

INSTITUT NATIONAL DES MINES

RAPPORT SUR LES TRAVAUX DE 1940

ANNEXE

**L'Application de l'interféromètre
aux
analyses de gaz de mines de faible volume
(environ 300 cc)**

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

Nous avons montré précédemment (Rapport sur les travaux de l'Institut en 1939, pages 111 et suivantes) l'utilisation pratique de l'interféromètre Zeiss de laboratoire à chambres d'un mètre pour les analyses de gaz de mines courants où il faut doser surtout l'oxygène, l'azote, le méthane, l'anhydride carbonique.

Mais cette utilisation prévoyait des échantillons assez volumineux, de l'ordre d'un litre, qui ne sont généralement prélevés que dans des circonstances spéciales.

Le volume des flacons servant couramment au prélèvement d'échantillons d'air, notamment pour le contrôle grisométrique, est de l'ordre de 300 centimètres cubes; nous avons voulu indiquer comment l'interféromètre peut être utilisé avec ces échantillons de faible volume notamment en prenant les précautions voulues pour réduire les espaces morts de l'appareil.

Ad. BREYRE.

Rappelons pour mémoire le principe de l'interféromètre à gaz (1). Dans ce dernier, la lumière parallèle fournie par une source lumineuse est envoyée à travers deux chambres à gaz voisines.

Les deux faisceaux sont alors réfractés dans un double diaphragme et donnent dans une lunette une image d'interférence.

Si les deux chambres sont remplies de gaz présentant des réfringences différentes, les raies d'interférence se déplacent latéralement. Cette déviation latérale constitue une mesure de la différence de réfringence des deux gaz; on peut en effet la compenser par rotation d'un compensateur à lame disposé sur le trajet des rayons lumineux. La rotation de cette lame est lue sur un tambour gradué (T.T.).

La sensibilité de cette mesure interférentielle dépend de la longueur de la chambre.

Parmi les différents interféromètres à gaz, le grisomètre optique est celui qui possède la plus petite longueur relative de chambre. L'interféromètre portatif mixte, dit « à gaz et à eau » comporte des chambres de plus grandes dimensions (jusque 50 cm.).

Avec ces chambres, la sensibilité et le champ de mesure sont deux fois plus grands qu'avec les chambres du grisomètre interférentiel.

Le champ de mesure de l'interféromètre à gaz de laboratoire avec chambres d'un mètre est encore plus large; cet instrument doit être employé lorsque la concentration gazeuse à mesurer est faible et que l'indice de réfraction du gaz à déceler ne diffère que peu de celui du gaz de comparaison (2).

(1) Voir *Zeiss Nachrichten*, n° 8, nov. 1938 ainsi que le Rapport 1939 sur les travaux de l'I.N.M.

(2) Rappelons aussi que pour augmenter encore l'importance du trajet lumineux, Löwe a mis au point une chambre d'un modèle nouveau. Après un parcours complet de la chambre de 1 m. de long., les faisceaux lumineux sont renvoyés dans la même chambre par un premier miroir; ils sont après ce dernier trajet, réfléchis à nouveau par un second miroir de telle sorte qu'ils parcourent ainsi trois fois le même chemin en zig-zag. On réalise une longueur efficace de 3 m. et la sensibilité est par suite trois fois plus grande qu'avec la chambre simple d'un mètre.

Comme nous l'avons signalé dans le rapport sur les travaux de l'Institut de 1939, la réduction de l'espace nuisible des circuits gazeux de dessiccation des chambres a permis d'effectuer les dosages exacts de CO_2 , O_2 , CH_4 , etc., en opérant sur de faibles volumes gazeux, de l'ordre de 300 cc.

Les dessiccateurs à H_2SO_4 intercalés dans les circuits gazeux dans nos travaux précédents, ont été remplacés par deux petits tubes (long. 85 mm., diamètre 17 mm.) en série, renfermant du chlorure calcique assez finement broyé et légèrement tassé (3).

L'exactitude des dosages interférométriques de CH_4 effectués sur des échantillons gazeux de faible volume a été essayée avec des mélanges grisouteux à différentes teneurs en CH_4 (0,2 à 22 %).

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau I, figurant en fin de cette note.

MODE OPERATOIRE

Des volumes de mélanges gazeux de 5 litres à teneur variable en CH_4 (de 0,2 à 22 %) ont été préparés pour les essais.

Comme première vérification (renseignée dans le tableau à la colonne observation, par le libellé « échantillon de 5 litres » deux litres de chaque échantillon de 5 litres ont été passés par l'interféromètre, l'air servant de gaz de comparaison dans chaque cas.

Comme seconde vérification, le CH_4 a été déterminé par la méthode de la limite d'inflammabilité.

Différentes bouteilles de 300 cc. analogues à celles utilisées pour le prélèvement des échantillons d'air de mine dans le fond, ont été remplies à l'aide de ces mélanges gazeux.

Au moment du dosage, le bouchon ordinaire de ces bouteilles est remplacé, sous l'eau, par une monture spéciale compre-

(3) Pour le dosage du CH_4 des échantillons prélevés dans le fond, un des tubes à CaCl_2 du circuit gazeux d'analyse est remplacé par un tube similaire contenant de la chaux sodée, pour retenir le CO_2 .

nant un bouchon en caoutchouc à deux trous dans lesquels passent deux tubes munis d'un robinet.

Un des tubes se termine au ras du bouchon, l'autre aboutit au fond de la bouteille de 300 cc.

Entre deux essais, les chambres sont nettoyées avec de l'air atmosphérique pur. L'exactitude et la constance des résultats obtenus résultent du tableau I repris en fin de cette note.

La durée moyenne d'un essai est de 15 minutes, y compris les calculs.

Dans une autre série d'essais, 2 bouteilles de 300 cc. de six mélanges grisouteux différents, à faible teneur en CH_4 prélevés dans la mine ont été préparés et analysés en série, respectivement à l'interféromètre (F.V.O.) et par la méthode de la limite inférieure d'inflammabilité (G.N.).

Les résultats de ces assais sont consignés dans le tableau II repris en fin de cette note.

Pour accélérer les opérations, un tableau III (repris en fin de cette note) a été dressé donnant directement le % de CH_4 en fonction de la lecture en TT (divisions du tambour) faite à l'interféromètre et corrigée pour $a = \text{constante} = 45,87$ dans la relation $\beta = aTT$.

Un autre tableau (tableau IV) donne la valeur en CH_4 correspondant à TT pour toute une gamme de valeurs de la constante a .

Poursuivant les essais, nous avons étudié le dosage interférométrique de CO_2 , O_2 dans les mélanges grisouteux de la Station, en opérant sur des volumes réduits (env. 300 cc.).

L'absorption du CO_2 et de O_2 s'effectuent respectivement dans des petites burettes à deux robinets de 300 cc. environ connectées directement aux chambres par l'intermédiaire des tubes dessiccateurs. Les réactifs mis en œuvre sont respectivement une solution concentrée de potasse ou de soude caustique et d'hydrosulfite alcalin.

Rappelons que si B, B' et B'' représentent le pouvoir réfringent en unités β (1), respectivement du gaz initial, du

(1) $\beta = (n-1) 100$.

gaz initial moins le CO_2 et du gaz initial moins le CO_2 et l'oxygène, et x , y , z et u les pourcentages de CO_2 , O_2 , CH_4 et N_2 , nous aurons :

$$x = \frac{100 (B - B')}{450 - B'}$$

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

$$\frac{x \times 450}{100} + \frac{y \times 271}{100} + \frac{z \times 444}{100} + \frac{u \times 298}{100} = B$$

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

Le résultats obtenus figurent dans le tableau V en même temps que les résultats de contrôle.

La durée d'une analyse complète (CH_4 , CO_2 , O_2 et N_2) calculs compris, ressort en moyenne à 3 heures.

CONCLUSION

Les résultats ci-dessus permettent de conclure que dans le but d'accélérer les opérations et de pouvoir opérer sur de faibles volumes, le dosage interférométrique de CH_4 , CO_2 , O_2 et N_2 des mélanges grisouteux ordinaires est possible avec l'exactitude voulue, en ne mettant en œuvre que des échantillons gazeux de volume réduit (300 cc. environ par élément) analogues à ceux notamment prélevés dans le fond par l'Administration des Mines.

TABLEAU I

No de l'essai	Lecture en TT après correct.	Température en °C.	Pression barométrique	Facteur de correct. « F »	Résultats interférom. % CH ₄ échantil. de 300 cc.	Résultats par analyse % CH ₄	Remarques
31	15,20	20,1	751	1,086	0,219	0,24	éch. de 5 l.
32	15,75	»	»	»	0,227	»	» de 300 cc.
33	16,29	»	»	»	0,235	»	» »
34	16,29	»	»	»	0,235	»	» »
35	16,83	»	»	»	0,242	»	» » (1)
26	29,13	20,9	758	1,079	0,42	0,45	» de 5 l.
27	29,13	21,00	758	»	»	»	» de 300 cc.
28	»	»	»	»	»	»	» »
29	28,62	21,1	»	1,080	0,41	»	» »
30	»	21,2	»	»	»	»	» » (2)
19	48,9	20,1	751	1,086	0,71	0,70	» de 5 l.
20	49,4	»	»	»	0,70	»	» de 300 cc.
21	50,5	»	»	»	0,72	»	» »
22	50,0	20,2	»	»	0,72	»	» »
23	»	20,3	»	1,087	»	»	» »
24	50,6	20,4	»	1,088	0,73	»	» »
25	50,0	»	»	»	0,72	»	» » (3)
8	100,6	21,0	728	1,124	1,45	1,41	» de 5 l.
9	102,5	21,3	»	1,126	1,48	»	» de 300 cc.
10	»	»	»	»	1,47	»	» »
11	101,9	»	726	1,128	»	»	» »
12	»	»	»	»	»	»	» »
13	»	»	»	»	»	»	» »
14	»	»	»	»	»	»	» »
15	»	»	»	»	»	»	» »
16	»	»	»	»	»	»	» »
17	102,6	»	»	»	1,48	»	» »
18	102,0	»	»	»	1,47	»	» » (4)
61	180,0	17,9	752	1,078	2,55	2,56	éch. de 5 l.
62	180,5	18,0	»	»	2,56	»	» de 300 cc.
63	180,0	»	»	»	2,55	»	» »
64	180,5	»	»	»	2,56	»	» »
65	181,0	18,3	»	1,080	2,57	»	» » (5)

No de l'essai	Lecture en TT après correct.	Température en °C.	Pression barométrique	Facteur de correct. « F »	Résultats interférom. % CH ₄ échantil. de 300 cc.	Résultats par analyse % CH ₄	Remarques
1	189,5	19,9	730	1,117	3,06	3,07	éch. de 5 l.
2	190	20,1	»	»	3,07	»	» de 300 cc.
3	190	20,2	»	1,118	»	»	» »
4	189	20,3	»	»	3,05	»	» »
5	189,5	»	»	»	3,06	»	» »
6	»	20,4	731	»	»	»	» »
7	190	20,1	730	1,117	3,07	»	» » (6)
56	320,0	17,7	752	1,077	4,47	4,49	éch. de 5 l.
57	320,5	17,8	»	1,078	»	»	» de 300 cc.
58	320,0	»	»	»	»	»	» »
59	»	»	»	»	»	»	» »
60	320,5	»	»	»	»	»	» » (7)
51	590	17,3	751	1,076	8,08	8,11	éch. de 5 l.
52	589,5	17,2	»	1,075	8,08	»	» de 300 cc.
53	»	17,4	»	1,076	»	»	» »
54	583,0	17,5	»	»	8,07	»	» »
55	589,5	17,6	752	1,077	8,08	»	» » (8)
46	976,5	16,8	751	1,074	13,08	13,14	éch. de 5 l.
47	975,5	16,9	»	»	13,07	»	» de 300 cc.
48	»	17,0	»	1,075	»	»	» »
49	976	17,1	»	»	13,08	»	» »
50	975,5	17,3	»	1,076	13,07	»	» » (9)
41	1408,63	19,3	753	1,079	18,06	18,08	éch. de 5 l.
42	1406,16	19,6	»	1,080	18,03	»	» de 300 cc.
43	1410,10	19,8	»	1,081	18,08	»	» »
44	1410,70	»	»	»	18,08	»	» »
45	1410,16	»	»	»	»	»	» » (10)
36	1758,79	20,7	754	1,084	22,09	22,10	éch. de 5 l.
37	1752,29	20,6	»	»	22,01	»	» de 300 cc.
38	1756,62	»	»	1,083	22,06	»	» »
39	1755,00	20,5	»	»	22,04	»	» »
40	1756,63	»	»	»	22,06	»	» » (11)

TABLEAU II

Numéro des échantillons	% de CH ₄ trouvés à l'interféromètre (F. V. O.)	% de CH ₄ trouvés par la limite (G. N.)
224	0,26	0,39
1	0,20	0,24
221	0,28	0,24
4	0,46	0,47
2	3,43	plus de 3,22
3	1,24	1,31

TABLEAU III. — Table de conversion des TT. corrigés en % CH₄
($\beta = a \cdot TT$ où $a = 45,87$)

TT. corr.	% de CH ₄						
1	0,01444	26	0,38988	51	0,75088	76	1,11188
2	0,02888	27	0,40432	52	0,76532	77	1,12632
3	0,04332	28	0,41876	53	0,77976	78	1,14076
4	0,07220	29	0,43320	54	0,79420	79	1,15520
5	0,08664	30	0,44764	55	0,80864	80	1,16964
6	0,10108	31	0,46208	56	0,82308	81	1,18408
7	0,11552	32	0,47652	57	0,83752	82	1,19852
8	0,12996	33	0,49096	58	0,85196	83	1,21296
9	0,14440	34	0,50540	59	0,86640	84	1,22740
10	0,15884	35	0,51984	60	0,88084	85	1,24184
11	0,17328	36	0,53428	61	0,89528	86	1,25628
12	0,18772	37	0,54872	62	0,90972	87	1,27072
13	0,20216	38	0,56316	63	0,92416	88	1,28516
14	0,21660	39	0,57760	64	0,93860	89	1,29960
15	0,23104	40	0,59204	65	0,95304	90	1,31404
16	0,24548	41	0,60648	66	0,96748	91	1,32848
17	0,25992	42	0,62092	67	0,98192	92	1,34292
18	0,27436	43	0,63536	68	0,99636	93	1,35736
19	0,28880	44	0,64980	69	1,01080	94	1,37180
20	0,30324	45	0,66424	70	1,02524	95	1,38624
21	0,31768	46	0,67868	71	1,03968	96	1,40068
22	0,33212	47	0,69312	72	1,05412	97	1,41512
23	0,34656	48	0,70756	73	1,06856	98	1,42956
24	0,36100	49	0,72200	74	1,08300	99	1,44400
25	0,37544	50	0,73644	75	1,09744	100	1,45844

TABLEAU IV

i % de CH₄ = 1,51 β

TT. corr. gés	41,86 495 — 251	47,87 250 — 0	46,88 0 — 256	47,42 (1) 257—515 (2)
1	0,01476	0,01444	0,01413	0,01396
2	0,02952	0,02888	0,02826	0,02792
3	0,04428	0,04332	0,04239	0,04188
4	0,05904	0,05776	0,05652	0,05584
5	0,07380	0,07220	0,07065	0,06980
6	0,08856	0,08664	0,08478	0,08376
7	0,10332	0,10108	0,09891	0,09772
8	0,11808	0,11552	0,11304	0,11168
9	0,13284	0,12996	0,12717	0,12564
10	0,14760	0,14440	0,14130	0,13960

(1) Valeurs de a dans $\beta = a \cdot TT$.

(2) Intervalles de TT considérées, pour la déviation dextrogyre (0 à 515) et lévogyre (495 — 0).

TABLEAU V

N° d'essai	Pouvoir de réfringence en unités β	Température en °C.	Pression barométrique	Facteur de correct.	Résultats interférométriques	Résultats de contrôle
1	(B) 327.427	15,2	740	1,084	O ₂ = 12,81	12,99
	(B') 335,717	15,7	741	"	CH ₄ = 22,52	22,67
					N ₂ = 64,67	64,34
2	(B) 328.410	18,1	740	1,082	O ₂ = 12,08	12,15
	(B') 336.297	"	"	"	CH ₄ = 23,06	22,93
					N ₂ = 64,86	64,92
3	(B) 320.171	19,3	749	1,086	O ₂ = 12,22	12,12
	(B') 327.517	"	"	"	CH ₄ = 17,45	17,69
					N ₂ = 70,33	70,19
4	(B) 305.861	21,0	754	1,085	O ₂ = 15,55	15,60
	(B') 312.305	20,8	"	1,084	CH ₄ = 8,26	8,38
					N ₂ = 76,19	76,02
5	(B) 306.019	17,5	753	1,074	O ₂ = 15,50	15,73
	(B') 312.442	17,6	"	"	CH ₄ = 8,36	8,36
					N ₂ = 76,14	75,91
6	(B) 326.397	19,6	752	1,085	O ₂ = 13,97	13,90
	(B') 335.394	"	"	"	CH ₄ = 22,03	21,95
					N ₂ = 64,00	64,15
7	(B) 389.284	21,8	746	1,10	CO ₂ = 5,13	5,48
	(B') 384.975	à	à	à	O ₂ = 9,14	9,37
	(B'') 385.576	22,2	747	1,102	CH ₄ = 51,22	51,64
					N ₂ = 34,51	33,51
8	(B) 377.840	20,7	758	1,078	CO ₂ = 5,13	5,17
	(B') 373.940				O ₂ = 4,87	4,98
	(B'') 383.410				CH ₄ = 50,25	50,80
					N ₂ = 39,75	39,05

REMARQUES. — B : pouvoir réfringent du gaz originel.
 B', B'' : pouvoir réfringent de ce même gaz après enlèvement de l'oxygène et du CO₂.
 Ces déterminations ont été faites sur de faibles volumes gazeux (300 cc. environ par élément à doser).

Le Matériel Electrique Antigrisouteux à l'Institut National des Mines

L'Expérience de 10 ans (1930-1940)

NOTE

PAR

A. BREYRE,
 Ingénieur en chef des Mines,
 Directeur de l'Institut,
 Professeur à l'Université de Liège.

ET

J. FRIPIAT,
 Ingénieur principal des Mines,
 Attache à l'Institut.