

INSTITUT NATIONAL DES MINES

RAPPORT SUR LES TRAVAUX DE 1939

ANNEXE I

L'Application de l'Interféromètre aux analyses de grisou et autres gaz de mines

Note de MM. F. VAN OUDENHOVE, Ingénieur chimiste,
et G. NENQUIN, Chimiste assistant,
attachés à l'Institut National des Mines.

INTRODUCTION

Nous avons fréquemment à faire l'analyse d'échantillons d'atmosphères de mines; souvent, c'est au point de vue grisoumétrique simple, et les méthodes spéciales de combustion ou de limite d'inflammabilité, la dernière surtout, sont tout indiquées.

Lorsque l'analyse doit donner les divers constituants de nos gaz de mines — les quatre plus communs sont l'oxygène, l'azote, le méthane, l'anhydride carbonique — il faut, par les procédés chimiques courants, plusieurs heures pour une analyse.

Aussi avons-nous étudié l'application de l'interféromètre pour faciliter ces opérations, les rendre plus rapides et plus précises en même temps.

Il faut naturellement choisir un appareil à longues chambres pour obtenir de la précision; il faut combiner les ressources de la chimie aux résultats des essais interférométriques pour pouvoir bien caractériser les composés ternaires ou quaternaires.

Nous avons choisi l'interféromètre Zeiss de laboratoire n° 56.061, dont la longueur totale est de deux mètres.

Les deux chambres à gaz ont un mètre de longueur utile.

L'appareil, reçu après étalonnage optique, a été étudié au point de vue de l'usage auquel nous le destinions.

Après avoir taré d'abord les gaz purs, nous avons effectué les différents mélanges courants et déterminé les modes opératoires nous permettant de trouver très rapidement les compositions des atmosphères des mines courantes.

C'est l'ensemble de ce travail de mise au point qui est résumé dans les pages qui vont suivre.

Ad. BREYRE.

SOMMAIRE :

1. — Principe de l'appareil.
2. — Description.
3. — Etalonnage.
4. — Applications.
5. — Conclusions.
6. — Tableaux et diagrammes.

1. — PRINCIPE DE L'APPAREIL.

Les gaz ainsi que leurs mélanges se différencient entre eux à l'aide de leur indice de réfraction :

$$n = \frac{\sin i}{\sin r}$$

où i et r désignent respectivement les angles d'incidence et de réfraction.

Exemple :

$$\text{Pour l'air : } n_1 = 1,000.295$$

$$\text{Pour le CH}_4 : n_2 = 1,000.444$$

La loi de Biot-Arago est applicable ici, comme dans le cas des pressions partielles (Valentiner et Zimmer, Verhandl. Dtsch. physikal. Ges. 15, 1301).

D'après cette loi, la réfringence totale B est égale à la somme des réfringences partielles.

Pour la facilité des écritures, Haber pose :

$$n = 1,000.001$$

et $\beta = (n-1) 10^6 = \text{unité de réfringence,}$

La loi de Biot-Arago devient :

$$B = \frac{x.b_1}{100} + \frac{y.b_2}{100} + \frac{z.b_3}{100} + \dots$$

où x, y, z, \dots représentent les % des différents gaz entrant dans le mélange, et b_1, b_2, b_3, \dots et B , les réfringences des différents gaz et du mélange, exprimés en unités β de pouvoir réfringent.

Nous avons en outre une équation de volume :

$$x + y + z + \dots = 100.$$

Exemple. — Soit un mélange d'air et de méthane dont les indices de réfraction ressortent respectivement à $n_x = 1,000,293$ et $n_y = 1,000,444$ et les teneurs à x_1 et y_1 %.

Si on pose :

$$n = 1,000,001$$

et $\beta = (n-1) 10^6 =$ unité de réfringence,

$$b_1 = 293 \beta$$

$$b_2 = 444 \beta$$

La loi de Biot-Arago nous donne :

$$\frac{293 x_1}{100} + \frac{444 y_1}{100} = B \quad (1)$$

où B est la réfringence totale en unités β , donnée par l'interféromètre.

2. — DESCRIPTION DE L'APPAREIL.

La méthode d'analyse interférométrique (1) est basée sur le fait que les rayons lumineux traversant deux chambres contiguës contenant des gaz différents ont des chemins optiques différents, dont la différence, fonction du gaz à analyser, peut être mesurée et évaluée.

L'interféromètre à gaz se compose de 5 parties principales, notamment la source lumineuse (a), le collimateur (b), les chambres

(1) Benzolbestimmung im Gas mit dem Interferometer. — Dr. Z. König, « Glückauf », n° 23 de 1935.

à gaz (c) de 1 mètre de longueur sur 1 cm² de section (2), le compensateur (d) avec le tambour de mesure (e), ainsi que l'oculaire (f).

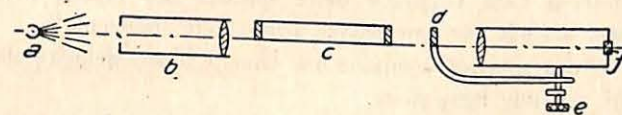


Fig. 1. — Vue schématique latérale de l'interféromètre.

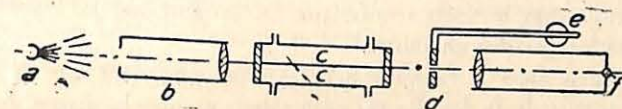


Fig. 2. — Vue en plan de l'interféromètre.

Une des chambres à gaz reçoit le gaz à examiner, l'autre le gaz de comparaison.

La lumière d'une petite lampe électrique Nernst (3) traverse une fente étroite et les rayons lumineux sont rendus parallèles à l'aide du collimateur.

Elle traverse ensuite les deux chambres à gaz munies de fenêtres en verre, des deux côtés, ainsi que les deux plaques de compensateur qui sont des plaques plan-parallèles en verre.

L'oculaire dans lequel on observe les phénomènes lumineux se compose d'une lentille cylindrique qui n'agrandit que dans le plan

(2) Pour accroître encore l'importance du trajet lumineux, Löwe a mis au point des chambres d'un modèle nouveau. Après un parcours complet de la chambre d'un mètre de longueur, les faisceaux lumineux sont renvoyés dans la même chambre par un premier miroir; après ce deuxième trajet, ils sont réfléchis à nouveau par un deuxième miroir, de telle sorte qu'ils parcourent successivement trois fois la même chambre en zig-zag. On réalise ainsi une longueur efficace de cheminement lumineux de 3 mètres et la sensibilité est par suite trois fois plus grande qu'avec les chambres simples de 1 mètre.

(3) La lampe à incandescence (Osram ou Nernst), 3,5 v., 0,4 amp., servant à éclairer la fente peut être alimentée par un accumulateur de deux éléments, mais, pour un service prolongé, il est préférable de la brancher sur le réseau d'éclairage par l'intermédiaire d'un rhéostat réglable ou, si le courant est alternatif, d'un transformateur.

L'image du filament incandescent de la lampe doit être projeté, par la lentille du condensateur optique, dans le plan de la fente.

horizontal. Une lentille sphérique qui agrandit dans tous les sens donnerait lieu à un affaiblissement de l'intensité lumineuse qui serait néfaste pour la mesure.

On observe dans l'oculaire deux spectres des rayons lumineux superposés, séparés par une mince ligne noire, horizontale.

Chacun des spectres comporte un champ blanc délimité de part et d'autre par une ligne noire.

A gauche et à droite, on aperçoit les couleurs du spectre. Le spectre supérieur provient de la lumière qui traverse les deux chambres, tandis que le spectre inférieur est produit par la lumière qui passe en-dessous des chambres.

On notera dans la figure 1 que les chambres n'ont que la moitié de la hauteur de la lentille du collimateur et que la moitié du faisceau lumineux doit passer en dessous des chambres.

Ce dispositif permet d'avoir pour toutes les mesures un spectre inférieur invariable (spectre de référence), qui donne le point zéro de l'appareil à partir duquel on fera les lectures.

Le spectre supérieur, au contraire, se déplace.

Lorsque les deux chambres renferment le même gaz, par exemple de l'air ou du gaz d'éclairage, on peut observer dans l'oculaire la superposition parfaite des deux paires de franges noires du spectre inférieur et supérieur. Elles sont en coïncidence.

Lorsque la chambre de comparaison contient de l'air pur et la chambre de mesure de l'air avec un autre élément dont le pourcentage doit être déterminé (par exemple CO_2 , CH_4 , etc.), la lumière, traversant cette chambre, suit, à cause de cet élément additionnel, un chemin optique plus long que dans la chambre de comparaison et la paire de franges noires du spectre supérieur se déplace ou disparaît du champ d'observation.

La rotation d'un tambour gradué de mesure relié au compensateur permet de ramener la paire de franges noires du spectre supérieur en coïncidence avec celle du spectre inférieur, fixe.

Une des plaques du compensateur est reliée à l'aide d'un système de leviers avec le tambour gradué de mesure et peut donc subir des déplacements de manière à neutraliser l'excédent de longueur de chemin optique dû au gaz contenu dans la chambre de mesure.

On ramène les deux paires de franges noires en coïncidence, on lit et on apporte à la lecture les corrections nécessaires.

Il est aisé de convertir ensuite le nombre de graduations en % de gaz.

Le tambour de mesure est gradué le long de sa périphérie.

Une rotation complète du tambour correspond à 100 graduations (Trommel-Teile ou T.T.). La gamme complète de mesure est de 3.000 T.T.

3. — ETALONNAGE.

L'appareil a été étalonné optiquement par la firme Zeiss préalablement à l'expédition (tableau I). L'étalonnage consiste dans la détermination de la relation existant entre le nombre de graduations du tambour et la différence exprimée en β des chemins optiques du faisceau lumineux dans les deux chambres.

Cette relation s'exprime comme suit :

$$\beta = a \cdot \text{T.T.}$$

$$\beta = \text{unité de réfringence} = (n-1) 10^6$$

$$\text{T.T.} = \text{une division de tambour (Trommel-Teil)}$$

$$a = \text{une constante}$$

La différence de chemin optique a été mesurée avec la longueur d'onde de la ligne verte du mercure correspondant à 5461 Å.

Si on représente par L la longueur des chambres, en mm.; par n_1 et n_2 les indices de réfraction respectivement du gaz de comparaison et du gaz essayé, $n_1 \times L$ est la longueur du chemin optique correspondant au gaz de comparaison, et $n_2 \times L$, celle correspondant au gaz essayé.

La différence $(n_2 - n_1) L$ constitue la différence de chemin optique.

Chaque frange d'interférence correspond à une longueur d'onde λ entière :

$$\lambda = 0,5461 \times 10^3 \text{ mm.}$$

Le nombre de franges d'interférence m , généralement pas un nombre entier, constitue une mesure physique de la différence de chemin optique de la lumière dans les deux chambres :

$$(n_2 - n_1) L = m.$$

Dans notre interféromètre de laboratoire à 3 chambres d'un mètre, 10 franges en lumière verte du mercure correspondent, dans un cas,

à 256 divisions de tambour (entre $h = 0$ et $h = +10$; h étant le numéro d'ordre des franges d'interférence; voir tableau I).

Nous aurons :

$$256 \text{ T.T.} = 10 \lambda = 10 \times 0,5461 \mu = 5,461 \mu$$

$$1 \text{ T.T.} = \frac{10 \lambda}{256} = \frac{5,461 \mu}{256} = 0,021332 \mu$$

Pour déterminer la différence d'indice de réfraction qui correspond à une division du tambour, nous avons :

$$(n_2 - n_1) L = 0,021332 \mu$$

$$D_n = n_2 - n_1 = \frac{0,021332 \mu}{1000 \text{ mm.}} = 0,00000021332$$

$$D_n = n_2 - n_1 = 2,1332 \times 10^{-8}, \text{ pour } 1 \text{ T.T.}$$

Précision des dosages effectués à l'interféromètre.

Le déplacement relatif des spectres d'interférence est fonction de la différence D_n entre les indices de réfraction des gaz contenus dans la chambre de mesure et dans la chambre de comparaison.

Comme indiqué ci-dessus, une division du tambour (1 T.T.) (1) correspond à une valeur de D_n égale à $2,1332 \times 10^{-8}$.

Si nous désignons par S le nombre de graduations du tambour faisant l'objet d'une lecture :

$$D_n = 2,1332 \cdot 10^{-8} \cdot S$$

Avec des chambres à gaz d'un mètre de longueur, nous aurons :

$$S = \frac{D_n \cdot 10^{-8}}{2,1332}$$

Les indices de réfraction, à 0° C et 760 mm. , du CO_2 et du CH_4 , par exemple, ressortent respectivement à $1,000,450$ et $1,000,444$.

(1) La lecture des graduations du tambour de mesure peut aisément se faire à 1 petite division (ou 1 T.T.) près.

Si la chambre de comparaison contient de l'air atmosphérique dont l'indice de réfraction, dans les mêmes conditions, est égal à $1,000,293$, nous avons pour :

$$\text{CO}_2 : D_n = 157 \times 10^{-6}$$

$$\text{CH}_4 : D_n = 151 \times 10^{-6}$$

Pour 1 % de ces gaz en mélange dans l'air, nous aurons :

$$1 \% \text{ CO}_2 : D_n = 157 \times 10^{-8}$$

$$1 \% \text{ CH}_4 : D_n = 151 \times 10^{-8}$$

Le nombre de graduations de tambour, pour 1 % de ces gaz, devient ainsi :

$$1 \% \text{ CO}_2 \text{ dans l'air : } S = 74 \text{ T.T.}$$

$$1 \% \text{ CH}_4 \text{ dans l'air : } S = 78 \text{ T.T.}$$

Les dosages peuvent donc être faits à $1/74^e$ de 1 % CO_2 , soit $0,0135 \% \text{ CO}_2$ près, et à $1/78^e$ de 1 % de CH_4 , soit $0,0128 \% \text{ CH}_4$ près.

Valeur de la constante a.

La valeur de la constante a de l'appareil varie dans une certaine mesure, car chaque rotation du tambour n'entraîne pas uniformément le même accroissement d'épaisseur de la plaque du compensateur, donc d'effet de compensation (1).

La valeur de la constante a a été déterminée par nous pour chaque dizaine de franges d'interférence. Nous l'avons fait figurer dans le tableau I ci-après fourni par le constructeur.

La première colonne donne le numéro d'ordre h des franges d'interférence; la seconde colonne, le nombre de graduations du tambour correspondant, déduction faite du zéro; la troisième colonne indique la différence d entre deux lectures successives, la quatrième colonne donne les différentes valeurs de la constante a .

Exemple. — Entre les franges de numéros d'ordre -10 et 0 , donc pour 10 longueurs d'onde, nous avons 250 T.T.

(1) Rappelons que le compensateur est une plaque plan-parallèle.

TABLEAU I

h	T.T.	d	a	h	T.T.	d	a	h	T.T.	d	a
0	0	25.5	46.71	0	0	256	46.88	-100	1	1	45.87
+ 1	25.5	»	»	+ 10	256	259	47.42	- 90	1	1	»
+ 2	51	»	»	+ 20	515	264	48.34	- 80	1	1	»
+ 3	76.5	»	»	+ 30	779	270	49.44	- 70	1	1	»
+ 4	102	»	»	+ 40	1.049	276	50.54	- 60	1	1	»
+ 5	127.5	»	»	+ 50	1.325	282	51.64	- 50	1	1	»
+ 6	153	»	»	+ 60	1.607	288	52.74	- 40	975	238	45.57
+ 7	178.5	»	»	+ 70	1.895	1	1	- 30	757	242	44.44
+ 8	204	26	47.55	+ 80	1	1	1	- 20	495	245	44.86
+ 9	230	»	»	+ 90	1	1	1	- 10	250	250	45.87
+ 10	256	»	»	+ 100	1	1	1	0	0	0	0

D'où :

$$250 \text{ T.T.} = 5,461 \mu$$

$$1 \text{ T.T.} = 0,0218 \mu$$

$$(n_2 - n_1) L = 0,0218 \mu$$

$$n_2 - n_1 = 2,18 \times 10^{-8}$$

$$2,18 \times 10^{-8} = 1 \text{ T.T.}$$

$$a = \frac{1000}{218} = 45,87 \text{ T.T.}$$

Les calculs nous ont donné comme moyenne générale pour la partie positive $a = 49,65$, et pour la partie négative, $a = 45,95$.

4. - APPLICATIONS.

Méthode de mesure.

Pour faire l'analyse d'un mélange gazeux complexe (1), on part des équations générales :

$$\frac{xbx}{100} + \frac{yby}{100} + \frac{zbz}{100} \dots = B \quad (1)$$

$$x + y + z + \dots = 100 \quad (2)$$

où x, y, z, \dots sont les % des différents composants gazeux, et bx, by et bz, \dots leur réfringence exprimée en unités β .

Ce système de deux équations permet de déterminer directement deux inconnues. L'interféromètre ne permet donc l'analyse directe que de mélanges binaires ou de mélanges ternaires dont deux éléments sont dans un rapport constant et connu (air + CH_4 par exemple).

On détermine la réfringence en unités β du mélange original par rapport à un gaz de comparaison convenablement choisi (air, azote, méthane, mélanges d'air et de CH_4 , etc.).

(1) Il faut que la composition qualitative du mélange soit connue et que les gaz soient secs avant leur introduction dans l'appareil.

On enlève au mélange un élément x , par absorption, par exemple, nous aurons :

$$\frac{yby}{100-x} + \frac{zbx}{100-x} + \dots = B' \quad (3)$$

On tire des équations (1) et (3) :

$$x = \frac{100(B-B')}{bx-B'}$$

Si on enlève ensuite au mélange un second élément, y , par exemple, nous aurons :

$$\frac{zbx}{100-(x+y)} + \frac{uby}{100-(x+y)} + \dots = B''$$

$$y = \frac{B'-(100-x)B''}{271-B''}$$

et ainsi de suite.

Lorsqu'aucun des composants d'un mélange gazeux complexe n'est susceptible d'être éliminé ou déterminé d'une autre manière, on peut encore résoudre le problème en mettant en ligne, outre les équations générales :

$$\frac{ax}{100} + \frac{by}{100} + \frac{cz}{100} + \dots = B$$

$$x + z + y \dots = 100$$

autant d'équations différentes qu'il reste d'inconnues, par exemple une équation de combustion :

$$\frac{a \times x}{100} + \frac{b \times y}{100} + \frac{c \times z}{100} + \dots = \text{vol. de CO}_2 \quad (3)$$

Une équation de densité :

$$\frac{dx \cdot x}{100} + \frac{dy \cdot y}{100} + \frac{dz \cdot z}{100} + \dots = D \quad (4)$$

où D est la densité du mélange gazeux, et dx , dy , dz , les densités des différents composants.

Eventuellement, une équation de limites inférieures d'inflammabilité :

$$L = \frac{100}{\frac{p_1}{N_1} + \frac{p_2}{N_2} + \frac{p_3}{N_3} + \dots} \quad (5)$$

où L est la limite inférieure d'inflammabilité du mélange, p_1 , p_2 , $p_3 \dots$ les % des différents composants, et N_1 , N_2 , $N_3 \dots$ les limites inférieures d'inflammabilité dans l'air pour chacun des gaz combustibles.

Lorsque dans un mélange gazeux complexe, tous les éléments moins un sont quantitativement et qualitativement connus, le système des deux équations générales permet de trouver la réfringence de l'élément inconnu et de l'identifier.

Par exemple, recherche d'une impureté dans un gaz.

Si les déviations du compensateur sont très petites, on peut se servir avec avantage d'un robinet à 4 voies, fourni avec l'appareil, qu'on interpose entre les deux tuyaux d'amenée.

A l'aide du robinet, on peut interchanger les tuyaux d'amenée des gaz : la chambre qui contenait le gaz à étudier reçoit le gaz de comparaison et inversement.

Il faut veiller à avoir la même température et pression dans les chambres (1).

On opère à la température ordinaire et à la pression atmosphérique.

Pour les grandes différences de réfraction, il faut tenir compte de la dispersion.

Pour l'analyse de faibles quantités de gaz, on opère comme suit :

(1) Rappelons que la valeur de β dépend de la température et de la pression. Les valeurs trouvées doivent être ramenées à 0° C et 760 mm. à l'aide de la formule :

$$\beta = \beta \text{ trouvé} \times \frac{273+t}{273} \cdot \frac{760}{p}$$

Un tableau de correction a été fourni à cet effet avec l'appareil.

Une quantité de gaz exactement mesurée est envoyée d'une burette B à travers la chambre vers une pipette P et est mélangée intimement avec le gaz contenu dans la chambre (air ou azote) par plusieurs aller-retour (10 à 15), jusqu'à ce que le nombre de graduations du tambour demeure constant.

On peut également faire usage de chambres en forme de burettes en verre de Raszfeld. Ce dispositif permet de remplir les chambres avec un liquide, du mercure par exemple, et d'éliminer ainsi le gaz y contenu.

L'interféromètre peut également servir à faire des mesures de pression ou de vitesse de diffusion de gaz.

Gaz de comparaison.

La différence de pouvoir réfringent susceptible d'être indiquée par l'appareil étant limitée à environ 40β dans la partie positive du spectre et à environ 20β dans la partie négative, le gaz de comparaison devra être convenablement choisi.

Nous avons généralement pris, pour la facilité, de l'air atmosphérique comme gaz de comparaison.

Dans le cas d'un mélange grisouteux riche M, à pouvoir réfringent trop grand, à cause de sa teneur élevée en CH_4 , pour pouvoir être comparé directement à l'air atmosphérique, nous avons opéré comme suit :

Une partie du mélange M a été diluée avec de l'air atmosphérique, de telle manière à former un mélange M' qui puisse être comparé directement avec M.

M' a été ensuite dilué avec de l'air atmosphérique de manière à former un mélange M'' qui puisse être comparé avec M' et ainsi de suite jusqu'à l'obtention d'un mélange Mⁿ qui puisse être comparé directement avec l'air atmosphérique.

Il suffit pour obtenir la réfringence B du mélange originel M d'ajouter à 293β toutes les différences de pouvoir réfringent successivement obtenues.

Le coefficient de dilution après chaque opération est fourni par le rapport des pouvoirs réfringents, diminués de 293β .

Cette méthode a été appelée dans la suite « méthode par dilutions successives ». Elle nous dispense d'avoir constamment une

série de gaz étalons de différents pouvoirs réfringents à notre disposition.

Mélanges grisouteux.

La connaissance du rapport O_2/N_2 dans le grisou de la Station présente une grande importance au point de vue des essais d'explosifs et autres qui ne peuvent être faits avec des mélanges grisouteux suroxygénés (1).

Si a est la teneur en CH_4 du mélange grisouteux mis en œuvre, nous aurons l'équation suivante :

$$\frac{a.bx}{100} + \frac{y.by}{100} + \frac{z.bz}{100} = B$$

Si nous supposons que la même quantité a de méthane se trouve mélangée à de l'air pur, nous aurons :

$$\frac{a.bx}{100} + \frac{(100-a) 293}{100} = B'$$

Si $B > B'$, le mélange est sous-oxygéné.

Si $B = B'$, le rapport O_2/N_2 du mélange est égal à celui de l'air (0,264).

Si $B < B'$, le mélange est suroxygéné.

Si l'on suppose l'échantillon de mélange grisouteux privé de son CO_2 (qui a été déterminé à part), il reste encore 3 éléments : $\text{CH}_4 = x$, $\text{O}_2 = y$ et $\text{N}_2 = z$.

On peut recourir à un graphique pour déterminer rapidement les limites entre lesquelles x , y et z peuvent varier, ou, l'un de ces éléments (y par exemple) étant connu, trouver les deux autres.

A cet effet, on construit un triangle équilatéral sur les 3 côtés

(1) Rappelons que dans le grisou de la Station, le rapport O_2/N_2 est inférieur à celui de l'air; il est sous-oxygéné par rapport à l'air.

Nous le vivifions par des additions d'oxygène de manière à avoir un rapport O_2/N_2 voisin de 0,264, qui est celui de l'air atmosphérique.

duquel on porte respectivement les pourcentages, de 0 à 100, de x , y et z (fig. 5).

A l'intérieur du triangle, on trace les droites d'égal pouvoir réfringent.

Par le point correspondant à la teneur en y connue, on trace une parallèle à l'un des côtés du triangle. Le point de rencontre de cette droite et de la droite d'égal pouvoir réfringent correspondant à la réfringence du mélange grisouteux donne le point représentatif du mélange, à l'intérieur du triangle.

Ce point permet de déterminer x et z , en menant des droites parallèles aux deux autres côtés du triangle.

Le grisou de la Station ne contient en ordre principal que 4 éléments : CO_2 , CH_4 , O_2 , N_2 (1).

Soit :

$$x = \% \text{CO}_2$$

$$y = \% \text{O}_2$$

$$z = \% \text{N}_2$$

$$u = \% \text{CH}_4$$

$$B = \text{pouvoir réfringent en unités } \beta, \\ \text{du mélange originel.}$$

Nous avons :

$$bx = 450 \beta$$

$$by = 271 \beta$$

$$bz = 298 \beta$$

$$bu = 444 \beta$$

(1) Exemple d'analyse du grisou de la Station, effectuée par la méthode des basses températures :

$$\text{O}_2 = 8,05 \% ; \quad \text{N}_2 = 33,64 \% ; \quad \text{CH}_4 = 53,07 \% ;$$

$$\text{C}_2\text{H}_6 = 0,061 \% ; \quad \text{CO}_2 = 5,179 \%$$

Etant donné la faible teneur en C_2H_6 , nous l'avons assimilé à du CH_4 .

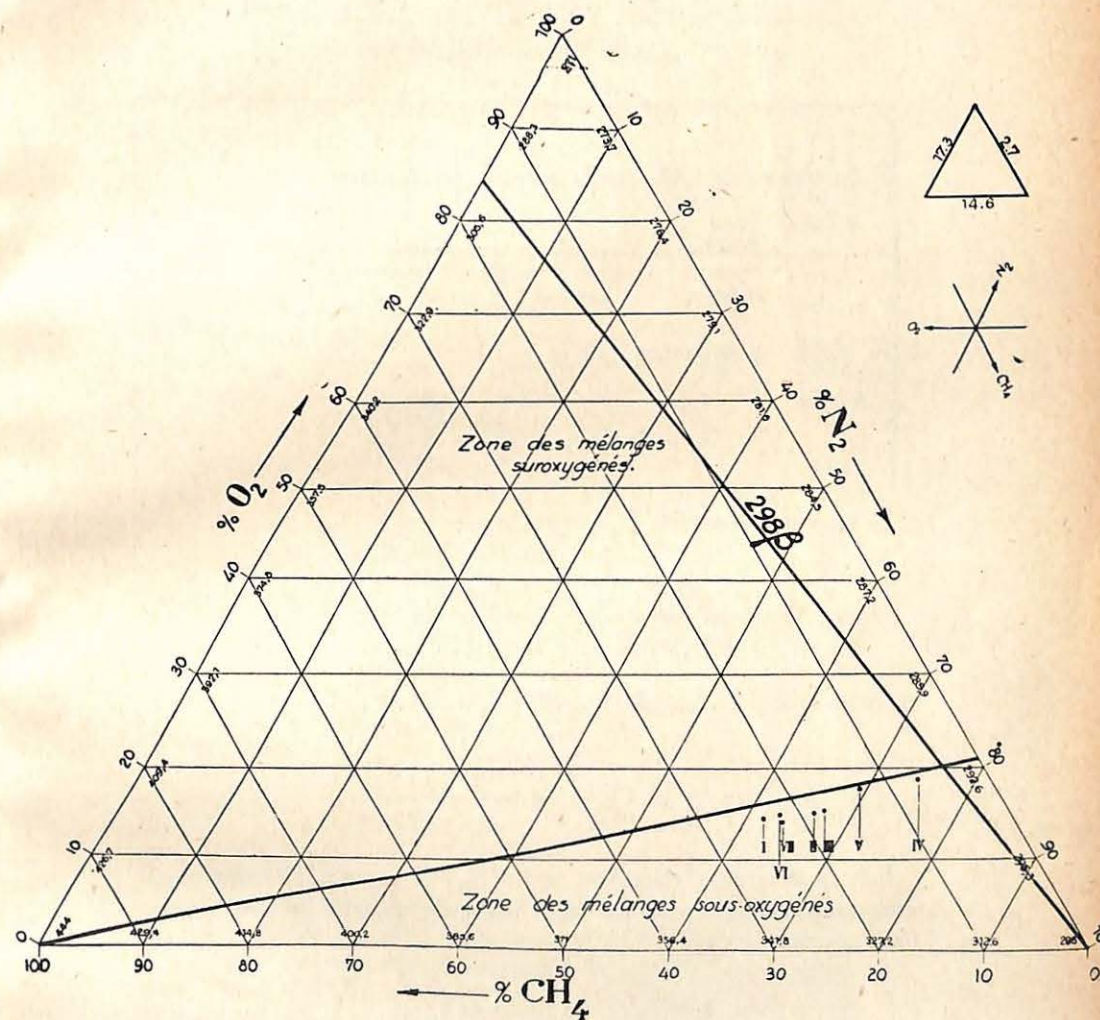


Fig. 5.

Posons le système d'équations :

$$\frac{x \cdot 450}{100} + \frac{y \cdot 271}{100} + \frac{z \cdot 298}{100} + \frac{u \cdot 444}{100} = B \quad (1)$$

$$x + y + z + u = 100$$

Si on élimine le CO_2 par la potasse, nous aurons :

$$\frac{y \cdot 271}{100-x} + \frac{z \cdot 298}{100-x} + \frac{u \cdot 444}{100-x} = B' \quad (2)$$

et, à partir des équations (1) et (2) :

$$x = \% \text{CO}_2 = \frac{100(B-B')}{450-B'}$$

Si on élimine ensuite l' O_2 , nous aurons :

$$\frac{z \cdot 298}{100-(x+y)} + \frac{u \cdot 444}{100-(x+y)} = B'' \quad (3)$$

et, à partir des équations (2) et (3) :

$$y = \% \text{O}_2 = \frac{B' - (100-x) B''}{271 - B''}$$

Il reste alors deux éléments : $z (= \text{N}_2)$ et $u (= \text{CH}_4)$, qui peuvent être déterminés directement à l'aide du système de deux équations ci-après :

$$\frac{z \cdot 298}{100-(x+y)} + \frac{u \cdot 444}{100-(x+y)} = B''$$

$$z + u = 100 - (x+y)$$

EXEMPLE NUMERIQUE

Echantillon de mélange grisouteux (1) prélevé le 27-10-1939
au gazomètre de l'Institut.

	Lectures	To	Pression barométrique	Facteur de correction F	Différence de pouvoir réfringent en unités β
Zéro	989	18,9	748	—	—
1 ^{re} dilution	353	19,6	»	1,089	15,622
2 ^e dilution	2.032	»	»	»	22,441
3 ^e dilution	593	19,8	»	1,090	14,655
4 ^e dilution/air	2.498	»	»	»	31,156
Zéro	992	20,0	»	—	—
CO_2	1.166,5	»	»	1,090	4,036
O_2	1.453	19,3	»	1,088	9,759

Moyenne du zéro : 990,5.

B du mélange gazeux sans $\text{CO}_2 = 293 + 85,874 = 376,874$

$$\text{CO}_2 = \frac{(B-B') \cdot 100}{450-B'} = \frac{403,6}{77,162} = 5,23 \%$$

$$\text{O}_2 = \frac{100 \times 9,759}{115,635} = 8,44 \%$$

(1) Une partie de cet échantillon a été agitée avec une solution de potasse caustique; O_2 , CH_4 et N_2 ont été déterminés sur cette partie.

Une partie du gaz a été conservée sur du mercure pour permettre la détermination du CO_2 .

Le pouvoir réfringent B' du gaz originel débarrassé de son CO_2 étant connu (méthode par dilutions successives avec de l'air atmosphérique), on envoie ce gaz dans la chambre médiane B et on remplit la chambre de gauche A et la chambre de droite C respectivement avec le mélange originel et ce même mélange débarrassé du CO_2 et O_2 .

La comparaison entre B et A donne CO_2 ; celle entre B' et C donne O_2 .

$$X \times 444 + Z \times 298 = 37.687,4$$

$$X + Z = 91,56 \%$$

$$X = \text{CH}_4 = 55,59 \%$$

$$Z = \text{N}_2 = 35,97 \%$$

$$\text{Rapport O}_2/\text{N}_2 = 0,255$$

Les résultats de l'essai s'établissent comme suit :

	Résultat interféromètre.	Résultats de l'analyse ordinaire.
CO ₂	5,23	5,20
CH ₄	52,68	52,97
O ₂	8,00	8,01
N ₂	34,09	33,82

5. - CONCLUSIONS.

De nombreuses recherches nous ont montré que les mélanges de CH₄, d'O₂, d'N₂ et de CO₂ peuvent être analysés rapidement à l'interféromètre.

Ce dernier peut donc convenir pour l'analyse des mélanges grisouteux du gazomètre et de la galerie de tir, ainsi que des mélanges grisouteux employés à d'autres fins expérimentales.

Il faut faire passer les gaz à examiner jusqu'à ce que le système mobile de franges d'interférence reste fixe. Les volumes gazeux à mettre en œuvre, de ce chef, dépendent des espaces nuisibles des circuits gazeux.

L'interféromètre peut servir également au contrôle du gaz obtenu par fermentation (CH₄ + N₂), à l'analyse de mélanges d'air et de CO dans l'étude des masques à CO, à l'examen des gaz dégagés par les accumulateurs, éventuellement des gaz de détonation, au dosage du CH₄ dans les échantillons d'atmosphères de mines prélevés par l'Administration des mines (1), etc.

(1) Moyennant quelques précautions pour réduire les espaces morts de l'appareil, étant donné que l'on a généralement des échantillons de 300 cm³ seulement.

6. - TABLEAUX ET DIAGRAMMES.

Valeurs en β adoptées (1)

tirées de « Interferometrie von Gasgemischen und Lösungen »,
de Dr. F. Lowe, Yena.

Acétylène	565
Ethane	753
Ethylène	657
Ammoniac	379
Argon	282
Bromure de méthyl	964
Acide bromhydrique	573
Chlore	773
Acide chlorhydrique	447
Cyanogène (C ₂ N ₂)	854
Acide cyanhydrique	451
Fluor	195
Hélium	35
Acide iodhydrique	911
CO ₂	450
Oxychlorure de carbone (CoCl ₂ - phosgène)	1.150
Oxyde de carbone	335
Méthane	444
Acide phosphydrique ou phosphure d'hydrogène (PH ₃)	789
Propylène	1.120
Oxygène	271
SO ₂	661
H ₂ S	644
NO	294
N ₂	298
N ₂ O	516
H ₂	139
Air	295

(1) Rappelons que $\beta = (n-1) 10^6$, où n = indice de réfraction.

Vérification du pouvoir réfringent du méthane pur (444 β)
et de l'air atmosphérique (293 β)

renseignés dans le traité « Interferometrie von Gasmischen und Lösungen », du Dr Löwe (Yena).

Un échantillon de méthane pur, obtenu par le procédé de liquéfaction à basse température, a été prélevé sur de la potasse.

Ci-dessous, les lectures successives faites à l'interféromètre à la suite des dilutions successives avec de l'air pur de manière à demeurer dans le champ de l'appareil.

Lecture en TT	T ₀	Pression barométrique	Facteur de correction F	Réfringences en unités β	
				I	II
Zéro	987	19,8	753	1.085	—
1 ^{re} lect.	2.655	20,1	»	1.084	54.285
2 ^e lect.	321,5	20,3	»	1.084	16.233
3 ^e lect.	1.792	20,3	»	1.084	17.050
4 ^e lect.	444,5	20,3	»	1.084	15.235
5 ^e lect.	1.086,5	20,4	»	1.085	21.935
6 ^e lect.	522	20,4	»	1.085	11.246
7 ^e lect.	2.752,5	20,4	»	1.085	36.321
Gaz de comparaison : air atmosphérique				293.000	293.000
Pouvoir réfringent du méthane pur				443.901	443.865
Moyenne : 443.885					

Le pouvoir réfringent du CH₄ pur, en unités β , est de 444.000. La moyenne trouvée est de 443.885. Différence : 0,117 β .

Le CH₄ employé, prélevé sur de la potasse, peut donc être considéré comme étant pratiquement pur, car la différence de 0,117 β est égale au maximum à 6 petites divisions de tambour sur 7 lectures, ordre de grandeur des erreurs expérimentales, la précision d'une lecture étant de 1 T.T.

Le pouvoir réfringent du méthane pur ayant été trouvé égal à 444 β , celui de l'air employé comme gaz de comparaison est égal à 293 β .

PARTIE EXPERIMENTALE.

Diagramme des mélanges d'air et de CO₂, O₂, CH₄, CO, H₂ (1).
(Fig. 6.)

CO₂ (450 β)

No de l'essai	Gaz de comparaison	Lecture interférométrique en T.T. (après correction)	(n ₂ - n ₁) L en β	% CO ₂ par l'interféromètre	% CO ₂ par l'analyse
1	air	273.59	5.510	3.51	2.58
2	—	430.30	8.067	5.14	4.93
3	—	380.98	7.673	4.89	4.92
4	—	729.58	14.695	9.36	9.08
5	—	900.40	18.135	11.55	11.65
6	—	715.20	14.405	9.18	9.08
7	—	1.065,67	21.464	13.67	13.20
8	—	464.72	9.360	5.96	5.91
9	—	1.446,63	29.136	18.56	18.32
10	—	1.345,55	27.101	17.26	17.47
11	—	1.231,37	24.801	15.80	15.42
12	—	471.10	9.488	6.04	6.01
13	—	229.90	4.630	2.95	3.15
14	—	161.40	3.251	2.07	2.02
15	—	1.036,20	20.870	13.29	13.25
16	—	1.653,30	33.299	21.20	21.03
17	—	1.891,35	38.094	24.26	24.05
18	—	1.256,28	25.303	16.12	16.00
19	—	986,63	19.872	12.66	12.38
20	—	835,81	16.834	10.72	10.84

REMARQUES. — Les travaux préliminaires et de mise au point ont nécessité 26 essais et analyses divers, non renseignés dans ce tableau.

Exemple (n^o 5) :

$$\frac{x \times 450}{100} + \frac{y \times 293}{100} = 311.135 \beta$$

$$x + y = 100$$

$$x = \text{CO}_2 = 11,55 \%$$

$$y = \text{air} = 88,45 \%$$

(1) Le pouvoir réfringent de l'air pur étant égal à 293 β et le rapport O₂/N₂ dans l'air égal à 0,264, le diagramme expérimental de N₂ n'a pas été établi; il peut se déduire de celui de l'oxygène.

Oxygène (271 β).

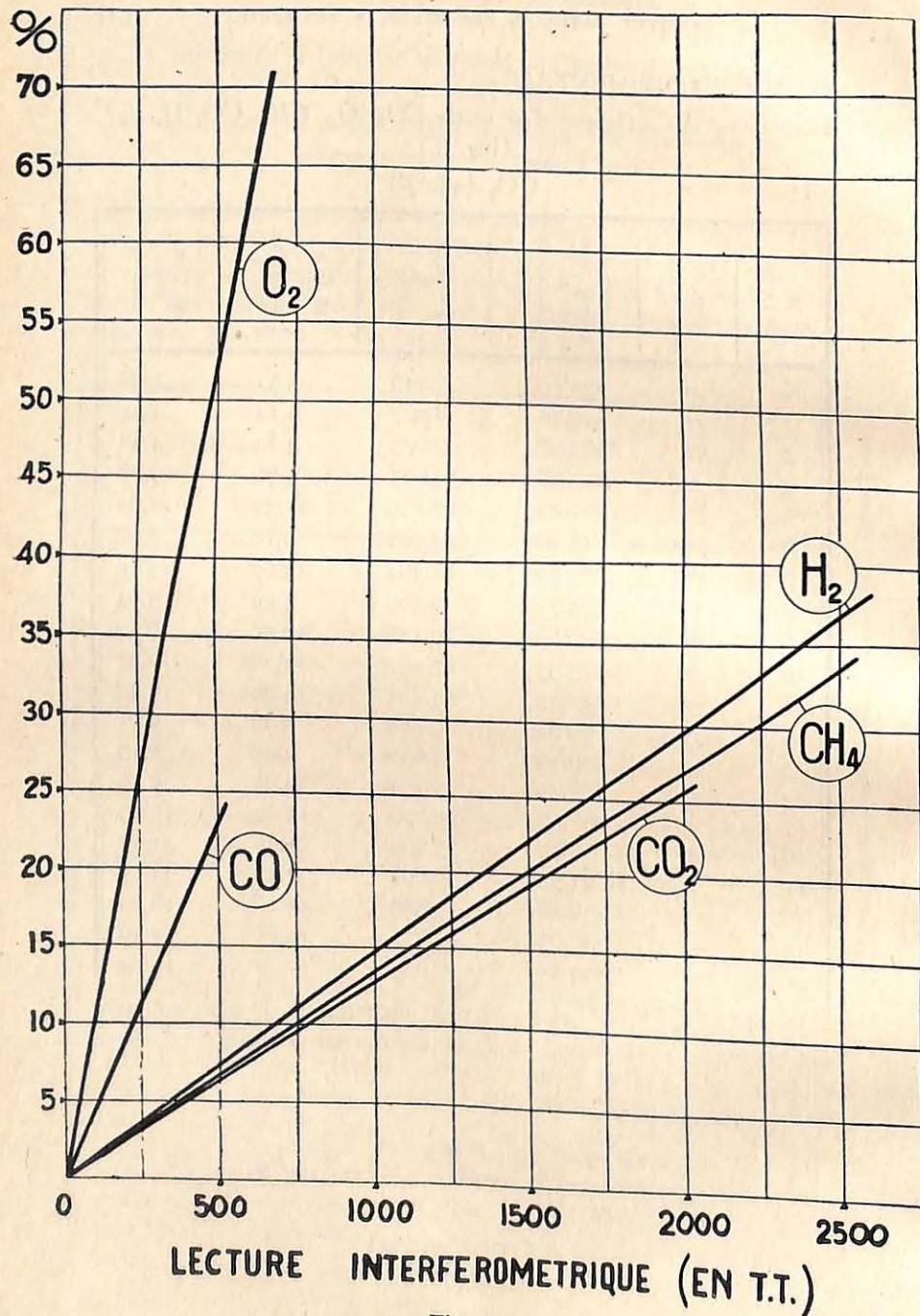


Fig. 6.

No de l'essai	Gaz de comparaison	Lecture après correction	(n ₂ - n ₁) L en β	% O ₂ par interféromètre	% O ₂ par analyse
1	air	— 22,14	— 0,504	2,29	1,98
2	—	— 153,85	— 3,502	15,92	15,96
3	—	— 141,19	— 3,214	14,61	14,70
4	—	— 156,84	— 3,115	14,16	14,25
5	—	— 145,54	— 3,313	15,06	15,02
6	—	— 99,81	— 2,272	10,33	10,41
7	—	— 302,41	— 6,884	31,29	31,33
8	—	— 52,98	— 1,206	5,48	5,43
9	—	— 222,59	— 5,067	23,03	23,07
10	—	— 458,89	— 10,446	47,48	47,18
11	—	— 474,36	— 10,798	49,08	48,98
12	—	— 684,74	— 15,587	70,85	70,50
13	—	— 137,72	— 3,135	14,25	14,57
14	—	— 133,94	— 3,049	13,86	13,92
15	—	— 116,37	— 2,649	12,04	12,08
16	—	— 111,71	— 2,543	11,56	11,26
17	—	— 80,22	— 1,826	8,30	8,46
18	—	— 323,59	— 7,366	33,48	33,68
19	—	— 299,91	— 6,827	31,03	31,08
20	—	— 97,44	— 2,218	10,08	10,10
21	—	— 70,64	— 1,608	7,31	7,50
22	—	— 189,12	— 4,305	19,57	19,47
23	—	— 199,75	— 4,547	20,67	20,98
24	—	— 254,06	— 5,328	24,22	24,14
25	—	— 235,51	— 5,361	24,37	24,44

REMARQUES. — Les travaux préliminaires et de mise au point ont nécessité 71 essais et analyses divers non renseignés dans ce tableau.

Exemple (n° 1) :

$$\frac{x \times 271}{100} + \frac{y \times 293}{100} = 292,496$$

$$x + y = 100$$

$$x = \text{O}_2 = 2,29 \%$$

$$y = \text{air} = 97,71 \%$$

CH₄ (444 β).

No de l'essai	Gaz de comparaison	Lecture à l'intéromètre (après correction)	(n ₂ - n ₁) L en unités β	% CH ₄	
				par l'intéromètre	par analyse
1	air	31.03	0,625	0,41	0,38
2	—	53,75	1,082	0,72	0,63
3	—	84,77	1,707	1,03	1,07
4	—	224,00	4,512	2,99	3,17
5	—	358,50	7,216	4,78	5,08
6	—	637,50	12,840	8,50	8,22
7	—	534,23	10,760	7,13	7,18
8	—	746,89	15,043	9,96	10,06
9	—	35,43	0,713	0,47	0,38
10	—	24,21	0,488	0,32	0,33
11	—	68,05	1,370	0,91	0,86
12	—	48,16	0,970	0,64	0,62
13	—	31,01	0,624	0,41	0,39
14	—	48,28	0,972	0,64	0,56
15	—	100,44	2,023	1,34	1,30
16	—	114,90	2,314	1,54	1,49
17	—	161,54	3,253	2,15	2,19
18	—	101,69	2,048	1,36	1,36
19	—	135,36	2,726	1,80	1,62
20	—	156,06	3,143	2,08	2,07
21	—	203,10	4,091	2,71	2,86
22	—	269,21	5,422	3,59	3,62
23	—	316,75	6,379	4,22	4,46
24	—	435,67	8,775	5,81	6,10
25	—	615,53	12,397	8,21	7,80
26	—	680,70	13,710	9,08	9,00
27	—	921,51	18,560	12,29	12,40
28	—	1.230,73	24,788	16,42	16,11
29	—	1.968,12	39,640	26,25	26,23
30	—	1.335,91	26,907	17,82	17,70
31	—	1.639,27	33,017	21,87	22,08
32	—	1.674,07	33,717	22,33	22,77
33	—	1.740,49	35,055	23,21	23,53
34	—	75,86	1,528	1,01	1,02
35	—	131,94	2,657	1,76	1,77
36	—	225,78	4,547	3,01	3,22
37	—	228,66	4,605	3,05	3,22
38	—	337,92	6,806	4,51	4,46

No de l'essai	Gaz de comparaison	Lecture à l'intéromètre (après correction)	(n ₂ - n ₁) L en unités β	% CH ₄	
				par l'intéromètre	par analyse
39	air	428,53	8,631	5,72	5,74
40	—	196,40	3,956	2,62	2,78
41	—	428,00	8,631	5,72	5,77
42	—	706,50	14,225	9,42	9,90
43	—	729,40	14,691	9,73	9,90
44	—	887,47	17,874	11,84	11,84
45	—	741,50	14,950	9,89	9,94
46	—	1.161,50	23,390	15,49	15,45
47	—	1.785,10	35,954	23,81	24,24
48	—	1.585,52	31,950	21,15	21,55
49	—	1.645,10	33,134	21,94	21,96
50	—	1.735,00	34,944	23,14	22,80
51	—	118,77	2,392	1,58	1,52
52	—	113,47	2,285	1,51	1,53
53	—	185,24	3,731	2,47	2,62
54	—	128,00	2,578	1,71	1,76
55	—	238,50	4,804	3,18	3,45
56	—	225,50	4,542	3,01	3,15
57	—	280,00	5,639	3,73	3,97
58	—	352,30	7,096	4,70	4,77
59	—	299,32	6,028	3,99	4,31
60	—	373,28	7,518	4,98	5,40
61	—	415,27	8,364	5,54	5,91
62	—	496,77	10,054	6,65	6,60
63	—	553,93	11,157	7,39	7,40
64	—	588,64	11,856	7,85	7,90
65	—	642,74	12,945	8,57	8,50

REMARQUES. — Les travaux préliminaires et de mise au point ont nécessité 57 essais et analyses divers non renseignés dans ce tableau.

Exemple (n° 6) :

$$\frac{x \times 444}{100} + \frac{y \times 293}{100} = 305,840$$

$$x + y = 100$$

$$x = \text{CH}_4 = 8,50 \%$$

$$y = \text{air} = 91,50 \%$$

CO (339 β).

No de l'essai	Gaz de comparaison	Lecture interférométrique (après correction)	(n ₂ - n ₁) L en unités β	% CO	
				par l'interféromètre	par analyse
1	air	18,40	0,37	0,81	0,78
2	—	37,24	0,75	1,63	1,54
3	—	64,05	1,29	2,80	2,80
4	—	127,60	2,57	5,58	5,47
5	—	146,96	2,96	6,44	6,56
6	—	201,58	4,06	8,82	9,08
7	—	57,59	1,16	2,53	2,66
8	—	234,35	4,72	10,26	10,53
9	—	255,70	5,15	11,19	11,28
10	—	115,19	2,32	5,04	5,11
11	—	358,97	7,23	15,71	15,71
12	—	502,95	10,13	22,02	22,20
13	—	11,92	0,24	0,52	0,55
14	H ₂	5,71	0,115	0,25	0,235
15	air	42,20	0,85	1,84	1,98

REMARQUES. — Les travaux préliminaires et de mise au point ont nécessité 45 essais et analyses divers non renseignés dans ce tableau.

Exemple (n° 8) :

$$\frac{x \times 339}{100} + \frac{y \times 293}{100} = 297,720$$

$$x + y = 100$$

$$x = \text{CO} = 10,26 \%$$

$$y = \text{air} = 89,74 \%$$

Hydrogène (139 β).

No de l'essai	Gaz de comparaison	Lecture interférométrique (après correction)	(n ₂ - n ₁) L en unités β	% H ₂	
				par l'interféromètre	par analyse
1	air	— 745,49	— 16,970	11,02	10,62
2	—	— 755,60	— 17,200	11,17	11,21
3	—	— 1.101,32	— 25,070	16,28	16,28
4	—	— 306,63	— 6,980	4,53	4,41
5	—	— 267,97	— 6,100	3,96	4,01
6	—	— 268,59	— 6,114	3,97	3,63
7	—	— 202,30	— 4,605	2,99	2,74
8	—	— 268,41	— 6,110	3,97	3,72
9	—	— 66,99	— 1,525	0,99	1,02
10	—	— 531,73	— 12,104	7,86	8,00
11	—	— 800,40	— 18,220	11,83	11,66
12	—	— 507,39	— 11,550	7,50	7,54
13	—	— 879,48	— 20,020	13,00	13,06
14	—	— 901,14	— 20,513	13,32	13,32
15	—	— 1.636,52	— 37,253	24,19	24,00
16	—	— 1.356,42	— 30,877	20,05	20,13
17	—	— 2.017,26	— 45,923	29,82	29,57
18	—	— 2.350,25	— 53,500	34,74	34,27
19	—	— 2.310,28	— 52,590	34,15	34,15
20	—	— 2.718,83	— 61,890	40,19	40,42

REMARQUES. — Les travaux préliminaires et de mise au point ont nécessité 47 essais et analyses divers non renseignés dans ce tableau.

Exemple (n° 10) :

$$\frac{x \times 139}{100} + \frac{y \times 293}{100} = 280,896$$

$$x + y = 100$$

$$x = \text{H}_2 = 7,86 \%$$

$$y = \text{air} = 92,14 \%$$

N° de l'essai	Réfringence totale en unités β $\beta = (n - 1) 10^6$	Déviati on interférométrique $(n_2 - n_1) L$ en unités β de réfringence	Résultats obtenus à l'interféromètre	Résultats obtenus par analyse	Observations relatives à l'analyse interférométrique	
1	528.761	55.761	CO ₂ = 2,15 O ₂ = 14,66 N ₂ = 61,56 CH ₄ = 25,78	2,09 14,52 61,70 25,78	Le grisou de la Station a été préalablement dilué avec de l'air atmosphérique de manière à tomber dans le champ de l'appareil.	
2	521.009	28.009	O ₂ = 15,09 N ₂ = 66,56 CH ₄ = 18,55	15,26 66,19 18,55		
3	519.124	26.124	CO ₂ = 0,86 O ₂ = 15,42 N ₂ = 67,26 CH ₄ = 17,52	0,81 15,59 67,09 17,52		Le CH ₄ a été déterminé par analyse.
4	502.798	9.798	CO ₂ = 0,55 O ₂ = 19,00 N ₂ = 74,20 CH ₄ = 6,80	0,55 18,85 74,35 6,80		Les travaux préliminaires et de mise au point ont nécessité 42 essais, analyses et opérations divers, non renseignés dans ce tableau.

5	512.0004	19.0004	CO ₂ = 2,79 O ₂ = 17,74 N ₂ = 69,39 CH ₄ = 12,87	2,79 18,07 69,06 12,87	
6	526.685	55.685	CO ₂ = 1,10 O ₂ = 14,15 N ₂ = 65,89 CH ₄ = 22,06	1,10 14,20 65,74 22,06	
7	B : 531.565 B' : (543.161)	58.565	CH ₄ = 22,99 Air = 77,01	23,13 76,87	Mélanges de grisou pur et d'air. Ces essais avaient pour but de vérifier la méthode par absorption d'oxygène.
8	B : 526.416 B' : (537.192)	55.416	CH ₄ = 22,15 Air = 77,87	22,09 77,91	Dans une première opération (1 ^{re} colonne des résultats, on déterminait directement le CH ₄ et l'air.
9	B : 506.775 B' : (515.535)	15.775	CH ₄ = 6,01 Air = 93,99	5,89 94,11	Dans une seconde opération (2 ^e colonne des résultats), on déterminait l'oxygène par absorption et passage, avant et après, à l'interféromètre.
10	B : 525.875 B' : (536.583)	32.875	CH ₄ = 21,77 Air = 78,25	21,88 78,12	La teneur en O ₂ trouvée nous donnait le % d'air et par différence le % de CH ₄ .
11	B : 516.571 B' : (526.284)	25.571	CH ₄ = 15,61 Air = 84,59	15,95 84,07	(Les nombres entre parenthèses donnent

(1) Rappelons que le grisou de la Station renferme 4 éléments : CH₄, CO₂, O₂ et N₂, dont deux seulement peuvent être déterminés en une opération. Les deux autres : CH₄ et O₂, CH₄ et CO₂, O₂ et CO₂, doivent faire l'objet de deux opérations distinctes.

L'échantillon est souvent prélevé sur une lessive de potasse, l'élimination du CO₂ ne modifiant pas le rapport O₂/N₂. Notre gaz renferme toujours un excédent d'azote par rapport à la proportion normale dans l'air.

No de l'essai	Réfringence totale en unités β $\beta = (n - 1) 10^6$	Dévi-ation inter-térométrique ($n_2 - n_1$) l. en unités β de réfringence	Résultats obtenus à l'interféromètre	Résultats obtenus par analyse	Observations relatives à l'analyse interférométrique
12	B : 326.175 B' : (324.960)	35.175	CH ₄ = 21,97 Air = 78,03	22,10 77,90	la réfringence du mélange gazeux après enlèvement de l'O ₂ .
13	B : 295.869 B' : (302.286)	2.869	CH ₄ = 1,90 Air = 98,10	1,87 98,13	$\% O_2 = \frac{100(B-B')}{271-B'}$
14	327.846	34.846	CH ₄ = 23,42 O ₂ = 16,10 N ₂ = 60,48	23,65 16,46 59,89	Grisou de la Station dilué. Le CH ₄ a été déterminé par l'analyse.
15	377.762	25.305	CH ₄ = 55,85 O ₂ = 6,59 N ₂ = 37,56	55,75 6,76 37,49	
16	B : 373.270 B' : (381.228)	4.021	CH ₄ = 52,89 O ₂ = 7,22 N ₂ = 39,89	52,50 7,05 40,47	O ₂ a été absorbé et le gaz restant a été passé avant (B) et après (B') à l'interféromètre :
17	B : 306.410 B' : (314.501)	13.410	CH ₄ = 9,20 O ₂ = 18,60 N ₂ = 72,20	9,00 18,95 72,05	$\% O_2 = \frac{100(B-B')}{271-B'}$
18	380.688	87.688	CH ₄ = 58,18 O ₂ = 8,55 N ₂ = 33,47	58,33 8,65 33,02	Méthode des dilutions successives avec de l'air (1). CH ₄ déterminé par l'analyse.

19	B : 386.384 B' : (384.097) B'' : (409.169)	83.384	CO ₂ = 3,47 O ₂ = 7,87 CH ₄ = 58,38 N ₂ = 30,28	3,61 7,77 58,88 29,74	Méthode des dilutions successives avec de l'air. CO ₂ et O ₂ ont été successivement absorbés et le gaz passé chaque fois avant et après à l'interféromètre.
20	B : 380.784 B' : (377.218) B'' : (408.116)	87.784	CO ₂ = 4,90 O ₂ = 7,95 CH ₄ = 53,07 N ₂ = 34,08	5,20 8,05 53,40 33,35	$\% CO_2 = \frac{100(B-B')}{450-B'}$ $\% O_2 = \frac{B' - (100 - \% CO_2) B''}{271 - B''}$
21	380.481	87.481	CH ₄ = 58,06 O ₂ = 8,47 N ₂ = 33,47	58,18 8,41 33,41	Méthode des dilutions successives (1). CH ₄ a été déterminé par analyse.
22	B : 306.320 B' : (313.437)	13.320	CH ₄ = 8,80 O ₂ = 16,77 N ₂ = 74,43	8,50 16,35 75,15	O ₂ a été éliminé par absorption et le mélange passé avant (B) et après (B') à l'interféromètre.
23	B : 306.366 B' : (313.682)	13.366	CH ₄ = 8,90 O ₂ = 17,14 N ₂ = 73,96	9,10 17,27 73,63	Idem.
24	B : 380.967 B' : (391.051)	87.967	CH ₄ = 58,38 O ₂ = 8,40 N ₂ = 33,22	58,18 8,56 33,26	Méthode des dilutions successives avec de l'air (1). O ₂ a été éliminé et le mélange passé avant (B) et après (B') à l'interféromètre.

No de l'essai	Réfringence totale en unités β $\beta = (n - 1) 10^6$	Déviations interférométrique ($n_2 - n_1$) l. en unités β de réfringence	Résultats obtenus à l'interféromètre	Résultats obtenus par analyse	Observations relatives à l'analyse interférométrique
25	580.876	87.876	CH ₄ = 58,52 O ₂ = 8,41 N ₂ = 55,27	58,88 8,11 55,01	Méthode des dilutions successives (1). CH ₄ a été déterminé par analyse.
26	575.602	80.602	CH ₄ = 55,56 O ₂ = 8,55 N ₂ = 58,11	55,40 8,41 58,19	Idem.
27	B : 519.509 B' : (529.057)	26.509	O ₂ = 16,79 N ₂ = 65,51 CH ₄ = 17,70	16,50 65,61 17,89	O ₂ a été absorbé et le mélange gazeux passé avant (B) et après (B') à l'interféromètre.
28	B : 297.850 B' : (504.617)	4.850	O ₂ = 20,15 N ₂ = 76,25 CH ₄ = 5,62	19,90 76,51 5,59	O ₂ a été absorbé et le mélange gazeux passé avant (B) et après (B') à l'interféromètre. $\% O_2 = \frac{(B-B') \times 100}{271-B'}$
29	B : 294.485 B' : (299.770)	1.485	O ₂ = 18,57 N ₂ = 80,64 CH ₄ = 0,99	18,77 80,26 0,97	Idem.
30	B : 524.196 B' : (534.404)	51.196	CH ₄ = 20,92 O ₂ = 16,10 N ₂ = 62,98	21,14 16,25 62,61	Idem.

31	B : 581.055 B' : (590.751)	88.055	CH ₄ = 58,57 O ₂ = 8,10 N ₂ = 55,55	58,65 8,54 55,01	Méthode des dilutions successives avec de l'air O ₂ a été éliminé et le mélange gazeux passé avant (B) et après (B') à l'interféromètre.
32	B : 525.744 B' : (536.249)	52.744	CH ₄ = 21,98 O ₂ = 16,10 N ₂ = 61,92	21,77 16,29 61,94	O ₂ a été éliminé et le mélange gazeux passé avant (B) et après (B') à l'interféromètre.
33	529.651	56.651	CH ₄ = 25,90 O ₂ = 12,01 N ₂ = 64,09	24,04 12,10 65,86	CH ₄ a été déterminé par analyse.
34	526.925	55.925	CH ₄ = 22,26 O ₂ = 15,24 N ₂ = 64,50	22,52 15,05 64,65	Idem.
35	527.266	54.266	CH ₄ = 22,47 O ₂ = 15,11 N ₂ = 64,42	22,84 12,95 64,25	Idem.
36	B : 535.591 B' : (544.595)	40.591	CH ₄ = 25,08 O ₂ = 15,06 N ₂ = 65,86	25,51 14,95 61,74	O ₂ a été absorbé et le mélange passé avant (B) et après (B') à l'interféromètre : $\% O_2 = \frac{(B-B')_{100}}{271-B'}$

No de l'essai	Réfringence totale en unités β $\beta = (n - 1) 10^6$	Déviations interférométriques ($n_2 - n_1$) L en unités β de réfringence	Résultats obtenus à l'interféromètre	Résultats obtenus par analyse	Observations relatives à l'analyse interférométrique
57	527.007	54.007	CH ₄ = 22,74 O ₂ = 15,55 N ₂ = 61,75	22,54 15,21 62,45	CH ₄ a été déterminé par analyse.
58	502.657	9.657	CH ₄ = 6,44 O ₂ = 17,65 N ₂ = 75,91	6,45 17,55 76,22	Idem.
59	B : 575.877 B' : (585.852)	82.877	CH ₄ = 54,70 O ₂ = 7,55 N ₂ = 37,95	54,89 7,05 58,06	O ₂ a été absorbé et le mélange passé avant (B) et après (B') à l'interféromètre.

(1) Dans cette méthode, on dilue d'une manière répétée le mélange grisouteux avec de l'air atmosphérique de manière à demeurer constamment dans le champ de l'appareil.

INSTITUT NATIONAL DES MINES

RAPPORT SUR LES TRAVAUX DE 1939

ANNEXE II

Etude de masques antipoussières

(Seconde note.)

par M. J. FRIPIAT,

Ingénieur principal des Mines
attaché à l'Institut National des Mines.

Au cours de l'année 1939, nous avons poursuivi sur les masques antipoussières les recherches commencées à la fin de l'année 1938 et dont les résultats ont fait l'objet d'une première note dans le Rapport annuel relatif à cet exercice (voir pages 171 à 201 de ce rapport) (1).

Nous avons conservé le mode opératoire suivi dans nos premières expériences.

Rappelons-en d'abord les caractéristiques essentielles :

L'épreuve du masque se fait dans une atmosphère de poussières de schiste; celle-ci est aspirée dans le masque soit par une pompe volumogène (essai sous débit continu), soit par une pompe à piston (essai sous débit pulsatoire).

La capacité de rétention ou l'efficacité du masque s'établit d'après la quantité de poussières retenues dans un tube rempli d'ouate, placé entre le masque et la pompe.

(1) Voir aussi *Annales des Mines de Belgique*, Tome XL, année 1939, pp. 171-201.