Institut National des Mines
Frameries-Paturages

R A P P O R T

SUR LES

Travaux de 1936

PAR

ADOLPHE BREYRE,

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

SOMMAIRE :

I. — Travaux sur les explosifs	5
1. Galerie de Pâturages : tirs divers de classement et de contrôle	5
2. Recherches diverses	7
a) Etude d'un raté dans un tir simultané en avalleresse dû aux déperditions par les connexions	7
b) Quelques essais sur un incendie de fascines provoqué par un tir	22
c) Quelques essais sur un incendie provoqué par une déflagration fusante	23
d) Détonation d'explosifs à distance par un simple détonateur	24

e) Essais de gaine sur des explosifs non S.G.P.	31
f) Le tir à retard vis-à-vis des poussières charbonneuses	32
g) Examen du Procédé Cardox au point de vue du grisou	34
h) Etude des poussières charbonneuses	42
II. — Lampes, grisomètres, aérage secondaire	43
a) Lampes à flammes : incidents divers. — Nettoyage par brosses en crin végétal. — Desserrage des joints. — Sensibilité des lampes sans cuirasse aux remous d'un courant grisouteux. — Essais sur rallumage des lampes à benzine	43
b) Lampes électriques et électropneumatiques.	48
c) Ventilateurs secondaires	49
d) Grisomètre M.S.A.	49
e) Un appareil de prélèvement d'un échantillon d'air volumineux dans un puits inaccessible	63
III. — Matériel électrique antidéflagrant	64
Liste des appareils électriques et divers étudiés et agréés en 1936	64
IV. — Locomotives Diesel	82
Liste des types étudiés et agréés en 1936	82
V. — Le gisement du grisou dans nos couches	85
Etude en cours sur les dégagements instantanés de grisou en Belgique	85
a) Quelques essais sur la pulvérisation du charbon par dégazage brusque	85
b) La perméabilité de nos houilles au grisou. — Premier appareil. — Quelques résultats. — Deuxième appareil. — Résultats obtenus à ce jour	88

c) Essais de relevés de pressions gazeuses en massif grisouteux vierge	99
1) Sondage au n° 1 de l'Escouffiaux.	99
2) Recoupe de la couche Mouton aux Chevalières	101
d) Pouvoir de fixation du schiste pour le méthane	103
e) Pouvoir absorbant des houilles sous pression. — Le mode de gisement du grisou. — Résumé des études de ces dernières années	103
VI. — Propagande de la sécurité	105
VII. — Quelques questions diverses	108
a) Gaz occlus dans des cristaux de sylvinite	108
b) Appareils respiratoires	111
c) Essais sur les générateurs à acétylène	111
d) Etude sur l'emploi d'explosifs à l'oxygène liquide dans une carrière à ciel ouvert	112

ANNEXE

Etudes sur la nature du gisement des grisous, résumé des travaux de ces dernières années par L. Copens, Docteur en Sciences, Attaché à l'Institut national des Mines	137
Introduction	137
Chapitre I. — Les phénomènes d'adsorption en général	139
Chapitre II. — Le gisement du grisou d'après la théorie de l'adsorption	148
Chapitre III. — Etude expérimentale du système gaz-houille	155

Première partie : Résumé des travaux . . .	155
§ 1. — Etude de l'influence de la nature de la houille	155
§ 2. — Etude de l'influence de la température	160
§ 3. — Etude de l'influence de la nature de la phase gazeuse	162
§ 4. — Etude de l'influence de la pression	164
Seconde partie : Interprétation des résultats d'après la théorie de l'adsorption	184
§ 1. — La loi des variations du pouvoir de fixation des houilles	184
§ 2. — L'influence de la température	186
§ 3. — L'influence de la nature de la phase gazeuse	186
§ 4. — L'influence de la pression	188
Conclusions	204

Rapport sur les Travaux de 1936

PAR

ADOLPHE BREYRE,

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

Cette année, nous avons eu à faire face à un nombre anormal de besognes de contrôle, d'enquêtes sur divers incidents de tir, etc.

Certaines recherches ont été de ce chef retardées ou entravées. Nous exposerons comme d'habitude, les travaux exécutés en nous bornant à signaler simplement ceux qui n'ont pas encore permis de conclusions acquises.

I. — TRAVAUX SUR LES EXPLOSIFS

1. — *Galerie de Pâturages.*

On peut récapituler comme suit les tirs effectués :

Tirs de classement	8
Tirs de contrôle	70
Tirs pour études des poussières	31
Tirs pour visites éducatives	41
Divers	101

Total . 251

a) *Tirs de classement* : Deux nouvelles formules d'explosifs S.G.P. ont été proposées et n'ont pu être agréées.

b) *Tirs de contrôle d'explosifs S.G.P. prélevés dans les charbonnages ou chez les fabricants* : 70 tirs.

Ces tirs ont été particulièrement nombreux : 41 visaient 3 explosifs contenant de la nitroglycérine. Plusieurs de ces tirs ont donné lieu à des inflammations à la charge-limite de 900 grammes ou même à la charge maximum d'emploi de 800 grammes.

Nous avons fait toute une série de recherches pour déterminer la cause de ces défaillances.

Rappelons que nos épreuves *sans bourrage*, en grisou vivifié par addition d'oxygène (1), sont dures et évidemment plus dangereuses que les conditions d'emploi dans les travaux.

Après de très multiples essais, où nous avons examiné divers facteurs — vétusté, emploi de glycol, etc. — nous en sommes arrivés à la conclusion que nos explosifs S.G.P. sont trop voisins de la limite de puissance qui enflamme dans les conditions de nos essais.

Les conditions dont nous ne sommes pas maîtres — la pression, le degré hygrométrique, la température, etc. — agissent dans un sens ou dans un autre, déterminant des inflammations à certaines périodes.

L'essai au mortier n'est pas parfait, il n'est conservé qu'à défaut d'un meilleur procédé.

Une revision de tous nos explosifs est en cours. Elle ne comportera d'ailleurs que des changements peu importants.

(1) Le grisou naturel qui alimente notre station contenant un taux exagéré d'azote, nous neutralisons l'excédent d'azote par une addition d'oxygène réglée de manière à reconstituer de l'air avec cet excédent.

D'autre part, nous avons reconnu qu'il faut écarter le glycol, introduit par certains abusivement dans nos explosifs S.G.P. contenant de la nitroglycérine (1).

2. — Recherches spéciales.

A diverses reprises, nous avons eu à procéder à des recherches à la demande de l'Administration des Mines, notamment après des accidents. Citons quelques cas :

a) **Raté dans un tir simultané en approfondissement de puits.**

Nous avons notamment été amenés à discerner la cause de ratés survenus dans un tir simultané au cours du creusement d'une avalleresse.

Le matériel de tir : explodeur, ligne, ohmmètre était en parfait état; il nous a été facile de montrer que les ratés provenaient des déperditions de courant se produisant aux ligatures des détonateurs, reposant nues sur des terrains humides. Nous avons reproduit, *aisément*, ces ratés qui disparaissent totalement lorsque l'on apporte aux ligatures tout le soin désirable : entourer de toile isolante toutes les parties nues du circuit. Cette étude vaut d'être exposée avec quelques détails.

Circonstances du tir.

Le tir comportait 25 fourneaux forés dans des schistes légèrement humides et inclinés à 23°. Ces fourneaux étaient chargés d'un explosif brisant en cartouches de 100 grammes.

(1) Cette conclusion est différente de celle prise dans divers pays qui tolèrent une partie de glycol dans les bains de nitration pour explosifs de sûreté.

La répartition des charges et leur mode d'amorçage sont indiqués dans le tableau 1 ci-dessous et dans le croquis schématique figure 1.

TABLEAU 1. — Charges et détonateurs.

Nombre de fourneaux	Amorçage	Charge
6	6, 5, 6, 6, 8 et 7 cartouches	détonateur instantané 0
1	8 cartouches	id. retard 4 (2 sec.)
4	8 »	id. id. 6 (5 sec.)
9	8 »	id. id. 8 (4 sec.)
5	8 »	id. id. 10 (5 sec.)
25	190 cartouches

Fig. 1. — Répartition des charges et mode d'amorçage.

Sont marquées d'une croix (+) les charges ayant détoné.

Les chiffres indiquent les retards : 0, 2, 4, etc., exprimés en demi-secondes; ils correspondent donc à 0, 1, 2, etc. secondes.

Tous les détonateurs, même ceux à départ instantané, étaient de même provenance (détonateurs sans émission gazeuse Eschbach).

Lorsque le chargement fut terminé, le boutefeux et le chef-porion mesurèrent la résistance de la ligne, 18 ohms, puis la résistance totale (ligne + détonateurs : 98 ohms) (1).

Ils procédèrent ensuite à la mise à feu à l'aide d'un exploseur à commande par crémaillère construit par la firme Brün de Krefeld.

Trois détonations seulement furent entendues de la chambre de tir située latéralement au puits au niveau de 850 mètres, soit 50 m. environ au-dessus du fond de l'avaleresse.

Après trois quarts d'heure d'attente, le boutefeux et le chef-porion revinrent sur les lieux et constatèrent que 10 fourneaux amorcés de détonateurs à retards 8 et 10 et situés le long de la paroi du puits n'avaient pas sauté.

Le boutefeux procéda alors aux opérations suivantes :

1° Mesure individuelle de la résistance ohmique des détonateurs n'ayant pas sauté : 3,5 ohms pour l'un d'eux, 2,6 ohms pour chacun des 9 autres.

2° Rétablissement des connexions avec la ligne de tir.

3° Nouvelle mise à feu, laquelle fut suivie de deux détonations.

Cette fois, toutes les charges explosèrent.

(1) Cette seconde lecture doit être arrondie. En effet, la résistance individuelle des détonateurs n'étant que 2,6 ohms, la résistance totale du circuit ne pouvait guère dépasser 18,65-83 ohms. Voir l'explication probable plus loin.

L'exploseur avait été vérifié au jour à l'aide d'un appareil prévu à cet effet et fourni également par la firme Brün.

Pour nous permettre de procéder à une étude de cet incident, M. l'Ingénieur en chef Liagre, Directeur du 2^e arrondissement, fit mettre à notre disposition l'exploseur, l'ohmmètre, l'appareil ayant servi à la vérification de l'exploseur et 20 détonateurs à temps (retards 0, 2, 4, 6, 8 et 10) de la même fabrication que ceux utilisés dans l'avaleresse.

De plus, nous avons reçu de la firme dépositaire un lot complémentaire de ces mêmes détonateurs.

Nous avons procédé d'abord à la vérification du matériel, puis nous avons cherché à réaliser des ratés de détonation dans des conditions analogues à celles relevées au cours de l'enquête.

Nous indiquons ci-après les résultats de nos investigations et les conclusions qu'il convient d'en tirer.

Vérification du matériel.

Exploseur. — L'exploseur Brün est du type Z.E. B.A./50, dont nous avons fait une étude complète qui a paru dans le rapport de l'Institut National des Mines sur les travaux de l'année 1934 (voir pp. 133 et suiv. du tome XXXVI, 1935, des Annales des Mines de Belgique).

Rappelons-en d'abord les caractéristiques essentielles.

L'exploseur est à commande manuelle, par crémaillère; il est pourvu d'un dispositif spécial solidaire du train d'engrenages actionnant le rotor, dont le but est de limiter la durée du passage du courant dans le circuit extérieur.

L'intensité et la durée du débit sont donc fonction de la vitesse imprimée au rotor et par conséquent de l'énergie apportée par l'opérateur à la manœuvre de l'appareil.

Ces différents éléments relevés sur un exploseur neuf sont indiqués au tableau XVII page 137 et au graphique fig. 51 page 138 de l'étude précitée.

Pour la facilité du lecteur, nous reproduisons ci-dessous ce tableau XVII et ce graphique (fig. 2).

TABLEAU XVII. — Exploseur ZEB A/50.

N° de l'essai	No du film	Résistance en ohms	Vitesse de l'induit en tours/sec.	Durée de passage du courant en millisecondes	Intensité efficace pendant les 10 premiers millisecondes
1	412	142	46	42,8	0,96
2	412	142	78	25,0	1,85
3	457	205	49	39,6	0,80
4	457	205	62	31,4	1,08
5	457	205	64	30,5	1,07
6	457	205	71	27,6	1,20
7	457	205	78	24,2	1,54
8	457	205	86	22,5	1,56
9	458	287	57	53,9	0,755
10	458	287	78	24,7	1,05
11	458	287	85	22,2	1,18

Nous les avons utilisés comme termes de comparaison pour vérifier la puissance de l'exploseur du charbonnage.

La première hypothèse se présentant à l'esprit pour l'explication d'un raté est, en effet, celle de la déficience de la source de courant.

Cette déficience peut être due soit à un défaut de construction de l'exploseur, soit à un manque d'habileté du boute-feu chargé de la manœuvre. A l'aide de l'oscillographe, nous avons donc relevé le débit de l'exploseur

Fig. 2. — Caractéristiques de l'exploseur ZEB A/50.

dans une résistance de 205 ohms, d'abord pour une manœuvre très molle de la crémaillère, puis pour une manœuvre d'énergie moyenne.

Les mesures effectuées sur les oscillogrammes ont fourni les renseignements suivants :

a) 1^{re} manœuvre (oscillogramme n° 815) vitesse du rotor 31 tours/seconde, intensité pendant les 10 premiers millisecondes : 0,445 ampère.

b) 2^e manœuvre (oscillogramme n° 815^b) vitesse du rotor 62 tours/seconde, intensité pendant les 10 premiers millisecondes : 1,075 ampère.

Comme ces débits diffèrent très peu de ceux fournis dans la même résistance et pour les mêmes vitesses, par

un appareil neuf, nous pouvions conclure que l'exploseur du charbonnage était en parfait état.

Ajoutons que, pour une résistance d'une centaine d'ohms, donc encore supérieure à celle du circuit du tir ayant donné le raté, l'intensité serait de l'ordre d'un ampère, même pour une manœuvre exagérément faible.

Dans le cas qui nous occupe, on ne pouvait donc incriminer la source de courant.

Ohmmètre Monavi. — Cet appareil construit par la firme Hartmann et Brown, n'offre aucune particularité.

Comme tous les appareils de ce genre, il est pourvu d'une vis de correction. Les bornes étant court-circuitées par une connexion de résistance négligeable, on peut, à l'aide de cette vis, amener l'aiguille au zéro de la graduation et par là même rectifier les erreurs provenant d'un affaiblissement de la pile intérieure servant de source de courant.

Nous avons vérifié l'exactitude de l'appareil à l'aide de résistances connues, croissant de 10 en 10 ohms et cela jusque 100 ohms.

Nous avons eu chaque fois concordance entre la lecture et la valeur de la résistance connectée aux bornes.

La lecture erronée que nous avons signalée ci-avant, était due probablement au fait que les préposés au tir avaient omis d'effectuer au préalable la remise au zéro.

Vérificateur d'exploseur « Untertag ».

Cet appareil, construit par la firme Brün, a pour objet de vérifier la puissance de l'exploseur. Il comporte une lampe à incandescence et une série de résistances disposées d'après le schéma de la figure 3.

Fig. 3. — Schéma du vérificateur « Unterlag ».

La lampe à incandescence L est shuntée par une résistance R_c de 3 ohms. — Les trois résistances R_1 , R_2 , R_3 connectées en série sont respectivement de 80, 40 et 200 ohms. Elles seront reliées à des douilles B , C , D marquées respectivement des chiffres 10, 20 et 50.

L'appareil est pourvu de 2 conducteurs isolés qu'on rattache à l'exploseur à vérifier. L'un de ces conducteurs est relié d'une façon permanente à l'extrémité A du circuit; l'autre se termine par une fiche qu'on enfonce dans l'une des douilles B , C , D , suivant que l'exploseur est prévu pour 10, 20 ou 50 mines.

Le mode d'emploi est très simple. Il suffit d'observer la brillance du filament de l'ampoule pour juger si oui ou non l'exploseur est en bon état.

L'incandescence atteint son maximum pour un courant permanent de l'ordre de 0,5 ampère, mais il est

hors de doute que, pour obtenir le même résultat avec un courant de faible durée comme celui d'un exploseur, il faut une intensité beaucoup plus élevée.

L'exploseur donnait l'incandescence normale en branchant ses bornes A et D correspondant à un circuit de 50 mines.

Réalisation des ratés.

L'exploseur ne pouvant donc être incriminé, nous sommes demandé si la cause des ratés ne devait pas être recherchée dans des déperditions de courant entre les connexions, déperditions favorisées par l'humidité des terrains au fond de l'avaleresse.

Certes, un contact entre deux ligatures donnerait également un raté, mais étant donné la disposition des lieux (voir schéma du circuit de tir fig. 1) on ne pouvait guère admettre l'existence d'une telle éventualité, à cause de l'éloignement relatif des ligatures situées aux extrémités de la série des charges n'ayant pas sauté.

Dans le rapport sur les travaux de l'année 1935 (voir pages 121 et suivantes) nous avons indiqué les résultats de quelques mesures de déperditions par les ligatures enfoncées dans un sol humide.

Nos expériences réalisées avec des circuits de tir comportant au maximum 8 détonateurs de 1,8 à 1,9 ohm, montraient que dans ces conditions, les pertes de débit étaient déjà appréciables lorsque les ligatures étaient en contact franc avec le sol humide.

Comme les courants dérivés qui s'amorcent aux ligatures sont fonction des différences de tension mises en jeu, ils ne peuvent qu'augmenter lorsqu'on accroît la résistance ohmique du circuit de tir.

Ces considérations nous ont amenés à procéder à quelques expériences de tir dans lesquelles nous avons systématiquement favorisé les déperditions dans des conditions variables de conductibilité du sol.

Nous avons utilisé l'exploseur Brün provenant du charbonnage et des détonateurs à temps Eschbach dont les retards s'échelonnaient de 0 à 10. Chaque tir comportait un certain nombre de détonateurs de retards différents, connectés en série et reliés à l'exploseur par une ligne de 200 mètres. Celle-ci était constituée par deux fils isolés et torsadés; sa résistance totale était de 14 ohms.

Nous avons enregistré le débit de l'exploseur à l'aide de l'oscillographe.

Les conditions dans lesquelles ces tirs ont été réalisés et les constatations auxquelles ils ont conduit sont rapportées ci-après :

1^{er} tir :

21 détonateurs (5 retards 0, 5 retards 2, 5 retards 4, 5 retards 6, 1 retard 10); les ligatures étaient enfoncées de toute leur longueur dans le sol et disposées suivant deux cercles concentriques (voir schéma fig. 4). Le sol humide avait été, en outre, aspergé d'eau salée peu de temps avant le tir.

Les retards sont indiqués par un chiffre.

Les détonateurs ayant explosé sont marqués d'une croix.

Après la mise à feu, nous constatons que 6 détonateurs seulement, se trouvant aux extrémités de la série, ont sauté (4 détos retard 8, 1 déto retard 0, 1 déto retard 10).

Fig. 4. — 1^{er} tir : disposition des détonateurs et de leurs ligatures.

2^e tir :

25 détonateurs (6 détos 4, 5 détos 8, 14 détos 10); les ligatures sont légèrement enfoncées dans le sol *simplement humide* et, comme dans l'expérience précédente, suivant deux cercles concentriques (voir schéma de la figure 5).

Les détos ayant explosé sont marqués d'une croix.

Fig. 5. — 2^{me} tir : ordre de succession des connexions.

Résistance totale du circuit : 79 ohms. Cinq détonateurs seulement ont sauté. Ces détonateurs se trouvaient près des fils d'amenée du courant. En d'autres termes, tous les détos ratés étaient compris entre 2 détos retard 4 et 3 détos retard 10 qui avaient sauté.

Il n'a pas été possible d'établir d'après les oscillogrammes si la manœuvre avait été ou non énergique.

Dans un détonateur à retard, la rupture du pont suit de très près le lancé du courant et, sur l'oscillogramme, la courbe de débit présente trop peu d'ondes pour qu'il soit possible de mesurer la vitesse du rotor (1).

Pour tourner la difficulté, nous avons, dans trois nouvelles expériences, enregistré simultanément, sur l'oscillogramme, le débit dans la ligne et la tension aux bornes de l'exploseur.

La courbe de tension qui n'est pas interrompue par la rupture du circuit de tir, nous a permis d'établir la vitesse du rotor.

3^e tir.

25 détonateurs (4 détos 2, 9 détos 6; 9 détos 7 et 3 détos 9). Les ligatures sont enfoncées de 1 à 2 centimètres dans le sol *légèrement humide*; elles sont disposées suivant trois cercles concentriques (voir schéma figure 6).

Fig. 6. — 3^{me} tir : ordre de succession des détonateurs.

(1) Nous apprenons que le constructeur a mis au point actuellement des amorces pour détos à retard dont le fil de platine n'est pas rompu par la déflagration de la poudre d'amorce. Nous les étudierons.

Il y a 14 détonateurs ratés. Les détos sautés sont voisins de l'extrémité de la ligne de tir.

L'oscillogramme relevé au cours de ce tir est représenté à la figure 7.

Fig. 7. — Oscillogramme 818.

On y reconnaît :

a) la courbe T sinusoïde de la tension du réseau à courant alternatif qui nous sert de mesure de temps;

b) la courbe V tension aux bornes de l'exploseur dont le nombre d'ondes par unité de temps détermine la vitesse du rotor;

c) la courbe I, débit de l'exploseur dans le circuit de tir (1).

D'après la courbe de tension de l'exploseur, la vitesse du rotor est de 71 tours/seconde.

Pour une telle vitesse, le débit de l'exploseur dans une résistance de 205 ohms (résistance largement supérieure à celle du circuit de tir en cause) est de 1,2 ampère.

(1) La dernière partie de la courbe I représente une dérivation de courant qui se fait par la terre après rupture des ponts. La rupture du circuit de tir s'est produite vers le milieu de la courbe au point de chute rapide. Le courant de fuite par la terre se continue tant que dure la tension de l'exploseur.

4^e tir.

26 détonateurs (2 détos 0, 2 détos 2; 2 détos 4; 5 détos 6; 6 détos 7; 3 détos 8 et 6 détos 10).

Les ligatures sont enfoncées de 1 à 2 centimètres dans le sol *légèrement humide* et disposées suivant deux cercles concentriques (voir schéma de la figure 8).

Fig. 8. — 4^{me} tir : ordre de succession des détonateurs.

Il y a 17 détonateurs ratés. Les détonateurs sautés sont voisins de l'extrémité de la ligne de tir.

La vitesse du rotor d'après l'oscillogramme était de 56,4 tours par seconde. Pour cette vitesse et pour une résistance de 205 ohms, le débit de l'exploseur est de 0,95 ampère.

Les ratés des 3^e et 4^e tirs ne peuvent s'expliquer par une insuffisance de la manœuvre de l'exploseur.

Le courant débité dans la ligne devait être bien supérieur à un ampère. La première onde de la courbe intensité des oscillogrammes relatifs aux tirs 3 et 4 est d'ailleurs très développée en hauteur et semble même indiquer un courant maximum de l'ordre de 2 ampères.

On remarque, en outre, que les détonateurs sautés sont voisins des connexions avec la ligne de tir, ce qui caractérise les ratés causés par les déperditions dans le sol.

Les dérivations s'amorcent en effet aux ligatures voisines de la ligne de tir et réduisent le débit passant dans

la partie centrale du circuit. Elles sont favorisées par le rapprochement sur le sol humide des ligatures présentant entre elles une résistance ohmique importante.

Nous avons donc supposé que les ratés s'étaient produits à la faveur des courants dérivés à partir de ces ligatures.

Notre manière de voir a été confirmée par le tir suivant :

5^e tir.

25 détos (1 déto 0; 2 détos 4, 8 détos 6, 6 détos 7, 6 détos 8, 2 détos 10). Les ligatures sont cette fois maintenues écartées du sol humide. Vitesse du rotor d'après l'oscillogramme 74,6 tours/seconde. Tous les détonateurs ont sauté.

Voici donc le résumé des cinq tirs :

Ordre des tirs	Nombre de mines	Vitesse du rotor en tours/sec.	Humidité	Résultats
1 ^{er} tir	21	—	Sol arrosé d'eau salée. Ligatures enfoncées de 4 à 5 cm. dans le sol.	15 détos ratés
2 ^e tir	25	—	Sol arrosé d'eau salée. Ligatures enfoncées de 2 à 5 cm. dans le sol.	20 détos ratés
3 ^e tir	25	71	Sol légèrement humide. (L'humidité naturelle.) Ligatures enfoncées de 1 à 2 cm. dans le sol.	14 détos ratés
4 ^e tir	26	56,4	Idem.	17 détos ratés
5 ^e tir	25	74,6	Ligatures tenues écartées du sol.	Pas de raté.

Conclusion.

Le raté de détonation dont nous avons rapporté ci-avant les circonstances est dû, en ordre principal, à l'humidité dans les terrains. Peut-être le rôle néfaste des déperditions par ligatures a-t-il été amplifié par une manœuvre insuffisante de l'exploseur, mais étant donné la puissance de l'exploseur utilisé, ce rôle, possible, a été négligeable.

Pour éviter des incidents de l'espèce, il n'y a qu'un remède : dans les terrains humides, cas fréquent dans les avaleresses, il faut protéger par de la toile isolante les parties nues des conducteurs, les ligatures entre détos, les connexions avec la ligne de tir, les parties dénudées dans la ligne, etc.

Il ne suffit donc pas d'avoir un matériel irréprochable, mais il faut, pour exécuter sans mécompte le tir avec détonateurs à temps, disposer d'un personnel particulièrement soigneux et averti.

La conclusion est d'ailleurs valable pour tout tir simultané.

b) Quelques essais sur un incendie de fascines provoqué par un tir.

A la demande de M. l'Ingénieur en chef R. G. Des Enfans, Directeur du 4^e Arrondissement, nous avons essayé, dans notre galerie d'explosif, de provoquer un incendie de fascines sèches déposées devant le mortier, par une flamme d'explosif non bourré ou bourré à l'aide de papier.

Nous avons eu soin d'utiliser les fascines sèches ayant séjourné dans la galerie souterraine en cause.

Nos essais effectués de diverses manières ont été infructueux. et il a fallu, pour expliquer le commencement

d'incendie observé dans le fond, admettre la présence d'une cassure débitant du grisou, à proximité du coup de mine.

Même une inflammation lente, à l'aide d'une mèche, des 10 m³ de grisou contenus dans la chambre d'explosion n'a pu déterminer l'inflammation des fascines.

Notons cependant que les pertes de chaleur par rayonnement dans notre galerie métallique sont d'un autre ordre que celles qui peuvent exister dans une galerie au rocher souterraine.

c) Quelques essais sur un incendie provoqué par une déflagration fusante.

Dans un charbonnage de Campine, un incendie s'est allumé dans une galerie de chassage par un coup de mine — chargé d'explosif S.G.P. gainé — percé obliquement en montant, de façon à recouper deux veinettes au-dessus de la couche en exploitation.

L'étude de l'accident et nos expériences ont montré qu'il s'agit d'une déflagration fusante : le trou de mine avait une section peu régulière, il avait fallu procéder par chocs sur le bourroir pour amener la charge à fond ; le fond du trou était dans la 2^e veinette ; dans ces manœuvres, les cartouches se sont éventrées et mélangées avec le charbon de cette veinette.

Ce sont les circonstances les plus propices à la production d'une déflagration fusante : nous avons vérifié qu'en encartouchant un mélange de l'explosif et du charbon en cause, on détermine une vive déflagration lorsqu'on y introduit une barre de fer portée au rouge.

La déflagration continue lorsqu'on retire la barre.

Il est vraisemblable que la détonation amorcée s'est poursuivie en déflagration fusante ; une partie de la charge déflagrante a été projetée dans les déblais, d'où

le foyer d'incendie vu en premier lieu par le boutefeu revenant à front; une autre partie est restée dans le fond du fourneau, déterminant un autre foyer.

Enfin, l'incendie du garnissage, à 12 mètres du front, s'est propagé par la présence de grisou au toit et ce grisou peut avoir été produit par l'incendie du charbon lui-même : de petites flammes bleues au front étaient attribuables au gaz distillé par le charbon sous l'effet de l'échauffement.

d) Détonation d'explosifs à distance par un simple détonateur.

Nous avons eu à nous occuper de cette question à la suite d'une communication de notre collègue M. Ganière, Ingénieur en chef des Mines à Douai, qui nous avait fait part d'un accident survenu dans une mine du Nord.

Un boutefeu ayant laissé tomber son exploseur dans un plan incliné et le croyant avarié, fit sauter, pour l'essayer, un simple détonateur raccordé à quelques mètres de fil. Une cartouchière, en cuir de 5 m/m, qui devait se trouver à 0^m,80 environ du déto et contenait 7 1/2 kg de grisou-dynamite chlorurée n° 1 antigel, fit explosion avec tout son contenu, blessant grièvement le boutefeu.

La version du boutefeu parut d'abord invraisemblable, mais des essais de détonation dans des conditions semblables à celles de l'accident eurent lieu chez le fabricant de l'explosif et donnèrent les résultats suivants, rapportés par M. l'Ingénieur en chef Ganière :

« On a essayé de faire partir ces cartouches non amorcées en faisant détoner au voisinage des amorces électriques chargées à 2 grammes de fulminate et fournies par la Société Française des Munitions.

Résistance : 1,15 ohm.

Les essais ont été faits en deux séries :

Une première fois, on a disposé la cartouche non amorcée et le détonateur en file à l'air libre, sur une plaque de plomb de 10 m/m d'épaisseur, les fils de l'amorce disposés du côté opposé à la cartouche. Les transmissions d'explosion ont été réalisées jusqu'à 0^m,60 et n'ont pas été arrêtées par l'interposition entre l'amorce et la cartouche, et au contact de celle-ci, d'un morceau de cuir de 5 m/m d'épaisseur identique au cuir des cartouchières de boutefeux.

Dans ce dernier cas, cartouche et amorce étaient placées sur le sol, et à la distance de 0^m,60. Il y a toujours eu transmission.

Une deuxième série d'essais a été effectuée sur le sol en disposant les cartouches perpendiculairement à l'amorce, celle-ci étant toujours placée de façon à ce que le fond du détonateur soit dirigé sur la cartouche. Sans interposition de cuir, il y a eu propagation à 0^m,80; avec interposition de cuir, la propagation a été régulière jusqu'à 0^m,75. »

Le cas était curieux; aussi avons-nous repris les expériences de notre côté, comme nous le demandait notre collègue.

La composition de l'explosif français était la suivante :

Nitroglycérine	16,00
Dinitrolycol	4,00
Coton azotique	0,5
Nitrate ammonique	55,5
Chlorure de sodium	21,5
Cellulose	2,5

Nous avons choisi l'explosif belge le plus proche, constitué comme suit :

Nitroglycérine	11,00
Nitrocellulose	0,05
Binitrotoluol	1,00
$\text{NH}_4 \text{NO}_3$	59,00
Noir de fumée	0,10
Naphtaline	2,00
Cellulose	4,85
Na Cl	22,00

Nous avons pris, d'autre part, des détonateurs électriques n° 8 de la firme Gaupillat pour le même motif d'opérer avec du matériel se rapprochant le plus de celui qui était utilisé lors de l'accident.

Mode opératoire : Les essais ont été faits en disposant la cartouche (longueur 130 m/m, poids 100 gr.) et le détonateur, sur le sol durci par la gelée ou sur la surface latérale d'un mortier d'acier ou sur un bloc de calcaire. L'explosif était muni de son enveloppe de papier paraffiné réglementaire.

Dans un certain nombre d'essais, on a placé la cartouche derrière une cloison en cuir ou dans une cartouchière de cuir fermée, analogue à celle des boute-feux.

Voici les résultats de ces essais avec croquis explicatifs :

I — *Le détonateur et la cartouche sont déposés sur le sol durci par la gelée.*

1^{re} disposition.

Fig. 9.

$d = 15; 17,5; 20; 22,5; 30$ et 35 cm. : détonation de la cartouche.

$d = 40$ cm : pas de détonation de la cartouche (2 essais).

2^e disposition.

Fig. 10.

$d = 30; 40; 45$ cm : détonation de la cartouche.
 $d = 50$ cm : pas de détonation de la cartouche.

3^e disposition.

Fig. 11.

$d = 47,5$ cm : détonation de la cartouche.

$d = 50$ cm : pas de détonation de la cartouche. (2 essais).

II. — Le détonateur et la cartouche sont disposés sur la surface latérale d'un de nos mortiers.

Fig. 12.

$d = 50; 55$ cm : détonation.

$d = 60$ cm : pas de détonation.

III. — La cartouche est disposée dans une boîte rappelant une cartouchière et formée par une feuille de cuir de 4 m/m d'épaisseur et de deux planches.

Elévation & coupe C-D.

Vue en plan et coupe A-B

Fig. 13.

$d = 30$ cm : explosion de la cartouche et destruction de la cartouchière.

IV. — Dans un but de simplification, nous remplaçons la cartouchière par un morceau de cuir replié à angle droit et cloué à deux planches formant parois latérales.

1^{re} disposition.

Le détonateur et la cartouche se trouvent sur le sol durci par la gelée.

Fig. 14.

$d = 30$ cm : détonation de la cartouche.

$d = 32,5$ cm : pas de détonation.

Le cuir est criblé de trous faits par les projections de cuivre du détonateur.

2^e disposition.

Le détonateur et la demi-cartouchière avec la cartouche se trouvent sur un bloc de pierre clacaire :

$d = 32,5$ cm : détonation de la cartouche.

V. — Même expérience que IV, sauf que la demi-cartouchière et le détonateur se trouvent sur un mortier d'acier :

$d = 32,5$ cm : détonation de la cartouche.

$d = 35$ cm : pas de détonation de la cartouche.

VI. — La demi-cartouchière renfermant une cartouche et un détonateur (déto b) se trouvent sur le mortier d'acier :

Fig. 15.

Un détonateur a est disposé sur le mortier à une distance d de la cartouchière.

L'explosion du détonateur a entraîne l'explosion de la cartouche lorsque $d = 40$ cm.

VII. — Comme on pouvait objecter que la compression de l'air pouvait s'étendre par-dessus la hauteur du cuir, la demi-cartouchière est remplacée à nouveau par une cartouchière de boutefeux fermée, faite d'une feuille de cuir de 4 m/m d'épaisseur et de 2 joues latérales en bois.

Les dimensions intérieures de la cartouchière sont : longueur 19 cm, largeur 13 cm, hauteur 13 cm.

L'explosif est très légèrement modifié comme suit :

Nitroglycérine	10,00
Nitrocellulose	0,05
Nitrate ammonique	55,95
Sucre	2,00
Noir de fumée	0,10
Cellulose	5,90
Chlorure sodique	25,00

1^{re} disposition.

La cartouche renfermant une cartouche se trouve, ainsi que le détonateur, sur un mortier d'acier.

Fig. 16.

$d = 35$ cm : détonation de la cartouche.

2^e disposition.

Même expérience sur le sol dur.

$d = 40$ cm : pas de détonation de la cartouche.

$d = 35$ cm : pas de détonation de la cartouche.

$d = 32,5$ cm : détonation de la cartouche.

3^e disposition.

Même expérience sur une pierre calcaire.

$d = 32,5$ cm : pas de détonation de la cartouche.

$d = 30$ cm : détonation de la cartouche.

Quelque peu étonnés d'enregistrer des détonations à une distance de 30 à 40 cm, nous avons fait quelques essais avec de la « blasting » (92 % de NG, 8 de coton

azotique) supposant que la plus forte teneur en nitroglycérine amènerait une sensibilité plus grande et par conséquent une transmission à plus grande distance.

Il n'en a rien été, comme on peut en juger par les deux essais suivants :

I. — *Le détonateur et la cartouche sont placés sur un bloc de grès.*

$d = 55$ cm : pas de détonation de la cartouche.

II. — *Le détonateur et la cartouche de cuir avec la cartouche se trouvent sur un bloc de calcaire :*

$d = 32,5$ cm : pas de détonation de la cartouche.

Nos essais n'ont pas été assez nombreux pour que l'on puisse en tirer des conclusions d'ordre général.

Ils suffisaient au but que nous poursuivions car, bien que la propagation de la détonation n'ait pas atteint la distance citée dans l'accident français, nos expériences ont confirmé la possibilité d'une cause d'accident que l'on aurait pu croire inexistante (1).

e) Essais de gaine sur des explosifs non S.G.P.

Nous avons examiné l'influence de la gaine sur un explosif dont la composition est la suivante :

(1) Ces essais donnent des résultats sensiblement différents de ceux publiés habituellement; récemment notamment, MM. Payman, Woodhead et Titman, du Safety in Mines Research Board, ont publié (Proc. Roy. Soc. A. vol. 148 pp. — 1935) une très belle étude sur la détonation des explosifs provoquée par les détonateurs; il y a de grandes différences sur les matières utilisées (ces expérimentateurs ont utilisé des détonateurs n° 6 à 1 gr. de charge fulminante; nous autres des n° 8 à 2 gr. de charge équivalente), sur la disposition des expériences, etc. Voir à ce sujet ce que nous avons écrit dans les An. Mines de Belgique 1936, pp. 808 et suivantes.

Nitroglycérine	14
Nitrate ammonique	74
Sucre	6
Cellulose	6

La gaine était constituée comme suit :

Feldspath orthose	55
Sulfate de potasse	35
Plâtre	10

Épaisseur 3,5 m/m entourant des cartouches de 30 m/m de diamètre; poids 77 grammes par cartouche de 100 grammes d'explosif.

Les résultats ont été très satisfaisants, l'explosif gainé de la sorte ayant supporté sans aucune inflammation des tirs à la charge de 900 grammes en plein milieu inflammable.

Cette étude était faite en vue de pouvoir, en certains cas spéciaux, utiliser des explosifs plus puissants que les S.G.P., mais munis d'une gaine.

Par contre, des essais de dynamite (Gélinite) gainée, ont été peu encourageants, la charge de 300 grammes donnant déjà des inflammations.

f) Le tir à retard vis-à-vis des poussières charbonneuses.

La meilleure connaissance des détonateurs à temps permet d'envisager l'usage plus fréquent du tir à retard. La réduction de la journée du travail accentuera encore cette tendance.

De divers côtés, on essaie d'appliquer le tir à retard dans les coupages de voie ou bosseyements. Il faut cependant y observer une grande prudence, à cause du danger spécial des poussières charbonneuses.

En effet, dans le tir à retard, le premier coup soulève les poussières et crée le nuage optimum dans lequel détone le second coup; le danger est plus grand que lorsque les charges partent dans des poussières non soulevées.

Nous avons pu montrer que lorsque l'on fait usage de gélinite, on obtient aisément au second coup (lorsque ce n'est pas au premier) l'inflammation de poussières charbonneuses (1) de provenances diverses et réputées peu ou point dangereuses, savoir :

Charbon à 16 % de matières volatiles du Borinage.

Charbon de trois veines anthraciteuses à 9 % de matières volatiles du bassin de Liège.

Béziers d'une couche de Mons à 56 % de cendres et 15 % de matières volatiles.

Lorsque l'on fait usage d'explosif S.G.P., on n'a pas d'inflammation.

Les explosifs S.G.P. sont généralement suffisants pour les coupages de voies.

Dans une galerie (chassage en ferme) où les terrains exigeraient un explosif plus puissant, il est nécessaire de procéder à la schistification méthodique de la galerie au fur et à mesure de son avancement. Il faut aussi enlever le plus soigneusement possible les poussières charbonneuses provenant de l'avancement en veine, avant chaque tir.

Moyennant ces précautions — et abstraction faite du grisou que nous supposons absent — on peut utiliser avec sécurité le tir à retard dans des galeries où peuvent se trouver des poussières charbonneuses.

(1) Poussières broyées de façon que 80 % traversent le tamis de 6400 mailles par centimètre carré.

g) **Examen du Procédé « Cardox ».**

Ces dernières années ont vu apparaître divers procédés ayant pour but de supprimer les explosifs.

Le procédé Cardox est parmi ces tentatives l'une des mieux étudiées. Il a été décrit déjà maintes fois dans diverses revues; c'est en 1936 seulement que nous fûmes appelés à l'examiner.

Description du procédé Cardox.

Le procédé Cardox utilise, pour l'abatage des roches tendres, la détente brusque, au fond d'un forage, d'anhydride carbonique fortement comprimé; pour obtenir cette haute pression, on provoque l'inflammation d'une cartouche de chauffage, dans un tube d'acier très résistant, au sein d'une masse d'anhydride carbonique liquide.

La pression s'élève au point de provoquer le cisaillement d'un disque d'acier livrant passage au gaz au fond du forage.

Nous avons eu à l'examen deux types de tube Cardox B et C. Le plan n° 7.671 BF. détaille le tube type B,

Fig. 17. — Tube Cardox type B, suivant plan 7671 BF.

diamètre extérieur 49 m/m (fig. 17); le plan n° 7.672 BF représente le tube type C, diamètre extérieur 65 m/m (fig. 18). Ces engins comprennent :

1° le tube proprement dit réuni par vissage à ses deux têtes; c'est dans le tube que se logent la cartouche chauff-

fante et la masse de CO_2 . Les capacités des tubes type B et type C sont respectivement de 0,750 et 1,330 litre.

2° A l'avant, c'est-à-dire, à la partie droite des dessins, la tête de décharge ou ogive; elle se visse et cale le disque de rupture avec interposition d'un joint étanche en fibre.

Fig. 18. — Tube Cardox type C, suivant plan 7672 BF.

Cette tête de décharge ou ogive est munie des orifices voulus pour l'évacuation de l'anhydride carbonique dans le fond du fourneau; elle peut, comme c'est le cas représenté au tube C, porter un dispositif d'ancrage constitué par deux bras mobiles qui s'écartent sous l'action des jets gazeux sortant par les événements et empêchant ainsi tout débouillage, toute possibilité de sortie du tube arc-bouté sur les parois.

3° La tête d'amorçage et de remplissage, appelée aussi culasse, à gauche du plan. C'est la partie la plus compliquée de l'ensemble. Elle donne passage à la cartouche chauffante munie de son inflammateur et disposée dans un tube en carton; à l'avant, cette cartouche est fermée par un couvercle en carton, à l'arrière par un tampon en bois.

Les deux conducteurs électriques de l'inflammateur sont reliés à deux bornes l'une, isolée, l'autre, mise à la masse.

Ce sont les deux bornes recevant les fils d'aménée du courant.

Une valve, ménagée dans la tête d'amorçage, permet le remplissage d'anhydride carbonique liquide en mettant le tube en rapport avec une bonbonne d'anhydride carbonique sous pression.

Pour ce faire, le tube est serré entre deux mâchoires.

On détermine par pesage le poids d'anhydride carbonique introduit dans le tube.

Une fois le tube préparé, on place sur la tête d'amorçage ou culasse, un manchon de protection en fer blanc mince qui recouvre les bornes de connexion et s'oppose, au cours des transports et manipulations, à toute mise à feu intempestive par contact accidentel avec une source électrique.

Le chargement d'un tube comporte donc les opérations suivantes :

- 1° Mise en place du disque de rupture et serrage de l'ogive.
- 2° Mise en place de la cartouche chauffante et de la culasse.
- 3° Chargement d'anhydride carbonique.
- 4° Placement du manchon de protection.

Lors de l'emploi, on enlève ce manchon, on relie les bornes au circuit d'un explosif ordinaire de mine. On peut d'ailleurs opérer par coups isolés ou par série.

Cartouche chauffante.

La matière chauffante a pour but de gazéifier l'acide carbonique et de le porter à une haute pression provoquant la rupture du disque; c'est un mélange, non homogène d'ailleurs, de 80 % de l'explosif de la régie fran-

çaise dénommé O n° 8 (90 NaClO₃ et 10 paraffine) et de 20 % d'une poudre au nitrate de soude (75 NaNO₃, 15 C, 10 S) répondant donc à une composition centésimale moyenne de :

NaClO ₃		72
NaNO ₃		15
S		2
C		3
Paraffine		8

A l'air libre, cette composition déflagre assez difficilement : l'inflammateur ne provoque qu'une déflagration incomplète; une flamme amorce la combustion qui progresse ensuite lentement après retrait de la source d'inflammation.

Sous le choc d'un marteau, la portion frappée seule déflagre. Dans le tube, cette composition a une combustion accélérée.

L'inflammateur est du type habituel des amorces à basse tension : poudre pulvérulente, fil en métal genre platine de 2,5 m/m de longueur, 0,04 m/m de diamètre.

Conditions d'emploi.

Le tableau suivant indique les diverses limites à observer dans la préparation des tubes, d'après le constructeur.

Type de tube	Maximum de la charge chauffante définie plus haut	Minimum de la charge d'anhydride carbonique	Minimum de l'épaisseur du disque de rupture
B	150 grammes	600 grammes	4,4 mm.
B	125 »	600 »	3,6 »
C	125 »	1.100 »	4,8 »

Une fois le tube mis dans le fourneau de mine, le bourrage se fait comme d'habitude.

Le procédé Cardox a été introduit, il y a quelques années, en Angleterre pour l'abatage du charbon, d'abord dans les grandes tailles avec haveuses : les trous des tubes Cardox étaient forés près du toit, parallèlement à la saignée du havage. Puis diverses dispositions de coups obliques ont permis l'emploi du Cardox sans havage préalable.

Nos essais.

Nous avons essayé le tube Cardox en milieu grisou-teux; la seule source d'inflammation possible est la cartouche chauffante.

Par contre, plus le poids d'acide carbonique est grand, plus le flot extincteur sera important.

Aussi, après avoir vérifié l'inocuité du procédé dans les conditions normales indiquées par le constructeur (poids de la cartouche chauffante, poids d'acide carbonique, épaisseur du disque de fermeture) nous avons faussé systématiquement le rapport du poids de la matière chauffante à celui de l'acide carbonique : nous avons donc augmenté le poids de poudre chauffante tout en diminuant le poids d'acide carbonique jusqu'à opérer même sans acide carbonique (circonstance extrême qui se produirait avec un tube à fuites importantes qui auraient laissé échapper tout le gaz après chargement, ou encore en cas d'oubli de chargement de CO_2).

Mais dans ces circonstances extrêmes, la déflagration de la poudre chauffante ne provoque plus le cisaillement du disque d'obturation et il n'y a pas issue de flamme.

Il nous a fallu, pour obtenir une inflammation, faire agir un 3^e facteur en réduisant considérablement l'épais-

seur du disque (1,3 m/m alors que l'épaisseur minimum envisagée par le constructeur est de 3,6 m/m).

Il a donc fallu :

- 1° réduire à zéro la charge d'acide carbonique;
- 2° porter la charge de la cartouche chauffante à 200 gr.;
- 3° employer un disque mince, hors prévision.

Ces essais sont détaillés ci-dessous :

Nous avons utilisé uniquement la cartouche type B. Celle-ci était serrée entre deux carcans de bois et orientée suivant l'axe de la chambre d'explosion de notre galerie expérimentale.

Au cours des essais, nous avons utilisé des disques de différentes épaisseurs et nous avons simultanément augmenté le poids de la cartouche chauffante et diminué la charge d'acide carbonique.

Les conditions d'essai ont donc varié dans le sens qui les rendaient favorables à une inflammation du grisou.

La charge d'acide carbonique a été vérifiée par pesée de la cartouche avant et après le chargement.

Les constatations faites au cours des essais sont indiquées dans le tableau ci-après :

No de l'essai	Poids de la matière chauffante en gr.	Poids d'anhydride carbonique en gr.	Epaisseur du disque en m/m	Teneur de méthane en %	Résultats des essais
1	605	100	4.35	8.75	Le disque est cisailé. Pas inflammation du grisou.
2	450	100	4.35	9.00	Le disque n'est pas cisailé.
3	680	100	3.68	10.25	Disque cisailé; pas inflammation du grisou.
4	490	100	3.65	9.25	Idem.
5	460	100	3.60	9.75	Disque non cisailé.
6	595	100	3.60	9.75	Idem.

N° de l'essai	Poids de la matière chauffante en gr.	Poids d'anhydride carbonique en gr.	Épaisseur du disque en m/m	Teneur de méthane en %	Résultats des essais
7	350	100	2,15	9,75	Disque cisailé; pas inflammation du grisou.
8	100	195	2,05	9,00	Disque cisailé; pas inflammation du grisou, mais lueur à la 1 ^{re} glace.
9	140	100	1,49	9,00	Disque cisailé; pas inflammation du grisou.
10	200	185	1,35	9,75	Idem.
11	0	180	3,65	9,50	Idem.
12	0	200	1,30	9,25	Idem; inflammation avec retard, flamme visible sur la moitié de la longueur de la galerie.
15	0	100	0,80	9,50	Disque cisailé; pas inflammation, mais lueur brillante avec étincelles.
14	0	100	5,65	pas de grisou	Disque très légèrement déformé.

Nous avons donc eu inflammation dans un cas où se trouvaient réalisées les trois conditions suivantes :

- a) défaut d'acide carbonique;
- b) forte charge de matière chauffante (200 gr.);
- c) faible épaisseur du disque (1,3 m/m).

Dans la pratique courante, il pourrait y avoir absence d'acide carbonique par le fait d'un défaut d'étanchéité du tube.

Dans ce cas, une charge de 100 grammes de matières chauffante ne provoque qu'un léger bombement du disque d'épaisseur normale (voir n° 14 du tableau ci-dessus).

La rigueur de ces essais montre que l'usage du tube Cardox dans les limites de poids de cartouche chauffante, de poids d'acide carbonique et d'épaisseur des plaquettes envisagées par la Société Anonyme Cardox présente toute la sécurité voulue pour être autorisé dans les mines grisouteuses.

Il restait, d'autre part, à fixer les conditions de résistance du matériel; les tubes Cardox servent en effet de multiples fois, la cartouche chauffante, la plaquette et la charge d'anhydride carbonique étant seules à renouveler après chaque tir.

Jusqu'à nouvel ordre, la Société Cardox se propose de faire elle-même l'entretien et la recharge de son matériel, point à acter également.

Le procédé Cardox a déjà été agréé en France par décret du 14 juin 1935 qui a fixé les conditions de résistance des tubes, conditions présentant toute garantie et acceptées d'ailleurs par la Société Cardox.

Les conditions suivantes, reprises ou inspirées du décret français, ont été insérées dans la décision belge d'agrément du 2 septembre 1936 n° 13 D/5408.

Les tubes devront, avant mise en service, avoir été éprouvés sous la pression de 2.500 kilogs par cm² et chacun d'eux devra être livré avec un certificat d'épreuve signé par le constructeur.

Le chargement des tubes devra être fait en dehors des travaux souterrains et seulement après constatation du bon état de la surface extérieure. L'intérieur de chaque tube sera examiné, par un vérificateur spécialisé, tous les trimestres; quand cet examen aura permis de déceler des fissures sur la paroi interne, le tube devra être immédiatement rebuté.

Jusqu'à nouvel ordre, le chargement et l'entretien des tubes se feront par les soins de la Société Anonyme Cardox.

Le manchon de protection des bornes d'allumage devra être mis en place aussitôt après le chargement.

Les cartouches qui auront donné lieu à un raté ne pourront être retirées du trou que sous la surveillance d'un agent responsable.

A notre connaissance, aucun essai n'a encore été fait jusqu'à ce jour dans les mines belges.

Nous répétons que le procédé ne peut guère convenir que pour remplacer le tir au charbon, très peu pratiqué en Belgique, en dehors des tirs d'ébranlement utilisés en mines à dégagements instantanés où le procédé Cardox ne remplirait pas le rôle assigné à l'explosif.

h) Etude des poussières charbonneuses.

Nous avons poursuivi nos travaux tant à l'inflammeur S.M.R.B. (587 essais) qu'à la galerie d'essais, car nous devons périodiquement vérifier l'étalonnage de l'inflammeur par rapport au tir de la galerie.

A plusieurs reprises, nous avons reçu de charbonnages ou de l'Administration des mines, des charbons et des matières neutralisantes à étudier.

Ces essais ont confirmé, dans les grandes lignes, les résultats antérieurs déjà publiés.

Retenons seulement que des charbons relativement pauvres en matières volatiles et qui, à première vue, paraissent incapables de donner une inflammation, peuvent sous l'effet d'une source intense (explosion de dynamite) avec nuage préformé, propager une flamme. (Je rappelle les charbons anthraciteux du pays de Liège, cités plus haut à propos du tir à retard.)

II. — LAMPES, GRISOMETRES, AERAGE SECONDAIRE

a) Lampes à flamme.

Nous avons été questionnés à différentes reprises sur des particularités ou incidents signalés par les ingénieurs en chef-directeurs d'arrondissement.

Nettoyage des lampes par brosse en crin (fibre végétale).

Un Ingénieur des Mines en tournée ayant perçu des fumées et une odeur de brûlé se dégageant de la lampe qu'il portait, il fut constaté que la combustion provenait de poils d'une brosse en crin végétal servant au nettoyage des toiles et qui, étant restés entre les deux tamis de la lampe, charbonnaient sous l'influence de l'échauffement.

Nous avons fait quelques essais pour voir si la carbonisation de ces déchets ne pouvait mettre la sécurité de la lampe en défaut.

Introduit dans une flamme, le crin brûle très rapidement et sans laisser de résidu appréciable. Placé sur le fond du tamis intérieur d'une lampe à benzine, il se recroqueville lentement en dégageant quelque fumée et une odeur de brûlé, mais sans donner de flamme.

Un résidu cendreuse, tombant facilement en poussière, subsiste.

Lorsque l'on fait entrer dans la lampe un jet de grisou, la carbonisation est beaucoup plus rapide, mais se produit sans flamme.

Il ne semble donc pas qu'il faille, en raison de l'échauffement de la lampe, proscrire l'usage de brosses

de crin. Il faut toujours recommander le plus grand soin dans les opérations de nettoyage des tamis, de façon à ne laisser sur ceux-ci aucun résidu quelconque.

*Desserrage des joints d'assemblage des lampes
par dilatation.*

Il arrive parfois que l'on puisse faire tourner le verre d'une lampe de sûreté après un certain temps d'allumage.

Des ouvriers croient même que la lampe a perdu sa sécurité lorsque l'on peut faire tourner les tamis ou le verre.

Le fait que les toiles ou le verre puissent tourner légèrement sous la pression des doigts n'altère pas la sécurité parce qu'une flamme de grisou ne saurait pas traverser un joint aussi faible que celui laissé entre le verre et les toiles.

Avec un joint de moins d'un dixième de millimètre, on peut déjà faire tourner le verre ou les toiles.

Quand une lampe est bien serrée à froid, elle le reste généralement à chaud, grâce aux matières élastiques (rondelle de fibre, ressort) intercalées entre le pot et le verre d'une part, et entre le verre et les toiles : ces joints absorbent la différence de dilatation du verre et de l'armature métallique.

M. Fripiat établit le calcul suivant qui permet de se rendre compte de l'importance des dilatations affectant les parties comprises entre le pot de la lampe et la base des tamis.

Supposons un échauffement de 100° C, c'est un maximum. Nous avons d'une part, les barreaux en laiton de 70 m/m de hauteur, dont la dilatation est $70 \times 0,000018 \times 100 = 0,126$ millimètre.

D'autre part, le verre (cristal) de 60 m/m de hauteur subira une dilatation de : $60 \times 0,0000076 \times 100 = 0,0456$ m/m.

Les pièces en acier (10 m/m de hauteur) qui surmontent le verre se dilateront de : $10 \times 0,000012 \times 100 = 0,0120$.

Dilatation des pièces extérieures	0,1260	
» » intérieures :	0,0456	
	0,0120	0,0576
		0,0684
		Différence

Cette différence est positive : c'est un relâchement du serrage. Ces six centièmes de millimètre sont un maximum. Ils peuvent être perceptibles lorsque la lampe a été peu serrée à froid.

*Sensibilité des lampes sans cuirasse aux remous
d'un courant grisouteux.*

Au cours d'essais effectués sur une lampe non cuirassée nous soumise par un Ingénieur en chef des Mines, nous avons procédé, dans notre appareil à vitesse en courant grisouteux, aux constatations suivantes, renouvelées d'ailleurs sur toute lampe à alimentation supérieure à deux toiles et sans cuirasse.

Ayant coupé brusquement puis rétabli le courant grisouteux — ce qui crée aux environs de la lampe des remous, une turbulence pour employer le mot anglais — nous avons provoqué six traversées sur dix manœuvres.

La traversée est précédée généralement de l'apparition d'une petite flamme bleue entre les deux tamis de la lampe.

Ceci confirme à nouveau le danger bien plus grand des courants affectés de perturbations par rapport aux courants réguliers.

Cela souligne encore l'infériorité des lampes sans cuirasse à cet égard, car nous ne sommes pas parvenus à mettre en défaut de la même manière des lampes cuirassées.

Rallumage des lampes à benzine.

On sait qu'une partie du monde minier considère que le rallumage est toujours une opération dangereuse, même lorsque seuls sont admis — c'est le cas en Belgique — les rallumeurs à bandes non détonantes.

Dans le bassin de Mons, par exemple, les rallumeurs ont presque entièrement disparu.

Cependant, nous n'avons pu encore réaliser des expériences qui fassent apparaître d'une façon bien nette ce danger du rallumage.

Aussi avons-nous accueilli avec intérêt la déclaration d'un mineur pensionné W. qui, dans une lettre au Ministre compétent, certifiait qu'il pourrait à tout coup montrer la façon dont on peut allumer le grisou par rallumage d'une lampe à benzine non cuirassée.

Donnons la parole à l'intéressé :

« Presque toujours un ouvrier qui veut rallumer sa
» lampe, secoue celle-ci dans la position renversée, en
» vue d'activer l'arrivée de la benzine dans la mèche;
» quelques gouttes de cette benzine sont projetées dans
» les tamis.

» Après avoir redressé la lampe, on fait fonctionner
» le rallumeur; une explosion de vapeurs de benzine se
» produit dans les tamis. En soufflant alors sur la lampe,

» il est possible de faire sortir une flamme qui peut en-
» flammer le grisou.

» L'expérience est surtout facile à réussir lorsque la
» partie supérieure seule de la lampe se trouve en
» atmosphère inflammable. »

L'intéressé ajoute qu'il a réussi l'expérience à son domicile en utilisant du gaz d'éclairage.

Disons d'abord que la manœuvre consistant à secouer la lampe tenue à pleine main dans la position renversée est à proscrire puisqu'elle injecte de benzine toute la lampe.

Nous avons reproduit, en présence et avec la collaboration de l'intéressé, la manœuvre qu'il avait indiquée sans parvenir à provoquer une sortie de flamme. Nous avons multiplié les modes opératoires sans succès : avec tamis encore froids, avec tamis chauffés au préalable, en injectant supplémentaires un jet de grisou, en faisant brûler du grisou dans un tamis, etc.

Finalement, nous opérions dans notre appareil pour l'examen des auréoles, sur une lampe bien chauffée par séjour dans une atmosphère à plus de 5 % de grisou; la lampe est éteinte et de suite, on amène de la benzine sur les tamis par un tube de verre, tandis que l'on fait fonctionner le rallumeur et que latéralement on fait des chasses d'air sur les tamis à l'aide d'une pompe de bicyclette : on reproduit donc, en l'aggravant le plus possible, la manœuvre de M. W. Nous répétons l'expérience 12 fois sans obtenir de traversée.

Finalement, comme W. a opéré sur du gaz d'éclairage, il est convenu qu'il refera ses expériences devant l'Ingénieur en chef des Mines de la résidence. Nous sommes restés depuis sans nouvelle.

Nous n'avons donc pas pu, malgré plusieurs appels lancés à des exploitants ou des visiteurs mineurs, avoir des précisions sur le danger éventuel des rallumeurs.

Quand nous questionnons nos visiteurs, nous n'obtenons comme réponse que des impressions de sentiment sans fait précis.

Dans nombre de bassins et à l'étranger, le rallumeur est employé à grande échelle et sans donner lieu à des plaintes ou réclamations.

b) Lampes électriques ou électropneumatiques.

Une nouvelle lampe portative (modèle 36) a été agréée au nom de la Société Belge d'applications électriques à La Bouverie.

Deux modifications ont été approuvées à la lampe électropneumatique Friemann et Wolf type O444B agréée par décision 130/5114 du 12 juin 1930 :

1° La sortie de l'air détendu se faisait précédemment par un empilage de lamelles. Celui-ci a été remplacé par quatre perforations de 1,5 m/m de diamètre dans une épaisseur de paroi de 3,5 m/m.

Des expériences postérieures à 1930 et effectuées à la suite de la présentation d'une lampe d'autre provenance, nous ont montré que cette nouvelle protection présentait toute sécurité.

La lampe Friemann et Wolf modifiée a d'ailleurs fait l'objet d'une nouvelle épreuve effectuée dans les conditions suivantes :

L'alternateur et la turbine étant enlevés, l'enveloppe a subi 8 explosions intérieures d'un mélange grisouteux, qui ne se sont pas propagées à l'atmosphère ambiante également grisouteuse et inflammable.

2° L'appareil a été pourvu d'un dispositif ayant pour office de mettre l'alternateur en court-circuit par la masse lorsqu'une fêlure se déclare dans le globe.

Antérieurement, nous avons constaté que la mise en court-circuit permanente de l'alternateur n'entraînait qu'un échauffement insignifiant de l'enroulement et des connexions.

D'autre part, un nouveau type de lampe portative et électropneumatique est en instruction. L'appareil comporte un accumulateur donnant l'éclairage à une petite ampoule pour le transport à pied d'œuvre.

Au front d'emploi, la lampe se branche sur la conduite d'air comprimé et une ampoule plus forte est alimentée à partir de ce moment par un turbo-alternateur actionné par l'air comprimé.

Le principe est intéressant, mais il reste des modifications à faire au point de vue de la sécurité.

c) Ventilateurs pour l'aération secondaire des travaux souterrains.

Quatre ventilateurs nouveaux ont été agréés : un ventilateur Beaupain, deux François et un Flottmann.

Un ventilateur à commande électrique est en instruction.

Un ventilateur à air comprimé de fabrication allemande a été examiné, mais n'a pu être agréé à cause de jeux trop faibles et de l'utilisation d'alliages riches en aluminium.

d) Grisoumètre MSA.

Nous avons longuement étudié le grisoumètre américain M.S.A. (initiales du constructeur : Mine Safety Appliances Co de Pittsburgh Pennsylvania U.S.A.). Cet

appareil enregistre la variation de résistance d'un circuit provoquée par la combustion du méthane au contact d'un filament de platine chauffé par le passage du courant. Nous avons vérifié ses indications en les comparant avec les résultats de l'analyse sur les mélanges expérimentés. Nous avons d'ailleurs fait varier les conditions pour reproduire celles qui peuvent se présenter dans le fond.

La tension de l'accumulateur et son réglage ont une importance primordiale. Bien que l'étude ne soit pas terminée, il est intéressant d'exposer nos essais.

L'appareil a pour but le dosage immédiat et sur place de la teneur en méthane d'une atmosphère.

Principes de fonctionnement. — Les principes mis en jeu ont déjà été utilisés dans d'autres appareils avec des réalisations différentes, notamment dans le grisoumètre Léon Montluçon.

L'air grisouteux circule au contact d'un filament de platine chauffé par le passage d'un courant électrique. La combustion locale du méthane modifie la température et, par conséquent, la résistance ohmique du filament, entraînant ainsi le déséquilibre d'un circuit électrique dans lequel il est inséré. Ce circuit possède des dispositifs de réglage.

Le déséquilibre se traduit par la déviation de l'aiguille d'un milliampèremètre. La stabilité de la déviation pour telle teneur en méthane n'est possible évidemment que si on maintient d'une façon constante la circulation du mélange à titrer au contact du filament.

Voyons maintenant comment ces principes ont été utilisés.

Description de l'appareil.

Nous indiquerons d'abord la disposition adoptée pour les organes électriques. Celle-ci fait l'objet de la fig. 19.

Fig. 19. — Grisoumètre MSA, Schéma des connexions en position de titrage.

Les deux éléments E_1 et E_2 d'une batterie d'accumulateurs fournissent le courant de chauffage de deux filaments en platine D et T se trouvant l'un dans la cellule détectrice et l'autre dans la cellule témoin. La première est traversée par le courant d'air grisouteux, la seconde renferme de l'air pur.

Le circuit comporte également deux résistances R_1 et R_2 .

Un curseur C_1 permet d'insérer une fraction variable de la résistance R_1 . La résistance R_2 , au contraire, se trouve toujours tout entière dans le circuit.

Le milliampèremètre M est relié d'une part à la connexion réunissant les deux éléments d'accumulateur E_1 et E_2 et d'autre part à un curseur C_2 s'appuyant sur la résistance R_2 .

Dans cette seconde liaison du milliampèremètre, on peut, par le jeu d'un interrupteur I, introduire ou retirer une résistance additionnelle R_3 suivant que, pour une même teneur en méthane, on veuille diminuer ou amplifier la déviation de l'aiguille.

L'appareil possède de ce fait deux sensibilités : l'une de 0 à 2 % de méthane et l'autre de 0 à 5 % de méthane.

Enfin, le milliampèremètre est shunté par une résistance de contrôle R_4 avec curseur C_1 dont le réglage incombe au constructeur seul.

La disposition que nous venons de décrire est celle réalisée au moment du titrage.

Pour le réglage préliminaire de l'appareil, elle doit être modifiée et remplacée par celle représentée à la figure 20. Cette modification se fait par le jeu d'un commutateur spécial.

Fig. 20. — Grisomètre MSA. Disposition des connexions en position de réglage.

Le milliampèremètre M se trouve ainsi connecté aux extrémités du filament détecteur et fonctionne comme voltmètre.

Par la résistance R_1 , on peut alors régler l'intensité du courant débité dans le circuit en observant au milliampèremètre la chute de tension dans le filament.

Supposons donc maintenant que les deux cellules renferment de l'air pur et que les réglages aient été effectués. L'aiguille du milliampèremètre coïncide avec la graduation 0, ce qui implique l'égalité des chutes de tension dans les deux moitiés du circuit situées l'une à droite et l'autre à gauche du curseur C_2 , ou ce qui est équivalent, l'égalité des résistances ohmiques des deux moitiés du circuit.

Si, maintenant, on fait passer de l'air grisouteux dans la cellule détectrice, l'augmentation de résistance du filament correspondant détruit l'équilibre des chutes de tension et le milliampèremètre accuse une déviation, fonction de la teneur en méthane.

Voyons maintenant comment est réalisé le circuit de l'air grisouteux (voir fig. 21).

L'air grisouteux est aspiré par une poire en caoutchouc A. Il pénètre par un tuyau en caoutchouc B dont l'extrémité libre est placée à l'endroit où on veut faire le prélèvement; il traverse ensuite successivement un tube dessiccateur C renfermant du chlorure de calcium, un dispositif arrêt de flamme D, la cellule détectrice E où le méthane est brûlé au contact du filament, un second dispositif arrêt de flamme F, un récipient compensateur G en tôle mince d'une capacité de 0,636 m³.

Ce récipient est en communication directe avec la poire en caoutchouc; son but est de réduire les pulsations du courant d'appel.

Le dispositif-arrêt de flamme D est constitué par un tube cylindrique de 25 m/m de longueur renfermant une toile en fils de cuivre recouverts de cadmium.

Fig. 21. — Grisoumètre MSA. Circuit de l'air à analyser.

L'air grisouteux pénètre dans le tube et en ressort par des ouvertures de faible diamètre (2 m/m à l'entrée et 0,65 m/m à la sortie).

La cellule détectrice E est fermée par un bouchon fileté.

Le dispositif-arrêt de flamme F est constitué également par un tube cylindrique renfermant aussi un rouleau de toile en fils de cuivre recouverts de cadmium.

Tous les organes sont fixés sur la face inférieure d'une

plaque en ébonite constituant le couvercle d'un boîtier de section rectangulaire en métal léger, dont les dimensions intérieures exprimées en millimètres sont : longueur 192, largeur 130, hauteur 112.

La plaque en ébonite est fixée par 4 vis sur un épaulement venu de fonderie avec le boîtier.

Ne sont donc visibles que les commandes de réglage, le milliampèremètre et le tube dessiccateur.

Le tableau se présente donc comme il est indiqué à la figure 22.

Fig. 22. — Grisoumètre MSA. Disposition des commandes telles qu'elles apparaissent au tableau de l'appareil, couvercle relevé.

On y reconnaît immédiatement :

- 1° les boutons molletés A et B, la manette C et le bouton D commandant respectivement les curseurs C_1 , C_2 , l'interrupteur I et le curseur C_4 du schéma de la figure 19;
- 2° la manette E commandant l'alimentation de l'appareil par la batterie;
- 3° la manette F du commutateur permettant de passer de la position réglage à celle du titrage;
- 4° le milliampèremètre G;

5° les tubes d'aspiration H, le tube dessicateur I et la poire d'appel J.

Pendant le transport, tous ces organes sont protégés par un couvercle à charnières également en métal léger.

L'alimentation est assurée par une batterie d'accumulateurs alcalins disposée dans une enveloppe spéciale analogue à celle des lampes portatives (pot cylindrique avec couvercle s'assemblant par vissage).

La liaison entre la batterie et le détecteur est réalisée par un câble composé de 3 conducteurs isolés et protégés avec une gaine commune en caoutchouc.

Mode d'emploi.

Le réglage préalable s'effectue comme suit :

On ferme l'interrupteur d'alimentation E, puis on place le commutateur F dans la position de réglage (le circuit répond alors au schéma figure 20).

On règle alors l'intensité du courant circulant dans les filaments en manœuvrant le bouton molleté A jusqu'à amener l'aiguille du milliampèremètre sur une graduation indiquée par le constructeur pour chaque appareil. Par cette manœuvre, on déplace le curseur C₁ du schéma de la figure 20.

A l'aide de la poire en caoutchouc, on aspire de l'air frais dans la cellule détectrice, puis on vérifie à nouveau la valeur du débit.

On ramène alors le commutateur F dans la position de lecture (le circuit répond alors au schéma fig. 19).

Par le bouton molleté B, on amène l'aiguille du milliampèremètre sur la graduation 0 (manœuvre du curseur C₂ du schéma de la figure 19).

L'appareil est maintenant prêt pour la mesure.

On aspire donc l'air grisouteux à analyser à l'aide de la poire en caoutchouc et à la cadence de 5 à 8 aspirations par 20 secondes (temps minimum requis pour obtenir la déviation maximum de l'aiguille).

On fait la lecture au milliampèremètre pendant que le mélange circule dans l'appareil.

Ces opérations de réglage doivent être répétées toutes les 3 minutes pendant la première demi-heure d'emploi de l'appareil, ensuite tous les quarts d'heure.

L'appareil présente l'avantage de pouvoir être réglé même quand il se trouve en atmosphère grisouteuse. Dans ce cas, le réglage doit être précédé d'une combustion d'une durée de 5 minutes.

Examen de l'appareil.

Nous avons examiné l'appareil au double point de vue de sa sécurité d'emploi en milieu grisouteux et de l'exactitude des mesures.

Sécurité d'emploi.

Il pourrait y avoir danger d'inflammation de l'atmosphère ambiante : 1° par la propagation d'une flamme prenant naissance dans la cellule détectrice lorsque la teneur en méthane du gaz à analyser est comprise entre les limites explosives (5,5 % et 14 %); 2° par explosion d'un mélange grisouteux à l'intérieur du boîtier à l'intervention d'une étincelle électrique se produisant lors de la manœuvre d'une résistance ou d'un interrupteur.

Contre la propagation d'une flamme dans le circuit de circulation du gaz, le constructeur a prévu les deux dispositifs d'arrêt décrits précédemment et qui sont

placés l'un à l'amont, l'autre à l'aval de la cellule détectrice.

L'inflammation par étincelle à l'intérieur du boîtier n'est pas possible.

Le courant d'intensité le plus élevé (courant d'échauffement des filaments) circule en effet dans un circuit sans self. Celui qui traverse l'enroulement magnétisant du milliampermètre (circuit avec self) est par contre très faible.

A supposer même qu'une explosion se produise à l'intérieur du boîtier, elle ne pourrait se propager à l'extérieur.

Les traversées des commandes dans la plaque d'ébonite formant couvercle sont, en effet, à frottement doux et cette plaque en ébonite se fixe sur le boîtier par un joint dressé.

Pour augmenter encore la sécurité de l'appareil, nous avons demandé au constructeur :

- 1° que la largeur du joint dressé mentionné ci-dessus soit porté à 5 m/m;
- 2° qu'aucune vis ne perce la paroi du boîtier (vis d'assemblage de la plaque en ébonite, vis de fixation des isolements en caoutchouc sous le boîtier, vis de fixation des oreilles dans la paroi latérale du boîtier et servant au transport).

Exactitude des indications.

Nous avons procédé à 12 séries d'expériences au cours desquelles nous avons comparé les teneurs indiquées par le grisoumètre M.S.A. et celles obtenues par la méthode de la limite d'inflammabilité (appareil Lebreton) pour des mélanges d'air et de grisou titrant depuis 0,4 %

jusque 4,75 % de méthane. Chaque série durait environ 6 heures (durée approximative du service qui peut être demandé à un appareil de l'espèce) et comportait en moyenne vingt-cinq titrages.

Nous avons pu savoir ainsi les particularités de fonctionnement de l'appareil.

Pour les cinq premières séries, le mélange d'air + méthane était réalisé dans un flacon de cinq litres portant deux tubulures : une tubulure inférieure raccordée à un vaste d'équilibre renfermant de l'eau et une tubulure supérieure avec robinet livrant le gaz au grisoumètre.

Pendant qu'un opérateur faisait les lectures au grisoumètre, un assistant soulevait le vase d'équilibre de telle façon que le gaz se trouvait sensiblement en équilibre de pression avec l'atmosphère extérieure.

Nous avons pu constater qu'une légère surpression du gaz du flacon entraînait une variation des indications de l'appareil, variation résultant probablement du fait que la vitesse de circulation dans la cellule détectrice s'écartait trop de celle utilisée lors de l'étalonnage chez le constructeur et correspondant à un débit de 792 cm³ par minute.

A la suite de cette constatation, nous avons décidé d'effectuer le prélèvement dans notre appareil servant habituellement à l'examen des auréoles dans lequel le mélange grisouteux se trouve rigoureusement à la pression atmosphérique.

Nous n'avons tenu compte que des résultats obtenus avec ce second mode opératoire.

A titre d'exemple, nous donnons ci-après les constatations faites au cours de deux séries d'expériences.

9^e série d'expériences.

L'appareil est alimenté par un accumulateur alcalin à 3 éléments fournissant également du courant à une lampe d'éclairage, type lampe chapeau utilisé en Amérique, mais non agréé en Belgique.

L'accumulateur a reçu une charge de 27,5 ampères/heure.

La charge de chlorure calcique a été renouvelée.

Temps	Teneur indiquée		Observations
	par la limite d'inflammabilité	par le grisou-mètre M.S.A.	
			Tension totale de la batterie : (lampe et grisoumètre alimentés) 4,15 volts.
10 h. 00	1,15	1,07	Réglage dans l'air pur.
	1,60	1,725	Réglage en grisou.
	1,75	1,88	
11 h. 3	2,80	2,80	Réglage dans l'air pur.
	2,80	2,90	
	4,175	4,35	
	4,175	4,35	Réglage en grisou.
	2,96	2,98	
	3,01	3,00	Réglage en grisou.
	2,96	3,00	
	4,10	4,48	
	4,175	4,48	
	3,90	4,18	Réglage dans l'air pur.
	3,90	4,15	
	2,70	2,80	
	2,91	2,85	Réglage en grisou.
4,20	4,18		
3,86	4,13		

Temps	Teneur indiquée		Observations
	par la limite d'inflammabilité	par le grisou-mètre M.S.A.	
	3,90	4,10	Réglage en grisou.
	4,00	4,15	
	2,86	2,88	
	2,78	2,89	
	2,86	2,97	Réglage en grisou.
	2,78	2,99	
15 h. 35	3,90	4,25	
	3,80	4,25	Réglage dans l'air pur. On ne peut ramener l'aiguille qu'à trois divisions du zéro.
	3,86	4,32	Tension totale de la batterie : 3,575 volts (lampe et grisoumètre alimentés).

On constate que les discordances entre les deux méthodes d'analyse affectent spécialement les fortes teneurs c'est-à-dire celles atteignant 4 %.

Après 5 h. 30 de fonctionnement, nous avons éprouvé des difficultés de réglage; il nous a été impossible, en effet, de ramener l'aiguille exactement au zéro.

Attribuant ces difficultés au fait que l'accumulateur se déchargeait trop rapidement, nous avons poursuivi nos essais en supprimant l'alimentation de la lampe d'éclairage.

10^e série d'expériences.

L'accumulateur a reçu une charge de 47,5 ampères/heure. La charge de chlorure calcique a été renouvelée. La lampe d'éclairage n'est donc pas allumée.

Temps	Teneur indiquée		Observations
	par la limite d'inflamabilité	par le grisou- mètre M.S.A.	
9 h. 30			Tension à circuit ouvert : 4.55 volts.
9 h. 40	5.14	4.90	Réglage dans l'air pur.
	5.29	5.00	
	4.25	5.90	
10 h. 5	4.00	5.75	Réglage en grisou.
	5.80	5.75	
11 h. 6	4.5	4.45	Réglage en grisou.
	5.95	4.10	
	5.95	4.10	
	4.15	4.55	
11 h. 55	4.85	4.80	Réglage en grisou.
	4.85	4.80	
	4.25	4.50	
13 h. 55	4.15	4.00	Interruption des essais. Réglage dans l'air pur.
	4.65	4.70	
	4.25	4.15	
	4.20	4.20	
14 h. 14	4.15	5.95	Réglage en grisou; correction par bouton B.
	5.65	5.55	
	5.40	5.10	
14 h. 55	2.85	2.70	Réglage en grisou.
	2.60	2.50	
15 h. 15	2.70	2.65	
15 h. 20	2.80	2.65	Réglage en grisou.
	2.55	2.25	
	2.60	2.70	
	5.85	5.70	
15 h. 55	2.90	2.90	Réglage dans l'air pur.
	5.50	5.55	
	4.60	4.55	
Fin de l'essai.			Tension totale de la batterie (filament alimenté) : 4.15 volts.

Les discordances les plus grandes ont affecté les premières lectures, ce qui est dû probablement au fait que l'accumulateur prend plus lentement son régime de tension, étant donné qu'on lui demande un débit moins important.

On voit qu'après titrages, nous avons dû procéder à un nouveau réglage (le constructeur conseille de faire cette opération toutes les quinze minutes).

Nous avons fait la majeure partie des réglages en atmosphère grisouteuse. Cette façon d'opérer fatigue l'accumulateur, car chaque réglage en grisou exige une combustion de 5 minutes. Mais nous avons voulu voir si l'appareil répondait bien aux qualités que lui attribue le constructeur.

Comme la batterie (3 éléments) présentée par le constructeur ne pouvait, pour des raisons d'étanchéité, être agréée en Belgique, nous avons demandé qu'elle soit remplacée par une autre comportant deux éléments alcalins et disposés dans un pot étanche analogue à celui de nos lampes électriques portatives.

Nous ne pouvons encore dire dès maintenant si la capacité de cette batterie répondra d'une façon adéquate aux conditions de tension et de débit exigées par le grisoumètre.

e) Appareil de prélèvement d'un échantillon d'air volumineux dans un puits inaccessible.

Lors de la catastrophe du Grand Trait (1^{er} octobre 1936) nous avons fait de nombreux prélèvements dans le puits de retour d'air de La Cour, inaccessible, d'abord à l'aide de l'auto-capteur déjà décrit, ensuite à l'aide d'un appareil spécialement conçu à l'effet de prélever à 700 mètres un échantillon volumineux (30 litres).

Fig. 23. — Appareil de prélèvement d'un échantillon d'air moyen volumineux.

L'appareil était placé dans la cage, que l'on descendait à 700 m. ; il se vidait lentement de son eau remplacée par le gaz à prélever ; une disposition spéciale assurait une fermeture hydraulique à la fin du remplissage. Cet appareil nous donnait un échantillon moyen prélevé en 1 h. 45.

III. — MATERIEL ELECTRIQUE ANTIDÉFLAGRANT

Au cours de l'année 1936, nous avons examiné et proposé à l'agrément ministérielle 31 appareils nouveaux :

15 moteurs dont les puissances s'échelonnent entre 2 et 260 CV.

- 5 démarreurs.
- 2 transformateurs dont un de 125 KVA.
- 1 tableau blindé.
- 2 prises de courant.
- 2 interrupteurs pour signalisation.
- 1 lampe électropneumatique.
- 1 armature pour lampes fixes.
- 2 explosifs.

Diverses modifications ont été apportées à des appareils précédemment autorisés.

Nous donnons les caractéristiques de ces appareils dans le tableau suivant qui est donné sous la même forme que dans de précédents rapports.

Enfin, nous avons procédé, en outre, à des recherches spéciales de résistance mécanique et de résistance à l'échauffement de globes pour armatures d'éclairage qui n'ont pu encore être agréées.

LISTE
DES
APPAREILS ELECTRIQUES
ET DIVERS
agrés en 1936

II. — MOTEURS

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
14-1-1936	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5842	1 moteur type A. F. G. 387 à bagues, 220 volts, 1.460 tours, 12 KW. Fabrication n° Ry. 310.687. N° d'ordre : 118.055. Suivant plans : RM. 905 (coupe longitudinale), RM. 884 (coupe transversale).
14-1-1936	Idem.	13E/5844	1 moteur asynchrone triphasé type ACG. 107, 2,5 CV., 500 volts, 50 pér., 1,84 KW., 2.890 tours (destiné à la commande directe d'un ventilateur d'aérage secondaire). Fabrication n° Ry. 1.500.620. N° d'ordre : 127.400. Suivant plan : RM. 826 (coupe longitudinale).
16-1-1936	Idem.	13E/5843	1 moteur type A. F. G. 387bis, à rotor en court-circuit, courant triphasé 500 volts, 1.445 tours, 16 KW. N° d'ordre : 119.040. Suivant plans : RM. 979 (1/2 coupe et 1/2 vue longitudinale); RM. 884 (1/2 coupe transversale).

15-2-1936	Idem.	13E/5865	1 moteur type G.A.B.F. 61bis, 50 CV., 3.000 volts, 1.500 tours. (L'enveloppe de ce moteur est identique à celle du moteur G. A. B. F. 61 agréé suiv. la CM. n° 13E/5755 du 26 mars 1935, plan 508.008, sauf l'unique modification suivante : la cloison porte-bomes est celle reprise au plan 500.103 du moteur G.A.B.F. 66 agréé suiv. la CM. 13E/5687 du 15-6-34.)
21-2-1936	Société Siemens, Dép. Siemens/Schukert, 116, chauss. de Charleroi, Bruxelles.	13E/5873	1 moteur D.O.R. 126/4, asynchrone, à courant triphasé, rotor en court-circuit, 500 volts, 30,5 amp., 1.460 tours, puissance de 15 à 20 KW. suivant la nature de l'isolement des conducteurs. Moteur n° 4.461.796. Suivant plans : D. 452 (ensemble et coupes à l'échelle 1/1); D. 453 (schéma et dispositifs de sécurité).
19-6-1936	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5914	Le moteur G. A. B. F. 66, 68 HP., agréé par les CM. 13E/5687 du 15-6-34 et CM 13E/5759 du 11-4-35, est autorisé pour la puissance de 75 HP. sous 1.000 volts; la tension pourra être portée à 1.200 volts avec augmentation de puissance correspondante. Moteur n° 38.746. Fabrication n° 806.192.

II. — MOTEURS (suite)

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
23 6-1936	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5916	1 moteur asynchrone triphasé type A.F.G. 460d (à bagues, avec dispositif de mise en court-circuit), 1.500 tours, 22 KW, tensions 220, 380, 500 ou 600 volts. N° d'ordre : 38.656. Fabrication n° 805.202. Suivant plans : 511.800 (coupe longitudinale); 511.803 (coupe transversale).
26-6-1936	Idem.	13E/5921	1 moteur asynchrone triphasé, type A.F.G. 410c (rotor en court-circuit), 1.500 tours, 18 KW., alimenté sous l'une des tensions suivantes : 220, 380, 500 ou 600 volts. N° d'ordre : 38.703. Fabrication : 805.833. Suivant plans : 511.802 (coupe longitudinale); 511.803 (coupe transversale).

30-6-1936	Société Anonyme Siemens, Dépt. : Siemens-Schukert, 116, ch. de Charleroi, Bruxelles.	13E/5918	1 moteur type D.O.R. 1371/4, à courant triphasé, rotor en court-circuit, alimenté aux tensions de 220 à 500 volts pour les puissances de : 15 KW. à 750 t. par min. 20 KW. à 1.000 t. par min. 30 KW. à 1.500 t. par min. N° du moteur examiné (30 KW.) : 4.471.480 c. Suivant plans : D. 462 (coupe longitudinale et profil); D. 463 (schéma).
27 7-1936	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5923	1 moteur type A.F.G. 081 à 4 pôles, asynchrone triphasé, 1.500 tours, 125 KW., 3.000 volts. Fabrication : 805.226. N° d'ordre : 38.660. 1 moteur type A.F.G. 081 à 8 pôles, asynchrone triphasé, 750 tours, 62,5 KW., 3.000 volts. Fabrication : 805.220. N° d'ordre : 38.659. Suivant plans : 513.084 (ensemble moteur 8 pôles); 513.080 (ensemble moteur 4 pôles); 214.802 (regard au collecteur); 514.008 (coupe boîte à bornes).

II. — MOTEURS (suite)

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
28-7-1936	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5922	1 moteur type A.F.G 460b, à rotor à bagues, sans dispositif de mise en court-circuit, asynchrone triphasé, alimentation à l'une des tensions suivantes : 220, 380, 500 ou 600 volts, 22 KW., 1.500 tours. Fabrication n° 804.853. N° d'ordre : 38.607. Suivant plans : 511.801 (coupe longitudinale); 511.803 (coupe transversale).
28-7-1936	Idem.	13E/5925	1 moteur type A.F.G. 862 asynchrone triphasé, 6.200 volts, 2.940 tours, 191 KW. Moteur analogue au type A.F.G. 86, 5.000 volts, 184 KW., agréé le 24-8-34 sous la CM n° 13E/5703, mais avec les différences suivantes : 1. L'enveloppe est plus longue de 110 mm. 2. Le diamètre du rotor est de 420 au lieu de 390. 5. Le fourreau droit côté bagues est à labyrinthe et non droit. 4. Circuit de ventilation modifié. 5. Ventilateur intérieur reporté dans le flasque opposé au côté bagues. Fabrication n° 803.425. N° d'ordre : 38.441. Suivant plans : 513.970 (coupe longitudinale);

			513.969 (coupe transversale); 513.968 (coupe boîte bomes rotor); 214.802 (coupe couvercle visite avec regard).
30-9-1936	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5940	1 moteur type A.F.G. 367 à courant triphasé, 500 volts, rotor en court-circuit, puissance de 10 KW. sous 1.450 tours-min., enveloppe semblable au type A.F.G. 387bis, agréée le 16-1-36 sous la CM 13E/5843, longueur axiale 70 mm. plus petite dans le type 367. Fabrication n° 310.712. N° d'ordre : 119.041. Suivant plans : RM. 1012 (demi-coupe longitudinale); RM. 884 (demi-coupe transversale).
30-9-1936	Idem.	13E/5939	1 moteur type A.C.G. 167, rotor en court-circuit, courant triphasé 500 volts, vitesse 2.875 tours, 5,3 KW. (enveloppe semblable à celle du moteur type A.C.G. 107, agréé le 14-1-36 CM 13E/5844, mais de dimensions plus grandes). Fabrication n° 2.400.491. Suivant plan : RM. 3067.
23-10-1936	Idem.	13E/5945	1 moteur asynchrone triphasé type G.A. B.F. 36, 500 volts, 14,7 KW, 1.450 tours (construction très voisine du type G.A. B.F. 30 agréé le 18-7-34 sous le n° 13E/5690). Moteur n° 38.848. Fabrication n° 807.356. Suivant plan 515.010.

III. — APPAREILS DIVERS

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
14-2-1936	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5863	1 démarreur type T.H.A. 68 avec résistances immergées dans l'huile, enveloppe hermétique. N° de fabrication : 803.584. Suivant plan n° 454.558.
22-2-1936	Idem.	13E/5872	1 démarreur type T.H.A. 17 avec résistances immergées dans l'huile, enveloppe hermétique. Fabrication n° 803.629. Suivant plan n° 454.488.
6-3-1936	Idem.	13E/5876	1 tableau blindé type I. Suivant plan AE. 427.029.
20-3-1936	Ateliers Electriques Belges, 62, avenue du Pont de Luttre, Forest-Bruxelles.	13E/5883	Modification apportée aux vis d'assemblage des couvercles des appareils agréés suivant les décisions ci-dessous : 13E/5820 du 7-12-34; 13E/5809 du 25-10-35; 13E/5824 du 23-12-35.

74

ANNALES DES MINES DE BELGIQUE

24-3-1936	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5882	1 prise de courant type W.K. à placer sur les coffrets-disjoncteurs autorisés le 26-1-31 par la CM n° 13E/5360 au nom de la firme N.V. Hazemeyer d'Hengelo (Hollande). Suivant plan 357.995.
6-5-1936	Idem.	13E/5893	1 transformateur monophasé à bain d'huile, enveloppe hermétique, type 5 M.G. 4, 5 KW., 3.150/85 volts, 50 pér. Fabrication n° 805.403. N° d'ordre : 17.926. Suivant plan n° 22.T.4701.
19-6-1936	Société Siemens, Dép. Siemens/Schukert, 116, chauss. de Charleroi, Bruxelles.	13E/5913	Boîte d'entrée pour câble souple sous caoutchouc. Suivant plan n° 47.I.N.M. (C'est une modification de la boîte pour entrée de câble armé agréée le 26-9-1930 CM n° 13E/5297 et suivant le plan n° 3.CH.11.697a.)
20-6-1936	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5915	1 transformateur à bain d'huile, enveloppe à empilage, type 125 M.G. 4, 125 KW., à courant triphasé abaissant la tension de 3.150 à 550 volts. N° 17.870. Fabrication n° 805.204. Suivant plan n° 22.T.4680.

INSTITUT NATIONAL DES MINES, A FRAMERIES

75

III. — APPAREILS DIVERS (suite)

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
28-7-1936	Société Siemens, Dép. Siemens/Schukert, 116, chauss. de Charleroi, Bruxelles.	13E/5924	Coffret automatique pour disjoncteurs inverseurs à commande par boutons-poussoirs, avec ou sans boîtier pour appareil de mesure, enveloppe hermétique. Suivant plans : D. 455 (vue du coffret); D. 459 (boîtier pour appar. de mesure); D. 456a (schéma au 1/5).
17-9-1936	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5934	1 rhéostat de démarrage type T.H.A. 34, résistances immergées dans l'huile, enveloppe hermétique. N° de fabrication : 805.203. Suivant plan n° 457.319.
13-11-1936	Idem.	13E/5960	1 coffret destiné à recevoir divers appareillages tels que : disjoncteur, interrupteur, contacteur avec bouton-poussoir, etc., enveloppe hermétique, intensité maximum : 300 ampères. Suivant plan n° A.E.431.541.
11-12-1936	Idem.	13E/5971	Modifications diverses de l'équipement du compartiment n° 5 du tableau blindé type I agréé le 6 mars 1936 sous la CM n° 13E/5876. Suivant plan n° A.E.431.826.

76

ANNALES DES MINES DE BELGIQUE

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

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
15-2-1936	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5860	Le scellement du joint des globes des deux armatures d'éclairage agréées les 13-7-33 et 8-11-33 sous les n°s 13E/5612 et 5645 peut être réalisé au moyen d'un ciment à la litharge comprenant 10 parties de litharge pour 1 partie de glycérine. (Suiv. fig. 5 du croquis n° 43.I.N.M.)
13-2-1936	S. A. d'Éclairage des Mines et d'Outillage Industriel, à Loncin (Liège).	13E/5857	Lampe électropneumatique type O. 452 fabriquée par la firme Friemann et Wolff, de Zwickau (Saxe). C'est une modification du type O. 444B agréé le 12-6-1930 suivant la CM n° 13C/5114 : a) Empilage modifié : remplacement des lamelles par des perforations; b) Mise en court-circuit de l'alternateur en cas de bris du globe.
21-10-1936	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13C/5256	Modification apportée à l'armature autorisée sous la CM n° 13E/5645 du 8-11-33. Nouvelle disposition des vis d'assemblage du globe et du treillis de protection.
23-10-1936	Idem.	13C/5257	1 armature d'éclairage. Suivant plan n° 27.797-Si.

INSTITUT NATIONAL DES MINES, A FRAMERIES

77

VII. — TÉLÉPHONES ET SIGNALISATION

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
15-2-1936	Ateliers de Constructions Electriques de et à Charleroi.	13E/5860	Les regards du tableau et des boîtiers lumineux agréés suivant les décisions reprises ci-dessous peuvent comporter une simple glace de 12 mm. d'épaisseur, scellée au ciment de litharge, savoir : 1. Boîtier lumineux à 2 voyants et 2 boutons-poussoirs (13E/5545 du 15-1-1931); 2. Tableau lumineux à 10 voyants agréé suiv. 13E/5552 du 5-12-32; 3. Boîtier lumineux 24.111 à 2 voyants 13E/5602 du 3-7-1933; 4. Boîtier lumineux 24.112 à 2 voyants et 1 bouton-poussoir 13E/5602 du 3-7-1933; 5. Boîtier lumineux à 3 voyants et bouton-poussoir 13E/5598 du 3-7-1933; 6. Boîtier lumineux à 8 voyants et 1 bouton-poussoir, 13E/5598 du 3-7-1933; 7. Boîtier lumineux à 1 voyant et 1 bouton-poussoir 13E/5679 du 8-5-1934. (Suiv. fig. 4 du croquis n° 45.I.N.M.)
18 6-1936	Idem.	13E/5912	1 interrupteur à tirer n° 2. Fabrication n° 104.634. Suivant plan n° 27.114-Si.
23-10-1936	Idem.	13E/5946	1 interrupteur bipolaire avec coupe-circuit (disposé dans une enveloppe admise le 27-3-34. CM n° 13E/5664). Suivant plan n° 27.250-Si.

78

ANNALES DES MINES DE BELGIQUE

VIII. — VENTILATEURS A AIR COMPRIMÉ

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
31-1-1936	W. & J. Beaupain, 105, rue de Serbie, à Liège.	13B/5120	Ventilateur secondaire à air comprimé type V.K. 5. Suivant plan n° V. 5.
14-2 1936	S. A. des Moteurs et François Réunis, à Sclessin.	13B/5123	Ventilateur aéro-turbine type A.T. 300 pour canars de 300 mm. Suivant plan n° A.T. 124.
20-3-1936	Idem.	13B/5128	L'acier coulé peut également être utilisé au lieu de la fonte pour la construction de l'enveloppe F renseignée dans la décision du 14-2-1936, 13B/5123.
26-6-1936	Compagnie du Matériel Flottmann, 160, rue Verte, à Bruxelles.	13B/5136	1 turbo-ventilateur modèle I.T. 4 pour canars de 400 mm. de diamètre. Suivant plan n° 45 I.N.M.
14-10-1936	Société des Moteurs & François Réunis, Sclessin.	13B/5142	1 ventilateur aéro-turbine type A.T. 400 pour canars de 400 mm. Suivant plan n° A.T. 131. A part quelques détails de construction, ce ventilateur est le même que le type A.T. 300 agréé le 14-2-1936 sous la CM n° 13B/5123.

INSTITUT NATIONAL DES MINES, A FRAMERIES

79

X. — LAMPES ELECTRIQUES PORTATIVES

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	No de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
18-5-1936	Société Belge d'Applications Electriques, La Bouverie.	13C/5248	Lampe Lemaire 35 modifiée par l'emploi d'une tête type 36. Suivant plan n° M. 9.

XIV. — EXPLOSEURS

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	No de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
12-3-1936	S. A. des Poudreries Réunies de Belgique, 145, rue Royale, Bruxelles.	13D/5374	1 explosEUR Schaffler type B.D.K.M. 15, 25 mines, à dynamo à excitation compound, débit : 1 amp. dans un circuit d'une résistance de 120 ohms. Suivant plans 6108/I, 6108/II et 6108/III.
28-7-1936	Zünderwerke Ernst Brün, A.-G., Krefeld-Linn (All.).	13D/5403	ExplosEUR type Z.E.B./A. 50 à contact électromagnétique (ne diffère du type Z.E.B./A. 50 ordinaire agréé le 28-8-1935 sous la CM n° 13D/5545 que par la présence d'un relai électromagnétique inséré dans le circuit d'excitation.

IV. — LOCOMOTIVES DIESEL

Nous avons essayé en atmosphère grisouteuse une locomotive Demag (15 HP) et une locomotive Ruston et Hornsby (20 HP).

Les épreuves ont amené l'agrégation de ces deux types pour fonctionnement dans les mines grisouteuses.

Des modifications ont aussi été reconnues pour une locomotive précédemment admise au nom de la firme Berry.

Voici les caractéristiques de ces locomotives.

IX. — LOCOMOTIVES DIESEL

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
24-3-1936	Société Anonyme « Demag » à Duisburg (Allemagne).	13G/6531	1 loco Diesel type M.L. 15 à moteur monocylindrique, puissance : 15 HP, cycle Diesel à 4 temps. Alésage : 120 mm. Course piston : 190 mm. Nombre de tours : 1.000. Machine n° 2.006. Suivant plans n°s ML. 1.049, ML. 1.100, ML. 10.432, ML. 10.297, ML. 10.325, ML. 10.265.
12 6-1936	S. A. Etablissements Bergerat-Dutry, 15d, Allée Verte, à Bruxelles, représentant en Belgique des Etablissements Ruston & Hornsby, de Lincoln (Angleterre).	13G/6558	1 loco Diesel à moteur bicylindrique, à simple effet, à soupapes commandées, cycle Diesel à 4 temps. Alésage : 114,30 mm. Course : 139,70 mm. Nombre de tours : 850. Puissance : 20 HP. (Le type n'est pas désigné.) N° de la machine : 175.598. Suivant plans : 36.T.142, 36.T.194, 22.578 et 22.579.

IX. — LOCOMOTIVES DIESEL (suite)

Date d'autorisation	CONSTRUCTEUR	N° de la décision ministérielle	OBSERVATIONS
9-9-1936	F. Berry, Constructeur, 92, rue Bonte-Pollet, Lille.	13G/6593	<p>Modifications complémentaires à celles admises par la CM n° 15G/6562 du 21-6-1935, savoir :</p> <p>1) Tracé nouveau de la canalisation d'aspiration;</p> <p>2) Existence d'une chemise rapportée pour les cylindres moteurs et pour une ouverture pratiquée dans le cylindre en un point diamétralement opposé à la tuyère d'injection du combustible.</p> <p>Suivant plans : 15.955/1287 et 15.977/1287.</p>

V. — LE GISEMENT DU GRISOU DANS NOS COUCHES

Etude en cours des dégagements instantanés de grisou en Belgique.

Nous avons poursuivi l'étude des accidents par dégagements instantanés dans la dernière décade (1926-1935). Une communication a été faite par le soussigné en mai 1936 à la Société de l'Industrie Minérale (publiée dans le numéro du 1^{er} août 1936 de la *Revue de l'Industrie minérale*).

Mais diverses recherches expérimentales doivent être effectuées avant la publication définitive du travail entrepris en collaboration avec M. Fripiat.

a) *Quelques essais de pulvérisation de charbon par dégazage brusque.*

Nous avons recherché notamment si le dégazage brusque d'un charbon saturé de grisou à haute pression pouvait entraîner sa pulvérisation. Nous avons utilisé à cette fin l'appareil représenté à la figure 24.

La bombe A est fermée vers le haut par une place G serrée entre deux joints de caoutchouc par un anneau fileté, qui se visse dans un cercle de renfort. Elle communique par le robinet à pointeau E et par un tuyau avec un compresseur à grisou.

A l'intérieur de la bombe, se trouve un prisme de charbon mesurant 60 × 40 × 40 m/m et provenant d'une couche sujette à dégagements instantanés (Grande Chevalière des Charbonnages Unis de l'Ouest de Mons).

1^{er} essai : La bombe est fermée par une glace de 12 m/m d'épaisseur. Le compresseur étant en marche et le robinet E étant ouvert, la pression à l'intérieur de la

bombe monte progressivement. Lorsqu'elle atteint 55 kgs, la glace se fissure en plusieurs morceaux et laisse le gaz s'échapper instantanément.

Fig. 24.

Le charbon est resté intact.

2^e essai : Nous recommençons avec le même morceau de charbon et une glace de 8 m/m d'épaisseur.

Lorsque la pression atteint 35 kgs, la glace se fissure mais très peu, car la pression se maintient à 25 kgs.

Nous provoquons ensuite l'échappement brusque du grisou en pulvérisant la glace à l'aide d'un détonateur.

A l'intérieur de la bombe, nous ne retrouvons que du charbon réduit en grains très fins et un morceau de la grosseur d'un noix.

Tous les morceaux de verre ont été projetés à l'extérieur.

Une autre bombe représentée au schéma 24bis permettant d'atteindre des pressions plus élevées (150 atm.) a été utilisée également. Elle était munie d'un dispositif spécial permettant une détente rapide par fusion d'un bouchon de fermeture en laque. Ce bouchon (1) d'abord raccordé par une tuyauterie avec coude, a été placé ensuite directement sous la bombe, ce qui accélérât la détente.

Fig. 24bis.

Cette seconde bombe nous a donné quelques résultats : pulvérisation très partielle, très incomplète, pouvant être attribuée à un choc de la masse sur les parois sous l'effet de l'entraînement par le gaz.

Ces expériences n'ont pas donné de résultats probants. Nous les reprendrons ultérieurement en les perfectionnant.

(1) Le souffle de grisou éteignait le bec Bunsen, si celui-ci n'avait pas déjà été éteint par la fusion du bouchon.

Profitant de ce que nous disposions de tubes Carbox, nous avons essayé d'y produire une détente brusque, sans effet d'explosion, pour voir ce que devenait du charbon contenu dans le tube.

Le charbon — couche Grande Chevalière, à dégagements instantanés — était placé, en morceaux de 5 à 10 m/m soit autour de la cartouche chauffante, disposée à sa place habituelle, soit en dessous de celle-ci, le tube étant placé verticalement avec les événements au-dessus.

Dans la dernière position, les fils d'amorce étaient prolongés de manière à avoir la place voulue pour le charbon sous la cartouche chauffante. Cette disposition évitait un contact direct du charbon et de la cartouche.

Le charbon était retrouvé, violemment projeté et partiellement broyé, mais en aucun cas on n'aurait pu attribuer à la seule détente la pulvérisation du charbon; chaque fois il y avait trace de manifestation explosive avec choc.

D'autre part, on a fait ensuite des essais à blanc, sans disque et sans acide carbonique, avec la seule cartouche chauffante et le charbon: on a obtenu des résultats analogues, le charbon était pulvérisé et en partie projeté: ce qui donne à croire que la seule action de la cartouche chauffante était la cause de la pulvérisation.

Nous suivons d'autre part les essais d'autres expérimentateurs à l'étranger: le Dr. Ruff de Breslau et M. Friedel, Ingénieur en chef des Mines à Paris, qui ont obtenu d'autres résultats.

b) La perméabilité de nos houilles au grisou.

Nous avons fait sur la porosité des couches par rapport au grisou, une série d'essais d'abord avec un premier appareil (du service de Sécurité, M. Fripiat) puis

avec un second plus précis (service chimique, M. Coppens).

Le premier appareil est représenté à la figure 25.

L'éprouvette de charbon A, de forme prismatique, mesurant: longueur et largeur 90 m/m, épaisseur 30 m/m, est serrée entre deux anneaux de caoutchouc B, à l'intérieur d'une enveloppe en tôle d'acier composée d'une cuvette C et d'un couvercle D assemblés par 16 boulons.

Fig. 25. — Appareil pour mesurer la perméabilité d'un charbon au grisou.

Le gaz est amené au contact du charbon par la tubulure E; après avoir traversé l'éprouvette, il est recueilli par la tubulure F.

Les deux manomètres à eau H et I mesurent les pressions régnant sur les deux faces de l'éprouvette.

La section utile de passage de l'éprouvette est de 3,14 cm².

Les deux pipettes de mesure J et K peuvent être mises en communication avec les tubulures E et F par les robinets à trois voies L et M. Ces pipettes sont pourvues chacune d'un vase d'équilibre N et O remplis de mercure.

L'éprouvette est noyée dans du mercure; celui-ci remplit le vide restant de l'enveloppe à l'exception de l'espace intérieur des anneaux de caoutchouc et s'élève même dans le tube d'équilibre P, créant ainsi une pression hydrostatique qui s'oppose à la sortie du gaz par la surface latérale de l'éprouvette.

Enfin, l'enveloppe elle-même est plongée dans un bain d'eau faisant office de thermostat.

On opère de la façon suivante :

On remplit d'abord les pipettes J et K, l'une de gaz et l'autre de mercure. On établit ensuite le régime d'écoulement en faisant arriver le gaz par le tuyau Q et en le laissant s'échapper directement par le tuyau R.

L'alimentation se fait alors par un système de flacons non représentés au croquis et sans passer par les deux pipettes qui ont été mises d'ailleurs hors-circuit par le jeu des robinets à trois voies.

On règle l'arrivée du gaz de telle façon que la pression motrice indiquée par la différence des lectures aux deux manomètres soit celle pour laquelle on désire mesurer la perméabilité du charbon.

Lorsqu'on juge que le régime est établi, on met à l'aide des robinets L et M, les pipettes en communication avec les tubulures d'entrée E et de sortie F.

A partir de ce moment, le gaz circulant dans le charbon est fourni par la pipette J et recueilli par la pipette K. On entretient la circulation sous la pression

motrice choisie d'avance en déplaçant les vases d'équilibre N et O.

On arrête l'expérience lorsque la pipette J est complètement vide.

Le volume de gaz contenu initialement dans cette pipette et celui recueilli dans la pipette K donnent une mesure de la perméabilité du charbon.

Lorsque ces deux volumes sont égaux (aux erreurs expérimentales près) on peut admettre que la circulation du gaz s'est faite sans adsorption, ni désorption.

Voici certains résultats au hasard.

Eprouvette 5. — Veine 4 Sud. — Etage de 950 m. Siège Grand Trait des Charbonnages Belges. Circulation parallèle à la stratification. Eprouvette de forme carrée 100 × 100 m/m, épaisseur 30 m/m.

Dans l'une des faces latérales de l'éprouvette constituée surtout de charbon brillant, on remarque 10 lignes de fusain équidistantes et dirigées normalement aux grandes faces.

Nous avons fait circuler successivement de l'hydrogène puis du méthane.

No de l'essai	Pression motrice en m/m de mercure	Température du charbon	Durée de l'essai	Volume du gaz		Circulation horaire en cm ³
				entré	sorti	
<i>Circulation de l'hydrogène.</i>						
1	10	18	15	75,28	75,58	547,70
2	10	16,6	15 12"	75,40	75,57	542,00
3	15	17,2	8 55"	75,77	76,29	554,00
4	15	17,2	7 50"	75,64	76,29	582,00
5	25	17,2	4 40"	75,00	75,27	966,00
6	20	17,2	5 25"	74,15	74,57	824,00
7	15	17,2	7 25"	75,54	76,01	612,60
8	10	17,2	11 18"	75,05	75,65	400,20
9	5	17,2	22	78,08	77,47	212,00
10	5	16,75	25 40"	74,81	74,69	189,60
11	25	16,75	4 58"	76,80	77,10	996,00

N° de l'essai	Pression motrice en m/m de mercure	Température du charbon	Durée de l'essai	Volume du gaz		Circulation horaire en cm ³
				entré	sorti	
<i>Circulation du méthane.</i>						
1	10	15,6	14' 17"	76,91	76,00	521,00
2	15	14,75	9' 36"	77,10	77,59	485,60
5	20	15,2	7' 9"	77,19	77,66	649,80
4	10	16,0	14' 27"	76,04	76,48	516,20
5	5	16,1	29' 6"	75,42	75,82	156,00

Epreuve 6. — Couche Grande Chevalière plat. Etage de 560 mètres. — Siège Ferrand des Charbonnages Unis de l'Ouest de Mons. Circulation parallèle à la stratification.

Epreuve de 100 × 100 × 30 m/m constituée surtout par du charbon brillant, très dur, renfermant peu de fusain.

N° de l'essai	Pression motrice en m/m de mercure	Température du charbon	Durée de l'essai	Volume du gaz		Circulation horaire en cm ³
				entré	sorti	
<i>Circulation de l'hydrogène.</i>						
1	20	15,7	77'	10,87	11,41	8,68
2	25	16,25	69'	12,81	13,49	11,44
<i>Circulation du méthane.</i>						
1	20	16,9	60'	8,46	8,82	8,64

Epreuve 7. — Couche Grande Chevalière plat. Etage de 560 mètres. Siège Ferrand des Charbonnages Unis de l'Ouest de Mons. Circulation perpendiculaire à la stratification.

Epreuve de 100 × 100 × 30 m/m constituée par du charbon brillant.

N° de l'essai	Pression motrice en m/m de mercure	Température du charbon	Durée de l'essai	Volume du gaz		Circulation horaire en cm ³
				entré	sorti	
<i>Circulation de l'hydrogène.</i>						
1	20	17,45	75'	32,69	32,91	26,25
2	25	17,60	60'	33,50	33,50	33,50
<i>Circulation du méthane.</i>						
1	20	19,75	87'	33,76	33,08	23,04
2	20	20	47'	19,05	18,49	23,97

Epreuve 12. — Veine 4 Sud plat. Etage de 950 m. Siège Grand Trait des Charbonnages Belges. Circulation parallèle à la stratification. Dimensions 100 × 100 × 30 millimètres. Poids de l'épreuve : 347,5 grammes.

Deux lignes de fusain se trouvent dans la région par laquelle se fait la traversée du gaz.

N° de l'essai	Pression motrice en m/m de mercure	Température du charbon	Durée de l'essai	Volume du gaz		Circulation horaire en cm ³
				entré	sorti	
<i>Circulation de l'hydrogène.</i>						
1	5	17,7	60'	36,51	35,76	36,15
2	10	17,10	52'	75,90	75,90	87,57
3	15	17,50	30'	75,94	75,69	151,63
4	20	17,7	22' 40"	76,43	76,33	202,1
5	25	17,7	17'	70,91	70,67	249,85
<i>Circulation du méthane.</i>						
1	5	17,0	64'	39,17	38,68	36,49
2	5	17,3	60'	38,50	37,81	38,15
3	10	20,9	60'	74,32	75,20	74,76
4	10	21,0	61'	74,13	74,64	73,16
5	15	22,05	38' 30"	75,30	74,87	117,01
6	20	22,0	29' 30"	75,69	75,51	153,76
7	5	21,7	60'	36,62	36,44	36,53
8	10	21,8	45'	53,75	53,58	71,55

Ces expériences sont longues et délicates; la réussite des éprouvettes exige du temps; les essais sont difficilement conduits lorsque d'autres besognes de contrôle doivent souvent interrompre les opérations; aussi avons-nous remis la suite des essais à M. Coppens qui a perfectionné la méthode comme suit :

Les éprouvettes de charbon (dimensions : $3 \times 8 \times 8$ cm) sont garnies de deux pièces métalliques m_1 et m_2

Fig. 26. — Placement de l'éprouvette de charbon à examiner.

(fig. 26). Une fermeture étanche s'obtient de la façon suivante : les pièces métalliques légèrement chauffées sont enduites de résine (masse des électriciens) et appliquées sur l'éprouvette de charbon (1). Après refroidissement et durcissement de la résine, le tout est enduit de couches successives de syndetikon (colle isolante).

Le principe du mode opératoire en lui-même est très simple : une des pièces métalliques, m_2 , est raccordée à une source de CH_4 pur (2). La pression de celui-ci peut être maintenue rigoureusement constante et réglée à diverses valeurs. L'autre pièce métallique est reliée à un

(1) Un carcan non représenté à la figure 26 maintient solidement ensemble les différentes pièces.

(2) Le méthane est purifié par cristallisation fractionnée à basse température.

appareillage maintenant un vide rigoureux à l'aide de silice refroidie à l'air liquide. Le méthane qui en un temps déterminé a traversé l'éprouvette de charbon sous une pression motrice déterminée peut ensuite être extrait de la silice et mesuré. Il va sans dire qu'avant chaque expérience l'éprouvette de charbon est soigneusement vidée de tout gaz en maintenant le vide sur les deux faces de l'éprouvette (1). D'autre part, l'expérience pour chaque pression est poursuivie jusque constance du volume de méthane diffusé par unité de temps (cette constance est obtenue au bout de deux heures au plus).

L'ensemble de l'appareil est représenté schématiquement à la fig. 27.

L'éprouvette garnie de deux pièces métalliques m_1 et m_2 est noyée dans la masse. L'ensemble est alors immergé dans un thermostat à eau maintenant une température constante de 25 degrés.

L'extraction préliminaire se fait par un appareillage (non figuré) qui fait suite au robinet R_7 . Le robinet R_3 reste ouvert pendant cette opération, l'extraction préliminaire se fait ainsi sur les deux faces de l'éprouvette.

Dans la branche de dépression ($P=0$) on remarque les deux condenseurs à silice S_1 et S_2 . Pendant l'expérience de diffusion, ceux-ci fonctionnent alternativement.

Dans la branche de pression, le méthane venant de la bonbonne, B, s'introduit dans l'appareil à travers la

(1) Cette extraction préliminaire demande plusieurs jours. Elle est poursuivie jusqu'à ce que le débit horaire des gaz encore contenus dans l'éprouvette soit réduit à un taux négligeable (soit moins de $0,5 \text{ cm}^3$ par heure). Le temps nécessaire à cette extraction varie de 2 à 10 jours.

Fig. 27. — Ensemble du second appareil servant à mesurer la perméabilité des houilles au méthane.

plaque poreuse p . (Cette plaque poreuse est imperméable au mercure). Le pointeau de précision R_6 de la bonbonne permet un réglage précis du débit de CH_4 et par suite de la pression motrice dans la branche de pression.

La pression motrice est lue au début de l'expérience au manomètre M .

Le maintien de cette pression par réglage du pointeau p est facilité par un compensateur dont voici la description.

Il se compose de deux branches b_1 et b_2 séparées par du mercure. La branche b_1 peut être isolée de l'appareil de diffusion par la fermeture du robinet R_5 . L'ensemble plonge dans une chemise d'eau (non figurée) maintenue à température constante. Le robinet R_5 étant ouvert, supposons l'appareil rempli sous la pression P , lue au manomètre M . Soit t la température de l'eau dans la chemise du compensateur. Le robinet R_5 étant ensuite fermé, il suffira, la température t étant maintenue constante, de régler l'ouverture du pointeau R_6 de façon à ce que pendant la diffusion le mercure dans les tubes b_1 et b_2 reste au même niveau. Le maintien de la pression P dans la branche de pression s'opère ainsi très facilement.

Voici quelques résultats condensés au tableau suivant.

Indications d'origine	Eprouvette a) découpée suivant le plan de stratification b) découpée normale- ment au plan strati- fication	Volumes réduits, en cm ³ ; de méthane diffusés par heure à travers la section de 12 cm ² ,57 sous les pressions ci-dessous en m/m de mercure		
		20	40	60
Gde Chevalière à 560 m. au siège Belle-Vue Ferrand des Charbonnages Unis de l'Ouest de Mons.	a	10,0	45,6	78,2
Brèze (Vallée) à l'étage de 246 m. au siège n° 5 des Charbonnages de Homu et Wasmès.	a	32,5	87,5	172,0
19° au niveau 575 m. au siège Espérance des Char- bonnages du Hainaut à Hautrage.	a	53,0	134,0	249,0
	b	15,5	39,5	69,0
19° à 925 m. au siège Nord du Rieu-du-Cœur des Charbonnages des Produits et Nord du Rieu-du-Cœur.	a	10,0	26,0	47,0
Pte Chevalière à 925 m. au siège Ste-Catherine des Charb. des Chevalières et la Gde Machine à Feu de Dour.	a	47,5	108,0	188,0
	b	97,0	228,0	398,0
Pte Chevalière à 869 m. au siège Ste-Catherine des Charb. des Chevalières et la Gde Machine à Feu de Dour.	a	81,0	200,0	344,0
	b	156,0	420,0	
Veine 4 Sud à 1.000 m. au siège Grand-Trait des Charb. Belges à Frameries.	a	53,5	116,0	189,5
	b	104,0	259,0	457,0
Stenaye entre 520 et 270 m. au siège Many de la Sté Ame d'Ougrée - Marihaye, Div. des Charb. de Mari- haye.	a	66,0	153,0	284,0
	b	76,0	193,0	349,0
St-Thomas sous le niveau de 700 m. au siège n° 2 des Charb. d'Anderlues.	b	260,0	720,0	

On remarquera les très grandes différences de porosité d'un échantillon à l'autre. Les expériences cependant ne sont pas assez nombreuses pour conclure. Nous les poursuivons.

Dès à présent, on comprend les grandes différences de débit grisouteux que l'on peut constater dans des couches voisines. Jusqu'à présent les couches à grande perméabilité observées ne sont pas à dégagement instantané.

*c) Essais de relevés de pressions gazeuses
en massif grisouteux vierge.*

Depuis quelque temps déjà, nous espérons pouvoir refaire les expériences de Watteyne, Shorn et Maquet sur les pressions gazeuses relevées dans certaines couches grisouteuses.

Pouvant disposer d'un matériel beaucoup plus précis que nos prédécesseurs, nous escomptions beaucoup de ces recherches.

Notre but était, lorsqu'un travers-banc nous serait signalé comme devant rencontrer un train de couches à dégagements instantanés, d'arrêter le creusement et de traverser les couches par un sondage muni, à l'origine, d'une fermeture spéciale étanche, permettant de brancher un manomètre et de relever à chaque recoupe de veine la mise en pression, les variations éventuelles, etc.

1) Sondage au n° 1 de l'Escouffiaux.

Nous avons cru trouver l'occasion cherchée : à l'étage de 940 mètres du siège n° 1 (Le Sac) de l'Escouffiaux, un nouveau Sud-Est devait rencontrer le train des Chevalières : les couches Auvergies, Fauniau, Grande Chevalière, Petite Chevalière, qui ont été exploitées non loin de là par les Charbonnages du Bois de St-Ghislain.

Un accord intervint en juin 1936 entre la Société Foraky, le Charbonnage et l'Institut.

Le bouveau est aménagé complètement le 3 août. Le matériel nécessaire est descendu au fond, la boîte à bourrage étanche montée; le forage est commencé le

Fig. 28. — Disposition du forage au diamant et de la tête étanche.

17 septembre, par percussion au diamètre de 85 m/m sur une longueur de 2^m50. Voici comment fut effectuée la tête étanche du forage. On a foré à 0^m90 plus haut que l'orifice (voir croquis 28) un trou *ab* convergent avec le premier, de manière à rencontrer le forage à 1^m70. Ce trou auxiliaire de 37 m/m de diamètre, a servi à la cimentation extérieure du tube guide *cd* introduit dans le forage (longueur 2^m50, diam. 74 et 66 m/m).

Au préalable, on avait bourré à l'orifice du forage une tresse d'étoupe. Le coulis de ciment introduit par le tube *ab* a fermé entièrement l'intervalle entre le tube et le terrain, et est revenu même en débordant au fond par l'intérieur. Après durcissement de ce ciment, on fit un essai d'étanchéité donnant toute satisfaction. Le forage

au diamant fut commencé ensuite à travers le fond de ciment, au diamètre de 47 m/m (1).

Il y a eu beaucoup de contretemps. Comme on est très loin des puits, l'air comprimé manque, il n'a la pression voulue qu'au seul poste de nuit et parfois elle est encore insuffisante, d'où calage du carottier; le travail a donc été lent.

Des terrains failleux ont été recoupés. Le 17 octobre, le sondage livre une petite quantité de grisou, mais sans pression.

Le 19 novembre, à 40 mètres environ du point de départ, recoupe d'un bétier charbonneux, pas de gaz.

Le 2 décembre, le sondage a 56 mètres, il faut renoncer à recouper les couches que l'on croyait atteindre. Le sondage est suspendu : il avait perdu pour nous tout intérêt. A l'arrêt, la pression statique enregistrée au manomètre est montée jusqu'à 50 kgs/cm².

M. l'Ingénieur en chef Renier, Directeur du Service géologique, a bien voulu faire la détermination des terrains recoupés par le sondage. Il semble qu'il y avait erreur dans la position des terrains, où l'on croyait se trouver.

Après étude de ces déterminations, le Charbonnage a décidé l'abandon définitif du sondage.

2) Recoupe de la couche Mouton aux Chevalières.

Une autre occasion devait se présenter peu après au siège Ste-Catherine des Charbonnages des Chevalières et de la Machine à Feu, à Dour; on devait recouper par un

(1) Signalons avec plaisir que la Société Forminière, apprenant le but désintéressé du sondage, nous a offert gracieusement les diamants de trois couronnes. Nous devons aussi remercier la Société Foraky qui a appliqué des conditions toutes spéciales et la Direction des Charbonnages belges qui nous a accordé sa collaboration financière.

puits intérieur partant de l'étage de 850 mètres, la couche Mouton appartenant également au faisceau des Chevalières, à proximité d'un crochon.

Nous avons remis aux Charbonnages un appareillage réalisé à l'Institut et analogue à celui utilisé jadis par MM. Watteyne et Shorn (fig. 29).

Fig. 29. — Tête de sondage simplifiée pour prendre les pressions gazeuses dans des sondages au grisou.

L'appareil comporte deux tuyaux concentriques A et B. Le tuyau intérieur A servant au captage du gaz porte à une extrémité une tête en ogive C et à l'autre extrémité un robinet D et un manomètre E.

A proximité du raccord du manomètre, le tuyau intérieur est fileté. Dans ce filetage se visse un écrou en bronze de forme hexagonale F. Entre le tuyau extérieur B et la tête C se trouve un manchon de caoutchouc G (longueur 250 m/m, diam. extérieur 48 m/m).

L'appareil étant disposé dans le trou de sondage, il suffit de serrer l'écrou F pour comprimer suivant sa longueur le manchon de caoutchouc G. Celui-ci se dilate alors latéralement et donne l'étanchéité voulue.

Mais la couche a été recoupée près du crochon, sans aucune manifestation grisouteuse.

Nous n'avons donc pas eu de chance. Espérons mieux réussir prochainement. Nous nous tenons en rapport avec les charbonnages susceptibles de mettre à découvert un gisement à dégagements instantanés.

d) Pouvoir de fixation du schiste par le méthane.

Des échantillons de schiste prélevés entre deux couches, à intervalles d'environ 1^m 50 l'un de l'autre suivant la normale, ont montré que les roches encaissantes peuvent également retenir le grisou par adsorption.

Les volumes retenus, il est vrai, sont faibles : dans le cas étudié, il est au maximum d'un dixième de cm³ par gramme de matière sèche à 0°, tandis que les 2 couches limitant le massif des terrains étudiés retiennent 4 cm³ au moins par gramme.

Mais la masse des terrains schisteux est importante par rapport à la masse de charbon, de telle sorte qu'un faible pouvoir adsorbant peut jouer cependant un rôle appréciable dans la mine.

D'autre part, comme on a opéré sur des schistes séchés, on peut se demander si le pouvoir de fixation observé n'est pas la conséquence d'une augmentation de surface active créée pendant la dessiccation.

e) Pouvoir adsorbant des houilles sous pression.

Poursuivant l'ensemble imposant des expériences de ces dernières années, M. Coppens a comparé la fixation des gaz usuels d'une part par un charbon actif, adsorbant-type, et d'autre part une houille anthraciteuse.

Il a mis ainsi en évidence l'analogie profonde entre la fixation des gaz par les houilles et par les charbons actifs, appuyant ainsi singulièrement les vues qu'il a

émises sur la nature du gisement du grisou dans nos couches par adsorption.

Les essais de fixation du méthane par la houille qui s'étaient poursuivis, en 1934-35, jusqu'à 175 atmosphères, ont été poursuivis jusqu'à 400 atmosphères.

Une synthèse de tous ces travaux est publiée en annexe à ce présent rapport.

Ces derniers temps, les études se sont multipliées sur la nature du gisement des gaz dans les couches de houille (1). En ce qui concerne nos gisements, où seul le grisou intervient à l'exclusion d'acide carbonique, répétons ce que nous disions l'an dernier : Quelle que soit la forme sous laquelle se trouve le grisou dans nos couches, — adsorption, dissolution ou autre gisement encore — un fait est certain, la quantité maximum de grisou que l'on peut faire fixer par nos houilles préalablement vidées de leurs gaz, est de l'ordre de 20 à 30 m³ à la tonne, suivant la qualité des charbons, quelle que soit la pression appliquée.

Or, la très longue et abondante enquête menée précédemment nous a montré que de nombreux chantiers débitent plus de 100 mètres cubes à la tonne extraite. 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 un débit bien supérieur à la quantité que peut retenir le charbon : il faut donc

(1) Citons parmi les dernières :

Audibert : Sur le mode de gisement du méthane dans la houille. — *Ann. des Mines*, t. VIII, 10^e livr. de 1935, pp. 225 à 256.

Ruff : Le comportement des charbons dans l'absorption et le dégagement de CO₂. — *Z. für das Berg. Hutten und Salinenwesen*, vol. 84, n^o 10, 1936, pp. 425 à 436.

P. Rodhain : Sur quelques modes possibles de gisement des gaz dans la houille. — *Ann. Mines France*, 10^e livr. 1936 (à suivre).

admettre que le grisou *circule* dans nos couches à une vitesse notable, renouvelant constamment le gaz voisin du front.

Au point de vue du mineur, la discussion du mode de gisement devient dès lors plutôt académique.

Nos expériences sur la perméabilité des houilles rapportées plus haut ont achevé de mettre en évidence cette mobilité du grisou dont nous avons donné maints exemples vécus dans les travaux souterrains.

VI. — PROPAGANDE DE LA SECURITE

Visites éducatives. — Nous avons encore consacré, en 1936, toute une série de journées à des visites éducatives ou à des essais spéciaux. Nous citerons notamment parmi nos visiteurs :

Elèves du cours de chimie de St-Luc, à Mons et M. le Professeur Mahieu;

MM. Friedel, Aurel, Duhameaux, Ingénieurs en chef et Ingénieurs du Corps des Mines français;

MM. Hardy et Pasquasy, du Corps des Mines belge;

Elèves Ingénieurs chimistes de l'Université de Gand.

MM. Van de Voorde et Goethal, assistants;

M. Bribosia, Directeur général du Travail, M. Abrasart, Directeur-gérant des Charbonnages d'Hornu et Wasmes et M. Barbier, directeur des travaux;

37 élèves-mineurs des cours d'exploitation des Mines de l'Ecole industrielle de Morlanwelz et 2 professeurs; M. Tosiz Terai, Chief Engineer of Japan Explosives Co, Tokio;

MM. Raven, Directeur général des Mines, Paques, Ingénieur principal des Mines;

Elèves-Ingénieurs de l'Ecole des Mines de Mons et

MM. les professeurs Toubeau et Brison;

MM. Vervaeck, Inspecteur principal du Travail, Verbouwe, Inspecteur général des Mines, Fréson, Ingénieur des Mines (Administration centrale), Pierre, Ingénieur-Directeur de la Société Apragaz, Ancion, Ingénieur en chef Société Oxhydrique, Courard, Ingénieur à la même société (deux journées essais spéciaux);

MM. les Ingénieurs du Corps des Mines (deux journées);

MM. les Délégués à l'Inspection des Mines (deux journées);

55 sauveteurs de la brigade de sauvetage de la mine Hendrik, sous la conduite de MM. Duifjes, Ingénieur en chef, Wijfjes, Ingénieur aux Mines d'Etat néerlandais, et sept élèves-Ingénieurs des Mines de Paris;

Membres du Conseil d'Administration de l'Institut;

Groupe d'anciens élèves (35) diplômés de l'Ecole des mineurs de Seraing, M. Wasseige, Professeur, 3 élèves Ingénieurs des Mines de Paris et Nancy;

Membres de la Commission belge du Lexique minier;

Elèves de l'Institut technique minier de Wrexham (Grande-Bretagne) sous la conduite de M. Samuel, Principal;

Elèves de l'Ecole Industrielle de Courcelles et M. Martiat, Ingénieur au Corps des Mines, professeur;

Membres de la Société de l'Industrie Minérales et délégations d'administrateurs et ingénieurs belges, M. Moiny, Directeur de la Caisse de prévoyance de Mons;

Elèves du Doctorat en chimie de l'Université de Liège, MM. Henry, professeur, Corin, Henrion et Jacques, assistants;

30 membres du personnel de maîtrise des charbonnages de Ressaix;

Membres du Groupement des Explosifs;

M. Rother, Ministerialrat (Berlin) et M. Verbouwe, Inspecteur général des Mines.

Comme d'habitude, à la plupart de ces visites, un programme détaillé des expériences a été remis, rédigé dans leur langue, à nos visiteurs.

Les tracts de propagande de l'Institut ont été distribués gratuitement ou cédés au prix de propagande, très inférieur au prix de revient.

	Distribution gratuite	Vente
<i>Tract « Un mot aux boute-feux »:</i>		
Edition française	84	125
» flamande	61	336
<i>Tract « Détection du grisou »:</i>		
Edition française	34	—
» flamande	65	—

L'édition du tract sur la détection du grisou est épuisée; une seconde édition vient de sortir de presse.

402 exemplaires du rapport sur les travaux de 1935 ont été distribués gratuitement: à tous les charbonnages, à tous les Ingénieurs des Mines, à des Collègues étrangers, etc.

Des exemplaires ont été acquis par les Charbonnages, en supplément des exemplaires reçus gratuitement.

Enfin, ont été distribués des exemplaires de l'étude publiée dans la Revue de l'Industrie Minérale sur les Dégagements instantanés en Belgique, de 1926 à 1935 et les exemplaires restants d'une étude publiée au Congrès des Accidents du Travail (Bruxelles 1935) sur les « Gaz émis par les couches de houille ».

La collaboration avec nos collègues étrangers a été continuée avec des résultats très utiles, notamment avec

le Bureau of Mines (Etats-Unis), le Safety in Mines Research Board (Grande-Bretagne), la Station d'essais de Montluçon (France), les Versuchstrecke de Derne-Dortmund, de Freiberg et de Beuthen (Allemagne), la Station d'essais polonaise de Mikolow, la Station tchécoslovaque de Moravska Ostrava.

VII. — QUELQUES QUESTIONS DIVERSES

a) Gaz occlus dans des cristaux de sylvinite.

Au cours d'une visite aux exploitations des Mines de potasse d'Alsace, on m'avait remis des cristaux de sylvinite laiteuse ou translucide où l'on pouvait voir des bulles de gaz emprisonnées.

On m'avait demandé de déterminer de quels gaz il s'agissait, le laboratoire de M. Coppens étant spécialement bien outillé pour faire cette détermination délicate.

M. Coppens, après avoir fait l'extraction à l'aide d'un appareil spécial, a procédé à l'analyse de ces gaz; ils sont complexes, mais la majeure partie (80 à 90 %) est formée d'azote.

Nous donnons ci-après le détail des essais.

Nous avons eu à examiner deux caissettes, l'une renfermant des cristaux translucides qui décrépitent dans l'eau, l'autre des cristaux laiteux dans lesquels le gaz est très disséminé.

Mode opératoire.

Nous avons fait usage de l'appareil représenté au schéma de la figure 30.

Au moyen de la pompe à mercure, on faisait d'abord le vide dans tout l'appareil. Puis, après avoir fermé le robinet R, on introduisait les cristaux dans le tube baro-

métrique B (diamètre environ 40 m/m), ensuite on admettait de la vapeur d'eau dans le tube.

La dissolution des cristaux laiteux se faisait assez rapidement, celle des cristaux translucides était très lente.

Fig. 30.

On activait la dissolution en faisant bouillir l'eau dans le tube manométrique. A cet effet, on chauffait le tube à l'aide d'un serpentin en caoutchouc chauffé à la vapeur d'eau.

Une fois la dissolution terminée, on faisait marcher la trompe à mercure. On ouvrait et fermait alors à plusieurs reprises le robinet R. La vapeur d'eau était retenue par le pentoxyde de phosphore et le gaz de dissolution était recueilli à la trompe à mercure.

On a procédé à l'analyse des gaz extraits par la méthode bien connue que nous avons appliquée aux grisous : en utilisant les basses températures (air liquide) et les propriétés de la silice colloïdale, nous formons

trois groupes : A, B₁, B₂ comprenant respectivement les gaz condensables :

A : CO₂ (+B₂S), les hydrocarbures non saturés et les hydrocarbures saturés, sauf le méthane.

B₁: gaz échappant à toute condensation : l'hydrogène et le néon.

B₂: gaz retenus sur la silice colloïdale à -180° : CH₄, O₂, N₂ (+Kr + Ar).

Dans chaque groupe, les constituants sont séparés par les méthodes courantes d'analyse.

Voici un tableau résumant les essais effectués.

Nous avons procédé à quatre analyses, deux sur des cristaux translucides, deux sur des cristaux laiteux.

N° de l'essai	SYLVINITE			
	translucide		laiteuse	
	I	III	II	IV
Poids des cristaux mis en œuvre en grammes	55,00	97,69	80,86	58,45
Gaz dégagés en cm ³ .	1,841	3,000	4,219	2,008
Composition des gaz en % :				
H ₂	2,5	3,7	0,2	<0,2
O ₂	1,1	0,4	1,2	0,6
CH ₄	7,2	5,9	néant	5,0
N ₂ (+Ar+Kr)	79,5	85,0	90,1	86,9
CO ₂ (+H ₂ S)	0,4	5,1	6,9	7,0
Hydrocarbures non saturés	9,6	0,5	0,7	0,5
Hydrocarbures saturés				

On remarque que :

1° les compositions des gaz varient dans de larges mesures des cristaux translucides aux cristaux laiteux, mais l'azote est l'élément principal. Pour des cristaux

de même espèce, les compositions varient également très fort d'un échantillon à l'autre ;

2° en examinant le tableau précédent, on voit que le volume d'azote extrait est constant d'un échantillon à l'autre dans chacune des deux catégories de cristaux :

2,6 cm³ par 100 gr. pour les cristaux translucides.
4,6 — — — — — laiteux.

L'interprétation de cette coïncidence est difficile.

b) Appareils respiratoires.

Nous avons étudié et proposé à l'agrégation ministérielle deux types d'appareils de sauvetage à circuit indépendant conçus pour une durée d'utilisation d'une heure.

Ce sont le Dräger K.G. 130 et l'Audos M.R.I. (licence DEGEA).

Ces appareils à durée réduite (une heure) semblent demandés actuellement pour compléter l'équipement des stations de sauvetage.

Un gros appareil à durée normale de deux heures : Dräger modèle K.G. 160 est encore à l'étude actuellement.

c) Essais sur les générateurs à acétylène.

En collaboration avec l'Inspection générale des Mines, l'Inspection générale du Travail, l'Association des propriétaires de récipients à gaz (M. Pierre, Ingénieur-Directeur) l'Oxyhydrique internationale, des expériences ont eu lieu à l'Institut pour déterminer des règles de construction des générateurs à acétylène.

Ces expériences ont lieu dans notre galerie d'explosifs puisqu'elles peuvent donner lieu à des explosions. Elles devront être continuées.

d) *Etude sur l'utilisation des explosifs à l'oxygène liquide dans une carrière à ciel ouvert.*

Suite à la demande de la Société Solvay, l'Institut National des Mines a poursuivi des recherches et essais divers sur le mode d'emploi d'explosifs à oxygène liquide pratiqué dans les carrières de Couillet de cette société.

Les investigations ont porté d'abord sur les matières employées comme cartouches de combustibles, leurs caractéristiques.

Des essais de sensibilité ont eu lieu ensuite à l'Institut National des Mines.

Après quoi, il a été procédé à l'observation, sur place, du mode d'utilisation des explosifs en notant tous les détails d'emploi (juillet 1936). Cette observation a conclu à un programme d'expériences en grand qui ont été effectuées en septembre 1936 à la carrière même.

Quelques essais complémentaires de chocs sur enclume ont été effectués ensuite en octobre 1936 à l'Institut National des Mines.

Enfin, de nouveaux essais en grand ont eu lieu en novembre 1936 aux carrières mêmes à Couillet.

La présente note résume ces diverses recherches et expériences et donne leur conclusion.

La cartouche de combustible.

Elle est fournie par la Société Anonyme L'Air Liquide : elle est constituée de noir de fumée provenant de la combustion de naphthaline brute (Usine Volkaert à Elouges).

L'enveloppe de la cartouche est en papier gris d'emballage, perforé de trous de 1 à 2 millimètres, distants de 15 à 20 millimètres. La composition est homogène, à l'encontre de celle adoptée dans d'autres types de car-

touches, notamment ceux où il est fait usage de liège, de tourbe, de sciure, etc.

Dimensions de la cartouche.

Diamètre extérieur	55 à 57 millimètres
Hauteur	400 à 410 millimètres
Poids	moyenne de 325 gr.
Quantité d'oxygène liquide absorbée après 20 minutes	825 grammes

Analyse

Les essais en nos laboratoires ont donné les résultats suivants :

Eau	2,54 %
Cendres	0,10 %
Partie soluble dans le benzol	7,00 %
(matières empyreumatiques)	
Soluble dans le tétrachlorure de C	1,88 %
Soluble dans le sulfure de carbone	0,71 %
Noir de fumée (par différence)	87,77 %

Le laboratoire de M. Coppens, docteur en sciences, attaché à l'Institut, a déterminé le pouvoir adsorbant de cette composition pour l'oxygène. Voici l'appareil et le mode opératoire qui ont été utilisés :

La partie essentielle de l'appareil (fig. 31) consiste en une ampoule portant un robinet à vide R et pouvant être mise en communication avec un manomètre, une pompe à vide et une cloche à mercure, cette dernière permettant l'introduction de l'oxygène gazeux.

Le noir de fumée étant placé dans l'ampoule A, on fait le vide complet. Pendant cette opération, l'ampoule est refroidie à -70° de façon à éviter une dessic-

cation du produit par le vide : on peut ainsi expérimenter la matière telle quelle.

L'ampoule est ensuite plongée dans de l'oxygène liquide (-183°) jusqu'au niveau a. On troduit alors l'oxygène gazeux et on maintient pendant une demi-heure la pression d'équilibre qui est de 755 millimètres de mercure environ.

Fig. 31.

On ferme maintenant le robinet R et on peut récupérer alors tout l'oxygène mis en œuvre à l'exception de celui contenu dans l'ampoule A.

Le volume d'oxygène adsorbé par gramme (V_g) est alors donné par la relation :

$$V_g = (V_t - V_r) \left[\frac{E_t \times P}{760(1 + at)} + \frac{E_{-183} \times P}{760(1 - 183a)} \right]$$

dans laquelle :

V_t : le volume total (en cm^3 réduits) de l'oxygène mis en œuvre ;

V_r : le volume (en cm^3 réduits) de l'oxygène récupéré ;

E_{-183} : le volume de l'espace nuisible de la partie de l'ampoule immergée dans le bain d'oxygène liquide (température -183° C) ;

E_t : le volume de la partie émergente de l'ampoule, partie émergente ayant la température ambiante (t) ;

P : la pression d'équilibre.

Résultats obtenus.

Comme les lois des gaz ne s'appliquent que très imparfaitement aux environs de leurs conditions de liquéfaction, on a d'abord recherché la grandeur des erreurs pouvant être commises de ce chef.

En mettant en œuvre 1,305 gramme de naphthaline en paillettes, matière pratiquement non adsorbante, on a trouvé :

$$V_g = 0,22 \text{ cm}^3$$

L'erreur est donc négligeable.

Pour le noir de fumée, nous avons trouvé :

$$V_g = 99,81 \text{ cm}^3, \text{ soit } 0,145 \text{ gramme d'O. liquide.}$$

Ce résultat rend compte de l'oxygène intimement fixé au noir de fumée dans les conditions de trempage des cartouches (1). C'est de l'oxygène prêt à entrer en réaction.

Pouvoir d'imprégnation.

Outre l'oxygène adsorbé, les cartouches sont, après trempage, imprégnées d'oxygène liquide, à la manière d'une éponge gonflée d'eau. Nous avons vérifié à l'Institut qu'une cartouche de 325 grammes pèse 1.150 gr. après trempage dans l'oxygène liquide pendant 20 mi-

(1) A supposer que la cartouche, pendant le trempage, ne subisse qu'une pression de 755 millimètres de mercure.

nutes (à la carrière, nous avons trouvé des chiffres un peu plus forts, comme nous le dirons plus loin : il faut compter 1.300 grammes environ).

Résumé des essais au choc en chute libre.

Nous avons opéré sur deux types de cartouche, respectivement de 22 et 50 millimètres de diamètre. Bien que le premier type soit peu intéressant, parce qu'il s'écarte trop du diamètre utilisé aux carrières de Solvay, nous rappellerons brièvement les résultats obtenus :

Cartouches de 22 m/m de diamètre et de 50 m/m de longueur.

Le noir de fumée (7 grammes) est placé dans une enveloppe cylindrique de papier gris (1 gramme). La matière est tassée et la cartouche, après confection, est percée de trous.

En assimilant respectivement le noir de fumée et le papier à du carbone et à de la cellulose pure, on trouve qu'il faut 20 grammes environ d'oxygène pour assurer la combustion complète de la cartouche.

Courbe d'évaporation.

Nous avons procédé d'abord au relevé de la courbe d'évaporation de l'oxygène pour des durées variables d'immersion.

Nous plaçons donc sur la balance la cartouche retirée du vase d'imprégnation et nous notons les temps de passage à divers poids choisis d'avance.

On constate ainsi que le poids d'oxygène absorbé est sensiblement constant quelle que soit la durée d'immersion, du moment que celle-ci dépasse un minimum, disons de 20 minutes pour fixer les idées (nous avons complété ces essais en carrière).

Le poids absorbé dépasse un peu ce qu'exige la combustion complète.

Dans nos essais au choc, nous avons opéré le plus rapidement possible, pour que l'essai soit terminé avant qu'il y ait un départ notable d'oxygène gazeux.

Cartouches de 22 m/m de diamètre et de 50 m/m de longueur.

Poids du mouton en ks.	Durée de trempage en heure	Hauteur de chute en cms	Nombre d'essais	Nombre d'explosions
<i>Cartouche disposée verticalement.</i>				
14.5	1	40	1	1
		35	3	1
		30	1	1
		25	1	1
		20	1	1
		15	1	1
		10	2	0
<i>Cartouche couchée.</i>				
14.5	1	50	1	1
		40	1	0
		25	1	0
		15	1	0
<i>Cartouche disposée verticalement.</i>				
9.25	1	25	1	0
		30	4	0
		35	8	0
		40	1	0
9.25	5 à 5.50	25	15	1
		20	16	0
9.25	4 à 4.50	35	4	2
		30	6	1
		25	5	0
		20	17	1
		15	18	0
		15	14	0
9.25	8.50 à 9	15	14	0

La hauteur de chute la plus faible ayant provoqué l'explosion de la cartouche disposée verticalement est de 15 centimètres pour le mouton de 14,5 kilogs, et de 20 centimètres pour celui de 9,250 kilogs.

Déduction faite de la hauteur de la cartouche (5 cm) on trouve pour les énergies de choc correspondantes :

1,45 kilogrammètre.

1,38 kilogrammètre.

Une énergie de 0,925 kilogrammètre n'a pas fait exploser les cartouches de 22 millimètres de diamètre au cours de 32 essais consécutifs.

Enfin, les essais réalisés avec le mouton de 9,25 kgs semblent montrer que la sensibilité au choc augmente avec la durée d'immersion dans l'oxygène, cela malgré la constance de la quantité absorbée.

Cartouches de 50 m/m de diamètre, 7 à 8 m/m d'épaisseur, 9 grs de noir de fumée, 2,15 grs pour l'enveloppe de papier gris, 27 grs pour l'oxygène nécessaire à la combustion complète.

Après 40' de trempage, le poids total de la cartouche est de 39,5 grammes; il est le même après 2 h. 30'.

Essais au choc.

Poids du mouton en ks.	Durée de trempage en heure	Hauteur de chute en cms	Nombre d'essais	Nombre d'explosions
14,5	1	55	1	1
		50	2	1
		40	5	3
		35	4	1
		30	10	2
		25	1	0
14,5	1,45 à 2	40	1	1

Poids du mouton en ks.	Durée de trempage en heure	Hauteur de chute en cms	Nombre d'essais	Nombre d'explosions
14,5	5 à 5,50	35	1	1
		30	2	1
		25	7	0
		25	9	1
		30	4	1
		35	1	1
9,25	5 à 5,45	45	5	1
		40	15	1
		35	2	0
		35	14	1
9,25	4 à 5	50	4	1
		25	33	1

L'énergie minimum ayant provoqué l'explosion de la cartouche de 50 millimètres de diamètre est de 2,312 kilogrammètres (mouton de 9,250 kgs tombant de 25 centimètres).

Ce chiffre paraît bien être une limite, car sur 33 essais un seul a donné l'explosion.

Les cartouches de 50 m/m de diamètre paraissent être moins sensibles au choc que celles de 22 m/m.

Les essais rapportés ci-dessus concordaient dans les grandes lignes avec ceux effectués en France par M. Angot, Ingénieur au Corps des Mines (Ann. Mines de France, tome V, p. 46, 1934) qui avait eu des explosions pour une énergie de choc inférieure à un kilogrammètre.

On peut évidemment objecter que les conditions de l'essai ne sont pas celles qui existent en carrière lors de la descente des cartouches dans le fourneau de mine : les cartouches ne tombent pas en chute libre : 1° par suite du frottement contre les parois d'une part, 2° par suite

de l'effet retardateur de l'air emprisonné dans le trou de mine, à travers lequel la cartouche s'enfoncé comme un piston, 3° par suite de l'évaporation de l'oxygène liquide qui crée un courant retardateur.

Ce troisième effet est surtout sensible pour les cartouches qui suivent la première descendue.

D'autre part, le choc entre enclume et mouton, pratiquement indéformables, de cartouches de faibles poids — dans nos essais, nous devions nous préoccuper des dégâts possibles à nos installations et limiter par conséquent les matières mises en œuvre — n'est évidemment pas du même genre que celui qui peut intervenir dans la descente d'une charge présentant elle-même une élasticité capable d'amortir une partie notable du choc par déformation.

D'autre part, la masse des moutons utilisés est très forte par rapport au poids d'explosif mis en œuvre. Il fut donc décidé d'aller sur place examiner le mode d'emploi.

Mode d'emploi des explosifs à l'oxygène liquide aux carrières de Couillet.

Nous décrivons le mode d'emploi tel que nous l'avons observé dans une visite du 10 juillet 1936. C'est uniquement à ce mode que se rapporteront nos conclusions.

La carrière de Couillet présente un front à peu près circulaire, l'excavation ayant une quarantaine de mètres de profondeur sous les travaux de découverte. Elle est exploitée en trois étages : A, étage supérieur de 20 mètres développé surtout à la paroi Sud : il est pris en deux gradins de 10 mètres sans plateforme de service intermédiaire; les deux gradins n'existent donc qu'au passage du front et s'alignent ensuite sur une même verticale; B et C, étages moyen et inférieur de 10 mètres

de hauteur, séparés respectivement des étages A et B par des chantiers de chargement.

Ces deux étages B et C sont pris chacun en un seul gradin de 10 mètres. Ces dispositions limitent donc à 10 mètres la profondeur des mines.

On procède par tirs simultanés de grosses mines à peu près verticales, pratiquées sur une ligne parallèle à la paroi à abattre. Le creusement des trous se fait au gros marteau de carrière sur trépied, au diamètre de 90/70 millimètres.

On commence au diamètre de 90 m/m, on finit à 10 mètres au diamètre de 70 m/m.

La profondeur maximum des mines est de 10 mètres; les trous sont distants de 3 mètres l'un de l'autre; ils sont forés à 1^m50 de la paroi en crête, ce qui donne à peu près 3 m. à 3^m50 en pied.

Préparation d'un tir (1).

Les trous sont vérifiés à l'aide d'un mandrin en bois de 45 centimètres de longueur, 55 m/m de diamètre, fixé à une tige rigide. Le mandrin doit passer aisément dans les fourneaux. On fait le soufflage des trous à l'air comprimé, de façon à nettoyer le fond et enlever toute humidité.

La charge normale de chaque trou est de 14 cartouches.

L'oxygène liquide est amené en bidons cylindro-coniques de 25 litres, en crête de la carrière; les vases de trempage cylindriques (d'une capacité de 23 litres) reçoivent chacun les 14 cartouches d'une charge, placées côte à côte verticalement.

(1) Il est strictement interdit de fumer à tout le personnel participant aux manipulations d'oxygène liquide et au tir.

On verse ensuite l'oxygène liquide jusqu'à ce que les cartouches flottent; on attend alors que l'imprégnation se fasse, les cartouches s'enfoncent, on achève la vidange de l'oxygène, on referme le couvercle (non étanche évidemment).

Les cartouches de combustible sont fournies comme déjà dit par la Société l'Air Liquide. Ce sont des cylindres de 55 m/m de diamètre, de 400 m/m environ de longueur, enveloppe en papier brun d'emballage, perforé de trous.

Poids de la cartouche sèche	320 grs
Poids après 18 minutes de trempage	1280 grs
Poids après 20 minutes de trempage	1300 grs
Poids après 30 minutes de trempage	1320 grs

Pratiquement donc, la quantité d'oxygène absorbé n'augmente plus après 20 minutes. Le trempage dure 30 minutes environ. Pertes comprises, chaque mine de 14 cartouches consomme 18 à 20 litres d'oxygène.

Chargement.

Composition de la charge :

Chaque trou reçoit :

- 1°) Une charge de sable tamisé et séché, versé au fond du trou et y formant un matelas de 0 m 100 de hauteur environ.
- 2°) la première cartouche, suspendue à une cordelette; si elle rencontre un arrêt, on utilise le bourroir dont le contact suffit généralement à décaler la cartouche.
- 3°) douze autres cartouches que l'on laisse descend'elles-mêmes. Si l'une se cale, on utilise le bourroir.

4° la quatorzième cartouche, munie d'un détonateur électrique, enfoncé dans la partie inférieure : aux fils du détonateur, noués autour de la cartouche, font suite deux conducteurs isolés au caoutchouc.

Le raccord entre les fils du détonateur et ces conducteurs se fait à l'aide de toile isolante. La quatorzième cartouche est donc descendue suspendue par les conducteurs électriques.

5°) du sable sec pour remplir les vides entre les parois et l'explosif et servir de bourrage (éventuellement avec du sable non séché) au-dessus de la charge.

Mode opératoire :

Le trempage terminé, on procède au chargement : il y a un homme par trou de mine : chacun prend ses 14 cartouches dans une manne d'osier et se rend à son coup. Après versement du matelas de sable, il descend la première cartouche, puis les 12 autres; les cartouches-amorces sont placées par deux chefs d'équipe qui progressent des ailes vers le centre pendant que les autres ouvriers versent le sable.

Circuit de tir :

Il est formé d'un câble sous caoutchouc (doublé d'un câble de réserve qui ne sert pas).

Le circuit est préparé avant le chargement. Les détonateurs, posés sur le sol, sont protégés contre tout choc pendant l'opération, par un manchon cylindrique en bois, percé d'un trou central, où le détonateur s'enfonce.

La vérification se fait à l'ohmmètre Siemens avant le chargement (résistance observée d'un circuit de 8 mines: 25 Oms).

Tirs exécutés en ma présence :

- a) huit mines de 10 mètres, dans la partie inférieure de l'étage A : trempage 30 minutes.
chargement, retraite et tir : 6 minutes.

L'accès de ces mines était difficile, de là la durée un peu longue des opérations.

- b) 5 mines de 10 mètres, dans la partie supérieure de l'étage A.
trempage : 30 minutes.
chargement, retraite et tir : 5 minutes.
- c) 5 mines identiques :
trempage : 25 minutes.
chargement, retraite et tir : 3'30''.

Aucun incident; à deux ou trois fourneaux, on a dû faire usage du bourroir (1) pour faciliter le passage d'une cartouche; il n'a fallu aucun choc.

Les prescriptions sont d'abandonner un trou plutôt que d'essayer de forcer le passage de la charge si elle présentait une résistance.

Poids total de pierres abattues : 4.200 tonnes, soit environ 230 tonnes (densité 2,4) par coup.

Dans les têtes, terrains fissurés, gros morceaux rares. A la base, gros morceaux abondants, demandant le coup au pétard.

Depuis 1931, on a exploité environ 300.000 tonnes par le procédé décrit sans aucun accident. On n'a jamais essayé de descendre plusieurs cartouches à la fois.

Impression globale :

Organisation soignée, méthodique, laisse une bonne impression de sécurité.

(1) Bourroir en bois, de 4 pièces de 2m50, munies aux raccords d'un emmanchement à vis en laiton.

Expériences en carrière.

A la suite de l'examen du mode opératoire utilisé, il nous a paru possible d'organiser des expériences sur place pour achever de se rendre compte du degré de sécurité de la méthode employée.

Dans la paroi Sud-Ouest de la carrière à l'étage A, se trouve un endroit à paroi à peu près verticale sur la hauteur totale d'environ 20 mètres; on pensa d'abord établir à la crête une potence pour atteindre l'aplomb du fond de la carrière; on mettrait au point de chute, une couche de sable de dix centimètres — comme cela se fait au fond de chaque trou de mine — et on laisserait tomber de la potence des cartouches en coupant, par exemple par un détonateur électrique, la corde supportant la charge.

A la réflexion, il apparut que cette façon d'opérer en chute libre s'écartait trop de la chute dans le coup de mine et on adopta le système suivant : un tube d'acier de 70 mm. de diamètre intérieur serait disposé verticalement à l'endroit désigné plus haut.

L'acier était de rigueur de façon à éviter toute projection en cas d'explosion au cours de la chute.

Les essais eurent lieu le 7 septembre 1936, après évacuation du personnel.

Un tube vertical de 21 mètres, diamètre intérieur 70 mm., diamètre extérieur 78 mm., en acier sans soudeure, avait été dressé verticalement (avec les appuis voulus à la paroi rocheuse); il aboutissait en tête à une passerelle de 3 m. 750 de longueur dressée horizontalement à la crête de la carrière.

Le tube présentait, à quelque distance du sommet, un tiroir horizontal coulissant dans une rainure trans-

versale de la tuyauterie. Ce dispositif permettait de placer l'explosif verticalement sur ce tiroir, que l'on manœuvrait à distance à l'aide d'un petit câble, pour provoquer la chute.

La base du tube était faite par un manchon renforcé. Elle débouchait dans une excavation de 0,40 à 0,50 m. de profondeur et d'un diamètre à peu près égal, pratiquée dans le rocher, pour recevoir la quantité de sable formant matelas.

On lança d'abord une cartouche non imprégnée pour constater que le dispositif fonctionnait normalement. Puis le trou étant fermé à la base, de manière que la chute se fit sur dix centimètres de sable, on opéra successivement avec un quart de cartouche, une demi-cartouche, une cartouche entière, ce dernier essai étant exécuté deux fois.

Après chaque chute, on allait enlever le sable et examiner l'explosif : la charge était déformée et avait pénétré de quelques centimètres dans le sable, mais l'enveloppe était à peu près intacte.

Pour accélérer la vitesse de chute, on dégarnit alors le pied du tube, de façon à laisser une ouverture à l'air libre : ceci supprimait ou réduisait le freinage par l'air.

On laissa tomber une cartouche entière. Cette fois, la cartouche s'est partiellement vidée sous le choc et est restée dans les quelques centimètres de sable existant sur le roc.

L'essai est recommencé : même résultat.

On laisse cette fois la cartouche en place et on laisse tomber sur elle une seconde cartouche. Successivement, on laisse encore tomber trois cartouches sur les deux précédentes. Aucun incident.

On lance encore une cartouche dans le tube. Il y a à ce moment 6 cartouches dans le tube et on mesure aisément par la partie givrée la longueur qu'elles occupent, en tout 2 m. 200 au lieu de 2 m. 400 qui est leur longueur initiale.

On procède ensuite à l'enlèvement des cartouches, assez difficile à cause de la gelée sur les parois du tube. On y réussit cependant.

La cartouche inférieure est plissée en accordéon. Les cartouches successives sont de moins en moins raccourcies et la sixième a pratiquement conservé sa longueur initiale de 0 m. 400.

Pour terminer, on lance du sommet de la passerelle, sur le sol même de la carrière, sans prendre même la précaution de garnir celui-ci de sable, deux cartouches imprégnées sans incident.

On examine immédiatement les cartouches sur le sol ; elles sont brisées, écrasées, dégageant leur oxygène en fumée blanche ; la matière n'est pas altérée et reste plus ou moins plastique. La plasticité relative que gardent ces cartouches imprégnées est, à mon avis, une cause de leur bonne résistance au choc.

Nous n'avons pas fait d'essai avec la cartouche-amorce puisque celle-ci est descendue suspendue par le câble de tir.

* * *

Nouveaux essais de choc à l'Institut National des Mines.

Ces essais eurent lieu exclusivement avec des cartouches de 50 millimètres de diamètre et le mouton de 9,250 Kgs. la cartouche étant placée verticalement.

Hauteur de chute en cms.	Nombre d'essais	Nombre d'explosions
A) Cartouches de 20 grs pesant après imprégnation environ 85 grs.		
a) une seule cartouche.		
50	5	0
60	4	0
70	6	0
100	4	3
90	1	1
80	4	1
b) deux cartouches superposées.		
120	1	1
110	2	0

B) Cartouches de 50 gr. pesant après imprégnation 217 grs.

110	2	1 explosion détruisant le mouton et sa suspension.
-----	---	--

La destruction de notre installation a mis fin à ces essais, non sans avoir permis de constater que la sensibilité au choc est moins grande lorsque la matière explosive est en masse plus importante et que le poids du mouton offre par rapport à celui de l'explosif, un rapport moindre que celui de nos premiers essais.

Dans nos nouveaux essais, l'énergie minimum ayant provoqué l'explosion est de 7,4 kilogrammètres (9,25 × 0 m. 80).

Nos essais n'ont pas été assez nombreux pour en tirer une valeur absolue, mais ils suffisent pour donner une **indication**.

Nouveaux essais en carrière.

Les essais de septembre 1936 avaient été effectués avec une certaine prudence et n'avaient pu envisager diverses hypothèses, telles qu'un frottement sur les parois ou la présence d'un morceau d'outil dans le trou de mines ou la chute simultanée de deux ou trois cartouches.

Ils n'étaient pas non plus en nombre suffisant pour en tirer des conclusions bien étayées.

Il fut donc décidé de les reprendre à plus grande échelle. Nous en rendons compte ci-dessous.

Expériences du 13 novembre 1936.

Le programme des essais est prévu de manière à ce qu'ils aient lieu sur des cartouches ayant subi des durées croissantes de trempage, même au delà des limites qui peuvent raisonnablement se produire dans la pratique du tir.

Le but est de vérifier si une prolongation du temps de trempage n'a pas d'action sur la sensibilité des cartouches.

Aussi, les 56 cartouches préparées pour les essais sont-elles toutes immergées entre 10 h. 50' et 11 heures.

Les cartouches sont restées identiques à celles utilisées en septembre :

longueur 400 mm.

poids du combustible : 325 grammes.

poids de la cartouche imprégnée : 1.320 grammes.

Le tube vertical (21 mètres) dans lequel se fait la chute des cartouches est resté le même. Seulement, on a dégagé le pied, il reste 0 m. 40 de libre entre la partie inférieure du tube et le rocher; de cette manière,

les cartouches tombent sans freinage appréciable par l'air emprisonné dans le tube.

Pour aggraver les conditions de l'expérience, nous supprimons d'abord toute matière capable d'amortir le choc : une pierre plate est disposée sous le tube, de manière que les cartouches tombent directement sur ce matériau dur.

On peut compter que toutes les cartouches sont en trempage, toutes uniformément, depuis onze heures, négligeant les dix minutes qu'a duré l'opération.

Nous donnons pour chaque essai le temps de la chute, il est facile de déduire la durée correspondante du trempage.

Notons qu'il n'y a eu aucune explosion dans tous ces essais; ceci nous dispense de le répéter chaque fois.

No de l'essai	Heure	Spécification de l'essai	Constatations
1	11.30	Une cartouche tombant dans le tube sur la dalle nue.	La partie inférieure de la cartouche est pulvérisée et projetée en menus morceaux, 15 cm.
2	11.35	Idem.	12 cm.
3	11.40	Idem.	11 cm.
4	11.43	Idem.	la partie restée 14 cm.
5	11.47	Idem.	intacte mesure 16 cm. respectivement :
6	11.50	Même essai avec 2 cartouches liées.	La cartouche inférieure est totalement détruite; il reste 25 cm. intact de la supérieure.
7	11.58	Même essai avec 3 cartouches liées.	La cartouche inférieure est totalement déchiquetée; il reste 10 cm. de la moyenne et 35 cm. de la supérieure.
8	12.3	Même essai avec 4 cartouches liées.	Les deux inférieures sont détruites; il reste 18 cm. de la 3 ^e et 28 de la 4 ^e .

No de l'essai	Heure	Spécification de l'essai	Constatations
9	12.7	Cartouche jetée du haut de la falaise sur le sol de la carrière (21 m. en verticale). On lance la cartouche vers le haut, on peut estimer à 25 m. la hauteur d'où se fait la chute libre.	La cartouche tombe en flèche sur un rail. Il reste un morceau de 6 cm. intact.
10	12.10	Même essai que le précédent.	La cartouche tombe en tournoyant sur des pierres. Il reste un bout de 31 cm.
11	12.15	Même essai avec 2 cartouches liées ensemble.	Les cartouches tombent en tournoyant sur des cailloux. Restent 19 et 6 cm.
12	12.15	Même essai que 11.	Les cartouches tombent à peu près dans la position horizontale sur un gros bloc de roche; une est détruite, il reste 9 cm. de l'autre.
13	12.18	Une cartouche tombant dans le tube sur la dalle nue; les longueurs restantes sont indiquées chaque fois ci-contre.	15 centimètres.
14	12.21		19 centimètres.
15	12.24		18 centimètres.
16	12.26		12 centimètres.
17	12.29		13 centimètres.
18	12.36	Même essai, mais on dispose du sable sur la dalle en épaisseur moyenne de 15 cm., en laissant un vide de 26 cm. entre le tube et le niveau du sable.	Longueur restante : 24 cm.; la cartouche s'est enfoncée de 15 cm. dans le sable.
19	12.40	Idem.	Longueur restante : 20 cm., dont 14 dans le sable.
20	12.45	Idem.	Longueur restante : 17 cm., dont 12 dans le sable.

Remarque. — Des culots de cartouche des essais 18 et 19 sont restés dans le sable qu'ils congèlent, d'où diminution de la pénétration dans le sable.

N ^o de l'essai	Heure	Spécification de l'essai	Constatations
21	12.56	On dispose le sable de façon qu'il ferme l'orifice inférieur du tuyau. On laisse tomber une cartouche.	La cartouche est restée pratiquement intacte. Elle congèle l'humidité de l'air, celle du tuyau et est difficile à reprendre.
Cet essai montre l'efficacité du bouchon de sable laissé dans les foureaux au point de vue de l'amortissement du choc. Il n'est plus renouvelé, vu les difficultés; on enlève donc tout le sable et l'on remet à nu la dalle de pierre.			
22	15.15	Une cartouche lancée en chute libre du haut de la carrière.	Entièrement déchiquetée.
23	15.15	Une cartouche lancée en chute libre du haut de la carrière.	Elle se divise en tombant; reste 6 cm.
24	15.17	Deux cartouches liées et lancées du haut de la carrière.	Elles tombent sur un rail; une est déchiquetée, l'autre est intacte, mais déchirée longitudinalement.
25	15.25	Essai identique aux essais 15-17.	Reste 12 cm.
26	15.26	Idem.	Reste 11 cm.
27	15.28	Idem.	Reste 13 cm.
28	15.31	Idem.	Reste 12 cm.
29	15.34	Idem.	Reste 12 cm.
30	15.37	Deux cartouches liées ensemble tombant sur la dalle nue.	Une cartouche détruite, l'autre presque intacte (reste 34 cm.).
31	15.40	Deux cartouches tombant sur la dalle nue.	Une détruite, il reste 25 cm. de l'autre.
32	15.48	Une cartouche portant extérieurement 5 pierres pointues enfoncées dans la paroi et disposées en hélice en faisant saillie de 5 à 10 mm.	On entend le crissement des cailloux sur la paroi interne du tube. Reste 10 cm. de la cartouche.
33	15.51	Même essai que 32, avec 6 cailloux faisant saillie.	Idem, reste 15 cm.
34	15.54	Idem.	Idem, reste 14 cm.
35	15.58	Idem.	Idem, reste 14 cm.
36	14.2	Idem.	Idem, reste 15 cm.

N ^o de l'essai	Heure	Spécification de l'essai	Constatations
On recouvre la dalle nue d'une planche d'où émergent, de 10 cm., trois grandes pointes de Paris de 6 mm. de diamètre.			
37	14.6	Une cartouche tombant dans le tube.	Cartouche embrochée sur 2 clous; reste 15 cm. intact.
38	14.11	Une cartouche tombant dans le tube.	Cartouche embrochée sur un clou; reste 16 cm.
On rectifie l'emplacement de la planchette munie des clous.			
39	14.14	Une cartouche tombant dans le tube.	La cartouche est enfoncée dans les 5 clous; reste 13 cm.
40	14.16	Idem.	Idem.
41	14.19	Idem.	La cartouche est enfilée sur deux clous; reste 17 cm.
42	entre	Une cartouche jetée du haut de la carrière.	Reste un bout de 10 cm. intact.
43	14.19	Idem.	Idem.
44	et	Idem.	Idem.
45	14.21	Idem.	Idem.

Pour certains essais, des contrôles du temps de chute ont été effectués, avec un chronomètre ne donnant malheureusement que le centième de minute, permettant cependant d'apprécier le tiers de graduation soit donc environ le cinquième de seconde.

Il ne faut pas attribuer grande valeur à ces essais trop peu précis. Notons cependant que dans les essais 25 à 27, on trouve deux secondes environ, très approximativement le chiffre de la chute libre.

Pour les essais 31 à 36, on a trouvé $2 \frac{2}{5}$ de seconde (exactement 4 centièmes de seconde). L'effet de retardement des cailloux frottant sur le tube est donc sensible.

Les essais rapportés ci-dessus ont montré que la prolongation du temps de trempage n'exerce aucune influence sur la sensibilité des cartouches, contrairement à ce que nous avons obtenu dans nos essais de laboratoire.

D'autre part, nous nous sommes efforcés de réaliser les phénomènes qui pourraient se produire dans l'emploi des cartouches : choc par suite de chute, frottement, friction sur des aspérités du rocher dans le fourneau de mine, choc sur un fragment d'outil resté dans un trou.

Les expériences de chute à l'air libre ou dans notre tube d'essai mettent en cause des vitesses plus grandes que celles qui existent réellement dans le fourneau de mine, vu les effets retardateurs qui existent dans ce dernier et que nous avons énumérés.

Nous avons de plus opéré la chute simultanée de plusieurs cartouches, hypothèse qui est proscrite par les conditions d'emploi en vigueur dans la carrière.

Nous avons reproduit le frottement sur les parois par la chute de cartouches portant en saillie des cailloux pointus dont on distinguait nettement le crissement sur la paroi intérieure d'acier du tube.

On peut raisonnablement admettre que ce sont là des conditions plus dangereuses que le frottement normal qui peut se produire lors de la chute d'une cartouche.

Nous excluons l'hypothèse d'une forte friction parce que les règles détaillées de l'usage en carrière (abandon d'un trou si une résistance se rencontre dans le chargement) permettent de ne pas l'envisager.

La possibilité d'un choc sur un outil resté dans le trou est rencontrée dans les essais de chute sur gros clous en fer.

Enfin, tous nos essais ont eu lieu sur une hauteur de plus de 20 mètres, alors que la hauteur maximum des trous de mine dans la carrière est de 10 mètres dans l'exploitation actuelle, la seule que nous envisagions.

Nos expériences se sont faites, de ce chef, avec un coefficient de sécurité qui mérite d'être souligné.

Conclusions.

De l'ensemble de nos recherches et expériences et spécialement des essais en carrières, il résulte que le mode opératoire utilisé dans les carrières en cause avec le type de cartouches employées, semble bien présenter la sécurité voulue dans les limites qu'il est possible de prévoir.

Il me paraît aussi résulter de ces essais en carrières que les explosions survenues dans l'usage d'explosifs à l'oxygène liquide ne semblent pas attribuables à des chocs ou chutes de cartouches et que d'autres facteurs interviennent.

Cependant, il faut se garder de vouloir tirer des conclusions valables pour un autre mode d'utilisation que le cas concret que nous avons étudié.

Pâturages, mai 1937.

INSTITUT NATIONAL DES MINES
A FRAMERIES-PATURAGES

RAPPORT SUR LES TRAVAUX DE 1936

ANNEXE

Etudes sur la nature du gisement des grisous

PAR

L. COPPENS,

Docteur en Sciences,
Attaché à l'Institut.

INTRODUCTION

La nature du gisement des grisous dans les couches de houille a fait l'objet de théories les plus diverses.

L'hypothèse suivant laquelle le gaz serait contenu simplement sous pression dans les pores et vides de la houille n'est actuellement plus retenue. On a été amené à concevoir qu'une partie au moins des grisous existe dans la houille sous un état dans lequel il n'exerce pas de tension. Cette proposition a été admise d'autant plus facilement que l'on a pu constater que *les houilles, à quelque stade de l'évolution qu'on les prenne, fixent une partie importante de l'atmosphère gazeuse qui les entoure.* En ce qui concerne le méthane plus particulièrement, nous montrerons, au cours de ce mémoire, que certaines houilles peuvent en fixer jusque 30 m³ à la tonne. A n'en pas douter, c'est à cette propriété que le grisou doit son mode de gisement spécial.

Quant à la nature même de cette fixation, de nombreuses théories ont été proposées :

Devant la soudaineté de certains dégagements grisouteux, on a envisagé la possibilité de combinaisons fragiles du méthane

et de « certains constituants » de la houille. D'autres ont fait appel à des polymères hypothétiques du méthane (1).

Plus récemment, M. Et. Audibert, Directeur de la Station de Montluçon, a repris l'idée de Grand'Eury suivant laquelle les houilles retiendraient les gaz par une véritable dissolution dans la masse même du solide (2).

Nous-même, au cours de nombreux travaux, nous avons adopté l'hypothèse, plus générale, de l'adsorption. Nous avons admis que la structure submicroscopiquement lacunaire des houilles leur confère une grande surface spécifique. L'aire ainsi développée crée des champs d'attraction et entraîne l'adsorption d'une partie plus ou moins importante des gaz qui imprègnent le solide.

Nous nous proposons de commenter à la lumière de cette dernière théorie l'ensemble des travaux que nous avons effectués dans ce domaine.

Faisons toutefois remarquer dès maintenant que toutes les théories précitées (combinaisons fragiles, polymères du méthane, dissolution et adsorption) font appel à des forces de même nature, les forces de cohésion, qui s'exercent entre molécules soit de même espèce soit d'espèces différentes. Il faut donc se garder de toute confusion dans les termes. Il conviendra de même de ne pas opposer irréductiblement des appellations différentes d'un même phénomène : c'est ainsi qu'à partir de certaines dimensions l'adsorption ne se distingue en rien de la dissolution véritable, cette dernière n'étant qu'un cas limite de la première.

Ce qui importe, croyons-nous, est de procurer des données expérimentales exactes; quant à la théorie, elle n'a d'autre but que de fournir une image concrète et probable des phénomènes, image qui permette d'interpréter, de grouper et de prévoir les faits expérimentaux.

(1) « L'éclatement par suite de la dissociation brusque, soit des cristaux, soit des vésicules de polyméthane, le long d'une surface fraîchement mise à nu, produirait le crépitement ou bruissement bien connus. » (H. Ruelle, « Gisement et dégagement du Grison ». — Mémoire présenté au Congrès Scientifique International organisé par l'Association des Ingénieurs sortis de l'École de Liège, 1922.)

(2) *Annales des Mines*, t. VIII, II^e livr. de 1935.

Ces réserves étant faites, voici le plan que nous adopterons.

Dans un premier chapitre, nous donnerons quelques notions générales sur les phénomènes d'adsorption.

Au second chapitre, nous montrerons d'abord comment on peut, dans le domaine inaccessible au microscope, se représenter la structure des houilles. On exposera ensuite comment la théorie de l'adsorption envisage le gisement du grisou.

Le troisième chapitre sera consacré à l'ensemble de nos travaux expérimentaux. Dans une première partie, nous en donnerons un compte rendu très objectif de façon à laisser la voie libre à toute interprétation autre que la nôtre. Dans la seconde partie de ce chapitre, nous commenterons ces travaux d'après la théorie de l'adsorption.

CHAPITRE I

LES PHENOMENES D'ADSORPTION EN GENERAL

Les phénomènes d'adsorption nous sont manifestés d'une façon appréciable par les corps présentant une grande surface spécifique : ce sont les poudres très fines, les corps poreux et les matières colloïdales. Ces corps mis en présence d'une atmosphère gazeuse absorbent une partie plus ou moins importante de celle-ci.

Le phénomène a été désigné par le vocable *adsorption* pour signifier que la fixation n'est que superficielle : On admet que la surface des grains, la surface des pores ou celle des particules colloïdales se recouvre d'une couche très dense de molécules du gaz.

* * *

L'interprétation des phénomènes d'adsorption s'inspire des considérations suivantes :

La théorie cinétique élémentaire assimile les molécules d'un gaz à des billes punctiformes (c'est-à-dire de volume nul), parfaitement élastiques et animées du seul mouvement de translation. Elles ont toutes la même vitesse et, par suite de leur grand nombre, aucune direction n'est privilégiée. De plus, ces molécules n'exercent aucune attraction mutuelle de telle sorte

que les changements de direction résultent uniquement des chocs des molécules entre elles.

Un calcul très simple, basé sur ces hypothèses simplificatrices, permet de retrouver l'équation d'état des gaz parfaits :

$$PV = RT$$

Dans le cas des gaz réels aucune des hypothèses précédentes n'est cependant rigoureusement vérifiée.

C'est ainsi que le volume propre des molécules diminue le volume réel dans lequel elles se meuvent. Le gaz, surtout aux fortes concentrations, se comprimera donc moins que ne l'indique l'équation d'état élémentaire. La formule ci-dessous, dans laquelle le terme b désigne le covolume, est déjà en meilleur accord avec l'expérience (1)

$$P(V - b) = RT$$

D'autre part, par suite des forces de cohésion, les molécules d'un gaz exercent entre elles des attractions dont l'effet s'ajoute à celui de la pression externe. Ces attractions agissent à la façon d'une *pression interne* et compriment le gaz plus que ne l'indique la loi de Boyle-Mariotte. Si l'on désigne par A cette pression interne, on aboutit finalement à l'équation d'état de Van der Waals (2).

$$(P + A)(V - b) = RT \quad (3)$$

L'interprétation des phénomènes d'adsorption fait appel aux mêmes forces de cohésion :

Au voisinage immédiat d'une paroi solide, les molécules d'un gaz subissent une attraction de la part des molécules de la couche superficielle de la paroi. La partie de la masse gazeuse qui se trouve au voisinage immédiat d'une surface solide subit ainsi une troisième pression que l'on pourrait appeler *pression interne solide-gaz* ou *pression d'adsorption*. Celle-

(1) D'après Van der Waals, le covolume est égal à quatre fois le volume propre des molécules.

(2) Le terme A est le quotient d'une constante, caractéristique de chaque gaz, par le carré du volume.

(3) Aux pressions moyennes, sauf dans le cas de l'hydrogène, l'influence du terme b est moindre que celle de la pression interne : les gaz se compriment alors plus que ne l'indique l'équation d'état élémentaire. Par contre, aux fortes pressions, l'influence du terme b devient prépondérante et la compressibilité des gaz y diminue conformément aux déterminations expérimentales.

ci a pour effet de recouvrir la paroi solide d'une couche gazeuse de très grande densité.

Il en résulte qu'en présence d'un solide de grande surface spécifique, l'homogénéité d'une masse gazeuse n'est qu'apparente et il y a lieu de distinguer entre la phase gazeuse proprement dite et la phase adsorbée.

La phase gazeuse proprement dite suit l'équation de Van der Waals. Elle est homogène et subit la pression externe et la pression interne du gaz.

$$(P + A)(V - b) = RT$$

La phase adsorbée subit en outre la pression d'adsorption. Appelant B cette pression, l'état de la couche adsorbée pourrait être défini par une équation de la forme suivante :

$$(P + A + B)(V - b) = RT$$

Théoriquement la couche adsorbée elle-même n'est pas homogène. Au voisinage immédiat de la surface du solide, les forces d'attraction ont une valeur maximum ; elles décroissent ensuite rapidement au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la paroi. Le terme B de l'équation d'état de la couche adsorbée est donc une fonction rapidement décroissante avec la distance de la paroi solide.

Fig. 1. — Diagramme représentant les forces d'attraction dans le voisinage d'un solide. Au voisinage immédiat de la surface du solide, ces forces agissent avec leur valeur maximum : elles y entraînent la plus grande compression de la matière adsorbée. Elles décroissent ensuite et s'annulent finalement à une certaine distance de la surface ; l'espace ainsi délimité est appelé région d'adsorption (1).

(1) La figure 1 est empruntée au livre de Mc. Bain : « The Sorption of Gases by Solids » (Routledge, Londres).

Pratiquement, les forces de cohésion s'annulent à une distance supérieure de quelques unités Angström : la couche adsorbée n'aura donc que l'épaisseur d'une seule molécule. En première approximation, la grandeur maximum de l'adsorption sera donc atteinte quand toute la surface active a été recouverte d'une couche monomoléculaire (1).

* * *

Ces notions étant acquises, voyons quelles sont les différences entre la dissolution et l'adsorption.

Si l'on se place à l'échelle des dimensions moléculaires, il n'y a pas de différence qualitative : Les deux phénomènes résultent de la mise en œuvre des mêmes forces de cohésion et la dissolution n'est qu'un cas limite de l'adsorption.

Dans l'adsorption, les forces de cohésion s'exercent entre les molécules du gaz et celles du corps agrégé qui sont à la surface immédiate de contact avec le gaz.

Dans la dissolution les mêmes forces de cohésion entre les molécules du gaz et celles du corps agrégé doivent être assez grandes pour faire échec aux cohésions des molécules du corps

(1) Langmuir se représente comme suit les phénomènes qui se passent dans la région d'adsorption.

Par suite de la nature inélastique des chocs moléculaires, une molécule bondissant sur la surface d'un solide y adhère pendant un temps plus ou moins long; elle est condensée. Après quelque temps, la molécule peut quitter la surface du solide, en d'autres termes, s'évaporer.

« Le temps qui s'écoule entre la condensation d'une molécule et son évaporation ultérieure dépend de l'intensité des forces de la surface. L'adsorption est le résultat immédiat de ce retard. Si les forces de la surface sont relativement intenses, l'évaporation ne se fera que dans une mesure négligeable, de sorte que la surface du solide se trouve complètement couverte d'une couche de molécules. Dans le cas d'une véritable adsorption, l'épaisseur de cette couche ne sera que d'une molécule, car, dès que la surface se trouve couverte d'une seule couche, les forces de surface sont saturées chimiquement. Au contraire, si les forces de la surface sont faibles, l'évaporation suit rapidement la condensation, de sorte qu'une faible partie seulement de la surface se couvre d'une couche unique de molécules. » (Langmuir, J. Am. Chem. Soc., 1918, 40, 1362. Cité d'après le livre de Mc. Bain.)

Les molécules qui frappent une surface déjà couverte d'une première couche de molécules peuvent également se condenser : de nouvelles couches adsorbées peuvent donc se former. Toutefois, les molécules y sont retenues par des forces de plus en plus faibles et elles s'y évaporent plus rapidement que dans la première couche. En règle générale, ce sera donc la première couche qui pratiquement dictera l'ordre de grandeur maximum de l'adsorption.

agrégé pour leurs semblables, ce qui permet aux molécules du gaz de s'insérer entre les molécules du corps agrégé, et de se répandre parmi elles à la faveur de la diffusion.

Dans la dissolution, la surface virtuelle de contact est la surface totale de toutes les molécules du corps agrégé. D'autre part, il y a nécessairement un travail d'écartement des molécules du corps agrégé.

Dans l'adsorption, il n'y a pas de travail d'écartement des molécules du corps agrégé et la surface virtuelle de contact est beaucoup plus petite. Pour rendre compte d'une fixation importante de gaz, il faut donc admettre l'existence d'une surface interne énorme de pores, accessible par diffusion gazeuse à travers ces pores.

* * *

Pratiquement, les manifestations mesurables de l'adsorption sont donc limitées aux corps présentant une grande surface spécifique.

Telles sont les gélées colloïdales plus ou moins déshydratées, et les résidus de la carbonisation en vase clos de la plupart des matières organiques complexes.

En ce qui concerne les gélées, l'empilement des particules colloïdales leur confère une structure finement lacunaire. La figure 2 représente, d'après Zsigmondy (1), la structure d'une gelée laiteuse de silice : Les particules colloïdales, submicroscopiques, dont les formes et dimensions sont en réalité inconnues, y sont représentées en noir. Les espaces intermicellaires remplis d'air sont laissés en blanc tandis que les régions chargées d'eau ou de liquides organiques sont figurées en teinte grise. L'évacuation dans le vide de l'air et des produits liquides laisse en lieu et place de cette gelée le substratum micellaire. On conçoit que la grande surface de ce squelette résiduel puisse donner lieu à des phénomènes d'adsorption particulièrement intenses, d'autant plus qu'une déshydratation plus ou moins énergique pourra encore, par le départ d'eau de constitution, creuser chaque micelle de pores dont la surface s'ajoutera à la surface externe des micelles. C'est ainsi que des gélées de silice,

(1) pp. 181-183 du livre déjà cité de Mc. Bain.

plus ou moins déshydratées, peuvent présenter des surfaces de l'ordre de 7.10^5 m² au Kg.

Il en est de même des produits de pyrolyse de matières organiques complexes. Suivant l'allure de la carbonisation, le

■ — particules colloïdales
 □ — espaces remplis d'air
 ☐ — eau ou liquides organiques

Fig. 2. — Structure d'une gelée laiteuse de silice.

squelette résiduel, formé de carbone plus ou moins pur, présente une structure finement poreuse et par suite une très grande surface.

* * *

Les phénomènes d'adsorption aboutissent instantanément à un état d'équilibre. Celui-ci ne consiste pas dans le recouvrement de la surface active par un film de molécules immobiles. Au contraire, la couche adsorbée s'évapore et se reforme continuellement et l'équilibre n'est caractérisé que par l'égalité entre les nombres de molécules qui par unité de temps fran-

chissent en sens inverse les limites de la région d'adsorption comme dans l'équilibre d'une vapeur avec son liquide.

A l'équilibre, le nombre moyen de molécules ou, ce qui revient au même, le volume de gaz enlevé par adsorption à la phase gazeuse est fonction de la grandeur de la surface active, de la température, de la pression et aussi de la nature du gaz.

a) Les volumes d'un gaz donné, adsorbés dans des conditions de température et de pression bien déterminées, sont directement proportionnels à la grandeur de la surface active.

b) Abstraction faite des autres facteurs d'équilibre, les volumes adsorbés décroissent rapidement quand la température s'élève.

Le tableau ci-dessous donne les volumes de divers gaz adsorbés par un gramme d'un charbon actif à diverses températures pour des pressions d'équilibre identiques (1).

Tableau 1.

Température	Volumes (en cm ³ à 0° et 760 mm) adsorbés sous une pression d'équilibre de 70,5 cm de Hg			
	H ₂	N ₂	CO ₂	NH ₃
-79° C	5,346	42,56	115,5	
-25,5				155,6
0	1,485	13,37	64,57	154,6
30		7,096	45,65	97,27
80	0,391	2,972	20,32	56,14
151,5		1,122	6,194	10,26

c) A température constante, la grandeur des volumes d'un gaz donné fixés par une surface active bien déterminée est une fonction croissante de la pression.

La figure 3 empruntée à un travail de Iv. Graham repré-

(1) A. Titoff, Z. physik. Chem., 1910, 74, 674. (Cité d'après Mc. Bain: « The Sorption of Gases by Solids. »)

sente une isotherme d'adsorption du méthane à 30° par un charbon actif (1).

Aux faibles pressions, l'adsorption est sensiblement proportionnelle à la pression, c'est-à-dire au nombre de molécules qui par unité de temps frappent la surface active. Mais au fur et à mesure que la pression s'élève, l'accroissement des volumes adsorbés, rapporté à l'unité de pression, diminue. Finalement le phénomène semble tendre vers un état de saturation.

La théorie laisse prévoir cet état de saturation.

Fig. 3. — Adsorption du méthane par un charbon actif.

Cependant la plupart des expérimentateurs ont limité leurs essais à des pressions pour lesquelles l'état de saturation semblait être atteint. Il y avait donc lieu de se demander si vraiment aux très hautes pressions l'isotherme reste une droite parallèle à l'axe des pressions.

Nous verrons plus loin, à la lumière d'expériences, poussées jusque 380 atmosphères, que les isothermes, expérimentales du moins, doivent décroître aux très fortes pressions. Nous montrons que cette décroissance n'est en réalité qu'apparente et

(1) The adsorption or solution of methane, and other gases in coal, charcoal, and other materials. (Transactions of the Institution of Mining Engineers, vol. LXII, Part. 4, pp. 298-322.)

résulte d'une interprétation insuffisante des données expérimentales (1).

d) A des températures et sous des pressions identiques, les volumes de divers gaz fixés par un adsorbant donné sont une fonction croissante de la température d'ébullition et plus spécialement de la température critique des gaz considérés. La grandeur de l'adsorption des gaz est donc une fonction décroissante de leur volatilité.

Cette loi, valable pour une surface active entièrement accessible aux gaz expérimentés peut apparemment souffrir des exceptions. C'est ainsi que l'on peut préparer des charbons actifs qui fixent plus d'hydrogène ($T_c = -240^\circ$) que d'azote ($T_c = -147^\circ$) (2).

En réalité, suivant le mode de préparation de l'adsorbant, une partie plus ou moins importante de la surface active peut délimiter des ultra-pores d'accès très facile à la petite molécule d'hydrogène, mais inaccessibles aux molécules déjà plus grosses de l'azote.

De même dans les adsorbants colloïdaux, une partie plus ou moins importante des espaces intermicellaires peut être inaccessible aux grosses molécules. D'autre part, si le colloïde devient le siège de réactions, s'accompagnant d'élimination d'eau ou d'autres produits, chaque micelle peut se creuser d'ultra-pores

(1) Plusieurs formules ont été proposées pour rendre compte de l'influence du facteur pression. Aucune ne suit rigoureusement le phénomène; elles peuvent cependant rendre des services pour l'interpolation entre deux points, pas trop distants, des isothermes.

Dans la formule de Freundlich

$$\frac{x}{m} = A P^{\frac{1}{n}}$$

$\frac{x}{m}$ est le volume de gaz fixé par gramme d'adsorbant, P est la pression d'équilibre, A est une constante caractéristique de l'adsorbant tandis que n dépend de la nature du gaz.

Dans la formule de Langmuir,

$$\frac{x}{m} = \frac{a \cdot b \cdot P}{1 + aP}$$

a et b sont également des constantes.

(2) H. H. Sheldon obtint un tel charbon actif par chauffage pendant 3 1/2 heures à 1000° (cité d'après Mc. Bain).

dont la surface active s'ajoute à la surface active primaire. Toutefois, cette surface secondaire pourra n'être entièrement accessible qu'aux petites molécules.

Tableau 2.

Diamètre de quelques molécules		
H ₂	2,47	10 ⁻⁸ cm.
N ₂	5,18	»
CO	5,2	»
CO ₂	5,5	»
CH ₄	2,6	»

On comprend dès lors qu'apparemment de nombreuses exceptions puissent se présenter. La surface d'adsorption effective peut donc n'être qu'une partie de la surface active virtuelle, la première étant une fonction décroissante du diamètre des molécules expérimentées. Nous aurons à revenir sur ce point important en étudiant la fixation de grosses molécules gazeuses par les houilles.

CHAPITRE II

LE GISEMENT DU GRISOU D'APRES LA THEORIE DE L'ADSORPTION

La structure colloïdale des houilles n'est actuellement plus mise en doute. L'on sait que la plupart des matières constitutives des plantes sont de nature colloïdale. D'autre part, l'étude microscopique des houilles montre que la pâte même de la roche possède la structure caractéristique des gelées : de multiples fissures de retrait indiquent en effet que la masse avait primitivement la consistance d'une gelée colloïdale. Cette structure a été maintenue à travers les modifications profondes de la fossilisation.

Comme l'écrit A. Gillet (1) « ... la houille se comporte comme un colloïde figé, dont certains constituants se liquéfient avant

(1) Revue Universelle des Mines, de la Métallurgie, des Travaux Publics, des Sciences et des Arts appliqués à l'Industrie. — 8^e série. — Tome II, n^o 5. — 1 septembre 1929.

d'autres : dès 200-250° c'est une gelée... » « Vers 300° et sans dissolvant extérieur elle peut atteindre une zone de plasticité, allant jusqu'à la fusion. »

Fig. 4. — Microphotographie montrant les fentes de retrait dans la pâte fondamentale de la houille. — (Photo aimablement communiquée par M. Legraye, professeur à l'Université de Liège.)

« A température ordinaire ou peu élevée, on observe le gonflement « caractéristique » par certains dissolvants : pyridine, phénol... » C'est ainsi qu'un charbon peut adsorber 50 p. c. de son poids de pyridine, mis en présence de vapeurs de ce corps à température ordinaire. »

« Enfin, si l'on utilise des fractions lourdes du goudron de cokerie, huile anthracénique (par exemple), on obtient une dispersion totale de la houille dès 300-350° au bout de 10 minutes (Skopnik). Dans cette dispersion, obtenue par exemple à partir de houille en grains de 2 mm., on n'observe plus au microscope, au grossissement 600, rien qu'une masse brune continue d'appa-

rence, où reste par-ci par-là une parcelle très fine qui semble appartenir à du fusain. »

La nature colloïdale de la houille étant admise, sa masse pourra, dans le domaine inaccessible au microscope être représentée par une image rappelant la structure des gels de silice. Le combustible peut être considéré comme formé d'un enchevêtrement d'innombrables micelles. En ce qui concerne la structure chimique, encore peu connue des micelles, il est probable qu'elles sont formées d'associations complexes de plusieurs grosses molécules de même espèce ou d'espèces différentes.

L'on pourrait concevoir pour cette masse deux états différents.

Dans un premier état, les particules seraient tassées au point que les distances qui les séparent ne sont en nul endroit supérieures aux distances moyennes entre petites molécules dans un solide homogène : ils formeraient ainsi un solide amorphe homogène. La pénétration éventuelle de molécules de méthane dans la masse devrait alors être interprétée comme une sorte de dissolution nécessitant un écartement des micelles. Cette dissolution, *colloïdale*, se trouverait nécessairement suivie du gonflement de la masse.

Cette première conception nous semble peu conforme à la réalité des faits. En effet, les nombreuses études microscopiques montrent dans la masse de la houille de multiples fissures de retrait. Ces fentes, résultats d'une dessiccation plus ou moins avancée de la gelée primitive, ne sont qu'une image agrandie des solutions de continuité qui doivent exister à l'échelle des micelles constitutives. On peut donc imaginer un second état dans lequel les particules en se rapprochant lors de la dessiccation partielle de la gelée primitive, ont néanmoins laissé subsister entre eux d'assez larges vides, constituant une infinité de pores submicroscopiques : c'est l'état de *xérogel*, tel qu'il est reconnu dans le gel de silice.

L'absorption des gaz par les houilles, *fait expérimental*, pourra alors être interprété comme une adsorption véritable sur la surface des micropores du xérogel.

A la forme près des micelles, une coupe de dimensions submicroscopiques à travers un morceau de houille pourra ainsi présenter l'aspect du schéma de la figure 5.

Fig. 5. — Coupe hypothétique de dimensions submicroscopiques à travers un morceau de houille. On y a représenté la masse du solide comme formée de l'enchevêtrement de particules submicroscopiques laissant entr'elles d'assez larges vides. Les molécules de méthane sont figurées par de petites sphères. Une partie de celles-ci recouvre par adsorption la surface des micelles, l'autre reste à l'état gazeux dans les espaces intermicellaires.

On y a représenté par de petites sphères identiques les molécules du méthane et des autres constituants des grisous. (1) Une première partie de ces molécules reste libre et remplit, sous pression plus ou moins élevée les vides intermicellaires de la houille; l'autre partie, plus importante, recouvre d'une gaine très dense la surface libre des micelles. Ces deux phases du grisou, phase adsorbée et phase gazeuse sont en équilibre et au gisement les rapports numériques entre les deux phases sont dictés par :

- 1° la grandeur de la surface active;
- 2° la température du gisement;

(1) De même que les molécules d'eau hygroscopique (: eau adsorbée).

- 3° la pression de la phase gazeuse (: c'est la pression du grisou libre telle qu'on la mesurerait dans un sondage idéal pratiqué en terrain vierge non dérangé);
- 4° la nature de la phase gazeuse (: CH_4 et les autres constituants des grisous, CO_2 dans les gaz du Gard).

* * *

Telle est la représentation schématique de la théorie de l'adsorption. Cet exposé doit encore être complété par quelques remarques importantes.

Les houilles, à quelque type qu'elles appartiennent, subissent une évolution chimique, lente mais continue; elles s'acheminent toutes vers un terme limite qui est le graphite.

Le diagramme de Ralston est particulièrement suggestif à cet égard. Ce diagramme, reproduit à la figure 6, a été obtenu en portant en coordonnées trilineaires, dans un triangle rectangle isocèle, les résultats de l'analyse élémentaire de plusieurs milliers de combustibles les plus divers (1). Tous tracent leur point figuratif dans une bande très étroite qui donne lieu à une courbe reliant chaque groupe de combustibles aux matériaux d'origine en passant progressivement par les groupes d'âges plus récents ou d'évolution moins marquée.

Quelles que soient les théories proposées pour expliquer cette courbe, une chose est certaine, c'est que la houille subit des réactions très complexes qui mutilent et découpent progressivement les complexes micellaires. Ce démembrement s'accompagne de l'élimination d'une foule de produits dont les termes gazeux iront former les grisous. Ce seront, durant la première période de l'évolution, principalement de l'anhydride carbonique et de l'eau dans la proportion approximative d'une molécule d'anhydride carbonique pour trois molécules d'eau de telle sorte que le rapport H/C varie très peu (tracé CB de la courbe de Ralston). Durant la seconde période (tronçon BA),

(1) Sur les côtés de l'angle droit on porte les teneurs en carbone et en hydrogène. Les teneurs en oxygène sont alors comptées normalement à l'hypothénuse en prenant comme échelle celle du carbone et de l'hydrogène divisée par $\sqrt{2}$.

Fig. 6. COURBE DE RALSTON REPRÉSENTANT LES COMBUSTIBLES EN FONCTION DE LEURS COMPOSITIONS ÉLÉMENTAIRES
COURBES REPRÉSENTATIVES DES MATIÈRES VOLATILES EN FONCTION DE L'ANALYSE ÉLÉMENTAIRE

l'évolution affectera principalement les teneurs en H_2 : c'est la période d'élimination, prépondérante, de méthane (1).

La conséquence inévitable de ces réactions d'évolution est l'apparition de *solutions de continuité dans la masse même des micelles*. Elles se creusent progressivement de pores. Il en résulte une augmentation continue de la surface active : à la surface d'adsorption primaire, surface extérieure des micelles, s'ajoute, au fur et à mesure que progresse l'évolution, une surface d'adsorption secondaire, délimitant les micropores intérieurs des micelles.

On peut donc s'attendre à ce que le pouvoir de fixation des houilles soit une fonction croissante de leur degré d'évolution.

Toutefois il convient de faire remarquer qu'une partie plus ou moins importante de la surface d'adsorption secondaire pourra n'être accessible qu'aux molécules de faible diamètre. La grandeur de la surface d'adsorption effective d'une houille donnée ne sera donc pas seulement fonction de son degré d'évolution mais également du diamètre des molécules adsorbées.

En résumé :

Les houilles peuvent être représentées comme formées d'un enchevêtrement de particules submicroscopiques. La surface libre de celles-ci est entourée d'un champ d'attraction; c'est ainsi que les gaz imprégnant les couches de houille sont partiellement condensés par adsorption. Ce grisou adsorbé est d'autre part en équilibre avec le gaz resté libre dans les micropores du solide. Quant aux rapports numériques entre les deux phases, ils sont régis par les lois élémentaires de l'adsorption.

(1) Ces produits, après diffusion hors des micelles, sont retenus dans les houilles sous les formes suivantes : les constituants, tels que le méthane, dont la température critique est inférieure à la température du gisement, partagent leurs molécules entre la phase gazeuse et la phase adsorbée. Il en est de même des constituants dont la température critique est supérieure à celle du gisement mais si, malgré l'adsorption, leur pression partielle dans la phase gazeuse dépasse la pression de condensation correspondant à la température du gisement, ces constituants se liquéfient dans les espaces intermicellaires.

De toute façon, tous les constituants volatils migreront partiellement hors des veines pendant les longues périodes de la fossilisation. La vitesse de cette diffusion, abstraction faite de tout accident tectonique, sera évidemment conditionnée par la perméabilité et l'épaisseur des terrains surplombant la couche. Toutes autres conditions étant égales, elle sera pour chaque constituant directement proportionnelle à sa pression partielle dans la phase gazeuse et inversement proportionnelle à la racine carrée de sa densité.

CHAPITRE III

ETUDE EXPERIMENTALE DU SYSTEME GAZ-HOUILLE

Dans ce chapitre nous passerons en revue l'ensemble de nos travaux expérimentaux. Nous les résumerons d'abord objectivement. Ensuite nous en commenterons les résultats d'après la théorie de l'adsorption.

Première partie : Résumé des travaux.

La fixation des gaz, telle qu'on l'observe au laboratoire, est un phénomène réversible. C'est ainsi que l'on peut, par extraction dans le vide, récupérer entièrement les volumes de gaz absorbés (1). Dans une de nos premières déterminations, un charbon, préalablement vidé de tout gaz, avait fixé, à 0° et sous une pression saturante de 760 mm. de mercure, 705,2 cm³ de méthane pur (2). Par extraction à la trompe à mercure, à la température ordinaire, nous avons retrouvé un volume gazeux égal à 707,5 cm³ et composé uniquement de méthane. Le faible écart est de l'ordre de grandeur des erreurs d'observation que pouvaient causer, dans ce travail préliminaire, les méthodes employées pour la mesure des volumes.

Ce point étant acquis nous nous sommes appliqué à l'étude minutieuse des facteurs d'équilibre ; ce sont la nature du charbon, la température, la composition et la pression de la phase gazeuse. Nous résumerons successivement les travaux se rapportant à chacun de ces points.

§ 1. Etude de l'influence de la nature de la houille.

Dans cette étude, nous avons comparé les volumes de méthane fixés, dans les mêmes conditions opératoires, par plus de 70 com-

(1) Exception faite, évidemment, des gaz qui, tel que l'oxygène, fournissent des combinaisons stables avec la houille.

(2) Sauf indications contraires, tous les volumes gazeux mentionnés au cours du mémoire sont ramenés à ce qu'ils seraient secs à 0° et sous 760 mm de mercure.

bustibles fossiles, choisis depuis les lignites jusqu'aux houilles anthraciteuses (1).

Ces déterminations étaient faites à 0° et sous une pression d'équilibre du méthane de 760 mm. de mercure (voir légende de la figure 7). Les échantillons, broyés jusque passage complet à travers le tamis 200 (2), étaient d'abord séchés pendant quatre jours dans le vide phosphorique de l'appareil d'adsorption.

Fig. 7. — Appareil pour l'étude de la fixation des gaz par les houilles.

La poudre de charbon dont on veut mesurer le pouvoir de fixation est enfermée dans l'ampoule A. Celle-ci peut être mise en communication avec un manomètre, avec un réservoir R, permettant l'introduction du méthane, et avec un appareillage d'extraction comprenant une ampoule à silice S et une pompe à mercure.

L'ampoule à silice, refroidie à l'air liquide, permet l'extraction intégrale des gaz retenus par le charbon; l'humidité est fixée par l'ampoule à P_2O_5 .

Après quatre jours d'extraction préliminaire, l'ampoule A est portée à 0° et on introduit le méthane par le réservoir R. Le méthane est laissé pendant 3 à 4 jours en contact avec la poudre sous la pression d'équilibre P (: 760 mm.).

(1) *Annales des Mines de Belgique*, 1934, t. XXXV, 1^{re} livraison, pp. 107 à 149.

Bulletin de la Société Chimique de Belgique, t. 44, 1935, pp. 215 à 248.

(2) Ce tamis porte 5184 mailles au cm^2 .

On isole ensuite l'ampoule A par la fermeture du robinet R_3 et, après avoir vidé les canalisations, on extrait le gaz contenu dans l'ampoule A.

Le volume de gaz ainsi extrait comprend et le méthane fixé par le charbon et celui qui remplissait à la température et sous la pression d'expérimentation le volume libre de l'ampoule et les micropores de la houille.

Désignons par V_A le volume total extrait de A et réduit à ce qu'il serait aux conditions normales. Soit E le volume de l'espace libre de l'ampoule et des pores du charbon. Ce volume E est la différence entre le volume de l'ampoule A, déterminé par pesées de mercure, et le volume réel de la poudre, calculé à partir de la masse spécifique vraie de cette dernière.

Le volume réduit du gaz contenu dans l'espace nuisible E aux conditions expérimentales sera :

$$V_E = \frac{E \times P}{760}$$

Le poids de poudre sèche mise en œuvre étant M, le volume réduit du gaz fixé par gramme sera :

$$\frac{V_A - V_E}{M} \quad \text{ou} \quad \frac{V_A - \frac{E \times P}{760}}{M}$$

Dans toutes ces déterminations, la pression d'expérimentation, P, s'écartait toujours quelque peu de 760 mm. On trouvera dans les publications renseignées à la note 1 de la page 156 les calculs permettant de ramener les résultats à ce qu'ils auraient été sous la pression normale. On y trouvera également le schéma plus complet de l'appareil; celui-ci nous permettait de conduire quatre opérations à la fois.

Les résultats de cette étude, rapportés au gramme de combustible vrai (c'est-à-dire cendres et eau déduites), sont représentés dans le diagramme de la figure 8.

On voit que les volumes de méthane, qui, dans les mêmes conditions opératoires, peuvent être fixés par une houille donnée, croissent avec le degré d'évolution. Depuis les lignites jusqu'aux houilles tenant environ 20 p. c. de matières volatiles, cet accroissement est peu marqué (1). C'est aux environs de

(1) Les déterminations des matières volatiles ont été faites par la méthode du double creuset.

Pouvoir absorbant des « Charbons vrais » (Nombre de cm³ de CH₄ absorbés par gramme à 0° et sous la pression de 760 mm de mercure..)

20 p. e. de matières volatiles que la pente de la courbe représentative s'accroît brusquement : la régression des matières volatiles provoque alors une nette augmentation des volumes de méthane fixés.

Abstraction faite de toute interprétation, nous ferons remarquer dès maintenant que la courbe représentative de cette loi présente la même allure générale que la courbe de Ralston (figure 6) ; en outre, le même point singulier se situe sur les deux diagrammes aux combustibles tenant environ 20 p. e. de matières volatiles. Il est donc exact de dire que le pouvoir de fixation des houilles pour le méthane suit de très près leur évolution chimique.

L'on pourrait toutefois objecter que dans nos déterminations, le broyage des échantillons à la finesse du tamis 200 doit donner lieu à une adsorption à la surface des grains. Cette adsorption, s'ajoutant à la fixation que l'on veut étudier, fausserait évidemment les résultats. Cependant, ainsi que le montre l'expérience suivante, cette adsorption est négligeable.

Nous avons déterminé les volumes de méthane, adsorbés, dans les conditions opératoires citées plus haut, par des poids donnés de verre, broyé à différents degrés de finesse. Le tableau ci-dessous donne les résultats de ces expériences :

Tableau 3.

N ^{os} des fractions	Fraction limitée par les tamis (mailles en cm ²)	Poids mis en œuvre	Pression d'équilibre du méthane	Méthane en cm ³ , adsorbé à 0°
1	900 et 1.600	50,947 grs	758,50 mm.	-0,09
2	1.600 et 2.500	56,577	»	+0,05
3	2.500 et 4.900	51,946	»	-0,09
4	4.900	47,481	»	+0,29

Pour les trois premières fractions, les chiffres trouvés, d'ailleurs négatifs pour les fractions 1 et 3, sont de l'ordre de grandeur des erreurs résultant inévitablement du nombre assez élevé de mesures faites au cours d'une détermination. Seule, la fraction 4 montre une légère adsorption (0,29 cm³ pour 47,5 grs), entièrement négligeable si l'on considère que les volumes fixés par une masse équivalente de charbon peuvent atteindre 400 à 500 cm³ de méthane. Donc, le

broyage, en tant que facteur augmentant la surface des échantillons examinés, ne peut modifier d'une façon sensible le pouvoir de fixation propre des charbons examinés.

Or, on a défendu maintes fois l'hypothèse suivant laquelle les parties de couches de houille, écrasées et pulvérisées par les mouvements orogéniques, auraient un pouvoir de fixation anormalement élevé et deviendraient ainsi des lieux de prédilection du grisou. Comme nous venons de le montrer, ces vues sont absolument erronées et l'évolution chimique seule peut exalter le pouvoir de fixation.

§ 2. Etude de l'influence de la température.

Ce travail a porté sur la plupart des gaz usuels. Nous avons comparé les volumes de chacun de ces gaz fixés, à 0° et 20°, d'une part par une houille anthraciteuse, d'autre part par un charbon actif, ce dernier pouvant être considéré comme adsorbant typé (1). Dans toutes ces expériences, faites également à l'aide de l'appareil de la figure 7, les pressions d'équilibre étaient sensiblement identiques et voisines de 760 mm.

Les résultats de cette étude, de même que les principales propriétés physiques des gaz expérimentés, sont rassemblés dans le tableau 4.

L'examen de ce tableau montre que pour l'anthracite comme

Tableau 4.

Nature du gaz	Nature et propriétés physiques des gaz mis en œuvre				Pression exacte d'équilibre mm	Volumés gazeux (en cm ³ réduits) absorbés sous la pression d'équilibre			
	T _{cr}	P _{cr} en atm.	D _{cr}	T _{éb.}		par gr. de charbon actif sec		par gr. d'anthracite sec	
					à 0°	à 20°	à 0°	à 20°	
H ₂	-239,9°	12,8	0,051	-252,7°	759,85	1,15	0,91	0,20	0,15
N ₂	-147,15°	33,5	0,511	-195,8°	760,42	12,46	8,49	2,13	1,35
CO	-158,7°	34,6	0,511	-190,1°	758,55	17,13	11,77	5,40	2,11
CH ₄	-82,8°	45,6	0,162	-164,8°	757,65	35,61	25,29	8,44	5,86
CO ₂	+ 31,0°	72,9	0,460	- 78,4°	760,05	81,45	56,07	21,38	15,39
C ₂ H ₆	+ 32,1°	48,8	0,21	- 84,2°	760,26	102,06	84,82	17,39	15,13
C ₃ H ₈	+ 95,6°	45			760,10	107,74	96,84	10,64	9,68

(1) Le charbon actif que nous avons utilisé provenait de la Société Norit (Amsterdam).

pour le charbon actif, les volumes des divers gaz fixés sont une fonction rapidement décroissante de la température.

Si l'on convient d'appeler coefficient de température d'un gaz donné le rapport des volumes de gaz fixés à 0° et 20°, l'on aura par exemple pour le méthane :

$$K_{\text{houille}}^{\text{CH}_4} = \frac{\text{Vol. CH}_4 \text{ fixé à } 0^\circ}{\text{Vol. CH}_4 \text{ fixé à } 20^\circ}$$

$$K_{\text{charb. act.}}^{\text{CH}_4} = \frac{\text{Vol. CH}_4 \text{ fixé à } 0^\circ}{\text{Vol. CH}_4 \text{ fixé à } 20^\circ}$$

Nous avons rassemblé dans le tableau 5 les valeurs des divers coefficients de température calculées d'après les données du

Tableau 5.

Nature du gaz	K _{charbon actif}	K _{houille}	Δ : (K _{ch. act.} - K _{houille})
Hydrogène	$\frac{1,15}{0,91} = 1,26$	$\frac{0,20}{0,15} = 1,35$	-0,07
Azote	$\frac{12,46}{8,49} = 1,47$	$\frac{2,13}{1,35} = 1,60$	-0,13
Oxyde de carbone	$\frac{17,13}{11,77} = 1,46$	$\frac{5,40}{2,11} = 1,61$	-0,15
Méthane	$\frac{35,61}{25,29} = 1,41$	$\frac{8,44}{5,86} = 1,44$	-0,03
Anhydride carbonique	$\frac{81,45}{56,07} = 1,45$	$\frac{21,38}{15,39} = 1,39$	+0,06
Ethane	$\frac{102,06}{84,82} = 1,20$	$\frac{17,39}{15,13} = 1,15$	+0,05
Propane	$\frac{107,74}{96,84} = 1,11$	$\frac{10,64}{9,68} = 1,10$	+0,01

tableau 4. Leur comparaison est des plus intéressantes : Pour chacun des gaz, pris séparément, les coefficients de température de la houille et du charbon actif sont pratiquement identiques. D'autre part les coefficients varient dans de larges mesures d'un gaz à l'autre. En d'autres termes, *les coefficients de température sont fonction uniquement de la nature des gaz et non de la nature des deux absorbants expérimentés.*

§ 3. Etude de l'influence de la nature de la phase gazeuse.

Les éléments du tableau 4 permettent également de se rendre compte de l'influence de la nature de la phase gazeuse : Tant pour la houille que pour le charbon actif les volumes gazeux fixés dans des conditions identiques de température et de pression sont une fonction croissante de la température critique des gaz expérimentés.

Nous avons représenté dans le diagramme de la figure 9 les résultats du tableau 4. Les logarithmes décimaux des températures critiques absolues des divers gaz expérimentés ont été portés en abscisses, les ordonnées indiquent les logarithmes des volumes fixés sous 760 mm. de pression.

La houille et le charbon actif donnent ainsi lieu, pour chacun des gaz, à deux points situant dans le plan du diagramme l'importance de la fixation respectivement à 0° et 20° sous la pression constante d'équilibre.

Si l'on relie pour chacun des deux solides les points qui se rapportent à une même température, on obtient des isobares-isothermiques qui représentent la fonction température critique-volume fixé.

Abstraction faite de l'éthane et du propane, gaz à très gros diamètre moléculaire, on constate que l'interdépendance de la température critique et des volumes fixés se traduit par des courbes fort semblables pour la houille et le charbon actif.

Quant à la divergence des parties terminales des courbes, à l'endroit des grosses molécules de l'éthane et du propane, elle nous a amené à refaire des essais avec un adsorbant type dont la surface active totale était entièrement accessible. Nous avons ainsi étudié l'adsorption des trois premiers hydrocarbures saturés par du verre broyé de façon à passer entière-

Fig. 9.

ment le tamis 200 (1). Les résultats de ce travail sont résumés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 6.

Nature du gaz	Nature et propriétés des gaz mis en œuvre				Volume gazeux (en cm ³ réduits) adsorbés sous la pression de 760 mm de mercure par les 61,600 gr. de verre sec	
	T _{cr}	P _{cr}	D _{cr}	T _{éb.}	0°	20°
	CH ₄	-82,8°	45,6	0,162	-164,8°	0,14
C ₂ H ₆	+32,1°	48,8	0,21	-84,2°	0,73	0,58
C ₃ H ₈	+95,6°	45			1,74	1,16

La figure 9 montre que les courbes expérimentales du verre sont sensiblement linéaires. Nous verrons dans la seconde partie de ce chapitre tout le parti que l'on peut tirer de ces rapprochements.

En parlant au § précédent des coefficients de température, nous n'avons pas fait mention des résultats du tableau 6. Ces dernières expériences sont extrêmement délicates et les volumes adsorbés sont très faibles. On conçoit que la plus faible imprécision puisse alors fausser la valeur des coefficients de température au point de leur enlever toute signification.

§ 4. Etude de l'influence de la pression.

L'étude du facteur pression a déjà fait l'objet de nombreux travaux; ceux-ci ont montré que les volumes de gaz fixés par une houille donnée sont une fonction croissante de la pression : Aux basses pressions l'accroissement de la pression se traduit par une forte augmentation des volumes gazeux fixés, mais au fur et à mesure que l'on s'élève dans l'échelle des pressions,

(1) Rappelons que ce tamis présente 5184 mailles au cm².

l'accroissement unitaire des volumes retenus diminue rapidement et semble finalement tendre vers zéro.

Cependant, tous les travaux exécutés dans ce domaine présentent des lacunes : C'est ainsi que la plupart des expérimentateurs se sont contentés d'opérer avec des gaz insuffisamment puri-

Fig. 10. — Expériences de Leprince-Ringuet sur l'absorption des gaz par les houilles (1).

fiés; tous d'ailleurs se sont limités à des pressions moyennes pour lesquelles il semblait qu'un état de saturation était près d'être atteint. Comme nous le verrons plus loin, des données très importantes ont ainsi pu échapper.

Nos premiers travaux sur les hautes pressions ont été publiés dans le « Rapport sur les travaux de 1935 » (2). Nous renvoyons à cette publication pour la description détaillée du mode

(1) Compte-rendu Acad. Sciences, 1914, p. 158.

(2) Ann. des Mines de Belgique, t. XXXVII, 1^{re} livraison.

opérateur. Nous nous contenterons ici d'indiquer très sommairement la suite des opérations que comporte l'établissement d'une isotherme.

Fig. 11.

La poudre de charbon, passant le tamis 200, est placée dans la bombe comme il est indiqué à la figure 11 (1).

(1) Le charbon est fortement comprimé dans la bombe, afin d'augmenter le poids de houille mise en œuvre tout en diminuant l'espace nuisible de l'appareil.

Par une extraction plus ou moins prolongée, on élimine d'abord complètement l'air et l'on réduit l'humidité du charbon au taux désiré.

On charge alors la bombe de méthane jusqu'à la pression maximum de l'isotherme que l'on veut établir. Pendant cette opération et toutes celles qui suivront, le bloc B, le manomètre M et une partie bien déterminée du col de la bombe sont portés à 20° (voir les tracés pointillés de la figure 11); la bombe elle-même est maintenue à la température pour laquelle on veut établir l'isotherme, soit 20° également pour la plupart des isothermes.

On mesure maintenant les volumes de méthane, réduits aux conditions normales, présents dans la bombe aux différentes pressions

Fig. 12.

Vue d'ensemble de l'installation pour l'étude de l'absorption sous pression élevée.

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 voit en B la bombe d'absorption, et en C le thermostat du manomètre de précision. En A on distingue la trompe à mercure.

de l'isotherme. La méthode consiste à extraire successivement de la bombe des volumes déterminés de méthane. A partir de la pression primitive d'équilibre P_1 , on obtient ainsi une suite descendante de pressions d'équilibre $P_2, P_3 \dots P_i \dots P_{n-1}, P_n$. La mesure des volumes extraits permet alors de calculer les volumes de méthane $V_1, V_2 \dots V_i \dots V_{n-1}, V_n$, présents dans la bombe aux pressions correspondantes $P_1, P_2 \dots P_i \dots P_{n-1}, P_n$.

Chacun de ces volumes comprend et le méthane fixé par la houille et celui qui remplissait sous la pression correspondante l'espace nuisible de l'appareil.

Le volume E de cet espace nuisible est maintenant déterminé; il comprend les vides de l'appareil et les pores de la houille.

$$E = V_{\text{bombe}} - (V_{\text{charb.}} + V_{\text{H}_2\text{O}} + V_{\text{ouate d'arrêt}}) \quad (1)$$

Cet espace nuisible est alors exactement reproduit : la bombe est vidée et le charbon remplacé par un poids de laiton dont le volume vaut la somme $V_{\text{charb.}} + V_{\text{H}_2\text{O}}$; l'ouate d'arrêt est renouvelée par un tampon sec de même poids.

Cela étant, la bombe est de nouveau rechargée de méthane et la répétition des opérations décrites précédemment donne les volumes du méthane contenu dans l'espace nuisible à chaque pression d'absorption. On obtient ainsi la suite des volumes

$$E_1, E_2, \dots, E_i \dots E_{n-1}, E_n \quad (2)$$

Les volumes de méthane fixés par la masse de houille mise en œuvre sont finalement obtenus par différence. L'on aura :

$$V_1 = V_1 - E_1$$

$$V_2 = V_2 - E_2$$

$$V_i = V_i - E_i$$

$$V_{n-1} = V_{n-1} - E_{n-1}$$

$$V_n = V_n - E_n$$

(1) Le volume de charbon, $V_{\text{charb.}}$, se déduit de sa masse spécifique réelle, déterminée au pycnomètre avec de l'alcool à 80 % et à la température de l'isotherme.

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ est le volume de l'eau que retenait le charbon au cours de l'expérience. Cette eau est déterminée pendant les opérations (pour les détails, voir le Rapport sur les Travaux de 1935).

(2) En réalité, le volume de l'espace nuisible reproduit s'écartait toujours quelque peu de la somme : $V_{\text{charb.}} + V_{\text{H}_2\text{O}}$. On en tenait compte dans le calcul de E_i . De même, la pression reproduite pourrait différer tant soit peu de la pression primitive P_1 ; on corrigeait alors E_i par interpolation (voir note 1 de la page suivante).

Pour les isothermes établies à 0° et à 40° les espaces nuisibles ont dû être reproduits exactement à cause des températures différentes auxquelles étaient portés la bombe et le manomètre (voir les tracés pointillés de la figure 11).

Nos premiers travaux ont porté sur trois types de combustibles différents : une houille à haute teneur en matières volatiles, une houille à coke et un charbon anthraciteux. En voici, brièvement résumés, les résultats (1) :

(1) La principale cause d'erreurs dans ces expériences réside dans la lecture des pressions. Le manomètre métallique (0 à 200 atm.) dont nous sommes servi 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 Schaeffer.

La comparaison des volumes E_i expérimentaux permet de se rendre compte des erreurs dues aux imprécisions des mesures de pression. Le tableau 7 donne les valeurs de E_i/E telles que nous les avons obtenues dans 6 séries de déterminations, faites avec des espaces nuisibles différents; le rapport E_i/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 7.

Valeurs, en cm ³ réduits, de $\frac{E_i}{E}$ (manomètre no 7437779)					
P en atm	N° de la série	$\frac{E_i}{E}$	P en atm	N° de la série	$\frac{E_i}{E}$
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	173,42	3	202,67
77,49	6	82,29	192,03	6	220,25
80,04	5	85,47	192,40	4	220,93

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 8.

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	—

Pour cet échantillon, nous avons établi quatre isothermes.

Le poids de charbon initialement mis en œuvre était de 82,562 grs à 1,84 % d'eau, soit 81,043 grs à l'état sec.

Une première isotherme a été établie 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 alors 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 9, 10, 11 et 12; les courbes de la figure 13 en donnent la représentation graphique.

Continuation de la note 1 de la page précédente.

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)

C'est par interpolation des données de ce tableau que nous avons calculé les valeurs de E_i de la relation V_i = V_i — E_i (voir note 2 de la page 168).

Tableau 9.

Première isotherme du charbon I.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 1,42 %.

No de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P _i)	Volumes fixés 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) (: V _i)	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	15,63	17,42
9	55,17	1.257,4	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 10.

Seconde isotherme du charbon I.

Température d'équilibre : 40°.

Humidité résiduelle du charbon : 1,17 %.

No de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P _i)	Volumes fixés 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) (: V _i)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	159,34	1.003,5	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 11.
Troisième isotherme du charbon I.
Température d'équilibre : 0°.
Humidité résiduelle du charbon : 0,89 %.

No de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	Volumes fixés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm		
		par les 81,774 de charbon, à 0,89 % d'eau, mis en œuvre (soit 81,043 gr. à l'état sec) (: V ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	176,12	1.136,9	14,05	15,64
2	157,51	1.256,1	15,25	17,00
3	142,27	1.314,3	16,22	18,08
4	126,75	1.581,0	17,04	18,99
5	112,70	1.448,8	17,88	19,95
6	96,18	1.495,5	18,45	20,56
7	80,45	1.558,5	18,98	21,15
8	65,37	1.549,9	19,12	21,31
9	50,55	1.534,5	18,95	21,10
10	35,40	1.499,3	18,50	20,62
11	19,00	1.503,8	16,09	17,99

Tableau 12.
Quatrième isotherme du charbon I.
Température d'équilibre : 20°.
Humidité résiduelle du charbon : 0,08 %.

No de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	Volumes fixés 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) (: V ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	101,75	1.409,3	17,59	19,38
2	86,75	1.458,1	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	1.550,5	16,66	18,57
6	18,72	1.201,2	14,82	16,52

Fig. 13. -- Isothermes du Charbon I rapportées au gramme de combustible sec.

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 13.

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 initialement mis en œuvre 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 14, 15 et 16 et le diagramme de la figure 14 en donnent les résultats.

Tableau 14.

Première isotherme du charbon II.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,82 %.

No de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	Volumes fixés 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 ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	166,17	1.440,1	17,01	17,54
2	156,85	1.518,3	17,94	18,29
3	108,56	1.590,2	18,78	19,15
4	80,09	1.611,0	19,03	19,40
5	50,98	1.551,5	18,35	18,69
6	21,57	1.269,9	15,00	15,29

Tableau 15.

Deuxième isotherme du charbon II.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,27 %.

No de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	Volumes fixés 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 ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	165,69	1.479,5	17,48	17,82
2	156,60	1.585,5	18,75	19,10
3	108,58	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	21,95	1.549,4	15,94	16,25

Tableau 16.

Troisième isotherme du charbon II.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,05 %.

No de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	Volumes fixés 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) (: V ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	191,86	1.592,4	16,45	16,77
2	159,55	1.508,4	17,82	18,17
3	150,78	1.611,1	19,03	19,40
4	105,56	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

Fig. 14. — Isothermes du Charbon II rapportées au gramme de combustible sec.

CHARBON III.

Ce charbon a été prélevé dans la Grande Veine d'Oupeye au siège Milmort de la Société des Charbonnages d'Abhoos et Bonne-Foi-Hareng. L'analyse immédiate et la détermination de la masse spécifique nous ont donné les chiffres suivants :

Tableau 17.

Analyse immédiate et masse spécifique à 20° du charbon III.

	Charbon tel quel	Charbon sec	Charbon « vrai »
Humidité . . . %.	1,70	—	—
Mat. vol. . . . %.	7,25	7,56	7,62
Cendres . . . %.	5,59	5,45	—
M _{20°}	—	1,485	—

Le poids de charbon mis en œuvre était de 85,644 grs à 1,70 % d'eau, soit 84,188 grs à l'état sec.

Trois isothermes ont été établies à 20° et avec des teneurs en eau largement différentes.

La première isotherme a été obtenue 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 déterminations sont consignés dans les tableaux 18, 19, 20 et représentés graphiquement à la figure 15.

Tableau 18.
Première isotherme du charbon III.

Température d'équilibre : 20°.
Humidité du charbon : 2,85 %.

No de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P _i)	Volumes fixés 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) (: V _i)	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	24,51
4	105,08	2.068,0	24,56	25,44
5	77,69	2.090,7	24,85	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 19.
Deuxième isotherme du charbon III.

Température d'équilibre : 20°.
Humidité résiduelle du charbon : 0,01 %.

No de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P _i)	Volumes fixés 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) (: V _i)	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	32,33	1.995,8	23,71	24,56
9	18,40	1.771,9	21,05	21,80

Fig. 15. — Isothermes du Charbon III rapportées au gramme de combustible sec.

Tableau 20.

Troisième isotherme du charbon III.

Température d'équilibre : 20°.
Humidité du charbon : 1,56 %.

N° de l'équilibre.	Volumes fixés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm			
	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	par les 85,525 gr. de charbon, à 1,56 % d'eau, mis en œuvre (soit 84,188 gr. à l'état sec) (: V 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	1.852,0	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

Le point saillant de ces premiers travaux est la décroissance des isothermes aux fortes pressions. Devant ce fait, pour le moins inattendu, il importait de poursuivre les essais à des pressions encore notablement plus élevées. Nous avons ainsi établi une isotherme en poussant la pression jusque 380 atmosphères.

La houille mise en œuvre provenait également de la Veine 4 Sud du siège Grand Trait des Charbonnages Belges (voir charbon II des premiers essais). Prélevé cependant à un endroit différent de celui du charbon II, son analyse immédiate a fourni des chiffres légèrement différents.

Tableau 21.

Analyse immédiate et masse spécifique à 20° du charbon II bis.

	Charbon tel quel	Charbon sec	Charbon « vrai »
Humidité . . . %.	1,05	—	—
Mat. vol. . . . %.	18,36	18,55	18,93
Cendres . . . %.	1,97	1,99	—
M 20°	—	1,373	—

Quant à l'établissement de l'isotherme, sauf quelques modifications, le mode opératoire est resté le même, dans ses grandes lignes (1).

(1) L'appareil d'adsorption a été légèrement modifié ainsi que le montre la fig. 16. Le manomètre métallique a été séparé de la bombe. Les légères perturbations dues à la dilatation (sous la pression) du tube ressort du manomètre étaient ainsi éliminées. Dans nos premières déterminations, cette dilatation nous avait obligé à reproduire aussi exactement que possible l'espace nuisible lors de la détermination des volumes E₁.

D'autre part, le mode opératoire a été légèrement modifié. Dans les premières déterminations, nous déchargeons progressivement la bombe de façon à amener successivement les différentes pressions d'adsorption : P₁, P_n.

Les modifications apportées à l'appareil ne permettaient plus d'opérer de la sorte. Chaque point de l'isotherme a été obtenu en déchargeant la bombe de la pression correspondante à une pression résiduelle d'environ 80 mm de mercure (tension du méthane dans l'oxygène liquide). Ultérieurement l'adsorption, sous la pression de 80 mm était déterminée. L'humidité du charbon extraite pendant chaque détermination isolée était évidemment renvoyée sur le charbon.

Fig. 16.

Les résultats de ces essais sont résumés dans le tableau 22 et représentés graphiquement au diagramme de la figure 17 (1).

Tableau 22.
Isotherme du charbon II bis.
 Température d'équilibre : 20°.
 Humidité résiduelle du charbon : 0,25 %.

N° de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P _i)	Volumes fixés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm		
		par les 81,261 gr. de charbon, à 0,25 % d'eau, mis en œuvre (soit 81,054 gr. à l'état sec) (: V _i)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	380,9	1.068,4	13,18	13,45
2	340,7	1.172,9	14,47	14,76
3	285,2	1.225,7	15,12	15,43
4	239,7	1.326,5	16,37	16,70
5	191,0	1.484,1	18,51	18,68
6	141,0	1.655,7	20,43	20,84
7	91,9	1.767,7	21,81	22,25

(1) Au tableau 7 nous avons donné les valeurs expérimentales de $\frac{E_i}{E}$ des premiers essais. Voici à titre de comparaison les valeurs expérimentales de ce rapport utilisées dans l'établissement de la présente isotherme.

Tableau 23.

Pressions en atmosphères	$\frac{E_i}{E}$
	380,9
340,7	328,42
285,2	297,40
239,7	265,16
191,0	219,59
141,0	162,60
91,9	100,65

Valeurs, en cm³ réduits, de $\frac{E_i}{E}$
 (manomètre n° 7717044)
 (espace nuisible reproduit : 40,92 cm³)

Fig. 17. — Isotherme du Charbon IIbis rapportée au gramme de combustible sec.

Seconde partie : Interprétation des résultats.

Les résultats de ces nombreux travaux s'interprètent très facilement à l'aide de la théorie de l'adsorption.

§ 1. La loi des variations du pouvoir de fixation des houilles.

La loi de l'accroissement du pouvoir de fixation des houilles avec le degré d'évolution (diagramme de la fig. 8) se déduit aussitôt des hypothèses très simples que nous avons formulées. Nous avons en effet considéré la surface spécifique des houilles comme une fonction croissante de leur degré de minéralisation. A la surface active primaire, surface externe des micelles constitutives s'ajouterait progressivement une surface d'adsorption secondaire délimitant, à l'intérieur des particules, des pores qui résultent de l'expulsion des produits d'évolution (: eau, anhydride carbonique, méthane, ...). L'accroissement du pouvoir de fixation en est la conséquence inévitable.

Cependant l'interprétation ainsi formulée semble devoir rencontrer une difficulté :

Nous avons déjà souligné la similitude profonde du diagramme de la figure 8 avec la courbe d'évolution de Ralston (fig. 6). C'est ainsi que les deux courbes présentent un tronçon presque horizontal, C B, qui correspond à la période d'élimination prépondérante d'eau et d'anhydride carbonique. De même les points B se situent sur les deux diagrammes à l'endroit des combustibles tenant environ 20 p. c. de matières volatiles. Enfin, pendant la période d'élimination prépondérante de méthane, on retrouve les tracés B A, tous deux fortement inclinés sur les tronçons C B.

On peut maintenant se demander comment, pendant la première période d'évolution, l'expulsion d'eau et d'anhydride carbonique ne produit qu'un accroissement très relatif du pouvoir adsorbant alors qu'une forte exaltation est le résultat de l'élimination de méthane.

On pourrait concevoir l'hypothèse que pendant la première période, la surface active ne subisse pas d'accroissement sensible malgré l'élimination d'eau de constitution et d'anhydride

carbonique : ces produits proviendraient principalement de la destruction de groupements fonctionnels superficiels des micelles. Par contre, l'expulsion de méthane serait le résultat de ruptures profondes dans l'édifice des micelles, ruptures ayant l'allure d'un véritable « cracking », disloquant progressivement les chaînes carbonées complexes et faisant apparaître des configurations nouvelles et distinctes à l'intérieur de chaque micelle. Un accroissement marqué de la surface active en serait la conséquence inévitable.

Mais ce n'est là qu'une hypothèse gratuite.

Une explication bien plus simple pourrait être proposée :

Tous les travaux que nous venons de résumer démontrent le parallélisme étroit entre le pouvoir de fixation des houilles et du charbon actif. Or on sait que la grandeur du pouvoir adsorbant d'un charbon actif n'est pas seulement fonction de l'étendue de sa surface, mais également de la nature de celle-ci. La surface est d'autant plus adsorbante qu'elle est moins saturée chimiquement, c'est-à-dire que le réseau des atomes qui la constituent est plus riche en liaisons non saturées (doubles ou triples), voire en valences libres.

Or, durant la première période de l'évolution des houilles, l'élimination d'anhydride carbonique et d'eau ne provoque la formation d'aucune liaison multiple sur le solide restant. La qualité de la surface active ne s'en trouve donc guère améliorée.

Exemples simples :

Par contre, le départ de méthane s'accompagne de l'apparition de soudures multiples.

Exemple :

Il est donc possible que l'accroissement marqué du pouvoir adsorbant des houilles pendant la seconde période de l'évolution soit dû en ordre principal à l'exaltation du caractère non saturé de leur surface par le départ de CH_4 .

§ 2. L'influence de la température.

L'étude des déplacements d'équilibre sous l'influence de la température met en évidence la grande similitude de l'antracite et du charbon actif quant à la fixation des gaz par les deux matières. Nous avons vu, en effet, que la valeur des coefficients de température est uniquement fonction de la nature des gaz mis en œuvre; pour un gaz donné, cette valeur est sensiblement identique pour l'antracite et le charbon actif. Cette identité n'est évidemment admissible que si les deux solides, combien différents au point de vue de leurs structures moléculaires, fixent le gaz par l'intermédiaire d'un phénomène *superficiel*. On est donc en droit de conclure que la fixation des gaz par les houilles résulte de la mise en œuvre des phénomènes d'adsorption caractéristiques des charbons actifs.

§ 3. L'influence de la nature de la phase gazeuse.

La similitude profonde entre la fixation des gaz par les houilles et leur adsorption véritable par les charbons actifs se trouve confirmée dans le diagramme de la figure 9.

(1) Il en serait de même lors de l'élimination éventuelle d'hydrogène : l'on sait que les divers procédés d'activation des charbons adsorbants se ramènent à une déshydrogénation de la surface encore plus ou moins hydrogénée qui résulte de la carbonisation.

Exception faite des parties terminales à l'endroit de l'éthane et du propane, les aires d'absorption du charbon actif et de l'antracite présentent les plus grandes analogies.

Quant à la divergence à l'endroit des grosses molécules d'éthane et de propane, l'interprétation ne rencontre pas la moindre difficulté.

Dans le cas d'une surface active entièrement accessible, la grandeur de celle-ci, toutes autres conditions étant égales, fixe nécessairement la valeur de l'adsorption d'un gaz donné. Ce cas sera réalisé avec les poudres de matières compactes telles que le verre : les vides entre les grains ont alors nécessairement des dimensions qui dépassent de loin les diamètres des plus grosses molécules gazeuses. Dans ce cas, la surface d'adsorption effective se confond avec la surface d'adsorption virtuelle. Aussi peut-on considérer comme normales les valeurs que nous avons trouvées avec la poudre de verre pour les trois premiers hydrocarbures saturés. On constate sur le diagramme que les logarithmes des volumes fixés croissent linéairement du méthane au propane.

Dans le cas du charbon actif, les pores ont des sections très variables. Des canaux les plus fins, dont le diamètre n'excède pas de beaucoup les diamètres des petites molécules gazeuses, les sections vont en augmentant jusqu'aux pores grossiers que l'on peut observer au microscope. Ici, la surface d'adsorption effective n'est plus qu'une fraction de la surface active virtuelle et la valeur du rapport de cette surface effective à la surface virtuelle est une fonction décroissante du diamètre des molécules à adsorber. C'est ainsi que sur le diagramme de la figure 9, la gradation des volumes adsorbés depuis le méthane jusqu'au propane est moins marquée que pour le verre.

Ces remarques s'appliquent encore davantage au cas de l'antracite. Ici une partie de plus en plus grande de la surface d'adsorption primaire (surface externe des micelles) et surtout de la surface secondaire (surface des pores internes des micelles) devient inaccessible au fur et à mesure qu'augmente le diamètre des molécules à adsorber. Les valeurs, à première vue anormales, de l'éthane et surtout du propane se trouvent ainsi expliquées.

§ 4. *L'influence de la pression.*

Voyons maintenant comment la théorie de l'adsorption permet d'interpréter la forme anormale des isothermes des figures 13, 14, 15 et 17. D'après ces diagrammes, les volumes de CH_4 fixés par les houilles décroissent, ou semblent du moins décroître, au delà d'une certaine pression critique. En ce qui concerne notamment les isothermes établies à 20° , cette pression est d'environ 75 atmosphères (1). Au delà les volumes fixés semblent décroître.

Faisons remarquer en passant que cette allure étrange des isothermes a déjà été observée dans le cas de véritables adsorptions. Etudiant l'adsorption de l'hydrogène par un charbon actif, Dewar notamment constata au delà d'une certaine pression une décroissance assez marquée des volumes fixés. Attribuant toutefois l'anomalie à des erreurs d'observations, Dewar n'y attacha aucune importance (2).

En réalité, les isothermes telles que nous les avons établies demandent d'importantes corrections, négligées croyons-nous, dans tous les travaux antérieurs (3).

En voici les calculs que nous limiterons aux isothermes obtenues à 20° .

Rappelons d'abord que les volumes de méthane fixés, tels qu'ils sont renseignés au paragraphe 4 de la première partie de ce chapitre, ont été calculés par la relation suivante :

$$V_1 = V_i - E_i \quad (\text{relation I})$$

Dans celle-ci :

V_1 est le volume de méthane, en cm^3 réduits, apparemment

(1) 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.

(2) « 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 cc, respectively, of hydrogen measured at N.T.P. This he regarded as constant sorption over the whole range of higher pressures. » (Extrait du livre déjà cité de Mc. Bain : The Sorption of Gases by Solids.)

(3) Au moment de mettre sous presse nous avons pu prendre connaissance d'un travail de A. von Antropoff. Etudiant l'adsorption de l'azote et de l'argon par un charbon actif, Antropoff a obtenu des courbes expérimentales analogues à celles que nous a données la fixation du méthane par les houilles. (A. von Antropoff : Die Adsorption von Argon und Stickstoff von kleinsten bis zu höchsten drucken durch aktive kohle. XLI Hauptversammlung des Deutschen Bunsen-Gesellschaft für angewandte physikalische chemie E. V. vom 21 bis 24 Mai 1936 in Düsseldorf, S. 116.)

fixé sous la pression P_1 par la masse de houille mise en œuvre;

V_1 est le volume, en cm^3 réduits, du méthane total présent sous la pression P_1 dans l'appareil d'adsorption contenant la masse de charbon;

E_i est le volume du méthane présent sous la même pression dans l'espace nuisible E .

Rappelons encore que le volume de l'espace nuisible E a été calculé comme suit :

$$E = V_{\text{bombe}} - (V_{\text{charb.}} + V_{\text{H}_2\text{O}} + V_{\text{ouate}}) \quad (\text{relation II})$$

Ceci revient à attribuer à l'espace nuisible un volume constant à tous les points des isothermes. C'est ici qu'une importante correction devra être appliquée :

Nous admettons que le méthane fixé recouvre par simple adsorption les pores submicroscopiques de la houille. Ce méthane occupe alors nécessairement un volume qui diminue d'autant l'espace nuisible. L'espace nuisible réel est donc en réalité une fonction décroissante de l'importance de la couche adsorbée.

Au point d'adsorption nulle ($P = 0$) sa valeur en cm^3 est égale à E . A la pression P_1 , l'espace nuisible réel E_i aura pour volume :

$$E_i = E - a_i, \quad (\text{relation III})$$

a_i étant le volume occupé par la couche adsorbée.

On voit aussitôt que les valeurs de E_i que nous avons employées dans la relation I étaient trop grandes, d'où il résulte qu'en tous les points des isothermes, les valeurs de V_1 sont inférieures à la réalité.

Si nous désignons par W_1 le volume réduit de méthane adsorbé réellement sous la pression P_1 , l'on aura :

$$W_1 = V_1 - \frac{E_i}{E}, \quad (\text{relation IV}).$$

$\frac{E_i}{E}$ — donnant, en cm^3 , le volume réduit du méthane contenu sous la pression P_1 dans un espace de 1 cm^3 (voir note 1 des pages 169 et 182 pour les isothermes à 20°).

Remplaçant E_i par sa valeur (relation III) l'on aura :

$$W_i = V_i - (E - a_i) \frac{E_i}{E} = V_i - E_i + \frac{a_i E_i}{E} \quad (\text{relation V})$$

En se souvenant de la relation I, on obtient :

$$W = V_i + a_i \frac{E_i}{E} \quad (\text{relation VI})$$

Si nous désignons par δ_{20} la densité de la couche adsorbée à 20°, la valeur de a_i peut s'écrire :

$$a_i = \frac{W_i \times 0,7168}{1000} \times \frac{1}{\delta_{20}} \quad (1) \quad (\text{relation VII})$$

Introduisant cette valeur dans la relation VI, on obtient finalement :

$$W_i = V_i \left(\frac{\delta_{20}}{\delta_{20} - 0,0007168 \frac{E_i}{E}} \right) \quad (\text{relation VIII})$$

Telle est la valeur réelle des volumes adsorbés.

* * *

La relation VI montre que les divers points des isothermes des figures 13, 14, 15 et 17 ont des ordonnées constamment trop faibles.

A la pression nulle, le terme $a_i \frac{E_i}{E}$ est égal à 0, mais au

fur et à mesure que la pression augmente a_i et $\frac{E_i}{E}$ croissent constamment.

D'autre part si, à partir d'une certaine pression, les volumes adsorbés n'augmentent plus ($\Delta a_i = 0$), la valeur du produit

$a_i \frac{E_i}{E}$ continue néanmoins à croître puisque $\frac{E_i}{E}$ reste une

(1) 0,7168 est la valeur en grammes, du litre normal de méthane.

fonction constamment croissante de la pression. Les isothermes expérimentales des fig. 13, 14, 15 et 17 doivent donc finalement décroître dès que ΔW tombe en dessous d'une certaine valeur.

* * *

L'emploi de la relation VIII pour le calcul des volumes de méthane fixé réellement est subordonné à la connaissance de la valeur de δ_{20} .

Or, on admet généralement que les gaz se trouvent dans la couche adsorbée sous une densité sensiblement indépendante de la température d'expérimentation et de l'ordre de grandeur de celle qu'ils ont au zéro absolu. Pour le méthane notamment, l'extrapolation graphique du tableau 24, montre que la densité au zéro absolu est de 0,50 environ. Ce sera donc sensiblement la densité du méthane adsorbé.

Tableau 24.

Température.	Densité du méthane liquide.
-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

La relation VIII peut ainsi être appliquée.

Cependant, la densité de la couche adsorbée peut aussi être déduite directement de nos données expérimentales. C'est là un point très important. En effet, si cette valeur expérimentale correspond sensiblement à la valeur théorique, l'on aura là une vérification, directe pour ainsi dire, de nos hypothèses.

Voici comment les calculs peuvent se faire :

Nous admettons que la fixation du méthane consiste en une simple adsorption. Comme tel le phénomène doit inévitable-

ment aboutir à un état de saturation : Au delà d'une certaine pression, variable d'ailleurs avec la température, on a beau augmenter la tension de la phase gazeuse, les volumes adsorbés n'augmentent plus. L'isotherme devient alors une droite parallèle à l'axe des pressions.

Sur ce trajet linéaire des isothermes réelles les volumes adsorbés sont égaux en chaque point.

Fig. 18.

L'on peut ainsi écrire :

$$W_i = W_{i+1}$$

ou en tenant compte de la relation VIII qui donne les valeurs de W_i et W_{i+1} à partir des données expérimentales.

$$V_i \left(\frac{\delta}{\delta - 0,0007168 \frac{E_i}{E}} \right) = V_{i+1} \left(\frac{\delta}{\delta - 0,0007168 \frac{E_{i+1}}{E}} \right) \text{ (relation IX)}$$

On en tire

$$\delta = \frac{0,0007168 \left[V_i \frac{E_{i+1}}{E} - V_{i+1} \frac{E_i}{E} \right]}{V_i - V_{i+1}} \text{ (relation X)}$$

Prenons par exemple les deux équilibres supérieurs de la troisième isotherme du charbon II (p. 175) et admettons la saturation du charbon à cet endroit.

L'on a

$$P_1 = 191,86 \text{ atm.} \quad V_1 = 1392,4 \quad E_1/E = 220,33 \text{ cm}^3$$

$$P_2 = 159,53 \text{ atm.} \quad V_2 = 1508,4 \quad E_2/E = 184,40 \text{ cm}^3$$

Introduisant ces valeurs expérimentales dans la relation X, on obtient :

$$\delta = \frac{0,0007168 (1392,4 \times 184,40 - 1508,4 \times 220,33)}{1392,4 - 1508,4} = 0,467$$

Nous avons résumé dans le tableau ci-dessous les valeurs de δ , calculées à partir des deux équilibres supérieurs des isothermes établies à 20° pour les charbons I, II et III.

Tableau 25.

N° du charbon	No de l'isotherme	P1 et P2	V1 et V2	δ
		atm.	cm ³	
I	1	175,62	1.037,8	0,485
		159,59	1.077,7	
II	5	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	
	2	192,18	1.745,9	0,485
		160,45	1.880,7	
	5	191,77	1.702,2	0,485
160,51		1.832,0		

Ecart maximum : 0,037

Moyenne : 0,485

Comme on le voit, la concordance de ces diverses valeurs expérimentales est très satisfaisante malgré le grand nombre

d'erreurs d'observation possibles dans chaque détermination isolée.

D'autre part, la valeur moyenne trouvée pour δ (: 0,485) correspond à celle que la théorie laisse prévoir (: 0,50 environ). Nos hypothèses se trouvent ainsi vérifiées, expérimentalement, peut-on dire.

L'on pourrait cependant encore objecter que l'exactitude des valeurs que nous venons de calculer est conditionnée par la validité d'un postulat admettant la constance des volumes adsorbés réellement (W_1), déjà dès la pression de 160 atmosphères. Une certaine incertitude pouvait subsister de ce chef.

C'est précisément dans le but de lever ce dernier doute que nous avons établi l'isotherme de la figure 17. Pour celle-ci la pression a été poussée jusque 380 atmosphères. Il nous est ainsi possible de calculer la valeur de δ en combinant l'équilibre de la plus forte pression avec les différents points successifs de pression, plus faibles. On conçoit que la constance des valeurs de δ , ainsi calculées, puisse fournir la preuve de la saturation de la houille aux divers points mis en question.

Le tableau ci-dessous donne les résultats de ces calculs. Nous avons négligé le résultat de l'équilibre n° 2 celui-ci étant manifestement entaché d'une erreur d'observation (voir figure 17).

Tableau 26.

Isotherme du charbon II bis.

Equilibre n° 1 de pression 380,9 et dont $V = 1.068,4$
combiné avec l'équilibre.

N°	de pression	et dont $V =$	$\rightarrow \delta =$
3	285,2	1,225,7	0,496
4	239,7	= 1,326,5	= 0,495
5	191,0	= 1,484,1	= 0,486
6	141,0	= 1,655,7	= 0,491
7	91,9	= 1,767,7	= 0,520

On remarquera la concordance des quatre premières valeurs de δ (écart maximum 0,010) : la constance des volumes fixés se trouve ainsi vérifiée déjà dès les 140 atmosphères.

Quant à la valeur moyenne, 0,492 (contre 0,485 trouvée à la page 193), elle souligne l'accord parfait avec la théorie qui attribue à δ une valeur voisine de 0,50.

Adoptant pour δ la moyenne expérimentale de 0,492, nous avons pu corriger au moyen de la relation VIII toutes les isothermes obtenues à 20°. Les résultats de ces calculs sont groupés dans les tableaux 27 à 35 et représentés graphiquement aux figures 19 à 22.

Tableau 27.

Résultats corrigés de la première isotherme du charbon I.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 1,42 %.

N° de l'équilibre.	Volumes fixés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm			
	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	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	1.473,5	18,18	20,26
2	159,59	1.474,5	18,19	20,27
3	144,55	1.485,8	18,33	20,43
4	129,95	1.499,3	18,50	20,62
5	115,78	1.494,6	18,44	20,55
6	101,62	1.485,9	18,33	20,43
7	86,61	1.458,3	17,99	20,05
8	72,14	1.424,6	17,58	19,59
9	55,17	1.348,0	16,63	18,54
10	37,21	1.210,1	14,93	16,64
11	18,72	1.035,0	12,77	14,25

Fig. 19. — Isothermes corrigées du Charbon I rapportées au gramme de combustible sec.

Tableau 28.

Résultats corrigés de la quatrième isotherme du charbon I.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,08 %.

No de l'équilibre.	Volumes fixés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm			
	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	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	1.685,8	20,80	23,18
2	86,75	1.666,0	20,56	22,92
3	72,08	1.629,4	20,11	22,41
4	54,97	1.550,8	19,14	21,33
5	37,19	1.426,2	17,60	19,62
6	18,72	1.232,9	15,21	16,95

Tableau 29.

Résultats corrigés de la première isotherme du charbon II.

Température d'équilibre ; 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,82 %.

No de l'équilibre.	Volumes fixés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm			
	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	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	1.999,5	23,62	24,08
2	136,83	1.967,0	23,24	23,69
3	108,36	1.929,3	22,79	23,23
4	80,09	1.840,4	21,74	22,16
5	50,98	1.677,2	19,81	20,20
6	21,57	1.308,3	15,46	15,76

Tableau 30.

Résultats corrigés de la deuxième isotherme du charbon II.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,27 %.

No de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	Volumes fixés 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	2.051,9	24,24	24,71
2	136,60	2.053,0	24,25	24,72
3	108,38	2.004,0	23,67	24,13
4	80,17	1.923,1	22,72	23,16
5	51,14	1.748,2	20,65	21,05
6	21,93	1.391,1	16,43	16,75

Tableau 31.

Résultats corrigés de la troisième isotherme du charbon II.

Température d'équilibre : 20°.

Humidité résiduelle du charbon : 0,05 %.

No de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	Volumes fixés 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	2.050,6	24,22	24,69
2	159,53	2.062,6	24,37	24,85
3	130,78	2.058,3	24,32	24,79
4	103,56	2.003,2	23,69	24,15
5	75,97	1.920,6	22,69	23,13
6	46,54	1.720,7	20,33	20,73
7	17,27	1.303,4	15,40	15,70

Fig. 20. — Isothermes corrigées du Charbon II rapportées au gramme de combustible sec.

Tableau 32.

Résultats corrigés de la première isotherme du charbon III.

Température d'équilibre : 20°.
Humidité du charbon : 2,85 %.

No de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	Volumes fixés 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	2.518,6	29,92	30,99
2	160,45	2.512,4	29,84	30,91
3	132,13	2.530,6	30,06	31,13
4	105,08	2.489,1	29,57	30,63
5	77,69	2.376,4	28,23	29,24
6	62,86	2.281,2	27,10	28,07
7	47,78	2.160,1	25,66	26,58
8	32,35	1.995,3	23,70	24,55
9	18,19	1.711,8	20,33	21,06

Tableau 33.

Résultats corrigés de la deuxième isotherme du charbon III.

Température d'équilibre : 20°.
Humidité résiduelle du charbon : 0,01 %.

No de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	Volumes fixés 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	2.571,8	30,55	31,64
2	160,45	2.575,9	30,60	31,69
3	132,21	2.576,3	30,60	31,69
4	105,08	2.548,5	30,27	31,35
5	77,63	2.446,5	29,06	30,10
6	62,62	2.344,2	27,85	28,83
7	47,69	2.250,3	26,73	27,69
8	32,35	2.091,3	24,84	25,73
9	18,40	1.817,3	21,59	22,36

Fig. 21. — Isothermes corrigées du Charbon III rapportées au gramme de combustible sec.

Tableau 34.
 Résultats corrigés de la troisième isotherme du charbon III.

Température d'équilibre : 20°.
 Humidité résiduelle du charbon : 1,56 %.

N° de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	Volumes fixés 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	2.504,9	29,75	30,81
2	160,51	2.509,7	29,81	30,88
3	132,01	2.503,8	29,74	30,80
4	105,03	2.468,8	29,53	30,38
5	77,67	2.358,7	28,02	29,02
6	62,88	2.259,5	26,84	27,80
7	47,78	2.157,1	25,62	26,54
8	32,66	1.994,8	23,69	24,54
9	18,51	1.715,5	20,38	21,11

Tableau 35.

Résultats corrigés de l'isotherme du charbon II bis.

Température d'équilibre : 20°.
 Humidité résiduelle du charbon : 0,25 %.

N° de l'équilibre.	Pressions d'équilibre en atmosphères absolues. (: P ₁)	Volumes fixés en cm ³ réduits à 0° et 760 mm par les 81,261 gr. de charbon, à 0,25 % d'eau, mis en œuvre (soit 81,054 gr. à l'état sec)		
		(: W ₁)	rapportés au gramme de charbon sec	rapportés au gramme de charbon « vrai »
1	380,9	2.167,4	26,74	27,28
2	340,7	2.249,0	27,75	28,31
3	285,2	2.162,9	26,69	27,23
4	239,7	2.161,6	26,67	27,21
5	191,0	2.182,3	26,92	27,47
6	141,0	2.169,7	26,77	27,51
7	91,9	2.071,5	25,56	26,08

Fig. 22. — Isotherme corrigée du Charbon IIbis rapportée au gramme de combustible sec.

Faisons encore remarquer que les travaux effectués sous pression élevée confirment la loi de l'accroissement du pouvoir de fixation des houilles avec leur degré d'évolution.

L'influence de l'humidité du charbon est loin d'être aussi importante que l'on pouvait le croire a 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 alors plus d'autre effet que de mouiller le charbon. Les deux isothermes inférieures du charbon III devraient se confondre et les écarts résultent en réalité d'erreurs d'observation inévitables.

CONCLUSIONS

Les travaux que nous venons de résumer mettent en évidence le bien-fondé de la théorie que nous avons développée : Le gisement spécial du grisou consiste en une adsorption partielle de ses constituants à la surface du substratum micellaire des houilles.

Nous avons ainsi pu pressentir la loi expérimentale des variations du pouvoir de fixation des houilles. La similitude des houilles et des adsorbants types, tels que les charbons actifs, nous est apparue ensuite dans l'étude des déplacements d'équilibre sous l'influence des variations de la température ou de la composition de la phase gazeuse. Finalement, nous avons pu interpréter la forme apparemment inadmissible des isothermes expérimentales et, fait absolument significatif, nous avons réussi à déduire de nos expériences la densité du méthane fixé, densité correspondant à la densité théorique de la matière dans la couche adsorbée.

Nos différents travaux, reliés entre eux par une interprétation logique, forment ainsi un ensemble bien cohérent.

* * *

Quant aux dégagements instantanés, nous nous sommes abstenu d'y faire allusion. Il est possible d'en rechercher des causes générales telles que la poussée des roches encaissantes

et la libération accélérée des gaz adsorbés, amorcée par le morcellement (1). Les modalités de chaque dégagement sont cependant régies par les conditions d'exploitation et de gisement, spéciales dans chaque cas. Leur étude reste donc du domaine du mineur; celui-ci pourra trouver cependant dans nos travaux des indications numériques et une interprétation qui lui facilitera la représentation concrète des phénomènes.

* * *

Il nous reste à examiner un dernier point.

Il résulte de nos travaux que les veines grisouteuses ne peuvent fixer plus de 30 m³ de méthane à la tonne de houille.

De toute façon, en tenant compte du gaz resté libre dans les pores et fissures, le chiffre de 40 m³ à la tonne ne semble pouvoir être dépassé (2). Ceci représente une masse de quelque 29 Kgrs occupant sous la densité maximum du méthane (D : 0,5) un volume d'environ 58 litres.

Dans les expériences d'extraction de grosses gaillettes par broyage dans le vide, on obtient des volumes de gaz très inférieurs; le volume maximum enregistré est de 10 m³ environ à la tonne. Il est vrai que, malgré toutes les précautions prises, les échantillons soumis au broyage ne contiennent plus que les « queues » de désorption, très riches d'ailleurs en hydrocarbures supérieurs (C₂H₆, C₃H₈...)

Par contre, dans les mesures des débits gazeux des chantiers on a trouvé des volumes dépassant de loin le maximum de 40 m³, compatible avec nos déterminations (3). C'est ainsi que les débits de 80 m³, et même supérieurs, ont été relevés de

(1) *Ann. des Mines de Belgique*, t. XXV, 1^{re} livr., 1934, pp. 136-137.

(2) 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 (réduits déjà par la couche de méthane et l'eau absorbée) un volume d'environ 100 litres à la tonne.

Le nombre approximatif de m³ de méthane réduit pouvant être retenu par tonne se calcule alors comme suit :

CH₄ adsorbé à 20° sous 100 atm. 29 m³

CH₄ libre à 20° et 100 atm. dans les 100 litres de vide . . . 11 m³

CH₄ total 40 m³

(3) 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.

nombreuses fois. Même en attribuant une large part au grisou venant des terrains encaissants, dérangés plus ou moins par l'exploitation, les volumes de grisou enregistrés restent supérieurs à ceux que la houille peut retenir même aux très fortes pressions. Ainsi que l'a fait remarquer M. Breyre, il semble qu'on puisse en conclure que le grisou circule dans les veines avec une vitesse telle qu'il se renouvelle constamment au front de taille. C'est là l'origine d'expériences de diffusion actuellement en cours.

Un point semble cependant pouvoir modifier sensiblement l'aspect de la question : Dans le présent mémoire, nous avons porté uniquement notre attention sur le pouvoir de fixation des houilles, négligeant une adsorption possible du méthane par les roches encaissantes. Notre attention ayant été attirée sur cette lacune, nous avons déterminé le pouvoir de fixation d'un schiste prélevé à 80 cm au-dessus du toit d'une couche. Opérant à 0° et sous une pression d'équilibre du méthane de 760 mm, nous avons trouvé une adsorption de 128 litres à la tonne de roche séchée. Aux fortes pressions que nous avons mises en œuvre, l'ordre de grandeur du méthane fixé aurait été d'environ 700 litres à la tonne. Si l'on tient compte du tonnage considérable des roches encaissant les veines, on comprend l'importance de ce point. Nous rendrons compte, dans une prochaine note, d'une étude que nous venons d'entreprendre dans cette voie.

Il me reste l'agréable devoir d'exprimer toute ma gratitude à MM. Ad. Breyre, Directeur de l'Institut National des Mines, et A. Gillet, Professeur à l'Université de Liège, pour les conseils éclairés qu'ils m'ont donnés au cours de la rédaction de ce mémoire.

POST-SCRIPTUM :

Dans un mémoire paru récemment dans la « Revue de l'Industrie minière », M. Gabriel J. Daval, Président de la « Commission des

Dégagements instantanés », juge pouvoir écarter a priori l'hypothèse de l'adsorption (1).

« Considérons, dit-il, un volume apparent V de houille : il est facile d'établir que, si on le suppose constitué par des grains sphériques très petits de diamètres ϵ , ces grains seront au nombre de :

$$N = \frac{V \sqrt{2}}{\epsilon^3}$$

et leur surface totale sera :

$$S = \pi \sqrt{2} \frac{V}{\epsilon}$$

Si $V=1 \text{ m}^3$ et si ϵ est de l'ordre de grandeur des grains que l'on trouve dans la folle farine des D. L., soit 1/1000 de millimètre, on voit que S prend la valeur énorme :

$$\pi \sqrt{2} \cdot 1 \cdot 10^6$$

soit environ 4.000.000 de mètres carrés, que l'on peut, semble-t-il, considérer comme un maximum.

Imaginons que ce charbon ait absorbé du méthane : s'il y a adsorption, le gaz est condensé en une couche ayant 4.000.000 mètres carrés de superficie totale. Faisons l'hypothèse que la couche monomoléculaire ne présente aucune lacune; nous obtiendrons de cette manière une limite supérieure absolue du nombre de molécules pouvant être fixées.

Admettons pour le diamètre de la molécule de méthane la valeur de 3 angströms, soit 3×10^{-10} mètres.

Le nombre de ces molécules est de :

$$N = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{S}{\epsilon^2} = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{4 \cdot 10^6}{9 \cdot 10^{-20}} = \frac{8}{9 \sqrt{3}} \cdot 10^{26}$$

Si on considère que le nombre de molécules d'un gaz quelconque, sous les conditions normales de température et de pression, est de $2,7 \cdot 10^{19}$ (d'après Millikan) par cm. c., on voit que les N molécules occuperaient sous les conditions normales un volume, en mètres cubes, de :

$$\frac{8}{9 \sqrt{3}} \frac{10^{26}}{2,7 \cdot 10^{25}} = \text{environ } 2$$

C'est là une limite maxima absolue ; la quantité de gaz adsorbée sous 90 atmosphères est certainement beaucoup plus petite, donc très

(1) Gabriel J. Daval. « Principes à consulter pour l'exploitation des mines sujettes aux dégagements instantanés ». Revue de l'Industrie Minière, 1er novembre 1936, p. 1090.

éloignée des chiffres que donne l'observation », soit 40 m^3 , cités comme ordre de grandeur.

Ce calcul ne peut en aucune façon être retenu comme objection à la théorie de l'adsorption. Il a été établi en supposant la houille constituée de grains dont le plus petit diamètre serait de l'ordre du micron.

C'est là une erreur : la houille est formée en réalité d'un enchevêtrement complexe de micelles invisibles aux plus forts grossissements du microscope. Elles groupent chacune plusieurs grosses molécules de même espèce ou d'espèces différentes. Nous n'avons aucune précision quant à leur diamètre; tout au plus pouvons-nous en fixer une limite supérieure correspondant au pouvoir de résolution des microscopes. Le diamètre des micelles est donc nécessairement inférieur à $0,25 \mu$.

Or, pour un diamètre des particules de l'ordre de $0,1 \mu$, on trouve déjà en appliquant la formule utilisée par M. Daval une adsorption possible de 21 m^3 et cette limite maximum monte à 210 m^3 pour un diamètre de $0,01 \mu$ (100 U. A.).

L'on voit qu'il ne faut pas attribuer aux micelles un diamètre beaucoup inférieur au dixième de μ pour retrouver l'ordre de grandeur (30 m^3 à la tonne) que nous avons relevé au cours de nos déterminations (1).

L'on ne peut donc voir aucune objection dans les calculs présentés par M. Gabriel J. Daval.

(1) Voir note 2 de la page 205.

NOTES DIVERSES

Note sur l'installation d'épuration pneumatique des charbonnages de Bonne-Espérance

par L. LEGRAND,

Ingénieur principal des Mines, à Namur.

Aux Charbonnages de Bonne-Espérance, une partie importante des poussières 0 à 5 mm. est transformée en noix d'anthracite ou boulets, le restant étant vendu à l'état brut.

Les difficultés d'écoulement de tels produits ont amené la Direction à étudier les moyens de diminuer la teneur en cendres.

Ce résultat eut pu être atteint par le traitement à l'eau qui permet d'obtenir des résultats pratiques voisins de ceux théoriques indiqués par les courbes de lavabilité mais qui, outre les inconvénients dus aux schlamms, oblige, pour ramener la teneur en humidité à 5 p. e., à employer des fours sécheurs coûteux d'installation, d'entretien et entraînant une consommation de combustible supérieure à la perte supplémentaire en charbons dans les schistes du traitement à sec.

Dans ces conditions, l'épuration pneumatique fut préférée.

* * *

C'est à la firme Coppée, concessionnaire pour la Belgique de la licence Bruay-Soulary, que fut confiée l'installation.

Le problème se pose de la façon suivante :

Traiter à l'heure 50 tonnes de poussier brut 0 à 5 mm., le dépoussiérer à 0,3 mm., épurer le 0,3 à 2 mm. et le 2 à 5 mm. et livrer les différents produits séparément ou recomposés.

* * *