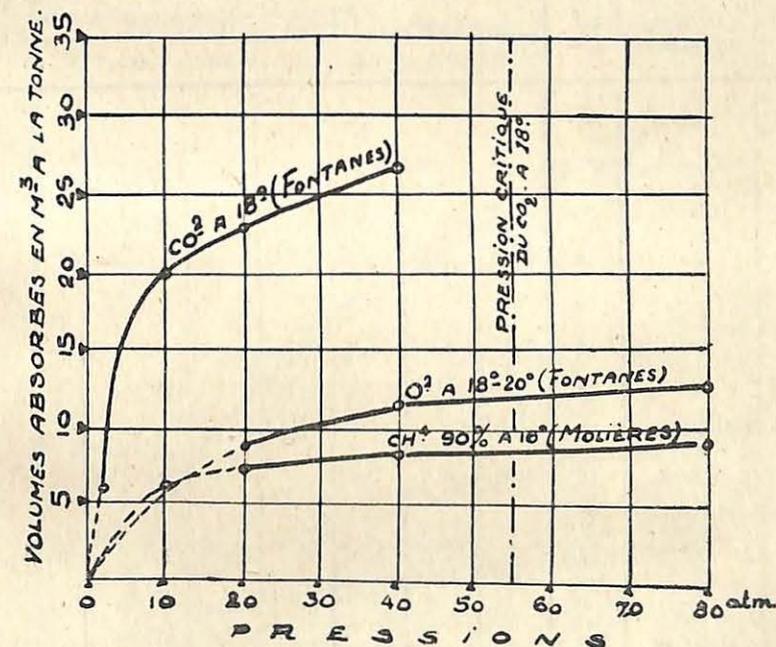


Fig. 7. — Expériences de Leprince Ringuet.

pression et de température un mélange de x % d'hydrogène et (100 — x) % de méthane, nous retrouverons à l'équilibre une composition centésimale différente dans la phase absorbée et la phase gazeuse. Dans cette dernière, la teneur en hydrogène aura passé de x à x', x' étant supérieur à x. Dans la phase absorbée, le taux en méthane aura augmenté en conséquence.

Les expériences faites à haute pression sont aussi significatives. Celles de Leprince-Ringuet ont été faites sous des pressions allant à 80 atmosphères. Elles sont résumées dans le tableau suivant (1).

Absorptions en m_3 à 0° et 760 mm. par tonne de houille.

TABLEAU III

Gaz	Origine du charbon	T en °C	Pression en atmosphères absolues									
			0,25	0,5	1	10	20	40	60	80		
Air	Liévin	20°			0,7							
O ₂	Fontanes	18-20					9	12				12,5
Grisou	61,5 % Liévin	30							10,5			
	61,5 — —	18	0,75	1,5	3,0							
	89,0 — —	50			0,5							
	89,0 — —	16	0,5	1	1,9							
	82,0 — —	18							11,5			
	90,0 — Molières	16				5,8	7,4	8,2				8,7
CO ₂	Liévin	18	5,6	6,6	7,2							
	Fontanes	27										27 liq.
	—	18			5,5	20	23	27				36 liq.
	—	0			7,5							
	—	18										43 liq.
	—	0										52 liq.

(1) LEPRINCE-RINGUET : Expér. sur l'absorption de gaz par la houille. — *Compte-rendu Acad. Sciences*, 1914, p. 158.

La figure 7 donne la représentation de certains de ces résultats. On remarquera que le volume absorbé augmente au début très rapidement avec la pression, plus lentement ensuite et semble tendre insensiblement vers une limite aux hautes pressions. Ces courbes rappellent par leur forme celle représentant l'iso-

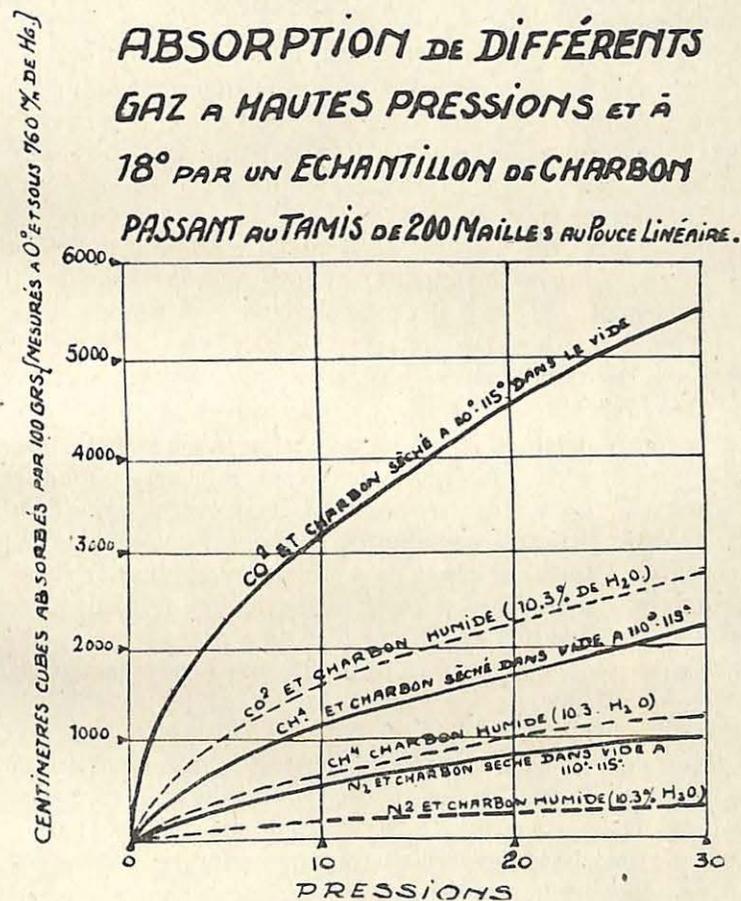


Fig. 8. — Expériences de Graham.

therme d'adsorption (fig. 5). L'adsorption des gaz par le charbon de bois et leur absorption par la houille nous ont présenté jusqu'ici plusieurs analogies. La position de la courbe relative

à l'absorption de l'oxygène semble pourtant vouloir faire exception. En se rapportant au tableau I, cette isotherme devrait se trouver sous celle du méthane. L'anomalie n'est qu'apparente et la cause doit être recherchée dans l'oxydation du charbon par l'oxygène sous pression. Les volumes renseignés comme absorbés comprennent aussi les volumes d'oxygène disparus dans l'oxydation.

La figure 8 donne les isothermes obtenues par Iv. Graham (1) dans une série d'expériences faites à des pressions allant jusque 30 atmosphères. Elles confirment, par leur forme du moins, les courbes de Leprince-Ringuet obtenues aux basses pressions. L'influence marquée de l'humidité ne doit pas nous surprendre. Rapportons-nous au tableau II. Nous avons rangé les différents gaz dans l'ordre des volatilités décroissantes et nous avons remarqué que tout comme dans le cas de la véritable adsorption, il y avait une gradation ascendante dans les volumes absorbés. Or dans ce tableau, l'eau se placerait encore loin derrière l'anhydride carbonique absorbé pourtant dans des proportions déjà notables; la vapeur d'eau le sera donc encore davantage. Donc, dans chaque mesure faite, soit avec un gaz humide, soit avec un gaz sec et un charbon humide, nous aboutirons à une phase gazeuse à deux constituants dont l'un, la vapeur d'eau, sera absorbé énergiquement et cela, au détriment de l'autre. Le degré de dessiccation de l'échantillon a donc une importance capitale mais la manière de la réaliser est fort discutée. Pour les uns, l'humidité ne comprend que l'eau absorbée et par conséquent en équilibre avec sa vapeur dans l'atmosphère ambiante. Un séjour plus ou moins prolongé de l'échantillon dans le vide sec et à température ordinaire suffira donc pour le'n débarrasser. D'autres font la dessiccation dans le vide à 110°. Ceux-ci enlèvent l'eau absorbée et provoquent le départ d'une partie de l'eau combinée sous forme d'hydrates instables avec certains groupements du charbon. Il n'est pas douteux que le départ d'eau combinée puisse donner lieu à un changement notable de la structure physique du charbon dans le sens d'une augmentation plus ou moins sensible du pouvoir absorbant. Il est évident que la première méthode de

(1) Iv. GRAHAM: The adsorption or solution of methane and other gases in coal, charcoal and other materials. — 1922.

dessiccation doit être préférée à la seconde qui aboutit à un produit artificiel.

Cet aperçu résume les données les plus caractéristiques des trop rares études qui ont été faites dans ce domaine. Il montre que le charbon se comporte vis-vis des gaz d'une façon qui rappelle à tous points de vue leur adsorption par le charbon de bois et les gelées colloïdales desséchées. Il semble donc bien fondé d'admettre que les molécules gazeuses d'une partie de grisou sont retenues à la surface des granules colloïdaux qui forment la pâte de la roche. On devra pourtant se garder de vouloir identifier trop étroitement deux phénomènes que seules quelques manifestations extérieures nous ont fait rapprocher. C'est donc avec toutes les réserves possibles que nous devons admettre les corollaires qu'entraîne cette identification; il nous faudra les vérifier expérimentalement.

D. — Analyse théorique du dégagement du grisou.

Nous avons admis que le charbon se comporte comme un adsorbant. Les granules qui composent la pâte fondamentale de la roche retiennent une partie du grisou à leur surface par la mise en œuvre d'attractions intermoléculaires; ils s'en recouvrent comme d'une pellicule (1). Nous pouvons donc décomposer le volume gazeux total d'une veine en deux phases:

- 1° Une phase gazeuse libre dans les fentes de retrait et autres vides que lui offre le charbon;
- 2° Une phase adsorbée qui n'intervient pas (momentanément du moins) dans la « tension gazeuse » du massif et qui est en équilibre avec la première.

L'équilibre dépend de la structure du charbon, de la composition du grisou total, de la pression de la phase gazeuse et de la température du massif.

Chacune des deux phases comprend tous les constituants du mélange, mais la concentration de chacun de ceux-ci est différente dans chacune d'elles. La concentration des gaz diffici-

(1) On comprend que ce recouvrement doit, dans le cas d'une véritable dissolution (diffusion de l'adsorbé entre les molécules même de l'adsorbant), en être la première étape et favoriser la diffusion consécutive. Nous avons vu d'ailleurs qu'une différence de dimensions seulement sépare les deux phénomènes et que la dissolution peut être considérée comme un cas particulier de l'adsorption.

lement adsorbés sera supérieure dans la phase gazeuse. Les autres seront concentrés dans la phase adsorbée (1).

Ceci nous permettra de suivre le dégagement du grisou. Afin de faciliter l'exposé, nous limiterons d'abord nos observations à une couche et à un grisou théoriques.

Supposons pour fixer les idées que le grisou total de la veine soit composé uniquement de méthane et d'hydrogène et soient

$$C_{H_2} \text{ et } C_{CH_4} \quad (2)$$

leurs concentrations respectives dans le grisou total.

Soit P_1 la pression à laquelle l'équilibre entre la phase gazeuse et la phase adsorbée est réalisé à la température T que nous supposons rester constante.

A l'équilibre, nous désignerons par

$$C_{H_2}^{P_1} \text{ et } C_{CH_4}^{P_1}$$

les concentrations respectives de l'hydrogène et du méthane dans la phase gazeuse et par

$$A_{H_2}^{P_1} \text{ et } A_{CH_4}^{P_1}$$

celles de ces mêmes constituants dans la phase adsorbée. Nous aurons en considérant la nature des deux gaz au point de vue de l'adsorption :

$$C_{H_2}^{P_1} > C_{H_2} > A_{H_2}^{P_1} \text{ et}$$

$$A_{CH_4}^{P_1} > C_{CH_4} > C_{CH_4}^{P_1} \text{ (voir tableaux précédents).}$$

Enlevons maintenant par un moyen (théorique évidemment) toute et rien que la phase gazeuse. Par suite de la disparition de celle-ci, une partie du mélange adsorbé se libère et remplira l'espace libre avec une pression d'équilibre P_2 .

$$P_2 < P_1$$

$$(\Delta T = 0)$$

Nous pourrions écrire en considérant de nouveau les concentrations des constituants de chaque phase à l'équilibre.

$$C_{H_2}^{P_2} > A_{H_2}^{P_2}$$

$$A_{CH_4}^{P_2} > C_{CH_4}^{P_2}$$

et puisque $P_2 < P_1$, nous aurons également:

(1) Voir les tableaux précédents.

(2) $C_{ch^4} = 1 - C_{H_2}$.

$$C_{H_2}^{P_1} > C_{H_2}^{P_2}$$

$$A_{CH_4}^{P_2} > A_{CH_4}^{P_1} > C_{H_2}$$

et d'après la valeur de C_{H_2} et P_2 $C_{H_2}^{P_2} \geq C_{H_2}$

Par le même artifice théorique, nous réaliserons un nouvel équilibre pour la pression P_3 et ainsi de suite. Nous obtiendrons ainsi une série de concentrations successives que nous pourrions représenter comme suit :

$$C_{H_2}^{P_1} > C_{H_2}^{P_2} > \dots > C_{H_2}^{P_n} > C_{H_2} > C_{H_2}^{P_{n-1}} > C_{H_2}^{P_{n-2}} > \dots > C_{H_2}^{P_1}$$

$$C_{CH_4}^{P_1} < C_{CH_4}^{P_2} < \dots < C_{CH_4}^{P_n} < C_{CH_4} < C_{CH_4}^{P_{n-1}} < C_{CH_4}^{P_{n-2}} < \dots < C_{CH_4}^{P_1}$$

$$C_{H_2} > A_{H_2}^{P_1} > A_{H_2}^{P_2} > \dots > A_{H_2}^{P_{n-1}} > A_{H_2}^{P_n}$$

$$C_{CH_4} < A_{CH_4}^{P_1} < A_{CH_4}^{P_2} < \dots < A_{CH_4}^{P_{n-1}} < A_{CH_4}^{P_n}$$

et pour $n \rightarrow \infty$, nous aurons à la limite

$$C_{H_2}^{P_n} = 0 \quad C_{CH_4}^{P_n} = 1$$

$$A_{H_2}^{P_n} = 0 \quad A_{CH_4}^{P_n} = 1$$

Done en « saignant » progressivement une veine chargée uniquement d'hydrogène et de méthane et supposée entièrement perméable de façon à ce que tous les points de la veine participent à la saignée sans décalage aucun, nous obtiendrons une série de gaz de plus en plus riches en méthane et de moins en moins chargés en hydrogène. Celui-ci sera concentré dans les « têtes » du dégagement; les « queues » comprendront presque exclusivement du méthane. En plus, il y aura une composition intermédiaire identique à celle du grisou total avant la saignée.

Ces conclusions se rapportent évidemment à un cas théorique. Avant d'examiner les restrictions à faire dans les cas réels, nous examinerons quelques données expérimentales qui confirment cette analyse théorique.

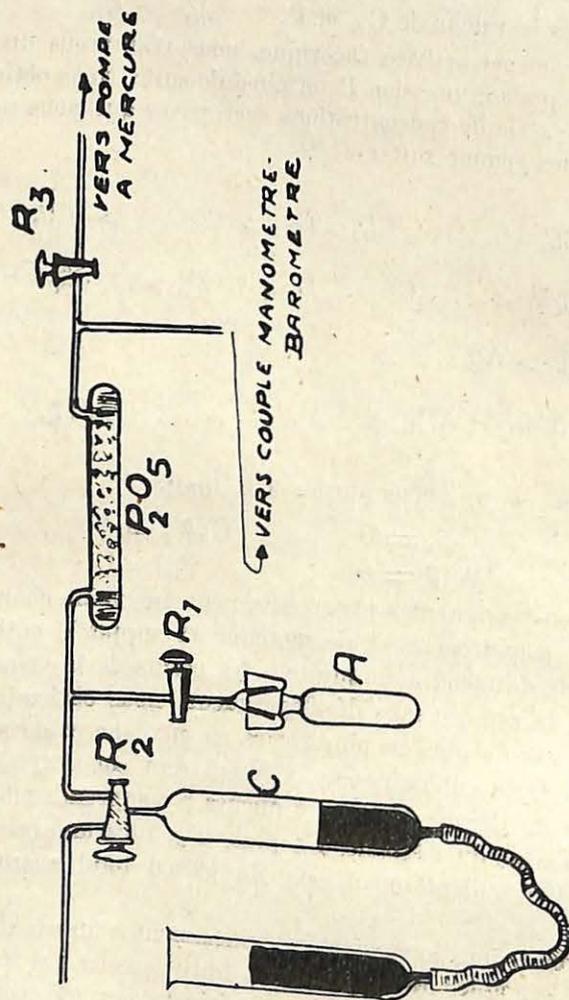


Fig. 9. — Appareil pour la vérification expérimentale de l'adsorption.

D. — Vérification expérimentale.

Nous avons laissé adsorber par un charbon un mélange gazeux composé d'hydrogène, de méthane, d'éthane et d'anhydride carbonique; diminuant ensuite progressivement la pression, nous avons prélevé à plusieurs équilibres une partie des phases gazeuses correspondantes. Par l'analyse de ces fractions, nous avons pu déterminer la composition de ces différentes phases gazeuses.

Le charbon employé provenait d'un dégagement instantané qui a eu lieu le 30 octobre 1930 au Charbonnage de Forte-Taille, à Montignies-le-Tilleul. On a retenu de l'échantillon sommairement broyé la fraction qui passait à travers le tamis de 1,600 mailles au cm_2 (1).

Description de l'appareil employé

Le charbon était contenu dans une ampoule A (fig. 9) reliée au reste de l'appareil par un raccord rodé muni d'une fermeture hydraulique. Le volume de l'ampoule jusqu'au robinet R_1 était de 83.76 cm_3 . Au robinet R_1 faisait suite un tube à P_2O_5 , un couple manomètre-baromètre, le robinet R_3 et une pompe à mercure. Par le robinet R_2 , on pouvait mettre l'appareil en communication avec un réservoir C contenant le mélange gazeux à faire adsorber. Ce mélange était composé de méthane, d'hydrogène, d'anhydride carbonique et d'éthane.

Marche de l'expérience

L'ampoule A remplie partiellement de charbon (26,919 grs) était raccordée à l'appareil. Tous les robinets étant ouverts à l'exception de R_2 , on pompait jusqu'au vide persistant; le charbon était ainsi privé de gaz et d'humidité adsorbés. On fermait

(1)	Analyse immédiate	
Charbon tel quel	Humidité	0,51
	Matières volatiles nettes	12,94
	Cendres	14,81
Charbon sec	Matières volatiles	13,01
	Cendres	14,89
Charbon pur	Matières volatiles	15,80
Poids spécifique		1,503

alors R_3 et l'ampoule était placée dans un thermostat qui la maintenait à 0° pendant toute la durée de l'expérience. Ouvrant alors R_2 , on introduisait le mélange gazeux. Dès que l'appareil était rempli sous pression atmosphérique environ, on fermait le robinet R_2 .

Par suite de l'adsorption, la pression diminuait progressivement et après deux jours seulement l'équilibre d'adsorption était atteint. La pression était alors de 710.2 mm. de mercure. Le robinet R_1 était alors fermé; ouvrant ensuite R_3 , on pompait les gaz contenus dans les canalisations. On obtenait ainsi une fraction qui représentait une partie de la phase gazeuse correspondant à l'équilibre d'adsorption réalisé à 0° pour une pression de 710.2 mm. de la phase gazeuse. [« Extrait I » (0° — 710.2 mm.)]

Fermant alors le robinet R_3 , on ouvrait R_1 . Par suite de l'augmentation de volume, une partie des gaz adsorbés se dégagait et un nouvel équilibre s'établissait. La pression d'équilibre cette fois-ci était de 264.4 mm. Après avoir fermé R_1 , on ouvrait de nouveau R_2 et on pompait ainsi une fraction représentant une partie de la phase gazeuse correspondant à l'équilibre réalisé à 0° pour une pression de 264.4 mm. de la phase gazeuse. [« Extrait II » (0° — 264.4 mm.)]

Par ces opérations, on obtenait successivement les fractions suivantes :

- « Extrait I » (0° — 710.2 mm.).
- « Extrait II » (0° — 264.4 mm.).
- « Extrait III » (0° — 118.8 mm.).
- « Extrait IV » (0° — 59 mm.).
- « Extrait V » (0° — 31.5 mm.).

Après avoir obtenu l'« Extrait V », on ouvrait R_1 et une extraction poussée jusqu'au vide persistant donnait le résidu des gaz encore libres dans l'ampoule à 31.5 mm. et ceux encore adsorbés par le charbon à cette même pression (« Résidu »).

Chacune des fractions ainsi obtenues était soumise en vue de son analyse à une distillation fractionnée à -190° . Chaque extrait donnait ainsi deux fractions (1).

(1) Voir notre note sur l'analyse des grisous.

A. Fraction condensée à -190°



B. Fraction non condensée



Dans la fraction A, nous avons déterminé l'anhydride carbonique par absorption dans la potasse; nous obtenions ainsi par différence l'éthane. Dans la fraction B, on a déterminé les proportions respectives d'hydrogène et de méthane par une combustion eudiométrique.

Résultats et interprétation

L'ensemble des résultats que nous a donnés l'analyse des différentes fractions est consigné dans le tableau IV.

Ces données permettent de calculer la composition des phases gazeuses successives. Le tableau V donne ces compositions.

La figure 10 donne la représentation graphique de la succession de ces différentes compositions. Examinons maintenant si ces résultats confirment les conclusions de l'analyse théorique que nous avons faite.

Rappelons tout d'abord que si x_{H_2} , x_{CH_4} , $x_{\text{C}_2\text{H}_6}$, x_{CO_2} sont les volumes d'hydrogène, de méthane, d'éthane et d'anhydride carbonique adsorbés séparément dans les mêmes conditions de température et de pression par un même adsorbant, nous pouvons écrire

$$x_{\text{H}_2} < x_{\text{CH}_4} < x_{\text{C}_2\text{H}_6} < x_{\text{CO}_2} \quad (\text{voir tableau précédent})$$

L'examen de la figure 10 montre nettement que comme nous l'avions prévu, la concentration de l'hydrogène diminue progressivement dans les phases gazeuses successives. Celle du méthane, par contre, augmente régulièrement. L'augmentation de la concentration du méthane (ΔC_{CH_4}) diminue pourtant

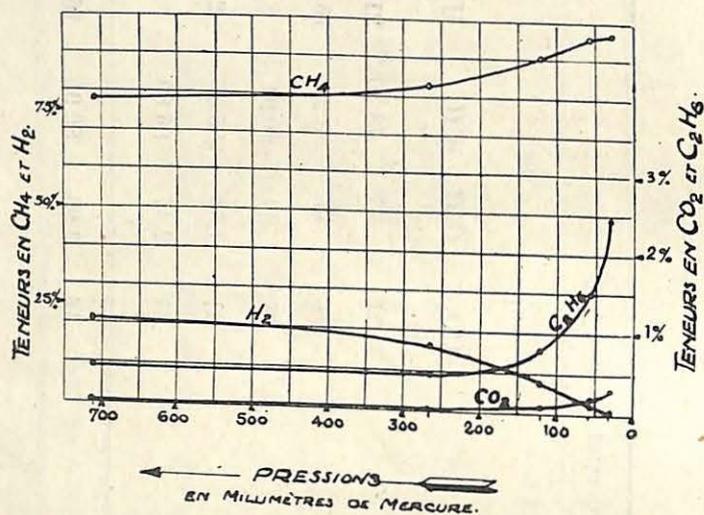


Fig. 10.

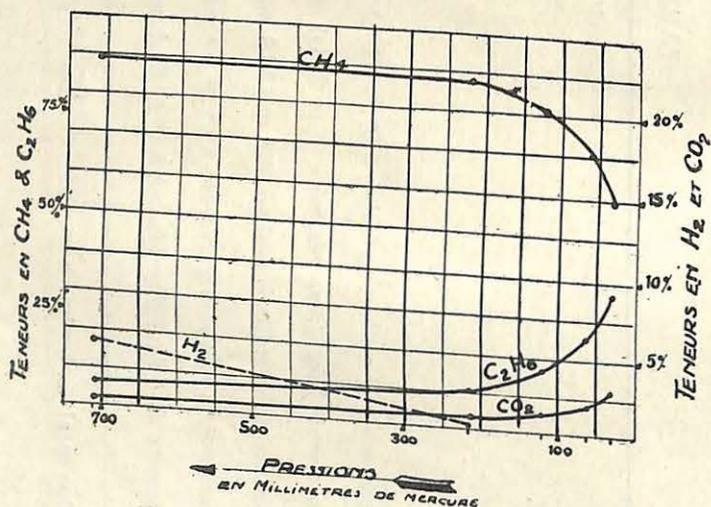


Fig. 11.

aux environs de la pression de 31.5 mm. et la courbe représentative annonce visiblement un maximum. Ceci ne doit pas nous surprendre : A ce stade de l'extraction, l'hydrogène a presque complètement disparu tant des phases gazeuses que des phases adsorbées. Nous nous trouvons donc pratiquement devant le cas d'un mélange ne contenant plus que le méthane, l'éthane et l'anhydride carbonique. De ces trois gaz, le méthane étant le moins adsorbable, sa concentration d'après nos prévisions diminuera dans les phases gazeuses ultérieures; les concentrations de l'éthane et de l'anhydride carbonique augmenteront. Les courbes représentatives des concentrations de ces deux derniers gaz confirment cette manière de voir. Sans que les courbes de la figure 10 puissent le confirmer avec certitude, nous pouvons prévoir qu'après celle du méthane la courbe de l'éthane présentera un maximum et que la concentration de ce gaz diminuera ensuite progressivement. A la fin théorique du dégagement, nous n'aurons plus que l'anhydride carbonique tant dans la phase gazeuse que dans la phase adsorbée (1).

L'expérience que nous venons de décrire confirme donc entièrement ce que la théorie pouvait prévoir. Nous continuons ces expériences à haute pression.

Résumé et Conclusions.

Nous avons montré que l'occlusion du grisou présente les plus grandes analogies avec l'adsorption des gaz par le charbon de bois et les gelées colloïdales. Nous avons admis finalement que la même cause régissait les deux phénomènes. Cela étant, nous avons analysé le régime du dégagement du grisou en limitant nos observations à un cas théorique. Nous avons conclu et l'expérience nous a confirmé que ce dégagement se fait d'une

(1) Connaissant le volume de l'ampoule A et le poids spécifique du charbon, nous pouvons calculer au moyen des données des tableaux IV et V la composition des différentes phases adsorbées. La fig. 11 donne la représentation graphique de la succession de ces compositions. La concentration de l'hydrogène est négligeable aux basses pressions et les erreurs d'observation introduites dans la détermination de ce gaz par la combustion eudiométrique rendent impossible le tracé de la courbe des concentrations de l'hydrogène aux basses pressions. L'interprétation des courbes de la fig. 11 est analogue à celle que nous avons donnée pour la figure 10 et confirme entièrement ce que nous avons dit plus haut.

façon sélective et rappelle en quelque sorte la distillation fractionnée : les éléments volatils, tels que l'hydrogène, sont concentrés dans les « têtes » du dégagement.

L'application de ces données à l'analyse des cas réels est extrêmement difficile. Les charbons sont plus ou moins imperméables et le dégagement qu'on peut observer par exemple aux sondages n'intéresse qu'une étendue peu conséquente des massifs. Bien plus : les différents points saignés par le sondage ne participent pas au dégagement sans décalage comme nous l'avions supposé ; les points voisins du sondage seront presque complètement saignés alors que les têtes des masses plus éloignées ne commenceront qu'à affluer (1). On peut pourtant concevoir que les choses puissent se passer tout autrement si un ébranlement d'une origine quelconque arrive à disloquer brutalement une partie importante d'un massif vierge. Par suite du morcellement le facteur imperméabilité disparaît dans une certaine

(1) L'exemple suivant montre dans quelle mesure peut varier la composition des gaz successivement dégagés par un même sondage. A notre demande, un sondage avait été pratiqué au siège de Vaux des charbonnages de Werister, dans la couche Nooz-Donné, à l'étage de 500 m. Trois échantillons de grisou y furent prélevés, le premier immédiatement, le deuxième trois heures et le troisième six heures après le forage. Ces trois grisous se ressemblaient et les différences obtenues pour l'azote, le méthane et l'anhydride carbonique ne dépassaient pas les erreurs d'analyse. Nous avons pu déterminer avec une très grande précision l'éthane et la fraction [He + Ne]. nous avons trouvé les teneurs suivantes :

Echantillon prélevé immédiatement après le forage :	
C ² H ⁶19 %
He + Ne0354 %
Echantillon prélevé trois heures après le forage :	
C ² H ⁶20 %
He + Ne0251 %
Echantillon prélevé six heures après le forage :	
C ² H ⁶21 %
He + Ne0228 %

En ce qui concerne l'éthane (gaz très adsorbable) on pouvait s'attendre à la gradation ascendante dans les teneurs. Mais comme les erreurs d'analyse nees, il n'est pas permis de voir une confirmation certaine dans les chiffres que nous donnons pour l'éthane. Il en est autrement pour la fraction [He + Ne]. Ici l'erreur ne peut atteindre que .001 dans les deux sens. Nous observons ici la gradation descendante que la théorie permettait de prévoir pour ces éléments peu adsorbables.

Nous faisons en ce moment l'analyse de trois échantillons de grisou prélevés à un même sondage pratiqué dans la couche Stenaye, à l'étage de 700 m. au siège « Bois d'Avroy », à Sclessin-Ougrée.

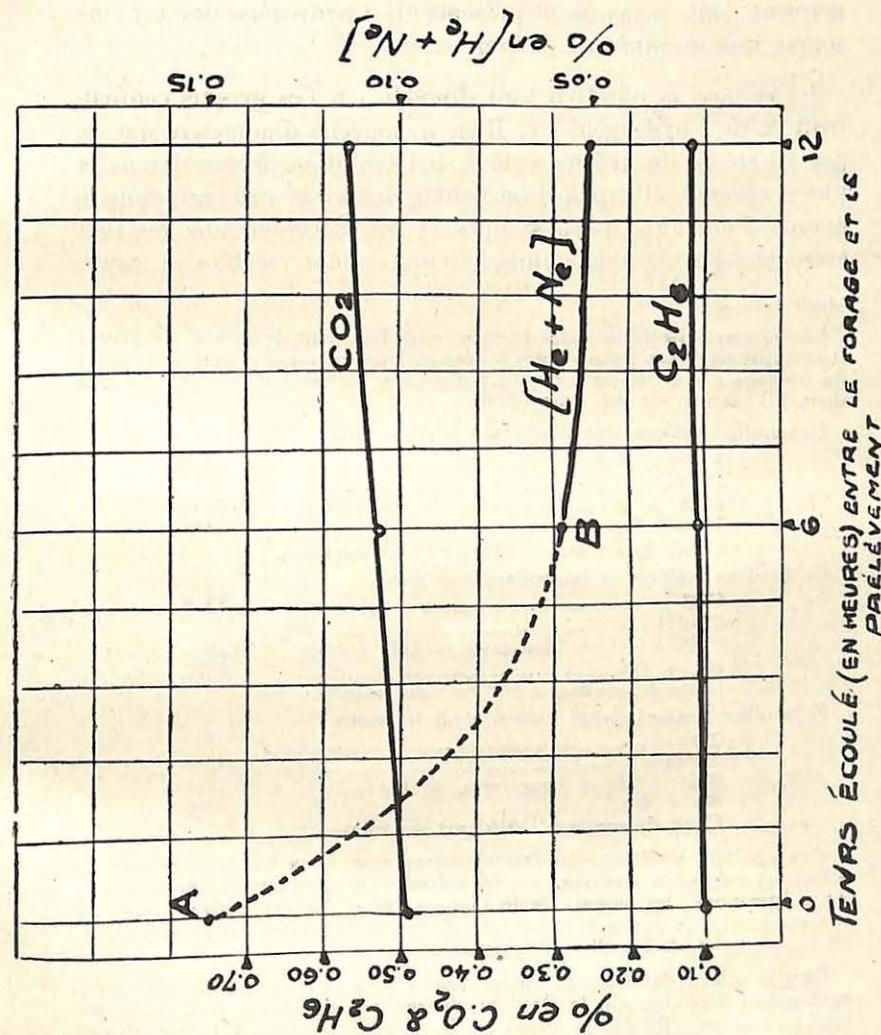


Fig. 12. — Diagramme montrant la variation de composition du grisou de Stenaye (Bois d'Avroy)

mesure et les premiers gaz dégagés brusquement de tous les points auront une composition différente de ceux qu'un sondage aurait soutirés du même massif. Ces gaz d' « ébranlement » contiendront la majeure partie des éléments légers du grison et peuvent dans le cas de la présence de l'hydrogène devenir une source insoupçonnée de danger.

Ici se pose la question tant discutée : « Les grisous contiennent-ils de l'hydrogène ? ». Rien n'empêche d'admettre que ce gaz ait été un des termes gazeux de l'évolution progressive de la pulpe végétale et *a priori* on peut redouter sa présence dans le grison. Pourtant, si les stanpes et les morts-terrains peuvent être considérés comme plus ou moins imperméables à notre

Le premier échantillon a été prélevé immédiatement, le second six heures et le troisième douze heures après le forage. Nous donnons ci-dessous le débit du sondage à ces différents moments ainsi que les résultats que nous a déjà donnés l'examen de ces échantillons.

Echantillon prélevé immédiatement après le forage :

CO ²	
C ² H ⁶49 %
CH ⁴ + N ² + [gaz rares — (He + Ne)]	.10
He + Ne	99,26
Débit du sondage : 2538 cm ³ par minute.	.1449

Echantillon prélevé six heures après le forage :

CO ²	
C ² H ⁶53 %
CH ⁴ + N ² + [gaz rares — (He + Ne)]	.11
He + Ne	99,29
Débit du sondage : 660 cm ³ par minute.	.0572

Echantillon prélevé douze heures après le forage :

CO ²	
C ² H ⁶57 %
CH ⁴ + N ² + [gaz rares — (He + Ne)]	.12
He + Ne	99,27
Débit du sondage : 516 cm ³ par minute.	.0505

Ces résultats justifient entièrement notre façon de voir : les teneurs en éthane et anhydride carbonique nous montrent la gradation ascendante que nous attendions ; les teneurs de la fraction He + Ne par contre diminuent de la succession de ces diverses compositions. La fig. 12 donne la représentation graphique

Pour le grison de Werister, nous avons négligé les teneurs en anhydride carbonique. Par suite du faible débit du sondage de Werister, la durée du prélèvement était forcément grande et les teneurs en anhydride carbonique se trouvaient faussées. Le débit du sondage du Bois d'Avroy par contre était important et l'on peut négliger les pertes par dissolution pendant le prélèvement (voir note sur l'analyse exacte des grisous).

Dans la fig. 12, la partie A B de la courbe relative aux teneurs de la fraction [He + Ne] est la forme probable. Dans certains essais suivants, nous tâcherons d'avoir des prélèvements d'heure en heure.

échelle du temps, il doit en être autrement dès qu'il s'agit de périodes géologiques. Or l'hydrogène, le plus léger des gaz, possède aussi la plus grande vitesse de diffusion. L'exposé que nous venons de faire de la théorie de l'adsorption, montre en outre qu'il est concentré dans la phase gazeuse des veines. Si donc, au cours des périodes géologiques une diffusion plus ou moins marquée a pu entamer les grisous originels, c'est surtout la concentration de l'hydrogène que cette diffusion aura affecté.

Les analyses faites à ce jour sur les grisous belges montrent qu'il ne reste que des traces de ce gaz, quand il y en a.

Pâturages, le 30 mars 1931.

SERVICE DES ACCIDENTS MINIERS ET DU GRISOU

LES ACCIDENTS SURVENUS

DANS LES

Charbonnages de Belgique

pendant l'année 1926

PAR

G. RAVEN.

Ingénieur en chef-Directeur des Mines, à Bruxelles.

**Accidents survenus dans les travaux
souterrains.**

(Suite) (1)

Les accidents dus aux transports souterrains

INTRODUCTION

En 1926, de même d'ailleurs qu'au cours des années précédentes, ce sont les accidents dus aux transports souterrains qui, après ceux provoqués par les éboulements, ont été les plus nombreux.

Au nombre de 44, soit 25,14 % du total des accidents survenus dans les travaux souterrains, ils ont causé la mort de 28 ouvriers et occasionné des blessures graves à 16 autres.

Voir *Annales des Mines de Belgique*, tome xxxi (année 1930), 2^e, 3^e et 4^e liv.