

Institut National des Mines
à Frameries-Paturages

R A P P O R T
SUR LES
Travaux de 1935

PAR

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

SOMMAIRE :

I. — <i>Travaux sur les explosifs</i>	5
Galerie de Pâturages : tirs de contrôle et divers .	5
Etude des détonateurs à retard	6
Nouveaux essais sur les exploseurs pour mines grisouteuses	7
Reconnaissance d'une gaine au feldspath . . .	7
II. — <i>Lampes, grisouscopes, grisoumètres</i>	8
Lampes électriques, quelques modifications agréées	8
Aérage secondaire des mines	9
Lampes à flamme. — Influence d'un jet d'air comprimé sur la lampe à flamme à alimenta- tion inférieure	10

III. — <i>Matériel électrique antidéflagrant</i>	17
Recherches sur les appareils de signalisation . .	17
Les cases lumineuses des tableaux	23
Liste des appareils agréés en 1935	31
IV. — <i>La question des poussières charbonneuses en Campine</i>	49
V. — <i>Divers :</i>	
Ravitaillement de la station en grisou	59
Obtention de méthane par purification de gaz de fours à coke	59
Obtention de méthane par fermentation	61
Examen d'un appareil respiratoire « Oxymasque n° 2 »	61
Accidents par asphyxie	62
Une inflammation de grisou par des vapeurs d'huile	64
VI. — <i>Le mode de gisement du grisou dans nos couches</i>	65
Recherches patronnées par le Fonds National de la Recherche Scientifique	68
VII. — <i>Propagande de la sécurité</i>	69
VIII. — <i>Collaboration avec les stations étrangères</i> . . .	71
<i>Annexes I. — Suite des études connexes au tir simultané, par Ad. Breyre et J. Fripiat</i>	73
A. — Les détonateurs à temps. — Leur évolution. — Les conditions d'emploi	74
B. — Quelques explodeurs nouveaux pour mines grisouteuses	95
C. — Etude des pertes dans le circuit de tir	108

1. Déperditions dans les circuits de détonateurs	109
Expériences préliminaires	110
Déperditions par la partie isolée des fils de détonateurs	114
Déperditions par les jonctions des fils de détonateurs	121
2. Déperditions dans les lignes	127
Ligne courante à deux conducteurs isolés torsadés	127
Effets de la capacité d'une ligne de ce genre	129
Ligne en conducteurs nus (essais sur bois secs, sur bois verts, sur bois humides) . .	131
Ligne à conducteurs isolés et torsadés fixés sur bois humides. — Effet de diverses avaries ou défauts	139
Résumé général de l'étude des pertes dans le circuit de tir	141

Annexe II. — L'obtention du méthane des eaux résiduaires, par F. Van Oudenhove et G. Nenquin 143

Annexe III. — L'adsorption du méthane par les houilles sous pression élevée, par L. Coppens 173

INSTITUT NATIONAL DES MINES
FRAMERIES-PATURAGES

Rapport sur les travaux de 1935

PAR

ADOLPHE BREYRE,

Ingénieur en chef des Mines

Directeur de l'Institut

Professeur à l'Université de Liège

I. — TRAVAUX SUR LES EXPLOSIFS.

Tirs de classement ou de contrôle.

L'Institut National des Mines est chargé, en matière d'explosifs, d'une série de missions de contrôle ou de classement.

Résumons son activité en 1935 en cette matière :

Tirs de classement : 41 tirs ont été effectués; 15 d'entre eux ont porté sur deux explosifs de fabrication belge, dont l'étude avait été commencée en 1934; l'un d'entre eux a été admis et porté sur la liste des explosifs S.G.P. (Nitrocooppalite II, A. M. du 20-12-1935 n° 13D/5363).

Les autres tirs sont relatifs à quatre explosifs étrangers qui n'ont pu être admis.

Tirs de contrôle d'explosifs prélevés dans les charbonnages : 118 tirs; ces tirs ont été très nombreux.

Tirs à l'occasion de visites éducatives : 65 tirs.

Tirs spéciaux en poussières : 60 tirs. Ils ont eu surtout pour but de comparer les résultats obtenus à notre galerie avec ceux donnés par l'inflamateur du type S.M.R.B.

Etudes connexes au tir simultané. — *Les détonateurs à retard.*

Poursuivant les études connexes au tir simultané, nous avons achevé cette année l'étude des détonateurs à retard, commencée déjà en 1934.

Nous avons examiné les types de divers fabricants, relevant à l'oscillographe les temps réels de départ et les comparant avec les retards théoriques déclarés par le constructeur.

Naturellement, la supériorité des retards à poudre sans émission gazeuse s'est confirmée dans ces essais. Néanmoins, quelle que soit la perfection de la fabrication, on ne peut trouver actuellement de retards dont l'exactitude puisse être garantie avec une marge inférieure à $\pm 0,25$ seconde près (le Rapport sur les travaux de 1934, p. 8 où nous avons déjà indiqué des résultats, avait imprimé par erreur 25 millisecondes au lieu de 25 centisecondes).

Nous en tirons la conclusion qu'il ne faut pas, dans les tirs à retards, réduire à une demi-seconde l'intervalle entre deux volées; le départ des mines d'un même retard s'échelonne sur un intervalle d'une demi-seconde, il faut garder au moins 0,25 seconde de sécurité avant le départ de la volée suivante, si l'on ne veut pas risquer d'interférences entre les coups des volées successives; en cas d'interférences, les coups de la volée $n+1$ sautant avant ceux de la volée n feront nécessairement canon faute de dégagement, et les volées suivantes feront de même : le tir sera donc entièrement raté.

Diverses autres précautions sont à observer dans le tir à retards : ne pas trop rapprocher les coups, soigner le bourrage, etc.

Vu l'importance du sujet, nous avons consacré une note spéciale, que l'on trouvera en annexe à ce rapport, en collaboration avec M. l'Ingénieur principal J. Fripiat. Nous y donnons le détail des expériences faites.

Nouvelles recherches sur explosifs pour mines grisouteuses.

Dans cette note, nous relatons encore les expériences faites sur des explosifs pour mines grisouteuses présentées en 1935. La plupart n'offrent rien de bien particulier par rapport à leurs devanciers; nous ferons une mention spéciale pour deux d'entre eux, dont l'un muni d'un dispositif électromagnétique ne permettant le lancer du courant dans le circuit extérieur que dans le cas d'une intensité suffisante.

Essai d'une gaine au feldspath.

Comme nous l'avons déjà indiqué dans notre rapport sur les travaux de 1934, un fabricant d'explosifs, la Société d'Arendonck, après deux autres formules qui ne présentaient pas d'avantage marqué sur les compositions gainantes actuelles aux chlorures et fluorures, a réalisé une nouvelle composition répondant à la formule suivante :

Feldspath orthose	55
Sulfate de potassium	35
Plâtre	10

La finesse de la matière mise en œuvre est telle que 84 % traversent le tamis de 1568 mailles par centimètre carré et 55 % traversent le tamis de 5100 mailles par

centimètre carré. La gaine était du type semi-rigide : dans ce genre de fabrication, la cartouche d'explosif, entourée de sa gaine remplie, est trempée quelques instants dans un bain d'eau : le plâtre de la matière gainante durcit et agglomère la gaine en lui donnant une consistance semi-rigide.

Les cartouches trempées sont séchées ensuite. Diverses précautions doivent naturellement être prises dans cette fabrication délicate. Le papier extérieur à la gaine doit être résistant et buvard puisqu'il doit laisser pénétrer l'eau et écouler l'excédent.

La gaine au feldspath se fait en 3 m/m d'épaisseur, avec un minimum de poids de 65 grammes pour 100 gr. d'explosif.

Le *Flammivore Vbis* (explosif S.G.P. d'Arendonck) muni de la gaine, a été essayé en charges suspendues dans notre galerie, en grisou naturel de la station, non oxygéné.

Nous avons procédé de la sorte à 17 tirs à charge de 900 grammes : nous avons obtenu 14 non-inflammations et 3 inflammations ralenties.

Ces tirs ont montré que la nouvelle composition est au moins aussi efficace que celles en usage actuellement. Un arrêté ministériel du 21 octobre 1935 a agréé la nouvelle gaine.

II. — LAMPES, GRISOUSCOPES, GRISOUMETRES.

Lampes électriques portatives.

Nous avons étudié quelques modifications de détail apportées à des types précédemment autorisés. Ces modifications sont indiquées au tableau des appareils électriques agréés au cours de 1935.

Aérage secondaire des mines.

Nous avons eu à examiner trois types — un de construction belge, deux de construction étrangère — de ventilateurs (turbines à air comprimé) étudiés spécialement pour l'aérage secondaire dans les mines grisouteuses. Ils ont été admis et figurent plus loin dans la liste des appareils agréés.

D'autre part, à la demande de la Société Anonyme Chaurobel, à Buysinghen, nous avons examiné le comportement d'un bronze spécial destiné à la construction de rotors de ventilateurs.

Le bronze en cause avait la composition centésimale suivante : Cu : 92 à 93 ; Fe : 1,5 à 2 ; Zn : 2 à 2,5. Un disque de ce métal, de 250 m/m de diamètre, de 30 m/m d'épaisseur, était monté sur un arbre et tournait, en guise de meule, à 750 tours par minute.

Un sabot, fait de même métal, appuyait sur la périphérie de la meule et recevait un effort de pression réglable entre 30 et 110 kilogrammes.

Nous opérions en mélange grisouteux inflammable à 9 % de méthane. Les parties en contact de la meule et du sabot deviennent rapidement rouge-sombre, mais il n'y a ni étincelle ni inflammation de grisou.

Nous avons repris ensuite les essais en substituant un sabot d'acier au sabot de bronze. L'acier rougit et donne des gerbes d'étincelles sans que celles-ci enflamment le grisou.

Les poussières de meulage de ce bronze ne peuvent donc entrer en combustion au contact des étincelles de fer.

En conclusion, le bronze proposé peut être utilisé pour la construction des rotors de ventilateurs.

Influence d'un jet d'air comprimé sur une lampe à flamme.

Nous avons eu à étudier, à la demande du Service des Mines, un cas particulier qui nous avait été signalé.

Au cours d'une visite des travaux, un ingénieur avait observé que dans un travail de percement d'étreinte, à petite section, la flamme des lampes Wolff à alimentation inférieure, cuirassées, se mettait en mouvement vibratoire en synchronisme avec la décharge d'air comprimé du marteau-pic utilisé par l'ouvrier chargé du percement.

La flamme s'allongeait et l'ingénieur avait constaté un échauffement de la lampe. Il était fondé à se demander si la lampe, dans ces conditions, restait de sécurité.

Quelques essais préalables nous ont montré que l'effet sur la lampe est variable suivant l'incidence du jet. Aussi nous avons tenu à décomposer le problème en ses éléments en examinant successivement :

- a) l'influence d'un jet permanent d'air pur;
- b) l'influence d'un jet d'air grisouteux;
- c) l'influence de la décharge d'un marteau-pic, en air pur ou en air grisouteux

Dans tous ces essais, la hauteur de la flamme est réglée au départ à 20 millimètres; un thermomètre est introduit par les ouvertures supérieures de la cuirasse, de telle manière que sa cuvette se trouve entre le chapeau et le tamis supérieur (voir schéma fig. 1). Dans ces conditions, la température de régime des gaz à l'endroit de la cuvette est exactement de 100° C.

a) Influence d'un jet permanent d'air pur.

L'air est fourni par un appareil volumogène de débit constant (80 litres par minute); il est dirigé par un tube de verre vers différents points de la lampe.

Voici les constatations :

1° Le jet est dirigé sur la couronne d'entrée d'air pendant 5 minutes. La hauteur de la flamme descend à 15 millimètres et le thermomètre descend de 100 à 90°. Le chapeau devient moins chaud, la température de la cuirasse ne paraît pas avoir changé.

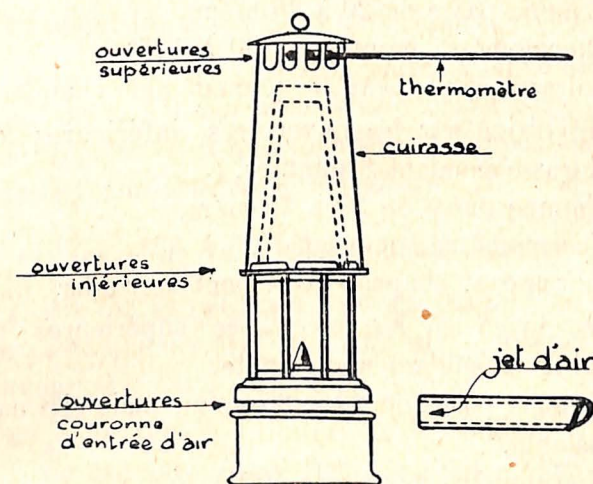


Fig. 1. — Influence d'un jet d'air sur une lampe à alimentation inférieure.

2° Le jet est dirigé sur les ouvertures inférieures de la cuirasse pendant 2 minutes. La flamme atteint 25 m/m et le thermomètre tombe de 100 à 42°. Le chapeau et la cuirasse sont fortement refroidis.

3° Le jet est dirigé sur les ouvertures supérieures de la cuirasse pendant une minute. La flamme descend à

17 m/m, la température descend à 20° (il convient de noter que cette fois la cuvette du thermomètre est frappée directement par le jet d'air). Le chapeau et la cuirasse sont fortement refroidis.

Ayant constaté chaque fois un refroidissement de la lampe, nous avons recommencé les mêmes expériences avec de l'air chargé de grisou.

b) Influence d'un jet permanent d'air grisouteux.
(Teneur : 2,57 %.)

- 1) Jet dirigé sur la couronne d'entrée d'air pendant 5 minutes.

Flamme passe de 20 à 25 m/m.

Thermomètre monte de 100 à 125°.

Cuirasse et chapeau deviennent plus chauds.

- 2) Jet dirigé sur les ouvertures inférieures de la cuirasse pendant 3 minutes.

Flamme passe de 20 à 15 m/m.

Thermomètre tombe de 100 à 35°.

Cuirasse et chapeau fortement refroidis.

- 3) Jet dirigé sur les ouvertures supérieures de la cuirasse pendant une minute.

Flamme passe de 20 à 25 m/m, mais elle est fort instable.

Thermomètre tombe de 100 à 35°.

Cuirasse et chapeau fortement refroidis.

La lampe ne s'échauffe donc d'une façon appréciable que lorsque le jet d'air lancé sur la lampe renferme du méthane et encore faut-il que l'introduction forcée du mélange se fasse conformément au tirage naturel de la lampe.

A titre de comparaison, nous avons noté les variations de température lorsque la lampe est disposée dans une

atmosphère grisouteuse de même ordre au repos (teneur 2,42 %).

La hauteur de la flamme atteint 26 m/m; le chapeau et la cuirasse s'échauffent fortement; le thermomètre indique 120° après 5 minutes et 137° après 10 minutes. Lorsqu'on ramène la flamme à la hauteur de 20 m/m, tout en laissant la lampe dans le grisou, le thermomètre descend et se stabilise à 118°.

Ces essais avec jets continus localisés ont permis d'étudier séparément l'action des jets violents sur chacune des issues de la lampe. La décharge d'un marteau-pic voisin correspond à l'action combinée de jets frappant respectivement les trois issues de la lampe.

Les essais rapportés ci-dessus permettaient de prévoir que, sauf le cas d'une atmosphère chargée de grisou, ces jets ne pourraient que refroidir la lampe. Les essais suivants ont confirmé ces prévisions.

c) Influence de la décharge d'un marteau-pic.

Les essais ont été réalisés dans un conduit en tôle de section rectangulaire (0,32 × 0,15 m.) mesurant 1 m. de longueur (fig. 2).

La lampe est placée à l'intérieur du conduit, à 20 cm. de l'une de ces extrémités. Près de l'autre extrémité se trouve le marteau-pic auquel un opérateur donne l'orientation nécessaire pour que la décharge pénètre dans le conduit.

Un thermomètre disposé comme il est dit à propos des expériences précédentes, indique la température des gaz brûlés sortant du tamis.

Pour les expériences dans lesquelles la teneur en méthane était inférieure à 4%, nous avons alimenté le

marteau-pic avec des mélanges air-méthane réalisés à partir de l'aspiration de notre compresseur.

Pour obtenir des teneurs supérieures, nous avons dû procéder autrement.

Le marteau était alimenté en air pur, mais du grisou était introduit tel quel à mi-longueur du conduit par deux tubes perforés. Ceux-ci recevaient le gaz directement d'une bonbonne par l'intermédiaire d'une conduite en caoutchouc sur laquelle était dérivé un manomètre à mercure.

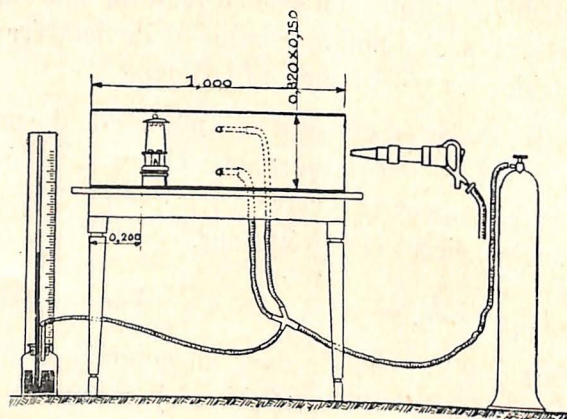


Fig. 2. — Influence de la décharge d'un marteau-pic.

En maintenant la pression au manomètre à une valeur constante, on pouvait réaliser un débit sensiblement continu de gaz dans l'appareil.

Nous avons procédé à 23 expériences. Celles-ci ont conduit à des résultats dont il serait difficile de tirer des lois, à cause des variations de certaines conditions expérimentales, telle que la pression d'alimentation du marteau-pic : celle-ci diminuait de 5 à 3 kg au cours d'une expérience dont la durée était limitée de ce fait à une minute.

Dans les derniers essais, avec forte teneur en grisou, il n'était pas toujours aisé d'admettre le grisou au moment même où le marteau-pic était mis en action. Lorsque l'échappement du marteau est dirigé sur la lampe avant que le grisou ne soit introduit, il y a d'abord une période de refroidissement de la lampe qui peut masquer l'élévation ultérieure de température provenant de la combustion du méthane dans la lampe.

Dans le cas contraire, il y a extinction immédiate de la lampe par suite de la trop grande richesse en méthane de l'atmosphère ambiante.

Nous résumons donc ci-après les observations faites au cours de nos essais.

1° Nous constatons, dès la mise en marche du marteau-pic, une diminution de la température indiquée par le thermomètre. Cette chute est de l'ordre de 40° lorsque la teneur est inférieure à 4 % ; elle n'est que de 30° pour les teneurs supérieures.

2° Il y a également refroidissement de la région de la cuirasse opposée à celle frappée directement par le mélange grisouteux.

Or, l'état calorifique de cette partie de la lampe constitue un critérium de sa sécurité, car on sait que lors des mises en défaut dans les courants grisouteux animés de grande vitesse, c'est dans la moitié diamétrale de la lampe, opposée à celle frappée par le courant, qu'on constate le maximum d'échauffement.

Nous avons constaté chaque fois un refroidissement de la cuirasse. Ce refroidissement est très marqué lorsque la teneur est inférieure à 4 % ; il est moins sensible lorsque la teneur en méthane est supérieure à 4 %.

Au cours d'un essai à 6,8 %, il nous a même semblé que la température de la cuirasse n'avait pas changé.

Nous n'avons pu opérer à des teneurs plus élevées, à cause de l'extinction rapide de la lampe.

La décharge d'un marteau-pic fonctionnant dans des conditions normales au voisinage d'une lampe à flamme cuirassée ne peut mettre sa sécurité en défaut.

Il n'y aura échauffement de la lampe que si celle-ci se trouve dans une atmosphère ambiante riche en méthane et, dans ce cas, la présence du marteau ne modifie aucunement sa sécurité.

Avant d'abandonner cette question, nous avons fait deux essais avec une lampe à benzine à alimentation inférieure non cuirassée. La lampe était placée dans l'appareil utilisé pour les essais précédents, le mode opératoire était le même.

1^{er} essai : Teneur en méthane 4,9 %. L'essai dure une minute. La flamme de benzine s'allonge jusqu'au dessus du verre; des flammes bleues apparaissent dans les toiles.

Le tamis extérieur conserve la même température à sa partie inférieure; la partie supérieure, au contraire, au moment où l'on retire la lampe, est plus chaude au toucher. Cependant, le thermomètre tombe en 30 secondes de 133 à 75°.

2^e essai : Teneur en méthane 5,4 %. L'essai dure également une minute et donne lieu aux mêmes constatations que le précédent. Le thermomètre tombe de 140 à 100° C.

Dans ces essais avec lampes non cuirassées, les indications d'un thermomètre disposé au-dessus du tamis extérieur ne concordent pas avec les constatations faites au toucher concernant l'état calorifique du tamis. Les gaz chauds sortent par toute la partie latérale du tamis dont ils conditionnent l'échauffement; ces gaz ne sortent plus exclusivement par le sommet, comme c'est le cas

dans les lampes cuirassées. Le thermomètre se trouve sur un courant refroidissant direct; de là la chute rapide enregistrée.

Conclusion : La décharge d'un marteau-pic fonctionnant dans des conditions normales au voisinage d'une lampe à flamme cuirassée ne peut mettre sa sécurité en défaut. Il n'y aura échauffement de la lampe que si celle-ci se trouve dans une atmosphère riche en méthane. Dans ce cas, la présence du marteau ne modifie aucunement sa sécurité.

III. — MATERIEL ELECTRIQUE ANTIDÉFLAGRANT.

Nous avons eu à examiner une trentaine d'appareils électriques divers en vue de leur agrégation pour emploi dans les mines grisouteuses.

Nous donnons, plus loin, la liste des appareils qui ont été agréés, classés suivant l'ordre déjà admis dans les rapports précédents.

Signalons deux groupes d'essais particuliers qui ont été entrepris à la demande des Ateliers de Constructions électriques de Charleroi.

Recherches sur les appareils électriques de signalisation.

A la demande des Ateliers de Constructions électriques de Charleroi, nous avons entrepris des recherches sur la sécurité d'une installation de signalisation.

Le problème posé était de savoir si l'étincelle accompagnant la rupture d'un câble reliant les appareils était capable d'enflammer le grisou.

Ces recherches ont été assez longues du fait que nous

avons dû préparer des mélanges air-grisou naturel vivifié par des additions d'oxygène (1).

Nous donnons ci-après les dispositifs expérimentaux utilisés pour ces recherches et les résultats auxquels ils ont conduit :

Premier dispositif.

Le premier dispositif répondait au schéma (fig. 3). Le courant est fourni par un transformateur T abaissant la tension de 220 à 24 volts.

Sur le circuit basse tension sont dérivés une sonnerie à courant alternatif S et un électro-aimant E.

Quand l'électro-aimant est alimenté, il attire une

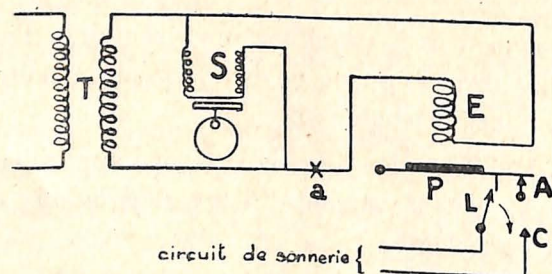


Fig. 3. — Dispositif d'expérience sur les appareils de signalisation.

plaquette P qui libère ainsi un levier mobile L. Celui-ci en tombant sur une pointe de contact C ferme un circuit de sonnerie non représenté au schéma.

Lorsque le courant d'alimentation est coupé, la plaquette retombe sur un arrêt A.

L'électro, la plaquette, le levier et l'arrêt ne forment en réalité qu'un seul appareil, désigné ci-après par le nom de clapet.

(1) Dans un mélange air pur-méthane, le rapport $\frac{\text{oxygène}}{\text{azote}}$ est de 0,264.

On nous demandait de rechercher si une étincelle de rupture se produisant en « a » enflammait le grisou.

En ce point, nous avons intercalé un rupteur mécanique comportant une lame élastique accrochée au passage par une pièce coudée animée d'un mouvement de rotation. Le tout est disposé dans un récipient métallique dans lequel afflue continuellement un mélange inflammable.

La pièce mobile est actionnée par un moteur dont un opérateur fait varier continuellement la vitesse en agissant sur une résistance à curseur, de telle façon que le nombre de ruptures oscille sans cesse entre 1 et 4 par seconde.

Nous avons utilisé 3 bobines différentes dans l'électro-aimant E. Ces 3 bobines présentaient respectivement les caractéristiques ci-dessous :

Bobine 1		3200 spires
Bobine 2		4500 spires
Bobine 3		7500 spires

Nous avons procédé aux essais d'inflammation dans les conditions suivantes :

- 1° la plaquette est libre dans ses mouvements;
- 2° la plaquette est maintenue contre l'arrêt limitant son écartement du noyau.

C'est dans le second cas que le courant passant par le rupteur est le plus élevé.

Dans aucun cas, nous n'avons eu inflammation.

Deuxième dispositif.

Le deuxième dispositif expérimental, représenté au schéma de la figure 4, comportait 5 clapets groupés en dérivation.

La question posée par le constructeur était de savoir si une rupture dans le fil commun de retour des 5 clapets pouvait enflammer le grisou en supposant les 5 clapets simultanément en activité au moment de la rupture.

Il fallait aussi rechercher quelle devait être la valeur des 5 résistances identiques R pour qu'il n'y ait pas inflammation.

Nous résumons ci-après les résultats obtenus :

Disposition des clapets	Rapport $\frac{O^2}{N^2}$	Valeur des résistances R.	Résultat + inflammation O non inflamm.
5 clapets libres	0,285	250	O
	0,285	225	+
	0,285	150	+
	0,263	225	O
	0,263	194	+
	0,263	150	+
	0,255	0	+
4 clapets libres et 1 clapet calé contre l'arrêt . .	0,263	194	+
3 clapets libres et 2 clapets calé contre leur arrêt .	0,263	194	+
2 clapets libres et 3 clapets calés	0,263	225	O
5 clapets calés	0,263	194	+
	0,263	150	+
	0,263	225	O
	0,263	194	+
	0,263	150	+

Conclusion : Si l'on ne retient que les essais réalisés avec des mélanges grisouteux caractérisés par un rapport O^2/N^2 de l'ordre de 0,264, il n'y a pas inflammation si les résistances R sont portées à 225 ohms.

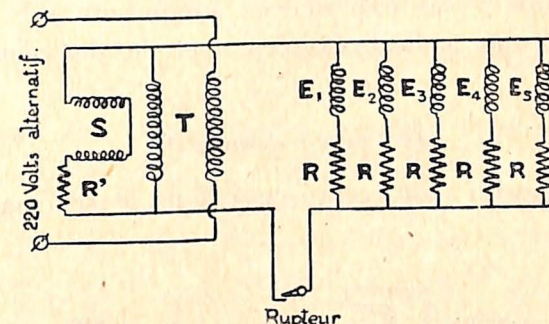


Fig. 4. — Dispositif d'expérience à cinq relais.

Légende : $E_1 \dots E_5$ = électro-aimants des clapets.
 R = résistances additionnelles variables représentant la résistance ohmique des câbles d'alimentation.
 T = transformateur abaissant la tension de 220 à 24 volts.
 R^1 = résistance additionnelle fixe de 250 ohms.
 S = Sonnerie.

Troisième dispositif.

Identique au second, mais il ne comporte que 3 clapets en dérivation.

Disposition des clapets	Rapport $\frac{O^2}{N^2}$	Valeur des résistances R en ohms	Résultat + inflammation O non inflamm.
3 clapets libres	0,264	250	O
		150	+
		100	+
	0,263	194	O
2 clapets libres et 1 clapet calé	0,255	100	O
	0,255	71	O
	0,255	0	+
1 clapet libre et 2 clapets calés	0,263	194	O
3 clapets calés	0,264	250	O
		194	+
		71	+

Conclusion : Ces expériences conduisent à la même conclusion que celles réalisées avec le deuxième dispositif.

Quatrième dispositif.

Ce dispositif est représenté dans le schéma de la figure 5.

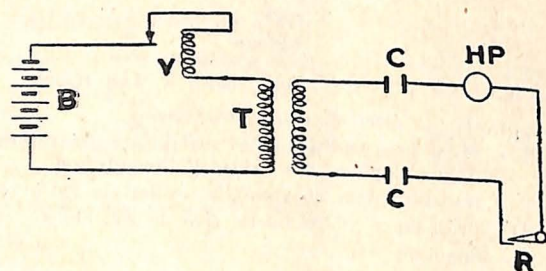


Fig. 5.

B = batterie d'accumulateurs 18 volts.

T = transformateur.

V = vibreur composé d'un électro-aimant et d'une plaque vibrante avec pointe de contact. Cet appareil produit des interruptions du courant primaire dans le transformateur T.

C = condensateur de 2 microfarads.

HP = haut-parleur.

R = rupteur mécanique.

Nous avons procédé à des essais d'inflammation d'un mélange grisouteux (rapport $O^2/N^2 = 0,267 CH^4 : 9,75$) dans les conditions suivantes :

- montage normal comme indiqué dans le schéma;
- le haut-parleur est court-circuité;
- les 2 condensateurs sont court-circuités..

Dans aucun cas, nous n'avons eu inflammation du mélange grisouteux.

Les cases lumineuses des tableaux de signalisation.

Jusqu'à présent, la question des regards dans les appareils antigrisouteux était réglée par la prescription suivante : (art. 9 des Règles rappelées dans les Annales des Mines de Belgique, 1930, pp. 591 et suiv.) « Les regards dans les parois des enveloppes seront protégés par une double glace épaisse solidement encastrée. »

Le mode de fixation n'était pas spécifié, mais on avait toujours exigé que les deux glaces soient disposées dans un logement de la partie métallique de l'enveloppe et serrées entre des joints de plomb.

En 1933, à la demande d'un constructeur, des essais montrèrent que l'on pouvait substituer aux joints de plomb imposés dans les armatures de lampes, un scellement à la litharge.

En 1935, la question s'est posée dans son ensemble pour les boîtiers lumineux et les armatures.

Dans les premiers, les regards étaient fermés par deux glaces juxtaposées de 50 à 70 m/m de diamètre et de 7 à 8 m/m d'épaisseur, serrées entre des joints de plomb par l'intermédiaire d'un anneau fixé par des vis sur la paroi intérieure de l'appareil.

Dans les armatures de lampes, un globe de 7,5 m/m d'épaisseur minimum portait un rebord plat serré entre des joints de plomb.

Il s'agissait de remplacer les joints de plomb par un scellement à la litharge et d'utiliser une seule glace au lieu de deux.

Avant de donner un avis, il importait de s'assurer des qualités de résistance du ciment et des glaces.

Le ciment ne peut se laisser attaquer par les eaux

chlorurées du fond et doit résister à l'échauffement causé par le fonctionnement des organes électriques.

Les glaces doivent être résistantes au choc et pouvoir supporter des variations brusques de température.

Dans le cas des doubles glaces, la glace extérieure protège la glace intérieure contre les chocs; par contre, elle ne subit pas d'échauffement notable et ne court pas le risque d'être brisée lorsqu'elle est atteinte par des gouttes d'eau froide, comme cela peut se produire dans les endroits humides. Dans le cas d'une simple glace, au contraire, celle-ci doit résister à la fois aux chocs et à un refroidissement brusque.

On comprendra par là pourquoi nous nous sommes attachés à vérifier les qualités de résistance des glaces.

Pour nous permettre de procéder à ces diverses vérifications, les Ateliers de Constructions électriques de Charleroi mirent à notre disposition un tableau lumineux à 12 cases, dans lequel tous les modes de fixation des glaces étaient utilisés: simple glace scellée au ciment, double glace scellée au ciment, double glace avec joints de plomb.

Le ciment était composé de dix parties de litharge et d'une partie de glycérine. Nous avons procédé aux essais suivants:

I. — *Résistance du ciment aux eaux chlorurées.*

Les scellements à la litharge ont été recouverts pendant un mois, les uns d'une solution saturée de chlorure de sodium, les autres d'une solution saturée de chlorure de magnésium.

Les solutions ayant été enlevées, le ciment après séchage n'a pas laissé apparaître de gerçures.

2. — *Résistance à la chaleur.*

A l'intérieur du boîtier, nous avons disposé un enroulement métallique. Après fermeture de l'appareil, nous avons porté l'enroulement au rouge, en y faisant passer un courant électrique. Nous avons soumis ainsi l'appareil à un échauffement violent pendant 8 heures.

La température près de la paroi intérieure était de 110°. Après refroidissement, nous avons constaté que le ciment était resté tel qu'il était avant l'essai.

3. — *Résistance au choc.*

Nous avons recherché si la résistance des glaces dans leur logement pouvait être influencée par le mode d'encastrément. Nous avons utilisé un mouton de 85 grammes tombant en chute libre sur la face extérieure du regard.

L'essai était poursuivi à des hauteurs croissantes jusqu'à rupture de la glace.

1^{er} essai: glace unique (épaisseur 8 m/m) scellée au ciment. Pas de rupture pour chutes de 20, 30, 40 et 50 cm. Rupture pour 60 cm.

2^e essai: deux glaces (épaisseur de chaque glace 8 m/m) scellées au ciment. Pas de rupture de la glace extérieure pour chutes de 20, 30, 40 cm. Rupture pour 50 cm.

3^e essai: deux glaces (épaisseur de chaque glace 3 m/m) avec joints de plomb. Pas de rupture de la glace extérieure pour chutes de 20, 30, 40, 50 cm. Rupture pour 60 cm.

4^e essai: deux glaces (épaisseur de chaque glace 5 m/m) avec joints de plomb. Pas de rupture de la glace extérieure pour chutes de 20 et 30 cm. Rupture pour 40 cm.

Le choc le plus faible ayant entraîné la rupture s'est donc produit au 4^e essai, lequel a porté précisément sur une double glace avec joint de plomb.

Le scellement au ciment ne semble donc pas influencer défavorablement la résistance de la glace.

Nous avons observé également qu'au premier essai, les fentes étaient peu nombreuses et qu'elles l'étaient beaucoup plus pour les trois autres.

Enfin, nous avons constaté que, quels que fussent le mode de fixation et le degré de fragmentation des glaces, les morceaux restaient parfaitement en place dans leur logement, sans altérer l'étanchéité du joint.

Les Ateliers de Constructions électriques de Charleroi nous ont fait parvenir 6 glaces de 65 m/m de diamètre et de 12 m/m d'épaisseur fabriquées par les Cristalleries du Val-Saint-Lambert.

Nous avons soumis quatre de ces glaces à des essais d'échauffement combiné avec un refroidissement brusque.

La glace, scellée au plâtre dans un anneau métallique, était disposée dans un récipient en tôle épaisse fermé par une plaque d'amiante. Le tout était ensuite chauffé au four électrique, puis transporté à l'air libre (fig. 6).

Un thermomètre introduit ensuite par une ouverture pratiquée dans la plaque d'amiante, permettait de suivre la température intérieure qui diminuait lentement. Lorsque celle-ci était descendue à une valeur jugée convenable, on enlevait rapidement le couvercle d'amiante et on projetait sur la glace de l'eau froide.

L'échauffement préalable au four n'a fêlé aucune glace.

Le refroidissement brusque par projection d'eau froide a conduit aux constatations suivantes :

a) dans un essai à 250°, on observe une fissuration extrêmement poussée et partant de la face supérieure touchée par l'eau froide. Cette fissuration diminue en pénétrant dans la masse; elle est réduite sur la face inférieure, la moitié environ des fissures s'arrêtant dans l'épaisseur de la glace;

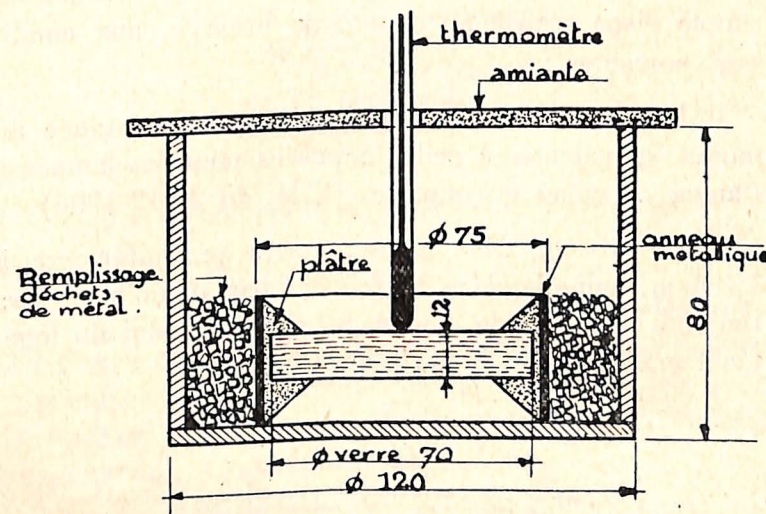


Fig. 6. — Dispositif de chauffage des regards.

b) dans un essai à 200°, la face atteinte par l'eau est fissurée comme dans l'essai précédent, mais la face opposée l'est à peine;

c) dans un essai à 150°, on observe 3 fentes n'affectant qu'une très faible épaisseur à partir de la face touchée par l'eau froide;

d) dans un essai à 165°, il n'y a aucune fissuration.

Dans tous les cas, la glace est restée entière et susceptible par conséquent de maintenir l'étanchéité d'un appareil.

Il va sans dire que les échauffements indiqués ci-dessus sont bien supérieurs à ceux qui se rencontrent dans les appareils de signalisation. Ces essais nous ont permis néanmoins de juger de la bonne qualité du verre.

Conclusions. — Regards pour boîtiers lumineux. — On peut utiliser dans les appareils de signalisation la simple glace scellée au ciment de litharge, aux conditions suivantes :

1° la glace présentera des qualités de résistance au moins équivalentes à celles imposées pour les lampes à flamme de mines grisouteuses (C.M. du 20-12-1906).

2° L'épaisseur des glaces ne sera pas inférieure à 12 m/m, leur diamètre n'excédera pas 70 m/m et sera toujours inférieur de 4 m/m au moins à celui du logement pratiqué dans la paroi métallique.

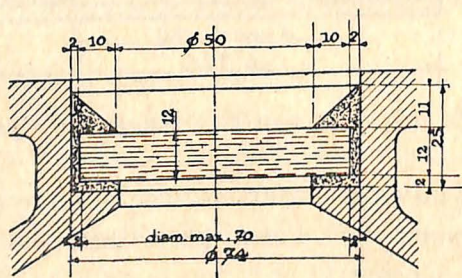


Fig. 7. — Joint proposé pour regards de boîtiers lumineux.

3° Le ciment de composition homogène (10 parties de litharge et 1 partie de glycérine) recouvrira les deux faces de la glace sur 10 m/m au moins de largeur à partir de sa périphérie et remplira complètement le vide existant entre la glace et son logement, suivant croquis ci-contre (fig. 7).

Armatures de lampes. — On peut également autoriser le scellement à la litharge. Le ciment devra présenter la composition homogène indiquée ci-dessus et recouvrir sur 25 m/m au moins de largeur les rebords du globe suivant croquis ci-contre (fig. 8).

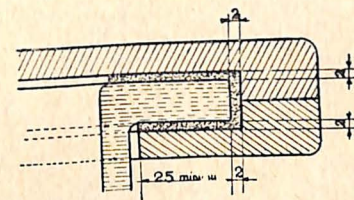


Fig. 8. — Joint scellé à la litharge pour armature de lampe.

Remarque : Il convient de faire observer que les modifications proposées concernent uniquement les appareils de signalisation et les armatures et ne peuvent s'étendre aux appareils de grande capacité sujets à des échauffements intenses, tels que moteurs, interrupteurs, disjoncteurs, transformateurs.

Les regards pratiqués dans ces appareils doivent rester conformes aux prescriptions antérieures.

Nous donnons ci-après le tableau des appareils électriques agréés en 1935. Comme d'habitude, nous avons compris dans cette liste les lampes portatives, les ventilateurs secondaires, les locomotives Diesel.

LISTE

DES

APPAREILS ELECTRIQUES
ET DIVERS

agréés en 1935

II. — MOTEURS

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
10-1-1935	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5724	1 moteur type G. A. B. F. 76-8 pôles 85 HP, n° 38.152. Fabrication 709.265. 220 volts, 62,5 KW, 730 tpm. Suivant plans : 505.993 : 1/2 coupe longitudinale. 214.802 : regard au collecteur. 506.030 : 1/2 coupe transversale. 506.043 : boîte à bornes du côté des bagues.
28-1-1935	Idem.	13E/5733	1 moteur asynchrone triphasé, type A. F. G. 81, VIII pôles, 90 CV., 500 volts, 74 KW, 730 tpm., n° 38.25. Suivant plans : 502.316, 214.802, 505.972, 502.787.
21-2-1935	Guillaume De Decker & C°, Successeur P. Hocq, 3, place Royale, Bruxelles.	13E/5747	1 moteur asynchrone triphasé, rotor en court-circuit, type T. 15" x ", 500 volts, 18 KW., 25 HP. Suivant plans : S.K.A. 3552 : moteur. S.K.A. 3553 : boîte à bornes.

32

ANNALES DES MINES DE BELGIQUE

12-3-1935	Société Siemens, Dép. Siemens/Schukert, 116, chauss. de Charleroi, Bruxelles.	13E/5753	1 moteur asynchrone, en cage d'écureuil, type D. O. R. 76-4, tensions : 220/380 volts, 7 KW., 1435 tpm., n° du moteur : 2.880.576. Suivant plans : Ensemble D. 430. Schéma D. 431.
26-3-1935	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5755	1 moteur, type G.A.B.F. 61. <i>Remarque :</i> Ce moteur se différencie du type G.A. B.F. 66, agréé le 15-6-1934, n° 13E/5687 par : a) tension 500 au lieu de 3.000 volts. b) longueur de l'enveloppe: inférieure de 60 mm. au type G.A.B.F. 66. Suivant plan n° 508.008.
13-8-1935	Idem.	13E/5784	Moteur type A.C.G. 28, 500 volts, 4,25 HP, 3,1 KW., rotor en court-circuit. Moteur n° 106.109. Suivant plan n° R.M. 498.
26-11-1935	Société Siemens, Dép. Siemens/Schukert, 116, chauss. de Charleroi, Bruxelles.	13E/5823	La puissance du moteur type D. O. R. 116-4, autorisé le 26-9-1930 sous la CM n° 13E/5296, est portée de 11 à 14,5 KW., par suite de l'utilisation d'un meilleur isolant (à base de mica et d'asbeste).

INSTITUT NATIONAL DES MINES, A FRAMERIES

33

II. — MOTEURS (suite)

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
23-12-1935	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5831	1 moteur asynchrone triphasé, rotor bobiné, type A.F.G. 51, 525 volts, 29 KW., 1455 tpm. avec dispositif de mise en crt.-ct. des bagues, n° 38.447, fabrication 803.583. Suivant plans : 511.070 : coupe longitudinale. 509.491 : coupe transversale. 509.013 : portière (établie pour les types A.F.G. 56 et 51). 509.148 : regard de portière (id.).
23-12-1935	Idem.	13E/5825	1 moteur type A.C.G. 367 à courant triphasé, 500 volts, 15 KW., 2925 tpm., n° 122.042. Fabrication : R.y. 310.767. Suivant plans : R.M. 745 : demi-coupe et demi-vue long. R.M. 747 : disposition des bornes du stator.

34

ANNALES DES MINES DE BELGIQUE

III. — APPAREILS DIVERS

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
28-1-1935	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5733	1 controller de manœuvre à 2 sens de marche, type P.A. 11 A. N° de fabrication : 709.143. Suivant plans : 452.950 et 452.951.
28-1-1935	Idem.	13E/5733	1 résistance de démarrage. Type R.H.A.O. II. N° de fabrication : 704.144. Suivant plan n° 452.690.
28-1-1935	Idem.	13E/5733	1 interrupteur de fin de course type F.R.B.A. 60. Suivant plan n° 418.385.
21-2-1935	Guillaume De Decker & C°, Successeur P. Hocq, 3, place Royale, Bruxelles.	13E/5747	1 frein électrique (monté sur le moteur agréé le 21-2-1935, CM n° 13E/5747). Suivant plan n° S.K.A. 3554.
21-2-1935	Idem.	13E/5747	1 démarreur-inverseur type A. 99 C.I. Suivant plan S.K.A. 3560.

INSTITUT NATIONAL DES MINES, A FRAMERIES

35

III. — APPAREILS DIVERS (suite)

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
26-3-1935	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5754	1 boîte à bornes à placer sur le tableau blindé Reyrolle, agréé le 9-12-1932 sous la CM n° 13E/5555. Suivant plan n° 52 A. 1535.
18-7-1935	Ateliers Electriques Belges, 62, av. du Pont-de-Luttre, Forest-Bruxelles.	13E/5774	1 coffret pour appareil de mesure type M.G. 14. Suivant plans : 3880 : ensemble. 3876 et 3881 : schémas donnant les deux modes d'utilisation de l'appareil.
9-8-1935	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5778	1 controller avec résistance n° 976.733/803.501. Suivant plans : 454.194, détails et plan-annexé sans numéro pour détail du bouton-poussoir.
13-9-1935	Téléphones « Le Las », 131, rue de Vaugirard, Paris.	13E/5786	1 commutateur antidéflagrant. Suivant plan D.N. 10.437 (plus spécialement utilisé pour l'éclairage électrique des locos Diesel).

36

ANNALES DES MINES DE BELGIQUE

20-9-1935	Guillaume De Decker & C°, Successeur P. Hocq, 3, place Royale, Bruxelles.	13E/5787	1 disjoncteur coupe-circuit N.D.O., noyé dans l'huile, type A. II O.D.I. construit par la firme Switchgaer Ltd Kirkintilloch de Glasgow, 400 ampères, 250 volts. Appareil n° Série P. 708. Suivant plans : a) 34 T. 427 : ensemble demi-grandeur. b) plan annexe, sans numéro, du couvercle-support d'ampère-mètre. c) S.K.B. 7176 : en grandeur, disposition du couvercle avec glace de l'ampère-mètre.
25 10-1935	Ateliers Electriques Belges, 62, avenue du Pont de Luttre, Forest.	13E/5809	1 disjoncteur type M.S.T.W. 100 ampères et 1 boîte à bornes type M.G. 12 b. Suivant plans : 3891 : ensemble grandeur. 3939 : schéma au 1/10°. 3940 : schéma mais avec coffret pour appareil de mesure précédemment agréé.
26-11-1935	Société Anonyme Siemens, Dépt. : Siemens-Schukert, 116, ch. de Charleroi, Bruxelles.	13E/5823	L'intensité de service prévue pour le disjoncteur type H. Sch. 900-III/25, agréé le 25-9-1931 CM n° 13E/5436 est portée de 25 à 40 ampères, par suite d'une meilleure protection contre les surcharges ou les court-circuits par la combinaison de maxima thermiques et de maxima électromagnétiques.

INSTITUT NATIONAL DES MINES, A FRAMERIES

37

III. — APPAREILS DIVERS (suite)

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
26-11-1935	Société Siemens, Dép. Siemens/Schukert, 116, chauss. de Charleroi, Bruxelles.	13E/5823	L'intensité de service prévue pour le disjoncteur type H. Sch. 900-III/60, agréé le 25-9-1931 CM n° 13E/5445 est portée de 60 à 100 ampères, par suite des mêmes dispositions que ci-dessus.
23-12-1935	Ateliers Electriques Belges, 62, avenue du Pont de Luttre, Forest.	13E/5824	1 disjoncteur type M.S.T.W. 200 ampères avec boîte à câble type M.G. 12 b. Suivant plans : 3892 : coupe en grandeur. 3942 : schéma au 1/10 ^e . 3941 : schéma mais avec adjonction d'une enveloppe pour appareil de mesure précédemment agréée.

38

ANNALES DES MINES DE BELGIQUE

ECLAIRAGE ELECTRIQUE POUR LOCOS DIESEL

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
20-9-1935	S. Marchak, 15, rue du Lombard, Bruxelles.	13E/5788	1 installation d'éclairage électrique construite par la firme Friemann et Wolf de Zwickau, comprenant : a) 1 <i>génératrice</i> , alternateur monophasé 6 bobines en série et rotor comportant un aimant à 6 pôles, 35 watts de puissance sous 6 volts, vitesse de régime 7.400 tpm. Suivant plan Z n° 16.042. b) 1 <i>interrupteur</i> prévu pour une tension de 250 volts avec une intensité de 10 ampères. Suivant plan Z. 5931. c) 2 <i>phares</i> . Suivant plan Zch. 7605.

INSTITUT NATIONAL DES MINES, A FRAMERIES

39

VI. — MATÉRIEL D'ÉCLAIRAGE SUJET OU NON A DÉPLACEMENTS

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
3-6-1935	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5767	1 armature suivant plans : 27.051 avec socket Edison. 26.962 avec socket à bayonnette.
2-7-1935	Société Siemens, Dép. Siemens/Schukert, 116, chauss. de Charleroi, Bruxelles.	13E/5231	1 armature type L. 169 à atmosphère d'acide carbonique. Suivant plans : D. 432 : détails grandeur. D. 433 : schéma échelle 1/2.

40

ANNALES DES MINES DE BELGIQUE

VII. — TÉLÉPHONES ET SIGNALISATION

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
23-12-1935	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5832	1 boîte de dérivation avec sectionneurs. Suivant plans : 27.274 S-I : 1/2 grandeur ensemble avec 56 sectionneurs. 26.142 Si : 1/5 ensemble avec 84 sectionneurs (autre disposition).

INSTITUT NATIONAL DES MINES, A FRAMERIES

41

VIII. — VENTILATEURS A AIR COMPRIMÉ

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
21-2-1935	Société Lecq, 70, av. du 4 Septembre, Douai (Nord).	13B/5086	1 turbo-ventilateur à turbine périphérique à air comprimé, type CH 4. Suivant plan n° 111-219.
30-9-1935	Société des Moteurs & François Réunis, Sclessin.	13B/5105	1 aéro-ventilateur n° C/17.451, type V.T. 4 N. Suivant plan n° A.T. 110.
2-10-1935	H. Korfmann, Witten (Ruhr).	13B/5104	1 ventilateur à air comprimé type « EL-TUR » (E.F.). N° de fabrication 5.092. Suivant plans : O.L. 145, schéma n° 39 I.N.M.

42

ANNALES DES MINES DE BELGIQUE

IX. — LOCOMOTIVES DIESEL

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
25-3-1935	Orenstein & Koppel, 43, rue de Ligne, Bruxelles.	13G/6322	1 loco Diesel 10 HP, type R.L.I.a. à moteur vertical à un cylindre. Cycle Diesel 4 temps, alésage 110, course 170, nombre de tours 1100 pour 10 HP. N° du moteur : 16.654. N° de la loco : 5743. Suivant plans : 15.229 : schéma dispositifs de sécurité. 15.373 : détail empilage aspiration. 15.371 : détail empilage échappement. 15.227 : détail du pot d'échappement. 15.549 : détail coupes diverses moteur.
21-6-1935	F. Berry, Constructeur, 92, rue Bonte-Pollet, Lille.	13G/6362	Modifications de détail se rapportant aux locos Diesel agréées les 24-1-1933, 20-9-1933 et 17-11-1933 sous les n°s 13E/5564, 13E/5631 et 13E/5646. Voir plans n°s 51.110, 16.561, 16.792, 16.492 et 50.554.
5-7-1935	S. Marchak, 15, rue du Lombard, Bruxelles.	13G/6367	Modification du nombre de tours de la loco, type M.L.H. 322, agréé le 24-5-34 sous le n° 13E/5680. 750 tours au lieu de 700. La puissance est portée de ce fait de 14 à 15,5 HP.

INSTITUT NATIONAL DES MINES, A FRAMERIES

43

X. — LAMPES ELECTRIQUES PORTATIVES

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
18-2-1935	S. A. d'Eclairage des Mines et d'Outillage Industriel, à Loncin (Liège).	13C/5214	Modification de la tête de la lampe 520, autorisée le 6-1-1923 CM n° 13C/2136. La lampe ainsi modifiée portera le numéro d'identification : 531. Voir plan n° 1.771 C.
18-2-1935	Société Belge d'Applications Electriques, La Bouverie.	13C/5215	1 lampe du type « LEMAIRE 35 » (analogue au type n° 27 autorisé le 3-6-1926 sous le n° 13C/4969 et en partie aux types 22, 27, 30 et 33. Suivant plan n° M. 8.
4-6-1935	Idem.	13C/5226	1 tête de lampe-phare, type 35 A. avec réflecteur (analogue à celle décrite dans la CM n° 13C/5187 du 19-12-1933, mais avec légères modifications). Cette tête doit s'adapter sur le pot de la lampe alcaline « LEMAIRE-NIFE 35 » agréée le 7-12-1931 CM n° 13C/5145. Voir plan n° P. 72.

44

ANNALES DES MINES DE BELGIQUE

XII. — GRISOUMÈTRES

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
4-5-1935	W.-J. Bews, 24, rue Arenberg, Anvers. Représentant en Belgique de : Naylor Ltd, Wigan (G.-B.).	13B/5090 et 13B/5091 du 10 9-1935	1 grisoumètre à combustion dénommé « MAC LUCKIE ». Suivant croquis dressé par l'Institut et daté du 11-4-1935.

INSTITUT NATIONAL DES MINES, A FRAMERIES

45

XIII. CABLES

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
12-3-1935	Société Siemens, Dép. Siemens/Schukert, 116, chauss. de Charleroi, Bruxelles.	13C/5218	Les câbles types N.S.S.H. et N.S.H. peuvent être utilisés indifféremment pour l'éclairage des tailles, pourvu qu'ils satisfassent aux conditions du C. E. B. rapport n° 10, 4 ^e édition, sept. 1930, des câbles C.T.F.B. Câble N.S.H. : 33 1/3 % para. Câble N.S.S.H. : 60 % para.
13-9-1935	Idem.	13C/5791	Utilisation d'emploi des câbles souples N.S.S.H. pour l'alimentation des pompes immergibles, à condition que ce câble satisfasse aux prescriptions énumérées au rapport n° 10, 4 ^e édition, sept. 1930, du C.E.B. pour les câbles C.T.F.B. avec cette modification que la composition de la gaine extérieure protectrice contienne au moins 60 % de gomme pure.

46

ANNALES DES MINES DE BELGIQUE

XIV. — EXPLOSEURS

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
4-3-1935	Schaffler de Vienne. Représenté par : S. A. des Poudreries Réunies de Belgique, 145, rue Royale, Bruxelles.	13D/5321	1 explosEUR B. D. K. S. 25, 180 volts, 1 ampère pour 180 ohms. Appareil n° 72.850. Suivant plans : 4561/I, 4561/II et 4561/III. 1 explosEUR B.D.K.G.S. 25, 180 volts, 1 ampère pour 180 ohms. Appareil n° 72.367. Suivant plans : 4562/I, 4562/II et 4562/III. 1 explosEUR A.B.F.V.S., 180 volts, 2 ampères, 90 ohms; 240 volts, 1,5 ampère, 160 ohms. Appareil n° 72.759. Suivant plans : 4563/I, 4563/II et 4563/III.

INSTITUT NATIONAL DES MINES, A FRAMERIES

47

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
28-8-1935	Zünderwerke Ernst Brün, A.-G., Krefeld-Linn (All.).	13D/5345	1 exploseur type Z.E.B./3 K. à magnéto, 18 volts, 1,5 ampère, 3 mines connectées à ligne de 10 ohms. Suivant plan n° 37 (I.N.M.). — 1 exploseur type Z.E.B./A. 10 à dynamo à excitation shunt, 10 mines, résistance max. circuit : 60 ohms. Suivant plan n° 38 (I.N.M.). — 1 exploseur type Z.E.B./A. 20, 20 détos, résistance max. 100 ohms, identique au précédent, mais plus puissant. Suivant plan n° 38 (I.N.M.). — 1 exploseur type Z.E.B./A. 50 à crémailère, dynamo à excitation compound pour 50 mines, résistance max. du circuit : 240 ohms. Suivant plan n° 36 (I.N.M.).

IV. — LA QUESTION DES POUSSIÈRES CHARBONNEUSES EN CAMPINE

Les recherches que nous avons effectuées sont avant tout d'ordre pratique; elles ont pour but d'étudier les caractéristiques des principales couches du bassin du Limbourg et les meilleures matières neutralisantes (schistification des galeries).

Le problème des poussières ne s'est pas simplifié par la multiplication des études qui lui ont été consacrées et qui ont visé à dégager des lois générales qui n'existent probablement pas à cause de la multiplicité des caractères des houilles.

Notre but est plus modeste : il vise à éclairer les exploitants sur le plus ou moins de danger de leurs couches et la manière d'y parer.

Nous avons utilisé l'inflammateur du Safety in Mines Research Board (voir paper n° 87 du S.M.R.B.) dont le schéma est reproduit à la figure 9.

Description de l'appareil.

L'appareil comprend essentiellement un petit four électrique porté à une température donnée à travers lequel on chasse un poids d'un gramme de la poussière à étudier à l'aide d'une quantité jaugée d'oxygène emmagasinée sous une pression soigneusement déterminée. On note s'il y a ou non inflammation à la traversée du four.

On distingue donc :

1° un four électrique horizontal tubulaire qui comporte un tube en silice transparente (A). Sur ce tube à inflammation, de part et d'autre du centre, le fil chauffant est enroulé sur une longueur de 25,4 m/m.

Ce fil est maintenu en place à l'aide d'un ciment spécial et le tout est calorifugé par de la guhr.

L'extrémité gauche du tube en silice est fermée par un tamis (voir détail en I) tandis que l'extrémité droite est libre;

2° un tube à poussière (T) en verre, qui s'emboîte dans le tube en silice contre le tamis;

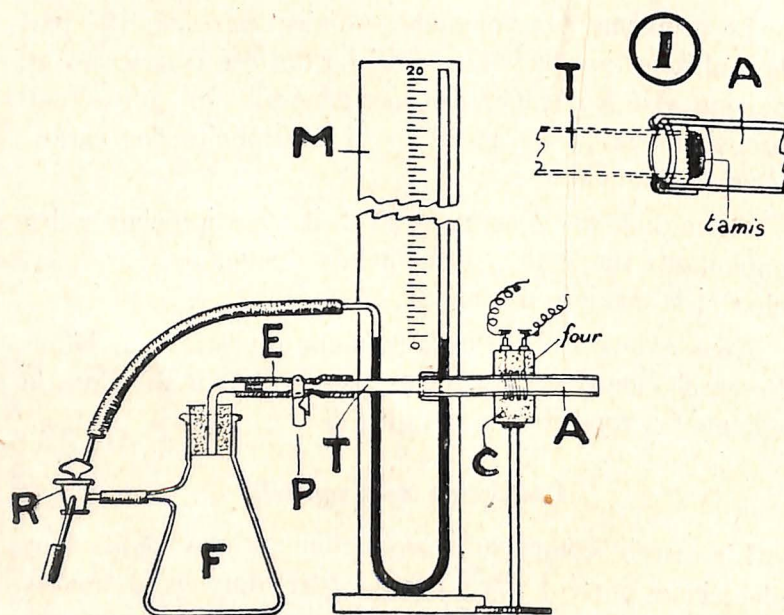


Fig. 9. — Inflammateur S.M.R.B.

3° un raccord en caoutchouc (E) que l'on peut fermer par une pince P. Ce raccord est en communication d'une part avec le tube à poussière et d'autre part avec le flacon F qui sert de réservoir d'oxygène;

4° le flacon F est en communication à l'aide d'un robinet à 3 voies R d'une part avec une bonbonne à oxygène et d'autre part avec le manomètre à mercure M;

5° sous le tube en silice, se trouve le couple en platine-platine rhodié qui sert à prendre la température du four.

Mode opératoire.

Pour essayer un charbon à l'inflammateur, nous procédons de la façon suivante :

Un gramme de poussière à examiner, préalablement séchée et tamisée au travers du tamis de 1568 mailles au cm^2 est introduit dans le tube à poussière, la pince P étant fermée.

Nous tassons cette poussière contre la pince, puis nous emboîtons le tube à poussière dans le tube à inflammateur (1).

Nous introduisons dans le flacon de l'oxygène sous pression, de telle manière que le manomètre indique 18 pouces.

A cet instant, à l'aide du robinet à trois voies R, nous mettons la communication entre le flacon F et le manomètre pour nous assurer que la pression est bien de 18 pouces.

A ce moment, la température du four ayant été reconnue adéquate — 700° environ — par un essai à l'aide de poussière Standard, nous ouvrons brusquement la pince et le charbon est projeté au travers du tube chauffé.

Nous observons si l'échantillon s'enflamme ou non au passage de la poussière dans le four.

Le critérium d'inflammabilité est la projection d'une flamme hors du tube d'inflammation dans l'air libre.

(1) En 1936, pour suivre les suggestions de nos amis anglais, nous adopterons une forme légèrement différente pour le tube à poussière.

Près de la limite de non-inflammation, nous pouvons avoir production d'étincelles dans le tube.

Nous admettons qu'une poussière n'enflamme pas si cinq essais consécutifs ne produisent ni flammes ni étincelles.

* L'étalonnage de l'appareil consiste à rechercher la température qu'il faut adopter pour que la poussière Standard qui a été reconnue non-inflammable dans la galerie de quatre pieds de Buxton soit également à la limite de non-inflammation à notre appareil.

La poussière Standard que nous utilisons est, en effet, un mélange de 80 % de poussière de charbon anglais à 17 % de M. V. et de 20 % de terre à foulon.

Cette poussière traverse complètement le tamis de 1600 mailles au cm² et 50 % traverse le tamis de 6400 mailles au cm².

Nous avons, par des essais en galerie — tirs de 200 gr. de blasting-gélatine en présence de quelques kilogs de poussières — vérifié une concordance approximative des limites obtenues à l'inflammeur.

Nous ne donnerons pas les multiples essais effectués (1300 environ) mais nous nous bornerons à extraire la conclusion.

En Campine, on ne fait usage que de deux genres de matériaux pour la schistification :

1° Les cendres de carneaux.

Voici l'analyse chimique de quelques-unes d'entre elles; nous indiquons à côté le résultat du tamisage.

D'une façon générale, nous appelons « matières volatiles » la perte en poids par chauffage à 1050°, pendant deux minutes.

Désignation des cendres de carneaux	Analyse			Décomposition au tamisage (tamis indiqués par le nombre de mailles au cm ²)		
	Eau ‰	Cendres ‰	M. V. ‰	<1568	<1568 et > 5100	<5100
C. L. M. . . .	1,10	92,86	5,95	100 %	17 %	83 %
C.L.M. calcinées	—	100,00	—	100 %	17 %	83 %
C. W.	0,50	80,30	5,98	100 %	15 %	85 %
C. H. Z. . . .	0,66	97,14	4,65	100 %	26 %	74 %
C. L. L. . . .	0,16	92,40	3,57	100 %	25,2 %	74,8 %

Lorsqu'on examine à la loupe ces cendres d'aspect général gris, on observe de petits grains noirs de coke.

La calcination s'opère par chauffage progressif jusqu'à la température de 900 à 1.000° où les cendres de carneaux brutes restent durant quatre heures.

Les cendres calcinées n'ont plus de grains noirs visibles.

2° Les schistes broyés.

Voici, à titre d'exemple, les résultats d'analyse obtenus sur ces matériaux.

Désignation des schistes	Analyse			Décomposition		
	Eau ‰	Cendres ‰	M. V. ‰	<1568	<1568 et > 5100	<5100
S. W. I. . . .	0,70	92,76	11,27	100 %	27 %	73 %
S.W.I. calcinées	—	100,00	—	100 %	24 %	76 %
S. W. II. . . .	0,80	88,08	9,20	100 %	15 %	85 %
S. W. III. . . .	0,74	91,83	8,64	100 %	14 %	86 %
S. B.	0,55	92,34	8,22	100 %	16,2 %	83,8 %
S. L. L. . . .	0,52	91,54	8,31	0,7 %	16,8 %	82,5 %

D'autre part, les charbons campinois se rangent, au point de vue matières volatiles, entre les teneurs de 20 et 35 %.

Voici quelques compositions étudiées :

Désignation du charbon	Analyse			Décomposition		
	Eau %	Cendres %	M. V. %	<1568 %	<1568 et > 5100 %	<5100 %
N° 7 L. M. . . .	0,52	4,82	20,62	100 %	21,0 %	79,0 %
N° 39 L. L. . . .	0,70	1,04	28,72	100 %	11,2 %	88,8 %
N° 20 H. Z. . . .	1,40	6,12	30,53	100 %	15,0 %	85,0 %
N° 31 L. M. . . .	1,30	9,22	32,67	100 %	13,2 %	86,8 %
S. N. B.	2,58	4,88	33,50	100 %	28,4 %	71,6 %

Nous avons procédé à l'étude de quelques couches (voir tableau ci-dessus) en déterminant à l'inflammeur, par paliers successifs de 5 %, quelle est, pour diverses matières de neutralisation, la teneur ne transmettant plus (cinq essais consécutifs) une inflammation.

Le charbon est broyé de façon que la totalité de la poussière traverse le tamis de 1568 mailles par cm², car nous considérons que c'est la partie susceptible d'être soulevée.

La matière neutralisante à essayer est broyée de telle manière qu'elle traverse complètement le tamis de 1568 mailles au cm² et que 80 % traversent le tamis de 5100 mailles.

Les tableaux suivants résument d'une façon très condensée les résultats obtenus avec les matériaux précédemment définis :

a) sur la couche n° 7 L. M. à 20,62 % de M. V.

Matériaux utilisés pour la neutralisation		Mélange de neutralisation en % en poids	
		Charbon	Matières neutralisantes
Cendres de carreaux	C. L. M.	20	80
	C. L. M. calcinées .	40	60
	C. W.	15	85
	C. H. Z.	30	70
	C. H. Z. calcinées .	35	65
Schistes broyés . .	W. I.	50	50
	W. I. calcinés . .	50	50
	W. II.	45	55

b) sur la couche n° 31 L. M. à 32,67 % de M. V.

Matériaux utilisés pour la neutralisation		Mélange de neutralisation en % en poids	
		Charbon	Matières neutralisantes
Cendres de carreaux	C. L. M.	15	85
Schistes broyés . .	W. III.	45	55
Craie phosphatée de St-Symphorien . . .		25	75
Sable éolien de Campine		10 à 15	90 à 85
Newstir — poudre dolomitique recommandée par une firme anglaise pour la schistifi- cation		40	60

On voit tout de suite l'infériorité frappante des cendres de carreaux par rapport aux schistes broyés. Cependant, cette infériorité ne s'imposait pas à première vue : les deux matières ont une perte en poids, par chauffage à 1050°, du même ordre (5 à 10 %).

Mais dans le schiste, cette perte représente probablement de l'eau de formation (matière refroidissante) tandis que, dans les cendres de carreaux, elle est formée de petits grains de coke, des incuits, qui participent sans doute d'autant plus aisément à une inflammation qu'ils sont à même de fixer par adsorption de l'oxygène de l'air.

Lorsque l'on calcine des cendres de carreaux — opération trop coûteuse pour que l'on puisse, croyons-nous, l'envisager — cette matière améliore beaucoup son pouvoir neutralisant.

Le sable éolien, abondant en Campine, ne peut être considéré comme un neutralisant efficace puisqu'il doit être utilisé à la dose de 7 à 8 fois le poids de charbon.

Aussi, de plus en plus, les charbonnages de Campine s'orientent-ils vers les schistes broyés pour obtenir la neutralisation.

Le taux forfaitaire de schistification de 50 % fixé par certaines réglementations — le règlement de police de Dortmund par exemple — n'est pas suffisant avec des poussières de charbon à 32 % de matières volatiles.

Nous avons eu l'occasion, par les prélèvements de gisements réels dans le fond, de vérifier qu'il est possible de réaliser une schistification complète et efficace.

Voici notamment des résultats obtenus dans une voie d'exploitation où se fait un transport intense de charbon (1300 tonnes par 24 heures, par courroie — charbon à 33 % de M. V.).

Echantillon prélevé uniquement sur les boisages en plusieurs endroits, sur une longueur de 10 m., de façon à obtenir un échantillon moyen.

I. — Composition en finesse et analyse.

Refus sur tamis designés par le nombre de mail- les au cm ²	Décomposition Poids o/o	Analyse.			Observations
		Eau en o/o	Cendres en o/o	M. V. en o/o	
25	6,39				Les cendres et M. V. sont dosées sur la ma- tière séchée. Les M. V. sont dosées au simple creuset en porcelaine couvert, 2' après ex- tinction de la flamme à 1050°.
117	1,42				
262	11,91				
829	16,18				
1568	6,43				
2540	5,39				
5100	3,34				
6400	1,94				
passé à 6400	47,00	0,5	74,94	11,18	

II. — Essais à l'inflamateur.

a) sur la partie la plus fine de l'échantillon, c'est-à-dire tout ce qui passe le tamis de 6400 mailles. Cette portion est la plus dangereuse.

Essais 1070 à 1074 : cinq non-inflammations.

b) sur la partie comprenant tout ce qui passe à travers le 1568 mailles.

Essais 1075 à 1079 : cinq non-inflammations.

Conclusion : Même réduite à la partie la plus ténue, cette poussière est impropre à la propagation d'une flamme.

D'autre part, ces essais ont parfois montré que si l'ensemble d'un dépôt poussiéreux de galerie paraît impropre à transmettre une explosion, la partie la plus fine de ce dépôt est plus dangereuse parce que la teneur en charbon croît dans les éléments fins, par suite de la plus grande friabilité du charbon.

Nous en donnons ci-dessous un exemple.

Poussières recueillies sur les parois d'une galerie de retour d'air schistifiée.

Le prélèvement s'est fait sur une longueur de 10 m. et des échantillons ont été pris tous les 20 centimètres. Couche à 20,6 % de M. V.

I. — *Décomposition en finesse et analyse.*

Refus sur tamis désignés par le nombre de mailles au cm ²	Décomposition		Analyse		
	Poids o/o	Eau en o/o	Cendres en o/o	M. V. en o/o	
25	2,85	nd.	nd.	nd.	
117	0,56				
262	0,18				
467	0,87				
829	2,39				
1568	9,88				
2540	7,53	0,69	78,78	11,06	
5100	16,63				
6400	7,14				
<6400	51,97				

II. — *Essais à l'aide de l'inflammeur.*

a) *sur la partie traversant le tamis 1568.*

Des cinq essais portant les numéros 1119 à 1123, que nous avons faits, un seul a donné lieu à des étincelles. Nous pouvons donc conclure que ces poussières sont très près de la limite de non-propagation.

b) *sur la partie traversant le tamis de 6400 qui est la plus dangereuse.*

Ces poussières ont donné lieu à inflammation et nous avons été amenés à devoir ajouter 30 parties en poids de cendres de carreaux à 70 de cette poussière charbonneuse, pour qu'elle ne donne plus aucune inflammation.

A l'analyse, cette poussière a donné :

Eau	0,64
Cendres	69,02
M. V.	13,20

Remarquer que la teneur en cendres est notablement moindre que sur la fraction a.

Au point de vue de la dispersibilité de la poussière, nous n'avons pas encore fait d'essais méthodiques, mais les schistes broyés, par l'examen fait dans le fond, semblent donner toute satisfaction sous ce rapport.

Il y a naturellement intérêt à broyer ces schistes de manière que la plus grande partie traverse le tamis de 6400 mailles, d'autant plus que la densité est supérieure à celle du charbon.

V. — **DIVERS**

Ravitaillement de la station en grisou.

Notre source de grisou (anciens travaux isolés par serrement à l'étage de 450 mètres du siège n° 3 Grand-Trait à Frameries) alimente toujours à suffisance nos gazomètres de Frameries et Pâturages.

Cependant, nous recherchons une méthode de fabrication pour le cas où le grisou naturel viendrait à nous manquer.

Obtention du grisou par purification de gaz de fours à coke.

Il y a trois ans déjà, M. Nenquin avait fait sur le gaz de fours à coke une épuration consistant à éliminer le CO et l'hydrogène par combustion catalytique sur l'oxyde de cuivre.

L'oxyde de cuivre était incorporé à un support et la température de réaction était relativement basse (250°).

M. Nenquin était arrivé à enlever tout le CO et l'H₂ du gaz de fours à coke, mais l'appareil était d'un rendement limité.

A une certaine phase de la fabrication, une partie du méthane se trouve aux Usines de la Société Carbochimique à Tertre, à l'état liquide, mélangé à l'oxyde de carbone.

Nous avons cru à un moment donné, qu'il nous suffirait de recueillir ce liquide et de laisser évaporer en partie le contenu du récipient.

Vu la différence des points d'ébullition du CH₄ et du CO, on arriverait peut-être à obtenir du CH₄ pur, à condition de consentir une certaine perte de rendement.

Mais les essais ont montré que cet espoir n'était pas justifié et que même en poussant très loin l'évaporation, on ne parvenait pas à éliminer complètement le CO.

On en est revenu à la première idée d'éliminer le CO et l'H₂ du gaz prélevé à une autre phase de la fabrication, mais en utilisant un autre catalyseur que le cuivre.

Le service des recherches de la Carbochimique nous a prêté gracieusement sa collaboration et a mis au point un procédé de laboratoire qu'il nous suffira de reprendre à plus grande échelle le jour où la question se présenterait avec plus d'actualité (1).

Le catalyseur est ici un mélange de bioxyde de manganèse et d'hydroxyde de cuivre.

Ce catalyseur est maintenu à des températures comprises entre 140 et 160°. Le gaz qui a passé sur ce catalyseur est exempt de CO et de H₂.

Il résulte des essais faits à Tertre, que 10 litres de

(1) C'est le moment de remercier ici la Direction des Usines de Tertre qui nous prête toujours le concours le plus dévoué.

catalyseur seraient susceptibles de conduire en 5 heures à l'obtention de 170 m³ de méthane pur.

A partir de ce moment, le catalyseur devrait être régénéré.

Obtention du grisou par fermentation.

On sait que la galerie de Derne est alimentée par du grisou obtenu par fermentation des eaux résiduaires de la ville d'Essen. Dans un appareil de laboratoire assez simple, MM. Van Oudenhove et Nenquin ont étudié la fermentation de boues d'égout et sont arrivés à des résultats assez encourageants : ils ont obtenu plusieurs litres d'un gaz renfermant 82 % de CH₄, 1,5 % d'azote, le reste étant de l'acide carbonique, facile à éliminer par la potasse.

Une note de MM. Van Oudenhove et Nenquin à ce sujet forme l'annexe II du présent rapport.

Examen d'un appareil respiratoire « Oxymasque n° 2 ».

Cet appareil a été soumis en vue de son emploi dans les mines. Il est remarquable par sa simplicité, sa légèreté, sa mise en place rapide et facile : c'est une simple cagoule qui s'enfile sur la tête au-dessus des vêtements, la partie inférieure de la cagoule formant un joint en caoutchouc mousse. Une petite bonbonne d'oxygène (capacité 1/2 litre, poids 2 kg) et une cartouche régénératrice (poids 1 kg) se fixent sur la poitrine.

D'emblée, il apparut que l'appareil ne pourrait prétendre à satisfaire à l'article 3 de l'A. R. du 23 juin 1908, qui exige pour les appareils de sauvetage une utilisation minimum d'une heure et demie en effectuant divers travaux.

Mais nous avons retenu l'appareil, en raison de sa

simplicité, en vue de visites de reconnaissance, sans travail, après un accident ou de visites d'inspection dans certains cas.

Les expériences que nous avons effectuées nous ont montré qu'il était impossible de recommander l'oxymasque n° 2 pour n'importe quel usage dans la mine. En voici les raisons :

1° La cartouche d'alcali, trop faiblement proportionnée, s'échauffe très rapidement, se colmate, d'où annulation de la régénération. Aussi, la cartouche limite l'emploi avant l'épuisement de l'oxygène.

2° Le réglage de l'appareil est grossier, l'arrivée de l'oxygène se fait par un orifice très petit qui devient le seul élément de réglage, malgré le volant qui devrait commander ce réglage.

3° La cagoule n'est pas étanche, des vides se forment aux salières des épaules lorsque l'on penche le buste, elle ne reste pas en pression, — d'où rentrée d'air toxique — lorsque la pression d'oxygène diminue ou lors d'une forte inspiration.

4° La température à l'intérieur de la cagoule atteint 45°, d'où formation de buées et diminution de la visibilité. Enfin, la cagoule en tissu n'a pas la solidité voulue pour la circulation dans les mines.

Accidents par asphyxie.

Ces dernières années ont enregistré, à l'étranger et chez nous, des accidents bizarres dus à l'asphyxie par l'azote ou par de l'air complètement désoxydé.

Le 13 novembre 1935, dans un charbonnage de Mons, un Ingénieur divisionnaire veut descendre dans une descenderie non aérée, donnant accès à d'anciens travaux servant momentanément de tenue d'eau.

A 15 mètres de la tête, il tombe asphyxié et, ramené à l'air frais, ne peut être rappelé à la vie.

L'ingénieur qui le suivait de quelques mètres, porteur d'une lampe à flamme, s'était senti défaillir et avait réussi à remonter au niveau de l'air pur.

Quatre heures après l'accident, des sauveteurs prélèvent de l'air respectivement à 18 mètres (1) et à 22 mètres (2) de la tête de la vallée. L'analyse — partielle, parce que l'on ne recherchait que les toxiques — donna :

(1) CO₂ : 8,79 % — CO néant

(2) CO₂ : 10,28 % — CO néant

Etant donné la brutalité de l'accident, alors qu'il y avait absence totale d'oxyde de carbone, on prélève le lendemain de l'accident, avec les précautions voulues, trois échantillons de l'atmosphère de la vallée : ils donnent à l'analyse complète les résultats suivants :

	à 10 m	à 15 m,	à 25 m. de la tête
CO ₂	0,71	8,28	9,65
O ₂	19,2	2,45	0,47
N ₂	80,07	89,27	89,88

La séparation entre l'air normal et l'air désoxydé est brutale. A 10 mètres, la lampe à huile brûle encore, mais à 11 mètres, à 50 centimètres du sol, elle s'éteint en 5 ou 6 secondes.

On ne s'attendait pas à trouver un air aussi complètement désoxydé.

* * *

Un accident analogue survient quelques semaines plus tard dans un charbonnage du pays de Liège, également dans une galerie non aérée accédant à une tenue d'eau.

On savait d'ailleurs que l'atmosphère était irrespirable et les ouvriers étaient porteurs d'appareils respiratoires.

L'un d'eux ayant ouvert son appareil, tomba asphyxié. L'analyse de deux échantillons d'air prélevés dans la galerie a donné les résultats suivants :

	1 ^{er} prélèvement	2 ^{me} prélèvement
CO ₂	5,71	6,27
O ₂	13,43	14,20
CH ₄	0,62	79,53
N ₂	80,24	
CO	néant	néant

Une inflammation de grisou par des vapeurs d'huile.

Un accident survenu en juin 1935, dans un charbonnage du pays de Liège, mérite une mention spéciale en raison des circonstances particulières dans lesquelles il s'est produit et des expériences dont il a fait l'objet à l'Institut.

Circonstances de l'accident : un moteur à air comprimé s'étant arrêté faute de graissage, un ouvrier, ne disposant que d'huile fluide utilisée pour le graissage des marteaux-pics, en avait versé dans le carter du dispositif de transmission (vis sans fin et roue hélicoïdale) et avait remis le moteur en marche. Celui-ci s'étant de nouveau arrêté et l'huile cylindrine adéquate étant arrivée à pied d'œuvre, on voulut verser l'huile dans le carter : une flamme jaillit et mit le feu à du grisou accumulé dans une cloche à l'aplomb du moteur.

Nous avons, par de très longs essais, montré que la seule explication plausible de l'accident est la suivante : l'absence d'huile avait porté la vis de transmission à une température supérieure à 500° (bleuissement marqué); lorsque l'ouvrier mit de l'huile fluide (point éclair 178°,

température d'inflammation au contact d'une flamme 210°) dans le carter, cette huile se volatilisa au contact de l'acier chaud; lorsque l'on voulut ensuite verser la cylindrine, celle-ci expulsa en les brassant avec l'oxygène de l'air, les vapeurs d'huile légère qui s'enflammèrent à l'air. Nous avons reproduit plusieurs fois le phénomène dans nos essais en utilisant un four électrique réglable.

La cylindrine dont l'inflammabilité est moindre (point éclair 291°; température d'inflammation au contact d'une flamme 332°) n'a probablement joué qu'un rôle d'expulsion et de brassage, car nous n'avons jamais pu obtenir une inflammation dans ces conditions avec cette huile : lorsque le brassage avec l'air est suffisant, la température est tombée au point de ne pouvoir provoquer une inflammation.

— Comme la 4^e livraison 1935 des Annales des Mines de Belgique a donné (pp. 1161 et suivantes, note de M. Paques) le détail des essais résumés ci-dessus, nous y renverrons le lecteur.

Retenons de cet accident exceptionnel qu'on ne saurait donner d'instructions trop précises au personnel chargé de l'entretien des moteurs et transmissions.

VI. — LE MODE DE GISEMENT DU GRISOU DANS NOS COUCHES. — LES RECHERCHES PATRONNEES PAR LE F. N. R. S.

1. Mode de gisement du grisou dans nos couches.

Les expériences de M. Coppens sur le pouvoir adsorbant sous pression de nos diverses houilles pour le grisou, ont continué la plus grande partie de l'année.

Elles sont arrivées fin septembre à cette conclusion

que j'avais déjà notée dans le rapport 1934, mais qui est devenue bien nette et bien précise : c'est que la quantité maximum de grisou *fixée* par nos houilles est de l'ordre de 20 à 30 mètres cubes à la tonne, suivant la qualité des charbons.

Ce maximum semble se produire dès qu'on a dépassé cent atmosphères. C'est intentionnellement que j'emploie le mot « *fixée* » car des discussions ont surgi sur le point de savoir s'il y a *adsorption* pure, c'est-à-dire condensation du grisou à la surface des particules colloïdales de la houille ou dissolution proprement dite. M. Coppens, pour diverses raisons qu'il a développées, est partisan de la condensation. Pour le mineur, la discussion est plutôt académique. Le fait est là, c'est qu'en soumettant une houille, préalablement totalement vidée de son gaz, à des pressions croissantes d'une atmosphère de méthane pur, on ne peut lui faire fixer plus de 20 à 30 m³ de gaz à la tonne.

Or, la très longue enquête menée précédemment, nous a montré que nombre de chantiers débitent plus de 100 m³ de grisou à la tonne. En tenant compte de ce qu'une partie du gaz, disons la moitié, trouve issue par les cassures du toit et des parois à l'arrière des fronts, il reste une quantité nettement supérieure à celle que peut *retenir* le charbon : il faut donc admettre que le grisou circule dans ces couches à une vitesse notable, renouvelant constamment le gaz voisin du front.

Il se produit un drainage continu, la zone d'où vient le gaz pouvant être très étendue. La mobilité extrême des masses grisouteuses dont nous avons relevé plusieurs exemples illustre encore d'une autre façon cet écoulement continu du gaz; cet écoulement explique encore

pourquoi les teneurs en grisou du retour d'air ne s'annulent pas après l'abatage.

Tout ceci ouvre de nouvelles recherches; nous en établissons le programme et nous commençons notamment une comparaison entre divers charbons au sujet de l'écoulement des grisous : nous déterminons les quantités de grisou qui traversent en un temps donné, sous une pression déterminée, une éprouvette de houille d'épaisseur choisie, travaillée soigneusement à la lime, de façon à ne créer aucune fissure et à laisser la houille dans son état naturel. Les éprouvettes sont taillées de manière à examiner la circulation du gaz suivant la stratification et suivant la normale à la stratification.

Nous avons encore à notre programme de reprendre les essais faits il y a nombre d'années déjà par MM. Shorn, Macquet et Watteyne pour déterminer la tension gazeuse dans un massif de charbon atteint par sondage.

D'autre part, la question des dégagements instantanés est probablement intimement liée à cette question de perméabilité des couches, et il n'est pas absurde de supposer que les dégagements instantanés sont dus, en ordre principal, à l'existence de zones d'une imperméabilité totale, que ces zones résultent d'accidents, étreintes, failles, dont le rôle a été mis tant de fois en lumière par les dégagements ou qu'elles résultent de caractères localisés dans la texture de certaines couches.

Nous avons entrepris, avec M. Fripiat, une étude sur les dégagements instantanés survenus en Belgique, de 1926 à 1935, que nous espérons faire sortir en 1936, avec le résultat des diverses expériences entreprises.

Il se pourrait cependant que le cycle de nos essais nous entraîne plus loin que nos prévisions et nous empêche de parvenir aux conclusions en 1936.

2. Recherches patronnées par le Fonds National de la Recherche Scientifique.

L'annexe III du présent rapport contient une note de M. Coppens, donnant tous détails sur le développement de ces études pendant l'exercice 1935 (1).

La partie principale de l'année a été consacrée à l'étude de la fixation du grisou par nos houilles sous haute pression. Cette fixation présente les plus grandes analogies avec l'adsorption, telle que la manifestent les charbons actifs et les gels de silice desséchés. Nous continuerons donc à nous servir du terme « pouvoir adsorbant » à haute pression.

Nous avons déjà dit plus haut les raisons pour lesquelles le mineur peut considérer comme académique la discussion qui a surgi au sujet de la nature du gisement du grisou : y a-t-il dissolution ou adsorption ?

M. Coppens établit les raisons diverses qui militent en faveur de l'adsorption ; après avoir exposé les résultats de ses expériences, après avoir établi et corrigé les courbes isothermes, il s'attache plus particulièrement à comparer la fixation de divers gaz par le charbon (un anthracite) et par du charbon actif.

En deux mots, rappelons deux arguments principaux militant en faveur de l'adsorption : tandis que les isothermes de dissolution sont linéaires, les isothermes de la fixation du grisou s'infléchissent rapidement en forme de parabole indiquant une saturation rapide (au-dessus de 100 atmosphères) ; d'autre part, s'il s'agissait d'une dissolution, elle devrait se manifester plus spécialement dans les charbons gras, le grisou se dissolvant dans les carbures ses congénères (expression empruntée

(1) Nous renouvelons ici l'expression de notre gratitude au F.N.R.S. pour son patronage.

à Grand Eury, 1882). Or, ce sont au contraire les charbons anthraciteux qui fixent les plus grandes quantités de grisou.

Les études à haute pression sont très délicates et très longues. Aussi a-t-il fallu interrompre en 1935 les recherches sur la thermolyse mitigée des houilles, pour se consacrer entièrement à la fixation du grisou aux hautes pressions.

M. Coppens poursuit à présent le programme suivant :

1° pousser les essais sur le pouvoir adsorbant sous haute pression jusqu'au chiffre de 400 atmosphères. Comparer la fixation de divers gaz par une houille et par un charbon actif (adsorbant type).

2° poursuivre l'étude de la thermolyse des houilles. M. Coppens espère en déduire des enseignements sur la genèse des grisous, sur la classification raisonnée des charbons et de leurs poussières.

VII. — PROPAGANDE DE LA SECURITE

Visites éducatives. — Nous avons encore consacré, en 1935, toute une série de journées à la propagande de la sécurité. Signalons parmi nos visiteurs :

M. Miller, professeur, et 19 élèves du cours de chimie de l'Université de Bruxelles.

MM. Joly et Jouven, professeurs et 19 élèves-ingénieurs de l'Institut de géologie de l'Université de Nancy (2 visites).

M. Gesché, président du Comité de contrôle, M. De-meure, professeur et 19 élèves-ingénieurs des Mines de l'Université de Louvain.

31 élèves-ingénieurs de l'Université de Liège accompagnés de MM. les professeurs Denoël et Guérin.

5 élèves-ingénieurs de l'Université de Bruxelles et M. Dupret, professeur; 12 élèves de l'Ecole des Mines de Mons avec MM. les professeurs Brison et Blondiau.

20 élèves-ingénieurs de l'Institut Meurice — chimie; M. Lejeune, sous-directeur; M. Demanet, professeur.

Mlle Schoenfeld, déléguée du Bureau international du Travail.

M. Dufranne, professeur et 5 élèves du cours d'exploitation des mines de l'Ecole industrielle d'Anderlues.

40 élèves des cours provinciaux d'exploitation des mines avec MM. les professeurs Veuchet, Hoppe et Racheneur.

23 élèves du Doctorat en chimie et Ingénieurs chimistes de l'Université de Liège avec MM. les professeurs Dor et Rassenfosse et 4 assistants.

MM. les membres du Groupement général des explosifs.

30 sauveteurs de la Centrale de sauvetage de Montegnée, sous la conduite de M. le docteur Stassen.

Elèves-ingénieurs de l'Ecole des Mines de Paris (3 visites).

53 membres du personnel de direction de la centrale de sauvetage et sauveteurs des Mines de l'Etat à Heerlen (Hollande), sous la conduite de M. Van Wyck, Ingénieur en chef, M. Vossenaer, chef du service médical, M. Duifjes, chef du service de sécurité.

MM. Rozynski et Zebrowski, Ingénieurs des mines de l'Etat polonais et professeurs à l'Ecole des mineurs de Katowice, accompagnés de MM. Litwinski, conseillers de Légation.

MM. Kissel, Ingénieur en chef aux Mines de potasse d'Alsace et Verdière, Ingénieur principal.

MM. Ernst Mosch et Gärtner, Ingénieurs-professeurs tchécoslovaques.

* * *

D'autre part, nous avons diffusé autant que possible les travaux de l'Institut : 360 exemplaires du Rapport imprimé sur les travaux de 1934 ont été distribués; le rapport présenté au Congrès des Accidents du Travail de Bruxelles 1935 sur les *Gaz émis par les couches de Houille* a été expédié à tous les charbonnages et aux membres de l'Administration des Mines; au cours des visites éducatives, ont été distribuées 223 brochures sur la détection du grisou (131 françaises, 92 flamandes), 138 brochures « Un mot aux boutefeux » (78 françaises, 60 flamandes).

De plus, 558 brochures diverses ont été vendues aux prix réduits adoptés pour faire face à des demandes de charbonnages.

Enfin, un travail spécial, traduction commentée d'une étude du Dr Drekopf sur les nouveautés du tir électrique, a été distribué aux fabricants d'explosifs à qui elle était d'une utilité spéciale.

VIII. — COLLABORATION AVEC LES STATIONS ETRANGERES

Nos rapports avec les organismes similaires étrangers ont continué sur les bases existantes : échange de rapports trimestriels avec le Bureau of Mines (Etats-Unis), le Safety in Mines Research Board (Grande-Bretagne), la Station d'Essais de Montluçon (France).

D'autres stations échangent leurs publications. Ces échanges sont extrêmement utiles.

En septembre 1935, nous avons participé à la troisième réunion internationale des Directeurs des Stations d'essai à Dortmund. Cette réunion qui groupait les délégués des Stations allemande, anglaise, américaine, belge, espagnole, française, polonaise, tchécoslovaque, a donné lieu à des fructueux échanges de vue sur les questions les plus diverses. Elle a permis des contacts entre les divers expérimentateurs, contacts utiles à la cause de la sécurité.

INSTITUT NATIONAL DES MINES
FRAMERIES-PATURAGES

RAPPORT SUR LES TRAVAUX DE 1935

ANNEXE I

**Etudes connexes au tir simultané :
Les détonateurs à retards.
Quelques explosifs antigrisouteux
nouveaux.**

**Etudes de quelques pertes
dans le circuit de tir.**

PAR

AD. BREYRE et J. FRIPIAT

AVANT-PROPOS

Nous avons poursuivi, en 1935, les études connexes au tir simultané. Rappelons l'enchaînement de ces études : après avoir vérifié d'abord, par des essais en notre galerie artificielle de Pâturages et à notre galerie au rocher de Colfontaine, que le tir simultané n'était pas à proscrire du point de vue de la sécurité, après avoir suivi des études pratiques faites dans la mine (bassin de Charleroi), montrant que le tir simultané présente des avantages réels, nous avons étudié spécialement les détonateurs et amorces, les explosifs : nous avons indiqué les conditions à exiger de cet outillage pour éviter les ratés et assurer la sécurité. (Voir à ce sujet nos rapports sur les exercices 1931 à 1934.)

Comme le tir simultané entraîne presque fatalement l'usage de détonateurs à retard, nous avons été amenés à étudier spécialement ceux-ci.

Nous avons encore examiné une série de types d'exploseurs pour mines grisouteuses et nous donnerons les résultats de notre étude pour les deux plus intéressants d'entre eux.

Enfin, poursuivant l'étude de tous les éléments du circuit de tir, nous avons recherché systématiquement les principales causes de déperditions possibles dans la ligne de tir.

A. — LES DETONATEURS A RETARD

Lorsqu'on veut recueillir du tir simultané le maximum de rendement, c'est-à-dire, lorsqu'on veut organiser le travail en deux opérations seulement : forage et tir, déblaiement, on est amené à faire appel aux détonateurs à retard, de manière à exécuter tout l'avancement en une seule séance de tir. Cette façon de procéder est surtout utile pour les grandes sections; elle n'est pas toujours indiquée. Elle exige, d'autre part, diverses précautions, que nous aurons l'occasion de signaler au passage. Nous étudierons d'abord les détonateurs à retards appelés également détonateurs à temps.

Constitution des détonateurs à retard. — Un détonateur à retard comprend une *amorce* électrique, un *relai* ou *retard* intercalé entre l'amorce et le détonateur, enfin le *détonateur* proprement dit.

L'amorce électrique : au début, elle ne présentait rien de spécial, c'était une amorce ordinaire (1) dégageant

(1) Avec les produits habituels, savoir : le nitrocoton, le sulfocyanure de mercure, le chlorate de potassium, l'acétylure de cuivre, etc.

toujours des gaz et l'on voyait encore, alors qu'on était déjà aux poudres sans gaz pour le relai, une légère fumée et une flamme se dégageant à l'allumage.

Depuis peu de temps, les poudres pour amorces à temps ont été modifiées et sont elles-mêmes, partiellement ou non, du type sans gaz, ce qui entraîne immédiatement des répercussions sur la constitution même de l'amorce.

Il serait trop long de les détailler ici, mais elles sont la conséquence de ce que les poudres sans gaz renferment nécessairement un élément métallique. Nous y reviendrons à propos des retards.

Les amorces spéciales pour le tir à retard sont plus vives, l'inflammation se fait avec grande rapidité; aussi, contrairement à ce qui se passe dans certaines amorces ordinaires, le pont est rompu dès l'inflammation.

Les retards : Les retards utilisés d'abord étaient constitués de bouts de mèche dont la longueur variait généralement de 20 (premier retard) à 30 centimètres (dernier retard), les écarts se graduant par une longueur d'un centimètre de mèche soit environ une seconde en temps. Le retard était donc constitué par des éléments de faible précision et sujets à tous les inconvénients inhérents à la mèche : irrégularités, longs feux, etc.

Voici, par exemple, une amorce sertie à un bout de mèche (fig. 1). A l'autre extrémité de celle-ci (non représentée) se trouve le détonateur proprement dit serti également sur la mèche.

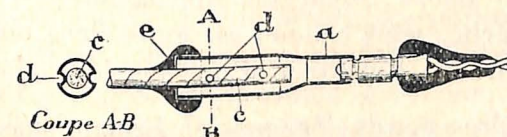


Fig. 1. — Amorce sertie à un bout de mèche formant le retard.

La douille d'amorce (a) est considérablement plus longue que celle d'une amorce ordinaire. On fixe l'amorce avec de la masse coulée. (e). L'extrémité de la douille est aplatie et on y fixe la mèche (c). Pour assurer une meilleure fixation de l'amorce, la douille comporte encore une ou plusieurs rainures de sertissage (d).

Pour préserver la tête d'amorce ainsi que le bout de mèche contre l'humidité, l'extrémité de la douille d'amorce est rendue étanche par une cire spéciale pour câbles ou par de la gutta-percha ou d'autres matières analogues.

Ce matériel ne permettait que d'assez longs retards et donnait peu de régularité; petit à petit, notamment pour diminuer l'importance des retards, on en est arrivé à faire du relai un tube métallique T bien calibré (fig. 2)

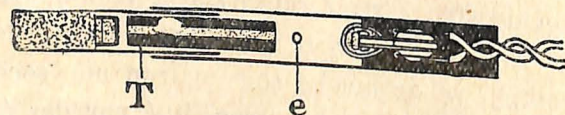


Fig. 2. — Forme des détonateurs à retard avec poudre à émission gazeuse.
T : tube métallique contenant la poudre; e événement pour l'évacuation des gaz.

pourvu en son axe d'une poudre noire à combustion réglée, c'est-à-dire, une poudre balistique, du genre de celle qui commande le retard dans les obus; cependant les détos à temps *Donar* en Allemagne sont restés à base de mèche, mais celle-ci est logée dans un tube en laiton et elle est constituée d'une manière spéciale.

Ces poudres noires dégagent en brûlant une certaine quantité de gaz qui s'évacue par des événements e, soit par

l'arrière même de l'amorce, soit par la partie arrière du tube-relai. Ces événements (pour éviter l'absorption d'humidité pendant la conservation et les manipulations) sont généralement fermés par une petite pellicule de collodion ou bien par un petit bouchon de plâtre qui saute dès que les gaz se dégagent.

C'est un point faible : car si ces événements ne fonctionnent pas bien, s'ils restent fermés ou s'ouvrent avec retard, une pression de gaz s'établit en arrière de la zone en combustion et accélère la vitesse : on risque d'avoir des départs prématurés, irréguliers.

On a amélioré les événements et les poudres; l'inconvénient a diminué.

C'est ainsi que les détos *Donar* sont encore autorisés en Allemagne, mais avec des précautions spéciales pour assurer l'évacuation des gaz. La figure 3 donne le détail d'un tel détonateur.

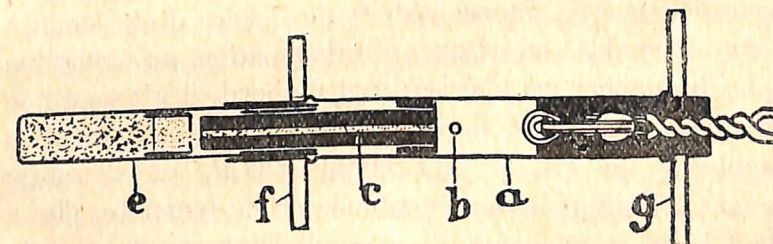


Fig. 3. — Détonateur Donar : f et g, rondelles en porcelaine assurant entre elles le maintien d'une zone libre pour l'évacuation des gaz par les événements b.

On voit que la douille a de l'amorce est beaucoup plus longue que la douille d'une amorce ordinaire. Elle se chausse sur la douille du détonateur proprement dit e.

Le retard est formé par un bout de mèche c spécial à triple enveloppe collée et munie d'un enduit incombustible lorsqu'il s'agit d'emploi dans des mines grisouteuses; entre l'extrémité antérieure du retard et

l'amorce électrique, on distingue deux ouvertures *b* pour l'évacuation des gaz.

Deux rondelles en porcelaine *f* et *g* maintiennent autour de ces événements un espace libre assurant le dégagement aisé des gaz provenant de la combustion du retard : la rondelle *f* appuie donc sur la cartouche-amorce, tandis que le bourrage est arrêté par la rondelle *g* ; grâce à cet artifice — d'où résulte, comme on peut le voir, une certaine complication — on peut compter sur une régularité suffisante de combustion.

Faute de semblables précautions, les retards comportant des poudres à émissions gazeuses sont sujets à des accélérations, à des irrégularités qui doivent les écarter.

On a invoqué parfois le risque d'inflammation des explosifs par ces retards à émission gazeuse. L'argument avait une certaine valeur lorsqu'on utilisait les longs retards (mèches) ; actuellement, qu'il n'est plus question que de retards réduits de l'ordre d'une demi à cinq secondes, ce risque d'inflammation ne constitue plus un danger caractérisé ; tout d'abord, il n'existe que pour les dynamites, il est absolument nul pour tous les explosifs au nitrate ammonique S.G.P. ou brisants ; quant à l'inflammation éventuelle de la dynamite, elle a lieu à l'abri du bourrage et quelle importance a cette faible émission de gaz ou même de flamme à température relativement peu élevée vis-à-vis de la volumineuse flamme à très haute température que va produire, l'instant d'après, la détonation de la charge.

A l'heure actuelle, le combat entre les relais à émission gazeuse dirigée et les relais sans émission gazeuse semble bien terminé à l'avantage de ces derniers.

Les poudres sans émission de gaz sont de diverses sortes, mais toutes se caractérisent par la présence d'un

élément métallique (Al. Mg. Ce, Fe) et d'un corps oxydant (chromate, permanganate, etc.) ; la combustion doit donner tous produits solides : oxydes métalliques d'une part et produits réduits résultant de la transformation des oxydants d'autre part. Ces poudres doivent être régulièrement inflammables, elles demandent une longue étude : la moindre variation dans les rapports des constituants donne des résultats différents.

Aussi les compositions sont-elles tenues secrètes.

Le grain a lui-même une grande importance ; le chargement surtout dans les retards d'ordre élevé est aussi une difficulté. On a utilisé parfois, à l'origine du relai, une pastille d'inflammation, c'est-à-dire une petite épaisseur de poudre semblable à celle de l'amorce électrique et destinée à provoquer une inflammation franche du relai.

Certains ont perfectionné ensuite, en rendant plutôt la poudre de l'amorce semblable à celle du relai : de là vient l'introduction d'éléments métalliques dans cette poudre.

Les poudres antérieures — qui subsistent d'ailleurs dans tous les détonateurs courants — étaient totalement non conductrices : les nouvelles ont un certain degré de conductibilité ; il a fallu de ce chef changer le pont en fil platiné, modifier sa composition, introduire le tungstène.

Comme type, donnons une coupe de détonateur d'une firme allemande (fig. 4).

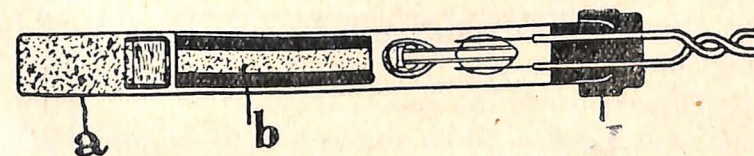


Fig. 4. — Détonateur sans émission gazeuse ; les événements ont disparu.

On distingue la douille *a* du détonateur qui renferme à la fois le retard et l'amorce; le retard *b* dont la longueur varie avec la durée du retard, renferme une poudre sans émission gazeuse : tous les événements ont disparu; l'amorce est couverte par une tête en plomb *d* complètement étanche. A l'heure actuelle (février 1936) ces détos ne donnent plus, avant l'explosion, aucune fumée.

Malgré tous ces progrès, à l'heure actuelle, les relais les plus perfectionnés ne peuvent garantir un temps qu'à $\pm 0,25$ seconde près. Nous avons fait à ce sujet de nombreuses expériences et seuls les détonateurs sans émission gazeuse tiennent avec assez de facilité cette limite.

Voici d'ailleurs brièvement résumées, les principales vérifications faites sur les détonateurs de toutes provenances. Nous avons opéré soit par circuits à retards multiples, soit par circuits simples ne comportant qu'un seul retard. Tous nos essais ont été faits à l'oscillographe.

La figure 5 représente le dispositif expérimental utilisé pour la vérification de 5 retards différents.

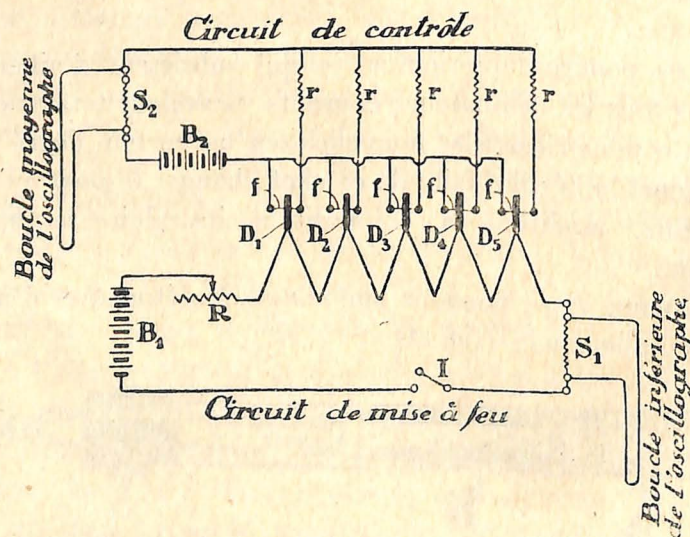


Fig. 5. — Contrôle des retards.

Il comporte essentiellement 2 circuits principaux : le circuit de mise à feu et le circuit de contrôle des retards.

Le circuit de mise à feu est composé de 5 détonateurs D₁ à D₅, de différents relais, groupés en série, d'une batterie B₁ d'accumulateurs, d'une résistance de réglage R, d'un interrupteur I et d'un shunt S₁ qui réduit le courant passant par une des boucles de l'oscillographe.

Le circuit de contrôle est constitué par une batterie d'accumulateurs B₂, un shunt S₂ réduisant le courant passant par une seconde boucle de l'oscillographe et enfin par 5 dérivationes composées chacune d'un fil fin en cuivre *f* (diamètre 0,8 m/m) et d'une résistance *r*.

Chaque détonateur est placé au-dessous et contre un des fils.

Lorsqu'on ferme le circuit à l'aide de l'interrupteur I, toutes les amorces sont enflammées simultanément et le courant d'allumage est enregistré à l'oscillographe. Puis les détonateurs sautent l'un après l'autre et coupent successivement chacune des dérivationes.

A chaque rupture, le courant circulant dans le circuit de contrôle subit une diminution qui est enregistrée à l'oscillographe. Sur celui-ci on inscrit en outre, à l'aide d'une troisième boucle, la courbe sinusoïdale de la tension du réseau, c'est-à-dire l'échelle des temps.

La durée d'un enregistrement étant relativement longue, nous sommes obligés de faire tourner le tambour de l'oscillographe à une vitesse assez faible, de l'ordre de 15 tours par minute.

Pour certaines expériences, nous n'avons enregistré qu'un seul retard. Dans ce cas, un détonateur seulement était introduit dans le circuit de tir et il n'y avait qu'un fil *f* et qu'une résistance *r* dans le circuit de contrôle.

Nous donnons à la figure 6 quelques oscillogrammes caractéristiques. Pour la facilité du lecteur, nous avons indiqué sur les films le temps des diverses explosions que le lecteur peut d'ailleurs vérifier par comparaison avec la sinusoïde du réseau (courant alternatif à 50 périodes-seconde).

Voici enfin les tableaux résumant nos multiples essais.

a) **Détonateurs avec poudre donnant émission gazeuse.**

Détonateurs de fabrication belge.

1^{er} lot (année 1933).

Détonateurs à retard 1, 2.

Temps d'explosion (d'après le fabricant): 1 seconde, 1,5 seconde.

Les détonateurs ont été essayés individuellement.

Détonateurs à retard 1. — Dix-neuf essais donnent respectivement : 0,60, 0,67, 0,73, 0,52, 0,75, 0,64, 0,80, 0,04, 0,70, 0,77, 0,29, 0,02, 0,87, 0,34, 0,56, 0,61, 0,33, 0,90, 0,77 seconde.

Moyenne des retards : 0,574.

Ecart maximum avec la moyenne : 0,554.

Ecart entre les extrêmes : 0,88.

Les retards indiqués en italique sont dus sans doute à la non ouverture des événements.

Détonateurs à retard 2 : Neuf essais donnent respectivement : 2,21, 1,32, 1,06, 1,35, 1,28, 1,06, 1,16, 0,94, 1,15 seconde.

Moyenne des retards : 1,28.

Ecart maximum avec la moyenne : 0,93.

Ecart entre les extrêmes : 1,27.

La fabrication de ce lot n'était pas au point.

2^e lot (année 1935).

Détonateurs à retard 1, 2, 3. Temps d'explosion (d'après le fabricant) : 2, 4 et 6 secondes.

Ces détonateurs ont été essayés par groupes de trois retards différents.

N ^o du film.	N ^o de l'essai.	Temps écoulé entre le lancement du courant et la		
		1 ^{re} explos.	2 ^e explos.	3 ^e explos.
370	1	2,06	4,19	6,55
371	2	raté	4,18	6,32
372	3	2,04	3,90	6,20
373	4	2,10	3,94	6,66
374	5	2,06	4,08	5,54
385	6	2,02	3,86	6,31
386	7	1,96	4,00	6,12
387	8	2,06	4,14	6,50
388	9	1,82	3,95	5,85
Moyenne		2,015	4,05	6,254
Ecart maximum				
avec la moyenne		0,195	0,17	0,694
Ecart entre extrêmes		0,280	0,33	1,120

Les retards de 2 et 4 secondes sont satisfaisants; le retard de 6 secondes est fort dispersé.

Détonateurs de fabrication française (année 1935).

Détonateurs à retard 1, 2, 4, 5, 7.

Temps d'explosion (d'après le fabricant) : 0,5, 1, 2, 2,5 et 3,5 secondes.

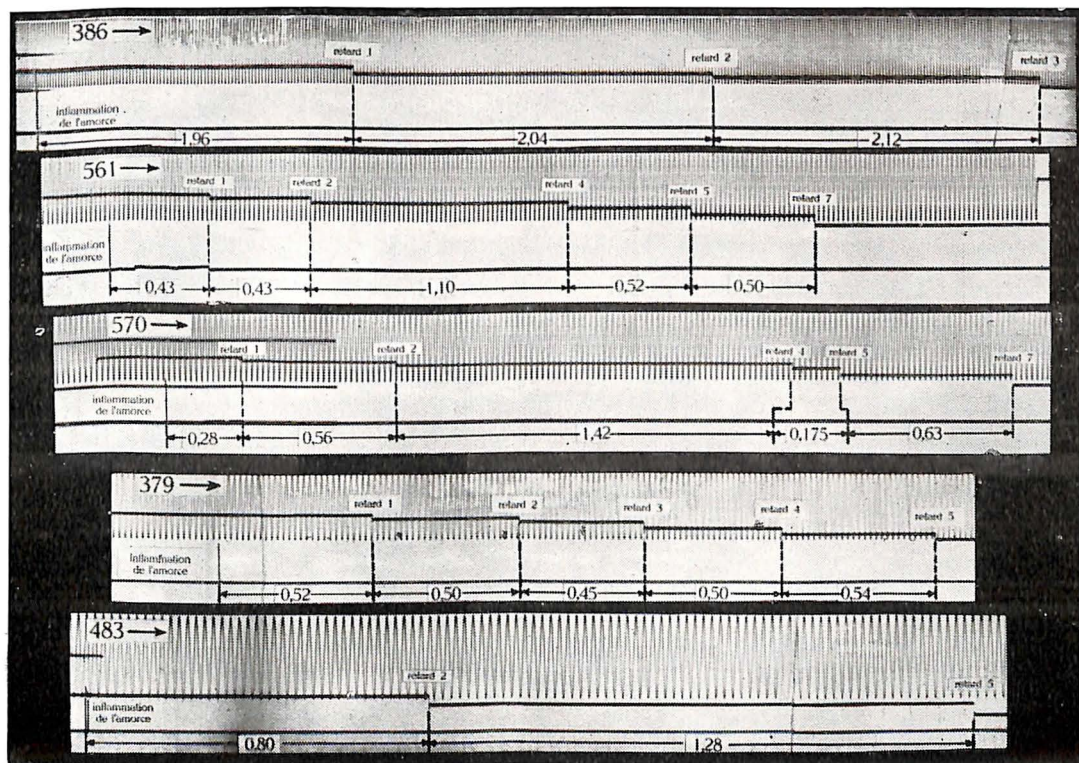


Fig. 6.

Sur chaque oscillogramme, on remarque :

- 1° la sinusoïde du réseau (échelle du temps) courbe se réduisant à une ligne brisée à éléments rectilignes, à cause de la vitesse réduite du film ;
- 2° les ruptures successives des fils fins du circuit de contrôle se traduisant par un trait horizontal avec redents ;
- 3° le courant d'inflammation de l'amorce représenté par un simple trait vertical, à cause de la vivacité de la poudre d'amorce dont l'explosion brise immédiatement le pont métallique.

Oscillogramme 386 : fabrication belge (3 retards).

Id. 561 : fabrication française (5 retards).

Un redent dans la ligne d'intensité nulle du courant d'allumage montre qu'un rétablissement s'est produit dans le circuit d'allumage. Ce rétablissement a cessé avec l'explosion du détonateur retard I.

Id. 570 : fabrication française (5 retards) grandes divergences.

Id. 379 : fabrication allemande (5 retards).

Id. 483 : fabrication autrichienne (2 retards). Dans ce film, la vitesse du tambour ayant été augmentée, le courant d'inflammation est représenté par une courbe trapézoïdale.

Ces détonateurs ont été essayés par groupes de cinq retards différents.

N° du film.	N° de l'essai.	Temps écoulé entre le lancement du courant et la				
		1 ^{re} expl.	2 ^e expl.	3 ^e expl.	4 ^e expl.	5 ^e expl.
561	1	0,43	0,86	1,96	2,48	2,98
562	2	0,44	0,71	1,78	2,36	2,94
563	3	0,43	0,78	2,23	2,58	3,06
564	4	0,43	0,75	2,07	2,23	pas enreg. (1)
565	5	0,35	0,90	1,82	2,51	3,22
566	6	0,43	0,84	1,98	pas enreg. (1)	pas enreg. (1)
567	7	0,36	0,79	2,07	2,43	2,95
568	8	0,34	0,76	2,10	pas enreg. (1)	3,06
569	9	0,45	0,75	1,86	2,26	3,08
570	10	0,28	0,84	2,26	2,43	3,06
Moyenne des ret.		0,394	0,798	2,013	2,41	3,04
Ecart maximum avec la moy.		0,114	0,102	0,247	0,18	0,18
Ecart entre extr.		0,17	0,19	0,48	0,35	0,28

b) Détonateurs avec poudre sans émission gazeuse.
Détonateurs de fabrication allemande.

1^{er} lot (année 1933).

Détonateurs à retard 1, 2.

Temps d'explosion (d'après le fabricant) : 0,5 et 1 sec.

Ces détonateurs ont été essayés individuellement.

Détonateur à retard 1 : 6 essais donnent respectivement : 0,77, 0,74, 0,67, 0,54, 0,72, 0,71.

(1) Anomalies dues à ce que, malgré les précautions prises, les circuits ont été brisés par les premières explosions. Nous avons eu quelques-uns de ces incidents.

Moyenne des retards : 0,69.

Ecart maximum avec la moyenne : 0,15.

Ecart entre les extrêmes : 0,23.

Détonateur à retard 2 : 5 essais donnent respectivement : 1,20, 1,00, 1,23, 1,14, 1,11.

Moyenne des retards : 1,136.

Ecart maximum avec la moyenne : 0,136.

Ecart entre les extrêmes : 0,23.

2^e lot (année 1935):

Détonateurs à retard : 1, 2, 3, 4 et 5.

Temps d'explosion (d'après le fabricant) : 0,5, 1, 1,5, 2,0, 2,5 sec.

Ces détonateurs ont été essayés par groupes de cinq retards différents.

N° du film.	N° de l'essai.	Temps écoulé entre le lancement du courant et la				
		1 ^{re} expl.	2 ^e expl.	3 ^e expl.	4 ^e expl.	5 ^e expl.
375	1	0,50	1,06	1,18	1,96	2,32
376	2	0,62	0,94	1,52	1,94	pas enreg.
377	3	0,59	0,99	1,46	2,12	2,74
378	4	0,56	1,12	pas enreg.	1,98	2,56
379	5	0,52	1,02	1,47	1,97	2,51
380	6	0,60	pas enreg.	1,46	2,06	pas enreg.
382	7	0,56	1,03	1,45	2,08	2,50
383	8	0,53	1,01	1,58	1,96	2,36
384	9	0,51	1,06	1,57	2,01	2,45
Moyenne des ret.		0,554	1,03	1,46	2,01	2,49
Ecart maximum avec la moy.		0,066	0,09	0,28	0,11	0,25
Ecart entre extr.		0,120	0,18	0,40	1,18	0,42

Ces détonateurs tiennent remarquablement leurs temps.

Détonateurs de fabrication autrichienne (1935).

Détonateurs à retard 2, 5, 8.

Temps d'explosion (d'après le fabricant) : 0,75, 2,25 et 4 secondes.

Ces détonateurs ont été essayés par groupes de trois retards différents.

N° du film.	N° de l'essai.	Temps écoulé entre le lancement du courant et la		
		1 ^{re} explos.	2 ^e explos.	3 ^e explos.
467	1	0,83	2,25	4,11
468	2	0,79	2,25	3,77
469	3	0,81	2,27	2,73 (1)
470	4	0,86	2,25	3,85
474	5	0,74	2,21	3,95
475	6	0,84	2,35	3,93
476	7	0,78	2,20	4,02
478	8	0,86	2,34	3,98
479	9	0,79	2,18	4,26
480	10	0,80	2,37	4,15
481	11	0,80	2,05	3,67
482	12	0,77	2,11	3,88
483	13	0,80	2,08	p. de dét. n° 8 dans le circuit.
484	14	0,77	2,53	idem
471	15	pas enreg.	2,20	4,08
472	16	0,73	2,23	pas enreg.
473	17	0,84	2,23	idem
477	18	0,79	raté	3,94
Moyenne des retards		0,80	2,24	3,88
Ecart maximum				
avec la moyenne		0,07	0,29	1,15
Ecart entre extrêmes		0,13	0,48	1,33

(1) Le fabricant déclare qu'il doit y avoir eu une erreur de classe-cent.

On voit, comme déjà dans d'autres essais, les écarts augmenter pour les longues durées.

En ne tenant pas compte du 3^{me} détonateur de la colonne de droite, la moyenne, l'écart maximum avec la moyenne et l'écart entre les extrêmes deviennent respectivement : 4,18, 0,51, 0,59 secondes pour les détonateurs à retard de 4 secondes.

Détonateurs de fabrication belge.

Détonateurs à retard 1, 2, 3, 4, 5.

Temps d'explosion (d'après le fabricant) : 1, 1,5, 2,25, 3 et 4 secondes.

Ces détonateurs ont été essayés individuellement.

Détonateurs à retard 1 : Temps théorique 1 seconde.
Cinq essais donnent respectivement : 1,16, 0,98, 0,90, 0,96, 0,69 seconde.

Moyenne des retards : 0,94.

Ecart maximum avec la moyenne : 0,25.

Ecart entre les extrêmes : 0,47.

Détonateurs à retard 2 : Temps théorique : 1,5 sec.
5 essais donnent respectivement : 1,57, 1,58, 1,50, 1,68, 1,43 seconde.

Moyenne des retards : 1,55.

Ecart maximum avec la moyenne : 0,13.

Ecart entre les extrêmes : 0,25.

Détonateurs à retard 3 : Temps théorique : 2,25 sec.
4 essais donnent respectivement : 2,29, 2,35, 2,25, 2,29 secondes.

Moyenne des retards : 2,29 secondes.

Ecart maximum avec la moyenne : 0,06.

Ecart entre les extrêmes : 0,10.

Détonateurs à retard 4 : Temps théorique : 3 sec.
6 essais donnent respectivement : 3,13, 3,33, 3,13, 3,25, 3,35, 6,93 secondes.

Moyenne des retards : 3,85.

Ecart maximum avec la moyenne : 3,08.

Ecart avec les extrêmes : 3,80.

Il y a sans doute eu erreur de classement pour le dernier détonateur donnant un retard 6,93. En n'en tenant pas compte, les chiffres précédents deviennent respectivement : 3,24, 0,11, 0,22 secondes.

Détonateurs à retard 5 : Temps théorique : 4 sec.
6 essais donnent respectivement : 3,84, 4,09, 3,78, 4,04, 4,16, 4,15.

Moyenne des retards : 4,01.

Ecart maximum avec la moyenne : 0,23.

Ecart entre les extrêmes : 0,38.

Détonateurs à retard 1 : Temps théorique : 0,75 sec.
10 essais ont donné : 0,61, 0,61, 0,60, 0,75, 0,725, 0,78, 0,68, 0,69, 0,65, 0,835.

Moyenne : 0,693.

Ecart maximum avec la moyenne : 0,142.

Ecart entre les extrêmes : 0,235.

Détonateurs à retard 2 : Temps théorique : 1,25 sec.
10 essais ont donné : 1,185, 1,075, 1,260, 1,020, 1,150, 1,140, 1,26, 1,26, 1,31, 1,22.

Moyenne : 1,188.

Ecart maximum avec la moyenne : 0,168.

Ecart entre les extrêmes : 0,290.

On voit, d'après cela, que l'on ne peut compter sur l'exactitude des temps qu'à plus ou moins 25 centièmes de seconde près, et cela avec les meilleures fabrications; cela veut dire qu'il peut s'écouler un temps de 500 mil-

lisecondes entre le premier et le dernier détonateur d'un même retard.

Si l'on procédait sur un plus grand nombre de pièces, on trouverait probablement des coups anormaux plus divagants. Dans les longs retards, la dispersion des temps augmente généralement.

De là découle l'obligation, si l'on veut se ménager un certain coefficient de sécurité entre les séries, de ne pas utiliser des retards se succédant à une demi-seconde d'intervalle : il faut au moins 0,75 seconde entre les séries, sinon on risque de voir une mine de la série $n+1$ sauter avant une mine de la série n qui devait lui faire le dégagement nécessaire : la mine $n+1$ fera canon ainsi que toutes celles qui devaient lui succéder, d'où désorganisation totale du tir et dangers divers incontestables.

Tant donc que le perfectionnement des fabrications n'aura pas encore réduit notablement les écarts de durée, nous ne pouvons nous rallier à la cadence d'une demi-seconde pour les retards successifs, chiffre admis dans certains pays.

Une autre préoccupation surgit lorsque le tir à temps doit être appliqué dans des mines grisouteuses; il faut songer à l'allumage possible, par une des mines suivantes, du grisou qui aurait pu être libéré par une première mine. Les retards avec mèches ordinaires sont, de ce fait, absolument exclus. Pour les autres, il faut limiter le temps où s'échelonnent les coups à une quotité inférieure à celle qu'il faut pour provoquer un mélange explosif par le dégagement de grisou d'une cassure mise à nu par le premier tir.

Nous n'envisageons ici que le tir en travers-bancs; le tir à retards ne se pose pas — sauf cas tout à fait exceptionnels — dans les voies d'exploitation en veine.

Pour les travers-bancs, on peut se rallier au temps maximum de cinq secondes — édicté par le règlement de police de l'Inspection de Dortmund — entre le premier et le dernier coup.

En effet, supposons le cas le plus défavorable, c'est-à-dire l'ouverture d'un soufflard par la première mine; le débit ne s'établira pas immédiatement et ne deviendra pas dangereux en cinq secondes, d'autant plus que les explosions des charges suivantes, par les compressions en résultant, gêneront l'écoulement des gaz. A défaut d'expériences directes, difficiles sinon impossibles, on peut admettre ce chiffre de cinq secondes.

La limitation à cinq secondes de l'intervalle de temps compris entre le premier départ et le dernier, va limiter, ipso facto le nombre de retards admissibles dans un tir : si la cadence des retards est portée à 0,75 seconde, nous ne pouvons plus avoir que $5/0,75 = 6$ retards.

En général, ce nombre de retards sera suffisant pour des galeries ne dépassant pas huit mètres carrés.

Certains, voulant extraire du détonateur à retard tout ce que théoriquement il peut donner, sont portés à utiliser le plus possible de retards, de manière que chaque mine, en quelque sorte, ait son temps de sautage bien déterminé et prépare la voie à la suivante. En poussant à la limite, il faudrait donc autant de retards qu'il y a de mines à front.

Déjà la complication du montage des coups, les chances d'erreurs possibles sont un inconvénient certain du système; de plus, cela conduit à rapprocher les coups les uns des autres, à diminuer les planches existant entre les fourneaux voisins, d'où résultent deux sortes de dangers bien caractérisés.

1° une mine peut arracher en sautant — nous suppo-

sons le montage en série unique, le plus utilisé, le plus simple — les fils et la cartouche-amorce de la voisine : on peut parer à ce danger par un bourrage particulièrement soigné;

2° on risque des départs prématurés et irréguliers par influence.

Récemment, à l'occasion d'un accident qui nous avait été signalé par un collègue français, nous avons été étonnés de constater, par essais directs, qu'un détonateur n° 8 ordinaire sautant à l'air libre à 32,5 cm. d'une cartouche d'un explosif S.G.P. à 11 % de N.G., située derrière une paroi de cartouchière en cuir, déterminait l'explosion de cette cartouche. Au rocher, cependant, nous n'avons pas obtenu l'explosion par influence d'une charge située à 25 centimètres d'une charge parallèle.

En tout cas, il vaut mieux répartir les mines non par coups isolés successifs mais par petites volées, ce qui diminue le nombre de retards nécessaires et évite l'écueil d'une distance insuffisante entre les fourneaux.

Les mines d'un même retard ne donnent pas la simultanéité absolue et, par conséquent, n'ont pas l'effet renforcé d'un tir simultané. Mais l'effet s'en rapproche cependant.

La simultanéité totale des coups d'une volée n'est particulièrement désirable que pour les mines de bouchon dont l'effet doit être bien franc pour permettre la meilleure action des suivantes.

A ce sujet, on peut faire des mines de bouchon un tir préparatoire avec amorces instantanées; en opérant de la sorte, on perd naturellement une partie des avantages du procédé, puisqu'il faut revenir à front pour établir le circuit des autres mines.

Lorsqu'un seul tir est réalisé, on a souvent craint, jus-

qu'à présent, d'utiliser des détonateurs instantanés pour les mines de déchaussement et on préfère souvent les amorcer de détos du premier retard.

Ce système a l'avantage de permettre d'une façon plus sûre le passage du courant dans toutes les amorces du circuit pendant tout le temps que l'exploseur donne du courant, ce qui évite tout raté dû à une différence de sensibilité des amorces.

L'essentiel, en tout cas, est que les amorces du bouchon, instantanées ou non, soient exactement semblables à celles des détos à retards.

A titre d'exemple, supposons que les détonateurs instantanés sautent, grâce à une amorce vive, 5 millisecondes après le lancer du courant, alors que les détos à retards seraient munis d'une amorce lente exigeant un temps de passage de 15 à 20 millisecondes : l'explosion des détos instantanés aura rompu le circuit de tir avant que les amorces à retard aient été enflammées, d'où raté général ou partiel. L'inverse (déto instantané à amorce lente et détos à retard à amorce vive) peut amener un résultat analogue.

L'essentiel est donc d'avoir des amorces identiques dans tout le circuit.

Depuis que les amorces pour tirs à retards ont été spécialement étudiées, la précaution d'utiliser le retard I pour les mines de bouchon n'est plus aussi indiquée, car les nouvelles amorces, plus vives, brisent le fil de platine par leur inflammation et le circuit est rompu par l'amorce de plus grande sensibilité. On peut cependant la recommander encore. Il n'y a aucun inconvénient à ce que ce retard soit d'ailleurs réduit à 0,5 seconde ou moins encore.

Dans le cas de retards se succédant de 0,75 seconde

avec une durée totale autorisée de 5 secondes, la réduction du premier retard à 0,5 seconde nous permet de disposer de 7 étages se succédant comme suit : 0,5, 1,25, 2, 2,75, 3,50, 4,25, 5 secondes.

Une dernière observation sur le bourrage; nous avons indiqué, plus haut, les raisons pour lesquelles il doit être plus important : il faut éviter que l'action d'une mine n'arrache, par les fils, une cartouche-amorce voisine et ne provoque l'explosion de celle-ci en dehors du fourneau, laissant ainsi dans celui-ci, ou dans les déblais, des explosifs non sautés avec les dangers qui en découlent. Le bourrage doit donc être tel que les fils se brisent sous la traction plutôt que d'entraîner le glissement du bourrage.

Il faut donc éviter les bourrages en argile humide qui glissent trop facilement.

De plus, au début du bourrage, il faut opérer avec prudence; cette façon de faire est recommandable en tout temps, mais elle est plus indispensable encore dans le tir à retard — en cas d'amorçage direct, le plus sûr, le plus utilisé — parce que les détonateurs à retard sont plus longs : la tête du déto déborde donc plus de la cartouche-amorce et il y a plus de chance de la détériorer par le bourrage, si celui-ci est trop énergique au début.

En plus, s'il y a une légère émission de gaz provenant de l'amorce, elle ne présente aucun inconvénient lorsqu'il y a un certain vide au contact de la cartouche.

Nous estimons que dans l'emploi des détonateurs à temps, il faut observer les règles suivantes :

On ne peut utiliser que des retards d'une fabrication soignée où les temps réels ne s'écartent pas de plus de 25 centisecondes, en plus ou en moins, des temps théo-

riques. A l'heure actuelle, seuls les retards à poudre sans émission gazeuse satisfont à ce desideratum.

L'intervalle entre les retards doit être de 0,75 seconde au moins. Dans les mines grisouteuses, le temps total entre la première explosion et la dernière d'un tir, ne peut excéder cinq secondes.

Le bourrage des mines, commencé avec précaution, doit être continué énergiquement et avoir une importance et un calage tels qu'il n'y ait aucune chance de voir expulser le bourrage par la traction sur les fils résultant du départ d'une mine voisine.

Il est préférable de ne pas multiplier les retards, de procéder par groupes de mines, de façon à ne pas devoir disposer les fourneaux trop près les uns des autres, et à éviter toute détonation par influence.

Chaque détonateur doit porter, attachée solidement aux fils, une plaquette de métal, indiquant le retard; il est recommandable de vernir d'une teinte spéciale pour chaque retard, la douille du détonateur, de façon à éviter les confusions.

L'examen minutieux du front et des déblais s'impose comme dans tout tir comportant plusieurs mines.

Si l'on ne fait pas le tir de déchaussement en une opération spéciale avec détonateurs instantanés, il est recommandable d'utiliser pour ce tir des détonateurs du premier retard; il est indispensable, en tout cas, que les amorces des détonateurs du bouchon soient absolument identiques à celles qui garnissent les amorces des détonateurs à retard.

Dans la recoupe des couches à dégagements instantanés, M. l'Ingénieur en Chef des Enfants a autorisé récemment l'usage des détonateurs à temps et l'emploi s'est fait avec succès.

Dans ce cas particulier, l'emploi des détos à retard permet d'exécuter avec plus de sécurité l'enlèvement de la dernière tranche de terrains masquant la veine; il permet même d'opérer en une seule fois l'enlèvement de la couverture (mines convergentes traversant le terrain jusqu'à la veine) et la traversée de la couche (mines à retard, en une ou deux couronnes, légèrement convergentes, traversant entièrement la couche).

B. — RECHERCHES NOUVELLES SUR LES EXPLOSEURS.

Dans notre étude précédente, sur les explosifs (voir *Annales des Mines de Belgique*, tome XXXVI, 1935, 1^{re} livraison, pp. 65 à 148), nous avons indiqué les conditions assurant leur sécurité d'emploi vis-à-vis du risque d'explosion intérieure et leur aptitude à réaliser une mise à feu efficace, c'est-à-dire sans raté.

Il nous a été agréable de voir, au cours de l'année 1935, les constructeurs s'inspirer de nos conclusions pour la réalisation de modèles nouveaux et nous les présenter pour examen alors qu'il n'existe pas encore actuellement de prescriptions administratives imposant l'agrément.

Ces explosifs ont été examinés au point de vue étanchéité vis-à-vis d'une explosion interne; en outre, leur puissance a été mesurée à l'aide de l'oscillographe, suivant le mode opératoire indiqué dans les pages rappelées plus haut. Parmi ces nouveaux explosifs, nous ne décrirons ci-après que ceux présentant dans leur conception l'une ou l'autre nouveauté.

Explosif Brün, type Z.E.B.F./A.50.

Description : Cet explosif comporte une dynamo à courant continu à excitation compound, actionnée par un ressort.

Les connexions répondent au schéma fig. 7.

Les flèches indiquent le sens des courants au moment où l'appareil débite dans le circuit de tir.

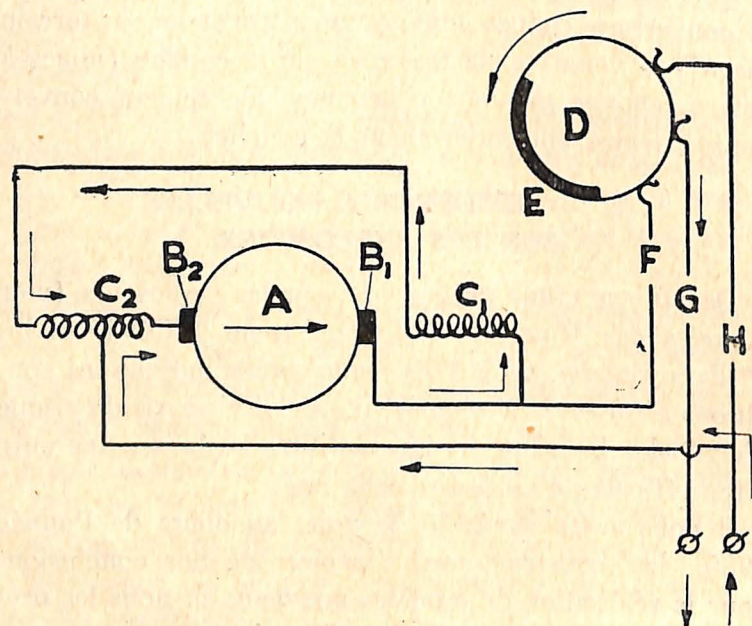


Fig. 7. — Exploseur Brün type Z.E.B.F./A.50
Schéma des connexions.

L'induit A en tambour est feuilleté et son enroulement réparti dans huit encoches. Le collecteur sur lequel s'appuient deux frotteurs B₁ et B₂ en cuivre rouge, possède seize lames. L'inducteur est constitué par un cylindre d'acier portant intérieurement deux pièces polaires, sur lesquelles sont disposés les bobinages magnétisants C₁ et C₂.

L'appareil est pourvu d'un dispositif limitant la durée du passage du courant. Ce dispositif est constitué par un disque isolant D portant un secteur en bronze E et par trois lames F, G, H.

Le disque est animé d'un mouvement de rotation par l'intermédiaire d'un train d'engrenages solidaire de celui qui actionne l'induit.

La mise en action de l'exploseur s'opère donc de la manière suivante :

L'induit tourne d'abord à une vitesse croissante en débitant du courant uniquement dans les deux bobinages C₁ et C₂, ce qui augmente le magnétisme de l'inducteur. Lorsqu'ensuite le secteur E entre en contact simultanément avec les deux lames F et G, une partie du courant débité par l'induit passe par la ligne. Il en est ainsi jusqu'au moment où la lame H est également touchée par le secteur. Les deux bornes sont alors court-circuitées et le débit dans la ligne de tir cesse.

L'appareil est disposé dans une enveloppe hémicylindrique en aluminium fermée à ses deux extrémités par un couvercle (voir fig. 8).

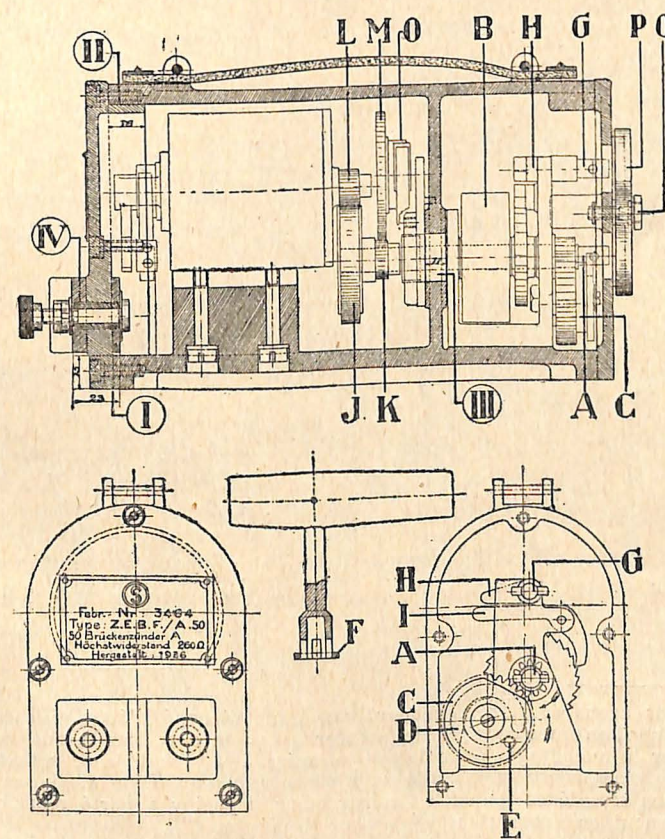


Fig. 8. — Exploseur Brün Z.E.B.F./A.50.

L'enveloppe est partagée en deux compartiments: celui de droite renferme le moteur à ressort et celui de gauche la partie électrique: dynamo et dispositif limitant le débit.

Les bornes sont fixées sur le couvercle de gauche.

Dans le compartiment de droite, on reconnaît l'axe A sur lequel se place la poignée amovible pour le remontage du ressort disposé dans un barillet B.

L'axe A entraîne par engrenages un disque circulaire C.

La face arrière de ce disque est creusée d'une rainure D concentrique à l'axe de rotation, mais d'un développement inférieur à la circonférence entière. Un ergot fixe E engagé dans cette rainure limite d'abord la tension donnée au ressort lors du remontage, puis sa détente lors de la mise en rotation de l'induit.

Le disque C est coupé suivant une corde. Cette disposition permet la mise en place de la poignée, mais elle en empêche le retrait tant qu'on n'a pas remonté le ressort à fond.

La poignée porte en effet une embase F qui se trouve cachée par le disque tant que le remontage du ressort n'est pas complet (1).

Pour la mise en action de l'exploseur, on utilise la même poignée qu'on place sur l'axe G. Celui-ci porte un levier H qui fait basculer le corbeau I et libère la crémaillère permettant ainsi la détente du ressort.

L'axe du ressort porte deux roues dentées J et K engrenant la première le pignon L de l'induit et la seconde une roue M solidaire du disque O limitant la durée du débit.

Un couvercle rotatif P garni de feutre et pouvant être immobilisé par une vis de pression Q, permet de fermer, après usage, les

(1) Nous avons constaté cependant que cette sécurité n'était efficace que lorsque l'on prenait soin de pousser la poignée à fond avant de commencer le remontage. Dans le cas contraire, il est possible de retirer la poignée alors même que le ressort n'a pas reçu sa tension maximum. Nous avons signalé ce défaut au constructeur, lequel y a porté remède ultérieurement en augmentant l'épaisseur du disque C.

deux ouvertures donnant accès aux axes de remontage et de déclenchement du mécanisme.

D'après le constructeur, l'appareil peut faire partir 50 détonateurs dans un circuit de résistance maximum de 260 ohms.

Sécurité d'emploi en présence d'une atmosphère grisouteuse.

Le compartiment de gauche seul doit être antidéflagrant; la paroi séparant les deux compartiments est uniquement percée par l'axe de commande. La traversée se fait sur une longueur de 11 m/m (épaisseur de la paroi) avec un jeu diamétral de 0,3 m/m (voir en III).

Le couvercle de gauche s'assemble à l'enveloppe, partie par un joint dressé de 15 m/m de largeur (tel qu'en I), partie par un emboîtement de 16 m/m de longueur avec un jeu maximum de 0,2 m/m (tel qu'en II).

Les bornes sont disposées dans des tubes isolants qu'elles traversent avec un jeu diamétral de 0,2 m/m environ (IV). Les vis d'assemblage ne peuvent être enlevées qu'à l'aide d'un tournevis spécial.

Grâce à ces détails de construction, il ne peut y avoir transmission à l'extérieur d'une flamme produite par une explosion interne de grisou.

Puissance de l'exploseur.

Pour juger de la puissance de l'exploseur, nous avons enregistré, à l'aide de l'oscillographe, son débit dans des résistances métalliques de valeur connue.

Les figures 9 et 10 montrent deux de ces enregistrements.

Pour déterminer le débit, nous avons tracé une ligne moyenne coupant symétriquement les sinuosités de la courbe enregistrée.

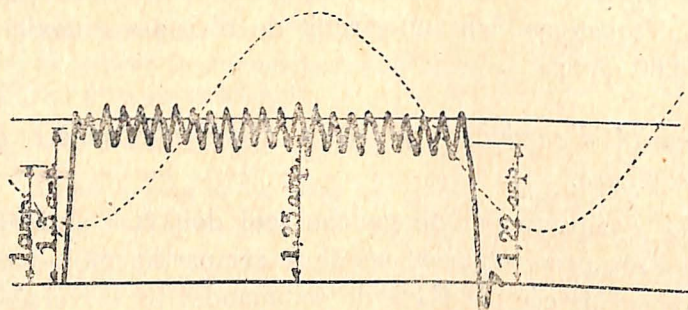


Fig. 9. — Film 630. Essai 1. — Résistance 260 ohms.

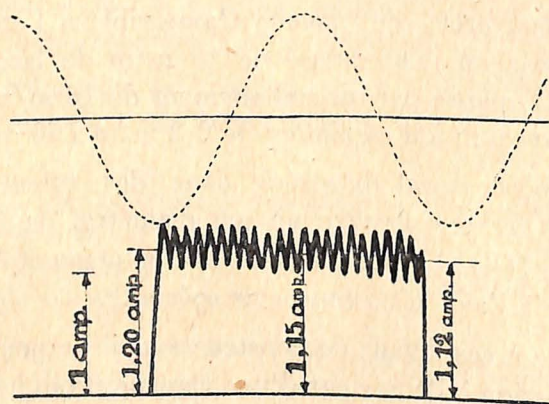


Fig. 10. — Film 602. Essai 5. — Résistance 277 ohms.

Nous avons mesuré à l'échelle de l'intensité établie par un étalonnage préalable de la boucle, les ordonnées correspondant respectivement :

- à l'origine de la courbe;
- à la fin des 10 premiers millisecondes;
- à la fin du passage du courant.

Comme dans nos recherches antérieures, nous avons utilisé pour échelle du temps, la courbe sinusoïdale de la tension du réseau qui a été enregistrée sur chaque film, en même temps que le débit de l'exploseur.

A l'aide de cette échelle, nous avons évalué la durée du passage du courant et la vitesse moyenne de l'induit. Un tour de l'induit est représenté en effet par 16 ondulations de la courbe de débit, ces ondulations correspondant au passage sous les frotteurs des 16 lames du collecteur.

Les résultats de nos mesures sont indiqués au tableau ci-dessous.

No du film	No de l'essai	Résistance en ohms.	Durée du passage du courant en millisecondes	Intensité du débit en ampère			Vitesse de l'induit en tours/seconde
				au début du passage du courant	après 10 millisecondes	à la fin du passage du courant	
1	630	260	17,66	1,30	1,25	1,22	83
2	601	267	17,90	1,265	1,22	1,17	81
3	601	267	17,60	1,233	1,20	1,17	81
4	629	270	17,50	1,265	1,235	1,22	82
5	602	277	17,75	1,20	1,15	1,12	81
6	630	277	17,65	1,20	1,185	1,17	82
7	600	287	17,60	1,15	1,135	1,12	82
8	600	287	17,60	1,185	1,15	1,12	83
9	629	287	17,60	1,15	1,15	1,135	82

On constate que la durée du passage du courant et la vitesse moyenne de l'induit varient très peu d'un essai à l'autre. L'écart maximum entre les différentes durées de passage est de $17,9 - 17,5 = 0,4$ ms. et la vitesse n'a varié que de 81 à 83 tours par seconde.

On remarque également que l'intensité du débit est relativement constante au cours de chaque essai.

Le maximum d'écart entre les intensités initiale et finale est de 0,095 ampère seulement (essai n° 2).

Pour arriver à une telle constance, il faut évidemment avoir soin de remonter chaque fois le ressort à fond.

A titre documentaire, nous donnons à la figure 11 un enregistrement pour lequel cette condition n'a pas été remplie.

Comme nous l'avons dit plus haut, la chose est possible lorsqu'on n'introduit pas la manette à fond dès le début de la manœuvre. On peut alors la retirer avant d'avoir donné au ressort sa tension maximum.

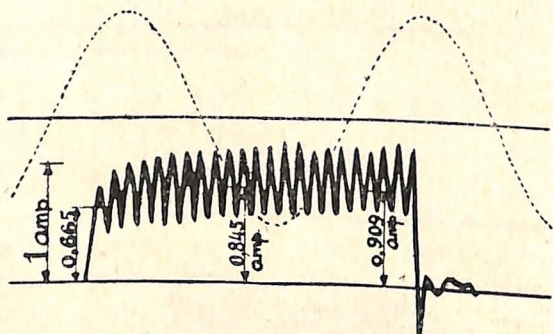


Fig. 11. — Fonctionnement défectueux.
Débit dans une résistance de 277 ohms.

On voit le débit augmenter dès le début du passage du courant. L'intensité passe par les valeurs suivantes :

au début	0,665 ampère
à la fin des 10 premiers millisecondes	0,845 »
à la fin des 20 premiers millisecondes	0,909 »
à la fin du passage	0,909 »

D'autre part, la vitesse moyenne de l'induit pour les 16 premières ondulations de la courbe n'est que de 69 tours/seconde et la durée du passage du courant atteint 22,3 ms.

On voit par là, comment la manœuvre peu soignée d'un exploseur en très bon état cependant, pourrait causer des ratés de détonation.

La conclusion à tirer de nos mesures de débit est que l'exploseur est capable de faire sauter 50 détonateurs dans un circuit dont la résistance n'excède pas 260 ohms.

En supposant le circuit constitué comme suit :

50 détonateurs de 1,6 ohm	80 ohms
Ligne de tir	180 ohms

260 ohms

la résistance maximum du circuit pendant la période d'inflammation ne dépassera pas 280 ohms (résistance initiale + 20 ohms de majoration correspondant à l'augmentation de résistance des fils de platine des amorces).

Or, dans une résistance constante de 280 ohms, l'exploseur est capable de débiter pendant 17 millisecondes au moins, un courant maximum de 1,15 ampère, ce qui est suffisant pour assurer la mise à feu sans raté des 50 détonateurs.

Exploseur Brün type Z.E.B./A.50 avec relai électromagnétique.

Cet exploseur est analogue à celui décrit dans le rapport annuel sur les travaux de 1934 (voir *Annales des Mines de Belgique*, t. XXXVI, 1935 — 1^{re} livraison — pp. 133 et suivantes).

Il comporte, comme le précédent, une dynamo à courant continu actionnée à la main à l'aide d'une crémaillère.

La seule différence avec l'appareil décrit dans le rapport annuel de 1934 consiste en ce qu'il est pourvu d'un relai magnétique ne permettant le lancer du courant dans

le circuit extérieur que dans le cas d'une manœuvre suffisamment énergique de la poignée.

Les connexions répondent au schéma figure 12. Les flèches indiquent le sens des courants lors du fonctionnement sur une ligne de tir.

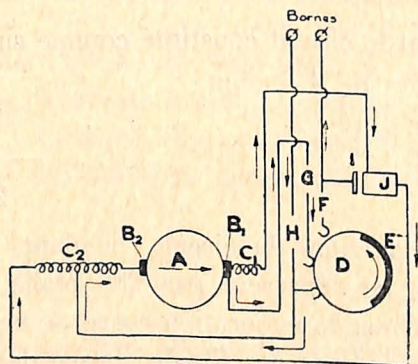


Fig. 12. — Exploseur Brün Z.E.B./A.50.

- A = induit.
- B1 B2 = frotteurs s'appuyant sur le collecteur.
- C1 C2 = bobinages magnétisants de l'inducteur.
- D = disque isolant.
- E = secteur en bronze
- F. G. H. = lames élastiques.
- I = plaquette d'acier doux.
- J = électro-aimant.

L'exploseur est pourvu d'un dispositif limitant la durée du passage du courant. Ce dispositif est constitué comme dans le type Z.E.B.F./A. 50, par un disque isolant D portant un secteur en bronze E et par trois lames F, G et H. Ces lames remplissent le même office que celles de l'exploseur Z.E.B.F.

La lame F cependant diffère en ce qu'elle est fixée à l'extrémité d'une bande d'acier très élastique; en outre, elle est rattachée à une plaquette I en acier doux disposée dans le champ d'un électro-aimant J dont l'enroulement est parcouru par le courant d'excitation.

Lorsque l'induit est mis en mouvement, la plaquette attirée par l'électro amène la lame F vers le disque D mais elle n'entre

en contact avec le secteur en bronze E que si le courant d'excitation est normal et par conséquent la vitesse de l'induit suffisante.

Remarquons que le disque D n'est entraîné dans un sens ou dans l'autre que lorsque la crémaillère a déjà parcouru une partie de sa course. Ce disque porte en effet un ergot contre lequel vient s'appuyer l'un ou l'autre des deux ergots implantés dans la face latérale d'une roue dentée commandée par la crémaillère.

Le débit de l'exploseur dans la ligne extérieure n'est donc possible que lorsque la crémaillère est enfoncée des trois quarts de sa course totale c'est-à-dire lorsque la vitesse de l'induit est déjà à peu près constante.

Lors du retrait de la crémaillère immédiatement après un tir, le disque D n'est remis en rotation et le court-circuit entre les deux bornes de l'exploseur n'est supprimé qu'après un parcours de la crémaillère correspondant aux deux cinquièmes de sa course.

A ce moment, la force vive de l'induit est amortie et il n'y a pas risque de lancer un second courant dans la ligne.

D'après le constructeur, l'exploseur peut faire sauter 50 amorces dans un circuit d'une résistance maximum de 260 ohms.

Sécurité d'emploi en présence d'une atmosphère grisouteuse.

L'appareil se trouve dans une enveloppe analogue à celle décrite à la page 135 du Rapport annuel sur les travaux de 1934, à propos de l'exploseur-type Z.E.B./A.50 sans relai magnétique.

Puissance de l'exploseur.

Nous avons procédé également à des enregistrements oscillographiques du débit dans des résistances métalliques.

Nous avons utilisé à cette fin deux opérateurs, désignés ci-après A et B, et auxquels il avait été recommandé d'actionner d'abord l'exploseur avec le maximum d'énergie, puis de le manœuvrer d'une façon moins vive.

La figure 13 représente un des enregistrements du débit.

Les constatations résultant de l'examen des oscillogrammes sont indiquées dans le tableau ci-après.

No de l'essai	No du film	Opérateur et énergie de la manœuvre	Résistance en ohms	Vitesse de l'induit en tours/seconde	Durée du passage du courant	Intensité du débit en ampères		
						au début	après 10 ms.	après 20 ms.
1	582	A manœuvre énerg.	245	81,5	21,2	1,28	1,28	1,20
2	id.	A man. moins énerg.	id.	78,0	21,0	1,23	1,15	1,15
3	581	A manœuvre énerg.	270	77,6	22,8	1,18	1,16	1,04
4	id.	A man. moins énerg.	id.	71,0	28,2	1,06	0,91	0,64
5	580	B manœuvre énerg.	id.	80,0	25,0	1,25	1,01	0,925
6	id.	B man. moins énerg.	id.	75,0	17,0	1,16	0,942	0,61
7	585	A manœuvre énerg.	287	77,0	20,2	1,09	1,03	0,975
8	id.	A man. moins énerg.	id.	68,4	29,5	0,94	0,81	0,64
9	584	B manœuvre énerg.	id.	86,2	23,6	1,195	1,18	1,13
10	id.	B man. moins énerg.	pas de courant enregistré.					

Pour un même essai, on constate ici des variations de l'intensité du débit beaucoup plus grandes que celles enregistrées avec l'exploseur Z.E.B.F. Ceci montre la supériorité des exploseurs actionnés par ressort, remarquables par la constance de l'intensité et de la durée du passage du courant.

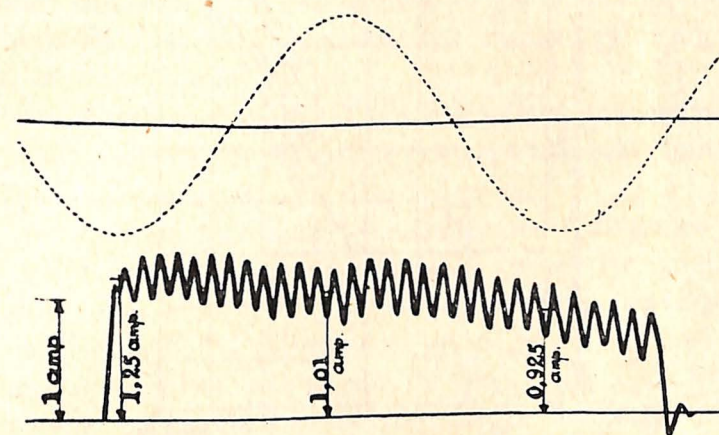


Fig. 13. — Film 580. Essai 5. — Résistance 270 ohms.

On voit également comment ces deux caractéristiques sont influencées par l'énergie de la manœuvre, lorsqu'il s'agit d'un exploseur actionné à la main.

En prenant comme abscisse la vitesse de rotation de l'induit et comme ordonnée l'intensité moyenne au cours des dix premiers millisecondes, nous avons dressé le graphique figure 14.

En adoptant comme vitesse normale de l'induit celle de 75 tours/seconde que peut réaliser un opérateur soigneux, on voit que l'exploseur peut fournir pendant 10 ms. un débit de 1 ampère dans un circuit d'une résistance maximum de 287 ohms.

Cet appareil répond donc aux conditions d'emploi indiquées par le constructeur.

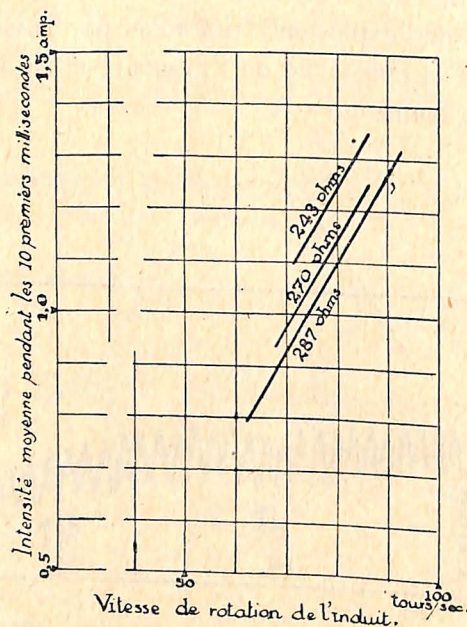


Fig. 14. — Courbe de débit de l'exploseur Z.E.B./A.50 avec relai électromagnétique.

C. — CAUSES DE DEPERDITION POSSIBLES DANS LE CIRCUIT DE TIR

Nous avons étudié d'abord les dérivations possibles dans le circuit des détonateurs, qui comprend, outre de nombreuses connexions, le contact éventuel avec des roches et un bourrage qui peuvent être humides.

Nous avons déterminé ensuite les fuites qui peuvent se produire dans la ligne proprement dite avec les conducteurs couramment utilisés, en mettant en lumière l'action de l'humidité sur les boisages servant de support aux lignes à fil nu.

Chemin faisant, nous avons examiné si la capacité d'une ligne de tir normale pouvait, en se déchargeant, entraîner la mise à feu d'une amorce.

1. — Déperditions de courant possibles dans les circuits de détonateurs.

Les déperditions de courant dans la partie du circuit de tir comportant les détonateurs — que nous supposons connectés en série — ne peuvent se produire évidemment qu'en terrains humides.

Les terrains secs doivent être considérés pratiquement comme isolants, étant donné les tensions relativement faibles mises en jeu.

Lorsque les roches sont humides, des dérivations de courant peuvent s'amorcer dans la partie des conducteurs noyés dans le bourrage. Ces courants traversent donc l'isolant; ils s'établissent entre les deux conducteurs d'un même détonateur ou bien entre deux conducteurs appartenant à des détonateurs distincts.

Dans le premier cas, ils circulent uniquement dans le bourrage. Dans le second cas, ils se répandent dans le massif même comme nous le schématisons par les flèches « a » à la figure 15.

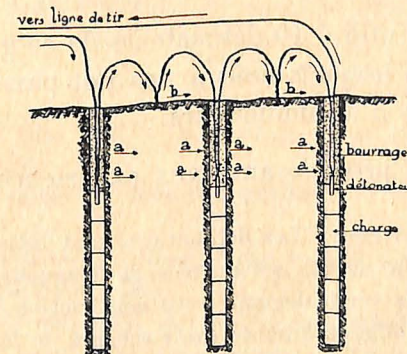


Fig. 15. — Etude des dispositions dans un circuit des détonateurs.

Enfin, lorsque les connexions des fils dénudés touchent la paroi découverte de la roche, des courants de fuite peuvent s'établir suivant la surface même du terrain, comme indiqué par les flèches « b » dans la même figure.

Ces dérivations parasites sont conditionnées par les différences de tension entre leurs points de départ et d'arrivée; leur importance dépend donc de la résistance de la partie du circuit de tir comprise entre ces deux points et du courant qui y circule.

Recherches préliminaires. — Le but de ces recherches était de voir le mode de répartition des courants parasites le long du circuit des détonateurs.

Nous avons utilisé à cette fin des détonateurs sans poudre d'amorce, ni charge fulminante, ne comportant donc qu'un tube de cuivre dans lequel était sertie une tête d'inflamateur avec fil de platine.

La longueur des conducteurs était de 1^m10. Pour empêcher l'accès de l'humidité à l'intérieur même du tube de cuivre, on avait plongé celui-ci entièrement dans un bain de paraffine liquide, de manière à recouvrir le métal et la tête d'amorce d'une pellicule isolante.

Nous avons utilisé 10 détonateurs de ce genre groupés en série, dans lesquels nous avons fait passer le courant d'une batterie d'accumulateurs.

Nous avons procédé ainsi aux expériences suivantes :

Première expérience : Les détonateurs sont introduits dans des tubes métalliques de 50 centimètres de longueur, fermés à un bout et enfoncés verticalement à 10 centimètres l'un de l'autre dans la terre arable et humide (voir schéma de la fig. 16).

Les tubes sont remplis d'eau saturée de sel de cuisine et la

terre avoisinant les tubes est arrosée avec la même solution. Les détonateurs sont disposés environ à mi-hauteur des tubes.

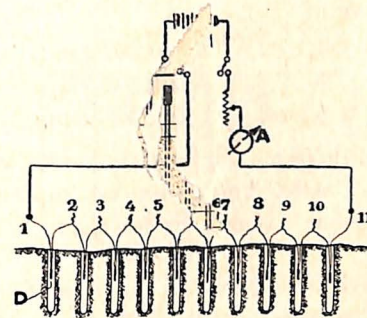


Fig. 16.

B = batterie d'accumulateurs.
R = résistance de réglage.
A = ampèremètre.

L'ampèremètre A sert de contrôle; avec la résistance R, on peut ainsi maintenir dans le circuit un courant constant pendant toute l'expérience.

Nous mesurons alors successivement avec un second ampèremètre, le débit passant par les ligatures 1 et 6.

	Débit en amp.		Courant de perte
	en 1.	en 6.	Diff. entre les débits en 1 et en 6.
Immédiat. après l'introduction des détonateurs dans les tubes .	0,072	0,072	0
	0,19	0,19	0
Deux heures plus tard .	0,092	0,092	0
	0,210	0,209	0,001

La perte de débit est donc négligeable.

Deuxième expérience : Nous créons ensuite des défauts dans la partie immergée du circuit.

Sur un des conducteurs de chaque détonateur, nous enlevons l'isolant sur 1 centimètre de longueur, à 5 centimètres du sertissage.

Les détonateurs sont ensuite introduits de nouveau dans les tubes comme précédemment.

La mesure des débits passant par les ligatures 1, 3 et 6 donne les résultats suivants :

1	0,207 amp.
3	0,202 amp.
6	0,201 amp.

On voit que la différence la plus grande entre les débits n'est que $0,208 - 0,201 = 0,007$ ar.; elle est supérieure cependant à celle constatée lorsque l'isolement des conducteurs était intact.

Troisième expérience : Nous recommençons la deuxième expérience, mais en disposant les tubes métalliques d'une autre façon.

Neuf tubes sont enfoncés dans le sol suivant un cercle de 25 centimètres de rayon et un autre au centre même de ce cercle (voir fig. 17).

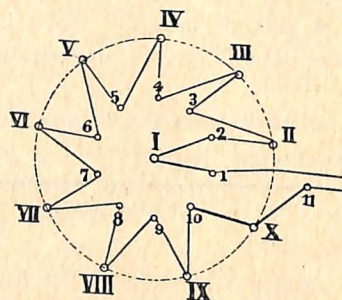


Fig. 17. — Disposition circulaire d'un circuit de détonateurs.

Les conducteurs étant dénudés, comme il est indiqué pour l'expérience précédente, nous mesurons le débit passant par les ligatures.

	Première mesure	Deuxième mesure
en 1	0,398 amp.	0,49 amp.
2	0,388 amp.	
6	0,35 amp.	0,458 amp.
8	0,36 amp.	
9	0,37 amp.	
11	0,398 amp.	0,49 amp.

Quatrième expérience : Les conducteurs pourvus de leur isolement normal et sans défaut, sont enfoncés sur une longueur de 40 centimètres dans du sable humide comme il est indiqué au schéma de la figure 18.

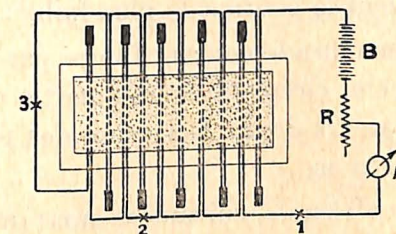


Fig. 18. — Autre disposition d'un circuit de détonateurs.

Le sable renferme 12 % d'eau saturée de sel; il remplit complètement une auge en béton dont les dimensions intérieures sont : longueur : 1,04 m.; largeur : 0,33 m.; hauteur : 0,14 m.

Pour un courant total constant (lecture à l'ampèremètre A), nous mesurons à l'aide d'un second ampèremètre, le courant passant par les ligatures 1, 2, 3.

a) une heure après la mise en place des conducteurs dans le sable :

Débit en 1	0,35 amp.
2	0,35 amp.
3	0,35 amp.

b) vingt-quatre heures plus tard :

Débit en 1	0,35 amp.
2	0,34 amp.
3	0,331 amp.

Les expériences que nous venons de décrire n'ont évidemment qu'une valeur qualitative.

Pour pouvoir effectuer les lectures à l'ampèremètre, nous devons en effet maintenir le débit pendant une certaine durée, mais à une valeur assez réduite, sinon il y avait rupture du circuit par fusion du fil de platine des amorces.

L'examen des résultats obtenus montre cependant que la perte de courant augmente lorsqu'on s'écarte des ligatures de jonction avec la ligne d'alimentation. Ce sont toujours les détonateurs voisins du centre du circuit qui reçoivent le courant le plus faible.

La différence entre le courant fourni par la ligne d'alimentation et celui circulant dans la partie centrale de la série de détonateurs donne la mesure des pertes de courant par les terrains.

Dans les expériences suivantes, nous utiliserons des détonateurs normaux avec des intensités du même ordre que celles mises en œuvre dans les circuits de tir.

La mesure des courants ne pourra se faire évidemment qu'à l'aide de l'oscillographe.

Nous avons voulu avant tout rechercher l'ordre de grandeur des courants de fuite.

Il ne nous était pas possible en effet de procéder à des mesures directes de déperditions dans des circuits de tir réels car l'installation d'un oscillographe dans des travaux souterrains non spécialement aménagés est matériellement irréalisable.

Nous nous sommes efforcés cependant d'obtenir des conditions expérimentales se rapprochant le plus possible de la pratique.

Dans ce qui suit, nous étudierons donc successivement les pertes de courant dans la partie isolée des conducteurs, ensuite les pertes par les connexions.

Déperditions par la partie isolée des fils de détonateurs.

Rappelons d'abord que le courant est amené aux extrémités du pont de l'amorce par deux conducteurs en cuivre isolés généralement par deux guipages de coton.

Ces guipages forment deux couches superposées dont les fils sont enroulés en sens inverse.

Dans certains détonateurs, ces deux couches sont imprégnées d'asphalte; dans d'autres, la couche extérieure seule a subi ce traitement. Ces conditions d'isolement sont celles auxquelles satisfont les détonateurs utilisés couramment en Belgique.

Pour le minage sous l'eau, on emploie parfois des détonateurs dont les conducteurs sont protégés par des gaines de caoutchouc. D'autre part, pour certains usages, on emploie rarement des fils isolés à la masse M.P. (chlorure de vinyle). Nous laisserons ces cas spéciaux de côté et nous nous occuperons uniquement des détonateurs pourvus de conducteurs guipés au coton.

Nous avons utilisé un terrain fictif, tel qu'il est décrit plus haut : auge en béton remplie de sable gras gorgé d'eau salée.

Les appareils se présentaient donc comme il est indiqué dans la figure 19.

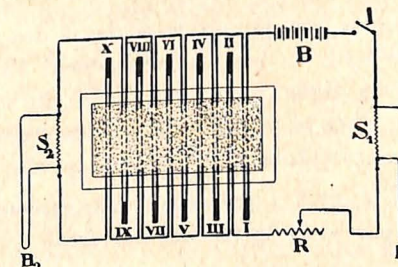


Fig. 19.

B = batterie d'accumulateurs.

B¹ et B² = boucles de l'oscillographe.

S¹ et S² = shunts réduisant les courants passant par les boucles de l'oscillographe.

I = interrupteur de mise à feu.

R = résistance de réglage.

I, II, IIIX.: détonateurs.

Les détonateurs au nombre de dix sont groupés en série. Leurs conducteurs orientés parallèlement sont enfouis sur une longueur de 40 cm. dans le sable.

On remarquera que cette disposition réalise entre les conducteurs de deux détonateurs voisins la différence maximum de tension, c'est-à-dire la condition la plus favorable aux dérivations de courant.

A l'oscillographe, on enregistre donc par la bouche B_1 , le courant total fourni par la source et la la boucle B_2 , le courant partiel qui circule dans la partie centrale du circuit.

Une troisième boucle relève la tension sinusoïdale du réseau qui sert d'échelle du temps.

La figure 20 représente un de ces enregistrements.

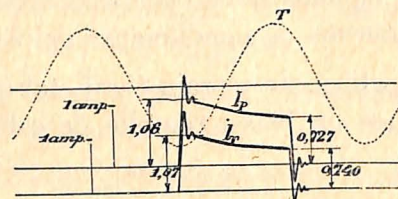


Fig. 20.
Film 648. — Essai 1.

Sur l'oscillogramme, on remarque d'abord des traits horizontaux qui sont, de haut en bas, respectivement l'axe de la sinusoïde du réseau, la ligne de valeur nulle du courant partiel (courant circulant dans la partie centrale du circuit), la ligne de valeur nulle du courant total fourni par la source.

Les courbes I_T , I_p et T représentent respectivement le courant total, le courant partiel et la tension du réseau.

On constate que les deux courants diminuent dans le temps; c'est un effet de l'augmentation de la résistance ohmique du pont de l'amorce, augmentation due à l'échauffement résultant du passage du courant.

Nous avons noté sur cet oscillogramme, les intensités initiales et finales des deux courants total et partiel ainsi que leur durée.

Une remarque concernant la précision des résultats. Nous ne pouvons mesurer les ordonnées des courbes de courant qu'au quart de millimètre près. L'erreur maximum commise dans l'établissement du courant dérivé (différence des courants total et partiel) est donc de 1/2 mm, soit à l'échelle des courants 0,03 ampère environ.

Dans certains oscillogrammes (le cas se présente pour celui de la figure 20) nous avons trouvé pour les courants total et partiel, des intensités différant de 0,01 ampère seulement.

La raison en est que ces deux intensités ont été mesurées à l'aide d'échelles différentes établies d'ailleurs par un étalonnage préalable.

Nous avons expérimenté deux catégories de détonateurs que nous désignerons, ainsi que nous l'avons fait dans nos recherches antérieures, par les lettres A et C (on trouvera la description et les courbes d'inflammation de ces détonateurs aux pages 59 à 91 du tome XXXV — 1934 — des *Annales des Mines de Belgique*).

Ces deux fabrications diffèrent du tout au tout.

Dans les détonateurs A — fil de platine long : 4 mm — la résistance ohmique augmente considérablement avec le passage du courant dans le fil d'amorce. Dans les détonateurs C au contraire — fil de platine court : 1 mm. — elle ne varie guère.

De plus, les premières amorces à charge assez forte de poudre pulvérulente, ont, à intensité de courant égale, des temps d'explosion au moins quatre fois aussi grands que ceux des détonateurs C (amorce à charge faible de poudre comprimée).

Enfin, les conducteurs et leur isolement répondent aux caractéristiques reprises dans le tableau ci-après.

	Détonateur A.	Détonateur C.
Diamètre du conducteur . . .	0,55 mm. deux couches de coton; la couche de l'isolant . . . extér. seulement est imprégnée d'asphalte.	0,55 mm. deux couches de coton imprégnées toutes les deux d'asphalte.
Diamètre extérieur de l'isolant . . .	1 à 1,1 mm.	0,9 à 1 mm.

Nous donnons dans le tableau suivant les résultats des mesures effectuées sur les enregistrements réalisés avec les deux catégories de détonateurs.

N° du film.	N° de l'essai.	Intensités initiales en amp. Courant			Intensités finales en amp. Courant			Durée du débit en ms.
		total.	partiel.	dérivé.	total.	partiel.	dérivé.	

Détonateurs A (1,45 à 1,50 ohm).

Les conducteurs ont séjourné pendant 1 h. 30 dans le sable humide renfermant 11,7 % d'eau salée.

648	1	1,070	1,060	0,010	0,740	0,727	0,013	12,0
651	2	1,033	1,030	0,003	0,732	0,727	0,005	10,3

Les conducteurs ont séjourné pendant 6 heures dans le sable humide renfermant 14,5 % d'eau salée.

635	3	0,983	0,952	0,031	0,737	0,690	0,047	14,7
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	------

Détonateurs C (1,7 à 1,8 ohm).

Les détonateurs ont séjourné pendant 1 h. 15 dans le sable humide renfermant 11,7 % d'eau salée.

647	4	1,085	1,085	0,000	1,035	1,030	0,005	3,75
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	------

Les conducteurs ont séjourné pendant 3 heures dans le sable humide renfermant 14,5 % d'eau salée.

632	5	1,050	1,015	0,035	0,984	0,957	0,027	6,70
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	------

Les conducteurs ont séjourné pendant 6 heures dans le sable humide renfermant 8,1 % d'eau salée.

637	6	0,974	0,940	0,034	0,904	0,899	0,005	7,00
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	------

Aucun de ces essais n'a donné lieu à des ratés.

L'examen de ce tableau montre que si la durée s'écoulant entre la mise en place des conducteurs dans le sable humide et le tir est de 1 h. 30, la valeur des courants dérivés est du même ordre que l'erreur qu'on peut faire dans la mesure de leur intensité.

Dans ce cas, la perte de courant est insignifiante. Cette perte est un peu plus grande, mais elle est encore bien faible lorsque le séjour des conducteurs dans le sable est prolongé jusqu'à 3 ou 6 heures.

Pour les six essais figurant dans le tableau qui va suivre, nous avons encore aggravé les conditions d'expériences.

N° du film.	N° de l'essai.	Intensités initiales en amp. Courant			Intensités finales en amp. Courant			Durée du débit en ms.
		total.	partiel.	dérivé.	total.	partiel.	dérivé.	

Détonateurs A.

634	1	1,018	0,872	0,146	0,754	0,633	0,121	11,48
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

Détonateurs C.

633	2	1,080	0,985	0,095	1,018	0,944	0,074	6,6
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-----

Détonateurs A.

652	3	1,069	1,030	0,039	0,774	0,758	0,016	17,9
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	------

Détonateurs C.

650	4	1,035	1,018	0,017	0,965	0,965	0,000	4,5
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-----

Détonateurs A.

654	5	1,103	1,090	0,013	0,785	0,785	0,000	17,0
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	------

Détonateurs C.

653	6	1,082	1,079	0,003	1,034	1,030	0,004	4,1
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-----

Les essais 1 et 2 sont analogues aux précédents, sauf qu'il existe un défaut sur un des conducteurs de chaque détonateur et cela à mi-longueur de la partie enfouie dans le sable.

L'isolant était enlevé sur 20 m/m de longueur pour l'essai 1 et sur 10 m/m pour l'essai 2.

Enfin, le sable humide était remplacé par de l'eau pure (eau du réseau de distribution) pour les essais 3 et 4, par de l'eau saturée de sel de cuisine pour les essais 5 et 6.

Pour ces quatre essais, les conducteurs ont séjourné dans l'eau 1 h. 15 environ avant le tir.

Aucun des essais n'a donné lieu à des ratés.

Les essais avec isolement avarié sont ceux qui ont donné lieu aux déperditions les plus élevées, environ 0,1 ampère, supérieures par conséquent à l'erreur affectant les mesures effectuées sur les oscillogrammes.

Cependant, lorsque le débit de l'exploseur dans le circuit de détonateurs (courant total) est de 1 ampère au moins, cette déperdition est sans importance au point de vue de l'issue du tir.

Les pertes résultant de l'immersion des conducteurs dans l'eau salée ou non sont aussi sans conséquence; elles paraissent cependant plus élevées lorsque la couche extérieure de coton seule est imprégnée (détonateurs A).

Les résultats de nos mesures montrent que les courants de fuite s'amorçant à la partie des conducteurs noyée dans le bourrage sont peu importants et ne pourraient occasionner de ratés que dans le cas d'exploseurs nettement insuffisants.

Déperditions par les jonctions des fils de détonateurs.

Ces déperditions sont possibles lorsque les connexions entre les différents détonateurs de la série reposent sur le sol (ou la roche) humide.

Nous avons recherché leur ordre de grandeur en utilisant également l'auge en béton remplie de sable gorgé d'eau salée.

Les connexions étaient réalisées par 6 torsions complètes des extrémités dénudées des conducteurs.

Pour obtenir des contacts francs, nous avons enfoncé les connexions de 7 centimètres dans le sable humide.

Ainsi que nous l'avons dit précédemment, le rapprochement de deux points du circuit entre lesquels il existe une différence de tension électrique favorise l'amorçage des courants de fuite.

Dans la pratique, la disposition relative des connexions peut varier à l'infini.

Au cours de ces recherches, nous nous en sommes tenus à celles qui paraissaient les plus favorables aux déperditions.

A l'aide de l'oscillographe, nous avons enregistré comme précédemment, le courant total fourni par la source (batterie d'accumulateurs) le courant partiel (courant passant par la partie centrale du circuit) et la tension du réseau.

Nous indiquons ci-après les résultats obtenus pour différentes positions des connexions, que nous désignerons, pour plus de facilité, par les chiffres I, II, III, IV.

Les oscillogrammes sont analogues à celui de la figure 20.

Disposition I (figure 21).

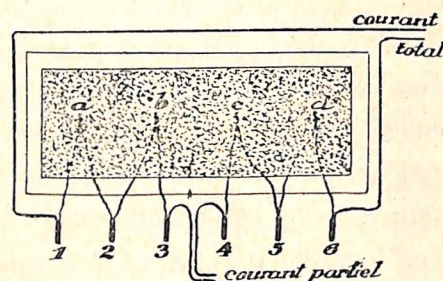


Fig. 21. — Etude des pertes possibles par les connexions.

6 détonateurs 1, 2, 6.

4 connexions a, b, c, d, enfoncées dans le sable et distantes de 20 centimètres.

La résistance ohmique de la partie du circuit comprise entre les connexions b et c est égale à la résistance de deux détonateurs augmentée de la résistance du circuit retournant vers l'oscillographe (1,49 ohms).

N° du film.	N° de l'essai.	Intensités initiales en amp. C o u r a n t			Intensités finales en amp. C o u r a n t			Durée du débit en ms.
		total.	partiel.	dérivé.	total.	partiel.	dérivé.	
Détonateurs A de 1,15 à 1,20 ohm.								
533	1	0,729	0,700	0,029	0,629	0,605	0,024	36,1
Détonateurs A de 1,45 à 1,50 ohm.								
527	2	0,995	0,824	0,171	0,780	0,621	0,159	32,2
526	3	1,510	1,055	0,255	0,928	0,760	0,168	18,9
Détonateurs C de 1,8 à 1,9 ohm.								
529	4	0,795	0,730	0,065	0,762	0,684	0,078	6,7
530	5	0,945	0,885	0,060	0,861	0,791	0,070	8,25
534	6	0,976	0,918	0,058	0,912	0,870	0,042	6,7

Pour tous ces essais, la teneur en eau du sable était de 15,8 %.

L'essai 1 seul a donné un raté; le détonateur 3 n'a pas explosé. Ce détonateur a reçu un courant dont l'intensité a diminué progressivement en 36,1 millisecondes, de 0,7 à 0,605 ampère.

L'examen des courbes d'inflammation des détonateurs A (voir p. 87 du Tome XXXV, 1934, des *Annales des Mines*) montre que pour de telles intensités, un raté est possible.

Disposition II (figure 22).

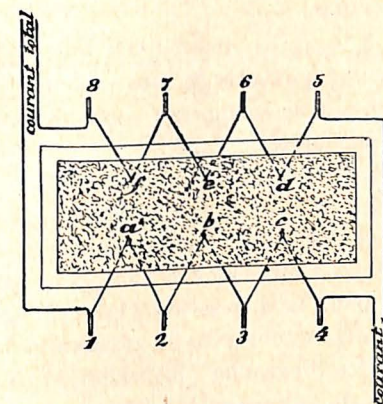


Fig. 22. — Autre disposition des connexions.

8 détonateurs 1, 2, 8.

6 connexions a, b, c, d, e, f, enfoncées dans le sable humide, à 25 centimètres l'une de l'autre sur deux lignes distantes de 20 centimètres.

Résistance ohmique de la partie du circuit comprise entre les ligatures c et d = résistance de 2 détonateurs + 1,49 ohm.

N° du film.	N° de l'essai.	Intensités initiales en amp.			Intensités finales en amp.			Durée du débit en ms.
		C o u r a n t			C o u r a n t			
		total.	partiel.	dérivé.	total.	partiel.	dérivé.	
Détonateurs A de 1,45 à 1,50 ohm. <i>(15,8 % d'eau dans le sable)</i>								
528	1	1,110	0,870	0,240	0,812	0,590	0,222	29,7
Détonateurs C de 1,8 à 1,9 ohm. <i>(15,8 % d'eau dans le sable)</i>								
531	2	0,845	0,700	0,145	0,762	0,637	0,125	7,4
Détonateurs A de 1,50 à 1,55 ohm. <i>(10,4 % d'eau dans le sable)</i>								
543	3	0,966	0,880	0,086	0,660	0,576	0,084	16,1
Détonateurs C de 1,7 à 1,8 ohm. <i>(10,4 % d'eau dans le sable)</i>								
544	4	0,984	0,881	0,103	0,881	0,796	0,085	7,2

L'essai n° 1 seul a donné un raté; les détonateurs 4 et 6 n'ont pas sauté. Ceci s'explique par l'examen des courbes d'inflammation de ces détonateurs.

Lors de l'essai 3, tous les détonateurs ont sauté alors que le courant partiel était à peu près le même pour l'essai 1.

Par hasard, le circuit ne comportait probablement que des détonateurs de même sensibilité.

Dans les dispositions I et II, la résistance ohmique comprise entre les connexions disposées symétriquement de part et d'autre du centre du circuit (connexions *b* et *c* pour la disposition I, connexions *c* et *d* pour la disposition II) était égale à deux fois la résistance d'un détonateur plus la résistance du circuit allant vers la boucle de l'oscillographe (1,49 ohm).

Au point de vue de la répartition des tensions dans le circuit, les conditions expérimentales correspondent sensiblement à un tir réel dans lequel trois détonateurs seraient disposés entre les connexions désignées ci-dessus, ce qui augmente l'importance du courant de fuite à cet endroit.

Pour les deux dispositions suivantes, nous avons modifié notre installation de telle sorte que la résistance ohmique comprise entre les deux mêmes connexions, soit sensiblement équivalente à la résistance d'un détonateur.

Disposition III (figure 23).

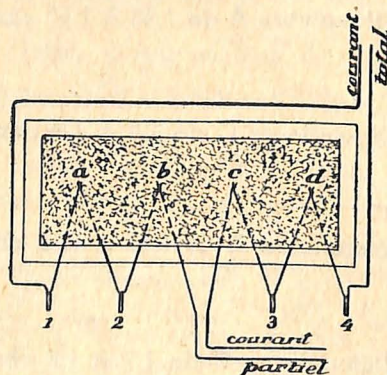


Fig. 23. — Troisième variante des connexions.

4 détonateurs 1, 2, 3 et 4.

4 connexions enfoncées dans le sable à 20 cm. l'une de l'autre. Résistance ohmique du circuit entre les connexions *b* et *c* = 1,71 ohm.

N° du film.	N° de l'essai.	Intensités initiales en amp. C o u r a n t			Intensités finales en amp. C o u r a n t			Durée du débit en ms.
		total.	partiel.	dérivé.	total.	partiel.	dérivé.	

Détonateurs A de 1.55 à 1.60 ohm.

535	1	1,015	0,985	0,030	0,745	0,729	0,016	12,1
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	------

Détonateurs C de 1.8 à 1.9 ohm.

542	2	1,000	0,950	0,050	0,932	0,900	0,032	6,5
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-----

Pour ces essais, la teneur en eau du sable était de 11.8 %.
Tous les détonateurs ont sauté.

Disposition IV (figure 24).

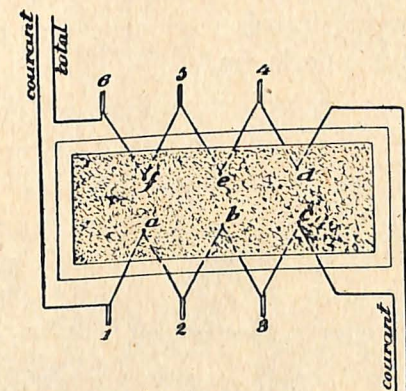


Fig. 24. — Quatrième disposition des connexions.

6 détonateurs 1, 2, 3, 6.

6 connexions *a, b, c, d, e, f*, enfoncées dans le sable humide à 25 centimètres l'une de l'autre en deux lignes distantes de 20 centimètres.

Résistance ohmique entre les ligatures *c* et *d* = 1,71 ohm.

N° du film.	N° de, l'essai.	Intensités initiales en amp.			Intensités finales en amp.			Durée du débit en ms.
		C o u r a n t			C o u r a n t			
		total.	partiel.	dérivé.	total.	partiel.	dérivé.	

Détonateurs A de 1.5 à 1.55 ohm.

538	1	1,017	0,950	0,067	0,712	0,660	0,052	12,5
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	------

Détonateurs C de 1.8 à 1.9 ohm.

541	2	1,000	0,949	0,051	0,900	0,848	0,052	6,5
-----	---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-----

La teneur en eau du sable est de 11,76 %. Tous les détonateurs de la série ont sauté.

Comme on peut en juger, les courants de fuite s'amorçant aux connexions peuvent devenir importants, lorsque les contacts avec le terrain sont franchement établis (1).

Les deux dispositions I et II sont celles qui ont donné les pertes de courant les plus élevées.

Il faut en rechercher la raison dans le fait que ces deux schémas conduisent aux différences de tension les plus élevées entre les connexions disposées symétriquement par rapport au centre du circuit.

On remarquera que, pour la plupart de nos expériences, le courant dérivé est plus élevé au début du passage du courant qu'à la fin.

La fuite de courant diminue donc au fur et à mesure que progressent les phénomènes d'inflammation dans l'amorce.

A priori, il semble que l'inverse devrait plutôt se produire, puisque la résistance du circuit augmente avec le passage du courant, amplifiant ainsi les différences de tension qui engendrent les courants de fuite.

Mais il ne faut pas perdre de vue qu'au contact des connexions, il se produit un phénomène d'électrolyse et, par conséquent, une oxydation qui oppose une résistance supplémentaire au passage des fuites.

Nos expériences montrent qu'il convient d'éviter autant que possible le contact des connexions avec les ter-

(1) MM. Tafanel, Dautriche, Durr et Perrin dans leur Note sur le tir électrique (voir *Annales des Mines de France*, 1^{er} et 2^e trimestres 1919) ont étudié l'influence des courants dérivés s'établissant entre les connexions par suite de l'humidité des terrains.

Ces expérimentateurs sont arrivés à la conclusion que les eaux souterraines ne sont en général pas assez conductrices pour favoriser des dérivations capables de causer des ratés. Nos essais sont un peu draconiens par la teneur en chlorure de sodium que nous avons adoptée.

rains humides. On réalise la chose soit en rassemblant en forme de pelote la portion restée libre des conducteurs, ce qui écarte les connexions du massif, soit en couvrant les ligatures d'une gaine de caoutchouc.

L'efficacité de ces mesures sera encore augmentée, si on prend soin d'éloigner l'une de l'autre les ligatures entre lesquelles sont compris plusieurs détonateurs groupés en série.

2. — Les déperditions dans les lignes.

La transmission du courant entre la source et le circuit de détonateurs se fait de façons diverses suivant la distance à franchir.

Lorsque celle-ci est faible, quelques dizaines de mètres par exemple, on utilise généralement du fil souple composé de 2 conducteurs isolés et torsadés.

Ce fil est déroulé immédiatement avant le tir et installé sans précaution spéciale sur le sol ou suspendu par des ligatures de fortune au soutènement.

En Belgique, le type le plus employé comporte deux conducteurs de cuivre de 0,8 m/m de diamètre, dont chacun est protégé par une gaine de caoutchouc entourée d'un tressage de coton imprégné d'asphalte. Le diamètre extérieur du fil isolé est de 2,2 à 2,4 m/m. La résistance ohmique de ce fil est de l'ordre de 7 ohms pour 100 mètres de ligne double (200 mètres de conducteur).

Par suite de la nature des matériaux entrant dans la composition de l'isolement, ce fil ne peut donner lieu à des déperditions de courant pourvu qu'on prenne soin d'éviter le contact des ligatures avec des objets métalliques ou avec les terrains ou les bois humides.

Nous en avons fait la vérification à l'aide d'une ligne de 1100 mètres de longueur, d'une résistance totale de 72,45 ohms. Cette ligne était suspendue à 1^m80 du sol, par les procédés les plus divers : à certains endroits, elle était tournée autour de piquets métalliques, à d'autres elle était supportée par des clous enfoncés soit dans des murs, soit dans des bois, ou des arbres.

A l'une des extrémités de la ligne, les deux conducteurs étaient libres; à l'autre, ils étaient connectés à une batterie de 80 volts.

A l'aide d'un ampèremètre inséré entre la batterie et la ligne, nous avons constaté l'existence, par temps de brouillard, d'une déperdition de 5 milliampères à travers l'isolant.

En utilisant en plus un second ampèremètre et une résistance de réglage, nous avons réalisé le schéma figure 25.

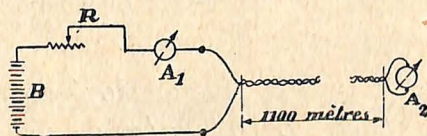


Fig. 25.

B = batterie.
R = résistance de réglage.
A¹ et A² = ampèremètres.

A l'aide de la résistance, nous avons fait varier l'intensité du courant circulant dans la ligne.

La différence entre les indications des deux ampèremètres, différence représentant la déperdition à travers l'isolant, est constamment égale à 5 milliampères pour des débits de la batterie compris entre 0,1 et 1,1 ampère.

Effets de la capacité d'une ligne de tir.

Nous interrompons ici l'exposé de nos recherches sur les déperditions de courant pour relater des expériences sur les effets de la capacité de notre ligne d'essai.

Lorsque l'extrémité des conducteurs sont libres et que les conditions hygrométriques de l'atmosphère ambiante sont favorables, la ligne forme un condensateur puisqu'elle comporte deux éléments conducteurs séparés par un isolant.

On peut se demander si la décharge de ce condensateur est capable ou non de provoquer une mise à feu inopinée lorsqu'on rattache les extrémités de la ligne au circuit de détonateurs.

Notons d'abord que la mise en charge de la ligne est possible avec certains explosifs mais pas avec tous.

Ces appareils sont pourvus, en effet, d'un dispositif de limitation de courant dont l'efficacité est basée sur l'un ou l'autre des principes suivants :

Ou bien le débit dans la ligne est suspendu à la fin de la manœuvre par une mise en court-circuit des deux bornes, ou bien le débit dans la ligne n'est que passager grâce à un jeu de contacts qui laissent l'une des bornes parfaitement isolée lorsque la manœuvre est terminée.

Dans le second cas seulement, il peut exister une charge sur la ligne.

Il suffit que le boutefeu ait actionné son explosif alors qu'il était connecté par ses deux bornes à l'une des extrémités de la ligne, l'autre extrémité étant libre et parfaitement isolée : la ligne peut se charger comme un condensateur; en insérant un détonateur à l'extrémité libre, le courant de décharge ne pourrait-il provoquer l'explosion de l'amorce?

Nous avons, avant tout, amélioré l'installation en utilisant comme supports des isolateurs en porcelaine.

Par temps sec, l'isolement était parfait. On pouvait en effet connecter la ligne pendant quelques secondes aux bornes d'un condensateur chargé, sans qu'il y ait décharge de celui-ci.

Par temps humide, il y avait décharge immédiate du condensateur.

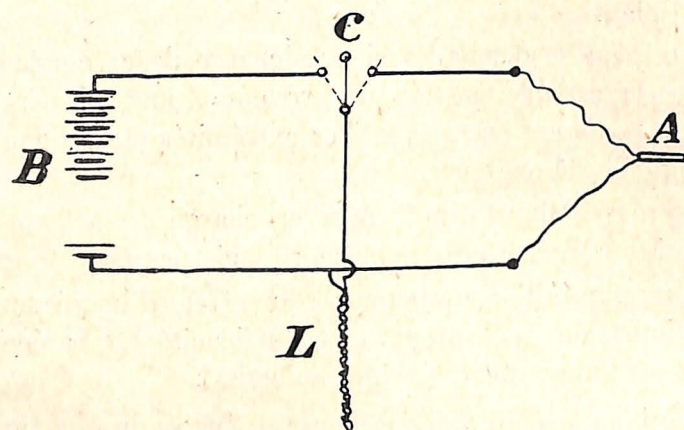


Fig. 26. — Recherche sur la capacité d'une ligne de tir.

C = commutateur.

B = ligne isolée de 1.100 m. de longueur.

A = amorce.

Nous avons réalisé alors le schéma figure 26.

La tension de la batterie était de 600 volts; elle était donc nettement supérieure à celle d'un fort explosif.

Le commutateur *c* permettait de charger d'abord la ligne (position gauche), puis de la décharger dans l'amorce (position droite). Nous avons ainsi envoyé une demi-douzaine de décharges dans l'amorce, sans pouvoir l'enflammer.

En remplaçant la ligne par un condensateur de 0,1 mi-

crofarad et en réduisant la tension appliquée à 380 volts, l'amorce sautait immédiatement.

On notera que la capacité de notre ligne était de beaucoup supérieure à celle formée par deux conducteurs nus supportés par des isolateurs et placés à une certaine distance l'un de l'autre.

On peut donc conclure qu'il est impossible de faire sauter un détonateur par la décharge d'une ligne de tir normale même très longue.

Cette conclusion ne serait peut-être plus vraie, si on utilisait pour la mise à feu un câble armé analogue à ceux employés pour la distribution de force motrice. Ces câbles présentent à la fois une forte capacité et une faible résistance ohmique, deux conditions favorables pour obtenir le maximum d'énergie utile à la décharge.

Nous n'envisagerons pas leur utilisation dont il n'existe d'ailleurs, à notre connaissance, aucun exemple en Belgique.

Lignes en conducteurs nus.

Pour les très longues lignes de tir atteignant par exemple plusieurs centaines de mètres, on emploie parfois des conducteurs nus en fer fixés par des clous au boisage ou, plus rarement, portés par des isolateurs.

Cette ligne part de l'endroit où se fait la mise à feu et s'arrête à quelque dix mètres des fourneaux. On la prolonge immédiatement avant le tir par des conducteurs généralement isolés et souvent torsadés.

La ligne en conducteurs nus présente l'avantage d'un examen facile et d'une prompte remise en état lorsqu'elle est avariée. Aussi maints exploitants se sont-ils ralliés à

ce procédé, notamment dans le cas des tirs d'ébranlement.

Pour cette raison, il nous a paru intéressant de consacrer une série d'essais à la mesure des déperditions dans les bois de mine, et cela dans les conditions les plus diverses d'hygrométrie.

Expériences sur bois secs.

Nous avons réalisé une ligne fictive constituée par deux fils de fer galvanisé de 1,2 m/m de diamètre, fixés par des clous sur des bois de chêne ayant séjourné cinq ans dans un dépôt parfaitement sec.

Ces bois, d'une longueur moyenne de 70 centimètres et d'un diamètre de 15 centimètres, étaient disposés, au nombre de dix, à 50 cm l'un de l'autre sur des lattes également de bois sec.

Nous avons recherché d'abord l'ordre de grandeur des courants de fuite de la ligne en appliquant à l'une des extrémités la tension d'une génératrice à courant continu.

Les appareils étaient disposés d'après le schéma figure 27.

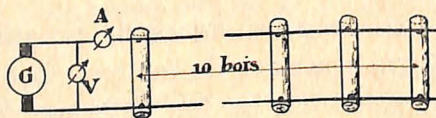


Fig. 27. — Schéma d'une ligne souterraine.

L'ampèremètre A mesurait la déperdition sous la tension fournie par la génératrice G et indiquée par le voltmètre V.

Pour une tension de 176 volts et une distance de 60 centimètres entre les fils, le courant de fuite par les bois est de $\frac{1}{2}$ milliampère; ce courant atteint 1 milliampère lorsqu'on réduit à 30 cm. la distance entre les fils.

Pour rendre nos conditions d'essai tout à fait conformes à la réalité, nous avons utilisé un puissant exploseur actionné par res-

sort et débitant dans la ligne un courant du même ordre de grandeur que les courants de tir.

La mesure du courant fourni par l'exploseur (courant total) et du courant arrivant à l'extrémité de la ligne (courant partiel) se faisait à l'oscillographe.

La figure 28 représente la disposition adoptée pour la réalisation de ces essais.

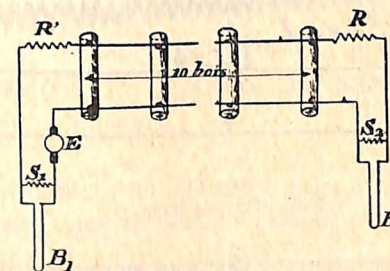


Fig. 28.

E = exploseur.

B1 = boucle de l'oscillographe mesurant le courant total.

B2 = boucle de l'oscillographe mesurant le courant partiel.

S1 et S2 = shunts réduisant le courant passant par les boucles de l'oscillographe.

R et R' = résistances métalliques.

Les deux fils représentent donc un tronçon de ligne de tir dont les section aval et amont sont figurées par les résistances R et R'.

Lorsque $R' = 0$, on obtient les conditions de tension et de déperdition correspondant dans une ligne réelle à l'origine du circuit de tir c'est-à-dire près de l'exploseur.

Lorsque $R =$ résistance des détonateurs, on réalise les pertes affectant la région terminale du circuit, c'est-à-dire près des détonateurs.

Nous avons relevé des oscillogrammes sur lesquels nous avons mesuré à l'échelle des intensités, la valeur des courants total et partiel d'abord au début du passage du courant puis à la fin des dix premiers millisecondes.

La figure 29 représente un de ces oscillogrammes.

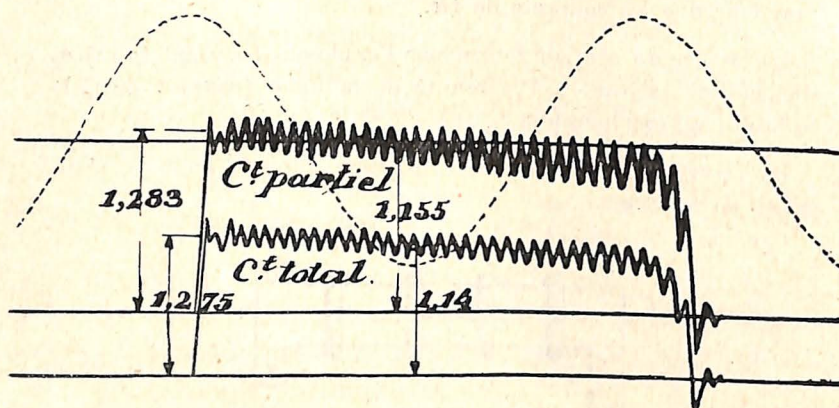


Fig. 29.
Film 669. — Essai 4.

Les résultats des mesures effectuées sur les oscillogrammes sont indiqués dans le tableau suivant :

N° du film.	N° de l'essai.	R en ohms.	R' en ohms.	Intensités initiales. Courant			Intensités après 10 ms. Courant		
				total.	partiel.	dérivé.	total.	partiel.	dérivé.
Distance des fils : 60 cm.									
674	1	34	152	1,220	1,220	—	1,103	1,110	—
672	2	169	0	1,310	1,318	—	1,207	1,210	—
673	3	186	0	1,240	1,220	0,020	1,120	1,128	—
Distance des fils : 30 cm.									
669	4	152	34	1,275	1,283	—	1,140	1,155	—

Les intensités indiquées ci-dessus ont donc été établies par des mesures effectuées sur les oscillogrammes.

On constate que le courant partiel est généralement supérieur au courant total. Cette anomalie est due au fait que le premier est enregistré avec une précision plus grande que le second à cause d'une différence d'échelle.

(1) La diminution d'intensité des courants total et partiel au cours de l'enregistrement est due à l'amortissement progressif de la vitesse de l'induit.

Conclusion. — La déperdition sur bois sec est donc inférieure à l'erreur affectant la valeur du courant dérivé soit 0,03 ampère.

Nous savons d'ailleurs par l'essai sous tension continue, que le courant de fuite est pour ainsi dire nul.

Expériences sur bois verts.

Nous avons procédé aux mêmes essais sur des bois identiques à ceux des expériences précédentes, sauf qu'ils provenaient du dépôt où ils avaient été débités quelques jours auparavant.

Les essais préalables sous tension continue nous ont donné les résultats figurant dans le tableau suivant :

Nombre de bois	Distance des fils en cm.	Tension appliquée en volts.	Courant de fuite en ampère.
6	30	109	0,06
12	30	108	0,14
6	60	108	0,05
6	60	188	0,07
12	30	190	0,30
12	60	182	0,18

Le courant de fuite croît lorsqu'on augmente la tension appliquée ou lorsqu'on rapproche les fils. Il est proportionnel évidemment au nombre de bois supportant la ligne.

Utilisant le même explosif à ressort et la même disposition que pour les essais sur bois secs, nous avons procédé à deux enregistrements oscillographiques des courants de fuite dans une ligne formée de deux fils de fer galvanisé parallèles et cloués sur douze bois.

Les oscillogrammes sont analogues à celui représenté à la figure 29.

Les renseignements tirés de ces enregistrements sont indiqués dans le tableau suivant :

N° du film.	N° de l'essai.	R en ohms.	R' en ohms.	Intensités initiales. C o u r a n t			Intensités après 10 ms. C o u r a n t		
				total.	partiel.	dérivé.	total.	partiel.	dérivé.
Distance des fils : 30 cm.									
655	1	172	8,5	1,500	1,080	0,420	1,355	1,015	0,335
Distance des fils : 60 cm.									
656	2	172	8,5	1,480	1,090	0,390	1,360	1,015	0,345

Conclusion. — Le courant de fuite atteint avec le bois vert, une valeur relativement élevée, variant de 23 à 33 % du débit de l'exploseur. Il ne varie guère avec la distance des fils.

Expériences sur bois humides.

Pour cette troisième série d'expériences, nous avons utilisé des bois présentant le maximum de conductibilité.

Ils étaient, quant aux dimensions, identiques à ceux des expériences précédentes, mais ils avaient séjourné pendant quatre jours dans de l'eau renfermant 16 % de chlorure de sodium.

Après ce traitement, nous avons constaté que l'imprégnation était superficielle seulement et que le cœur du bois était à peine humide.

Neuf bois de l'espèce ont servi de support à une ligne constituée comme les précédentes par deux fils galvanisés fixés par des clous.

L'application d'une tension continue à l'une des extrémités de la ligne a donné les résultats figurant dans le tableau suivant :

Nombre de bois	Distance des fils en cm.	Tension appliquée en volts.	Courant de fuite en ampère.
5	60	109	0,50
9	60	109	0,60
5	60	188	0,60
9	30	109	0,60

On voit que l'imprégnation par une eau conductrice, comme il en existe dans le fond, augmente considérablement la conductibilité du bois.

Les enregistrements oscillographiques effectués d'après le mode opératoire indiqué ci-avant, ont conduit aux constatations figurant dans le tableau ci-après :

N° du film.	N° de l'essai.	R en ohms.	R' en ohms.	Intensités initiales. C o u r a n t			Intensités après 10 ms. C o u r a n t		
				total.	partiel.	dérivé.	total.	partiel.	dérivé.
5 bois — fils à 30 cm.									
646	1	172	8,5	1,600	0,970	0,630	1,465	0,894	0,571
9 bois — fils à 30 cm.									
638	2	34	172	1,170	0,788	0,382	1,070	0,712	0,358
639	3	34	123	1,480	0,968	0,512	1,330	0,895	0,437
644	4	107	80	1,500	0,757	0,743	1,333	0,682	0,651
645	5	172	8,5	2,000	0,803	1,297	1,800	0,727	1,073
9 bois — fils à 60 cm.									
641	6	107	80	1,515	0,636	0,879	1,415	0,606	0,809
642	7	172	17	2,032	0,652	1,380	1,832	0,590	1,242
643	8	172	8,5	2,170	0,727	1,443	1,930	0,655	1,275
643bis	9	172	8,5	2,230	0,773	1,457	1,965	0,667	1,298

Conclusion. — Les bois humides ont une conductibilité telle qu'elle crée des courants de fuite dangereux, dont l'intensité, dans certains cas, est largement supérieure à celle du courant utile.

Nos conditions expérimentales correspondent cependant à celles possibles dans des tirs réels.

Supposons, par exemple, une série de 20 détonateurs de 1,7 ohm connectés à l'extrémité d'une ligne en conducteurs nus fixés à 30 centimètres l'un de l'autre sur des cadres fort humides, ceux-ci se trouvant au nombre de 9 à proximité du front de tir.

Conformément aux constatations des essais n°s 2 et 3, les courants de fuite seront respectivement de 0,382 et de 0,512 ampère pour des courants utiles de 0,788 et 0,968 ampère.

Soit maintenant le cas d'un tir d'ébranlement comportant 50 détonateurs à 1,7 ohm, connectés à des conducteurs nus d'une résistance de 10 ohms, par 100 mètres de ligne double, fixés à 30 centimètres de distance sur les cadres de boisage.

Si, à 200 mètres du front de tir, il y a 9 cadres humides, les courants de fuite seront ceux indiqués par l'essai 4. Pour un courant utile de 0,757 ampère dans la ligne, il y aura une fuite de 0,743 ampère par les bois.

Dans de telles conditions, on aura facilement des ratés malgré l'emploi d'un exploseur puissant.

C'est évidemment près de l'origine de la ligne de tir que la présence de cadres humides est la plus nuisible.

Ce cas correspond à ceux de nos essais pour lesquels la résistance R est très grande.

Pour parer aux inconvénients dus à l'humidité, il n'y a qu'un remède, c'est l'emploi de conducteurs isolés au caoutchouc.

Les contacts sur bois humides sont des causes importantes de déperdition à surveiller tout spécialement.

Ligne à conducteurs isolés et torsadés.

Reprenant le mode expérimental utilisé pour la mesure des dérivations dans les lignes à conducteurs nus, nous avons effectué la même recherche sur une ligne formée de deux conducteurs isolés au caoutchouc et torsadés, du type de celle qui nous a servi pour les essais de capacité.

Cette ligne longue de 100 mètres était fixée sur 31 bois humides disposés parallèlement sur le sol également humide.

La ligne dessinait 6 trajets aller et retour, comme indiqué au schéma de la figure 30

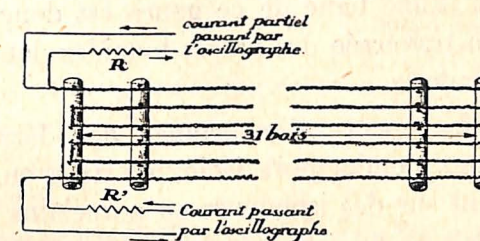


Fig. 30. — Circuit d'étude le plus favorable aux courants de fuite.

Dans chaque bois, 6 clous étaient enfoncés à 10 cm. l'un de l'autre; les deux conducteurs de la ligne étaient légèrement écartés à la rencontre des clous, de manière à embrasser ces clous.

Enfin, la ligne était restée immergée pendant dix-huit heures dans de l'eau salée à 16 % de sel.

Nous pensons avoir réalisé ainsi les conditions les plus favorables aux courants de fuite.

Les mesures à l'oscillographe nous ont donné les résultats suivants :

N° du film.	N° de l'essai.	R en ohms.	R' en ohms.	Intensités initiales.			Intensités après 10 ms.		
				C o u r a n t			C o u r a n t		
				total.	partiel.	dérivé.	total.	partiel.	dérivé.
685	1	99	72	1,275	1,250	0,045	1,172	1,117	0,055
680	2	171	0	1,310	1,200	0,110	1,210	1,110	0,100
681	5	161	0	1,360	1,250	0,130	1,225	1,150	0,095

En la comparant à celle figurant dans le tableau relatif aux conducteurs nus sur bois humides, on constate que l'importance des courants dérivés est fortement réduite par l'emploi de conducteurs sous caoutchouc, surtout si on tient compte de la longueur des lignes d'essai (10 mètres environ pour les conducteurs nus, 100 m. pour les conducteurs sous caoutchouc).

L'emploi d'une ligne de ce genre est donc tout indiqué pour la traversée des passes humides dans les tirs à grande distance.

On réduira encore l'importance des dérivations en utilisant deux conducteurs isolés et fixés au maximum d'écartement sur des isolateurs en porcelaine.

Evidemment, on perd tout le bénéfice de l'emploi d'une ligne isolée, lorsque l'isolant est avarié et que le conducteur touche directement des bois humides.

Voici trois cas d'avarie pour lesquels nous avons recherché les courants de fuite :

1^{er} cas : un des conducteurs mis localement à nu, touche directement un clou enfoncé dans un boisage humide. L'autre conducteur parfaitement isolé est enroulé autour du même clou.

2^e cas : Les deux conducteurs mis à nu sur 20 millimètres, touchent deux clous enfoncés à 30 centimètres de distance dans un boisage humide.

3^e cas : Les deux conducteurs, parfaitement isolés, sont enroulés autour d'un clou enfoncé dans un bois humide. A 7 centimètres du clou, les deux conducteurs sont mis à nu sur 20 millimètres, mais les sections dénudées sont écartées pour qu'il n'y ait pas contact direct entre elles.

Les essais ont été faits avec la ligne imprégnée d'humidité comme il est indiqué ci-dessus.

Nous avons trouvé les résultats suivants :

	R en ohms.	R' en ohms.	Intensités initiales.			Intensités après 10 ms.		
			C o u r a n t			C o u r a n t		
			total.	partiel.	dérivé.	total.	partiel.	dérivé.
1 ^{er} cas .	171	0	1,310	1,120	0,190	1,185	1,117	0,068
2 ^e cas .	171	0	1,455	1,244	0,211	1,322	1,106	0,216
3 ^e cas .	171	0	1,310	1,305	0,005	1,200	1,180	0,020

On voit que la dérivation est importante lorsque les sections avariées touchent des objets métalliques en contact avec des bois humides.

Résumé et conclusions générales sur les pertes en ligne.

Résumons ce qui a été dit concernant les dérivations de courant dans les circuits de tir.

1. — Pertes dans le circuit des amorces :

Les pertes par l'isolant protégeant les fils des détonateurs sont insignifiantes, même dans les conditions d'expérimentation les plus sévères.

Les dérivations par les connexions sont plus importantes.

Dans les cas les plus défavorables, elles ont atteint 0,25 ampère, alors que le courant débité par la source était supérieur à 1 ampère.

Dans un cas de l'espèce, on peut encore avoir des ratés de détonation malgré l'emploi d'un bon explosif.

Les chances de ratés seront les plus grandes lorsque la série sera composée de détonateurs dont les courbes d'inflammation s'aplatissent rapidement en dessous de 0,8 ampère.

Les détonateurs, disposés aux extrémités du circuit, exploseront alors avant que les amorces des autres détonateurs ne soient enflammées.

Des précautions élémentaires empêchent facilement les dérivations par les connexions.

2. — Pertes dans les lignes :

Beaucoup plus importants sont les courants de fuite par les lignes en galeries humides ; on pouvait le prévoir, étant donné les fortes tensions mises en jeu dès l'origine de la ligne, lorsque celle-ci est longue et qu'elle est connectée à une volée importante.

Ici, les mesures à prendre ne sont pas aussi simples, car, pour éviter des déperditions, il faut améliorer sérieusement l'isolement de la ligne par l'emploi de conducteurs sous caoutchouc portés par isolateurs.

L'utilisation de conducteurs isolés en cuivre, aura, de plus, pour effet de réduire les chutes ohmiques en ligne et, par conséquent, de diminuer les tensions nécessaires à l'origine de la ligne.

INSTITUT NATIONAL DES MINES A FRAMERIES-PATURAGES

RAPPORT SUR LES TRAVAUX DE 1935

ANNEXE II

L'Etude sur l'obtention de méthane par voie de fermentation

AVANT-PROPOS

Dans ces dernières années, d'assez nombreuses études ont traité de la transformation par voie biologique pure, ou par voies catalytique et biologique combinées de divers gaz techniques industriels :

- 1° gaz d'éclairage ;
- 2° gaz de fours à coke ;
- 3° gaz à l'eau.

Le but le plus fréquemment recherché est d'enlever l'oxyde de carbone, élément très toxique, et de le transformer en méthane en présence de l'hydrogène ; l'anhydride carbonique se combine aussi avec l'hydrogène pour donner du méthane.

Il nous a paru utile de donner d'abord un bref résumé des recherches publiées, avant d'exposer nos travaux de laboratoire. Ceux-ci se sont, en effet, inspirés de celles-là. Ils ont d'ailleurs un but plus modeste, la fabrication du méthane en partant des eaux résiduaires.

Nous envisagerons cette fabrication du CH_4 par simple fermentation de boues d'égout, avec ou sans addition de solutions nutritives des ferments. Par boues d'égout, il faut entendre des boues riches en matières organiques, de provenance ménagère, recueillies dans les bouches d'égout de ville.

Nous comptons dans la suite essayer l'épuration de notre gaz d'éclairage, par voie biologique seule, puis par voies biologique et catalytique combinées, pour enlever tout l'hydrogène et le transformer en CH_4 . On éliminera en même temps tout le CO .

L'absorption du CO_2 restant par la potasse donnera un gaz final très riche en CH_4 .

F.V.O. — G.N.

I. RECHERCHES PUBLIEES AU SUJET DE LA FORMATION DE CH_4 A PARTIR DE CO ET H_2 A L'AIDE DE BACTERIES

Notes tirées de : « Untersuchungen über die Bildung von Methan aus Kohlenoxyd und Wasserstoff durch Bacterien » (Recherches sur la formation de CH_4 , à partir de CO et de H_2 , à l'aide de bactéries). — R. LIESKE, F. HOFMANN. — « Brennstoff Chemie » du 1-6-30.

La réduction catalytique du CO par H_2 a été effectuée pour la première fois en 1902 par Sabatier et Senderens.

Les transformations analogues basées sur des actions biologiques pures sont bien moins connues. Le Hollandais Söhngen a montré, en 1910, qu'il existe des bactéries transformant le CO_2 et l' H_2 en CH_4 . Ces recherches ont été vérifiées et confirmées par Lieske et Hofmann. Les auteurs ont essayé, avec F. Fischer, de transformer le $(\text{CO} + \text{H}_2)$ en CH_4 . Ils ont obtenu un franc succès.

La question de la transformation biologique du $(\text{CO} + \text{H}_2)$ en CH_4 est très complexe. Pour faire les essais, les auteurs ont employé une méthode analogue à celle utilisée par Söhngen pour la réduction du CO_2 . On part de boues de décantation (Abwasserschlam) fermentescibles, riches en bactéries de nature très diverse.

Il convient de noter ici que les divers chercheurs, qui se sont occupés de la question, ont généralement opéré avec des boues fermentescibles, de provenance diverse, à teneur élevée en matières organiques de nature appropriée.

Söhngen ne s'est pas servi pour ses essais de boues fraîches, mais il a enrichi au préalable de vieilles boues en bactéries actives par addition de 2 % de formiate de Ca. Ces additions ne semblent cependant pas être indispensables.

Comme gaz d'essai, les auteurs ont employé, dans un cas, du CO pur provenant d'acide oxalique, qu'ils ont mis en présence de H_2 ; plus tard, ils ont utilisé du gaz de ville (gaz de cokeries) ou un gaz de synthèse spécial (Spaltgas) ou gaz de cracking.

Comme solution nutritive des ferments, on ajoute généralement aux cultures 0,05 % de K_2HPO_4 et 0,05 % de NH_4Cl . Si les cultures bactériennes contiennent des substances riches en matières organiques, l'addition des solutions nutritives devient superflue.

Les essais ont été effectués en partie dans des thermostats à 33°, et en partie à la température du laboratoire, de 16 à 25°.

A part quelques essais préliminaires faits en bouteilles de verre avec fermeture en caoutchouc et joints d'eau, tous les essais ont été effectués dans des vases en verre, à joints rodés et joints au mercure.

Pour les essais à grande échelle, on a utilisé des bouteilles en verre jusque 10 litres de capacité. Pour les essais de précision en série, on a utilisé des matras de 1.200 cc. de capacité.

La conversion de $(\text{CO} + \text{H}_2)$ en CH_4 est accompagnée d'une réduction des $3/4$ du volume gazeux primitif, dont on peut se rendre compte par une lecture manométrique.

La prise d'échantillon de gaz dans les récipients, se trouvant la plupart du temps sous forte dépression, se fait à l'aide d'une burette à Hg et d'un vase de niveau rempli de Hg.

Si la fermentation ne doit pas être poursuivie davantage, on peut encore faire la prise par déplacement avec de l'eau.

On a fait quelques essais préliminaires en présence de solution nutritive.

A titre d'exemple : Dans un matras en verre, de plus de 600 cc. de capacité, on a introduit 100 cc. de la solution nutritive ci-dessus ($\text{KH}_2\text{PO}_4 + \text{NH}_4\text{Cl}$) et des boues de fossés (Grabenschlam) ne fermentant plus et ne donnant plus de CH_4 .

Puis on a introduit 535 cc. de « Spaltgas » (ou gaz de cracking). Début de l'essai : 25-9-1929. Au 30 septembre, le volume de gaz était diminué de moitié et on a terminé l'essai.

Analyse du gaz.

	Le 25-9-29.	Le 30-9-29.
	%	%
CO ₂	0,6	0,2
O ₂	0,8	—
CO	20,0	17,0
H ₂	72,8	53,0
CH ₄	0,7	18,8
N ₂	5,8	11,0

Le rendement en CH₄, dans cet essai, ressort à 73 % du chiffre théorique.

Deuxième exemple : Des boues bien activées ont été introduites concurremment avec la solution nutritive dans un matras en verre en présence de 390 cc. de Spaltgas (gaz de cracking).

Analyses.

	Le 1-10-29.	Le 25-10-29.
	%	%
CO ₂	1,1	—
O ₂	0,5	—
CO	19,6	15,0
H ₂	71,8	19,0
CH ₄	1,2	47,8
N ₂	5,8	19,5

La quantité de (CO+CO₂) transformé en CH₄ en présence d'hydrogène a été de 97 % du chiffre théorique. Des essais analogues effectués en grand nombre ont donné des résultats concordants. Il est possible, dans les conditions expérimentales données, de combiner (CO+H₂) pour avoir CH₄.

Les boues fermentescibles vieilles et bien activées donnent pratiquement des résultats de transformation qui se rapprochent beaucoup des résultats théoriques.

Notons que certaines boues peuvent donner également du CH₄, par simple fermentation, sans intervention de CO et de H₂. Si on met en œuvre des boues, provenant des sources d'Ems (Emschbrünnen), le dégagement de CH₄ est considérable, dès l'origine. Il cesse cependant très vite et peut être complètement arrêté.

Les boues absorbent des quantités considérables de gaz, surtout H₂, ce qui est par exemple mis à profit pour l'élimination du H₂ du gaz de fermentation. Les boues fraîches donnent encore par fermentation du N₂.

Lorsqu'on n'opère pas avec du H₂ et du CO chimiquement pur, mais avec des mélanges gazeux techniques (gaz d'éclairage, Spaltgas ou gaz de cracking), il faut noter que le CO₂ est converti également en CH₄ en présence du H₂.

En plus, les boues contiennent des bactéries, qui oxydent du H₂ avec du O₂ contenu dans les gaz, formant ainsi de l'eau.

Il est aisé de démontrer que les bactéries des boues interviennent vraiment d'une manière active dans ces transformations, par des essais avec des boues stérilisées à l'aide d'un désinfectant.

Ces essais montrent qu'il est nécessaire d'avoir des bactéries spécifiquement déterminées pour réaliser les transformations gazeuses demandées.

L'absorption de H₂ constatée lors des essais doit, au moins partiellement, être attribuée à des causes purement chimiques ou physiques, car elle se poursuit également en milieu stérilisé.

Si d'une culture bactérienne bien activée, on enlève les boues par filtration et si on opère avec le filtrat clair ainsi obtenu, qui contient un grand nombre de bactéries, on ne constate presque pas ou fort peu de transformations gazeuses. La présence des boues exerce une action décisive sur le processus de transformation.

De nombreuses séries d'essais ont encore permis de constater que l'action favorable des boues fermentescibles ne repose pas, en ordre principal, sur leurs propriétés chimiques, mais sur leurs propriétés physiques, et notamment que la constitution colloïdale du milieu de culture bactérienne est d'importance primordiale sur le comportement de la réaction. Si on ajoute au filtrat provenant des boues, qui est peu ou pas actif, des substances présentant de grandes surfaces de réaction, par exemple différents charbons, du Kieselguhr ou des matériaux semblables, on favorise un peu la réaction, mais elle n'atteint pas toutefois, et de loin, le degré d'activité obtenu par des additions de boues.

Si, au contraire, on fait des additions de matières colloïdales de premier ordre, par exemple une solution à 0,01 % d'Agar, d'hydroxyde d'Al ou d'hydroxyde de Fe, on obtient les mêmes rendements en CH_4 que ceux obtenus avec des boues.

L'addition des substances colloïdales ne doit pas être très précise. Les essais ont été faits à une température moyenne de 20°.

Ils montrent que, quoique la solution nutritive, sans additions, contienne un grand nombre de bactéries actives, elle ne donne lieu qu'à une élimination de CO insignifiante.

CO et CO_2 sont éliminés complètement dans les fermentations avec de l'Agar, de l'hydroxyde de fer et d'aluminium, tandis que la culture avec addition de boues laisse encore une petite quantité de CO non transformé.

Les cultures bactériennes avec Agar, hydroxydes de fer et d' Al_2 donnent également de grands rendements en CH_4 , lorsqu'on les laisse reposer plus longtemps, et surtout lorsque l'essai avec le même substratum de culture est répété plusieurs fois.

Il ressort de ces essais que la présence des boues n'est pas indispensable aux réactions biologiques. D'autres substances colloïdales, organiques ou inorganiques, donnent les mêmes résultats.

Essais avec gaz d'éclairage.

Le gaz d'éclairage de la ville de Mühleim-Ruhr, provenant de fours à coke, a la composition approximative suivante :

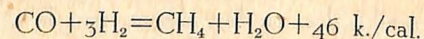
CO : 5,5 %, H_2 : 55 % et CH_4 : 23 %.

La transformation biologique de CO et de H_2 en CH_4 peut s'effectuer de la même manière que pour le Spaltgas ou gaz de cracking ci-dessus.

Plusieurs essais ont permis de constater la disparition totale du CO et du CO_2 , de même que la formation de CH_4 . Le second essai de la série a donné un rendement en CH_4 de 91 % du chiffre théorique.

Considérations théoriques.

La transformation biologique du système ($\text{CO} + \text{H}_2$) en CH_4 doit se passer, en réalité, suivant la réaction :



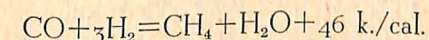
Cette réaction est exothermique. Les bactéries en question ne demandent, en dehors du CO, aucune autre source de C. Dans les

cultures avec additions de colloïdes inorganiques (hydrox. de fer, hydrox. d'Al), on a observé un bon dégagement de CH_4 et une transformation gazeuse complète. La présence de faibles quantités de matière organiques (par exemple formiates ou acétates) s'avère favorable. Des additions de quantités considérables de bonnes substances nutritives (par exemple des peptones) diminuent la transformation gazeuse. Les bactéries actives, elles-mêmes, sont analogues, au point de vue morphologique, au groupe des bactéries longues d'acide lactique (Plocamobacterien); ce sont des bâtonnets longs, quelquefois incomplètement colorables, sans spores. Les bactéries réductrices de CO décrites par les auteurs seraient proches parentes des bactéries décrites par Söhngen et qui réduisent le CO_2 .

En ce qui concerne l'importante question de la vitesse de réaction, notons que les essais en vases clos ont demandé encore 8 jours dans les cas favorables, avec des cultures bien activées. Il faut donc, pour réaliser des conditions pratiques acceptables, amener d'une manière continue le gaz à transformer au-dessus d'une culture appropriée. Les réactions en courant gazeux continu peuvent cependant se passer tout autrement qu'en vase clos, et notamment l'élimination du CO n'est pas aussi favorable.

Notes tirées de : « Theorie und Praxis der biologischen Leuchtgasentgiftung » (Théorie et pratique de la désintoxication biologique du gaz d'éclairage). — F. FISCHER, R. LIESKE et K. WENZER. — « Brennstoff Chemie », II, 452, 1930.

Comme indiqué plus haut, les réactions en vase clos s'accomplissent théoriquement d'après la formule :



Elles sont approximativement quantitatives, pour des cultures bien activées. Le CO et l' H_2 sont transformés complètement en CH_4 . Les gaz entrent dans le système d'échange de carbone des bactéries. Ils servent dans une certaine mesure de substances nutritives et les transformations opérées fournissent en partie la source d'énergie pour l'assimilation du C.

Au point de vue de l'action physiologique des solutions nutritives (Ernährungsphysiologie), on distingue deux groupes de bactéries ou ferments : les organismes autotrophes et hétérotrophes.

Les hétérotrophes doivent avoir des substances nutritives (Nährstoffe) très riches en énergie, par exemple des hydrates de C, des graisses et albumines.

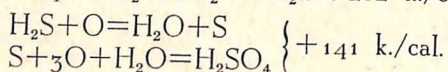
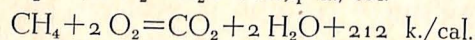
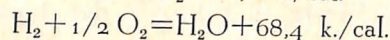
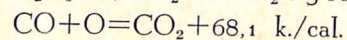
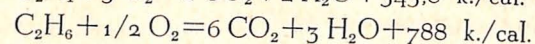
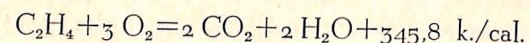
Les organismes autotrophes assimilent du CO_2 libre à l'aide d'une source d'énergie physique ou chimique.

Le processus de la désintoxication biologique du gaz d'éclairage apparaît peut-être, à première vue, comme très simple : le CO est réduit par l' H_2 en excès, en CH_4 . En pratique, il peut se passer encore un grand nombre de réactions secondaires parasites. Les boues fermentescibles employées comme substratum de bactéries sont susceptibles de produire les gaz suivants : CO_2 , H_2 , CH_4 , H_2S .

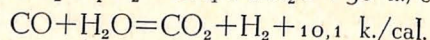
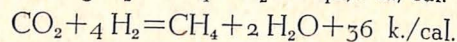
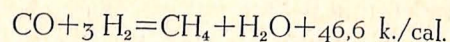
Soit un gaz d'éclairage (gaz de four à coke) de composition suivante :

CO_2 : 3,1 %, hydrocarbures lourds : 2,5 %, O_2 : 0,8 %, CO : 6,6 %, H_2 : 47 %, CH_4 : 22 %, N_2 : 17,8 %.

En présence de peu d' O_2 , nous pouvons avoir les processus d'oxydation biologiques suivants :



Réactions principales.



Ces dix différentes réactions gazeuses peuvent se produire dans la désintoxication biologique du gaz d'éclairage. Il est même probable qu'il y en ait d'autres encore, mais elles sont inconnues jusqu'à présent.

La température ainsi que le rapport CO/H_2 ont beaucoup d'importance. En général, le gaz d'éclairage ordinaire convient.

Les essais publiés jusqu'ici ont été effectués en vase clos.

On peut cependant rencontrer des divergences lorsqu'on opère en marche continue, par exemple avec des cultures fraîches; le CO primitif peut être doublé ou triplé par la fermentation au lieu de diminuer, à cause de quantités considérables de H_2 ou de CH_4 retenues d'une façon quelconque par les boues, et faussant notablement les résultats.

Des résultats satisfaisants ont été obtenus avec des boues fermentescibles de préférence bien fermentées, ne dégageant presque plus de CH_4 . Des boues très vieilles, sèches, ayant séjourné longtemps au contact de l'air, ne conviennent plus.

En marche continue, on dispose la masse de boues dans des tuyaux que traversent les gaz. Il convient d'éviter une trop forte compression. On peut employer des tubes en verre d'environ 7,5 cm. de diamètre et 130 cm. de longueur, disposés horizontalement et connectés aux deux extrémités à un matras en verre, qui permet de contrôler la vitesse de passage et de prélever un échantillon avant et après la réaction.

Naturellement, la pleine activité réactionnelle ne se manifeste pas dès le début du passage du gaz. La masse contient des quantités invraisemblables de bactéries les plus diverses, parmi lesquelles les bactéries utiles sont relativement peu nombreuses.

Ces dernières se développent cependant petit à petit, et toute la végétation bactérienne s'adapte aux transformations désirées.

Il est particulièrement important de débiter avec une vitesse de passage du courant gazeux très petite, sinon l'oxygène, continuellement amené, gêne le développement des bactéries anaérobies, importantes pour la transformation.

	Gaz avant la réaction.	Gaz après le passage par les tubes de réactions.	
		Essai n° 10.	Essai n° 12.
	%	%	%
CO_2	2,2	1,0	—
Hydroc. lourds	1,9	2,5	3,4
O_2	0,9	—	0,5
CO	5,4	—	—
H_2	54,8	46,3	48,1
CH_4	23,5	31,2	33,2
N_2	11,3	19,0	14,8

La contraction finale du volume gazeux est de 30 %. En vase clos, ces réactions durent au moins de 2 à 3 semaines, délai impossible à admettre dans la pratique.

En marche continue, les réactions s'opèrent beaucoup plus rapidement. Pour une température comprise entre 15 et 25°, on peut en moyenne, journellement, éliminer le CO d'un volume de gaz équivalent au triple du volume du laboratoire de réactions.

On devra chercher à augmenter encore davantage la vitesse de passage du courant gazeux, chose incontestablement possible entre certaines limites déterminées. On peut également augmenter la température pour activer la réaction.

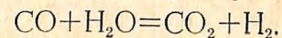
L'optimum de température pour la réduction normale du CO se trouve aux environs de 24-32°. Une élévation de t° diminue la vitesse de réaction, qui cesse totalement aux environs de 40°, pour recommencer ensuite à 55° C et donner un nouvel optimum de température vers 65° C.

Il est donc avéré que des bactéries thermophiles peuvent participer à ces transformations gazeuses. Il existe des bactéries, champignons et algues, qui se développent convenablement à 95° C, mais ne peuvent vivre à la température ordinaire.

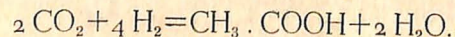
On est en état, à l'heure actuelle, d'éliminer totalement, à 25-30° C, le CO du gaz d'éclairage. Un réservoir de 50.000 m³ permet de neutraliser, au point de vue du CO, environ 150.000 m³ par jour. Mais des améliorations sont encore possibles en perfectionnant les appareils et en augmentant la vitesse de réaction.

Notes tirées de : « Nouvelles recherches concernant la neutralisation des propriétés toxiques du gaz d'éclairage et sa meilleure fabrication à partir du gaz à l'eau. » — F. FISCHER, R. LIESKE et K. WENZER. — « Biochem. Z. », 236, 247 (1931).

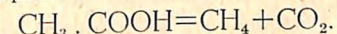
Le CO est transformé en présence d'eau par les boues renfermant des bactéries actives, en CO₂ et H₂, d'après la formule :



Cette réaction réussit également avec des solutions inorganiques nutritives. Le CO₂ et H₂ donneraient de l'acide acétique d'après l'équation :



L'acide acétique ainsi produit se décompose très facilement en présence de la masse colloïdale des boues fermentescibles en CO₂ et CH₄ d'après l'équation :



Le résultat final consiste donc dans la production de CH₄, à partir de CO et de CO₂, en présence de H₂.

Cent litres de boues fermentescibles ont permis d'éliminer le CO de 300 litres de gaz d'éclairage par jour.

Lorsqu'on maintenait la température du réservoir d'épuration à 65° C, de manière à permettre le développement de bactéries thermophiles, le rendement obtenu atteignait jusqu'à 1.5 m³ de gaz d'éclairage, purifié de son CO, par jour.

Le rapport entre le gaz purifié de son CO par jour et le volume de boues de décomposition ressortait à 3/1 dans le premier cas et à 15/1 dans le second cas. Lorsque ce rapport est plus grand, la transformation du CO en CH₄ n'est plus quantitative et il reste encore du CO dans le mélange gazeux final.

Il faut donc disposer de grandes chambres de réactions pour purifier de grandes quantités de gaz d'éclairage du CO, car la transformation biologique est lente.

On a constaté qu'après une 1/2 année à 3/4 d'année de service, la capacité réactionnelle des bactéries diminue, pour tendre vers zéro.

L'examen bactériologique des boues montre que les bactéries actives étaient éliminées des boues de réaction.

Recherches au sujet des variations de la vitesse de formation biologique du CH₄ à partir du CO et du CO₂, en présence de H₂.

Lorsque les boues sont très diluées avec de l'eau, la transformation du mélange (CO₂ + H₂)(1 : 4) en CH₄ s'achève très lentement, malgré la présence d'une quantité suffisante de bactéries.

Par une concentration progressive des boues de décomposition, il est possible d'accélérer notablement la transformation. Mais il est nécessaire de ne pas laisser descendre la teneur en eau des boues solides de décomposition en-dessous de 50 %.

Ces boues fermentescibles sont susceptibles, par des traitements répétés avec du mélange gazeux, de donner une masse de bactéries très actives.

L'aspect extérieur des boues fermentescibles montre l'évolution de la masse bactérienne.

Les sels d'acides gras, en particulier les acétates, accélèrent le développement des bactéries, en se réduisant eux-mêmes en CO_2 et CH_4 .

Une augmentation de la pression gazeuse n'accélère pas les réactions, bien au contraire. Lorsqu'on retourne à la pression atmosphérique, la culture bactérienne recommence à travailler comme auparavant.

Pour des pressions inférieures à 1 atmosphère (par exemple pour $1/3$ à $1/2$ atm.), les réactions ont la même vitesse que pour la pression ordinaire.

Dans toutes les recherches, il n'y a pas eu formation d'homologues supérieurs du CH_4 .

Etude comparative des vitesses de réaction des systèmes $(\text{CO}_2 + \text{H}_2)$ et $(\text{CO} + \text{H}_2)$.

On a trouvé que la transformation du système $(\text{CO}_2 + \text{H}_2)$ est beaucoup plus rapide que la transformation du système $(\text{CO} + \text{H}_2)$. Un litre de $(\text{CO}_2 + \text{H}_2)$ est transformé par 100 grammes de boues en 6 heures, dans les conditions les plus favorables, et en 24 heures, dans les conditions les moins favorables; 1 litre de $(\text{CO} + \text{H}_2)$ demande 48 heures pour sa transformation.

Cela peut être dû à la plus faible solubilité du CO dans l'eau, c'est-à-dire dans le plasma des cellules bactériennes.

Les transformations gazeuses (ou réactions) biologiques s'achèvent vraisemblablement dans le plasma des cellules bactériennes après la dissolution des gaz dans le plasma.

Etude des effets physiologiques de la dilution gazeuse sur les bactéries.

Il semble quelquefois que la dilution gazeuse n'exerce aucune influence sur la vitesse de transformation, car les contractions de volume qui se produisent avec des mélanges dilués sont aussi rapides que celles qui se manifestent pour des mélanges gazeux non dilués; quelquefois, elles sont même plus rapides. Cependant, ce n'est que lorsque la formation de CH_4 est devenue quantitative que les contractions deviennent comparables entre elles et peuvent servir de mesure.

On constate alors que les contractions, pour des masses gazeuses au repos, sont d'autant plus lentes que le mélange gazeux est plus dilué. Le produit de la transformation, le CH_4 , n'exerce aucune action physiologique sur les bactéries. La présence d'hydrocarbures saturés supérieurs, comme le pentane ou l'hexane, ne nuit pas davantage.

Il est tout à fait remarquable que, dans les essais, la dilution des mélanges gazeux actifs avec des gaz inertes diminue considérablement la vitesse de réaction, tandis que, d'un autre côté, cette vitesse n'est pas influencée par un abaissement de la pression du mélange pur de réaction. Une interprétation très exacte de ces phénomènes n'a pu encore être donnée.

Il s'avère que pour des variations de concentrations dans la phase gazeuse, la vitesse de transformation biologique du gaz ne se met au diapason que d'une manière progressive.

Les résultats de plusieurs essais permettent d'affirmer ce qui suit :

1°) Pour une quantité identique de boues fermentescibles, fraîches, l'accroissement de la vitesse de transformation du gaz de four à coke est plus lent que celui d'un mélange synthétique $(\text{CO} + \text{H}_2)$ dilué aux trois quarts.

2°) Les hydrocarbures lourds, encore présents dans les gaz de fours à coke, exercent un effet physiologique défavorable sur les bactéries.

3°) Le benzol et l'éthylène diminuent fortement la vitesse de transformation. Ce ralentissement était plus accentué pour le système $(\text{CO} + \text{H}_2)$ que pour $(\text{CO}_2 + \text{H}_2)$.

Le toluol aussi, mais à un degré moindre, ralentit la vitesse de réaction.

La naphthaline n'exerce plus aucune action, étant donné que sa tension de vapeur à la température ordinaire est bien trop faible.

Les auteurs ont fait ensuite une série d'essais avec des mélanges $(\text{CO} + \text{H}_2)$ (1 : 3) dilués aux trois quarts avec du CH_4 ou de l'azote. Ils ont fait d'autres essais avec un mélange gazeux de synthèse ressemblant au gaz de four à coke, mais sans hydrocarbures lourds.

Lorsque les cultures bactériennes transformaient le mélange gazeux avec une vitesse à peu près constante, on a travaillé avec ou sans addition de 2 % d'éthylène. Les résultats montrent que, d'une façon tout à fait générale, les additions d'éthylène exercent une action défavorable sur la vitesse de transformation, qu'ils ralentissent d'autant plus fortement que la durée « d'acclimatation » de la culture de bactéries au mélange $(\text{CO} + \text{H}_2)$, sans éthylène, a été

faible. Des cultures travaillant activement ne sont généralement entravées que très lentement par le C_2H_4 .

La transformation de gaz de fours à coke ne subit pas de ralentissement lorsque les hydrocarbures lourds sont préalablement éliminés à l'aide de charbon actif.

La transformation biologique du CO est neutralisée par l'empoisonnement des bactéries par les hydrocarbures lourds qui peuvent aller jusqu'à paralyser toute aptitude réactionnelle bactérienne.

Une culture bactérienne de boues fermentescibles bien développée n'est généralement plus susceptible de réaction après un passage de gaz d'éclairage pendant neuf mois.

Il résulte des essais que :

1°) On peut accroître la vitesse de réaction, d'une manière considérable, en diminuant de 50 % la teneur en eau des boues fermentescibles.

Une « activation » longue et systématique des cultures est extrêmement favorable. Des réactions, qui précédemment prenaient trois semaines, sont actuellement terminées en 6 heures;

2°) L'accroissement de pression des mélanges gazeux n'amène aucune accélération des réactions bactériennes. Les fortes pressions sont défavorables; pour 50 atmosphères, on ne constate plus de transformation;

3°) Une diminution de la pression ne provoque pas de ralentissement des réactions;

4°) La dilution des mélanges gazeux de réaction avec des gaz ne participant pas à la réaction donne, dans les essais au matras, une diminution de la vitesse de réaction;

5°) Les hydrocarbures lourds (éthylène, benzol) entravent la réaction biologique.

Recherches au sujet de la transformation biologique de courants gazeux de mélange $CO_2 + H_2$, passant dans les tubes renfermant des boues fermentescibles. Méthode mixte, catalytique et biologique, d'épuration du gaz.

On sait que, par pure voie catalytique, des mélanges de $(CO + H_2)$ et de vapeur d'eau peuvent être transformés aisément en mélanges $(CO_2 + H_2)$. Le CO_2 , obtenu catalytiquement à partir

de CO, se laisse transformer biologiquement d'une manière très avantageuse avec H_2 en CH_4 .

En combinant les deux méthodes, on peut arriver à des résultats techniques appréciables.

Prenons par exemple un gaz, analogue au gaz de four à coke. Transformons, catalytiquement, le CO qu'il renferme en CO_2 et H_2 , à l'aide de vapeur d'eau. La composition du gaz « converti » sera par exemple la suivante :

Environ : CO_2 : 7 %, H_2 : 55 %, CH_4 : 20 %, N_2 : 18 %.

Absence d'hydrocarbures lourds.

Dans un tuyau de 2 litres, avec des boues solides, une culture a été obtenue en 4 semaines environ, qui transformait 200 litres de gaz et plus par jour, et donnait du CH_4 d'une manière quantitative à partir du CO_2 et de H_2 .

La culture de bactéries doit être maintenue dans une étuve à une température entre 35 et 40° C. Il faut éliminer de temps en temps l'eau de réaction.

Une boue fermentescible très active deviendra noir foncé. Après quelques semaines déjà, elle prendra généralement la teinte grise. Il se développe souvent à sa surface des couches de bactéries blanches qui s'étendent sur de grandes surfaces. A proximité de l'entrée du gaz, il se développe, la plupart du temps, une colonie de champignons. Il en est de même aux endroits à pénurie d'oxygène; le champignon respire de l'oxygène et l'élimine du gaz. Les boues fermentescibles, qui à l'état frais ne dégagent pas de gaz, émettent, lorsqu'elles transforment des mélanges de CO_2 ou de CO et de H_2 , quelquefois de faibles quantités de N_2 , surtout lorsqu'une culture bactérienne bien activée se trouve pendant longtemps en contact avec un gaz inerte, en l'absence d' O_2 .

Si le gaz transformé a une mauvaise odeur par suite de composés sulfurés et autres produits de fermentation des boues, cette odeur se laisse éliminer par passage du gaz à travers une couche de charbon actif.

La vitesse de passage des mélanges à forte teneur en CO_2 doit être diminuée pour obtenir une transformation complète. Par exemple, on a examiné en détail un gaz à l'eau converti par catalyse $(CO + H_2O \rightarrow CO_2 + H_2)$ à 30 % de CO_2 et 60 % d' H_2 . Une certaine quantité de CO_2 , CO et H_2 sont absorbés, sans qu'il

se dégage la quantité correspondante de CH_4 . La formation du CH_4 est lente.

Si on fait passer ce gaz converti sur des boues de fermentation à une vitesse telle qu'il passe, par jour, un volume de gaz 40 fois supérieur au volume des boues, une certaine quantité de CO_2 , CO et H_2 sont absorbés, sans qu'il se dégage la quantité correspondante de CH_4 .

Si on réduit la vitesse de passage du gaz au tiers, il se forme du CH_4 en plus grande quantité; si on l'augmente, il reste encore de l' H_2 dans le gaz, indiquant que la quantité théoriquement possible de CO_2 et de H_2 n'est plus transformée.

Les résultats d'analyse montrent que les petites quantités de CO encore contenues dans les gaz sont éliminées, pour cette vitesse de passage, si les cultures sont bien travaillées, ou activées, et que ce CO est transformé, en tout ou en partie, en CH_4 .

Pour des teneurs élevées en CO dans les gaz, le gaz final contiendra encore du CO ; la transformation biologique, du CO_2 , est beaucoup plus aisée.

D'une façon tout à fait générale, on a pu constater que, pour un courant gazeux donné, les mélanges ($\text{CO}_2 + \text{H}_2$) se laissent transformer d'autant plus rapidement que les gaz entrant en réaction sont plus dilués, ce qui semble en contradiction avec les essais sur les gaz en repos. On ne saurait cependant conclure encore.

Le gaz de four à coke essayé avait la composition suivante :

CO_2 : 1,5 %, hydrocarbures lourds : 1,8 %, O_2 : 0,2 %, CO : 5,8 %, H_2 : 51,2 %, CH_4 : 24,2 % et N_2 : 15,5 %.

Il subit une contraction de 22,6 % par transformation quantitative du CO_2 et du CO avec H_2 , en CH_4 ; son pouvoir calorifique et sa densité augmentent. Les propriétés techniques combustibles sont changées.

Le processus biologique de la transformation du CO en CH_4 se compose de deux réactions partielles :

- 1°) la transformation du CO avec H_2O en CO_2 et H_2 ;
- 2°) la transformation du CO_2 avec H_2 en CH_4 .

Le volume, le pouvoir calorifique et la densité du gaz primitif ont changé. Le pouvoir calorifique subit une augmentation considérable, en même temps que le gaz devient plus lourd par le fait de ces transformations.

Méthode mixte catalytique et biologique d'épuration du gaz.

Conversion du gaz de four à coke dans un four à bloc d'Al contenant 50 cc. de catalyseur Fe—Cr, obtenu par fusion des nitrates et chauffage de la masse pour éliminer le NO_2 et la vapeur d'eau.

Le gaz de four à coke est saturé au préalable avec de la vapeur d'eau. La température du four est de 550° . Les 5,8 % de CO sont réduits à 0,5 % par transformation en CO_2 et H_2 . On fait passer le quart environ de ce gaz de four à coke converti à travers un tube à culture de boues de fermentation. Le système ($\text{CO}_2 + \text{H}_2$) donne du CH_4 .

En mélangeant le gaz biologiquement transformé et le reste du gaz de cokerie converti par catalyse, on obtient un gaz final à 50,4 % de H_2 par exemple, dont le pouvoir calorifique est augmenté et qui est vierge de CO .

Biologiquement, il est possible, en augmentant le volume de boues ou en utilisant des boues plus appropriées, d'épurer en CO jusqu'à 400 litres de gaz d'éclairage par jour.

Pour un gaz d'éclairage à teneur en CO plus élevée, les transformations purement biologiques sont encore plus caractéristiques.

Résultats des essais.

On peut éliminer le CO du gaz d'éclairage sans que son pouvoir calorifique ni sa densité ne soient modifiées de beaucoup.

D'après un procédé mis au point par W. J. Müller, on traite le gaz d'éclairage catalytiquement avec de la vapeur d'eau; on élimine le CO_2 par une solution de KOH . Le CO est remplacé par H_2 , qui ont tous deux à peu près le même pouvoir calorifique.

Le pouvoir calorifique demeure ainsi inchangé, mais la densité du gaz a diminué.

Le gaz de cokerie, vierge de CO_2 , a conservé approximativement son pouvoir calorifique, mais est devenu trop léger. On peut y laisser un peu de CO_2 , mais c'est au détriment du pouvoir calorifique. Lorsque la teneur en CO est faible, ces inconvénients ne sont pas aussi importants que pour un gaz d'éclairage à 15 % de CO .

Dans ce dernier cas, il y a forte diminution de la densité des gaz après élimination du CO_2 des gaz convertis.

Dans tous les cas, il est indiqué, pour améliorer le pouvoir calorifique, de transformer une partie du CO_2 et de H_2 en CH_4 par voie biologique.

Recherches sur les phénomènes de transformation du gaz à l'eau en gaz d'éclairage.

Le gaz à l'eau, de composition approximative suivante : 45 % de CO , 45 % d' H_2 , le reste étant du N_2 , CH_4 et CO_2 , possède un pouvoir calorifique d'environ 2.800 k./cal. Il peut être transformé en gaz d'éclairage de pouvoir calorifique égal à 4.000 k./cal. environ par voie biologique en vase clos, au contact d'une culture de boues fermentescibles. On obtient un gaz final qui, pour une contraction d'environ 50 %, se compose de CO_2 et de CH_4 dans le rapport de 1/1. La transformation est cependant très lente.

Des essais ont été effectués ensuite avec des courants gazeux en tubes contenant des boues fermentescibles.

Un tableau nous montre que 55 % environ du CO sont transformés en CO_2 et CH_4 et que les boues ont pris plus de H_2 qu'il n'était nécessaire à la transformation. Cette situation n'a pas changé pendant des semaines. A noter qu'il n'y avait pas d'accumulation d'eau dans les tuyaux de réaction, étant donné que la formation de CH_4 à partir de CO_2 et H_2 donne juste autant d'eau qu'il est requis pour la transformation du CO . Il faut que la teneur en eau du tube à réaction demeure à peu près constante.

La conversion biologique du gaz à l'eau donnera, dans tous les cas, que le CO soit transformé complètement ou non, un gaz contenant peu ou presque pas de H_2 , étant donné que la seconde réaction partielle (la transformation du CO_2 avec H_2) se fait toujours plus rapidement que la première réaction partielle (la transformation ou conversion catalytique du CO avec H_2O). Dans les cas extrêmes, nous avons disparition du CO et formation quantitative de CH_4 et de CO_2 avec certaines variantes.

On peut encore effectuer les deux réactions partielles séparément. A l'aide d'un catalyseur au Fe—Cr , on transforme CO , en présence d' H_2O , en $(\text{CO}_2 + \text{H}_2)$. On élimine une partie du CO_2 et on fait passer ensuite le gaz par le tube à boues fermentescibles où, à l'aide de bactéries, on produit la quantité de CH_4 nécessaire. Comme le gaz à l'eau ne renferme pas d'hydrocarbures lourds, il n'y a pas eu d'interférence avec l'aptitude réactionnelle des bactéries.

On fait passer à travers le tube à boues d'un litre, journellement, un volume de gaz équivalent à environ 50 fois le volume des boues de réaction : 77 % du CO_2 sont transformés.

Dans un tuyau à boues de 2 litres, on obtient, pour une même vitesse de courant gazeux, une transformation totale du CO_2 .

Par ces exemples, on voit donc qu'il est possible de transformer le gaz à l'eau en un mélange qui, par sa composition et par ses propriétés, peut servir de gaz d'éclairage.

En faisant varier la quantité de CO_2 enlevée et en changeant la quantité de gaz à transformer biologiquement, on peut faire varier *ad libitum* la composition du gaz final et, par le fait même, augmenter ou diminuer son pouvoir calorifique et sa densité.

De même que pour le gaz à l'eau, il est encore possible de convertir par cette méthode d'autres mélanges gazeux techniques de (CO—H_2) en mélanges similaires au gaz d'éclairage et pouvant être utilisés à cette fin.

II. RECHERCHES SUR L'OBTENTION DE METHANE PAR LA FERMENTATION DES BOUES D'EGOUTS (1)

Nos essais de laboratoire.

La première installation de clarification des eaux avec production de gaz est celle installée à Essen-Bellinghausen, où, depuis 1924, la totalité du gaz de décomposition est recueilli et travaillé.

Par la suite, 40 villes allemandes, possédant ensemble une population de 4,5 millions d'habitants, ont été dotées d'installations de production de gaz de boues. Huit villes, avec 2,1 millions d'habitants, emploient ces gaz pour la production de force motrice.

Le gaz de fermentation ou de décomposition contient, en moyenne, de 70 à 85 % de CH_4 , 9 à 30 % de CO_2 et 1,5 à 7,5 % d'azote, en même temps que des traces d'oxygène (d'après Oberingenieur Frans Fries, Essen, Gesundheits-Ingenieur, 1933, p. 533).

Le gaz dont se sert la station d'essais de Deme provient de l'installation de traitement des eaux résiduaires installée à Essen. Il ne renferme plus que 5 % de CO_2 environ lorsqu'il arrive à la station.

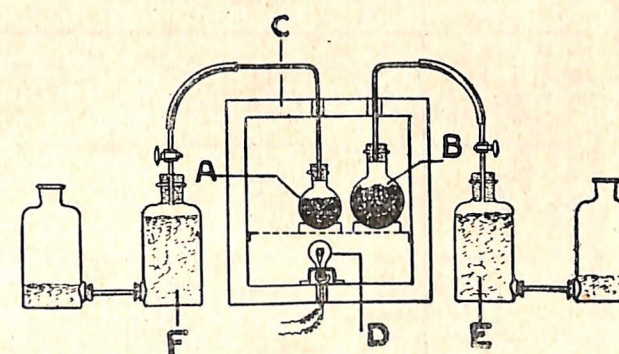
Comme il ressort des publications résumées dans la première partie de cette note, certaines bactéries interviennent efficacement dans l'épuration des eaux d'égouts et dans l'amélioration du gaz d'éclairage.

Nous avons étudié si, dans certaines conditions, les boues d'égouts n'étaient pas susceptibles de donner naissance à des bactéries qui provoqueraient une fermentation avec dégagement d'un gaz (méthane + CO_2).

(1) Par boues d'égout, il faut entendre des boues fermentescibles, de provenance ménagère, recueillies dans les bouches d'égout de ville. On emploie parfois l'expression « eaux usées ».

Nous donnons ci-dessous les résultats de nos essais. Nous avons opéré exclusivement sur des boues fermentescibles de ménage, recueillies dans les égouts de ville.

A) Appareillage.



Croquis I.

Appareil ayant servi aux premiers essais.

Description.

Les boues sont placées dans des ballons à large col A et B. Ceux-ci sont disposés dans une étuve C qui est chauffée au moyen d'une ampoule électrique D. Les ballons sont connectés à des flacons de niveau E et F remplis d'eau salée et qui servent à emmagasiner le gaz sous une certaine dépression réglable. La température est contrôlée au moyen d'un thermomètre.

B) Résultats.

N°	Provenance des boues de fermentation	Volume de boues en cc.	T° de fermentation	Date de mise en fermentation	Gaz recueilli et analysé			Remarques
					Date	cc. (env.)	o/o de gaz inflam. (déterm. par la limite d'inflammabilité).	
1	Boues d'égout A	750	28 à 32°	16.8.34	1.9.34	950	71,2	Assez bien de matières terreuses et de cendrées.
					8.9.34	950	68,8	
					15.9.34	600	67,2	
2	Boues d'égout B	750	28 à 32°	17.9.34	22.9.34	1000	65,2	Idem Une teneur plus forte en matières organiques serait avantageuse.
					29.9.34	850	62,0	
					6.10.34	350	61,7	
3	Boues d'égout C	750	28 à 50°	8.10.34	13.10.34	800	41,3	Boues renfermant beaucoup trop de matières organiques (d'origine fécale) forte odeur d'H ₂ S. Système du tout à l'égout
					20.10.34	475	39,1	
4	Boues d'égout C	750	28 à 50°	22.10.34	27.10.34	1000	60,1	Idem
					3.11.34	1000	57,4	
					10.11.34	800	57,2	
					17.11.34	350	57,1	
5	Boues d'égout A	750	28 à 50°	19.11.34	24.11.34	975	70,5	Trop peu de matières organiques. Assez bien de matières de nature terreuse et de cendrées
					1.12.34	950	69,4	
					8.12.34	800	69,1	
					15.12.34	400	68,0	

6	Boues d'égout D	750	28 à 50°	22.12.34	29.12.34	700	72,0	Boues noirâtres renfermant trop de matières organiques de nature fécale et sentant l'H ₂ S.
					5.1.35	800	69,7	
					12.1.35	450	68,7	
					23.1.35	250	63,4	
7	Boues d'égout A	750	28 à 30°	24.1.35	4.2.35	200	63,4	Vraisemblablement trop peu de mat. organ. et trop de matières terreuses.
					9.2.35	150	55,65	
					12.2.35	75	46,71	
8	Id.	500	32	13.2.35	23.2.35	175	35,7	Idem
					2.3.35	25	40,8	
					9.3.35	25	41,7	
9	Id.	750	32 à 35°	12.3.35	23.3.35	200	34,6	Analyse : CO ₂ = 6,43 O ₂ = 0,59 CH ₄ = 64,0 (p. la limite) reste (N ₂) = 28,98
					2.4.35	350	80,0	
					11.5.35	375	64,0	
10	Id.	750	38 à 45°	21.5.35	1.6.35	300	48,1	Résultats très satisfaisants. Au total 1425 cc de gaz ont été recueillis à une teneur moyenne en CH ₄ de 71,2 o/o
					11.6.35	425	80,0	
					25.6.35	450	80,0	
					6.7.35	250	64,0	
11	Boues d'égout D	750	35 à 40°	2.8.35	1425 cc			Trop de matières organiques d'origine fécale.
					6.8.35	350	37,42	
					9.8.35	300	35,3	
					13.8.35	300	30,2	

Provenance	No de l'essai	Volume des boues	T°	Date de la mise en marche	Gaz recueilli					
					Date	Volume en cc	Analyse			
							CO ² + H ² S	O ²	Gaz combust.	N ²
Boues d'égout A	12	250 cc.	env. 32° env. 32°	14.8.34 30.8.34	30.8.34 15.9.34	600 600	nd. (1) nd.	nd. nd.	35,5 40,0	nd. nd.
	13	250 cc.	20 à 32° 32 à 50° 32 à 50° 32°	16.9.34 13.10.34 1.11.34 20.11.34	12.10.34 30.10.34 20.11.34 14.12.34	1000 400 300 200	7,3 nd. 3,15 nd.	8,9 nd. 1,46 nd.	71,8 71,0 71,0 71,0	12,8 nd. 24,39 nd.
	14	250 cc.	32° 32°	15.12.34 11.1.35	11.1.35 20.1.35	1250 150	20,60 nd.	0,49 nd.	71,31 73,56	7,60 nd.
	15	250 cc.	32° 32° 35°	23.1.35 31.1.35 5.2.35	31.1.35 4.2.35 11.2.35	70 75 150	nd. nd. nd.	nd. nd. nd.	néant nd. 56,63	nd. nd. nd.
	16	250 cc.	30°	13.2.35	4.3.35	30	nd.	nd.	nd.	nd.
	17	250 cc.	32°	5.3.35	12.3.35	20	nd.	nd.	nd.	nd.
	18	250 cc.	35° 35°	12.3.35 8.4.35	8.4.35 6.5.35	300 1000	11,64 7,86	0,51 1,17	80,00 83,00	7,85 8,97

(1) nd = non déterminé.

(1) nd = non déterminé.

Observations :

Essai 12 : le bouchon fuit, ce qui explique la faible teneur observée. — Sauf indication contraire, le gaz combustible a été déterminé par la limite d'inflammabilité et calculé comme CH₄.

Essai 14 : analyse complète qui indique que seul le méthane est présent dans le gaz combustible.

Essai 15 : dégagement très lent — l'odeur du gaz est fétide — boues trop chargées de matières fécales.

Essai 15 : forte augmentation du volume des boues et les canalisations sont remplies d'eau fétide — on vide les tuyaux et on remet en marche.

Essai 15 : ces boues ne donnent pas de bons résultats.

Essai 16 : ces boues ne conviennent pas — elles sont trop chargées de cendres.

Essai 17 : boues encore trop cendreuses.

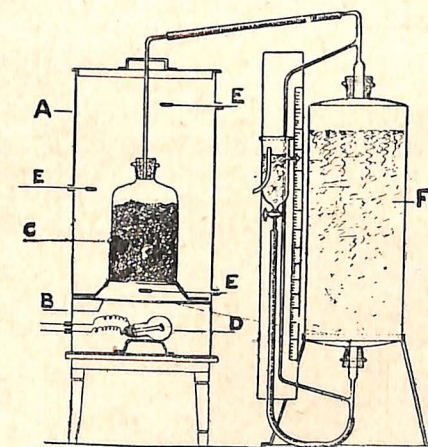
Un des derniers essais obtenus avec les boues d'égout A a donné, en 5 semaines, 6.500 cc. de gaz, de composition moyenne suivante :

CH₄ : 70 %, CO₂ : 19 %, N₂ : 11 %.

Après élimination du CO₂, nous obtenons 5.265 cc. de gaz à 86,42 % de CH₄ et 13,58 % de N₂.

A partir de ce moment, nous mettons en œuvre environ 4 litres de boues. Nous donnons ci-dessous la description de l'appareil employé et les résultats obtenus.

A) Appareillage.



Croquis II.

**Deuxième appareil actuellement en service
pour les essais à plus grande échelle.**

Description.

L'appareil se compose d'un récipient cylindrique A en tôle, muni à une hauteur de 15 cm, environ d'un disque en tôle perforée B.

Ce disque supporte le flacon C rempli de boues. Trois thermomètres E permettent de contrôler la température à la partie inférieure, supérieure et au centre.

Le flacon, fermé d'un bouchon muni d'un tube en verre, est en communication avec un gazomètre F rempli d'eau.

L'appareil est chauffé au moyen de l'ampoule électrique D.

(Voir les résultats à la page suivante.)

B) Résultats.

Provenance	Vol. des boues	T°	Date de la mise en marche	Gaz recueilli						Observations		
				Date	Volume en litres	CO ² + H ² S	O ²	CH ⁴	N ²			
Boues d'égout A	4 litres	30°	8.7.35	11.7.35	1,250	nd.	nd.	47	nd.	(A)		
		32°	11.7.35	13.7.35	2,750							
		34°	13.7.35	14.7.35	1,000							
		34°	14.7.35	15.7.35	1,750							
		33°	15.7.35	16.7.35	2,500							
		32,5°	16.7.35	17.7.35	3,000							
		31°	17.7.35	18.7.35	3,500							
		29,5°	18.7.35	19.7.35	3,750							
		29°	19.7.35	20.7.35	4,500							
		28°	20.7.35	23.7.35	5,250							
		30°	23.7.35	24.7.35	5,875							
		31°	24.7.35	25.7.35	6,500							
		32°	26.7.35	20.8.35	13,125							
		32°	20.8.35	1.9.35	30,000							
			31.900	30°	26.10.35	28.10.35	0,750	nd.	nd.	57,13	nd.	(C)
				31°	28.10.35	29.10.35	1,250					
				31°	29.10.35	5.11.35	6,500					
27°	5.11.35			7.11.35	2,500							
35°	7.11.35			8.11.35	3,500							
31°	8.11.35			9.11.35	4,625							
25°	9.11.35			12.11.35	7,775							
30°	12.11.35			13.11.35	9,500							
31°	13.11.35			14.11.35	12,000							
33°	14.11.35			15.11.35	13,500							
33°	15.11.35			16.11.35	15,750							
26,5°	16.11.35			18.11.35	18,000							
29°	18.11.35			19.11.35	20,000							
30°	19.11.35			20.11.35	22,500							
31°	20.11.35			21.11.35	25,000							
30°	21.11.35			22.11.35	27,250							
30°	22.11.35			23.11.35	29,250							
				23.11.35 à 18 h.	> 30 l.	15,88	0,47	82,42	1,23	(D)		
Nous avons laissé continuer la fermentation :												
		26,5°	1.12.35	6.12.35	4,750	(E)						

Observations relatives au dernier tableau :

- (A) Nous enlevons cette première fraction contenant de l'air déplacé.
 (B) Lorsque nous avons analysé ce gaz, le 1-9-35, par la limite, il y avait 80 % de gaz combustible calculé en CH_4 . — Appelés par d'autres travaux, nous avons repris ce gaz le 23-10-35, en vue de l'analyse. Un titrage rapide n'indique plus que 24 % de CH_4 . Nous constatons que l'appareil avait été accidentellement déconnecté. Nous n'avons pas continué l'analyse.
 (C) Pour le même motif que cité en (A) nous éliminons cette fraction.
 (D) Analyse complète.
 (E) L'appareil ayant été accidentellement déconnecté, l'essai a été interrompu.

Conclusions.

L'examen des tableaux montre quelques résultats intéressants, notamment les essais n° 10, 13, 14 et 18, ainsi que les deux essais faits sur de plus grandes quantités de boues.

Nos résultats se rapprochent fortement de ceux publiés dans la première partie de cette note, puisque le CO_2 oscille entre 20 et 7 %, le CH_4 entre 71 et 83 %, l' N_2 entre 1 et 9 %. L'oxygène intervient généralement pour 0,5 à 1 %. L'élimination, facile, du CO_2 donnera un gaz très riche en CH_4 .

Dans les deux cas où nous avons fait une analyse complète par combustion du gaz dans un tube en Pt, le gaz combustible était du CH_4 pur. Il est à présumer que, pour les échantillons vierges de matières fécales, le gaz combustible était également du CH_4 pur.

Nous avons pu constater qu'en présence de matières organiques fécales, le ferment spécifique ne semble pas se développer rapidement. L' H_2S comme l'ammoniaque lui sont nuisibles. Le gaz recueilli n'a pas d'odeur désagréable et ne sent pas l' H_2S , sauf dans les cas stipulés. Les boues elles-mêmes après fermentation n'ont pas d'odeur désagréable et sont beaucoup plus noires.

La température semble jouer un rôle important et doit rester entre certaines limites (30 à 35°). Quand les températures sont de l'ordre de 45 à 50°, les débits de gaz sont moins abondants et cessent rapidement.

Cette première série d'essais avait pour but d'étudier la possibilité d'obtenir du méthane par fermentation des boues d'égouts.

Les résultats de nos essais, qui sont encourageants, montrent qu'il existe un ferment capable de donner du CH_4 à partir de certaines boues, dans certaines conditions.

Il nous restera à rechercher les conditions vitales de ce ferment et à étudier la possibilité d'augmenter le rendement des boues en CH_4 obtenu par simple fermentation, pour un volume donné de ces boues, grâce à l'intervention de certaines substances nutritives spécifiques des ferments en cause.

Nous nous proposons également d'étudier la transformation de notre gaz d'éclairage par cultures bactériennes en vue de l'élimination de l' H_2 et du CO qu'il contient et de leur transformation en CH_4 , seul gaz intéressant pour nous.

Il nous a paru intéressant de publier ces quelques résultats, sans pour cela attacher à cette note plus d'importance que le but que nous nous étions assigné.

F. V. O. - N. G.

Pâturages, le 2-5-1936.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Franz Fischer, R. Lieske, u. K. Wenzer : *Brennstoff Chemie*, II, 452, 1930.
 Franz Fischer : *Brennstoff Chemie*, II, 489, 1930.
 Franz Fischer, O. Roelen, W. Feiszt : *Brennstoff Chemie*, 13,461, 1932.
 Franz Fischer u. R. Dilthey : *Brennstoff Chemie*, 9,138, 1928.
 Franz Fischer, R. Lieske u. K. Wenzer : *Biochim.*, Z. 236, 247, 1931.

INSTITUT NATIONAL DES MINES
FRAMERIES-PATURAGES

RAPPORT SUR LES TRAVAUX DE 1935

ANNEXE III

L'Adsorption du méthane par les houilles sous pression élevée

PAR

LOUIS COPPENS,

Docteur en Sciences,
Attaché à l'Institut.

Dans nos travaux antérieurs, nous avons été amené à admettre que les gaz libérés au cours des divers stades de la fossilisation sont retenus dans les couches de houille par voie d'adsorption. Dans un très prochain mémoire, basé sur des expériences actuellement en voie d'achèvement, nous montrerons que cette manière de voir est des plus fondées (1).

Quelle que soit d'ailleurs la cause profonde de la fixation du méthane par les houilles, nous savons, et c'est là un fait expérimental, que la masse de méthane que peut fixer une houille donnée est une fonction croissante de son degré d'évolution (2). Le diagramme de la figure 1 rappelle cette loi.

Le rôle de la nature de la houille étant ainsi mis en évidence, nous avons abordé, au cours de cet exercice, l'étude des autres facteurs qui régissent les équilibres du système méthane-houille : ce sont la température, la pression et aussi l'eau retenue par le combustible.

(1) L'étude à laquelle nous faisons allusion comporte une longue série d'expériences sur la fixation de divers gaz par un anthracite, un charbon actif et de la poudre de verre.

(2) *Bulletin de la Société Chimique de Belgique*, T. 44, 1935, pp. 215-248. — *Annales des Mines de Belgique*, 1934, T. XXXV, 1^{re} livraison, pp. 107-150.

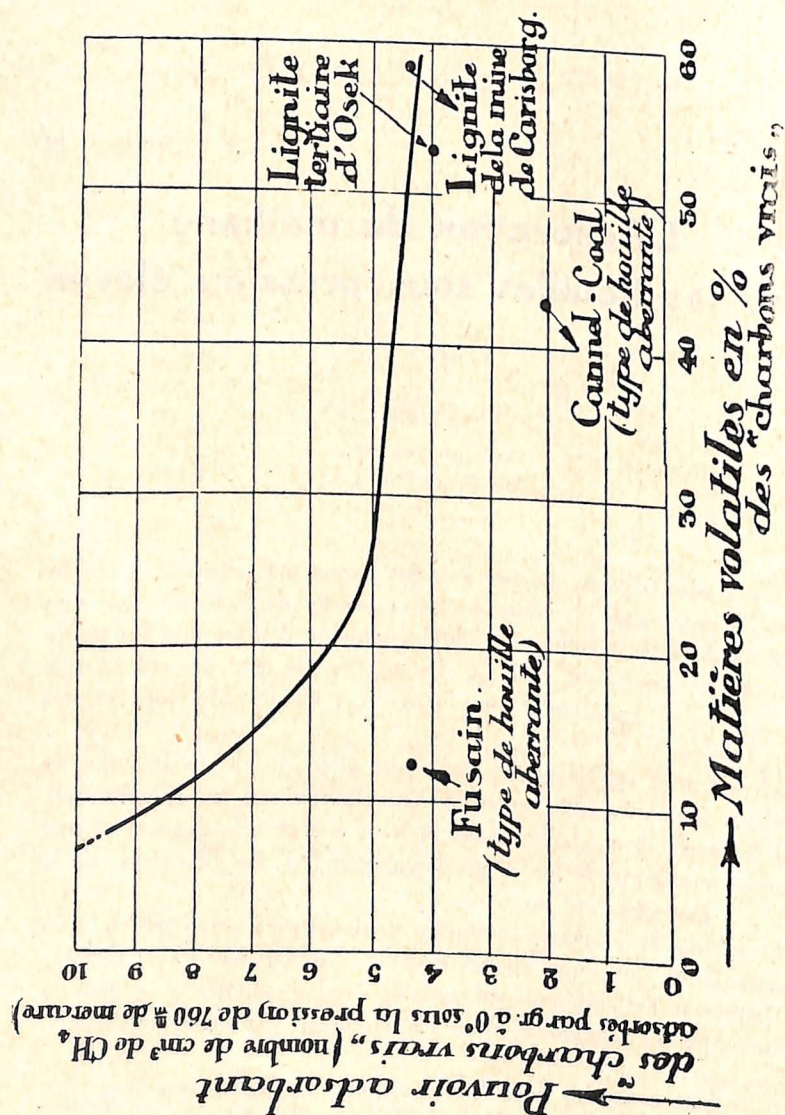


Fig. 1. — Diagramme montrant les variations du pouvoir adsorbant en fonction des matières volatiles.

Nous avons ainsi effectué une série d'essais sous des pressions atteignant 190 atmosphères. Quelque incomplet que soit ce travail dans son état actuel, des indications importantes s'en dégagent dès maintenant. C'est ce qui nous a décidé d'en publier ici les premiers résultats.

D'autre part, comme nos expériences sont en désaccord avec les résultats d'une étude publiée récemment (1), nous reproduisons en détail nos données expérimentales, même au risque d'allonger le texte, de manière à ce que le lecteur ait tous renseignements utiles sur nos essais.

Pour plus de clarté, nous donnons ci-dessous la division de cette note :

Première Partie : MODE OPERATOIRE.

1. Description de l'appareil d'adsorption.
2. Mode opératoire.
3. Exemple numérique d'une détermination.

Seconde Partie : RESULTATS EXPERIMENTAUX.

Troisième Partie : EXAMEN DES RESULTATS EXPERIMENTAUX.

1. Précision des résultats.
2. Forme des isothermes expérimentales et nécessité d'apporter des corrections aux résultats expérimentaux.
3. Calcul de la densité de la couche adsorbée à 20°.
4. Les isothermes corrigées.

CONCLUSION.

(1) Et. Audibert : « Sur le mode de gisement du méthane dans la houille ». *Annales des Mines*, II^e livr. de 1935, pp. 225-257. Ce mémoire a été présenté au Congrès des Mines de Paris d'octobre 1935.

PREMIERE PARTIE

MODE OPERATOIRE

§ 1. — Description de l'appareil.

L'appareil d'adsorption comprend essentiellement une bombe en acier spécial d'environ 100 cm³, A, représentée avec ses détails à la figure 2.

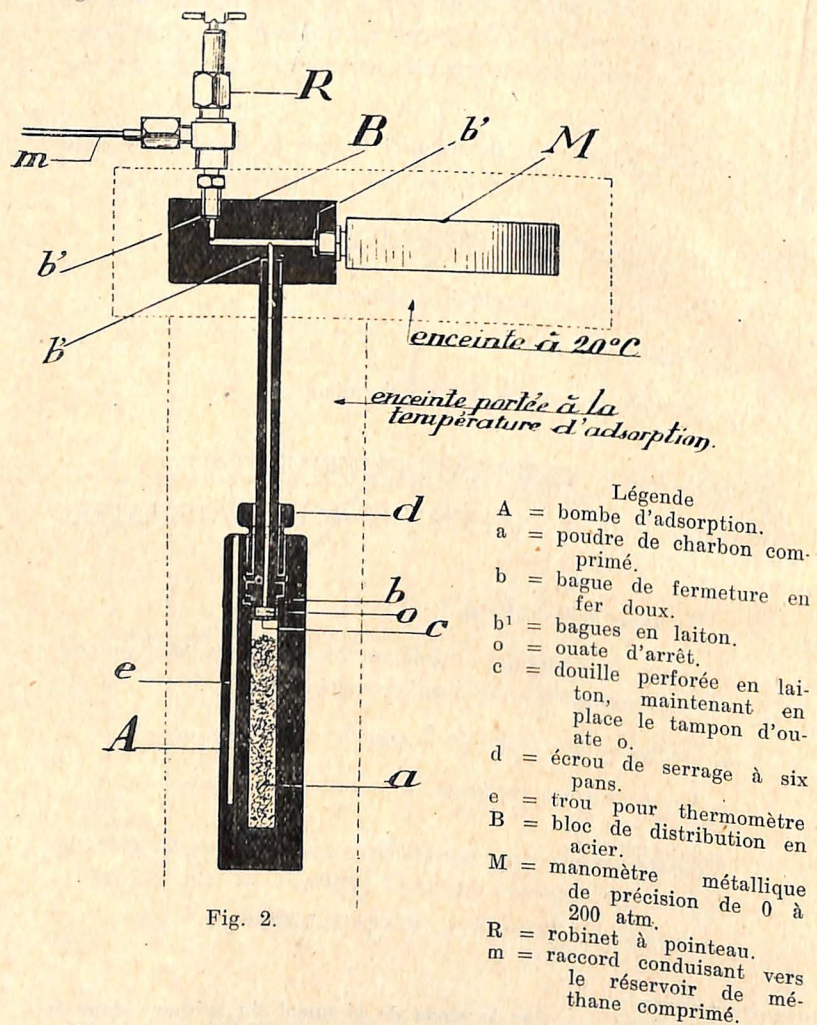


Fig. 2.

Une fermeture très étanche est obtenue à l'aide d'une bague en fer doux *b*. Le col de la bombe est vissé dans un bloc en acier *B*.

muni de canalisations qui mettent la bombe en communication avec un manomètre de précision *M* et un robinet à pointeau *R*. Un raccord *m* s'adapte à ce robinet et permet de relier le dispositif à un réservoir de méthane comprimé (1).

D'autre part, la bombe peut être reliée à un appareil d'extraction dont la figure 3 donne la représentation schématique. La jonction du raccord métallique *m'* avec les canalisations en verre se fait à l'aide d'un simple joint en caoutchouc immergé dans du mercure.

L'appareil d'extraction comprend :

Un manomètre *M'*;

Un condenseur *C* qui, refroidi vers -70° , retiendra l'eau du charbon;

Une série d'ampoules $f_1, f_2, f_3, \dots, f_n$, dans lesquelles on peut laisser distiller l'eau, arrêtée d'abord dans le condenseur *C*. Ces ampoules peuvent être enlevées au chalumeau. La comparaison de leur poids, avant et après dessiccation, rend possible la détermination de l'eau retenue par le charbon;

Un réservoir en verre *J*, dont le volume (1.282,7 cm³) a été soigneusement déterminé. Il permet la lecture précise des volumes de méthane extraits du charbon pendant les opérations. Les lectures se font sous la pression atmosphérique du moment; le manomètre *M'* en facilite le réglage précis. La jauge est immergée dans un bain d'eau dont la température est rendue uniforme par agitation. Au robinet r_3 fait suite un dispositif, non représenté à la figure 3, permettant de faire le vide complet dans la jauge et aussi dans tout l'appareil d'extraction : ce dispositif comprend une pompe à huile réalisant d'abord un vide sommaire et un condenseur à silice qui, refroidi vers -180° , permet ensuite d'obtenir et de maintenir un vide très poussé. Une trompe à mercure *tr*, représentée schématiquement à la figure 3, permet également de soutirer les gaz de l'appareil.

Faisons encore remarquer que le manomètre métallique *M*, le bloc *B* et une partie bien déterminée du col de la bombe d'adsorption sont toujours maintenus à 20° , tandis que la bombe elle-même et l'autre partie du col peuvent être portées aux différentes températures d'expérimentation désirées (pointillés des fig. 2 et 3).

La photographie de la figure 4 montre l'ensemble de l'installation.

(1) Le méthane est préparé par distillation fractionnée d'un gaz de cokerie déjà enrichi en CH₄ au cours de la fabrication. Le méthane pur obtenu par fractionnement est ensuite liquéfié dans une bombe en acier, refroidie à -183° . Cette bombe revenant à la température ordinaire fournit alors une réserve de CH₄ sous une pression réglée à volonté d'après l'importance de la masse liquéfiée.

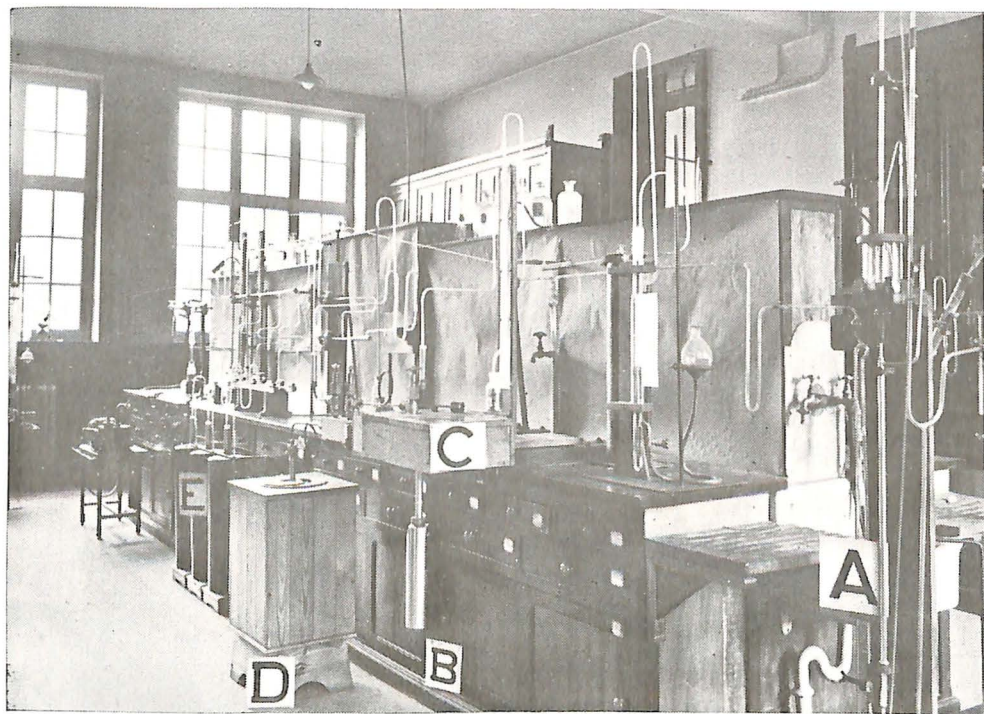


Fig. 4. — Vue d'ensemble de l'installation.

L'extrême gauche de la photographie montre l'appareil de rectification du méthane. Le gaz pur est conservé dans les récipients E.

Pour la compression, le gaz est d'abord liquéfié à -183° dans une bombe en acier que renferme le thermostat D; par réchauffement ultérieur de la bombe, on obtient le méthane sous pression.

A la partie droite, on distingue les éléments de la figure 3, notamment la bombe d'adsorption B, et en C le thermostat du manomètre de précision. En A on distingue la trompe à mercure.

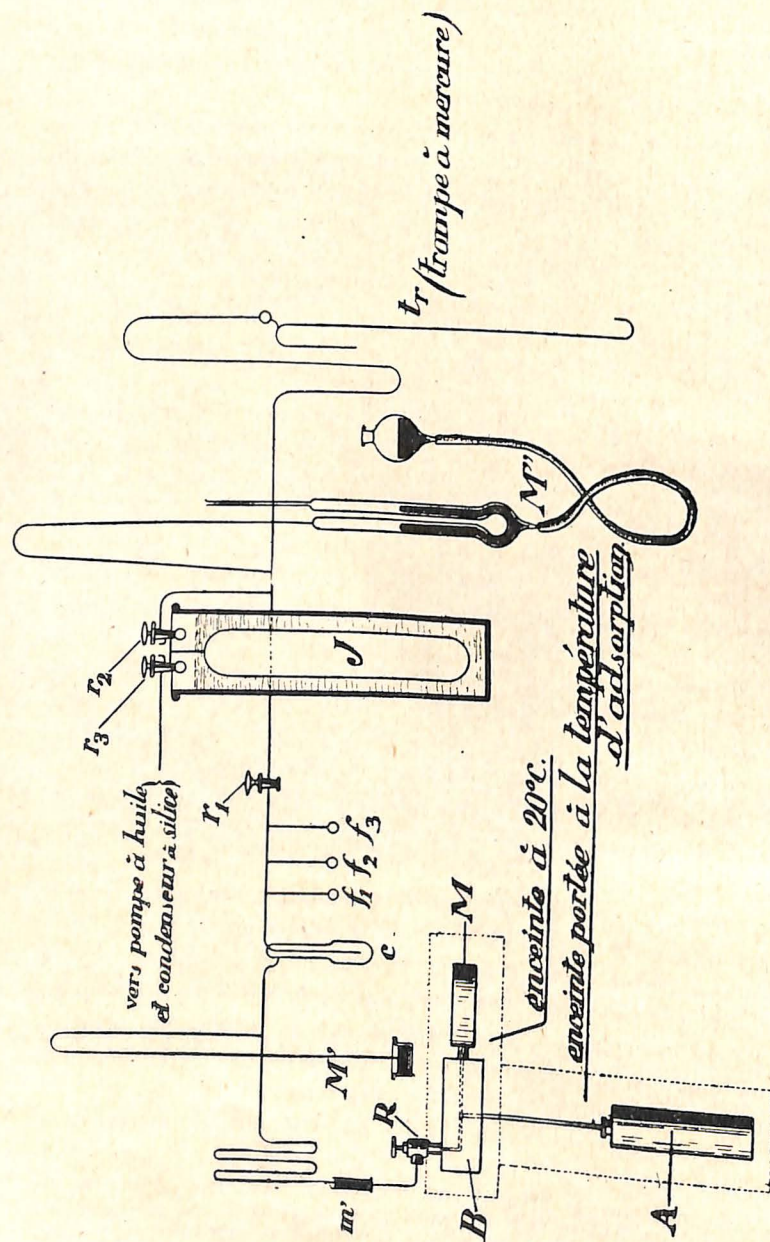


Fig 3.

§ 2. — Mode opératoire.

1. Préparation de la bombe.

Un poids p de la poudre de charbon est introduite dans la bombe (1)(2).

On pèse également un tampon d'ouate sèche de poids invariable pour toutes les expériences; celui-ci est disposé comme il est indiqué à la figure 2.

2. Extraction de l'air et d'une partie ou de la totalité de l'humidité du charbon.

Les appareils étant disposés comme le montre la figure 3, on plonge le condenseur C dans de l'air liquide et, après avoir ouvert les robinets R, r_1 , r_2 et r_3 , on fait le vide complet par le dispositif de pompage dont il a été question plus haut (3). Le vide ayant été maintenu pendant trois jours, les résidus du gaz de carrière et surtout l'air adsorbé par le charbon pendant les manipulations sont éliminés. Quant à l'eau du charbon, elle a été retenue en C; toutefois, si l'on désire opérer sur un charbon parfaitement sec, il est indispensable, par suite de la compression du charbon, de poursuivre l'extraction pendant une quinzaine de jours en portant la bombe vers 40° .

Quand le charbon a le degré de siccité désiré, on ferme le robinet R et on enlève le raccord m' qui relie la bombe d'adsorption à l'appareil d'extraction. On débarrasse d'autre part le condenseur C de l'eau et des gaz peu volatils qui s'y étaient condensés; la connaissance du poids de cette eau n'offre aucune utilité.

3. Mise sous pression du charbon.

A l'aide du raccord m (voir fig. 2), on relie la bombe au réservoir de méthane comprimé. Après avoir purgé le raccord par une chasse de méthane, on charge la bombe jusqu'à la pression maximum de l'isotherme que l'on veut obtenir. Pendant cette opération et toutes celles qui suivront, le bloc B, le manomètre M et une partie bien

(1) Le charbon est broyé de façon à passer complètement au tamis de 5184 mailles au cm^2 (tamis 200).

(2) Nous comprimons le charbon dans la bombe à l'aide d'une presse; ceci permet d'augmenter dans une large mesure le poids de charbon mis en œuvre, tout en diminuant fortement l'espace nuisible de l'appareil.

(3) Pompe à huile et silice refroidie à -180° .

déterminée de la bombe sont portés à 20°; la bombe elle-même est maintenue à la température pour laquelle on veut établir l'isotherme, soit 20° également pour la plupart des expériences que nous décrirons ici.

Au bout de 90 minutes, l'équilibre s'est établi (1); toutefois, la lecture de cette première pression d'équilibre ne se fera que le lendemain de la charge. On ferme alors le robinet R et on relie de nouveau la bombe à l'appareil d'extraction.

4. *Mesure des volumes du méthane total présent dans la bombe aux différentes pressions de l'isotherme à établir.*

La méthode consistera à extraire de la bombe successivement des volumes $V_{a_1}^a, V_{a_2}^a, \dots, V_{a_n}^a$ de méthane. A partir de la pression initiale d'équilibre $P_{a_1}^a$, on obtiendra ainsi une suite descendante de pressions d'équilibre $P_{a_2}^a, P_{a_3}^a, \dots, P_{a_n}^a$. Ces données permettent de calculer les volumes de méthane $V_{a_1}^a, V_{a_2}^a, \dots, V_{a_n}^a$ présents dans la bombe aux pressions correspondantes $P_{a_1}^a, P_{a_2}^a, \dots, P_{a_n}^a$.

Voici comment on opère :

On commence par faire le vide complet dans l'appareil d'extraction. On ferme alors r_3 et le condenseur C destiné à arrêter l'eau est refroidi vers -70° (2).

Après avoir noté la première pression d'équilibre $P_{a_1}^a$, on ouvre légèrement le robinet à pointeau R de façon à laisser tout l'appareil d'extraction, y compris la jauge J, se remplir de méthane sous la pression atmosphérique du moment. Après avoir mesuré cette pression H, on note la température t du bain de la jauge et on ferme aussitôt le robinet r_2 . La jauge contient donc un volume de méthane sec, qui, réduit aux conditions normales (0° - 760 mm. de mercure), devient :

$$\frac{1282,7 \times H}{760 (1 + \alpha t)} \text{ cm}^3$$

(1) En réalité, l'établissement rigoureux de l'équilibre demande un temps plus long. Toutefois, la pression indiquée par le manomètre après vingt-quatre heures ne diffère pas de celle lue après une bonne heure. Etant donné la méthode imposée pour la mesure des pressions (manomètre métallique) on peut donc poser que l'équilibre s'établit après nonante minutes.

(2) Le condenseur C est maintenu dans un cylindre en aluminium refroidi vers -70° par injection d'air liquide.

D'autre part, on extrait, par la trompe à mercure tr , le méthane contenu dans le reste des canalisations. Son volume est mesuré dans une burette ordinaire contenant une gouttelette d'eau. Son volume réduit sera :

$$\frac{v \times (H' - h)}{760 (1 + \alpha t')} \text{ cm}^3$$

(h : tension de la vapeur d'eau à la température de lecture t' ;
 v : volume indiqué à la burette)

Le volume réduit de méthane extrait est donc :

$$V_{a_1}^a = \frac{1282,7 \times H}{760 (1 + \alpha t)} + \frac{v (H' - h)}{760 (1 + \alpha t')}$$

L'extraction de $V_{a_1}^a$, sa mesure et l'évacuation du méthane contenu dans la jauge J ont demandé environ nonante minutes. Entretemps, un nouvel équilibre s'est établi dans la bombe sous une pression $P_{a_2}^a$ ($< P_{a_1}^a$). On procède alors comme précédemment pour l'extraction et la mesure du second extrait : $V_{a_2}^a$.

Finalement, par la succession des mêmes opérations, on aboutit à une pression d'équilibre $P_{a_n}^a$ que l'on s'arrange à avoir voisine de 18 atmosphères (absolues). L'extraction du dernier volume $V_{a_n}^a$ comprend alors encore une jauge et quelques centaines de centimètres cubes. En portant la bombe à 40°, trois jours suffisent pour cette dernière extraction.

Les mesures que nous venons d'indiquer permettent alors de calculer le volume réduit $V_{a_1}^a$ de méthane total présent dans la bombe à chaque pression d'équilibre $P_{a_1}^a$.

TABEAU I

No de l'équilibre	Pression d'équil. (P_i^a)	Volume réduit du CH ₄ extrait après chaque équilibre (V_i^a)	Vol. réduit du CH ₄ présent dans l'appareil à chaque équilibre (V_i^a)
1	P_1^a	V_1^a	$V_1^a = V_1^a + V_2^a \dots + V_n^a$
2	P_2^a	V_2^a	$V_2^a = V_2^a + V_3^a \dots + V_n^a$
3	P_3^a	V_3^a	$V^a = V_3^a + V_4^a \dots + V_n^a$
n-1	P_{n-1}^a	V_{n-1}^a	$V_{n-1}^a = V_{n-1}^a + V_n^a$
n	P_n^a	V_n^a	$V_n^a = V_n^a$

5. Détermination de l'humidité du charbon.

Cette détermination est absolument indispensable pour le calcul rigoureux de l'espace nuisible E de l'appareil. Une partie importante de l'humidité s'est déjà condensée dans le condenseur C (refroidi à -70°) pendant les opérations précédentes et surtout pendant l'extraction de V_{a_n} poussée jusqu'au vide persistant. L'extraction intégrale de l'eau demande toutefois un temps assez long, par suite du degré de compression du charbon : nous avons mis plus de 15 jours dans une opération faite avec un charbon gras. On peut réduire quelque peu la durée en maintenant la bombe à 40° .

Quand on juge l'extraction suffisamment poussée, on ferme R et r_1 et l'on chauffe quelque peu le condenseur C. On peut ainsi recueillir l'eau dans une des ampoules f_1 , refroidie à l'air liquide. On enlève cette ampoule au chalumeau, on casse la pointe et on la pèse aussitôt dans un pèse-filtre. La diminution de poids après dessiccation donne l'eau extraite.

L'extraction de l'eau est poursuivie jusqu'au moment où la pesée de nouvelles ampoules n'accuse plus d'eau.

6. Détermination du méthane contenu dans l'espace nuisible E pendant les opérations précédentes (expériences d'adsorption proprement dites).

Les opérations décrites précédemment nous ont donné les volumes réduits V_{A_1} du méthane total présent dans la bombe d'adsorption à chaque équilibre PA_1 .

On obtiendra les volumes réduits du méthane fixé par le charbon aux différentes pressions en retranchant des volumes V_{A_1} les volumes VE_1 de méthane contenu dans l'espace nuisible aux mêmes pressions.

Le volume de l'espace nuisible est :

$$V_{\text{bombe}} - (V_{\text{charb. sec}} + V_{H_2O} + V_{\text{ouate seche}}) (1).$$

(1) Le volume du charbon est donné par la relation :

$$V_{\text{charb}} = \frac{p \left(1 - \frac{\mu}{100} \right)}{M_{20^{\circ}}} = \frac{p}{M_{20^{\circ}}}$$

dans laquelle :

P : est le poids du charbon tel quel mis en œuvre,

μ : est le taux d'humidité du charbon mis en œuvre,

p : est le poids de charbon sec mis en œuvre,

$M_{20^{\circ}}$: est la masse spécifique du charbon sec mis en œuvre, déterminée à 20° au pycnomètre avec de l'alcool.

Cet espace libre est reproduit aussi exactement que possible en introduisant dans la bombe un tampon d'ouate sèche de même poids que celui qui a été utilisé dans l'adsorption et une masse de laitton reproduisant les volumes du charbon sec et de l'eau ($V_{\text{charb. sec}} + V_{H_2O}$).

Répétant alors les opérations décrites aux pages 177 et 178, on détermine les volumes réduits VE_1 de méthane présent dans l'espace nuisible E aux diverses pressions PA_1 des équilibres d'adsorption.

Remarque : Dans la détermination des volumes VE_1 , l'espace nuisible doit être rigoureusement reproduit à cause de l'adsorption éventuelle d'un peu de méthane à l'ouate d'arrêt et aussi à cause de l'expansion par la pression du tube ressort du manomètre.

Toutefois, on peut, sans commettre d'erreur sensible, interpoler d'une série de déterminations à l'autre à condition que les volumes des espaces, de même que les pressions, ne soient pas trop différents (1).

§ 3. — Exemple numérique.

L'exemple se rapporte à la détermination de la troisième isotherme d'adsorption à 20° du charbon II (voir Seconde Partie) :

Poids du charbon à 0,85 % d'eau mis en œuvre .	85,3766 grs
Poids du charbon sec mis en œuvre	84,6509 »
Poids de l'ouate d'arrêt	0,9175 »

L'expérience d'adsorption même, conduite comme il a été dit au paragraphe 2, a donné les chiffres suivants :

(1) et que la température d'expérimentation soit de 20° , température constante du bloc et du manomètre. Au contraire, si la température d'expérimentation était différente de 20° , il est indispensable de reproduire exactement l'espace nuisible et de remplacer le charbon par un corps qui, tel le laitton, a un coefficient de dilatation qui est du même ordre de grandeur que celui des houilles.

TABLEAU II

Troisième expérience d'adsorption du charbon II.

Température d'équilibre : 20°.

No de l'équilibre	Pressions d'équilibre (P _i ^A)	Vol. réduits du CH ₄ extrait après chaque équilibre (V _i ^A)	Vol. réduits du CH ₄ présent dans l'appareil à chaque équilibre (V _i ^A)
		cm ³	cm ³
1	191,86	2.522,2	17.570,9
2	159,53	2.489,4	15.048,7
3	130,78	2.479,2	12.559,5
4	103,56	2.487,9	10.080,1
5	75,97	2.567,5	7.592,2
6	46,54	2.574,2	5.024,7
7	17,27	2.450,5	2.450,5

L'extraction de l'humidité résiduelle, poursuivie pendant 5 jours à 40°, a donné 0,032 gr. d'eau. Une nouvelle extraction pendant 2 jours n'a plus donné que 0,007 gr.

Eau présente dans le charbon pendant l'adsorption : 0,039 gr.

Calcul de l'espace nuisible E :

$$E = V_{\text{bombe}} - (V_{\text{charb. sec}} + V_{\text{H}_2\text{O}} + V_{\text{ouate sèche}})$$

$$V_{\text{bombe}} \text{ déterminé expérimentalement} \dots \dots \dots 136,20 \text{ cm}^3$$

$$V_{\text{charb. sec}} =$$

$$\frac{\text{poids charb. sec mis en œuvre}}{\text{masse spécifique à } 20^\circ} = \frac{84,6509}{1,362} = 62,15 \text{ »}$$

$$V_{\text{H}_2\text{O}} \dots \dots \dots 0,04 \text{ »}$$

$$V_{\text{ouate s.}} = \frac{\text{poids}}{\text{masse spécifique à } 20^\circ} = \frac{0,9175}{1,589} = 0,58 \text{ »}$$

D'où :

$$E = 136,20 - (62,15 + 0,04 + 0,58) = 73,43 \text{ cm}^3$$

L'espace nuisible, reproduit par l'introduction dans la bombe d'une masse calculée de laiton, était de 73,80 cm³, soit 73,22 cm³ après l'introduction ultérieure de 0,9169 gr. de ouate (volume : 0,58 cm³)

La détermination du méthane contenu dans l'espace nuisible reproduit (73,22 cm³) pour des pressions P_{E_i} très voisines des pressions des équilibres d'adsorption (P_{A_i}) a donné les chiffres suivants.

TABLEAU III

N° de la mesure	Pression de la mesure (P _i ^E)	Volumes réduits du méthane extrait après chaque mesure de pression	Volumes réduits du méthane présent à chaque pression dans l'espace nuisible reproduit (73,22 cm ³)
		cm ³	cm ³
1	192,40	2.671,2	16.176,6
2	159,57	2.582,6	13.505,4
3	130,84	2.536,4	10.922,8
4	103,57	2.513,5	8.586,4
5	75,90	2.509,0	5.873,1
6	45,98	2.258,6	3.564,1
7	16,65	1.125,5	1.125,5

Par interpolation, on a obtenu les chiffres du tableau IV, qui donne le volume du méthane contenu dans l'espace nuisible réel (73,43 cm³) aux pressions réelles (P_{A_i}) des équilibres d'adsorption.

TABLEAU IV

No de l'équilibre	Pressions d'équilibre (P _i ^A)	Volumes réduits du CH ₄ présent à chaque pression d'équilibre dans l'espace nuisible réel (73,43 cm ³) (V _i ^E)
		cm ³
1	191,86	16.178,5
2	159,53	13.540,3
3	130,78	10.948,2
4	103,56	8.409,5
5	75,97	5.896,3
6	46,54	3.420,8
7	17,27	1.177,6

Les volumes adsorbés à chaque pression sont alors obtenus par les différences V_{A_i}—V_{E_i}. Le tableau V donne ces résultats.

TABLEAU V

Troisième expérience d'adsorption du charbon II.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,05 %.

N° de l'équilibre	Pression d'équilibre (PA ₁)	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm.		
		par les 84,690 gr. de charbon à 0,05 % d'eau, mis en œuvre (soit 84,651 gr. à l'état sec) (VA ₁ —VE ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	191,86	1.392,4	16,45	16,77
2	159,53	1.508,4	17,82	18,17
3	130,78	1.611,1	19,03	19,40
4	103,56	1.670,6	19,74	20,12
5	75,97	1.695,9	20,03	20,42
6	46,54	1.603,9	18,95	19,31
7	17,27	1.272,9	15,04	15,33

SECONDE PARTIE

RESULTATS EXPERIMENTAUX

Notre travail a porté sur trois types de combustibles différents : une houille à haute teneur en matières volatiles, une houille à coke et un anthraciteux. Nous résumons les résultats de nos expériences dans les pages suivantes.

Charbon I.

Cet échantillon provenait de la Couche 31 des Charbonnages de Limbourg-Meuse. Son analyse immédiate et la détermination de la masse spécifique nous ont donné les résultats ci-dessous.

TABLEAU VI

Analyse immédiate et masse spécifique à 20° du charbon I.

	Charbon tel quel	Charbon sec	Charbon « vrai »
Humidité . . %.	1,84	—	—
Mat. vol. . . %.	30,39	30,96	34,51
Cendres . . %.	10,09	10,28	—
M 20°	—	1,425	—

L'échantillon a fait l'objet de quatre expériences d'adsorption

Le poids de charbon mis en œuvre était de 82,562 grs à 1,84 % d'eau, soit 81,043 grs à l'état sec.

Une première détermination a été faite à 20°; l'échantillon tenait encore 1,42 % d'eau. Une seconde isotherme a ensuite été obtenue à 40°; l'humidité de l'échantillon n'était plus que de 1,17 %. Un troisième essai a été effectué à 0° avec 0,89 % d'eau. Enfin, après qu'une extraction prolongée avait ramené le taux d'humidité à 0,08 %, on a établi une quatrième isotherme, cette fois-ci de nouveau à 20°.

Les résultats de ces essais sont consignés dans les tableaux VII, VIII, IX et X.

TABLEAU VII

Première isotherme d'adsorption du charbon I.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 1,42 %.

N° de l'équilibre	Pression d'équilibre (PA ₁)	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm.		
		par les 82,208 gr. de charbon à 1,42 % d'eau mis en œuvre (soit 81,043 gr. à l'état sec) (VA ₁ —VE ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	175,62	1.037,8	12,81	14,28
2	159,59	1.077,7	13,30	14,82
3	144,55	1.125,4	13,89	15,48
4	129,95	1.175,4	14,50	16,16
5	115,78	1.210,7	14,94	16,65
6	101,62	1.242,5	15,33	17,09
7	86,61	1.259,2	15,54	17,32
8	72,14	1.266,9	15,65	17,42
9	55,17	1.237,4	15,27	17,02
10	37,21	1.145,9	14,14	15,76
11	18,72	1.008,4	12,44	13,87

TABLEAU VIII

Seconde isotherme d'adsorption du charbon I.

Température d'équilibre : 40°.

Humidité résiduelle du charbon : 1,17 %.

N° de l'équilibre	Pression d'équilibre (PA ₁)	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm		
		par les 82,002 gr. de charbon à 1,17 % d'eau mis en œuvre (soit 81,043 gr. à l'état sec) (VA ₁ —VE ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	159,34	1.003,3	12,38	13,80
2	128,67	1.071,4	13,22	14,73
3	113,02	1.094,7	13,51	15,06
4	97,90	1.103,3	13,61	15,17
5	81,71	1.106,1	13,65	15,21
6	65,80	1.084,8	13,39	14,92
7	48,86	1.033,0	12,75	14,21
8	31,48	911,3	11,24	12,53
9	13,99	656,3	8,10	9,03

TABLEAU IX

Troisième isotherme d'adsorption du charbon I.

Température d'équilibre : 0°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,89 %.

N° de l'équilibre	Pression d'équilibre (PA ₁)	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm		
		par les 81,774 gr. de charbon à 0,89 % d'eau mis en œuvre (soit 81,043 gr. à l'état sec) (VA ₁ —VE ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	176,12	1.136,9	14,03	15,64
2	157,31	1.236,1	15,25	17,00
3	142,27	1.314,3	16,22	18,08
4	126,75	1.381,0	17,04	18,99
5	112,70	1.448,8	17,88	19,93
6	96,18	1.495,5	18,45	20,56
7	80,45	1.538,5	18,98	21,15
8	65,37	1.549,9	19,12	21,31
9	50,35	1.534,5	18,93	21,10
10	35,40	1.499,3	18,50	20,62
11	19,00	1.303,8	16,09	17,99

TABLEAU X

Quatrième isotherme d'adsorption du charbon I.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,08 %.

N° de l'équilibre	Pression d'équilibre (PA ₁)	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm		
		par les 81,110 gr. de charbon à 0,08 % d'eau mis en œuvre (soit 81,043 gr. à l'état sec) (VA ₁ —VE ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	101,75	1.409,3	17,39	19,38
2	86,75	1.438,1	17,74	19,77
3	72,08	1.449,2	17,88	19,93
4	54,97	1.424,1	17,57	19,58
5	37,19	1.350,5	16,66	18,57
6	18,72	1.201,2	14,82	16,52

Les résultats des tableaux ci-dessus donnent lieu au diagramme de la figure 5.

Charbon II.

L'échantillon a été prélevé dans la Veine 4 Sud à 950 m. au siège Grand-Trait des Charbonnages Belges à Frameries. En voici les caractéristiques.

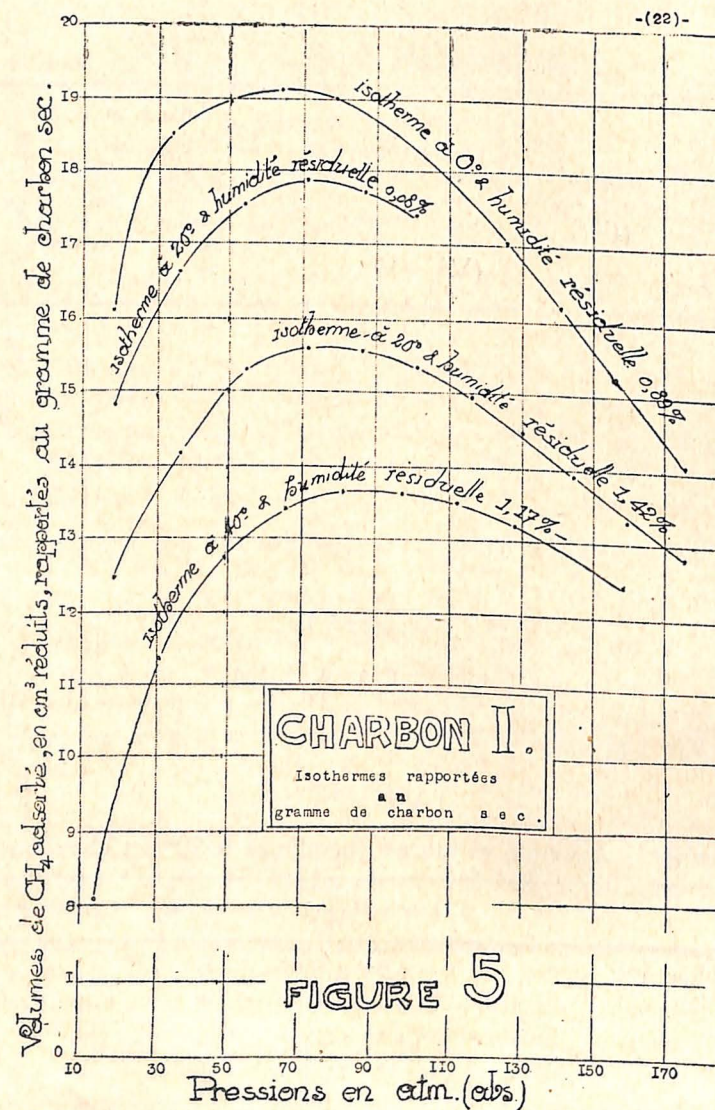
TABLEAU XI

Analyse immédiate et masse spécifique à 20° du charbon II.

	Charbon tel quel	Charbon sec	Charbon «vrai»
Humidité	. %. 0,85	—	—
Mat. vol.	. %. 19,88	20,05	20,45
Cendres	. . %. 1,89	1,91	—
M 20°	 —	1,362	—

Le poids de charbon mis en œuvre pour les essais d'adsorption était de 85,3766 grs à 0,85 % d'eau, soit 84,6509 grs à l'état sec.

On a établi trois isothermes à 20° et avec des teneurs décroissantes



d'humidité. Les tableaux XII, XIII, XIV et le diagramme de la figure 6 en donnent les résultats.

TABLEAU XII

Première isotherme d'adsorption du charbon II.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,82 %.

No de l'équilibre	Pression d'équilibre (P _{A1})	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm		
		par les 85,350 gr. de charbon à 0,82 % d'eau mis en œuvre (soit 84,651 gr. à l'état sec) (V _{A1} —V _{E1})	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	166,17	1.440,1	17,01	17,34
2	136,83	1.518,3	17,94	18,29
3	108,36	1.590,2	18,78	19,15
4	80,09	1.611,0	19,03	19,40
5	50,98	1.551,5	18,33	18,69
6	21,57	1.269,9	15,00	15,29

TABLEAU XIII

Deuxième isotherme d'adsorption du charbon II.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,27 %.

No de l'équilibre	Pression d'équilibre (P _{A1})	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm		
		par les 84,880 gr. de charbon à 0,27 % d'eau mis en œuvre (soit 84,651 gr. à l'état sec) (V _{A1} —V _{E1})	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	165,69	1.479,5	17,48	17,82
2	136,60	1.585,5	18,73	19,10
3	108,38	1.651,7	19,51	19,89
4	80,17	1.683,1	19,88	20,27
5	51,14	1.616,7	19,10	19,47
6	21,93	1.349,4	15,94	16,25

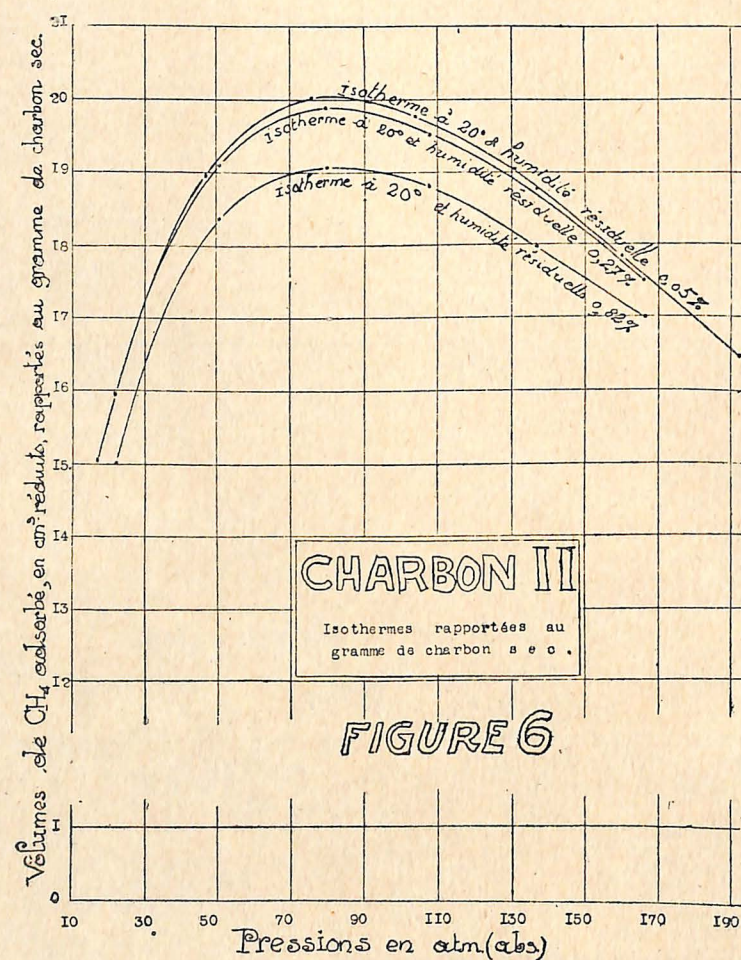


FIGURE 6.

TABLEAU XIV

Troisième isotherme d'adsorption du charbon II.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,05 %.

No de l'équilibre	Pression d'équilibre (PA ₁)	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm		
		par les 84,690 gr. d charbon à 0,05 % d'eau mis en œuvre (soit 84,651 gr. à l'état sec) (VA ₁ —VE ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	191,86	1.392,4	16,45	16,77
2	159,53	1.508,4	17,82	18,17
3	130,78	1.611,1	19,03	19,40
4	103,56	1.670,6	19,74	20,12
5	75,97	1.695,9	20,03	20,42
6	46,54	1.603,9	18,95	19,51
7	17,27	1.272,9	15,04	15,53

Charbon III.

Ce charbon a été prélevé dans la Grande Veine d'Oupeye au siège Milmort de la Société des Charbonnages d'Abhooz et Bonne-Foi-Hareng. L'analyse immédiate et la détermination de la masse spécifique nous ont donné les chiffres suivants :

TABLEAU XV

Analyse immédiate et masse spécifique à 20° du charbon III.

	Charbon tel quel	Charbon sec	Charbon «vrai»
Humidité . . %.	1,70	—	—
Mat. vol. . . %.	7,23	7,56	7,62
Cendres . . %.	3,39	3,45	—
M 20°	—	1,485	—

Le poids de charbon mis en œuvre pour les expériences d'adsorption était 85,644 grs à 1,70 % d'eau, soit 84,188 grs à l'état sec.

Les trois isothermes établies ont été obtenues à 20° et avec des teneurs en eau largement différentes.

La première isotherme a été déterminée avec une teneur en eau de 2,85 %. En réalité, l'échantillon, comprimé dans la bombe, a d'abord été séché pendant l'extraction préliminaire de l'air adsorbé. Puis on a laissé distiller dans la bombe une masse d'eau qui a ramené le taux de l'humidité à 2,85 %.

La seconde isotherme a été établie avec une humidité résiduelle de 0,01 %.

La troisième isotherme a été obtenue après avoir ramené le taux de l'humidité à 1,56 %.

Les résultats de ces trois isothermes sont consignés dans les tableaux XVI, XVII, XVIII et représentés graphiquement à la figure 7.

TABLEAU XVI

Première isotherme d'adsorption du charbon III.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 2,85 %.

N° de l'équilibre	Pression d'équilibre (PA ₁)	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm		
		par les 86,661 gr. de charbon à 2,85 % d'eau mis en œuvre (soit 84,188 gr. à l'état sec) (VA ₁ —VE ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	192,01	1.710,4	20,32	21,05
2	160,45	1.834,3	21,79	22,57
3	132,13	1.975,5	23,47	24,31
4	105,08	2.068,0	24,56	25,44
5	77,69	2.090,7	24,83	25,72
6	62,86	2.064,5	24,52	25,40
7	47,78	2.008,9	23,86	24,71
8	32,33	1.904,2	22,62	23,43
9	18,19	1.669,5	19,83	20,54

TABLEAU XVII

Deuxième isotherme d'adsorption du charbon III.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,01 %.

N° de l'équilibre	Pression d'équilibre (PA ₁)	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm		
		par les 84,193 gr. de charbon à 0,01 % d'eau mis en œuvre (soit 84,188 gr. à l'état sec) (VA ₁ —VE ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	192,18	1.745,9	20,74	21,48
2	160,45	1.880,7	22,34	23,14
3	132,21	2.010,8	23,88	24,73
4	105,08	2.117,3	25,15	26,05
5	77,63	2.152,5	25,57	26,48
6	62,62	2.122,5	25,21	26,11
7	47,69	2.093,1	24,86	25,75
8	32,35	1.995,8	23,71	24,56
9	18,40	1.771,9	21,05	21,80

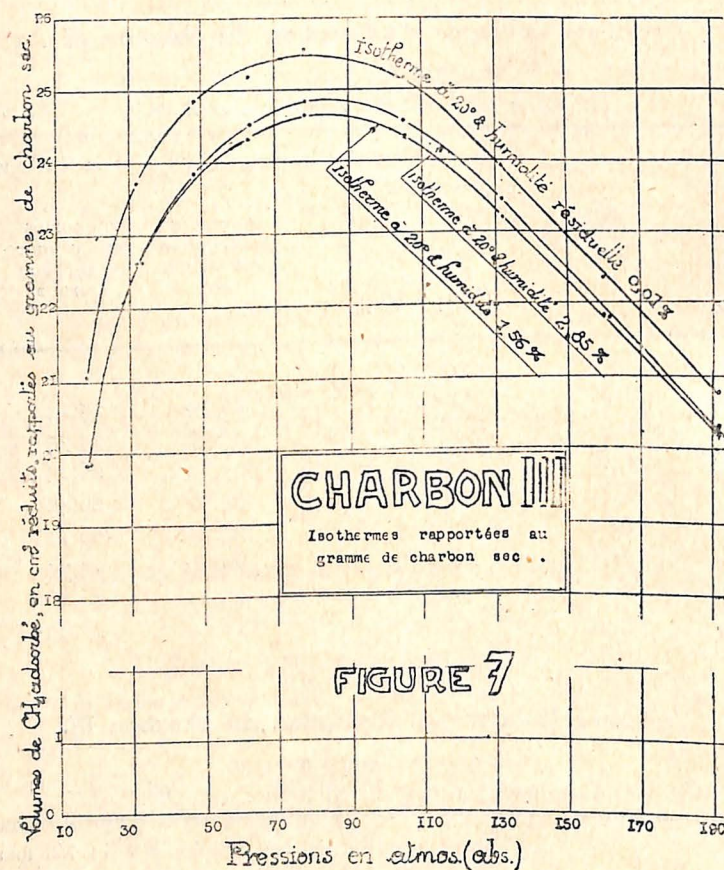
TABLEAU XVIII

Troisième isotherme d'adsorption du charbon III.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 1,56 %.

N° de l'équilibre	Pression d'équilibre (PA ₁)	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm		
		par les 85,525 gr. de charbon à 1,56 % d'eau mis en œuvre (soit 84,188 gr. à l'état sec) (VA ₁ —VE ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	191,77	1.702,2	20,22	20,94
2	160,51	1.832,0	21,76	22,54
3	132,01	1.955,2	23,22	24,05
4	105,03	2.051,4	24,37	25,24
5	77,67	2.075,1	24,65	25,53
6	62,88	2.044,8	24,29	25,16
7	47,78	2.006,1	23,83	24,68
8	32,66	1.902,7	22,60	23,41
9	18,51	1.672,3	19,86	20,57



TROISIEME PARTIE

EXAMEN DES RESULTATS EXPERIMENTAUX

§ 1. — Précision des résultats.

La principale cause d'erreurs réside dans la lecture des pressions. Le manomètre métallique de précision dont nous nous sommes servis a été étalonné à la balance jusqu'aux pressions de 80 atmosphères. Pour les pressions supérieures, l'étalonnage a été fait à l'aide d'un manomètre étalon de la firme Budenberg et Schaefer.

La comparaison des volumes V_{E_1} expérimentaux permet de se rendre compte des erreurs dues aux imprécisions des mesures de pression. Le tableau ci-dessous donne les valeurs de V_{E_1}/E telles

que nous les avons obtenues dans 6 séries de déterminations faites avec des espaces nuisibles différents (1); le rapport V_{E_1}/E donne le volume de méthane, mesuré à 0° et 760 mm., contenu aux différentes pressions et à 20° dans un espace de 1 cm³.

TABLEAU XIX

P	No de la série	$\frac{V_{E_1}}{E}$ (en cm ³ à 0° et 760 mm.)	P _i	No de la série	$\frac{V_{E_1}}{E}$ (en cm ³ à 0° et 760 mm.)
11,40	1	10,61	86,52	3	93,59
16,63	4	15,37	86,80	2	93,95
17,91	6	16,64	86,82	1	94,04
18,64	3	17,54	101,19	1	111,90
18,69	2	18,16	101,60	3	112,38
21,21	5	19,77	101,79	2	112,71
25,73	1	24,83	103,57	4	114,54
32,33	6	31,33	105,25	6	116,31
36,99	3	36,17	108,18	5	120,42
37,11	2	36,88	115,46	1	129,91
41,39	1	41,10	115,72	3	130,28
45,98	4	45,95	129,59	1	147,90
46,83	6	46,95	129,76	3	148,02
51,00	5	51,46	130,84	4	149,18
54,80	2	55,87	132,27	6	150,72
54,99	3	56,11	136,80	5	156,53
56,85	1	58,16	144,59	3	166,52
62,32	6	64,55	159,57	4	184,45
71,98	3	75,79	159,69	3	184,82
72,10	1	75,97	160,59	6	185,43
72,10	2	75,93	166,37	5	192,27
75,90	4	80,21	175,42	3	202,67
77,49	6	82,29	192,03	6	220,25
80,04	5	85,47	192,40	4	220,93

(1) Les volumes de E dans chacune des 6 séries étaient les suivants :
 Série 1 E = 82,68 cm³ (soit 83,25 cm³ — 0,57 cm³ d'ouate d'arrêt).
 Série 2 E = 78,65 cm³ (soit 79,23 cm³ — 0,58 cm³ d'ouate d'arrêt).
 Série 3 E = 77,55 cm³ (soit 78,13 cm³ — 0,58 cm³ d'ouate d'arrêt).
 Série 4 E = 73,22 cm³ (soit 73,80 cm³ — 0,58 cm³ d'ouate d'arrêt).
 Série 5 E = 72,77 cm³ (soit 73,35 cm³ — 0,58 cm³ d'ouate d'arrêt).
 Série 6 E = 76,24 cm³ (soit 76,82 cm³ — 0,58 cm³ d'ouate d'arrêt).

§ 2. — Forme des isothermes expérimentales.

Nécessité d'apporter des corrections aux résultats expérimentaux.

Les isothermes des figures 5, 6 et 7 présentent toutes un maximum qui, à 20°, s'établit aux environs de 75 atmosphères. La seconde isotherme du charbon I, obtenue à 40°, présente son maximum à droite de cette pression critique; la troisième, établie à 0°, l'offre à gauche. Au delà de la pression critique, les volumes de méthane fixés semblent décroître. Déjà en 1906, Dewar observa, sans fournir d'explication plausible, la décroissance apparente des volumes d'hydrogène adsorbés par un charbon de bois au delà d'une certaine pression (1).

L'explication de cette décroissance apparente est très aisée si on admet que la fixation du méthane consiste en une véritable adsorption.

Rappelons d'abord que les volumes de méthane fixés, tels qu'ils sont donnés dans la seconde partie, ont été calculés par la relation ci-dessous :

$$V_i = V_{A_i} - V_{E_i} \quad (I)$$

dans laquelle :

V_i est le volume de méthane, en cm^3 réduits, apparemment adsorbé à la pression P_{A_i} , par la masse de charbon mise en œuvre;

V_{A_i} est le volume, en cm^3 réduits, du méthane présent dans l'appareil d'adsorption contenant la masse de charbon, à la pression d'adsorption P_{A_i} ;

V_{E_i} est le volume réduit du méthane présent sous la même pression dans l'espace nuisible E .

Rappelons ensuite que le volume E de l'espace nuisible a été calculé comme ci-dessous :

$$E = V_{\text{bombe}} - (V_{\text{charb.}} + V_{\text{H}_2\text{O}} + V_{\text{ouate}}) \quad (II)$$

En réalité, l'espace nuisible n'est pas constant : en effet, au fur et à mesure que progresse l'adsorption, la surface active de la houille se recouvre d'une couche de méthane dont le volume est à soustraire

(1) « Dewar on the other hand, found that at -185°C charcoal sorbed at 1, 5, 10, 15, 20 and 25 atmospheres 92.5, 138.1, 156.7, 149.3, 145.5 and 138.1 c.c., respectively, of hydrogen measured at N.T.P. This he regarded as constant sorption over the whole range of higher pressures. » [Extrait du livre de Mc Bain : The Sorption of Gases by Solids (George Routledge and Sons, London), 1932, p. 107.]

du volume E . L'espace nuisible réel E est donc une fonction décroissante de la pression. C'est là l'origine de la décroissance apparente des volumes adsorbés tels qu'ils sont calculés par la relation I.

Quant aux volumes W_i , adsorbés réellement à chaque pression, ils sont donnés par la relation :

$$W_i = V_i \left[\frac{\delta_{20}}{\delta_{20} - \frac{0,0007168 V_i^E}{E}} \right] \quad (III)$$

dans laquelle δ_{20} est la densité de la couche adsorbée.

Voici comment s'établit cette relation : Le poids du litre normal du méthane étant 0,7168 gr., le poids du méthane adsorbé réellement W_i sera :

$$\frac{0,7168 \times W_i}{1000} \text{ gr.}$$

Si la densité de la couche adsorbée est δ_{20} , son volume sera

$$\frac{0,7168 W_i}{1000 \delta_{20}}$$

L'espace nuisible réel E_i à la pression P_{A_i} sera donc

$$E_i = E - \frac{0,7168 \times W_i}{1000 \delta_{20}}$$

Cet espace libre réel contient sous la pression P_{A_i} un volume réduit de méthane que l'on peut déduire du volume V_{E_i} usité dans la relation I.

Ce volume sera :

$$E \left[\frac{V_i^E}{E} \right]$$

ou

$$\left[E - \frac{0,7168 W_i}{1000 \delta_{20}} \right] \frac{V_i^E}{E}$$

Le volume de méthane adsorbé réellement devient ainsi :

$$W_i = V_i^A - \left[E - \frac{0,7168 W_i}{1000 \delta_{20}} \right] \frac{V_i^E}{E}$$

ou

$$W_1 = \left[V_1^A - V_1^E \right] \left[\frac{\delta_{20}}{\delta_{20} - 0,0007168 \frac{V_1^E}{E}} \right]$$

En se souvenant que :

$$V_1 = V_{A_1} - V_{E_1}$$

on obtient finalement :

$$W_1 = V_1 \left[\frac{\delta_{20}}{\delta_{20} - 0,0007168 \frac{V_1^E}{E}} \right] \quad (III)$$

relation qui donne les volumes adsorbés réellement W_1 , en fonction des volumes adsorbés expérimentaux V_1 , tels que nous les avons calculés dans la seconde partie.

Cela étant, la forme des isothermes expérimentales s'explique aisément.

Si l'on pose :

$$\left[\frac{\delta_{20}}{\delta_{20} - 0,0007168 \frac{V_1^E}{E}} \right] = K$$

la relation III pourra s'écrire :

$$W_1 = V_1 K \quad (IV)$$

ou

$$V_1 = \frac{W_1}{K} \quad (V)$$

Le terme K est une fonction croissante de la pression $[V_{E_1}/E = f(P_{A_1})]$. Sa valeur, qui est égale à l'unité pour une pression nulle, croît constamment quand la pression s'élève.

Les volumes adsorbés apparents $V_1 = W_1/K$ ne sont donc qu'une fraction des volumes adsorbés réellement, fraction d'autant plus petite que la valeur de K augmente au fur et à mesure que la pression s'élève.

D'un autre côté, l'adsorption aboutit finalement à un état de saturation : à partir d'une certaine pression, l'augmentation des volumes adsorbés s'annule donc

$$\Delta W = 0.$$

Il n'en est pas de même de K , dont la valeur ne cesse d'augmenter : les volumes adsorbés apparents doivent donc finalement croître quand ΔW devient insuffisant.

§ 3. — Calcul de la densité à 20° de la couche adsorbée.

L'emploi de la relation III pour la correction des isothermes expérimentales est subordonné à la connaissance de la densité de la phase adsorbée. En réalité, on ne possède aucun renseignement précis à ce sujet.

Toutefois, sous certaines réserves, que nous formulons plus loin, il nous est possible de déduire de nos expériences mêmes une valeur approchée de δ_{20} .

Dans la plupart de nos essais, les pressions ont été poussées jusque 190 atmosphères, soit près de 120 atmosphères au-dessus du maximum : il est probable qu'à ces fortes pressions, l'augmentation des volumes adsorbés est nulle. Le calcul de la densité, basé entièrement sur ce postulat, peut alors se faire comme suit :

Soit par exemple les deux équilibres supérieurs de la troisième isotherme du charbon II (voir p. 190) :

$$\begin{aligned} P_{A_1} &= 191,86 \text{ atm.} & V_1 &= 1,592,4 \text{ cm}^3 & V_{E_1}/E &= 220,53 \text{ cm}^3 \\ P_{A_2} &= 159,53 \text{ atm.} & V_2 &= 1,508,4 \text{ cm}^3 & V_{E_2}/E &= 184,40 \text{ cm}^3 \end{aligned}$$

Les valeurs corrigées W_1 et W_2 des volumes adsorbés sont donnés par la relation III :

$$\begin{aligned} W_1 &= V_1 \left[\frac{\delta_{20}}{\delta_{20} - 0,0007168 \frac{V_1^E}{E}} \right] \\ W_2 &= V_2 \left[\frac{\delta_{20}}{\delta_{20} - 0,0007168 \frac{V_2^E}{E}} \right] \end{aligned}$$

Admettons l'état de saturation du charbon à partir de 159,53 atmosphères (P_{A_2}), ce qui revient à poser :

$$W_1 = W_2$$

Nous aurons :

$$V_1 \left[\frac{\delta_{20}}{\delta_{20} - 0,0007168 \frac{V_1^E}{E}} \right] = V_2 \left[\frac{\delta_{20}}{\delta_{20} - 0,0007168 \frac{V_2^E}{E}} \right]$$

d'où l'on tire :

$$\delta_{20} = \frac{0,0007168 \left[V_1 \frac{V_2^E}{E} - V_2 \frac{V_1^E}{E} \right]}{V_1 - V_2}$$

En remplaçant V_1 , V_2 , VE_1/E et VE_2/E par leurs valeurs expérimentales, on obtient :

$$\delta_{20} = \frac{0,0007168 (1392,4 \times 184,40 - 1508,4 \times 220,33)}{1392,4 - 1508,4}$$

$$\delta_{20} = 0,467$$

Nous avons ainsi une valeur de δ_{20} qui, introduite dans la relation (III), permet de corriger les résultats expérimentaux.

Toutefois, cette valeur de δ_{20} se trouve grevée de toutes les erreurs d'observation, dont les plus importantes proviennent des inexactitudes commises dans la détermination du volume E de l'espace nuisible (1) et de l'imprécision des mesures de pressions fournies par le manomètre métallique.

Nous avons résumé dans le tableau XX ci-dessous les résultats du calcul de δ_{20} à partir des deux équilibres supérieurs des isothermes pour lesquelles les plus fortes pressions ont été mises en œuvre. En prenant la moyenne de ces résultats, on éliminera dans une certaine mesure les causes d'erreurs auxquelles peut être sujette chaque détermination isolée.

TABLEAU XX

N° du charbon	N° de l'isotherme	PA ₁ et PA ₂	V ₁ et V ₂	δ_{20}
		atm.	cm ³	
I	1	175,62	1.037,8	0,485
		159,59	1.077,7	
II	3	191,86	1.392,4	0,467
		159,53	1.508,4	
III	1	192,01	1.710,4	0,504
		160,45	1.834,3	
III	2	192,18	1.745,9	0,485
		160,45	1.880,7	
III	3	191,77	1.702,2	0,483
		160,51	1.832,0	
Ecart maximum : 0,037		Moyenne : 0,485		

(1) La détermination de K peut être sujette à une erreur systématique. Elle implique en effet la connaissance de la masse spécifique vraie de la houille. Celle-ci est déterminée au pycnomètre avec de l'alcool à 20 % d'eau. Or rien ne permet d'affirmer que l'alcool réussit à pénétrer dans les plus petits espaces intercolloïdaux. Une erreur systématique peut donc être commise de ce chef.

La concordance de ces chiffres est très satisfaisante si l'on tient compte du grand nombre de causes d'erreurs possibles.

Il est intéressant de comparer cette densité avec celles du méthane liquide à différentes températures. Par extrapolation du tableau ci-dessous, on voit que la densité du méthane condensé au zéro absolu a une valeur probablement voisine de 0,5, valeur que nous avons trouvée pour le CH₄ adsorbé.

TABLEAU XXI

Température.	Densité.
—161,5° C	0,4245
—160	0,4222
—150	0,4075
—140	0,3916
—130	0,3742
—120	0,3547
—110	0,3324
—100	0,3050
— 90	0,2668
— 82,1	0,1615

Rappelons toutefois que, indépendamment des causes d'erreurs citées plus haut, l'exactitude de la densité que nous venons de calculer est conditionnée par la validité d'un postulat admettant la constance au-dessus de 160 atmosphères des volumes adsorbés réellement.

Ce dernier point est à vérifier dans de prochaines expériences, au cours desquelles nous pousserons la pression jusque 400 atmosphères.

§ 4. — Les isothermes corrigées.

Sous les réserves formulées au paragraphe précédent, nous donnons dans les tableaux et figures qui suivent les résultats corrigés des isothermes obtenues à 20°. On verra que la correction, peu impor

tante pour les basses pressions, croît rapidement avec la pression pour atteindre une valeur de 50 % environ pour les plus fortes pressions mises en œuvre.

Comme nous n'avons établi qu'une seule isotherme à 0° et 40°, nous n'avons pas fait le calcul de la densité de la couche adsorbée à ces températures. Ce calcul, pour être quelque peu précis, ne peut, en effet, être basé sur les résultats d'une expérience isolée. Les isothermes pour ces températures n'ont donc pas été corrigées.

TABLEAU XXII

Résultats corrigés de la première isotherme d'adsorption du charbon I.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 1,42 %.

N° de l'équilibre	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm			
	Pression d'équilibre (P _{A1})	par les 82,208 gr. de charbon à 1,42 % d'eau mis en œuvre (soit 81,043 gr. à l'état sec) (W ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	175,62	1.482,3	18,29	20,39
2	159,59	1.482,4	18,29	20,39
3	144,55	1.492,7	18,42	20,53
4	129,95	1.505,3	18,57	20,70
5	115,78	1.499,6	18,50	20,62
6	101,62	1.490,1	18,39	20,49
7	86,61	1.461,6	18,03	20,10
8	72,14	1.427,2	17,61	19,63
9	55,17	1.349,8	16,65	18,56
10	37,21	1.211,1	14,94	16,66
11	18,72	1.035,3	12,78	14,24

TABLEAU XXIII

Résultats corrigés de la quatrième isotherme d'adsorption du charbon I.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,08 %.

N° de l'équilibre	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm			
	Pression d'équilibre (P _{A1})	par les 81,110 gr. de charbon à 0,08 % d'eau mis en œuvre (soit 81,043 gr. à l'état sec) (W ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	101,75	1.690,5	20,86	23,25
2	86,75	1.669,8	20,60	22,96
3	72,08	1.632,3	20,14	22,45
4	54,97	1.553,1	19,16	21,36
5	37,19	1.427,3	17,61	19,63
6	18,72	1.233,3	15,22	16,96

TABLEAU XXIV

Résultats corrigés de la première isotherme d'adsorption du charbon II.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,82 %.

N° de l'équilibre	Volumes adsorbés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm			
	Pression d'équilibre (P _{A1})	par les 85,350 gr. de charbon à 0,82 % d'eau mis en œuvre (soit 84,651 gr. à l'état sec) (W ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	166,17	2.010,8	23,75	24,22
2	136,83	1.975,4	23,34	23,79
3	108,36	1.935,3	22,86	23,31
4	80,09	1.844,2	21,79	22,21
5	50,98	1.679,2	19,84	20,22
6	21,57	1.308,9	15,46	15,76

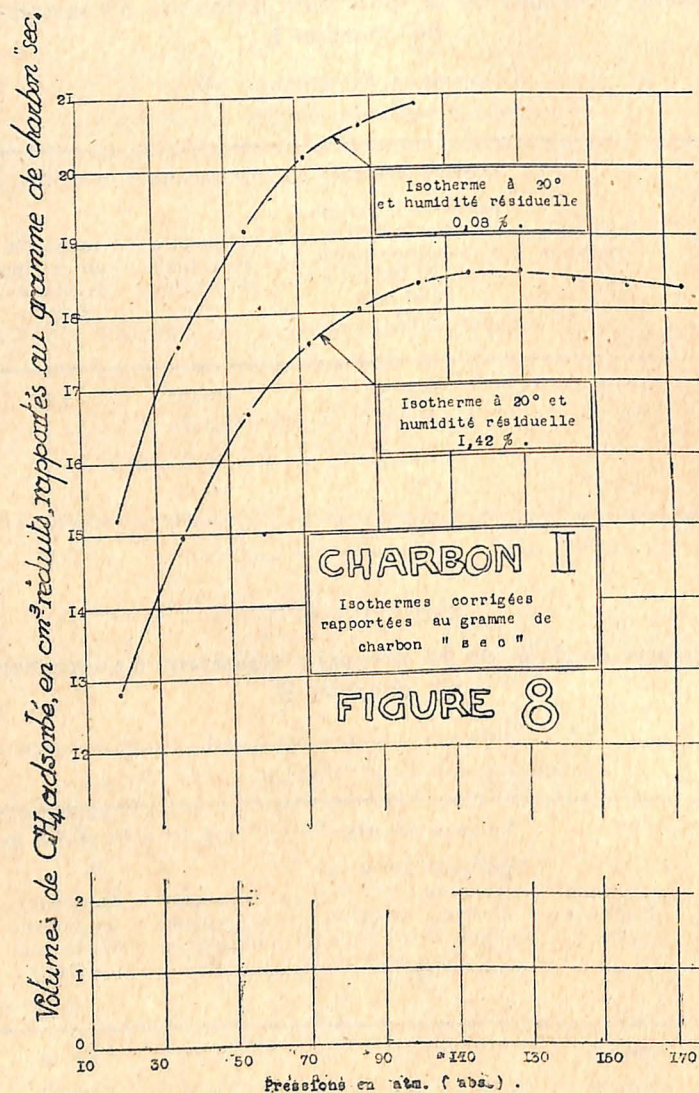


TABLEAU XXV

Résultats corrigés de la deuxième isotherme d'adsorption du charbon II.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,27 %.

N° de l'équilibre	Pression d'équilibre (P_{A_1})	Volumes adsorbés en cm^3 réduits à 0° et 760 mm		
		par les 84,880 gr. de charbon à 0,27 % d'eau mis en œuvre (soit 84,651 gr. à l'état sec) (W_1)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	165,69	2.063,4	24,37	24,85
2	136,60	2.061,7	24,35	24,83
3	108,38	2.010,2	23,75	24,21
4	80,17	1.927,0	22,76	23,21
5	51,14	1.750,2	20,68	21,08
6	21,93	1.391,6	16,44	16,76

TABLEAU XXVI

Résultats corrigés de la troisième isotherme d'adsorption du charbon II.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,05 %.

N° de l'équilibre	Pression d'équilibre (P_{A_1})	Volumes adsorbés en cm^3 réduits à 0° et 760 mm		
		par les 84,690 gr. de charbon à 0,05 % d'eau mis en œuvre (soit 84,651 gr. à l'état sec) (W_1)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	191,86	2.064,8	24,39	24,87
2	159,53	2.073,5	24,49	24,97
3	130,78	2.066,5	24,41	24,89
4	103,56	2.011,0	23,76	24,22
5	75,97	1.924,3	22,73	23,17
6	46,54	1.722,5	20,35	20,74
7	17,27	1.303,8	15,40	15,70

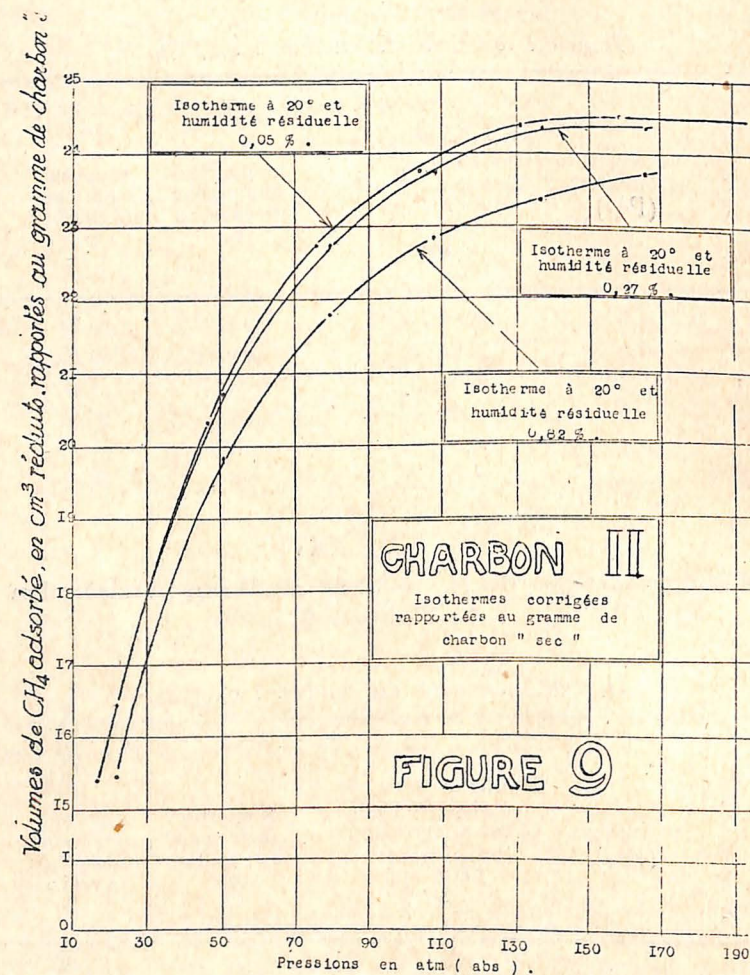


TABLEAU XXVII

Résultats corrigés de la première isotherme d'adsorption du charbon III.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 2,85 %.

No de l'équilibre	Pression d'équilibre (P_{A_1})	Volumes adsorbés en cm^3 réduits à 0° et 760 mm		
		par les 86,661 gr. de charbon à 2,85 % d'eau mis en œuvre (soit 84,188 gr. à l'état sec) (W_1)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	192,01	2.535,8	30,12	31,20
2	160,45	2.525,8	30,00	31,07
3	132,13	2.540,9	30,18	31,26
4	105,08	2.496,3	29,65	30,71
5	77,69	2.381,1	28,28	29,29
6	62,86	2.284,6	27,14	28,11
7	47,78	2.162,4	25,69	26,60
8	32,35	1.996,6	23,72	24,56
9	18,19	1.712,4	20,34	21,07

TABLEAU XXVIII

Résultats corrigés de la deuxième isotherme d'adsorption du charbon III.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,01 %.

No de l'équilibre	Pression d'équilibre (P_{A_1})	Volumes adsorbés en cm^3 réduits à 0° et 760 mm		
		par les 84,193 gr. de charbon à 0,01 % d'eau mis en œuvre (soit 84,188 gr. à l'état sec) (W_1)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	192,18	2.589,5	30,76	31,86
2	160,45	2.589,8	30,76	31,86
3	132,21	2.586,7	30,73	31,82
4	105,08	2.555,8	30,36	31,44
5	77,63	2.451,3	29,12	30,16
6	62,62	2.347,7	27,89	28,88
7	47,69	2.252,7	26,76	27,71
8	32,35	2.092,8	24,86	25,75
9	18,40	1.818,0	21,59	22,37

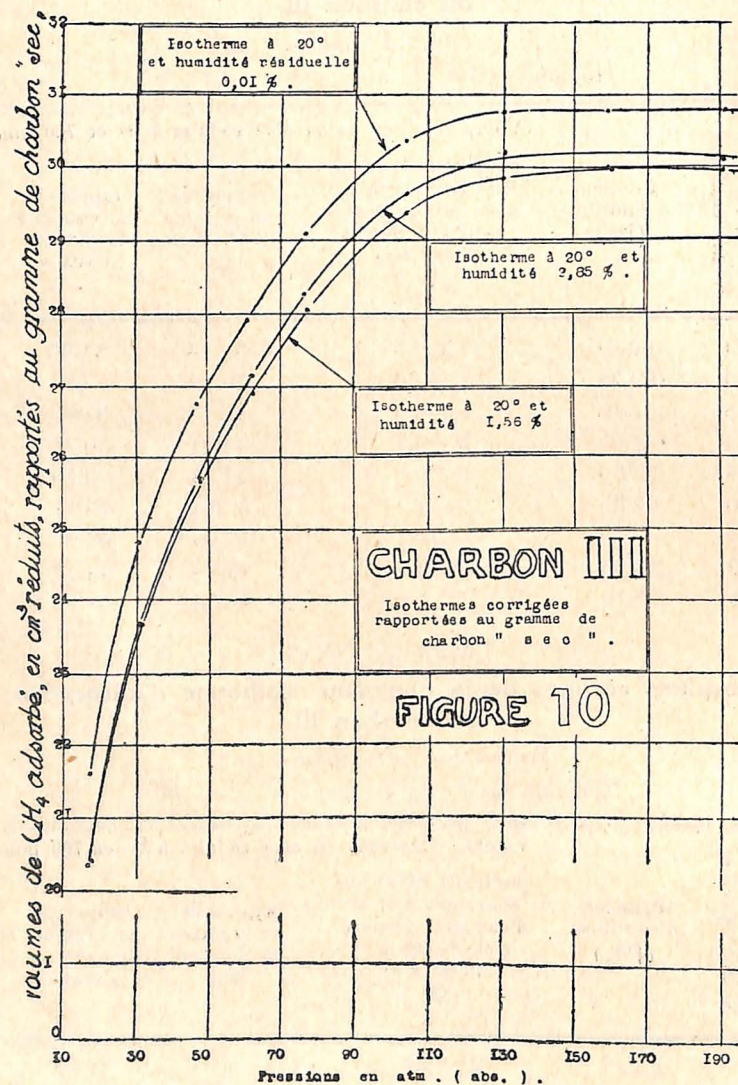


TABLEAU XXIX

Résultats corrigés de la troisième isotherme d'adsorption du charbon III.

Température d'équilibre : 20° .

Humidité résiduelle du charbon : 1,56 %.

No de l'équilibre	Pression d'équilibre (P_{A_1})	Volumes adsorbés en cm^3 réduits à 0° et 760 mm		
		par les 85,525 gr. de charbon à 1,56 % d'eau mis en œuvre (soit 84,188 gr. à l'état sec) (W_1)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	191,77	2.522,1	29,96	31,03
2	160,51	2.523,1	29,97	31,04
3	132,01	2.513,7	29,86	30,93
4	105,03	2.476,1	29,41	30,46
5	77,67	2.363,3	28,07	29,08
6	62,88	2.262,9	26,88	27,84
7	47,78	2.159,4	25,65	26,57
8	32,66	1.996,4	23,71	24,56
9	18,51	1.716,1	20,38	21,11

CONCLUSION

Le présent travail met en évidence le rôle des divers facteurs qui régissent les équilibres du système méthane-houille.

a) Le pouvoir de fixation des houilles pour le méthane est une fonction croissante de leur degré d'évolution. Cette loi, que nous avons déduite de nombreuses déterminations faites sous la pression atmosphérique, est confirmée par le présent travail dans le domaine des hautes pressions.

L'explication en est très aisée si l'on admet l'hypothèse de l'adsorption. La houille est de nature colloïdale. Tout comme le gel de silice, sa masse est formée de l'empilement d'innombrables amas plurimoléculaires submicroscopiques. Le méthane est fixé par adsorption à la surface de ces granules colloïdaux. Dans les houilles jeunes, la surface des colloïdes est empâtée par de l'eau et une foule de produits organiques. Ce sont entre autres des termes supérieurs des

hydrocarbures saturés et non saturés. Ceux-ci, tels quels ou légèrement craqués, forment d'ailleurs les produits de tête de la distillation primaire. Ces liquides préexistants sont adsorbés au substratum granulaire. Pendant nos déterminations du pouvoir adsorbant, l'extraction préliminaire par le vide élimine tous les produits qui gardent une tension résiduelle : ce sont l'eau et les premiers termes des hydrocarbures. Les produits moins volatils ne peuvent être éliminés à la température ordinaire, même par une extraction prolongée.

Une partie de la surface active restant ainsi occupée, on conçoit que les volumes de méthane adsorbés par les houilles jeunes ne peuvent dépasser une certaine valeur.

Dans les houilles de plus en plus évoluées, ces liquides organiques diminuent progressivement et la surface active se trouve ainsi augmentée. D'autre part, la « carbonisation » de chaque granule crée à l'intérieur de celui-ci « une surface active secondaire ». Celle-ci, joignant son action à la « surface active primaire », communique à l'anthracite son pouvoir adsorbant élevé.

b) En ce qui concerne l'influence de la *pression*, objet principal du travail, nous avons montré comment l'hypothèse de l'adsorption permet d'interpréter la forme inadmissible des isothermes expérimentales. Nous avons été amenés à corriger celles-ci en adoptant, pour la densité de la couche adsorbée, une valeur déduite de nos expériences mêmes. Quelques doutes pouvant subsister à ce sujet, nous nous proposons dans de prochaines déterminations de pousser la pression jusque 400 atmosphères.

c) Les deux isothermes que nous avons établies à 0° et à 40° (charbon I) montrent l'influence de la *température*. Toutefois, nous n'avons pu corriger les isothermes de ces températures, étant donné que la densité de la couche adsorbée pour une température ne peut être déterminée avec quelque certitude qu'en se basant sur de nombreux essais. D'autre part, ces deux isothermes étant obtenues avec des teneurs en eau différentes, ne sont pas strictement comparables. A ce point de vue, notre travail devrait donc être poursuivi.

d) L'influence de l'*humidité* est loin d'être aussi importante que nous le pensions à priori. A ce point de vue, les isothermes du charbon III présentent une anomalie; l'isotherme du charbon à 2,85 % d'eau se trouve au-dessus de celle relative à 1,56 %. En réalité, pour des teneurs croissantes en eau, l'influence de l'humidité cesse de se faire sentir une fois que le charbon est saturé d'eau. L'eau

en excès ajoutée n'a plus d'autre effet que de mouiller le charbon. Nous pensons que les deux isothermes inférieures du charbon III devraient se confondre et que les écarts résultent des erreurs inévitables d'observation. A ce point de vue aussi, notre travail devra être poursuivi en nous limitant aux basses pressions, ce qui permettra l'emploi d'un manomètre d'autant plus sensible.

* * *

Il résulte de notre travail que les veines grisouteuses ne peuvent fixer plus de 30 m³ (réduits à 0° et 760 mm.) de méthane à la tonne. En tenant compte du méthane resté libre dans les vides, le chiffre de 40 m³ réduits à la tonne ne semble pas pouvoir être dépassé (1).

Ce chiffre, qui se rapporte à une houille maigre, est un maximum, et s'abaisse au fur et à mesure que l'on remonte dans la catégorie des houilles jeunes, d'autant plus que la température du gisement est notablement supérieure à 20°.

Il serait intéressant de pouvoir comparer cet ordre de grandeur avec les volumes de grisou réellement contenus dans les veines grisouteuses. Malheureusement, nous ne possédons aucun renseignement précis à ce sujet.

Dans les expériences d'extraction de grosses gaillettes par broyage dans le vide, on obtient des volumes de gaz inférieurs à ceux du gisement. En effet, les échantillons soumis au broyage ont subi un dégazage qui, commencé longtemps avant l'abatage même, s'est poursuivi jusqu'au moment de l'introduction de l'échantillon dans le broyeur. L'échantillon ne contient alors plus que les « queues » de désorption, souvent très riches en hydrocarbures supérieurs.

D'autre part, on ne peut se baser sur les mesures du débit gazeux des chantiers. Cette méthode donne des indications de la plus

(1) Pour fixer les idées, prenons le cas de notre anthracite à 1,56 % d'eau. Admettons une température de gisement hypothétique de 20° et une pression de 100 atm. dans la phase gazeuse. Donnons aux vides de la houille (réduite déjà par la couche de méthane et l'eau absorbées) un volume d'environ 100 l. à la tonne.

Le nombre approximatif de m³ de méthane réduit retenu par tonne se calcule alors comme suit :

CH ₄ adsorbé à 20° sous 100 atm.	29 m ³
CH ₄ libre à 20° et 100 atm. dans les 100 litres de vide	11 m ³
CH ₄ total	40 m ³

grande importance pour l'exploitation (1). Toutefois, comme l'a montré M. Breyre, les débits trouvés ne représentent pas seulement le grisou du charbon extrait. L'exploitation cause une perturbation dans la couche et les terrains encaissants créant ainsi des drains nouveaux et accentuant les cassures préexistantes. Toute la veine et même les veines voisines, dans un rayon plus ou moins étendu, peuvent ainsi déverser une partie de leur grisou au point de mesure.

Il nous est donc actuellement impossible de savoir si les volumes de grisou des gisements vierges dépassent par tonne de houille les 40 m³ compatibles avec nos données expérimentales. On a quelque peine à le croire, si l'on songe que 40 m³ de méthane représentent une masse de 29 kgs, qui occupe, sous la densité maximum de l'état liquide (D. 0,5), un volume d'environ 58 litres.

* * *

Nous avons admis que la fixation du méthane par les houilles résulte en ordre principal de la mise en œuvre de phénomènes d'adsorption à la surface du substratum colloïdal des houilles. Dans un prochain mémoire, nous présenterons l'ensemble des arguments qui justifient cette manière de voir; des expériences, actuellement en voie d'achèvement, apportent à celle-ci une confirmation qui nous semble décisive (2).

(1) Ad. Breyre : « Le dégagement grisouteux des couches de houille en Belgique »; Congrès International des Mines, de la Métallurgie et de la Géologie Appliquée. — Paris 1935.

(2) Dans ces expériences, nous comparons les volumes de divers gaz (H₂, CO, N₂, CH₄, CO₂, C₂H₆, C₃H₈) absorbés sous une pression d'équilibre de 760 mm, d'une part par un anthracite, d'autre part par un « charbon actif ». Les expériences sont faites à 0° et 20°.

Nous appelons coefficient de température le rapport entre les volumes adsorbés à 0° et 20°. Pour le méthane, nous aurons ainsi :

$$K_{\text{houille}}^{\text{CH}_4} = \frac{\text{volume CH}_4 \text{ adsorbé à } 0^\circ}{\text{volume CH}_4 \text{ adsorbé à } 20^\circ}$$

Pour le charbon actif, nous avons de même :

$$K_{\text{charbon act.}}^{\text{CH}_4} = \frac{\text{volume CH}_4 \text{ adsorbé à } 20^\circ}{\text{volume CH}_4 \text{ adsorbé à } 0^\circ}$$

Pour chaque gaz, nous constatons que les coefficients de température de la houille et du charbon actif sont identiques :

$$K_{\text{houille}}^{\text{H}_2} = K_{\text{charbon actif}}^{\text{H}_2} \dots \dots \dots K_{\text{houille}}^{\text{CO}_2} = K_{\text{charbon actif}}^{\text{CO}_2}$$

et ainsi de suite. C'est ainsi que pour le méthane

$$K_{\text{houille}}^{\text{CH}_4} \text{ et } K_{\text{charbon actif}}^{\text{CH}_4} \text{ sont respectivement } 1,44 \text{ et } 1,41.$$

Cette identité entre les coefficients de température n'est possible que si l'anthracite et le charbon actif fixent les gaz par l'intervention d'un même phénomène. La fixation des gaz par les houilles résulte donc de la mise en œuvre des phénomènes d'adsorption caractéristiques des « charbons actifs ».

D'autres expérimentateurs admettent que les complexes organiques de la houille exercent une action dissolvante sur le méthane. Cette manière de voir est partagée par M. Et. Audibert, l'éminent Directeur de la Station d'Essais de Montluçon, qui en a présenté la synthèse dans un mémoire publié récemment (1).

Il nous paraît opportun de présenter dès maintenant quelques observations.

Tout d'abord, les phénomènes de dissolution véritable au solide sont inconnus, aux températures ordinaires du moins. Bien plus, un liquide abandonne, lors de sa solidification, le gaz qu'il tenait en dissolution.

Comme la dissolution implique la réversibilité, on ne peut invoquer le cas de la clévélite, minéral uranifère, qui, par chauffage au rouge, abandonne de l'hélium préexistant; en effet, en laissant le minéral se refroidir dans l'hélium dégagé, ce dernier n'est pas repris.

On peut donc éprouver quelque peine à admettre que, parmi les corps solides, la houille puisse seule avoir la propriété de dissoudre non seulement le méthane, mais absolument tous les gaz (2).

Les arguments invoqués par M. Audibert en faveur de l'hypothèse de la dissolution sont au nombre de deux.

Le premier est basé sur le dégagement du grisou vierge :

« Dans un ballon en verre, dont le col, fermé à la lampe, est pourvu latéralement d'une tubulure en U, et qui est prolongé à sa partie inférieure par une tubulure rectiligne, on introduit des grains de houille calibrés contenant encore une certaine quantité de méthane vierge. On dirige ensuite à travers le ballon un courant, d'assez fort débit, de méthane pur, pendant un temps suffisant pour éliminer complètement l'air qu'il contient; cela fait, on ferme à la lampe la tubulure inférieure, on bouche la tubulure en U au moyen d'une colonne de mercure, et on place le ballon dans un cryostat dont la température demeure constante au centième de degré près. On suit alors, au moyen des déplacements de la colonne de mercure, les variations de la pression intérieure et on trace la courbe qui représente sa valeur en fonction du temps. »

Avec de la houille des mines de la Loire, en grains de 5 à 10 millimètres ou de 0,mm3 à 0,mm5, on a enregistré les courbes que reproduisent les figures 11 et 12.

(1) Mémoire déjà cité à la note 1 de la page 172.

(2) En effet, la houille fixe d'une façon parfaitement réversible non seulement le méthane mais absolument tous les gaz.

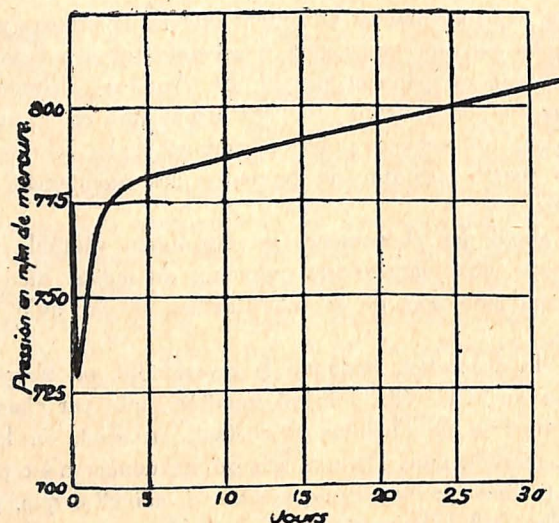


Fig. 11. — Variation de la pression dans une enceinte pleine de méthane et contenant de la houille des mines de la Loire en grains de 3 à 5 dixièmes de millimètre.

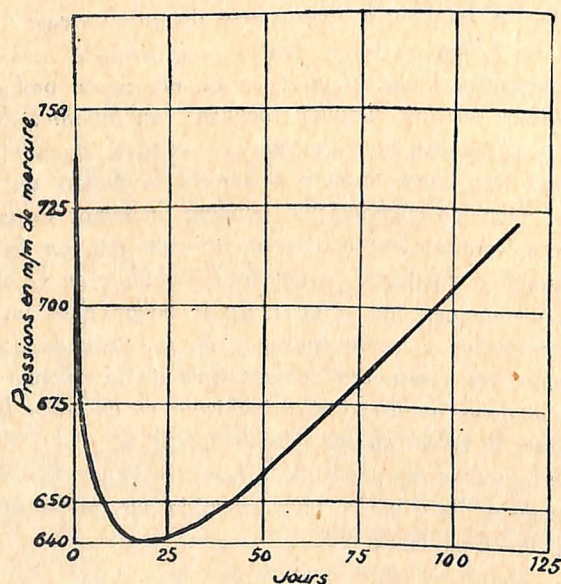


Fig. 12. — Variation de la pression dans une enceinte pleine de méthane et contenant de la houille des mines de la Loire en grains de 5 à 10 mm.

D'après M. Audibert, « le fait que, dans les expériences sur la houille, la pression commence par décroître pour se mettre ensuite à monter, entraîne dès lors comme conséquence qu'une fraction au moins du méthane contenu dans le solide obéit à des lois qui ne sont pas celles de l'adsorption. Cette fraction ne peut être que dissoute. »

En réalité, l'explication des diagrammes est très simple si l'on tient compte de la facilité avec laquelle la houille s'oxyde à l'air.

Comme les morceaux de houille mis en œuvre débitent encore du « méthane vierge », il est évident que la partie centrale des grains n'a pu être atteinte par l'air. Il n'en est pas de même de la partie superficielle où l'air a pu pénétrer plus ou moins facilement. Au bout d'un certain temps d'exposition, le grain se trouve ainsi oxydé jusqu'à une certaine profondeur. Les échanges avec l'air se poursuivant, la surface active déjà oxydée se recouvre par adsorption de nouvelles molécules d'oxygène et d'azote.

Au début de l'expérience, on déplace l'air du ballon par du méthane; il n'en reste pas moins que l'excédent d'oxygène et l'azote fixés sur la surface active déjà oxydée n'ont ainsi pu être éliminés que très partiellement.

Dès lors, après le scellement du ballon, les phénomènes d'oxydation vont se poursuivre.

Les molécules d'oxygène adsorbées à la surface active de la partie plus ou moins superficielle du grain vont migrer petit à petit vers la partie centrale, restée inaltérée; une partie de ces molécules y disparaît définitivement par oxydation.

Cette perte en oxygène dégarnit ainsi partiellement une partie de la surface active. D'autre part, elle ne peut être compensée que par un emprunt soit à la phase gazeuse du ballon, soit au courant de méthane venant de la partie centrale du grain.

Or, les parties terminales des courbes montrent que le dégagement de méthane ne se fait que très lentement.

La perte en oxygène sera donc compensée principalement par un emprunt à l'atmosphère gazeuse du ballon : la pression de celle-ci diminuera.

Plus tard, quand la pression partielle de l'oxygène devient insuffisante, les phénomènes d'oxydation se ralentissent et, le dégagement de méthane de la partie centrale prévalant, la pression de la phase gazeuse du ballon se met à remonter pour dépasser finalement la pression initiale de l'expérience.

La forme spéciale des courbes de dégagement ne constitue donc aucune objection à l'hypothèse de l'adsorption; celle-ci en donne une interprétation très aisée. Il est vrai que l'interprétation pourrait à la rigueur se faire d'une façon fort semblable en admettant l'hypothèse de la dissolution. Cependant, étant donné la forme de raisonnement adoptée par M. Audibert, l'expérience, comme telle et avec ses deux interprétations possibles, perd toute valeur comme argument.

Le second argument consiste en une isotherme de fixation que nous reproduisons à la figure 13.

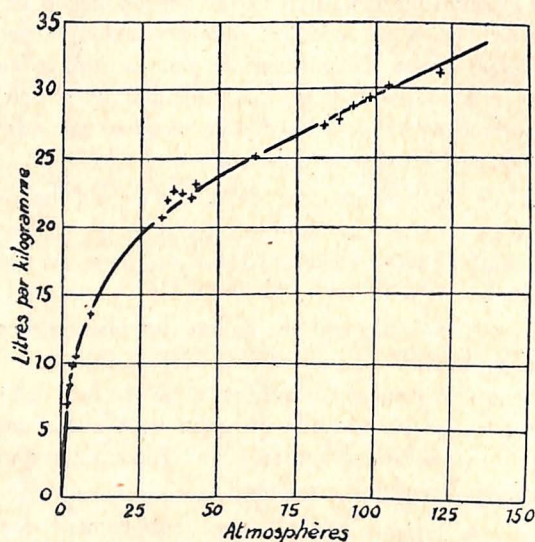


Fig. 13. — Isotherme de fixation du méthane par une houille.

Celle-ci, dans sa forme même, est en contradiction avec les multiples courbes que nous avons obtenues pour trois types de houille différents. Les nombreux détails et chiffres que nous avons donnés au long de cette note montrent d'ailleurs que la seule isotherme de fixation que l'on puisse *expérimentalement* obtenir doit avoir la forme spéciale des courbes représentées aux figures 5, 6 et 7, et l'hypothèse de l'adsorption semble seule pouvoir les interpréter.

Il faut donc bien conclure qu'aucune preuve n'est actuellement apportée en faveur de l'hypothèse de la dissolution. Celle-ci est d'ailleurs en contradiction avec les faits. En effet, si les complexes organiques de la houille dissolvaient le méthane, il est évident que

les combustibles jeunes se trouveraient privilégiés à ce point de vue. Or, nous savons que le pouvoir de fixation des houilles est une fonction croissante de leur degré de minéralisation (fig. 1). L'hypothèse de l'adsorption seule en donne jusqu'à présent une explication rationnelle.

Nous reprendrons cette question dans une prochaine étude d'ensemble. Quel que soit d'ailleurs l'intérêt que présente la connaissance du mécanisme de la fixation du méthane pour les houilles, aucune discussion d'ordre théorique ne pourra modifier les données expérimentales que nous venons de présenter dans ce travail.