

Deuxième Conférence Internationale sur la Science des Houilles

VALKENBURG (Pays-Bas), 1^{er} au 4 MAI 1957

Compte rendu par INICHAR (suite) (*)

D. — Etudes de base de la carbonisation des houilles

LE COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DES CHARBONS DU BASSIN DE RASA

par B. LAVRENCIC.

Institut de Chimie « Boris Kidric », Ljubljana (Yougoslavie).

Les houilles de Rasa se divisent en quatre types d'après leur comportement rhéologique.

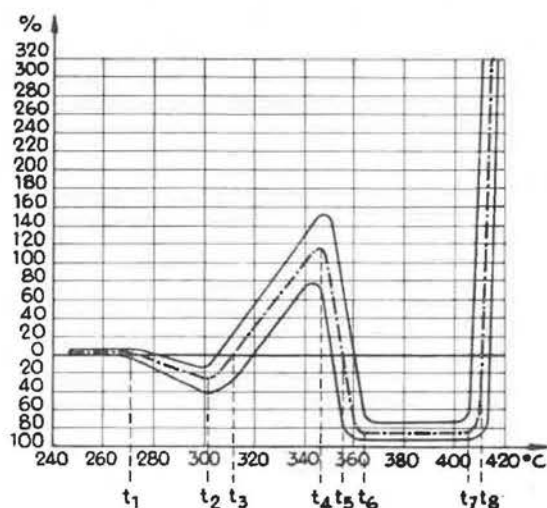


Fig. 24. — Courbes dilatométriques (appareil d'Hoffmann) de charbon de Rasa.

Températures caractéristiques :

- t_1 : température de début de ramollissement
- t_2 : température de contraction primaire maximum
- t_3 : température de début de dilatation primaire
- t_4 : température de dilatation primaire maximum
- t_5 : température de début de contraction secondaire
- $t_6 - t_7$: température de contraction secondaire maximum
- t_8 : température de début de dilatation secondaire.

La figure 24 montre le comportement d'un charbon de Rasa normal (type 1) au dilatomètre de Hoffmann.

Les températures caractéristiques ont été numérotées de 1 à 8. La seconde contraction est surtout typique; elle peut correspondre à la pénétration du piston dans la masse écumeuse devenant de plus en plus fluide. Les auteurs considèrent la seconde dilatation comme un effet de la pression d'expansion dans cet intervalle.

La figure 25 représente les courbes dilatométriques, suivant Hoffmann, des quatre types de charbon. Dans le type 2, quelques températures (t_1 à t_6) se

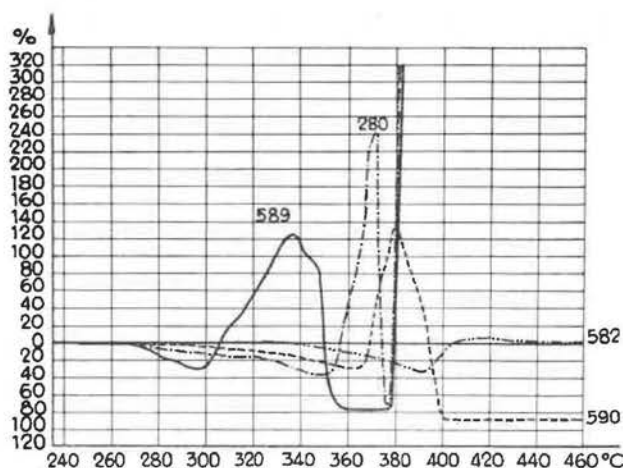


Fig. 25. — Courbes dilatométriques (appareil d'Hoffmann) de quatre types de charbon de Rasa, n° 589 - type 1, n° 280 - type 2, n° 590 - type 3, n° 582 - type 4.

(*) La première partie de cet article est contenue dans le numéro d'octobre 1957 des A.M.B.

déplacent vers la droite. Dans le type 3, la dilatation secondaire fait défaut.

Dans le type 4 manque en outre la contraction secondaire. Dans les trois premiers types, la dilatation maximum n'est pas caractéristique, mais bien les températures t_3 et t_5 .

En rapport avec ces 4 types de charbon, l'auteur synthétise et interprète les données qu'il a pu recueillir sur le comportement des thermobitumes au cours de la pyrolyse.

Dans les houilles du type 1 et 2, le ramollissement commence bien en dessous de 300° , soit à quelque 100° en dessous de la température de ramollissement des charbons à coke courants. A ces faibles températures, le thermobitume ne se décompose que lentement et ainsi sa concentration augmente au fur et à mesure de l'élévation de la température pour accroître la fluidité de la masse. Les essais à la

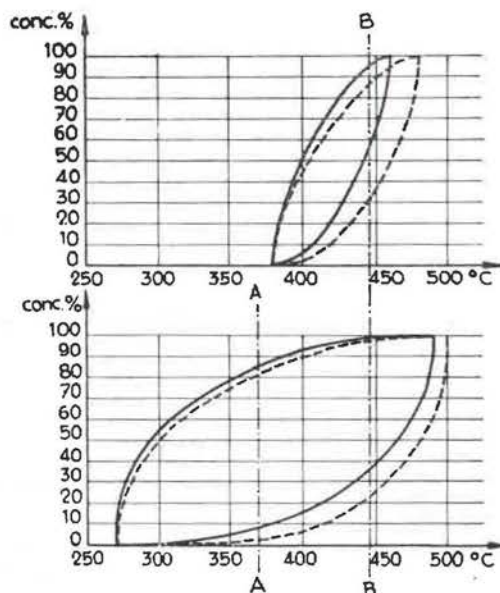


Fig. 26. — Représentation schématique de la formation et de la décomposition des thermobitumes d'un charbon à coke (diagramme supérieur) et de charbon de Rasa des types 1 et 2 (diagramme inférieur).

thermobalance montrent que c'est vers $400-420^\circ$ seulement que la vitesse de décomposition du thermobitume s'accroît notablement. A partir de ce moment, la viscosité du liquide écumeux s'accroît continuellement par l'augmentation du nombre de particules resolidifiées. Par suite de la forte concentration en thermobitume, la décomposition de ce dernier se prolonge jusque vers 480° , température à laquelle la masse redurcit.

Le diagramme supérieur de la figure 26 se rapporte à un charbon à coke normal. La courbe supérieure représente la formation du thermobitume, la courbe inférieure sa décomposition. Les courbes similaires en trait interrompu se rapportent à une vitesse de chauffe plus élevée.

Le diagramme inférieur de la figure concerne le thermobitume des charbons de Rasa du type 1 et 2.

On voit que la concentration en bitume des charbons de Rasa est déjà maximum à la température A, température à laquelle le charbon à coke ne montre pas encore de bitume. La chauffe accélérée produit dans le charbon à coke un accroissement notable de la concentration en bitume et une élévation de sa température de redurcissement ; la même remarque vaut pour le charbon de Rasa.

Pour les charbons de Rasa du type 3 et 4, les courbes relatives au thermobitume se présentent comme pour un charbon à coke, avec cette différence toutefois que le début et la fin de la formation du bitume sont abaissés de quelque 100° .

L'auteur a étudié l'incidence des matières minérales sur le comportement rhéologique des charbons de Rasa : L'addition de Montmorillonite à surface active diminue la dilatation, tandis que l'élimination de la pyrite conduit à son accroissement, mais dans une mesure qui ne peut expliquer la différence entre les types 1 et 4.

Le tableau 6 montre les résultats de l'analyse élémentaire des quatre types de charbon de Rasa ainsi que d'un charbon de Secovlje, équivalent du point de vue géologique, mais non cokéfiant.

TABLEAU VI.

Echantillons	Types	Analyse élémentaire (sur sec sans cendres)					
		C	H	N	S	O	C+N+S
1. Rasa :							
R 44	1	79,0	5,6	1,7	11,0	2,7	91,7
R 22	2	78,2	6,0	1,4	11,0	3,4	90,6
R 36	3	76,6	5,4	1,4	11,3	5,3	89,3
R 25	4	76,5	5,4	1,2	9,6	7,3	87,5
2. Secovlje							
	—	70,7	5,5	0,9	11,2	11,7	82,8

Du type Rasa 1 à 4, on constate une diminution du carbone et surtout de l'azote. Dans le type 1, l'azote est, sans exception, toujours supérieur à 1,5 %, tandis que dans les autres types, il peut descendre jusque 0,8 %.

Il est remarquable que, dans la succession des types de charbons repris au tableau 6, la somme C + N + S descend continuellement. Les charbons dont la somme précitée s'approche de 91-92 % ont le pouvoir cokéfiant le plus élevé. La teneur de 91 à 92 % est précisément celle que l'on

trouve dans les charbons à coke normaux les plus plastifiables (C = 89-90 % & N + S ~ 2-2,5 %). Mais, pour une même valeur de la somme C + N + S, ce sont ceux qui ont la plus faible

valeur pour le rapport $\frac{N + S}{C + N + S}$ qui présentent la température de ramollissement la plus basse. D'après l'auteur, le comportement rhéologique différent des divers types de charbon de Rasa peut ainsi s'expliquer par la composition élémentaire.

LA CARACTERISATION DES MELANGES A COKE

par D.W. van KREVELEN, H.A.G. CHERMIN, H.N.M. DORMANS et F.J. HUNTJENS

Laboratoire central des Mines d'Etat, Pays-Bas.

Les auteurs précisent d'abord les règles à observer pour la préparation des mélanges à coke :

- a) le mélange doit être homogène ;
- b) la courbe granulométrique du mélange doit favoriser un bon remplissage ;
- c) les « inertes », non plastifiables, doivent être broyés très finement ;
- d) l'intervalle de plasticité du mélange doit être suffisamment étendu et le degré de plastification, lui-même, doit avoir une valeur bien déterminée ;
- e) dans la phase plastique, le boursoufflement doit être assez accentué pour que les particules puissent se souder ;
- f) un degré de fissuration acceptable du semi-coke formé implique une température de resolidification aussi élevée que possible et une contraction aussi faible que possible.

Les trois premières exigences peuvent être satisfaites par la technique du broyage sélectif. Les trois dernières sont à satisfaire par un choix judicieux des qualités de charbon. L'ensemble de ces facteurs régit la qualité du coke, c'est-à-dire son homogénéité, sa granulométrie, sa résistance (à la chute et à l'abrasion), de même que sa structure poreuse.

L'étude des auteurs se limite aux exigences d, e, et f, relatives aux charbons constitutifs des mélanges.

Un bon mélange à coke donne une teneur en matières volatiles moyenne de 20 à 25 % et un intervalle de plasticité de 100° environ. Au dilatomètre d'Audibert-Arnu, sa dilatation maximum en % de la hauteur initiale du crayon est de 40 à 90 %.

La vitrinite est l'élément déterminant d'un mélange à coke.

La figure 27 montre comment, dans diverses vitrinites, varient en fonction de leur degré d'évolution le boursoufflement, l'intervalle de plasticité, la

température de resolidification et le coefficient de contraction. Tenant compte de tous ces facteurs, on

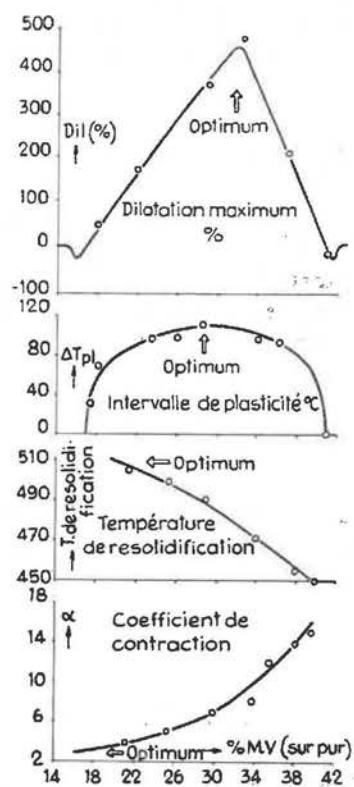


Fig. 27. — Les paramètres principaux des vitrinites en ce qui concerne la cokéfaction.

remarquera qu'un compromis conciliant les diverses exigences situe vers 25,5 % la teneur en matières volatiles optimum du point de vue des propriétés cokéfiantes.

La figure 28 montre des histogrammes de composition de mélanges à coke et les résultats du Shat-

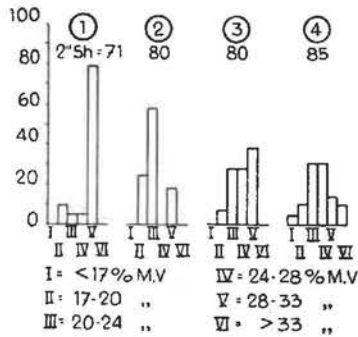


Fig. 28. — Histogrammes de composition de mélanges à coke et résultats du Shatter-Test des coques correspondants.

ter-test des coques correspondants. Entrent ici en ligne de compte :

- 1) la teneur moyenne en matières volatiles. Elle est de $\pm 24\%$ pour un four normal. La densité de chargement (sur sec) est de 700 kg/m^3 , sans pilonnage (1) ;
- 2) les courbes de répartition des teneurs en matières volatiles.

Il apparaît qu'une courbe de répartition symétrique est avantageuse, ainsi que la présence de vitrinites de comportements plastiques différents.

* * *

De tout ceci il résulte qu'une détermination importante à effectuer, sur les mélanges à coke, est la détermination du pourcentage des constituants de divers degrés d'évolution.

La détermination est basée sur la mesure du pouvoir réflecteur. Celui-ci varie en fonction du degré d'évolution comme le montre la figure 29.

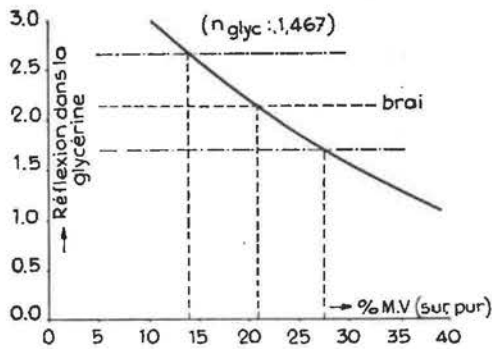


Fig. 29. — Détermination du pouvoir réflecteur, dans la glycérine, en fonction du degré d'évolution des houilles ($n_{\text{glyc.}} 1,467$).

Les auteurs ont observé que le pouvoir réflecteur du brai (2,13 %) correspond à celui de la vitrinite d'une houille à 21 % de matières volatiles. Dans une préparation en grains enrobée avec du brai, les vitrinites à plus de 21 % de matières volatiles

(1) Le pilonnage peut porter la densité de chargement à 1000 kg/m^3 ; dans ce cas, la teneur moyenne en matières volatiles peut se situer beaucoup plus haut.

apparaissent donc plus foncées que les vitrinites à moins de 21 % de matières volatiles.

On peut augmenter les possibilités de différenciation en mettant dans le champ de l'image du microscope une plaque de verre dont une moitié absorbe 20 % de lumière de plus que l'autre moitié. La réflexion du brai tombe ainsi de 2,13 % à 1,70 %. Une réflexion de 1,70 % correspond à une vitrinite à 28 % de matières volatiles.

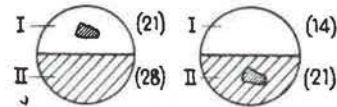


Fig. 30. — Détermination pétrographique des divers types de houilles.

La situation à la figure 30 a est ainsi la suivante. Le grain qui se trouve dans la moitié I peut être comparé avec le brai de cette moitié, brai correspondant à une vitrinite de 21 % de matières volatiles. Elle peut aussi être comparée avec le brai de la moitié II qui correspond à une vitrinite de 28 % de matières volatiles. On peut ainsi dire si le grain de vitrinite considéré a moins de 21, entre 21 et 28, ou plus de 28 % de matières volatiles. Si on glisse le grain dans la moitié II (fig. 30 b) sa propre réflexion est diminuée de 20 %. Le brai a maintenant, par rapport au grain examiné, un pouvoir réflecteur d'une vitrinite de 14 % de matières volatiles.

Le grain examiné peut ainsi être classé dans les vitrinites ayant moins de 14, entre 14 et 21, entre 21 et 28 ou plus de 28 % de matières volatiles.

Si l'on connaît en outre la teneur totale du mélange en inertes (micrinite, semi-fusinite, fusinite et matières minérales), de même que la teneur en exinite, on dispose de toutes les données permettant de juger le mélange et d'établir l'histogramme d'évolution.

* * *

Une autre détermination importante à effectuer sur les mélanges est la détermination dilatométrique.

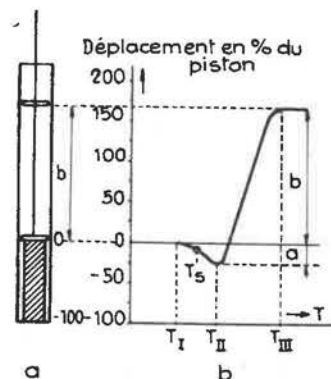


Fig. 31. — Courbe dilatométrique du dilatomètre Audibert-Arnu.

Les auteurs ont utilisé le dilatomètre Arnudibert ; ils ont opéré à la loi de chauffe de 3°/min. Comme températures caractéristiques, ils retiennent la température de début de ramollissement, T_I, la température de début de boursoufflement, T_{II}, et la température de fin de boursoufflement, T_{III}. Ils retiennent également l'amplitude de contraction, *a*, et l'amplitude maximum de boursoufflement, *b*.

La grandeur *b* est caractéristique d'un charbon et en particulier de ses macéraux.

L'ensemble des macéraux désignés sous le nom d'inertinite ne donnent pas de ramollissement, mais tout au plus une légère contraction de dégazage.

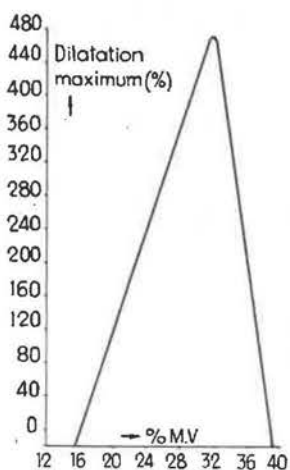


Fig. 32. — Dilatation maximum de vitrinites pures de divers degrés d'évolution.

Les grandeurs *b* de vitrinite de degrés d'évolution différents donnent la courbe de la figure 32. Cette courbe est reproductible, à condition d'utiliser de la vitrinite tout à fait pure et fraîche. L'oxydation réduit la dilatation maximum ; il en est de même d'additions d'inertinite et de matières minérales.

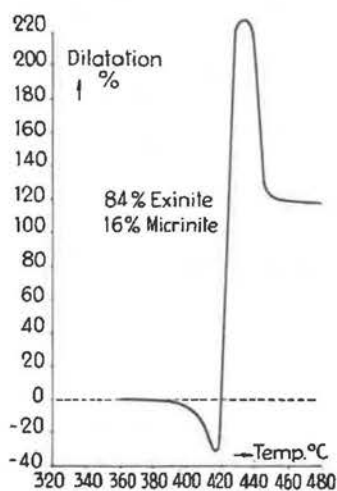


Fig. 33. — Courbe dilatométrique d'une fraction de charbon riche en exinite.

Les exinites, par leurs teneurs élevées en matières volatiles, donnent généralement une masse tellement écumeuse que les indications dilatométriques ne sont pas ou ne sont guère reproductibles. Les courbes de fractions riches en exinite sont caractéristiques : après la dilatation maximum survient une contraction due à l'affaissement de la masse écumeuse.

D'une façon générale, les expansions dilatométriques ne sont pas additives dans le cas de mélanges.

A ce sujet, les auteurs considèrent :

- 1) que la contraction dilatométrique maximum, *a*, constitue une mesure peu adéquate ;
- 2) qu'il y a lieu de retenir une dilatation en volume (*Z*), comptée à partir du moment où l'espace annulaire entre le crayon de charbon et la paroi du dilatomètre a été rempli par la masse ramollie.

Le volume compris entre le fond du dilatomètre et la partie inférieure du piston étant 100 au départ, l'espace annulaire est 45. La dilatation réelle en volume, *Z*, devient ainsi

$$Z = \frac{b + 45}{55} \times 100 \% \quad [1]$$

La figure 34 montre pour des mélanges binaires, les courbes dilatométriques expérimentales et les dilatations vraies calculées.

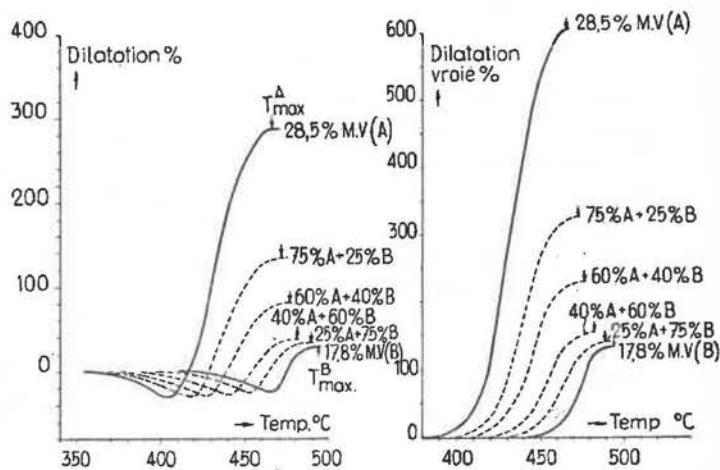


Fig. 34. — Courbes dilatométriques (Audibert-Arnudibert) et dilatations vraies calculées de mélanges binaires.

Du point de vue de l'étude des mélanges, le cas le plus simple se présente quand il s'agit de mélanges de vitrinites thermoplastiques avec des matières inertes telles que des vitrinites non plastifiables, c'est-à-dire de moins de 14 ou de plus de 40 % de matières volatiles, de fusinites, de micrinites et de matières minérales. L'expérience montre que la dilatation de l'ensemble des vitrinites thermoplastiques

est influencée de la même façon par toutes les inertinites.

Pour une fraction d'inertinite de x_i , une fraction de vitrinite thermoplastique de $x_A (= 1 - x_i)$ et une dilatation maximum de Z_0 de la vitrinite pure, le maximum de la dilatation « vraie » en volume peut être calculé comme suit :

$$Z = x_A Z_0 \varphi_i = (1 - x_i) Z_0 \varphi_i \quad [2]$$

Dans cette formule, φ_i est la fonction caractéristique représentant l'incidence des composants inertes sur la dilatation (fig. 35).

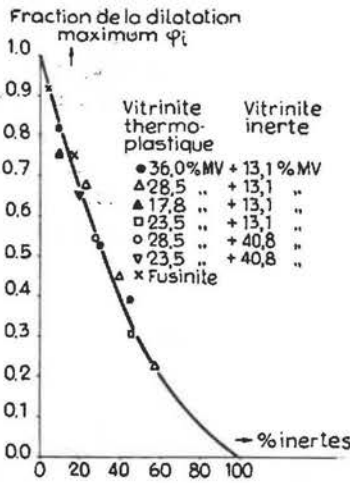


Fig. 35. — Incidence des composants inertes sur la dilatation d'une vitrinite.

Soit le cas de deux vitrinites A et B, dont A a une température de ramollissement basse et B une température de ramollissement élevée. Dans ce cas, B se comporte, avant son ramollissement, comme un inerte vis-à-vis de A. Quand B commence à se plastifier, la dilatation résiduelle de A et la dilatation de B sont additives. En ce qui concerne la température effective de ramollissement (T_s), il y a lieu de retenir la température à laquelle la courbe dilatométrique expérimentale accuse une contraction de 10 %. L'expérience a montré que cette valeur, par elle-même arbitraire, donne les meilleurs résultats.

La température à laquelle, pour un mélange de deux vitrinites plastifiables, se produit la dilatation maximum, peut dans la plupart des cas être calculée par interpolation entre les températures correspondantes des constituants purs.

En résumé, la courbe dilatométrique d'un mélange constitué des fractions x_A et x_B s'obtient de la façon suivante :

a) à partir des courbes dilatométriques expérimentales de A et B, on établit les courbes correspondantes des dilatations « vraies » en volume (cfr formule [1]) :

b) on calcule la température de ramollissement effective de B (T_s^B) ;

c) on calcule les températures de dilatations maxima du mélange

$$T_{III}^M = x_A T_{III}^A + x_B T_{III}^B$$

d) On calcule la dilatation maximum du mélange.

Jusqu'à la température T_s^B , seul le constituant A se ramollit et B est à considérer comme inerte ; la formule [2] s'applique.

Dans l'intervalle de T_s^B à T_{III}^M , la dilatation résiduelle de A et la dilatation de B sont additives (fig. 36). La dilatation maximum observée à T_{III}^M est

$$Z_{max}^M = Z_{(T_s^B)}^M + x_A [Z_{max}^A - Z_{(T_s^B)}^A] + x_B Z_{(T_{III}^M)}^B$$

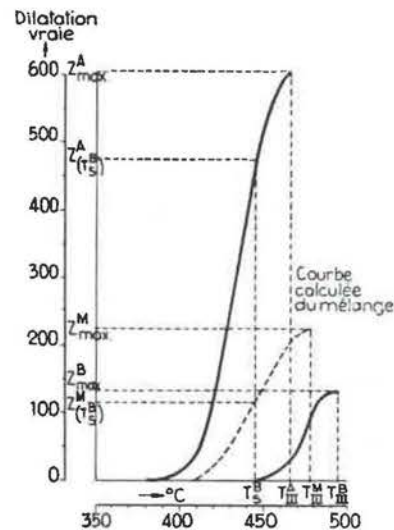


Fig. 36. — Courbe dilatométrique calculée d'un mélange à 60 % A + 40 % B (A : 28,5 % M.V.; B : 17,8 % M.V.).

Dans cette relation

$$Z_{(T_s^B)}^M = Z_{(T_s^B)}^A \cdot x_A \cdot \varphi_{xB}$$

Dans les limites de reproductibilité, les courbes calculées correspondent avec les courbes expérimentales.

La figure 37 montre pour quelques mélanges binaires de vitrinites les dilatations maxima calculées (les courbes tracées) et mesurées (les points). En général, il y a une très bonne correspondance.

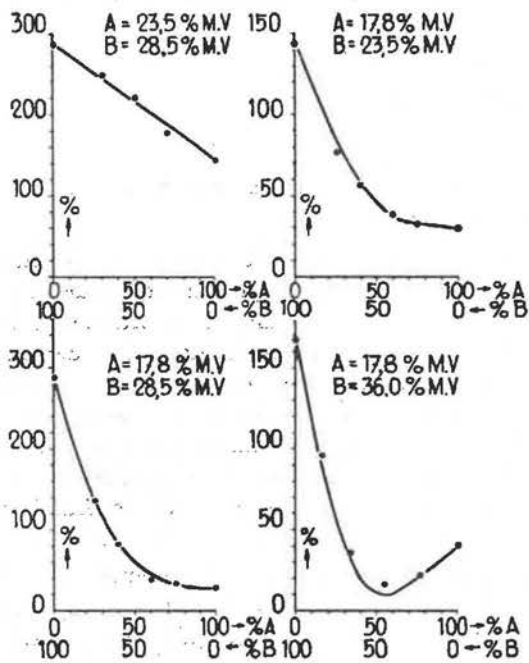


Fig. 37. — Dilatations maxima de quelques mélanges binaires de vitrinites.

Le tableau 7 montre les résultats calculés et expérimentaux pour des mélanges à cinq constituants. Pour le calcul, on part du constituant qui se plastifie en premier lieu, le reste étant considéré comme inerte. On poursuit en retenant ensuite successivement chacun des autres constituants.

Les auteurs terminent en comparant les dilatations de mélanges à cinq composants.

Dans une première série de mélanges, la teneur en matières volatiles moyenne des constituants était de 24 % (fig. 38 a). Dans une seconde série (fig. 38 b), la teneur en matières volatiles moyenne était de 28 %. Les figures 38 a et b montrent que, d'une façon générale, les meilleures dilatations ($b = \pm 60$) s'obtiennent quand les vitrinites thermoplastiques sont réparties de façon aussi égale que possible et que la teneur éventuelle en inertinite n'est pas trop élevée.

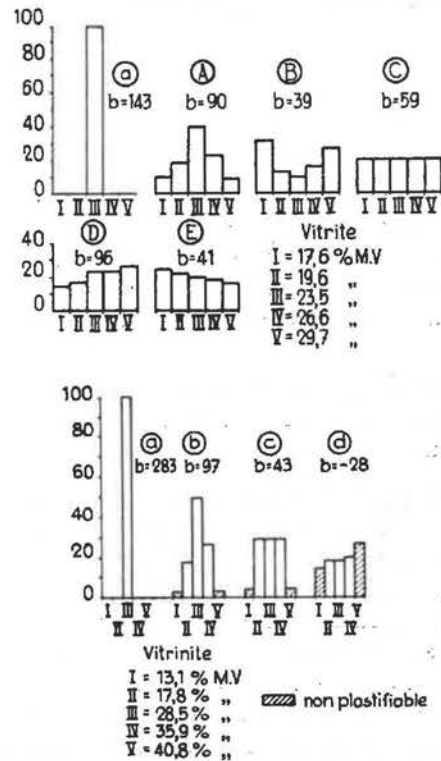


Fig. 38a et b. — Dilatations de mélanges à cinq composants.

TABLEAU VII.
Mélanges de cinq composants.

a) Composants

N°	Mat. Volat. %	Dilatation maximum %
I	17,6	0
II	19,6	39
III	23,5	143
IV	26,6	275
V	29,7	261

b) Mélanges.

Mélanges	Composition %					Dilatation max.	
	I	II	III	IV	V	mesurée	calculée
A	10	18	40	22	10	90	92
B	31	13	10	17	29	39	28
C	20	20	20	20	20	59	55
D	14	16	23	22	25	96	89
E	24	22	20	18	16	41	37

RECHERCHES CHIMIQUES CONCERNANT LE RAMOLLISSEMENT DES CHARBONS COKEFIANTS

par I.G.C. DRYDEN et K.S. PANKHURST

B.C.U.R.A., Leatherhead (Grande-Bretagne).

D'après les auteurs, le point essentiel en ce qui concerne le mécanisme de la cokéfaction est de savoir pourquoi un groupe relativement peu étendu de charbons, de degré d'évolution moyen, présentent, seuls, au degré maximum, la plasticité thermique.

Des travaux antérieurs d'Illingworth et des laboratoires de B.C.U.R.A., on peut, en résumé, retenir ce qui suit :

Quand un charbon à coke est soumis à une « carbonisation de choc » (shock carbonised), dans l'azote, jusqu'à une température comprise entre 300 et 450°, ce charbon, refroidi rapidement et broyé, donne à l'extraction au chloroforme un extrait pouvant atteindre jusqu'à 10 % du poids de charbon mis en œuvre. Le chloroforme est le meilleur solvant pour départager la matière soluble formée pendant la carbonisation et celle présente initialement dans le charbon.

mollissement. Des charbons non cokéfiant ne donnent pas d'extrait.

Quand après le chauffage de choc, le charbon est maintenu vers 400°, pendant quelques heures, le rendement en extrait diminue rapidement ; il devient très faible après 15 h. La partie de matière soluble qui subsiste dans ces conditions est au surplus de nature différente de celle obtenue après des durées de chauffage très faibles ; elle a, par exemple, une teneur moins élevée en groupements hydroxyles phénoliques. Les méthodes opératoires relatives à ces essais sont décrites dans la littérature.

On sait que le charbon se présente sous forme d'une structure poreuse avec des solutions de continuité de l'ordre de 10 Å jusqu'à un μ . Dans ces conditions, il est évident que le degré de ramollissement doit dépendre d'une certaine relation entre la quantité totale de matière fusible produite et la quantité qui imprègne le système capillaire. L'étude de cette relation est actuellement en cours.

* * *

Ces rappels étant faits, les auteurs passent à la description de quelques observations récentes :

Le charbon cokéfiant mis en œuvre était un nouvel échantillon de charbon D 13 dont les résultats d'analyse sur matière sèche exempte de matières minérales (Parr) sont : C 89,7 % ; M.V. 26,1 % ; B.S. Swelling number 8 1/2.

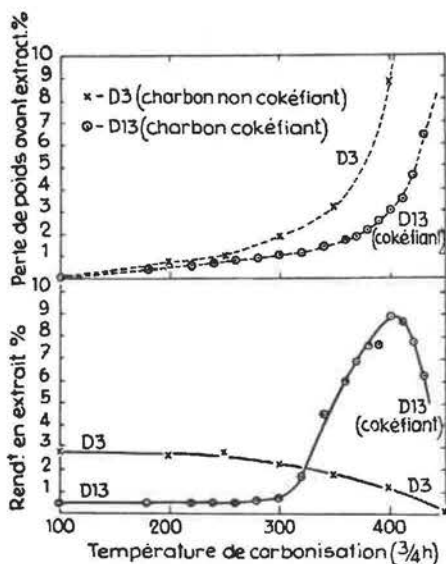


Fig. 39. — Variations, en fonction de la température de carbonisation (durée de carbonisation : 45 min), des pertes de poids avant extraction du semi-coke au chloroforme (diagramme supérieur) et des rendements en extrait (diagrammes inférieur) de charbons cokéfiant et non cokéfiant (I.G.C. Dryden et K.S. Pankhurst : Fuel, 1955, 364).

La matière solubilisée est à peu près fluide à 300° et ressemble au charbon d'après l'examen en lumière infrarouge. Il a été établi qu'elle est l'agent de plastification causant le ramollissement du charbon. Le rendement maximum en extrait est obtenu après chauffage du charbon jusqu'au point de ra-

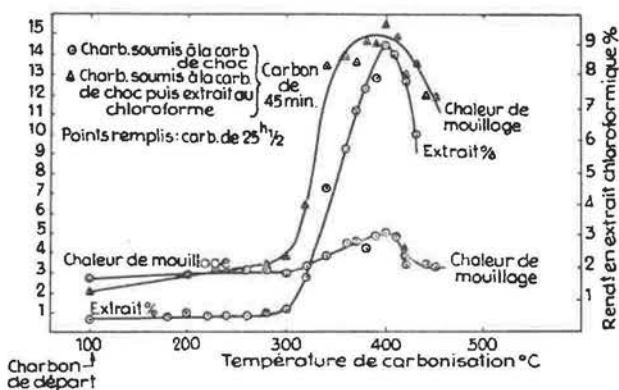


Fig. 40. — Rendements en extrait et chaleur de mouillage de charbon carbonisé, avant et après extraction au chloroforme.

Le diagramme de la figure 40 montre qu'après extraction au chloroforme la chaleur de mouillage du charbon carbonisé pendant 45 min. présente un pic très marqué à la température à laquelle s'obtient le maximum d'extrait. Ce pic est environ quatre fois plus haut que dans le charbon non extrait.

Néanmoins, ceci ne prouve pas que l'élimination de l'extrait laisse à découvert une nouvelle surface proportionnelle à l'extrait.

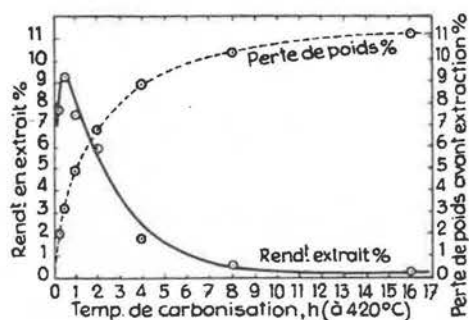


Fig. 41. — Influence de la durée de carbonisation (à 420° C) sur la perte de poids avant extraction au chloroforme et sur le rendement en extrait.

Courbes relatives à un charbon cokéfiant.

La figure 41 montre l'incidence de la durée de chauffage préalable à l'extraction sur la perte de poids et le rendement en extrait. L'égalité approximative entre la perte de poids observée après le moment du pic (8,0 %) et la partie d'extrait qui disparaît (9 %) est accidentelle. Faisant l'analyse du diagramme, les auteurs montrent que, par chauffage prolongé pendant 16 h, plus de 80 % de l'extrait formé au moment du pic se convertissent en semi-coke.

Quelques essais similaires seulement ont été réalisés à plus basse température. A 350° C par exemple, le rendement en extrait correspondant au pic reste à peu près constant pour une durée de chauffage comprise entre 1 h et 16 h. Ce rendement est de 6 % pour le charbon à coke, contre 5,5 % obtenu avec la période standard de 45 min. (fig. 39). La perte de poids atteignait 3 % environ. Les B. S. Swelling numbers d'échantillons ainsi chauffés restaient constants sur une période de 16 h ; au surplus, quand ces échantillons (non extraits) étaient ultérieurement chauffés à 420° C, un rendement constant d'extrait (7,7 %) était de nouveau obtenu pendant 4 h ; il tombait à 7,1 % après 16 h (cfr 7,8 % par chauffage brusque direct à 420° C). Il est donc évident que le préchauffage prolongé à 350° C ne change pas notablement les propriétés cokéfiantes, contrairement à ce qui a parfois été affirmé ; cette affirmation ne tenait sans doute pas compte d'une légère oxydation accompagnant le préchauffage.

La solution chloroformique de l'extrait peut être examinée par chromatographie sur alumine. Cet examen met en évidence la présence de deux classes de constituants, les uns contenant la fonction hydroxylique, les autres ne la contenant pas. En chauffant l'extrait en atmosphère inerte, la proportion de produits phénoliques diminue avec le temps.

Ceci montre que la décomposition ultérieure résulte de l'élimination de l'hydroxyle phénolique ou de l'élimination préférentielle des phénols par décomposition ou évaporation.

Les auteurs ont déterminé la tension de vapeur des extraits à 350 et 420° C (voir original pour méthode). Le but était d'estimer la vitesse d'évaporation de l'agent de plastification dans les conditions industrielles, c'est-à-dire d'examiner s'il satisfait aux critères de Smith et Brown relatifs aux produits intermédiaires de la cokéfaction. Les premiers résultats montrent qu'une faible fraction de l'extrait a une tension de vapeur appréciable (> 1 mm de Hg) même déjà à 350°. Après élimination de cette fraction volatile, la viscosité du résidu s'accroît notablement.

Quand on oxyde de façon modérée le charbon de départ, à l'air, à 160° C le rendement maximum en extrait et le B. S. Swelling number diminuent ensemble, mais, évidemment, pas de façon directement proportionnelle. L'extrait obtenu en plus faible proportion après l'oxydation, est à peu près de même espèce que l'extrait obtenu à partir de charbon non oxydé. L'oxydation doit donc agir directement sur la structure du charbon en influençant le mode de décomposition.

Les rendements maxima en extrait de divers charbons et mélanges de charbons varient également et approximativement comme les Swelling numbers des matières correspondantes.

* * *

Ces faits d'observation étant présentés, les auteurs les discutent en relation avec d'autres données sur la constitution des charbons cokéfiantes.

a) La formation et la stabilité des produits de plastification.

Bien que de nombreuses données soient encore requises, quelques idées peuvent déjà être avancées.

Il semble bien établi que les charbons fortement évolués, non cokéfiantes, sont essentiellement aromatiques et formés principalement d'unités aromatiques de grandes dimensions. Ceci et leur teneur relativement faible en hydrogène et oxygène excluent la probabilité d'une dépolymérisation thermique en produits à température d'ébullition élevée pouvant convenir comme plastifiants.

On peut s'attendre que, dans les charbons moins évolués que les charbons à coke, de tels produits se forment. Dans ces conditions, le comportement de ces charbons constitue le nœud du problème. Il est difficile de décider entre les hypothèses possibles que voici : durée de vie trop courte des plastifiants formés, leur trop grande volatilité ou le mauvais rapport de leur quantité par rapport à la porosité des charbons jeunes.

Orning suggère que la première et la deuxième hypothèse sont les plus probables. Il a été établi qu'à la distillation moléculaire poussée jusque 525°, le rendement en distillat correspond, dans les charbons à coke, de façon raisonnable avec les rendements en produits solubles dans le chloroforme obtenus par la technique des auteurs. Orning signale cependant que les distillats moléculaires s'accroissent nettement avec le rang. Des essais comparant les deux types de produits sont en cours.

b) Les facteurs physiques et la teneur en hydroxyle.

Un des grands problèmes d'interprétation est d'expliquer pourquoi le pouvoir cokéfiant des charbons est toujours associé à une porosité faible et une teneur en hydroxyle peu élevée.

Les auteurs dénie que la rétention par les charbons de liquides polaires (de l'eau p. ex.) puisse causalement être reliée à leur teneur en hydroxyle. De même, l'absence des propriétés cokéfiantes dans les charbons jeunes ne peut être expliquée par la formation de ponts d'hydrogène entre molécules différentes.

Les auteurs citent Berkowitz, qui a montré que l'association du pouvoir cokéfiant à une faible teneur en humidité d'équilibre se vérifie même dans des types de combustibles anormaux pour d'autres propriétés : les lignites cokéfiantes constituent un exemple. La même chose se vérifie avec des charbons yougoslaves riches en soufre organique : ceux de ces charbons qui sont cokéfiantes ont une faible teneur en eau d'équilibre et en hydroxyle, de même qu'une faible chaleur de mouillage et une faible porosité.

c) La teneur en hydrogène et sa relation avec la teneur en hydroxyle.

On entend par hydrogène libre du charbon, l'hydrogène organique total moins la quantité re-

quisie pour former de l'eau avec les hydroxyles. La teneur en hydrogène libre montre un faible maximum dans les charbons cokéfiantes. Il se peut que la densité vraie minimum et la porosité minimum soient toutes les deux reliées à un empilage préférentiel résultant du caractère spécial des molécules présentant le maximum d'hydrogène libre. A cet égard, il est significatif qu'une légère hydrogénation exalte les propriétés cokéfiantes et réduit la porosité.

Brown et Hirsch ont montré que l'hydrogène aliphatique reste à peu près constant jusque dans la région des charbons dont les propriétés cokéfiantes sont maxima. Les résultats de Brown suggèrent aussi que la place de l'hydroxyle des charbons jeunes peut, dans les charbons cokéfiantes, être occupée par l'hydrogène aromatique. Un effet possible de l'hydroxyle peut être son incidence sur la facilité de rupture thermique des autres liaisons chimiques dans la molécule du charbon.

d) Facteurs cinétiques.

La théorie quantitative développée par van Krevelen sur la formation et la décomposition du « métaplast » permet d'expliquer en grande partie les résultats des auteurs ; il suffit d'identifier avec le « métaplast » le produit de décomposition thermique soluble dans le chloroforme. Ce qui, dans un charbon à coke, détermine la production d'un « métaplast » de stabilité thermique modérée, est le fait que les énergies d'activation pour la formation et la décomposition du métaplast sont à peu près égales. Les auteurs estiment que ceci n'est pas en contradiction avec leur exposé. Leur conclusion est qu'une interprétation complète de la pyrolyse du charbon ne peut être donnée au stade actuel, mais l'étude des divers facteurs de la carbonisation commence à laisser entrevoir les grandes lignes de l'interprétation.

CINETIQUE DE LA CARBONISATION

par G.J. PITT.

National Coal Board, Coal Research Establishment, Stoke Orchard, Cheltenham.

L'auteur a construit un appareil permettant de carboniser une houille de façon rigoureusement isothermique. Il s'en est servi pour étudier la formation de produits solubles dans le chloroforme, au cours de la carbonisation d'une houille cokéfiant Union Hill Top Drift à 30 % de matières volatiles sur sec sans cendres.

Dans les grandes lignes, l'appareil fonctionne comme suit. Dans un premier réacteur, du sable est

porté, en phase fluidisée, à une température supérieure à la température de carbonisation envisagée. Ce sable est transféré dans le réacteur de carbonisation et, pendant le transfert, on y injecte l'échantillon de charbon à traiter. La température de préchauffage du sable a été choisie de façon que le mélange entre dans le second réacteur avec une température qui est exactement celle des parois de ce réacteur. L'équilibre des températures est obtenu.

nu en moins de 15 secondes. Des échantillons sont soutirés à des temps déterminés et refroidis à moins de 100° en 5 secondes au plus.

L'auteur opère avec un rapport sable-charbon élevé de façon à éviter l'agglutination et, également, pour que la température de préchauffage du sable ne doive dépasser que de quelques degrés la température de carbonisation.

Les échantillons de mélange sable-charbon soutirés au cours de la carbonisation sont extraits pendant 4 jours au Soxhlet. Le résidu d'extraction est séché à 110° C et incinéré à 775° C pour déterminer à quelle quantité de semi-coke correspond l'extrait chloroformique. La quantité d'extrait peut ainsi être exprimée en % du semi-coke. La teneur en matières volatiles d'une fraction de mélange non extrait est déterminée. En admettant que le rendement en carbone fixe n'est pas affecté par le mode de carbonisation, la teneur en carbone fixe obtenue permet d'exprimer la teneur en extrait en % du charbon mis en œuvre.

Sur le même charbon, des essais au Gieseler (1) ont été effectués à une série de températures constantes dans l'intervalle de 400 à 440° C. On notait les variations de la fluidité en fonction du temps.

* * *

Voici les résultats obtenus et les conclusions qu'en tire l'auteur :

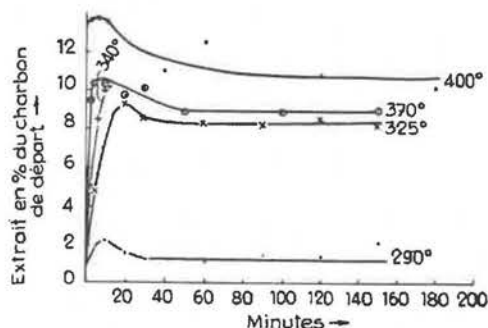


Fig. 42. — Rendements en extrait pour diverses durées de carbonisation.

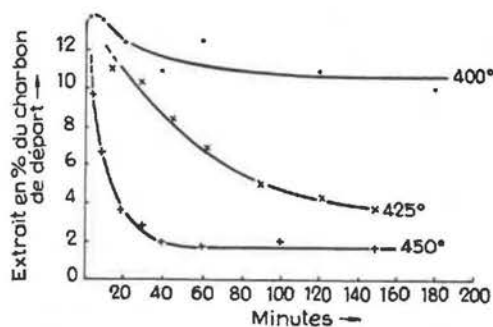


Fig. 43. — Rendements en extrait pour diverses durées de carbonisation.

(1) L'appareil utilisé est semblable à celui décrit par Fitzgerald.

Les figures 42 et 43 montrent les variations des rendements en extrait chloroformique obtenus par des carbonisations à des températures constantes échelonnées entre 290 et 450°.

A 290°, l'extrait n'est produit qu'en faibles quantités.

A des températures plus élevées, des quantités d'extrait de plus en plus grandes sont produites et la pente de la partie montante des courbes s'accroît. Ceci jusqu'à 400°, température à laquelle le maximum d'extrait est pratiquement atteint au bout de 5 minutes.

La partie montante des courbes de 325, 340 et 370° s'accorde avec l'hypothèse que l'extrait est produit par une réaction du 1^{er} ordre avec une énergie d'activation apparente de 30 kcal/mole et un facteur de fréquence de $4 \times 10^{10} \text{ min}^{-1}$.

Jusqu'à 400°, les rendements en extrait passent par un léger maximum, décroissent ensuite légèrement et restent ensuite constants pendant des durées de 3 h. Le léger maximum en extrait peut provenir de ce qu'une partie des matières volatiles libérées à la température considérée a pu être retenue dans les pores, lors du refroidissement.

La courbe de 400° semble indiquer une transition vers les courbes obtenues aux températures plus élevées.

A 425 et 450°, l'accroissement du rendement en extrait est extrêmement rapide d'abord et le rendement décroît ensuite. L'extrait produit semble subir des réactions ultérieures qui le rendent insoluble. Ceci a également été postulé par Dryden et Pankhurst pour expliquer la forme de leurs courbes. L'auteur fait toutefois remarquer que ses propres résultats ne montrent pas une décroissance asymptotique de l'extrait jusqu'à zéro, ainsi que le suggérerait

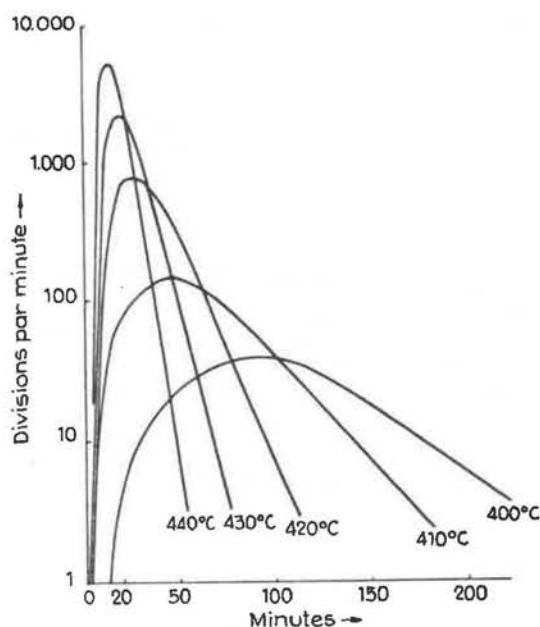


Fig. 44. — Fluidité du charbon « Union » en fonction de la durée de carbonisation.

l'hypothèse de deux réactions consécutives du premier ordre. En effet, à 450°, l'extrait résiduel limite est encore de 1,8 % ; il est de 3,3 % à 425°.

Les courbes de variation de la fluidité en fonction du temps, à température constante, sont représentées à la figure 44.

En comparant ces courbes avec celles de la figure 43, on arrive aux constatations suivantes: à 400° par exemple, le maximum d'extrait est obtenu à peu près instantanément, mais il s'écoule une heure avant que la fluidité devienne maximum. En second lieu, à 425°, la teneur en matières solubles dans le chloroforme reste appréciable après 2 h

(± 5 %), mais la fluidité du système à ce moment est tellement faible qu'elle ne peut être mesurée.

Dryden et Pankhurst ont suggéré qu'une concentration minimum en extrait est nécessaire. Or, les essais de l'auteur ont montré qu'à 370° il y a jusqu'à 9 % de matière soluble dans le chloroforme, mais il n'y a pas de fluidité mesurable. Par contre, dans le charbon chauffé à 425° pendant 1 h, il y a au moins de 8 % d'extrait et le charbon présente une fluidité appréciable. Ceci est en contradiction avec la suggestion de Dryden et Pankhurst. L'auteur en conclut que l'on est encore loin d'avoir expliqué le rôle que joue dans la carbonisation la matière soluble dans le chloroforme.

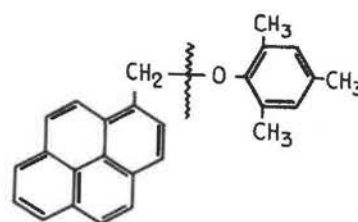
LA PYROLYSE DE MODELES MOLECULAIRES DE CHARBONS BITUMINEUX LA NATURE DES LIAISONS OXYGENE

par E.A. DEPP et M.B. NEUWORTH.

Pittsburgh Consolidation Coal Company,
Research and Development Division Library, Pennsylvania, U. S. A.

Une image simplifiée de la structure des houilles bitumineuses a été donnée antérieurement par les auteurs. Il s'agit d'une structure polymérique consistant dans la répétition de noyaux aromatiques reliés par des liaisons faibles, ces dernières pouvant être des chaînes hydrocarbonées paraffiniques ou des liaisons éther. La pyrolyse de molécules types contenant des liaisons hydrocarbonées paraffiniques a montré que, si ces chaînes de liaison sont présentes dans le charbon, elles ne peuvent contenir au plus qu'un ou deux atomes de carbone.

Dans leur conférence, les auteurs étudient la pyrolyse de deux éthers du type $R_1 - CH_2 - O - R_2$.



Ether modèle I.

Le tableau 8 montre comment ce type d'éther se comporte à la pyrolyse effectuée à 425°.

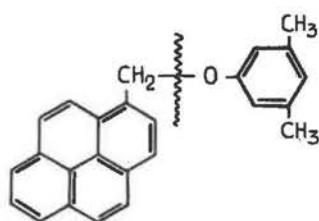
TABLEAU VIII.

Pyrolyse de l'éther modèle I.

Répartition des produits de pyrolyse (% en poids)		Composition du goudron (% en poids)		Analyse du gaz (% Vol.)	
Goudron	76,2	2.4.6 — Triméthylphénol	35	Non saturés	1,8
Semi-coke	23,4	1 — Méthylpyrène	57	CO	21,3
Gaz	0,4	Non identifié	8	H ₂	13,0
				CH ₄	63,9

Ces résultats montrent la faiblesse de la liaison éther. Les produits principaux dans le goudron de pyrolyse sont le 2, 4, 6 — triméthylphénol et le 1 — méthylpyrène; ils sont formés par rupture à l'endroit de la liaison éther et fixation d'hydrogène par les

deux radicaux libres. L'analyse des gaz de pyrolyse montre une teneur en CO beaucoup trop élevée par rapport à celle qui se présente dans les gaz de carbonisation de la houille.



Ether modèle II.

Un autre éther, du même type, mais ne présentant pas de radicaux méthyles au voisinage de la liaison éther, a été pyrolysé dans les mêmes conditions opératoires. Le tableau 9 montre que le goudron renferme effectivement les produits auxquels il fallait s'attendre: le 3,5 — méthylxylénol et le 1 — méthylpyrène. Ici également, la teneur en CO du gaz de pyrolyse est trop élevée.

TABLEAU IX.

Pyrolyse de l'éther modèle II.

Répartition des produits de pyrolyse (% en poids)		Composition du goudron (% en poids)		Analyse du gaz (% Vol.)	
Goudron	77,2	3,5 — Xylénol	50,0	Non saturés	0,0
Semi-coke	21,9	1 — Méthylpyrène	33,4	CO	36,5
Gaz	0,9	Non identifié	16,6	H ₂	9,1
				CH ₄	54,3

Ces résultats ne peuvent donc pas faire admettre que des liaisons du type benzyl éther se présentent probablement dans la houille. Le rapport de l'oxygène dans le semi-coke et dans le gaz est de 23 dans la pyrolyse de la houille; ce rapport n'est que de 1,1 et 0,6 dans la pyrolyse des deux éthers du type benzyle.

Se basant sur la forte absorption infrarouge à 6,2 μ, certains auteurs ont suggéré la présence, dans la houille, de groupements carbonyles conjugués ou

d'éthers aromatiques. Disposant de modèles moléculaires et des semi-coques correspondants, les auteurs ont examiné le spectre infrarouge de ces produits.

La figure 45 montre le spectre de l'éther type (modèle I). Les bandes à 8,3 et 8,7 μ, bandes caractéristiques de l'éther du type benzyle, disparaissent à la pyrolyse. L'ensemble de l'oxygène est éliminé sous forme de CO. Le semi-coke montre une forte bande à 6,2 μ. Elle correspond à une matière essentiellement exempte d'oxygène; elle doit certainement être attribuée à des structures aromatiques fortement condensées.

Ces données peuvent être comparées à celles que donnent une molécule à carbonyle conjugué et son résidu de pyrolyse à 500° (fig. 46).

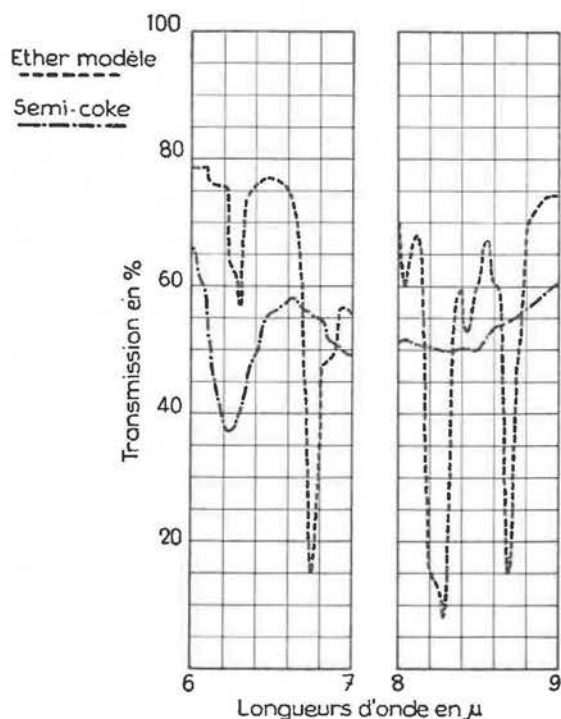


Fig. 45. — Spectre infrarouge d'un éther type (modèle I).

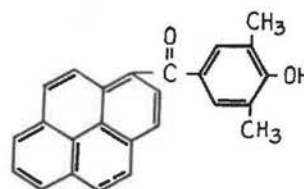


Fig. 46.

Le spectre du produit de départ montre la forte bande d'absorption cétonique à 6,1 μ. Dans le produit de pyrolyse, cette bande étroite disparaît et la large bande de 6,2 μ apparaît.

La même chose ne se présente pas dans la houille. Dans le semi-coke obtenu à 525°, la large bande de 6,2 μ se modifie à peine par rapport au charbon de départ.

Tout ceci montre que la bande de 6,2 μ n'est pas nécessairement due à des liaisons O, mais peut être produite par des hydrocarbures aromatiques.

De l'examen de leurs résultats, les auteurs concluent que le comportement des houilles à la carbonisation peut être simulé par des chaînes paraffiniques (ex. : méthane et éthane) reliant des systèmes aromatiques et des phénols. Cependant, dans

le charbon, les liaisons oxygène sont, en grande partie, plus stables que l'oxygène phénolique. On peut considérer comme possible, la présence d'oxygène hétérocyclique et des éthers aromatiques du type diphenyl éther.

RELATION ENTRE LA GRAPHITISATION ET LES PROPRIETES DE SURFACE DE CARBONES ET DE COKES

par M. LETORT.

Faculté des Sciences de l'Université de Nancy,
Centre d'Etudes et Recherches des Charbonnages de France.

L'auteur expose les expériences qui ont conduit à découvrir avec le couple graphite-méthane un nouveau type d'isotherme d'adsorption à basse température, caractérisé par une « marche » qui semble traduire la formation de la deuxième couche adsorbée, et par un accident qui correspondrait à la formation de la troisième couche.

Les isothermes à « marche » ont été remarquées dans les conditions suivantes : Pour mesurer avec une meilleure précision, par la méthode BET, la surface de petites quantités de graphite, l'auteur avait remplacé l'azote, gaz le plus couramment utilisé comme adsorbat, par le méthane dont la tension de vapeur n'est que d'environ 10 mm Hg à la température normale d'ébullition de l'azote. L'auteur a eu la surprise de constater que les isothermes fournies par le graphite dans ces conditions ne se rattachent à aucun des cinq types classiques.

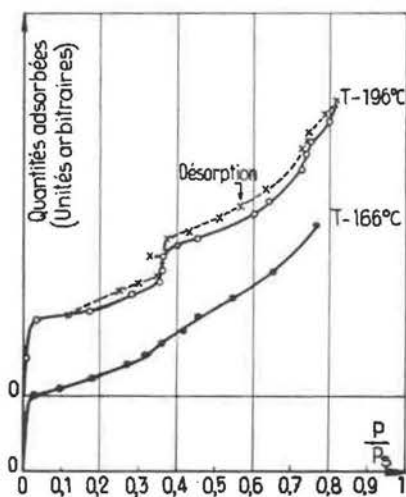


Fig. 47. — Isothermes d'adsorption de méthane sur graphite A.F.C. à -166°C et 196°C .

La fig. 47 (courbe -196°) représente l'isotherme obtenue sur un graphite artificiel (échantillon AFC lot A purifié à $2850-2950^{\circ}\text{C}$). L'échantillon est dé-

gazé au préalable, soit $1/2$ heure à 800° , soit 1 heure à 500°C sous la trompe à diffusion. A basse pression, la courbe débute comme une isotherme sigmoïde du type II ; on distingue vers $p/p_s = 0,05$ le point B classique qui peut être déterminé exactement et dont l'ordonnée représente le volume gazeux V_m adsorbé en couche monomoléculaire. Au delà, après une partie sensiblement linéaire, la courbe se relève brusquement pour dessiner une « marche » à $p/p_s = 0,36$ qui traduit une adsorption massive à pression quasiment constante. Puis, la courbe reprend l'allure présentée au delà du point B, mais un accident sensible survient à nouveau pour p/p_s voisin de $0,75$. L'isotherme de désorption manifeste les mêmes accidents pour les mêmes valeurs de p/p_s .

Le phénomène semble correspondre à la formation d'une deuxième et troisième couche adsorbée. Il paraît général, mais son apparition est subordonnée à certaines conditions que doivent remplir l'adsorbant et l'adsorbat. Entre autres conditions, les réseaux cristallins de l'adsorbant et de l'adsorbat doivent présenter une compatibilité de structure suffisante pour que les distances intermoléculaires dans les couches adsorbées ne s'écartent pas trop des valeurs de ces distances dans le cristal de l'adsorbat librement constitué.

Des essais préliminaires ont conduit l'auteur à envisager l'utilisation des isothermes à « marche » pour étudier la graphitisation des carbones et des cokes.

En ce qui concerne les graphites, l'auteur rappelle que l'étude des diagrammes de diffraction de rayons X a conduit R. E. Franklin aux conclusions suivantes concernant la structure des carbones et des cokes.

Tout carbone contiendrait de petits feuillets de structure graphitique parfaite, groupés en paquets à l'intérieur desquels ces feuillets sont parallèles et uniformément écartés. Dans les carbones dits non graphitiques, ces paquets ne posséderaient entre eux aucun ordre à trois dimensions. Les carbones

graphitiques auraient une structure intermédiaire entre la structure cristalline parfaite du graphite et la structure désordonnée des carbones non graphitiques. Le comportement à haute température des carbones non graphitiques permet de les séparer à leur tour en deux classes : carbones graphitisables ou non graphitisables, selon qu'un chauffage plus ou moins énergique y provoque ou non le développement d'une structure graphitique.

D'après R. E. Franklin, dans les carbones préparés à 1000° C, tous non graphitiques, le diamètre L des feuillets varie de 12 à 20 Å et le nombre moyen M de feuillets parallèles par paquet est compris entre 2 et 4,5. Au delà de 1000° C, la variation de L et de M est essentiellement différente selon la classe de l'échantillon ; pour les carbones non graphitisables (charbon de sucre, houilles riches en oxygène, résidu de la pyrolyse du chlorure de polyvinylidène), même portés à 3000° C, L ne dépasse jamais 70 Å et M n'atteint que 12 ; pour les carbones graphitisables au contraire (coke de pétrole, coke de brai, houilles cokéfiantes, résidu de la pyrolyse du chlorure de polyvinyle), L atteint 70 Å et M environ 30 dès 1700° C environ ; L et M croissent ensuite rapidement et la graphitisation se développe.

Les résultats de R. E. Franklin ont trouvé confirmation dans les études de Maire sur le comportement de différents carbones traités par le mélange de Brodie. Le graphite conduit à de l'acide graphitique avec un gain de poids d'environ 50 % ; les carbones « graphitisables » révèlent un gain de poids de 20 à 40 %, tandis que les carbones « non graphitisables » conservent à 3 % près leur poids d'origine.

La transformation en acide graphitique exige l'écartement jusqu'à 6 Å des feuillets. On peut penser que, dans les carbones non graphitisables, les paquets de couches parallèles sont énergiquement liés entre eux grâce au désordre de leurs dispositions mutuelles, par des forces latérales qui s'opposent à la graphitisation comme à l'écartement des feuillets ; dans les carbones graphitisables, la plus grande mobilité des couches permettrait à la fois la graphitisation et la réaction avec le mélange de Brodie.

L'auteur a essayé de recouper, par le phénomène des isothermes à « marche », la distinction établie par R. E. Franklin entre carbones graphitisables et non graphitisables.

Le carbone obtenu par pyrolyse du chlorure de polyvinyle est graphitisable, d'après R. Franklin.

De tels carbones obtenus entre 1000 et 2500° (échantillons P 1000, P 1200, P 1600, P 2100, P 2500) donnent les isothermes de la figure 48.

On remarquera que, pour 1400 et 1600°, une « marche », encore mal définie, se manifeste vers la pression relative de 0,36. « La marche » devient plus nette et sa pente beaucoup plus abrupte pour

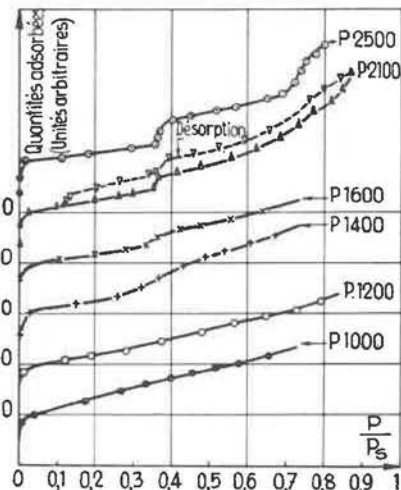


Fig. 48. — Isothermes d'adsorption de méthane à — 196° C sur charbons de polyvinyle.

P 2100. Avec P 2500, elle est encore beaucoup plus nette et le second accident, qui à la pression relative 0,75 se manifeste déjà pour P 2100, devient très marqué avec P 2500.

Un carbone non graphitisable, d'après Franklin, donne des résultats très différents. L'auteur a utilisé des carbons obtenus par pyrolyse du chlorure de polyvinylidène à 1800, 2100 et 2400° (échantillons S 1800, S 2100 et S 2400). La figure 49 donne les résultats. La « marche » ne se dessine réellement que pour S 2400 ; encore n'est-elle pas plus abrupte que pour P 1400.

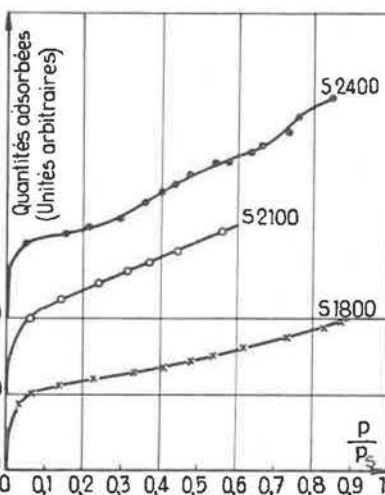


Fig. 49. — Isothermes d'adsorption de méthane à — 196° C sur charbons de polyvinylidène.

La différence observée entre les isothermes d'adsorption de carbones préparés à la même température, l'un graphitisable, l'autre non graphitisable, est donc très nette et confirme les conclusions que R. E. Franklin a tirées de ses études aux rayons X.

Par exemple, la comparaison des échantillons S 2400 et P 1400 est éloquente ; il faut chauffer à 1000° plus haut le carbone non graphitisable pour qu'il donne une isotherme d'adsorption analogue à celle du carbone graphitisable.

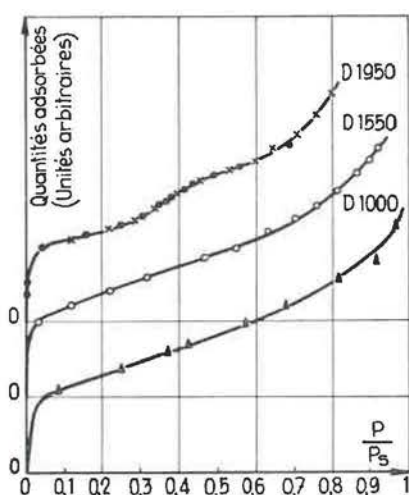


Fig. 50. — Isothermes d'adsorption de méthane à -196°C sur cokés de Dourges.

Les observations précédentes ont incité l'auteur à examiner par la même méthode, des cokés de houille.

La figure 50 représente les isothermes d'adsorption, à -196°C , de méthane sur trois cokés préparés à partir de la houille de Dourges décendrée et carbonisée à 1000, 1550 et 1950° C (échantillons D 1000, D 1550, D 1950). Cette houille (25 % de matières volatiles, indice de gonflement 9) est dite « à coke ».

Les deux séries de déterminations qui ont permis de tracer l'isotherme D 1950 font apparaître nettement une « marche » inclinée qui s'étend, autour de $p/p_s = 0,36$ entre les pressions relatives 0,29 ($0,36 - 0,07$) et 0,43 ($0,36 + 0,07$). Qualitativement, cette isotherme paraît analogue à la courbe P 1400 de la fig. 48.

L'auteur termine en disant que les isothermes à « marche » constituent peut-être un moyen original d'obtenir de nouvelles informations sur la structure des cokés.

Il se propose :

- de suivre systématiquement l'évolution de la « marche » pour de plus hautes températures de carbonisation ;
- de comparer les résultats obtenus par cette méthode aux informations que donne l'étude des cokés aux rayons X ;
- de comparer une série de cokés d'origines diverses suivant l'aptitude des houilles à donner des cokés industriels.