

MÉMOIRES

RECHERCHES

SUR

QUELQUES MÉTHODES D'ANALYSE DES CHARBONS

PAR

VICTOR FIRKET

Ingénieur au Corps des Mines, Ingénieur-électricien.

[5436]

En qualité d'ingénieur attaché au service spécial du grisou et des accidents, j'ai fait, au laboratoire de l'État à Tilleur, d'assez nombreuses analyses de charbon. Ayant étudié, au cours de ces recherches, les divers procédés d'investigation généralement employés, j'ai pu comparer les résultats qu'ils fournissent.

Les trois chapitres suivants résument mes études au sujet du dosage de l'humidité des combustibles minéraux, de la détermination des matières volatiles qu'ils dégagent par l'action de la chaleur et des caractères analytiques des variétés de charbons propres à la fabrication du coke.

I. — DÉTERMINATION DE L'HUMIDITÉ.

Toutes mes analyses ont été faites sur des échantillons secs, finement pulvérisés au mortier de porcelaine et passés au tamis de soie.

On doit distinguer l'eau d'imbibition que contiennent les charbons mouillés, de l'humidité dégagée à 100° par tous les charbons, même lorsqu'ils paraissent secs. Dans les laboratoires industriels, on dessèche parfois les échantillons mouillés en les étendant sur une plaque métallique au-dessus d'un poêle ou d'une grille à gaz. Ce procédé doit être évité, la température pouvant accidentellement s'élever au-dessus de 100° et faire perdre ainsi à l'échantillon une partie de ses matières volatiles et de ses propriétés agglutinantes.

Généralement, on dose l'eau hygroskopique en déterminant la perte subie par un poids connu de charbon, après dessiccation pendant trois ou quatre heures dans une étuve à eau chauffée à 100°. Il est d'usage de prolonger cette dessiccation jusqu'à l'obtention de deux pesées successives concordantes. Cette concordance est difficile à obtenir; après un certain temps, il peut même se produire un retour du poids de l'échantillon vers son poids primitif, par suite d'une absorption d'oxygène. Les travaux de M. Fayol ⁽¹⁾ ont démontré la réalité de ce phénomène.

J'ai adopté, pour le dosage de l'humidité des charbons, un procédé indiqué par Frésenius ⁽²⁾, basé sur la pesée directe de l'eau primitivement contenue dans l'échantillon. Celui-ci, de poids connu et placé dans une nacelle de platine, est introduit dans un tube de verre traversant une étuve à eau

⁽¹⁾ H. Fayol. *Études sur l'altération et la combustion spontanée de la houille exposée à l'air*. BULLETIN DE LA SOCIÉTÉ DE L'INDUSTRIE MINÉRALE, 2^e série, t. VIII.

⁽²⁾ R. Frésenius. *Traité d'analyse chimique quantitative*, sixième édition française, p. 1071.

chauffée à 100°. Un courant très lent d'air desséché sur l'acide sulfurique et le chlorure de calcium est aspiré dans ce tube ; il enlève l'eau dégagée par le charbon et l'entraîne dans un tube à chlorure de calcium préalablement taré.

Les résultats ainsi trouvés sont indépendants des changements que peut subir l'échantillon ; de plus la dessiccation est rapide et très complète.

Voici à titre d'exemple quelques résultats fournis par les deux méthodes décrites ci-dessus.

NATURE ET PROVENANCE DE L'ÉCHANTILLON.	HUMIDITÉ PERDUE A 100°	
	Par perte de poids de l'échantillon.	Par pesée directe de l'eau dégagée.
1° Charbon gras de la couche Grignette du Horloz . . .	0.86 p. c.	1.18 p. c.
2° Charbon gras de la couche Daignée du Horloz	0.70 p. c.	1.14 p. c.
3° Lignite compact de Rus- sie ⁽¹⁾	9.45 p. c.	10.40 p. c.
4° Lignite terreux de Russie ⁽¹⁾	18.04 p. c.	20.84 p. c.

II. — ÉTUDE DE QUELQUES MÉTHODES DE DÉTERMINATION DES MATIÈRES VOLATILES.

La teneur en matières volatiles, ou le rendement en coke d'un charbon, présente un grand intérêt au point de vue industriel. C'est le principal élément servant à fixer sa valeur et l'usage pour lequel il convient.

Les conditions dans lesquelles se fait la calcination

⁽¹⁾ J'ignore l'origine et la nature exacte des échantillons 3 et 4. Comme ils présentent tous les caractères des lignites et colorent la solution de potasse, je leur conserverai ce nom dans la suite de ce travail ; toutefois, ce sont peut-être des charbons d'affleurement altérés par suite d'une oxydation lente.

influent, dans une très large mesure, sur le rendement en coke; c'est pourquoi on s'est efforcé de fixer ces conditions d'une façon rigoureuse.

Le chimiste Muck ⁽¹⁾ a donné à ce sujet des règles très précises; il recommande de placer un gramme de charbon dans un creuset de platine avec couvercle, de 4 centimètres de haut. Ce creuset reposant sur un triangle en fil de platine est chauffé au moyen d'un gros bec Bunsen, dont la flamme très chaude, mais peu lumineuse, l'enveloppe entièrement. On cesse de chauffer au moment de la disparition des flammes éclairantes qui sortent du creuset pendant la distillation et se distinguent facilement de celle du bec Bunsen. On place ensuite le creuset encore chaud dans un exsiccateur à acide sulfurique et on le pèse après refroidissement.

On peut admettre comme résultat la perte de poids ainsi constatée, ou bien peser le creuset après enlèvement du culot de coke et déterminer par différence le poids de celui-ci.

On obtient par ce second procédé un rendement en coke plus faible; la différence est égale au poids de l'enduit de carbone déposé sur les parois du creuset par la dissociation des hydrocarbures dégagés pendant la calcination.

Dans le premier cas cet enduit est considéré comme coke; dans le second, on le range parmi les matières volatiles. Cette manière de voir est plus conforme à la réalité, mais elle expose à des erreurs, car il est difficile de détacher complètement du creuset le culot de coke.

Dans les laboratoires industriels, où l'on ne dispose que rarement du gaz d'éclairage, on fait généralement usage de méthodes basées sur l'emploi du four à moufle porté au rouge par un feu de coke.

⁽¹⁾ F. Muck. *Chemische Beiträge zur Kenntniss der Steinkohlen*. Bonn, 1876, p. 12 et suivantes.

Afin d'éviter l'oxydation du coke par le courant d'air régnant dans le four, il est nécessaire de loger le creuset contenant l'échantillon dans un autre plus grand rempli de charbon de bois. Cependant, on néglige cette précaution dans certains charbonnages, et on met au four le creuset de platine fermé par un simple couvercle de même métal. On opère alors exactement comme dans la méthode de Muck et l'on retire le creuset du four au moment où les flammes cessent d'en sortir.

Ce procédé très imparfait ne peut donner de bons résultats; il est difficile de saisir le moment où l'on doit retirer le creuset du four et pendant cette opération, assez difficile d'ailleurs, il peut s'y introduire de l'air. Aussi, lorsque la calcination est prolongée dans ces conditions, le poids du résidu de coke diminue-t-il rapidement.

C'est ainsi qu'un charbon gras ayant perdu 22,36 p. c. de matières volatiles après trois heures de chauffe au four à moufle dans le double creuset, a donné dans un creuset de platine fermé, mais non enveloppé, 25,25 p. c. de perte après 5 minutes de calcination; 27,86 p. c. après 15 minutes et 32,35 p. c. après 30 minutes. Ces divers résultats ont été obtenus sur des prises d'essais différentes d'un même échantillon.

La double enveloppe avec interposition de charbon de bois est donc indispensable pour éviter la combustion du culot de coke lorsqu'on opère au four à moufle. On peut alors prolonger la calcination pendant plusieurs heures; le poids du coke ne diminue que très lentement par suite du dégagement des dernières traces d'hydrogène et d'oxygène.

Le dosage des matières volatiles au four à moufle par ce procédé est très lent; de plus, il exige quelques précautions pour qu'il ne s'introduise pas pendant les manipulations des particules de charbon de bois dans le creuset contenant l'échantillon.

La méthode de Muck, décrite ci-dessus, est plus rapide et d'un emploi très simple lorsqu'on dispose du gaz d'éclairage. Elle donne des résultats pouvant différer de plusieurs pour cent de ceux obtenus au four à moufle.

On peut faire disparaître presque complètement cette discordance en continuant à chauffer, dans le procédé de Muck, pendant quelques minutes après la disparition des flammes éclairantes.

Pendant cette seconde partie de la calcination, que j'appellerai surchauffe, les gaz sortant du creuset sont pauvres en carbone et riches en oxygène; c'est pourquoi leur combustion au sein de la flamme du bec Bunsen n'est plus visible.

D'ailleurs, lorsqu'on cesse brusquement de chauffer au moment de la disparition des flammes éclairantes, on voit pendant quelques instants brûler sous les bords du couvercle du creuset une petite flamme pâle, ce qui montre bien que la distillation n'est pas terminée.

Les résultats d'analyse suivants permettent de constater que cette distillation est importante, surtout pendant les premiers instants de la surchauffe; ils ont été fournis par un échantillon provenant de la couche Malgarnie du charbonnage d'Ougrée.

Durée de la surchauffe.	Matières volatiles y compris le carbone dissocié	Matières volatiles non compris le carbone dissocié
Néant	15.95 p. c.	15.55 p. c.
15 secondes	16.80 p. c.	16.34 p. c.
30 secondes	16.96 p. c.	16.56 p. c.
1 minute	17.33 p. c.	16.96 p. c.
2 minutes	17.40 p. c.	17.08 p. c.
5 minutes	17.81 p. c.	17.51 p. c.

De la comparaison des chiffres inscrits dans les deux colonnes, il résulte que le dépôt de carbone sur les parois du creuset était de 0,4 p. c. ; après deux minutes de surchauffe ce dépôt, cependant très oxydable, n'avait perdu que 0,08 p. c., ce qui correspond pour un gramme de charbon à moins d'un milligramme.

Les résultats ci-dessus montrent encore que, pendant les 15 premières secondes de surchauffe, le charbon perd 0,85 p. c. de son poids ; pendant les 15 secondes suivantes, il perd 0,16 p. c. ; on a ensuite pour la perte en 15 secondes 0,20 p. c. pendant la fin de la première minute, 0,08 p. c. pendant les deux premières minutes et 0,05 p. c. pendant les cinq premières minutes, non compris les 15 premières secondes.

J'ai fait également quelques recherches du même genre, au moyen du charbon de la couche Daignée du charbonnage du Horloz ; j'ai obtenu ainsi les teneurs en matières volatiles suivantes, où il est fait abstraction du dépôt de carbone dont il a été question plus haut :

1°	En cessant de chauffer à la disparition des flammes éclairantes	20,35 p. c. ;
2°	Avec une surchauffe de 5 minutes	22,93 p. c. ;
3°	Idem 15 minutes	24,06 p. c. ;
4°	Idem 30 minutes	24,47 p. c.

Pendant les 15 dernières minutes le charbon a perdu 0,41 p. c., soit 0,023 p. c. par minute, ou 0,006 p. c. pour 15 secondes.

On peut donc attribuer la perte due à la surchauffe, non pas à l'oxydation du résidu de coke, mais bien à la disparition de matières volatilissables ; sinon, la diminution de poids par minute devrait rester sensiblement constante.

Il résulte également des chiffres précédents que l'oxydation du résidu de coke est très peu importante et ne peut fausser les résultats lorsqu'on se borne à une surchauffe de cinq minutes.

Dans la suite de cette note, je désignerai par A la méthode de Muck, telle qu'elle a été décrite plus haut, par B le procédé du four à moufle avec double enveloppe remplie de charbon de bois et calcination pendant une heure, enfin par C la méthode de Muck modifiée par une surchauffe de cinq minutes.

Pour les méthodes A et C, les indices *a* et *b* indiquent s'il a été tenu compte ou non de l'enduit de carbone, dû à la dissociation des matières volatiles, qui tapisse les parois du creuset après la calcination des charbons gras.

J'ai appliqué ces trois procédés aux six échantillons de charbon suivants, dont j'avais préalablement déterminé la composition élémentaire :

- I. Charbon à gaz de la couche Grand-François du Levant du Flénu ;
- II. Charbon à coke de la couche Daignée du Horloz ;
- III. Charbon à coke de la couche Malgarnie d'Ougrée ;
- IV. Charbon demi-gras de la couche Houlleux du Horloz ;
- V. Lignite ou charbon altéré de Russie ;
- VI. Charbon anthraciteux de Patience-Beaujonc.

L'analyse élémentaire de ces charbons a été faite sur des échantillons non desséchés ; parce que la dessiccation prolongée à 100° aurait pu altérer leur composition. La teneur en humidité a été déterminée sur une prise d'essai spéciale, par pesée directe, en opérant comme il est indiqué dans la première partie de ce travail.

J'ai fait usage, pour le dosage du soufre, du procédé d'Eschka ; la proportion d'oxygène et d'azote a été obtenue par différence.

Dans le tableau suivant, j'ai fait figurer avec la composition élémentaire des six échantillons choisis, leurs teneurs en hydrogène disponible. Ces derniers chiffres ont été

calculés en retranchant de la teneur en hydrogène total, la quantité de ce gaz nécessaire pour former de l'eau en se combinant avec le reste, considéré comme formé entièrement d'oxygène.

N ^{os} D'ORDRE DES ÉCHANTILLONS.	I	II	III	IV	V	VI
Eau perdue à 100°	2.75	1.18	0.85	0.85	8.68	1.34
Hydrogène total.	5.05	4.57	3.74	4.32	3.63	3.37
Carbone	81.09	83.95	76.70	89.66	69.77	86.51
Soufre	0.75	1.62	0.78	0.75	1.02	0.92
Cendres.	1.70	4.08	14.10	1.22	1.48	4.62
Resle, oxygène et azote	8.66	4.60	3.83	3.20	15.42	3.24
Hydrogène disponible en p. c.	4.09	4.06	3.31	3.92	2.91	3.08
Idem pour 1000 de carbone.	50.50	48.40	43.20	43.80	41.80	35.60

Voici les teneurs en matières volatiles des six échantillons étudiés par les trois procédés définis ci-dessus et désignés par A, B et C. Chacun des chiffres ci-dessous est la moyenne de deux résultats ne différant que de un ou deux dixièmes pour cent. La méthode A de Muck dans laquelle il est difficile de cesser de chauffer exactement à la disparition des flammes éclairantes, donne parfois des différences dépassant un demi pour cent; on a vu qu'après cette disparition, le dégagement des matières volatiles est encore très abondant.

N ^{os} D'ORDRE DES ÉCHANTILLONS	I	II	III	IV	V	VI
Méthode de Muck { Aa	35.88	21.22	15.95	15.56	35.22	7.84
{ Ab	34.62	20.35	15.55	15.23	»	»
Idem du moufle B	35.30	22.37	17.52	16.60	36.98	11.50
Idem de Muck { Ca	37.38	23.80	17.81	16.76	38.77	11.15
avec 5 ^m de surchauffe } Cb	36.40	22.93	17.51	16.58	»	»

On remarquera que les teneurs obtenues au moufle sont très voisines de celles du procédé Cb, pour les échantillons

II, III et IV. Quant au charbon à gaz I, son rendement en matières volatiles est moindre au moufle; dans ce four, l'échauffement du charbon est moins rapide que sur le bec Bunsen et il en résulte qu'il se décompose différemment dans les deux cas.

Cette raison de la divergence des résultats obtenus est particulièrement importante pour les charbons riches en matières volatiles. On doit signaler également, pour le charbon à gaz, l'importance du dépôt de carbone dans les méthodes basées sur l'emploi du bec Bunsen.

Ce dépôt n'était pas appréciable après la calcination des échantillons V et VI, dont les résidus étaient restés pulvérulents.

Afin de compléter l'étude des méthodes dont il vient d'être question, j'ai recherché la composition des matières volatilisées dans chacune d'elles. Dans ce but, j'ai analysé les culots de coke obtenus; connaissant la composition élémentaire du charbon, un calcul simple donne le résultat cherché.

Le coke absorbant une certaine quantité d'eau pendant le broyage qu'on doit lui faire subir avant l'analyse élémentaire, j'ai dosé cette humidité par pesée directe et les résultats de l'analyse élémentaire ont été ramenés au coke sec.

Comme l'enduit déposé sur les creusets n'a jamais été joint au coke analysé, je l'ai toujours considéré comme faisant partie des matières volatiles.

Les tableaux suivants donnent, pour chacun des échantillons étudiés, la composition des résidus de coke et des matières volatiles dégagées par la calcination pour les trois méthodes Aa, B et Ca.

Les résultats d'analyse ainsi présentés rendent facile la discussion de ces trois procédés, au point de vue de la décomposition qu'ils produisent et de la teneur en matières volatiles qu'ils fournissent.

I. — *Charbon à gaz de la couche Grand-François
du Levant du Flénu.*

		Aa	B	Ca
		Méthode de Muck	Méthode du four à moufle.	Méthode de Muck avec 5 ^m de surchauffe.
Résidu de la calcination	Cendres	1.68	1.69	1.67
	Hydrogène	0.72	0.41	0.31
	Carbone fixe	58.80	60.84	58.95
	O, Az et S	2.92	1.76	1.69
		64.12 p. c.	64.70 p. c.	62.62 p. c.
Matières volatiles	Eau à 100°	2.75	2.75	2.75
	Hydrogène	4.33	4.64	4.74
	Carbone volatil	22.29	20.25	22.04
	O, Az et S	6.51	7.66	7.85
		35.88 p. c.	35.30 p. c.	37.38 p. c.

Observations : Après la calcination par la méthode de Muck, il reste dans le coke 0.72 p. c. d'hydrogène et 2.92 p. c. de S, O et Az soit 3.64 p. c. de matières volatilisables ; la surchauffe de cinq minutes réduit ces teneurs à 0,31 p. c. d'hydrogène et 1,69 p. c. de S, O et Az, soit 2 p. c. de matières volatilisables ; il n'y a pas eu de carbone brûlé.

Le coke obtenu au four à moufle contient un peu plus d'hydrogène et d'oxygène que celui fourni par la méthode Ca ; cependant la différence est peu importante. L'écart de 2 p. c. entre les teneurs en matières volatiles est constitué presque entièrement par du carbone.

II. — *Charbon gras à coke de la couche Daignée du Horloz.*

		Aa	B	Ca
		Méthode de Muck	Méthode du four à moufle.	Méthode de Muck avec 5 ^m de surchauffe.
Résidu de la calcination	Cendres	4.17	4.25	4.14
	Hydrogène	1.40	0.15	0.58
	Carbone fixe	69.82	71.31	69.52
	O, Az et S	3.39	1.93	1.96
		78.78 p. c.	77.64 p. c.	76.20 p. c.
Matières Volatiles	Eau à 100°	1.18	1.18	1.18
	Hydrogène	3.17	4.42	3.99
	Carbone volatil	14.13	12.64	14.43
	O, Az et S	2.74	4.12	4.20
		21.22 p. c.	22.36 p. c.	23.80 p. c.

Observations : Elles sont les mêmes que pour l'échantillon I.

La grande pureté en hydrogène du coke fourni par le four à moufle, est due à ce que la calcination y a été prolongée à très haute température pendant trois heures.

III. — *Charbon gras à coke de la couche Malgarnie d'Ougrée*

		Aa	B	Ca
		Méthode de Muck	Méthode du four à moufle.	Méthode de Muck avec 5 ^m de surchauffe.
Résidu de la calcination	Cendres	14.31	14.44	14.20
	Hydrogène	1.13	0.17	0.49
	Carbone fixe	66.66	67.38	66.95
	O, Az et S	1.95	0.49	0.96
		84.05 p. c.	82.48 p. c.	82.60 p. c.
Matières volatiles	Eau à 100°	0.85	0.85	0.85
	Hydrogène	2.61	3.57	3.25
	Carbone volatil	10.04	9.32	9.75
	O, Az et S	2.45	3.78	3.55
		15.95 p. c.	17.52 p. c.	17.40 p. c.

Observations : Pour le procédé B, on a chauffé une heure au blanc; pour Ca la surchauffe a été de deux minutes seulement au lieu de cinq.

IV. — *Charbon demi-gras de la couche Houlleux du Horloz.*

		Aa	B	Ca
		Méthode de Muck	Méthode du four à moufle.	Méthode de Muck avec 5 ^m de surchauffe.
Résidu de la calcination	Cendres	1.19	1.24	1.21
	Hydrogène	1.00	0.37	0.47
	Carbone fixe	79.42	80.82	79.74
	O, Az et S	2.83	0.97	1.82
		84.44 p. c.	83.40 p. c.	83.24 p. c.
Matières volatiles	Eau à 100°	0.85	0.85	0.85
	Hydrogène	3.32	3.95	3.85
	Carbone volatil	10.24	8.84	9.92
	O, Az et S	1.15	2.96	2.14
		15.56 p. c.	16.60 p. c.	16.76 p. c.

Observations : Le moufle a été chauffé au rouge cerise.

Les deux procédés B et Ca donnent la même teneur en matières volatiles ; cependant la composition de celles-ci n'est pas identique dans les deux cas, au four à moufle la quantité de carbone volatilisé est moindre.

V. — *Lignite ou charbon altéré de Russie.*

		Aa	B	Ca
		Méthode de Muck	Méthode du four à moufle.	Méthode de Muck avec 5 ^m de surchauffe.
Résidu de la calcination	Cendres	1.42	1.42	1.40
	Hydrogène	0.81	0.40	0.39
	Carbone fixe	59.43	59.07	56.80
	O, Az et S	3.12	2.13	2.64
		64.78 p. c.	63.02 p. c.	61.23 p. c.
Matières volatiles	Eau à 100°	8.68	8.68	8.68
	Hydrogène	2.82	3.23	3.24
	Carbone volatil	10.34	10.70	12.97
	O, Az et S	13.38	14.37	13.88
		35.22 p. c.	36.98 p. c.	38.77 p. c.

Observations : Ce charbon ne donne pas de coke ; il ne se forme pas d'enduit à l'intérieur du creuset.

Pendant la surchauffe de 5 minutes il y a eu environ

2 p. c. de carbone brûlé; peut-être le creuset était-il mal fermé.

Le résidu est d'ailleurs très inflammable et, comme les parois ne sont pas recouvertes de charbon, il a pu s'établir une circulation d'air dans le creuset.

VI. — *Charbon anthraciteux du Beaujonc.*

		Aa	B	Ca
		Méthode de Muck	Méthode du four à moufle.	Méthode de Muck avec 5 ^m de surchauffe.
Résidu de la calcination	Cendres	4.29	4.17	4.41
	Hydrogène	1.69	0.41	0.51
	Carbone fixe	83.12	82.47	82.28
	O, Az et S	3.06	1.80	1.30
		92.16 p. c.	88.85 p. c.	88.50 p. c.
Matières volatiles	Eau à 100°	1.34	1.34	1.34
	Hydrogène	1.68	2.96	2.86
	Carbone volatil	3.39	4.04	4.23
	O, Az et S	1.43	2.81	3.07
			7.84 p. c.	11.16 p. c.

Observations : Le résidu pulvérulent obtenu par le procédé de Muck est encore très riche en hydrogène.

Par la méthode Ca, on brûle un peu de charbon, mais beaucoup moins que pour l'échantillon V; la teneur en matières volatiles ainsi trouvée, est très voisine de la teneur obtenue au moufle.

Tous les cokes, dont la composition figure ci-dessus, contiennent une certaine quantité d'hydrogène et d'oxygène; j'ai obtenu le même résultat en analysant un échantillon de coke métallurgique du charbonnage du Horloz, qui a donné :

Cendres.	10.00 p. c.
Eau perdue à 100°	0.34 id.
Hydrogène.	0.36 id.
Carbone.	87.83 id.
S, O et Az.	1,47 id. par différence.

On peut tirer quelques conclusions de ce qui précède.

La méthode de Muck donne toujours des résultats trop faibles ; lorsque les flammes éclairantes cessent de sortir du creuset, il existe encore dans le résidu de la calcination des gaz qui ne se dégagent complètement qu'après un temps très long. Cependant, ce dégagement est particulièrement abondant pendant les premières secondes de ce que j'ai appelé la surchauffe ; il devient ensuite assez lent pour qu'une différence de quelques secondes sur la durée de cette surchauffe n'ait pas d'influence sur le résultat obtenu. La principale difficulté du procédé de Muck, qui consiste à saisir avec exactitude la fin de l'opération, disparaît ainsi.

D'autre part, on peut, sans craindre de brûler le résidu de coke, prolonger la calcination pendant plusieurs minutes, du moins avec les charbons gras et demi-gras. Toutefois, on ne doit pas oublier que la flamme du bec Bunsen doit envelopper complètement le creuset.

La quantité de carbone volatilisée dépend du procédé de chauffe employé ; elle est toujours plus considérable dans les méthodes où l'on chauffe le creuset directement. Il est alors porté au rouge très rapidement, le charbon gras se boursoufle très fortement et les flammes éclairantes se montrent au bout de huit à neuf secondes.

Dans le procédé du four à moufle, où l'on fait usage d'un double creuset, le charbon s'échauffe lentement, le coke obtenu est plus dense, la décomposition se fait d'une façon différente.

On sait qu'en chauffant assez lentement un charbon gras, on peut l'empêcher de donner du coke ; c'est ce que l'on fait quand on dose les cendres au moufle dans une nacelle en platine. Au rouge sombre le charbon dégage des fumées blanches riches en eau, et il ne fond plus lorsqu'on le porte ensuite à une haute température.

Au point de vue des résultats qu'elles fournissent, la méthode de Muck modifiée par un prolongement de la calcination et celle du four à moufle avec l'usage du double creuset, s'équivalent. La première étant de beaucoup plus rapide et plus facile à employer, il y a lieu de s'en servir, chaque fois que l'on dispose de gaz d'éclairage, pour l'analyse des charbons qui s'agglutinent par la chaleur. L'emploi du four à moufle est préférable pour l'analyse des charbons maigres et des lignites.

III. — ÉTUDE DE QUELQUES CHARBONS A COKE.

Afin de faire ressortir les caractères analytiques des charbons à coke, je donne plus bas les résultats de dix-neuf analyses élémentaires par combustion dans un courant d'oxygène, portant sur des échantillons de charbons de nature et de provenance variées.

Dans le même tableau, j'ai indiqué la teneur en matières volatiles trouvée par le procédé de Muck désigné ci-dessus par A_b ou par le procédé modifié C_b , ainsi que l'aspect du résidu après la calcination.

NUMÉROS	PROVENANCE des échantillons	NOM de la couche	NATURE du charbon	Eau à 100°	Cendres	Hydrogène	Carbone	S, O et Az.	Matières volatiles	Etat du résidu après la calcination
1	Pleasley, Angleterre	»	Charbon à gaz dit Cannel-Coal	2,80	17,56	5,71	65,47	8,46	47,17	légèrement fritté
2	Levant du Flénu	Grand-François	Charbon à gaz	2,75	1,70	5,05	81,09	9,41	34,62	brillant et bien fondu boursofflé
3	Newbridge Rondra Pays de Galles	»	Charbon à coke	1,48	1,91	4,92	85,96	5,73	26,06	
4	Charbonnage du Horloz, Siège Braconier	Daignée Est	id.	0,55	6,48	4,57	82,34	6,06	20,94	id.
5	id.	Daignée Sud-Ouest	id.	0,70	4,21	4,55	83,91	6,63	20,50	id.
6	id.	id.	id.	1,18	4,08	4,57	83,95	6,22	20,35	id.
7	id.	Grignette (sommet d'un montage)	id.	1,18	2,18	4,62	87,21	4,81	20,30	id.
8	id.	Grignette (pied du même montage)	id.	0,75	2,47	4,67	87,01	5,10	19,23	id.
9	id.	Dure-Veine	id.	1,00	4,34	4,57	85,12	4,97	19,30	id.
10	Charbonnage d'Ougrée	Malgarnie 1 ^{er} droit	id.	0,85	14,10	3,74	76,70	4,61	15,25	id.
11	id.	id. 3 ^e id.	id.	1,19	11,21	4,14	79,45	4,01	16,00	id.
12	id.	Castagnette	id.	1,13	11,40	4,02	78,75	4,70	15,15	id.
13	id.	Stenaye	id.	1,18	4,08	4,57	83,95	6,22	20,35	id.
14	Charb. du Horloz, Siège de	Frédéric	id.	1,09	15,79	3,86	74,36	4,90	17,92	id.
15	id. [Tilleur	Houlleux	Demi-gras	0,85	1,22	4,32	89,66	3,95	15,56	fondu
16	id.	id.	id.	1,00	10,10	3,91	81,25	3,74	16,52	fritté
17	Patience et Beaujone	Couche infér. à IV pieds	Maigre	1,34	4,62	3,37	86,51	4,16	7,84	pulvérulent
18	Charbonnage d'Ans	»	id.	1,10	2,73	3,36	89,26	3,35	6,20	id.
19	Russie	»	Lignite ou charbon altéré	8,68	1,48	3,63	69,77	16,44	35,22	id.

Observations : Les teneurs en humidité indiquées pour les échantillons 4, 5, 10 et 15 ont été déterminées par pesées directes ; les matières volatiles des n^{os} 1, 3, 14 et 16 ont été obtenues après une surchauffe de deux minutes. Les cendres du n^o 10 contenaient beaucoup de chaux, qui était à l'état de carbonate de calcium dans le charbon cru, et les résultats de l'analyse élémentaire ont dû être altérés par l'anhydride carbonique dégagé par ce corps.

Afin de faciliter la comparaison des chiffres ci-dessus, j'ai donné dans le tableau suivant les compositions des mêmes charbons supposés : 1^o secs, 2^o secs et purs de cendres.

Il est à remarquer cependant, que la perte d'eau à 100^o est caractéristique pour les charbons à gaz et surtout pour le lignite.

CHARBON SUPPOSÉ SEC.						CHARBON SUPPOSÉ SEC ET PUR DE CENDRES.			
N ^o	Cendres	Hydro- gène	Carbone	S, O et Az	Matières volatiles	Hydro- gène	Carbone	S, O et Az	Matières volatiles
1	18.08	5.88	67.34	8.70	45.60	7.19	82.19	10.62	55.70
2	1.75	5.19	83.37	9.69	32.77	5.28	84.85	9.87	33.35
3	1.94	5.00	87.25	5.81	26.51	5.10	88.98	5.92	27.03
4	6.52	4.59	82.79	6.10	20.50	4.80	88.61	6.59	21.94
5	4.24	4.59	84.58	6.59	19.88	4.80	88.32	6.88	20.78
6	4.12	4.62	84.87	6.39	19.40	4.81	88.51	6.68	20.22
7	2.22	4.67	88.17	4.94	19.32	4.78	90.17	5.05	19.77
8	2.49	4.71	87.67	5.13	18.52	4.82	89.91	5.27	18.95
9	4.39	4.62	85.97	5.02	18.49	4.83	89.92	5.25	19.34
10	14.21	3.77	77.40	4.62	14.51	4.39	90.22	5.39	16.57
11	11.34	4.20	80.41	4.05	15.00	4.74	90.69	4.57	16.92
12	11.52	4.06	79.65	4.77	14.18	4.59	90.02	5.39	16.02
13	17.24	3.89	74.23	4.64	13.65	4.70	89.69	5.61	16.50
14	15.96	3.90	75.18	4.96	17.03	4.64	89.45	5.91	20.26
15	1.23	4.35	90.43	3.99	14.62	4.40	91.56	4.04	14.80
16	10.20	3.95	82.07	3.78	15.30	4.40	91.39	4.21	17.04
17	4.68	3.42	87.69	4.21	6.58	3.59	92.00	4.41	6.90
18	2.76	3.40	90.26	3.58	6.26	3.50	92.80	3.69	6.45
19	1.62	3.97	76.40	18.01	29.04	4.04	76.60	19.36	29.50

Observations : Je rappellerai d'abord l'observation déjà présentée pour le n^o 10 dont la teneur en hydrogène est trop faible. Les teneurs en matières volatiles ne sont pas com-

parables; puisqu'elles n'ont pas toutes été déterminées par le même procédé. Pour le n° 15, par exemple, la calcination a été arrêtée à la disparition des flammes éclairantes, tandis que pour le n° 16, charbon de la même couche, de composition identique, elle a été prolongée pendant deux minutes au delà du moment de cette disparition.

Le cannel coal (échantillon n° 1) ayant une texture homogène, sa haute teneur en cendres n'est pas due, comme pour les échantillons 10, 11, 12, 13, 14 et 16, à la présence de débris schisteux. Dans ces conditions, la composition élémentaire du cannel coal supposé sec et pur de cendres est purement théorique; je l'ai fait figurer ci-dessus à titre de comparaison.

Dans son ouvrage sur la chimie des charbons, publié en 1891, Muck indique la composition suivante pour un charbon à coke du bassin de Charleroi, déduction faite des cendres :

Hydrogène.	4.80 p. c.)	Matières volatiles 18.31
Carbone	89.29 p. c.)	
O, Az et S.	5.91 p. c.)	

Cette composition est très voisine de celles que j'ai trouvées pour les échantillons 4, 5, 6, 7, 8 et 9, qui tous sont des charbons à coke du charbonnage du Horloz à Tilleur.

On y fait usage de fours du système Bernard ayant 0^m,40 de large, 1^m,30 de haut et 9 mètres de longueur.

Dans ce four, le charbon de la couche Frédéric, n° 14, a donné du coke bien cuit et sortant facilement du four, mais où l'on remarquait quelques joints non soudés entre les différentes charges; ce charbon est généralement employé en addition avec celui des couches Daignée, Grignette et Dure-Veine. A ma demande, un essai a été fait au four sur le charbon de la couche Houlleux du même charbonnage;

l'échantillon n° 16 a été prélevé sur le charbon préparé pour cette expérience. On n'a obtenu que quelques fragments de coke peu solide et du poussier qu'il n'a pas été possible de démouler au moyen de la défourneuse; contre les parois du four, il y avait 2 à 3 centimètres de coke bien fondu.

Il semble résulter de cet essai que, pour fournir du coke au four, il faut qu'un charbon contienne au minimum 4,60 p. c. d'hydrogène. Cette conclusion n'a rien d'absolu; les dimensions et la température du four, les teneurs en humidité et en cendres du charbon sont autant d'éléments dont il faut tenir compte.

C'est ainsi que les charbons à coke n^{os} 11, 12 et 13 provenant d'Ougrée sont moins gras que ceux du charbonnage du Horloz; mais ils sont cuits au four Appolt qui est plus chaud que le four Bernard.

J'ai déjà expliqué pour quelle raison la teneur en hydrogène du n° 10 est trop faible; pour les n^{os} 11, 12 et 13, on a une teneur moyenne en hydrogène de 4,67 p. c. voisine de celle de la couche Frédéric du charbonnage du Horloz.

Il est à remarquer que la composition élémentaire des charbons compris entre les gras à coke et les demi-gras, varie beaucoup moins que leur teneur en matières volatiles. Alors qu'entre les numéros 4 et 16 la teneur en hydrogène varie de 0,40 p. c. seulement, le rendement en matières volatiles varie de 4,90 p. c.

On peut mettre en évidence, d'une manière plus complète, la différence de nature des charbons en combinant les résultats de l'analyse élémentaire avec ceux fournis par la calcination en vase clos. Il apparaît alors un élément important que j'ai appelé déjà dans la seconde partie de ce travail le carbone volatil.

Dans les tableaux ci-dessous on trouvera, pour quelques-uns des échantillons étudiés, la composition élémen-

taire du culot de coke d'une part et, d'autre part, des matières volatiles dégagées par la calcination au creuset de platine sur le bec Bunsen avec 2 ou 5 minutes de surchauffe suivant les cas.

Ces différences dans la durée de la surchauffe sont sans importance; puisqu'il ne se dégage pas de carbone pendant cette seconde période de la calcination.

1° *Composition élémentaire y compris les cendres et l'humidité perdue à 100°.*

N ^{os} DES ÉCHANTILLONS.	2	3	6	14	16	17
Cendres.	1.70	1.91	4.08	15.79	10.10	4.62
Hydrogène.	0.31	0.48	0.58	0.40	0.55	0.51
Carbone fixe	58.95	68.79	69.52	64.66	71.58	82.28
S, O et Az	1.66	1.22	2.02	1.23	1.63	1.09
Résidu de la calcination.	62.62	72.40	76.20	82.08	83.88	88.50
Eau perdue à 100°	2.75	1.48	1.18	1.09	1.00	1.34
Hydrogène	4.74	4.44	3.99	3.46	3.36	2.86
Carbone volatil	22.14	17.17	14.43	9.70	9.67	4.23
S. O et Az	7.75	4.51	4.20	3.67	2.09	3.07
Matières volatiles	37.38	27.60	23.80	17.92	16.12	11.50

2° *Composition élémentaire des charbons supposés secs et purs de cendres.*

N ^{os} DES ÉCHANTILLONS.	2	3	6	14	16	17
Hydrogène	0.32	0.49	0.61	0.48	0.61	0.54
Carbone fixe	61.67	71.20	73.42	77.78	80.51	87.50
S, O et Az	1.77	1.28	2.70	1.48	1.84	1.16
Résidu de la calcination.	63.76	72.97	76.73	79.74	82.96	89.20
Hydrogène	4.96	4.61	4.20	4.16	3.79	3.05
Carbone volatil	23.18	17.78	15.09	11.67	10.88	4.50
S, O et Az	8.10	4.64	3.98	4.43	2.37	3.25
Matières volatiles	36.24	27.03	23.27	20.26	17.04	10.80

Pour les six échantillons étudiés, représentant toutes les variétés de charbons depuis le charbon à gaz jusqu'au charbon anthraciteux, la teneur en carbone volatil varie de 23,18 p. c. à 4,50 p. c.

Il est utile de rappeler cependant, que cet élément dépend de la rapidité avec laquelle on chauffe le charbon au début de la calcination.

On peut encore représenter autrement les résultats d'analyses ci-dessus. Afin de faire ressortir les propriétés analytiques spéciales aux diverses catégories de combustibles, j'ai rapproché dans un dernier tableau les chiffres suivants :

1° La teneur en hydrogène total du charbon supposé sec et pur de cendres ;

2° Sa teneur en hydrogène disponible, c'est-à-dire le chiffre précédent diminué de ce qu'il faut pour saturer le reste que l'on suppose composé uniquement d'oxygène ;

3° Sa teneur en carbone volatil ;

4° Le rapport des poids du carbone volatil et du carbone total, Cv/Ct ;

5° Le rapport des poids du carbone et de l'hydrogène contenus dans les gaz dégagés par la calcination, Cv/Hv ;

6° La teneur en matières volatiles du charbon supposé sec et pur de cendres.

N ^{os} DES ÉCHANTILLONS.	2	3	6	14	16	17
Nature du charbon.	Flénu à gaz	Gras à coke	Gras à coke	Gras à coke	Demi-gras	Maigre
Hydrogène total . .	5.28	5.10	4.81	4.64	4.40	3.59
Hydrogène disponible	4.04	4.36	3.97	3.90	3.87	3.04
Carbone volatil. . .	23.18	17.78	15.09	11.67	10.88	4.50
$\frac{Cv}{Ct}$	0.273	0.200	0.170	0.130	0.119	0.049
$\frac{Cv}{Hv}$	4.67	3.86	3.59	2.80	2.87	1.47
Matières volatiles. .	36.24	27.03	23.27	20.26	17.04	10.80

On remarquera le peu de différence existant entre les teneurs en hydrogène disponible des échantillons 6, 14 et 16 ; par conséquent l'analyse élémentaire, qui fournit cet élément, ne peut suffire à déterminer le caractère plus ou moins gras d'un charbon.

La calcination au creuset de platine, en donnant la teneur en matières volatiles, fournit un renseignement très important à ce sujet ; l'état du culot de coke et le chiffre de carbone volatilisé, déduit par le calcul de la composition élémentaire et du rendement en coke, permettent d'apprécier les qualités collantes d'un charbon.

Toutefois, étant données d'une part, les nombreuses variétés comprises entre les charbons gras proprement dits et les demi-gras, d'autre part, l'influence qu'exercent sur le résultat de la calcination la nature et la température du four employé, on ne pourra, dans bien des cas, reconnaître qu'un charbon convient à la fabrication du coke, que par un essai fait en grand au four à coke dont on dispose.

Liège, le 15 juin 1896.