

# XXVIII<sup>e</sup> Congrès International de Chimie Industrielle

Madrid, octobre 1955

Compte rendu par INICHAR

La Société de Chimie Industrielle, placée actuellement sous la présidence de M. F. Boudart, Président de l'Union Chimique Belge et de la Fédération des Industries Chimiques de Belgique, a organisé, comme chaque année, son Congrès International de Chimie Industrielle.

Celui-ci, le 28<sup>me</sup>, s'est tenu à Madrid du 23 au 31 octobre 1955.

Le Comité d'Organisation était présidé par le Dr. J. Abello Pascual, Président de l'Association Nationale de Chimie d'Espagne, et le Comité scientifique, par le Prof. Dr. Lora Tamayo, Directeur de l'Institut de Chimie « Calvo Sotelo » du Conseil Supérieur de la Recherche Scientifique.

En tête du numéro spécial de « Chimie et Industrie », édité à l'occasion du Congrès, le Dr. Rugarcia fait un exposé sur l'état actuel de l'industrie en Espagne et de l'industrie chimique en particulier, et le Dr. J.L. de la Ynfiesta définit l'organisation de la recherche technique.

Voici de brefs résumés de ces exposés.

L'Espagne est souvent considérée comme un pays encore essentiellement agricole. Cependant, les travaux économiques les plus récents ont montré que la valeur d'habitabilité agraire d'un hectare du territoire espagnol équivaut seulement à un peu plus de la moitié d'un hectare du territoire français, anglais ou allemand.

Il est donc évident que le mouvement démographique espagnol largement excédentaire et la faible rentabilité du sol exigent un processus d'industrialisation.

C'est en 1940 seulement que le vrai développement industriel de l'Espagne commence par la promulgation de lois fondamentales protégeant les industries nationales.

L'effet de ces lois est concrétisé dans le tableau I qui donne, par rapport à 1935 (indice 100), les indices actuels des principales productions industrielles.

De 1940 à 1954, 70.000 industries nouvelles, petites, moyennes et grandes ont été créées, dont 23 % pour l'alimentation, 18 % pour l'industrie chimique (1,8 milliard de capital actif), et 15 % pour les textiles.

Pendant la même période, le nombre de sociétés anonymes est passé de 4.000 à 10.000 et leur capital de 15 à 90 milliards.

Il existe actuellement en Espagne à peu près 7.500 industries exploitant au total plus de 12.000 usines et laboratoires de produits chimiques, dont 450 atteignent la catégorie des grandes industries et 4.500 celle des moyennes.

En 1953, pour un revenu national de 322,5 milliards, le revenu industriel s'élevait à 76,5 milliards, soit environ 24 % et le revenu de l'industrie chimique (valeur brute de la production, moins celle des matières premières, de l'énergie et des amortissements) à plus de 6,5 milliards.

Enfin, le tableau suivant donne l'importance relative des différentes branches industrielles en Espagne.

TABLEAU I.

	Indice		
Energie électrique	322	10.480.000 kW/h	Plan prévu pour atteindre 15.500.000 en 1958 et 22.500.000 en 1963. (Production belge : 9.000.000 kW/h).
Houille	159	10.000.000 tonnes	(Production belge : 30.000.000 tonnes).
Ciment	181	3.308.000 tonnes	
Acier	168	1.100.000 tonnes	
Zinc	302		Plan prévu pour doubler prochainement la production.
Etain	356		(Production belge : 5.000.000 tonnes).
Aluminium	381		
Cellulose papier	348		
Fibres textiles artificielles	1107		

Branches industrielles	% du revenu national
Textile	18,5
Alimentation	11,4
Chimie	11,2
Machinerie	10,9
Métallurgie et produits métalliques	9,8
Construction	8,9
Matériaux de construction	6,1
Electricité et gaz	3,9
Extraction de minerais	3,8
Extraction de charbon	3,4
Bois et liège	2,7
Chaussures	2,1
Imprimerie	2,0
Boissons	1,7
Cuir	1,6
Papier	1,4
Tabac	0,6
	<hr/>
	100,0

Pour les prochaines années, les efforts seront surtout portés sur la production de charbon, de ciment, d'acier, sur le raffinage du pétrole, sur les industries dérivées de l'acétylène et de la houille, les colorants, les matières plastiques, le caoutchouc synthétique et le guayule.

La recherche technique, ainsi que la recherche scientifique, sont centralisées par le Conseil Supérieur de la Recherche Scientifique, qui dépend lui-même du Ministère de l'Éducation Nationale.

Les travaux de recherche sont répartis en 4 « Patronats », parmi lesquels le « Patronat Juan de la Cierva » s'occupe de la recherche technique. Le Patronat développe sa mission, soit au moyen d'Instituts ou de Départements propres, soit en coordonnant des travaux d'autres instituts, soit encore en subventionnant des recherches pour des périodes de temps limités et pour des recherches sur des thèmes concrets.

Les Instituts qui dépendent du Patronat technique sont les suivants :

Institut de Fabrication d'Instruments scientifiques;  
Institut technique de la Construction et du Ciment;  
Institut National du Combustible comprenant l'Institut National du Charbon à Oviedo et l'Institut

National des Combustibles à Saragosse;  
Institut de la Graisse à Séville;  
Institut du Fer et de l'Acier à Madrid, Barcelone, Bilbao et Oviedo;  
Institut de la Soudure à Madrid et itinérant;  
Institut de Rationalisation du Travail;  
Institut d'Electronique;  
Département des Plastiques;  
Département de Chimie végétale à Valence;  
Section des Fermentations industrielles;  
Institut de Recherche sur la Pêche et de Biologie marine.

Le budget de ces recherches techniques est assuré pour 50 % par des subsides de l'État et pour 50 % par l'industrie sous forme de taxes assez minimes sur certains produits (fer, charbon, ciment et graisses).

L'esprit de la recherche technique a été excellemment défini par le Secrétaire général du Patronat quand il écrit : « Dans notre recherche technique, il peut arriver que, par une idée mal comprise de la fonction, elle suive la mauvaise pente de l'utilité immédiate qui, souvent, nous est indiquée par ceux qui vivent dans les milieux industriels. Mais, l'utilitarisme ne peut jamais être la directive d'un Institut de recherche. C'est l'esprit supérieur de la recherche qui doit être introduit dans les milieux techniques. Sans mépriser les problèmes du moment, n'oublions pas que rechercher n'est pas tellement faire des inventions que créer des connaissances ».

Le 28<sup>me</sup> Congrès International de Chimie Industrielle a réuni à Madrid quelque 1.200 participants, dont environ 300 français, 50 belges et des délégations allemande, américaine, anglaise, hollandaise, italienne et russe moins nombreuses, la majorité des congressistes étant évidemment espagnole.

Près de 400 communications ont été présentées dans 23 sections spécialisées siégeant dans 7 instituts différents.

Inichar a suivi les travaux de la section 6 qui s'intéresse plus particulièrement aux combustibles.

Cette section était présidée par M. D. Pintado-Fe, Directeur de l'Institut National du Charbon à Oviedo, assisté par M. le Prof. Dr. L. Rodriguez Pire, Professeur à l'Université d'Oviedo, Vice-Président, et de M. V. Hevia Rodriguez, Ingénieur à

TABLEAU II.

Teneur en M.V.	Dilatation maximum au dilatomètre	Classés	Menus et fines	Total	Appellation
> 34	< 2	831.000	1.000.000	1.831.000	Secas de Flama larga
30-44	2-4,5	331.000	364.000	695.000	Semi grasas de Flama larga a de gas
24-38	> 4,5	935.000	1.568.000	2.503.000	Grasas de fragua a intermedias entre las de gas y coque
16-27	> 2,5	512.000	1.193.000	1.705.000	Semi grasas de Flama corta a de coque
13-22	1,5-2,5	584.000	1.379.000	1.963.000	De Vapor
8-18	< 1,5	109.000	367.000	476.000	Secas de Flama corta y anthracitosas
Totaux Mixtes et schlamms		3.310.000	5.871.000	9.181.000	
Extraction totale				819.000	
				10.000.000	tonnes

I.N.C. remplaçant au secrétariat le Dr. J. R. Garcia Conde, chef de la section cokéfaction de l'I.N.C.

La situation générale de l'industrie charbonnière et de ses recherches a été décrite par le Président de la Section.

Le tableau II donne les quantités de charbons espagnols de différents types, extraits en 1954. Presque tous les charbons proviennent de l'Asturie et du Léon.

Si l'on compare cette production charbonnière à la production belge, on constate trois faits importants :

- 1) la catégorie des charbons anthraciteux, maigres et 1/4 gras, qui représentent 26 % de la production belge, n'atteint pas 5 % en Espagne;
- 2) la catégorie des charbons jeunes (plus de 28 % M.V.), qui atteint chez nous 22 %, constitue presque la moitié de la production espagnole;
- 3) les charbons dits à coke représentent chez nous une production d'environ 7.000.000 de tonnes; les charbons espagnols correspondants, seulement 1.500.000 tonnes.

De plus, il faut noter que la plupart des charbons espagnols sont nettement plus cendreuse que les charbons belges.

De cette analyse se dégagent les impératifs de la recherche technique espagnole sur le charbon.

Le laboratoire central y relatif est installé à Oviedo. Il est divisé en 4 sections : Chimie — Préparation — Transformation — Utilisation.

La section de chimie a pour objet la recherche, l'étude et l'établissement des normes d'analyse et de classification.

La section de préparation s'occupe des problèmes du lavage et de l'agglomération.

La section de cokéfaction s'attache au problème économique et technique le plus important, à l'heure actuelle, de l'industrie charbonnière espagnole : faire un bon coke avec la plus forte proportion possible de charbons indigènes. Se basant sur les résultats remarquables obtenus en France et en Allemagne par les procédés de préparation pétrographique des pâtes à coke, l'I.N.C. termine en ce moment sa première série d'essais sur des mélanges très divers de 3 catégories de charbons espagnols : du charbon à coke, de 17 à 22 % de M.V. et de dilatation > 2,5, broyé sélectivement à 3 mm, de charbon maigre, de 10 à 12 % de M.V., non agglutinant, broyé à 0,5 mm et de charbon à gaz, broyé sélectivement à 3 mm.

Ces essais ont été pratiqués par enfournement de séries de 9 caisses en fer d'une trentaine de kg chacune (dimensions : 30 × 30 × 40 cm), c'est-à-dire en quantité suffisante pour procéder à l'essai Micum sur le coke obtenu.

Les points représentatifs des différents mélanges sont portés sur un diagramme triangulaire donnant le % en poids des 3 charbons du mélange.

Plusieurs mélanges ont donné des valeurs Micum presque identiques. Si l'on joint les points représentatifs de ces mélanges, on établit une zone qui donne les fluctuations possibles d'un mélange type sans modification notable de la qualité du coke.

A cette échelle expérimentale, des résultats remarquables ont été obtenus avec les charbons espagnols. Alors que, précédemment, dans le meilleur des cas, les coques obtenus étaient encore tout à fait médiocres (Micum + 40 = 46), l'I.N.C. est arrivé récemment à une valeur du M + 40 de 72.

Ces résultats expérimentaux ont justifié la mise à l'étude du problème sur le plan semi-industriel. C'est pourquoi l'I.N.C. vient de faire l'achat d'une petite cokerie expérimentale d'une capacité totale de 40 tonnes/heure (valeur 40.000.000 FB).

Grâce à ces recherches, l'Espagne peut espérer acquérir d'ici quelques années une autonomie presque complète, en ce qui concerne le coke sidérurgique.

\* \* \*

Les autres communications du Congrès se rapportant aux combustibles, peuvent se grouper en deux parties; l'une ayant trait aux lignites, l'autre aux charbons proprement dits.

Les gisements de lignites sont très abondants en Espagne. Leur extraction et leur utilisation représentent un facteur économique important qui a justifié la construction d'un Institut de recherche particulier à Saragosse.

Ces lignites sont malheureusement très cendreuse et leur teneur en soufre atteint parfois 12 %. Nous donnons seulement ici les titres des communications se rapportant à ce combustible; ces communications révèlent les préoccupations des chercheurs dans ce domaine :

*Composition des gaz de pyrolyse des lignites*, par J. Auria Arburies et V. Gomez Aranda.

*Analyse du soufre dans les lignites espagnols*, par J. Auria Arburies et V. Gomez Aranda.

*Analyse immédiate des lignites espagnols*, par F. Gonzalez Sanchez et V. Gomez Aranda.

*Détermination rapide des cendres par combustion en atmosphère d'oxygène*, par R. Isabal Gracia et F. Gonzalez Sanchez.

\* \* \*

Un exposé se rapportait à la fois aux lignites et aux charbons. Il s'agit de la « *Détermination rapide de l'humidité des combustibles solides en étuve semi-automatique, avec courant d'air* », par M. Pilar Chavarria Domingo et F. Gonzalez Sanchez.

Le problème traité par les auteurs est de trouver une méthode industrielle rapide de détermination de l'humidité sur un grand nombre d'échantillons. Cette méthode doit être plus expéditive que la méthode standard internationale.

La méthode proposée est l'étude Brabender semi-automatique avec dessiccation par courant d'air et qui permet de traiter 10 échantillons à la fois. Le tableau suivant donne quelques résultats pour des lignites aragonais.

Teneur en M.V.	Teneur en cendres	Teneur en C fixe	Humidité
42,70	22,82	27,19	7,19
29,43	20,78	42,33	7,46
31,24	13,37	44,60	9,79
26,80	19,97	37,78	15,45
29,63	13,31	39,38	17,68

*Comparaison des résultats avec ceux des autres méthodes.*

Pour des combustibles ayant jusqu'à 20 % d'humidité, les résultats sont inférieurs à ceux de la méthode au xylol et supérieurs à ceux de la méthode par dessiccation à 105° C.

Par exemple	C 1	C 2
Xylol	7,19 %	17,68
Étuve Brabender	6,49	16,92
Étuve ordinaire	5,81	16,07
Déviations standard pour certains % d'humidité :		
pour 10,18 %	0,076	
18,81	0,084	
9,61	0,022	

Déviations limites pour des échantillons ayant de 1 à 20 % d'humidité : dans 95 % des cas :  $\pm 0,10$ .

\* \* \*

*Le degré d'humidité des charbons, paramètre de base pour leur classification,* par L. Rodriguez Pire et J. Escudero Fernandez.

Ce travail consiste en une étude comparative du classement de 77 charbons espagnols de plus de 30 % de M.V., d'une part, d'après la norme internationale proposée par la Commission Economique pour l'Europe (pouvoir calorifique) et, d'autre part, par le degré d'humidité. Sur les 77 charbons, 64 se sont parfaitement classés par le degré d'humidité, les 13 autres ont donné un classement très approximatif qui pourrait s'expliquer par les erreurs expérimentales dues à l'établissement de l'équilibre à l'air.

La classification des charbons espagnols par le pouvoir calorifique est rendue très difficile du fait de la très forte teneur en cendres de ces charbons.

L'humidité semble donc pouvoir constituer un critère de classement suffisant.

*Expériences espagnoles sur la cokéfaction des charbons espagnols de bas rang,* par J. R. Carcia-Conde, Cenal.

Ces expériences ont été décrites plus haut.

*Recherches espagnoles sur la pétrographie des charbons espagnols* par V. Hevia Rodriguez.

L'auteur présente, en même temps, 3 communications. L'une se rapporte à la réunion à Liège du Comité International de Pétrologie du Charbon; les deux autres, à une adaptation très ingénieuse du microscope stéréoscopique à la microphotographie et à l'examen avec immersion d'huile des charbons en lumière réfléchie.

Une source lumineuse remplace l'un des oculaires et envoie ses rayons à travers l'objectif correspondant sur la surface polie.

Les rayons sont réfléchis à travers le second objectif et l'image est visible au deuxième oculaire ou dans une chambre photographique adaptée sur ce deuxième oculaire. Pour travailler à l'immersion, il suffit de placer sur la goutte du liquide d'immersion un verre plan parallèle très mince, orienté perpendiculairement à l'axe optique.

La surface polie doit être orientée suivant une inclinaison convenable.

Le principal avantage de cette méthode est d'obtenir, avec des moyens très simples, une très bonne image à faible grossissement, à sec et à l'immersion.

Enfin, l'auteur signale une proposition très concrète de la délégation espagnole à la Commission de Nomenclature du Comité International de Pétrologie des Charbons.

Cette proposition se rapporte à la détermination et au classement rapide des principaux constituants pétrographiques (microlithotypes) dans les analyses techniques des charbons.

\* \* \*

*Sur la détermination de l'hydroréactivité des coques,* par H. Guerin et M. Moutach.

La détermination de l'hydroréactivité du coke est plus difficile à réaliser que celle de la carboxyréactivité par le fait qu'il faut faire passer sur le coke un courant de vapeur d'eau régulier et continu. Les méthodes de saturation d'un courant d'azote ou celle des ballons adiabatiques manquent de régularité.

Le Professeur Guerin propose de faire passer un courant de vapeur dans un capillaire dont les extrémités sont maintenues à pression constante. Grâce à ce système, il peut faire passer, avec une précision de 2 %, des courants de 0,2 à 20 g de vapeur d'eau par heure.

Les variations de la réactivité sont calculées en fonction de l'usure du coke, car la connaissance de la réactivité initiale est insuffisante pour classer un coke.

La durée de l'essai est donc assez longue.

Les essais ont porté sur des échantillons de 10 cc de coke, dans un courant d'azote de 3 l/heure et 5 g/heure de vapeur d'eau, jusqu'à usure de 70 % du coke. Les résultats de l'hydroréactivité sont exprimés par 2 paramètres :

- 1) la vitesse de gazéification du coke (jusqu'à 70 %),
- 2) le pourcentage d'eau transformée, ramené à 1 g de coke, ou *taux de décomposition spécifique*.

Les courbes obtenues par les 2 paramètres sont très semblables. Elles indiquent en général, au départ, un accroissement, puis une longue période de stabilisation et, enfin, une diminution de l'hydroréactivité.

Du point de vue analytique, l'auteur procède par absorption en lumière infra-rouge et peut ainsi suivre la réaction de façon continue.

Les recherches en cours ont porté, jusqu'à présent, sur l'étude du phénomène de l'hydroréactivité.

Les auteurs n'ont pas encore essayé d'établir un classement quelconque des coques ou une comparaison entre leur hydroréactivité et leur comportement au haut fourneau.

\* \* \*

Pour terminer, nous signalons une conférence plénière de M. Letort, Professeur à l'Université de Nancy, sur

### Le Mécanisme de la pyrolyse et de l'oxydation des vapeurs organiques.

Dans cette conférence, le professeur Letort décrit les travaux de son laboratoire sur la pyrolyse et l'oxydation de l'acétaldéhyde. Il met en évidence le fait que l'oxygène joue un rôle catalytique très important dans la réaction : 1/100.000<sup>me</sup> d'oxygène double la vitesse de décomposition; 3 à 4.000 molécules sont décomposées par molécule d'oxygène présente.

De plus, la présence d'oxygène abaisse fortement la température du seuil de la pyrolyse (de 450° C à 150° C).

Les résultats permettent de relier le mécanisme de pyrolyse à celui de l'oxydation lente.

Les résultats obtenus démontrent que la pyrolyse implique un mécanisme de réactions en chaîne. Le phénomène global peut être saisi par l'analyse des produits finaux, mais les étapes particulières (initiation, transfert, propagation et rupture) peuvent aussi être mises en évidence par des facteurs spéciaux, par exemple, des inducteurs, des sensibilisateurs, l'identification des radicaux libres, les traces des produits accessoires dans les produits finaux, etc.

L'ensemble des renseignements sur la réaction conduit à écrire un schéma cinétique de la réaction. L'établissement de ce schéma est rendu possible en considérant a priori tous les schémas cinétiques expérimentaux de la pyrolyse pure, de la pyrolyse induite et de la photolyse.

\* \* \*

A l'issue des journées consacrées aux communications, aux conférences plénières et aux réunions du Comité scientifique et technique du Congrès, plusieurs excursions ont été organisées. Elles ont permis aux congressistes de visiter notamment :  
la Compagnie Espagnole de Pénicilline, à Aranjuez;  
l'Institut National de l'Industrie, à Puertollano : distillation de schistes bitumeux et obtention de carburants et lubrifiants;  
la Fabrique Nationale de Monnaie et de Timbre, à Burgos : usine à papier;  
les Industries chimiques de Luchana, à Bilbao : engrais azotés;  
les Etablissements « Unquinesa », à Bilbao, chimie organique et minérale.