

Valorisation pratique des analyses de rang des charbons élémentaires et de leurs mélanges

par E. GRAND'RY,

Sous-Directeur aux Recherches
S. A. Carbonisation Centrale, Tertre.

SAMENVATTING

Dit artikel werd geschreven op grond van een jarenlange ervaring met optische analysemethoden in het cokesbedrijf.

Als men als bekende basiselementen de kolen neemt, waaruit elke ontgonnen laag is samengesteld, en waarvan op voorhand een behoorlijke inventaris werd opgemaakt met vermelding van petrologische samenstelling en technologische eigenschappen, komt men er toe de mengsels die aan de cokesfabrieken zullen geleverd worden, en die in de loop van de verschillende bewerkingen die ze ondergaan een steeds ingewikkelder samenstelling opdoen, met stijgende nauwkeurigheid te omschrijven.

In het eenvoudigste geval — dat in onze streken weinig voorkomt — wordt de produktie verkregen in verschillende pijlers in dezelfde laag.

In het algemeen worden per bedrijfszetel 3 of 4 of nog meer lagen ontgonnen, lagen die gewoonlijk gekozen worden om hun gunstig rendement.

De kolen die daaruit komen, en die gelijkaardige maar ook zeer afwijkende eigenschappen kunnen hebben, worden in dezelfde zeverij-wasserij verwerkt.

Het gebeurt dat twee of zelfs meer zetels hun kolen naar eenzelfde wasserij sturen.

Het eindprodukt, hetzij fijnkool, hetzij stukool met handelswaarde, met min of meer heterogene samenstelling, wordt voorzien van eenzelfde etiket van oorsprong en verkrijgt daardoor een bedrieglijke schijn van gelijkvormigheid.

De cokesfabrikant nu, die zijn eigen mengsels wil maken volgens de regels van zijn ambacht, krijgt af te rekenen met verschillende van deze produkten die reeds echte mengsels zijn. Tot nu toe had hij geen enkel zeker middel om zich rekenschap te geven van deze heterogeniteit en, bijgevolg, van de geschiktheid van de verschillende produkten met betrekking tot het doel dat hij zich stelde: het bekomen van een goede metallurgische cokes.

RESUME

Cet article prend compte d'une expérience déjà longue de l'utilisation des analyses optiques en pratique cokière.

Si l'on considère comme matières premières de base définies, les charbons composant chaque veine exploitée, dûment inventoriée préalablement du point de vue de sa composition pétrologique et de ses propriétés technologiques, il est possible de caractériser de proche en proche, au fur et à mesure qu'ils se compliquent au cours de leur préparation, les mélanges de charbons livrés aux cokeries.

Le cas simple — peu rencontré en nos pays — est celui où la production est assurée par l'exploitation de plusieurs tailles dans une seule veine.

En général, par siège d'exploitation minière, 3 à 4 veines et plus, choisies souvent pour leur seul rendement pondéral, assurent la production.

Les charbons correspondants, dont les propriétés qualitatives peuvent être semblables ou différentes, sont traités ensemble au triage-lavoir.

Parfois, deux sièges, voire davantage, envoient leurs charbons au même triage-lavoir.

Fines et classés marchands, de composition plus ou moins hétérogène, en sortent sous une apparence fallacieuse d'unité procédant d'une même appellation d'origine.

Le cokier qui reçoit et souhaite mélanger à son gré, pour les carboniser selon les règles de son art, plusieurs de ces véritables « prémélanges », n'avait jusqu'ici aucun moyen sûr d'en connaître le degré d'hétérogénéité ni, partant, de juger de la compatibilité des constituants entre eux pour l'exécution de sa mission: l'obtention d'un bon coke métallurgique.

De optische analyse van de rang door middel van karakteristieke reflectogrammen, samen met de macerale analyse, verschaft hem een betere kennis van de kolen die hij te verwerken krijgt.

Deze bewering wordt bewezen aan de hand van enkele voorbeelden, geput uit de praktijk, gaande van eenvoudige tot meer ingewikkelde gevallen.

Daarenboven mag verhoopt worden dat het in de toekomst mogelijk zal zijn de kwaliteit van de cokes rechtstreeks af te leiden uit de uitslagen van de optische analyse.

L'analyse optique du rang traduite en réflectogrammes caractéristiques, appuyée par la macéranalyse, lui apporte une meilleure connaissance des charbons qu'il a à traiter.

Une série d'exemples, vécus en exploitation, allant du simple au compliqué, étayent cette affirmation.

Il est permis d'espérer en outre, que l'on pourra, dans l'avenir, relier directement les qualités des cokes aux résultats des analyses optiques.

INHALTSANGABE

Der Aufsatz gibt einen Ueberblick über langjährige Erfahrungen mit mikroskopischen Analysen in der Kokereipraxis.

Betrachtet man die Kohle aus den einzelnen, nach ihrer petrologischen Zusammensetzung und ihren technologischen Eigenschaften vorher eingehend untersuchten und erfassten Flözen als Rohstoff, so kann man das an die Kokereien gelieferte Gemisch schrittweise kennzeichnen, nach Massgabe der einzelnen Aufbereitungsstufen, die die Einsatzkohle zu einem immer komplizierteren Gebilde werden lassen.

Der einfache Fall, dass die gesamte Einsatzkohle aus mehreren Streben eines einzigen Flözes kommt, ist in Belgien recht selten.

In der Regel baut eine Schachanlage gleichzeitig drei oder vier und mehr Flöze ab, wobei die Auswahl oft ausschliesslich nach den zu erwartenden Mengen erfolgt.

Die Kohlen mit gleichen oder verschiedenen rohstofflichen Eigenschaften werden zusammen verarbeitet.

Manchmal schicken zwei oder noch mehr Schachanlagen ihre Rohkohle in die gleiche Zentralwäsche.

Die aus der Wäsche kommenden Feinkohlen oder Nüsse laufen unter dem gleichen Herkunftsnamen und erwecken daher den trügerischen Eindruck der Gleichartigkeit, während sie in Wirklichkeit mehr oder minder heterogen zusammengesetzt sind.

So erhält der Koker im Grunde « Vorgemischte » ; will er sie nach seinen eigenen Bedürfnissen weiter vermischen, um sie kunstgerecht zu verkoken, so stand ihm bisher kein zuverlässiges Mittel zur Verfügung, das Ausmass der Heterogenität festzustellen und dementsprechend zu erkennen, ob die einzelnen Bestandteile so weit zu einander passten, dass sich aus ihnen ein guter Hüttekoks gewinnen liess.

Mikroskopische Analysen nach Kohlenarten (Reflexionsstatistiken), ergänzt durch die Mazeralanalyse, vermitteln dem Koker eine bessere Kenntnis der Kohlen, die er zu verarbeiten hat. Dies wird durch eine Reihe von Beispielen aus dem praktischen Be-

SUMMARY

This article gives an account of an already long experiment in the use of optical analyses in coking practice.

If we take as given basic raw materials, the coals composing the seam which is being worked and which has been duly assessed in advance with regard to its petrological composition and its technological properties, it is possible to characterize by degrees the mixtures of coals delivered to the coking plants as they become progressively more complicated.

The simple case — rarely encountered in our country — is that in which production is ensured by the working of several faces in a single seam.

Generally speaking, in each colliery, 3 to 4 seams or more, often chosen solely on account of their O.M.S., ensure production.

The corresponding coals, the qualitative properties of which may be similar or different, are treated together at the screening and cleaning plant.

Sometimes, two collieries, or even more, send their coals to the same screening and cleaning plant.

Small and saleable coals, of more or less heterogeneous composition, emerge from the aforesaid plant with a fallacious appearance of unity arising from the same nomenclature at the source.

The coke-maker who received several of these veritable « pre-mixtures », and wishes to mix them as he pleases, in order to carbonize them according to the rules of his trade, had so far no sure means of finding out their degree of heterogeneity, and hence no way of judging the compatibility of the components one with another for performing his task, namely obtaining good metallurgic coke.

The optical analysis of the rank expressed in characteristic reflectograms, backed up by maceranalysis, gives him a better knowledge of the coals he has to deal with.

A series of examples from the actual working, covering all ranges from the simple to the complicated, support this statement.

trieb, vom einfachen zum komplizierten fortschreitend, erhärtet. Man darf hoffen, dass es in Zukunft gelingt, die Qualität des Kokes direkt aus den Ergebnissen der optischen Analyse abzuleiten.

Furthermore, there is every reason to hope that it will be possible, in the near future, to form a direct link between the quality of the cokes and the results of the optical analyses.

On m'a demandé de parler de la valeur pratique des analyses optiques.

Après avoir suivi les travaux de la présente session de la Commission Internationale de Pétrologie, je voudrais dire ceci en guise de préambule.

Si l'on étudie le charbon dans son ensemble depuis les veines au fond jusqu'à la valorisation de ce qui quitte le triage-lavoir des charbonnages et constitue de fait non pas un produit fini mais la matière première de cycles de transformations avec but lucratif, c'est-à-dire de valorisations de plus en plus élaborées, il faut mieux le connaître.

Les mesures analytiques optiques subdivisées en :

1°) examens de la morphologie et dénommés actuellement macéranalyse ;

2°) examens du degré de métamorphisme dits analyses du rang, qui se sont imposées de proche en proche avec plus de rigueur depuis deux ou même trois décennies sous l'impulsion d'abord des précurseurs dont l'effort a abouti à créer et rendre très vivante la Commission Internationale de Pétrologie du Charbon qui conclut ses assises semestrielles à Liège aujourd'hui, mais aussi de chercheurs dans l'industrie, curieux du parti pratique que l'on pouvait tirer des classifications et qualifications optiques pour mener à mieux leurs processus de transformation du charbon.

Terre est parmi les premiers à avoir éprouvé des curiosités de ce genre (1).

Dès 1936 on s'est servi, au Service de Recherches de Carbonisation Centrale, d'un petit banc métallographique Leitz, pour caractériser en lumière réfléchie des morceaux de charbon d'origine connue et des plaquettes de grains formant des fines à coke provenant alors d'une douzaine de sièges en exploitation des Bassins du Borinage et du Centre.

En fait, à l'époque, c'était surtout d'une caractérisation qualitative macérale qu'il s'agissait, procédant de la nomenclature disponible à ce moment.

L'analyse du rang était implicite et repérée, en gros d'ailleurs.

Elle procédait de l'expérience de l'observateur et du concept global approché des matières volatiles.

On a appliqué ces examens dès ce moment, patiemment mais avec la conviction d'être sur la bonne voie :

1°) à des caractérisations de veines, prélevées au fond (et même par là à des essais timides de raccords stratigraphiques)

2°) ainsi qu'à des rapprochements avec les qualités, à ce moment sévèrement spécifiées, des cokes provenant, par carbonisation à haute température, de charbons donnés.

Le temps a passé. Tout le monde s'y mettant, les choses commencent à se préciser peu à peu (les révolutions sont rares), lentement donc mais sûrement, je crois pouvoir le dire.

Et l'on peut avancer, en ce moment que, du point de vue pratique, les examens optiques, effectués avec l'outillage perfectionné disponible, guidés par les spécifications analytiques améliorées sans cesse en commun par les praticiens du monde entier et s'appuyant sur une nomenclature tenue à jour progressivement de proche en proche, acquièrent une valeur de référence exploitable.

Les déterminations analytiques sont reproductibles à un degré très satisfaisant à la fois dans le domaine des comptabilités de macéraux et dans celui de l'établissement d'une relation avec l'âge métamorphique des charbons en blocs et de celui de sa répartition dans les grains individuels innombrables constituant les fines industrielles.

Et c'est sur ces bases déjà solides que, parmi les premières (au monde, je crois) la Cokerie de Terre se sert quotidiennement des analyses optiques, surtout du rang et subsidiairement des macéraux pour contrôler, d'une part, une pâte à coke compliquée qui y est enfournée mais aussi, d'autre part, les fournitures de diverses origines qui la composent et qui lui parviennent, soit par rames entières, soit, si nécessaire, wagon par wagon.

Elle y a gagné de savoir, avec une précision supérieure parfois à celle qu'en ont les charbonniers eux-mêmes, comment a marché l'exploitation d'un siège ou d'un triage-lavoir au moment où se composaient ces marchandises et ainsi de prévoir les répercussions, pour la cokerie, de variations qualitatives des différents charbons reçus sur la composition du mélange à carboniser.

Voici, pour ce qui se passe jusqu'au point que les cokiers appellent « côté machine », c'est-à-dire jusqu'à l'enfournement.

Que se passe-t-il du « côté coke » ?

Ici, il reste encore bien des progrès à faire pour valoriser les données des examens optiques dans le sens de faire des prévisions sur la qualité des cokes résultant d'un traitement de pyrogénéation donné de la pâte à coke (presque toujours imposé par la conjoncture économique).

(1) cfr. Annales des Mines de Belgique, novembre 1955, p. 948/952.

D'aucuns (Amnosov notamment en U.R.S.S. et Harrison du Service de l'Etat d'Illinois) ont proposé des formules basées sur les deux genres d'analyses optiques : rang et macéranalyse.

Elles paraissent orthodoxes dans leurs conceptions.

Elles résultent toutefois jusqu'ici de la considération de cas relativement simples où peu de veines homogènes et de qualités proches sont mélangées.

On peut le penser : le progrès est en route et déjà il est possible d'expliquer, par les deux concepts de rang et de la composition macérale, des anomalies apparentes dans les cokes.

Il faut donc, dans toute tentative de prédiction, en tenir compte. Ils expliquent les cas dits « aberrants » qu'il ne faut donc pas écarter sans examen.

* * *

Lors de la mise au point du photomultiplicateur d'électrons dans les laboratoires du Steinkohlenbergbauverein à Essen, par le Professeur Docteur M.T. Mackowsky, à laquelle il faut rendre hommage, une fois de plus, pour ses qualités motrices, et par ses collaborateurs, nous avons été vivement intéressés par cette nouvelle technique.

Début 1960, nous avons adopté cet appareil dans nos laboratoires et, depuis bientôt 2 ans, nous effectuons couramment des analyses de rang par ce moyen. L'intérêt pratique des analyses de rang a été tout de suite reconnu par les Services de la Cokerie.

Dans le cas d'une cokerie alimentée par des charbons d'origines très diverses et de teneurs en matières volatiles très différentes, comme c'est de plus en plus le cas à Tertre, l'expérience a montré que la connaissance de l'indice de rang permet une différenciation beaucoup plus nette et plus poussée de la matière première que les tests actuellement utilisés pour la caractérisation du charbon (matières volatiles, dilatomètre, etc...).

Accessoirement, on peut ajouter que cette technique optique présente l'avantage d'être à l'abri des erreurs qu'entraîne inévitablement l'altération du charbon et auxquelles sont particulièrement sensibles le dilatomètre et le plastomètre Gieseler.

Elle s'intègre, en fait, dans les techniques physiques qui étudient le charbon sans destruction et, au surplus, tout en étant un instrument de recherche fondamentale, elle fournit des renseignements d'ordre pratique directs.

Les charbons, on le sait, sont des édifices d'une extrême complexité : chimiquement comme hauts polymères ; morphologiquement comme aboutissement du métamorphisme appliqué à un matériau de départ hétérogène.

La vitrinite est la partie peu ou pas organisée en débris fossiles visibles. Elle est dans ces complexes l'élément prépondérant et peut servir de témoin.

L'indice de réflectance déterminé donc sur la vitrinite de base à l'aide du photomultiplicateur d'électrons est, en pratique, appliqué :

1^o) à des charbons de veines individuels prélevés au fond de la mine, matériaux de départ ;

2^o) à des mélanges de veines formant les fines et sortes reçues à la cokerie, marchandises vendues par les charbonnages ;

3^o) à des mélanges complexes d'enfournement, élaborés par les cokeries.

I. ETUDE DES CHARBONS INDIVIDUELS REPRESENTATIFS DE VEINES

Toute veine, en une position d'avancement d'une taille, est caractérisée par un réflectogramme montrant une fréquence maximum nettement accusée avec une faible dispersion de part et d'autre de ce maximum.

Le réflectogramme se présente sous forme d'une courbe de Gauss qui, dans la plupart des cas, répond à une distribution normale. Il en résulte que la transformation par anamorphose en diagrammes de probabilité, fournit une droite à partir de laquelle on peut obtenir la valeur de l'indice moyen vrai. D'une façon générale cependant, on peut se contenter de la moyenne arithmétique calculée, dont la valeur s'écarte très peu de la valeur précédente.

La valeur de cet indice de réflectance est fournie avec une approximation de $\pm 0,025$ en valeur absolue, de la valeur de l'indice moyen. Cette approximation est fonction du degré de précision fourni par l'appareil lui-même.

Il est des cas où les réflectogrammes peuvent être identiques et, dès lors, il est impossible de différencier les deux veines du point de vue rang.

La figure 1 a donne un exemple d'histogrammes de deux veines nettement différenciées, la figure 1 b, ceux de deux veines dont les réflectogrammes interfèrent et la figure 1 c de deux veines dont les réflectogrammes se superposent pratiquement.

Dans le cas où les réflectogrammes de deux veines se superposent, les deux veines présentent une identité moyenne de rang. De ce fait, elles doivent accuser des propriétés communes. Cependant, dans le cas où elles présentent des comportements différents à certains tests de caractérisation, par exemple le dilatomètre, les causes de ces différences doivent être recherchées non plus dans le rang, mais dans la composition macérale.

Dans ce cas, il est donc indispensable, pour effectuer la différenciation des charbons à veine de même rang, de procéder à l'analyse macérale. Les compléments d'information apportés par l'analyse macérale permettent, dans de nombreux cas, d'expliquer si pas en valeur absolue, tout au moins en valeur relative, le sens de la variation. C'est pourquoi il est nécessaire, dans de nombreux cas, de considérer si-

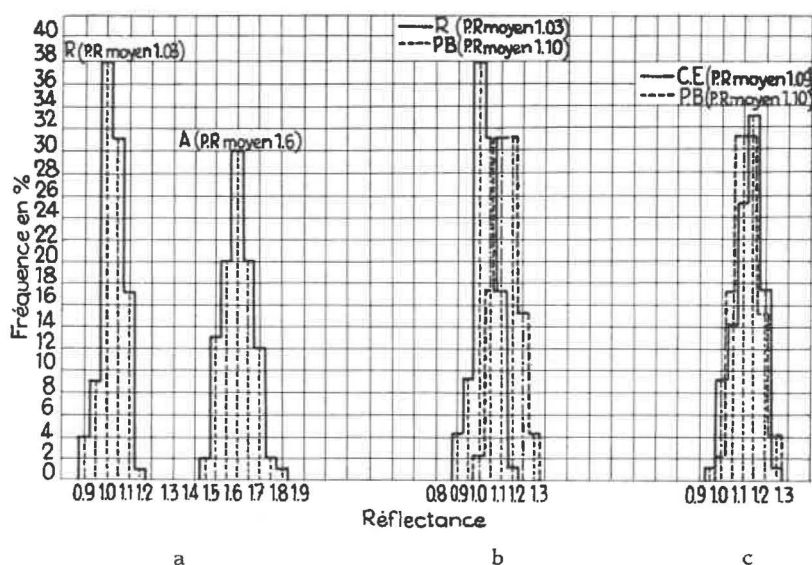


Fig. 1. — a) Réflectogrammes séparés — b) Réflectogrammes interférents — c) Réflectogrammes coïncidents.

multanément l'analyse de rang et l'analyse macérale.

Nous avons montré, dans un travail présenté à la IV^e Conférence Internationale de la Science du Charbon au Touquet en 1961 et intitulé « Influence du rang et de la composition pétrologique d'un charbon unitaire sur son comportement au dilatomètre Audibert-Arnu », l'incidence, d'une part, du rang et d'autre part, de la composition macérale sur les caractéristiques dilatométriques. Nous utilisons le dilatomètre Audibert-Arnu à Tertre, comme test de première approximation pour l'appréciation des propriétés agglutinantes du charbon, test qui semble d'ailleurs se généraliser et est actuellement normalisé (Voir Classification Internationale de Genève).

Il s'est dégagé de cette étude que c'est, selon nous, la composition macérale en fonction du rang qui, entre autres, régit les caractéristiques dilatométriques.

Nous avons montré que les dilatations peuvent être d'origines différentes :

1°) Une dilatation globale peut résulter de l'action propre prédominante de la vitrinite de base, pondéralement la plus importante, sans incidence particulièrement marquée des autres macéraux. La dilatation dans ce cas serait d'origine métamorphique.

2°) Une dilatation globale peut aussi résulter de l'influence combinée des autres macéraux, modifiant celle de la vitrinite de base. Dans ce cas, on peut parler d'une dilatation d'origine pétrologique.

Sans doute ces considérations, valables pour les caractéristiques dilatométriques, peuvent s'utiliser pour expliquer le comportement des charbons soumis à d'autres tests.

L'expérience nous a montré que, d'une part, deux veines de rang identique peuvent présenter des répartitions complètement différentes de leurs macéraux, mais qu'en outre, au sein d'une même veine, les différents calibres qui résultent de l'abatage, peuvent présenter à leur tour des répartitions macérales très diverses et, par voie de conséquence, des dilatations, voire des propriétés technologiques très différentes. A titre exemplatif, le tableau montre la répartition des différents macéraux dans les calibres de deux veines de même pouvoir réflecteur moyen.

Pour des besoins pratiques, le cokier peut souhaiter disposer d'un charbon à taux de dilatation déterminé. Il s'agit, dès lors, de faire le choix judicieux entre les calibres d'une même veine, de façon à choisir celui qui fournit la valeur désirée. Ceci suppose, bien entendu, une entente parfaite concertée entre charbonniers et cokiers dans le cas d'une intégration ou une spécification très définie des achats, en régime libre.

De nombreux exemples ont montré que, grâce à la macéranalyse, le pétrographe peut prévoir, dans une certaine mesure, le sens de la variation du taux de dilatation.

Ce problème des différences qu'il peut y avoir dans la composition macérale et, par voie de conséquence, dans les réponses dilatométriques, revêt un caractère pratique du fait que la composition macérale des calibres peut être différente de celle des fines. C'est important à un moment où l'on songe de plus en plus à réduire les calibres par broyage.

Il est intéressant également de savoir dans quelle mesure la dilatation peut être modifiée par la présence d'éléments inertes. L'expérience nous a montré qu'à égalité de présence d'inertes, une dilatation d'origine « pétrologique » est plus vite dépréciée

TABLEAU
Composition macérale de la veine V.P.

	0,5-10 mm	10-20 mm	20-30 mm
Vitrinite	85,1	74,0	58,8
Exinite	9,1	12,5	20,2
Résinite	—	3,4	5,7
Micrinite	1,2	3,1	6,0
Fusinite	2,1	4,9	8,0
Schistes	2,5	2,1	1,3
	100,0	100,0	100,0
% dilatation à l'Arnu	- 24 %	+ 8 %	+ 20 %

Composition macérale de la veine C.O.

	0,5-10 mm	10-20 mm	20-30 mm	> 30 mm
Vitrinite	75,5	68,5	68,5	57,4
Exinite	12,2	12,7	12,7	16,4
Résinite	1,1	4,0	4,6	4,5
Micrinite	2,7	4,9	4,1	7,6
Fusinite	7,7	9,4	9,2	13,7
Schistes	1,0	0,7	1,1	0,6
	100,0	100,0	100,0	100,0
% dilatation à l'Arnu	84 %	115 %	123 %	93 %

qu'une dilatation dite de « rang ». Cette constatation est importante lorsque le cokier doit admettre, par la force des choses, des charbons inertes dans ses mélanges.

D'autre part, comme on le sait, les rendements en sous-produits des différents macéraux sont fonction spécifique de la nature de chaque macéral et du rang de celui-ci.

En se référant aux travaux de Kröger, une différenciation relativement bien marquée existe entre les macéraux de base et leurs rendements en sous-produits. Il faut cependant remarquer que dans ces travaux n'apparaît pas l'influence du degré de l'association des macéraux au sein des grains. Il n'est pas encore prouvé, en effet, que le comportement d'un mélange de macéraux isolés est le même que celui des mêmes macéraux en association. Il est dès lors prématuré d'établir par calculs des rendements absolus, mais il est possible, à notre avis, à partir

de la composition macérale, d'établir des chiffres comparatifs basés sur les teneurs respectives en vitrinite, exinite et micrinite comme l'a tenté Kröger.

Abstraction faite de l'incidence éventuelle de l'état d'association des macéraux sur le rendement en sous-produits, il est certain que la connaissance de la composition macérale d'un charbon à veine permet d'acquérir des chiffres comparatifs intéressants pour déterminer l'incidence d'une ou de plusieurs veines dans une fine sur les rendements globaux de cette dernière.

Nous avons tenté, par des calculs, des rapprochements entre l'analyse macérale des charbons homogènes en fonction du rang et leurs rendements en sous-produits. Les résultats comparatifs sont approximativement dans les mêmes rapports que ceux que l'on obtient par carbonisation en cornue Jenkner. En valeur absolue cependant, les résultats calculés

sont toujours inférieurs à ceux obtenus à la cornue de Jenkner.

En résumé, la composition macérale jointe à l'analyse de rang d'un charbon à veine permet, en tout cas, d'expliquer dans une certaine mesure le comportement dilatométrique de ce charbon et de recueillir des données intéressantes.

Les charbons des veines constituant les composants de départ d'un mélange d'enfournement, il est évident que c'est aussi par leur caractérisation fondamentale que l'on pourra le mieux identifier un mélange. Comme l'identification d'une veine, du point de vue rang, n'offre aucune difficulté, on dispose donc d'un moyen relativement simple et rapide d'identification des veines composant les fournitures d'un charbonnage. Cela suppose néanmoins un inventaire technologique préalable complet et tenu à jour des veines exploitées dont les produits alimentent une cokerie déterminée.

C'est ainsi que nous avons procédé à l'inventaire de toutes les veines des différents sièges du Borinage, alimentant la cokerie de Tertre. Ceci, entre parenthèses, est un exemple heureux de travail concerté de deux termes de la chaîne de valorisation du charbon.

Le cas s'est présenté de devoir différencier des veines de niveaux stratigraphiques différents. Le photomultiplicateur d'électrons a permis, notamment, de repérer et de suivre jour après jour, qualitativement et quantitativement, les charbons de veines de deux étages d'un gisement, fournis en mélange dans les fines reçues à la cokerie.

L'intérêt de cette discrimination était d'autant plus grand que les charbons des veines mélangés appartenant à chacun des deux gisements, présentaient des propriétés technologiques différentes non seulement d'un gisement à l'autre, mais également au sein d'un même gisement et que le cokier préfère en doser les proportions lui-même dans son mélange.

Le photomultiplicateur d'électrons a donc permis, dans le cas présent, de mettre en évidence les variations internes survenues dans les fournitures et, dès lors, d'expliquer les variations constatées dans le taux de dilatation.

II. ETUDE DES FINES : MARCHANDISES VENDUES PAR LES CHARBONNAGES

Le photomultiplicateur d'électrons permet, dans le cas des fines, de distinguer, d'une part, les fines homogènes des fines hétérogènes et, d'autre part, dans le cas des fines hétérogènes, d'établir leur degré d'hétérogénéité.

Grâce à la mise à jour de l'inventaire préalable des veines qui entrent dans la composition d'une fine, on peut préciser en gros, à tout moment, la composition d'une fine du point de vue des veines constitutives.

En se plaçant à un point de vue pratique, le réflectogramme d'une fine en donne une image globale représentative qui permet d'apprécier son degré d'hétérogénéité et de détecter, rapidement, toute variation dans la fourniture.

En principe, le réflectogramme de rang d'une fine est une fiche valable d'identité qui :

a) Dans le cas d'une fine homogène, doit cependant, dans certains cas, être complétée par une analyse macérale. C'est entre autres le cas lorsque les réflectogrammes des fines en question coïncident.

Le cas s'est présenté à Tertre où deux fines de sièges différents présentaient des réflectogrammes pratiquement identiques, mais se révélaient nettement différentes du point de vue composition macérale, ce qui d'ailleurs expliquait les différences de comportement, entre autres, dilatométrique et, indirectement, justifiait les différences observées sur les cokes obtenus à partir de ces deux fines.

b) Dans le cas d'une fine hétérogène, un réflectogramme est une caractéristique spécifique de son hétérogénéité.

Dans le cas des fines homogènes et hétérogènes, deux possibilités peuvent se présenter :

1°) Les réflectogrammes sont totalement séparés sur l'échelle des indices de réflectance et, dans ce cas, il n'y a pas de confusion possible (fig. 2).

2°) Les réflectogrammes se chevauchent partiellement sur une partie commune de l'échelle des indices de réflectance. Cependant, dans ce cas, aux valeurs d'indices communs correspondent presque

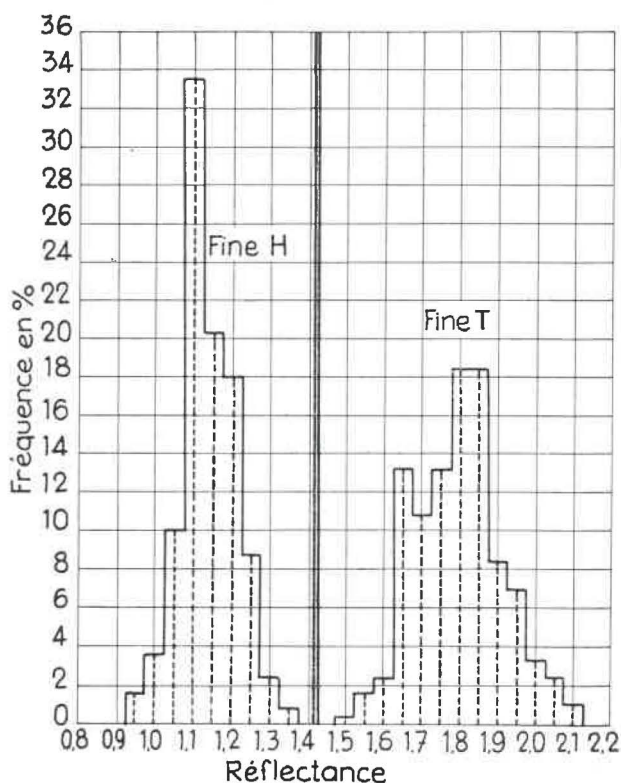


Fig. 2. — Réflectogrammes différenciés de 2 fines H et T.

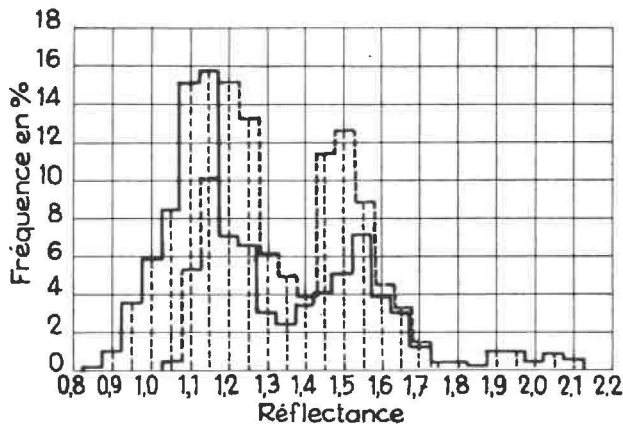


Fig. 3. — Réflectogrammes de deux fines hétérogènes coïncidant partiellement E et W.

toujours des valeurs de fréquence différentes (fig. 3).

Dans le cas où les réflectogrammes sont nettement séparés, il n'y a pas de problème, le matériau étant suffisamment bien différencié. Le cokier peut alors associer d'autres charbons dans des proportions choisies s'il a les moyens de faire des dosages appropriés. Par contre, si les réflectogrammes se chevauchent partiellement, il faut tenir compte des indices communs et de l'apport complémentaire bénéfique ou maléfique résultant de leur analogie partielle. Dans ce cas, les parties communes peuvent déprécier l'ensemble ou l'améliorer (fig. 5).

Du point de vue pratique, il peut aussi être intéressant de connaître la proportion et la contribution des fines provenant de deux ou plusieurs sièges d'un même charbonnage. On peut désirer une fourniture partielle d'un siège en particulier. Dans ce cas, le

réflectogramme du mélange des fines provenant du triage-lavoir commun permet de voir nettement les apports respectifs et, par conséquent, de contrôler les qualités relatives des fournitures provenant de ces sièges.

Ceci peut aussi être extrapolé aux rapports d'extraction sur charbon brut de chaque siège, à condition de connaître :

- 1°) Les rendements de lavage des charbons du ou des sièges ;
- 2°) Les compositions granulométriques des charbons des veines extraits simultanément dans chaque siège ;
- 3°) Les teneurs en fusite (constituant indépendant du rang) de chacun des charbons des veines des sièges composant la fine, ce qui exige l'examen préliminaire d'un échantillon représentatif séparé.

N.B. L'étude de caractérisation individuelle de chaque veine fournit tous ces éléments intéressants aussi bien le charbonnier que le cokier, pour leur travail.

Quelques exemples de réflectogrammes de fines.

Dans le cas des fines homogènes, le problème revient à celui de l'identification d'une veine ou d'un groupe de veines de rangs voisins.

Dans le cas des fines hétérogènes, nous retenons quelques cas pratiques qui se sont présentés dans une exploitation cokière.

- 1°) *Mise en évidence par le réflectogramme d'une fine homogène qui devient hétérogène.*

Au départ le réflectogramme était celui de la figure 4 a.

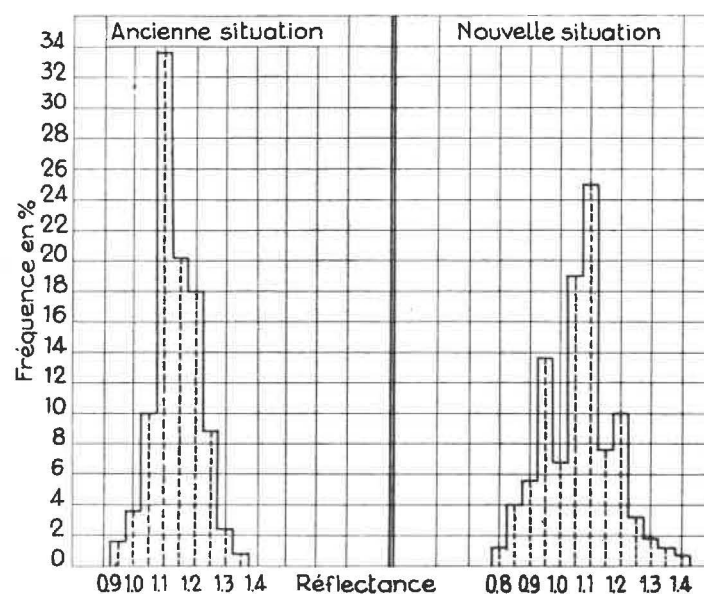


Fig. 4. — Fine H. Fourniture initialement homogène devenue hétérogène.

A un certain moment, nous avons décelé l'apparition d'un second groupe de charbons de rang différent, charbons qui ont pu être identifiés à partir des réflectogrammes de l'inventaire des veines du siège (fig. 4 b). Ce changement de profil du réflectogramme était d'ailleurs accompagné d'une variation du taux de dilatation dans le sens attendu, étant donné l'effet dépréciatif dû à l'apparition du charbon d'un rang aussi bas.

Que cette modification de fourniture soit voulue ou non par le charbonnage, le cokier, que l'on oublie généralement de prévenir, est en tout cas averti des causes du changement survenu dans les propriétés de la fine et notamment dans son taux de dilatation.

Dans un cas semblable à celui-ci, l'apparition de charbon étranger rendant la fine hétérogène constituait d'ailleurs un risque certain de détérioration du mélange d'enfournement du point de vue qualité du coke qui en résultait.

2°) *Contrôle de la répartition des fournitures de deux sièges d'un même charbonnage traités ensemble dans un même triage-lavoir.*

a) *Les 2 groupes de charbons, quoique différents du point de vue rang, sont tous deux autocokéfiant.*

Un réflectogramme traduisant une fourniture de ce genre est donné par la figure 5. Il apparaît que les groupes de charbons provenant de chaque siège sont nettement différents.

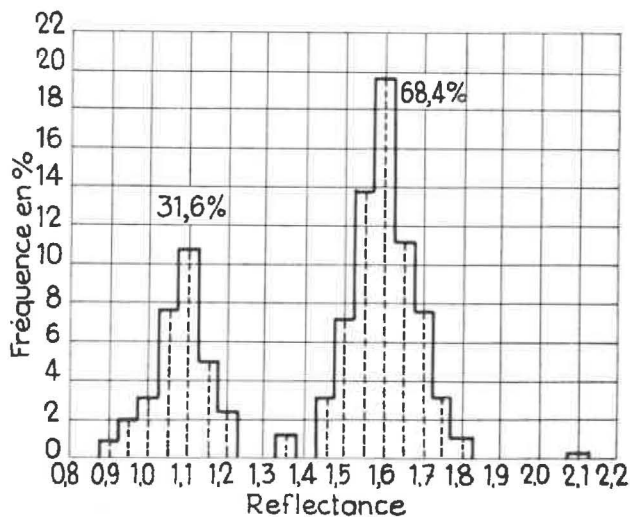


Fig. 5. — Réflectogramme d'une fine hétérogène (B) constituée de deux groupes de charbons autocokéfiant.

Au contrôle de la réception à la cokerie des fournitures globales, on a constaté des fluctuations journalières, quelquefois très importantes, des dilatations ; fluctuations de prime abord déroutantes pour le cokier.

Cependant, il a été possible de relier les variations de dilatations des fines globales aux variations de proportions relatives dans l'alimentation du triage-lavoir d'intervention de charbon provenant de l'un ou l'autre siège et cela, grâce à la détermination par le rang des proportions d'intervention des deux groupes de charbons.

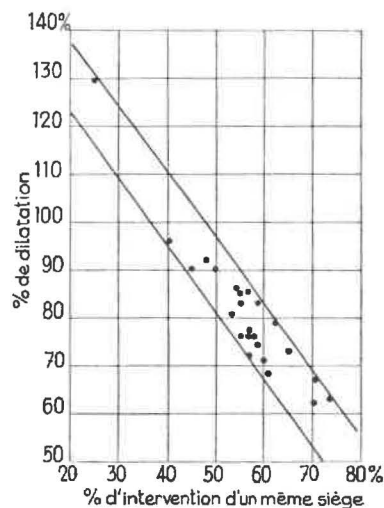


Fig. 6. — Variation de la dilatation des fines en provenance du charbonnage B en fonction de la quote-part d'un de ses sièges.

La figure 6 montre cette dépendance entre le % de dilatation en fonction du % d'intervention des charbons d'un des deux sièges.

La dispersion observée de la bande des points résulte vraisemblablement, d'une part, de la non-additivité des caractéristiques dilatométriques des deux charbons de rang différent et, d'autre part, des variations de composition pétrologique dans chacun des deux groupes de charbons. Grâce à ce graphique de référence, il a été possible, par le contrôle du rang, de prévoir l'ordre de grandeur du pourcentage de dilatation du mélange reçu à la cokerie.

La connaissance a priori de la dilatation peut quelquefois servir à corriger un mélange en fonction des autres charbons composants.

b) *Les deux groupes de charbons sont différents du point de vue rang, l'un appartenant aux charbons autocokéfiant et l'autre aux charbons inertes (fig. 7).*

Dans ce cas, la connaissance du rapport des deux groupes est très importante, non seulement du point de vue dilatation globale qui en résulte, mais également du point de vue de la répercussion qu'exerce la prédominance de l'un ou l'autre groupe de charbons sur la qualité du mélange.

En admettant qu'un mélange contienne 10 % de cette fine, cela équivaut à 2,9 % du groupe de charbons de bas rang en plus de la proportion d'inertie

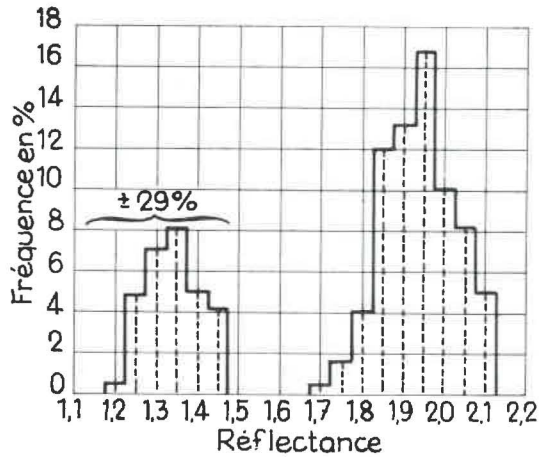


Fig. 7. — Réflectogramme d'une fine hétérogène constituée de deux groupes de rang nettement différent.

qui est voulue par le cokier et 7,1 % seulement du groupe de charbons de haut rang escompté.

3°) Réflectogramme d'une fine nettement hétérogène (fig. 8).

La prise en considération de tous les indices d'une telle fine (± 25) serait fastidieuse, mais il est possible, à partir de groupements d'indices, d'établir des corrélations entre la répartition de ces intervalles et les réponses dilatométriques correspondantes.

Comme nous l'avons déjà signalé dans la communication présentée au Touquet en juin 1961, nous avons pu établir, au sein de certains intervalles arbitraires d'indices de réflectance, que la dilatation des charbons comptée à partir de l'axe des x sur un

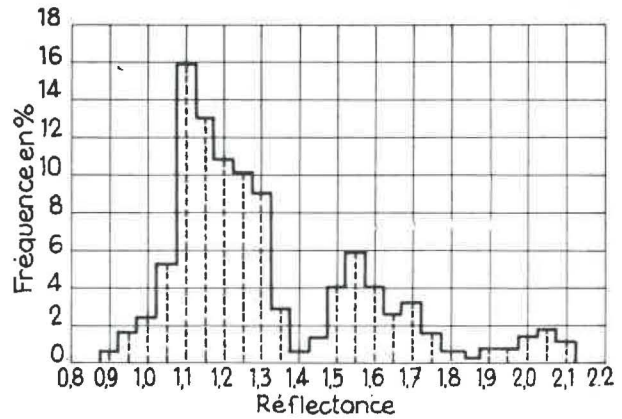


Fig. 8. — Réflectogramme d'une fine nettement hétérogène.

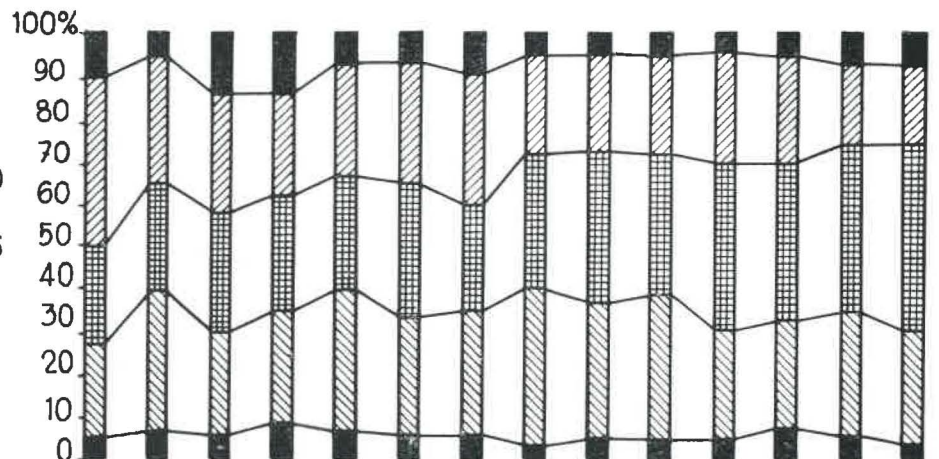
diagramme Arnu est : soit toujours positive, soit positive ou négative, soit toujours négative.

L'expérience nous a montré que les intervalles les plus significatifs sont les suivants :

- (1) $< 1,05$: Limite de pouvoir réflecteur en-deçà de laquelle se trouvent les charbons à dilatation généralement négative ou faiblement positive.
- (2) $1,05$ à $1,15$: Intervalle qui comprend les charbons à dilatation généralement positive, mais où la composition pétrologique exerce une influence prépondérante sur la dilatation.
- (3) $1,20$ à $1,40$: Intervalle qui concerne les charbons à dilatation toujours positive. L'action du rang est prédominante ; celle de la composition pétrologique, secondaire.

LEGENDE

- Intervalle 1 ■ $< 1,05$
- „ 2 ▨ $1,05-1,15$
- „ 3 ▩ $1,20-1,40$
- „ 4 ▪ $1,45-1,85$
- „ 5 ■ $> 1,85$



Caractéristiques dilatométriques	368°	371°	364°	368°	370°	370°	367°	367°	363°	367°	360°	363°	368°	366°	
		424°	425°	415°	418°	424°	424°	424°	415°	418°	414°	406°	410°	421°	421°
	474°	470°	468°	465°	473°	474°	471°	466°	467°	465°	456°	455°	470°	488°	
	-25 %	-23 %	-25 %	-26 %	-26 %	-26 %	-25 %	-24 %	-26 %	-24 %	-26 %	-23 %	-25 %	-26 %	
	57 %	64 %	46 %	65 %	70 %	84 %	99 %	102 %	114 %	120 %	122 %	125 %	130 %	143 %	
Somme des intervalles	1 + 5	14,2	12,6	20,3	21,5	13,7	11,4	13,0	7,3	8,8	8,8	8,2	12,0	12,4	9,8
	1 + 2 + 5	55,5	41,4	47,8	46,2	40,2	40,2	43,6	31,6	31,6	32,0	37,9	37,8	31,8	22,4
	3 + 4	44,5	58,6	52,2	58,8	62,8	58,8	56,6	68,6	48,4	38,6	46,5	62,8	48,2	70,6

Fig. 9. — Variation dans une fine hétérogène des groupements d'indices choisis durant une période déterminée (E).

- (4) 1,45 à 1,85 : Intervalle qui comprend les charbons à dilatation généralement positive, mais en valeur absolue toujours inférieure à celle du groupe précédent. L'incidence de la composition pétrologique se manifeste d'autant plus qu'on se rapproche de l'indice 1,70 à 1,80.
- (5) > 1,90 : Limite de pouvoir réflecteur au-delà de laquelle se trouvent les charbons à dilatation toujours négative à nulle, quelle que soit la composition pétrologique.

La figure 9 rend compte de la répartition de ces divers groupements d'intervalles sur une quinzaine d'échantillons d'une fine hétérogène.

La prise en considération de la sommation par groupe de 2 ou 3 de ces intervalles peut conduire à des relations mieux définies encore entre la dilatation et l'ensemble des intervalles considérés. C'est ainsi que, dans le cas présent, nous avons retenu :

- la somme des intervalles (1) + (5) : Ces charbons en tant que tels, du point de vue cokéfiant personnel, présentent moins d'intérêt et accusent des taux de dilatation peu élevés.

- la somme des intervalles (3) + (4) : Groupe de charbons accusant des taux de dilatation élevés et dont, du point de vue influence dilatométrique, l'action combinée doit être déterminante sur la dilatation de la fine dans son ensemble.

La prise en considération simultanée de la variation de la somme de chacun de ces intervalles entraîne automatiquement une connaissance de la variation de la dilatation de la fine, les valeurs élevées de celle-ci correspondant toujours aux valeurs élevées des groupements (3) + (4) et aux basses valeurs des groupements (1) + (5).

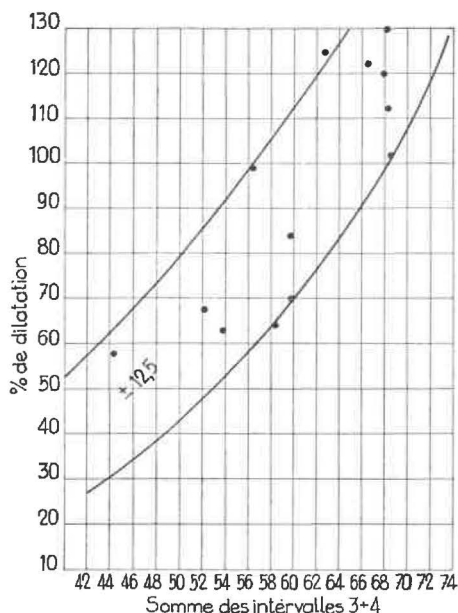


Fig. 10. — Variation du taux de dilatation d'une fine hétérogène en fonction de la somme des deux intervalles de rang les plus significatifs.

La figure 10 rend compte de la variation du taux de dilatation d'une fine hétérogène (E) en fonction de la somme des deux intervalles de rang les plus significatifs (3) + (4).

L'intérêt que présente la prise en considération des groupements d'indices réside dans le fait que, malgré la complexité du réflectogramme, on pourrait à nouveau, en fonction des valeurs pratiques attribuées à ces groupements, établir l'ordre de grandeur des dilatations correspondantes, ce qui revient, au fond, à souhaiter en fabrication un type de réflectogramme plutôt qu'un autre.

III. ETUDE DES MELANGES D'ENFOURNEMENT ELABORES PAR LES COKIERS

Le réflectogramme d'un mélange d'enfournement constitue par lui-même une image très caractéristique et familière de ce mélange (fig. 11).

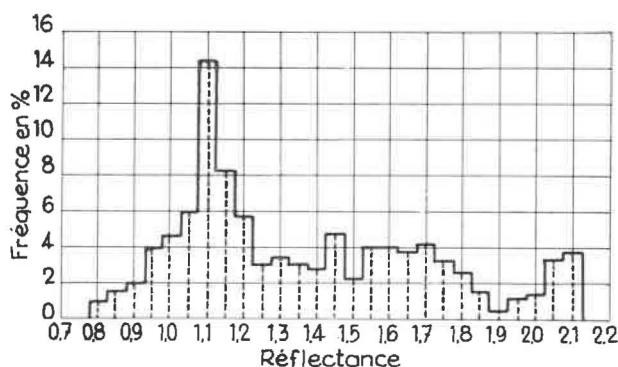


Fig. 11. — Réflectogramme d'un mélange d'enfournement.

Il suffit d'examiner les réflectogrammes des mélanges pour se convaincre du fait que toute variation qualitative ou quantitative tant soit peu importante des fines, à égalité de leur taux d'intervention, se traduit immédiatement par un changement de profil du réflectogramme.

En outre, il arrive souvent que le cokier désire comparer d'un coup d'œil synthétique diverses formules de mélanges d'enfournement.

Le réflectogramme constitue alors le meilleur moyen de saisir rapidement les différences qui peuvent exister dans les diverses formules de mélanges.

Existe-t-il une relation entre le profil du réflectogramme du mélange d'enfournement et les qualités mécaniques du coke qui en résulte ?

Avant de dire notre conviction qui se forme à ce sujet, il faut faire remarquer que le réflectogramme d'un mélange d'enfournement ne rend pas compte de certains paramètres dont l'influence est reconnue importante sur la qualité d'une pâte à coke. Parmi ces paramètres on peut citer :

1°) la répartition granulétique des charbons qui composent le mélange (courbe granulométrique) ;

2°) la répartition du point de vue rang des charbons au sein de chacune des fractions granulétiques (autrement dit : la connaissance de la « *courbe granulétique de rang* » qui est fonction du broyage) ;

3°) la composition macérale des charbons entrant dans la composition du mélange et, par le fait même, la répartition macérale au sein de chacune des fractions ;

4°) le mode d'association des macéraux qui est fonction des modalités de broyage.

Les paramètres susnommés peuvent être explicités si l'on procède, lors d'une étude de base, non seulement à l'examen du mélange global, mais aussi à celui des fractions en calibre des grains qui le composent.

De cette façon, les réflectogrammes de rang de chaque fraction permettent de localiser la répartition des charbons de rang différent.

C'est toute la question de la granulométrie de départ et du mode de broyage qui se pose ici, influencée par la dureté relative des grains et donc, en dernière analyse, par leur composition macérale.

Il y a une étape importante à franchir pour raccorder les propriétés physico-chimiques de la matière première charbon aux propriétés mécaniques du produit fini : coke ; mais, à labeur patient, les espoirs sont permis.

C'est pourquoi, tous les paramètres qui, à l'échelle du grain élémentaire de charbon, ont une certaine importance, doivent être pris en considération, puisqu'en fin de compte, ils interviennent dans l'association des grains entre eux, à la formation d'un complexe d'une autre échelle, caractérisé cette fois par des propriétés mécaniques.

Vouloir tirer une relation entre le profil du réflectogramme d'un mélange d'enfournement et la qualité du coke qui en résulte, est encore impossible pour le moment.

Nous pensons que le travail à faire dans ce sens serait de sérier cartésienement les difficultés en considérant tous les réflectogrammes des fractions du mélange.

Ce problème est, à l'heure actuelle, à l'étude chez nous et il est permis d'espérer que l'application de la loi des grands nombres d'observations permettra statistiquement de le résoudre.

En effet, si les chercheurs passent, ils se succèdent et c'est l'aboutissement du travail qui compte.

CONCLUSIONS

L'étude optique du rang au photomultiplicateur d'électrons :

1°) *Dans le cas des veines* : permet de caractériser le charbon d'une veine par un nombre : l'indice de réflectance moyen de la veine ou le degré métamorphique vrai qui régit toutes les propriétés de base du charbon. Selon la valeur absolue de cet indice, on peut établir un classement. La composition macérale permet de sortir de certaines indéterminations.

2°) *Dans le cas des fines* : On peut cataloguer les fines en homogènes et hétérogènes :

a) dans le cas des fines homogènes, le problème revient à celui d'une veine ;

b) dans le cas des fines hétérogènes, le réflectogramme permet d'établir son degré d'hétérogénéité.

En outre, dans les deux cas, le réflectogramme permet d'identifier les associations de charbons des veines qui concourent à la formation de ces fines. Cette information peut servir au charbonnier pour contrôler l'exploitation minière, d'une part, et par voie de conséquence d'autre part, pour contrôler la constance des fournitures, critère toujours ardemment souhaité par le cokier.

3°) *Dans le cas des mélanges d'enfournement* : du point de vue contrôle, pour le moment, le réflectogramme d'un mélange constitue une image synthétique comparative de sa composition à partir des charbons des veines et en traduit les variations voulues ou accidentelles.

Du point de vue pratique, en tant que liaison des caractérisations optiques d'un mélange de fines et de la qualité du coke qui en résulte, il est, pour le moment encore, impossible d'établir fut-ce même une corrélation valable dans tous les cas.

Toutefois, il paraît logique d'étudier la répartition qualitative et quantitative des charbons de différents rangs d'une pâte à coke dans ses fractions calibrées de façon à mettre en évidence, dans une certaine mesure, les paramètres (notamment la courbe granulétique de rang) qui conditionnent la qualité du coke.

DISCUSSION

M. STASSEN : Je remercie M. Grand'Ry pour son exposé et je pense être votre interprète à tous en le félicitant pour la façon claire et précise dont il a traité son sujet. M. Grand'Ry nous a montré l'outil redoutable dont disposent actuellement les cokiers

pour disséquer une fine livrée à la cokerie. Les charbonniers se demandent maintenant s'il n'est pas opportun de faire exécuter directement les réflectogrammes de leurs veines à la mine de façon à contrôler régulièrement leur production.

La mesure du pouvoir réflecteur a fait des progrès énormes au cours de ces dernières années. Il y a à peine 5-6 ans, ce procédé n'était utilisé que dans les laboratoires de recherches ; il fallait peut-être 24 h pour déterminer le pouvoir réflecteur d'une veine, tandis qu'actuellement, grâce au photo-multiplieur d'électrons mis au point au Steinkohlenbergbauverein, on peut déterminer ce même pouvoir réflecteur en 2 ou 3 h. Les progrès ont donc été très rapides dans ce domaine et c'est grâce à cela que la technique du pouvoir réflecteur est entrée si rapidement dans la pratique. Ces progrès sont tout à l'honneur des chercheurs et des laboratoires de recherches et nous devons les en féliciter.

M. ALPERN : Nous avons maintenant pris l'habitude de caractériser le pouvoir réflecteur au moyen de réflectogrammes et je crois que cela n'est pas très commode à manipuler. Ne serait-il pas possible de convenir de donner, en plus, la moyenne et l'écart-type qui traduisent à peu près la même chose que le réflectogramme de façon à savoir d'emblée, simplement d'après la valeur plus ou moins grande de l'écart-type, s'il s'agit d'une veine, d'une fine, ou d'un mélange à coke. On pourrait convenir aussi de donner la limite de confiance de la moyenne à 95 %. C'est une suggestion que je fais à tous. Enfin, une phrase à la fin de l'exposé de M. Grand'Ry m'intéresse beaucoup et m'inquiète : vous dites qu'il n'y a pas actuellement de relation entre la réflectance et les propriétés du coke. Je m'adresse à tous ceux qui travaillent dans ce domaine pour leur demander s'il n'est pas possible d'établir une telle relation mais cette fois directement entre la réflectivité et un indice, non pas de laboratoire comme le dilatomètre, mais industriel comme le Micum.

M. GRAND'RY : En ce qui concerne le problème de l'illustration, il a actuellement un peu une valeur de propagande. Vous vous rendez bien compte que, s'il y a chaque jour, 5 ou 6 réflectogrammes à communiquer, le dessin de ces réflectogrammes est un travail assez fastidieux. Votre suggestion est évidemment la bienvenue. Il se fait qu'il n'y a pas tellement longtemps que l'on a pris l'habitude de voir ces images. C'est pourquoi je demande qu'on ne les supprime pas dès maintenant. Mais il faut, sans aucun doute, ajouter la valeur du sigma.

Quant au 2^e point, je répondrai que chacun d'entre nous dispose d'une masse expérimentale exploitable assez considérable. A Tertre, nous avons trouvé qu'il existe une relation entre le réflectogramme et les résultats de l'essai Micum mais les résultats sont encore incomplets.

M. ALPERN : Il faudrait essayer d'arriver à chiffrer le degré de corrélation dans chacune des zones de rang. Ce serait intéressant de connaître les résultats de nos autres collègues dans ce domaine car je n'en possède pas personnellement.

M. GRAND'RY : Il me paraîtrait particulièrement intéressant de connaître le pont qui s'établit entre les résultats de l'analyse pétrographique faite à Verneuil et les données obtenues à Marienau. Je pense qu'il doit y avoir, là aussi, une matière abondante à exploiter.

M. ALPERN : Vous savez que nous faisons au Cerchar des études de réflectance sur des charbons comprimés. M. Stassen a fait remarquer tout à l'heure que l'on pouvait faire des mesures de réflectance en 2 h, ce qui fait que la réflectance une fois connue ne peut permettre d'agir qu'a posteriori, sauf si c'est dans le cadre de l'étude préliminaire des veines d'un gisement.

Le problème que nous cherchons à résoudre est de savoir si l'on peut établir la réflectance en 2 ou 3 minutes de façon à pouvoir agir par exemple sur une bande transporteuse avant l'utilisation du charbon. Dans ce cas il devient alors nécessaire de supprimer le polissage et le microscope et de remplacer toutes ces opérations par un pastillage automatique et la circulation de pastilles sous une cellule photo-électrique.

Nous travaillons dans cette voie qui semble donner des solutions intéressantes notamment pour certaines gammes de charbon lavés.

M. STASSEN : Je remercie M. Alpern des compléments d'information qu'il a bien voulu nous donner. La voie dans laquelle on s'oriente en France est de nature à faire faire de nouveaux progrès spectaculaires à la mesure du pouvoir réflecteur et à lui donner une valeur pratique encore beaucoup plus grande.

