

Le « Rang » des charbons belges

A. Les charbons maigres et anthraciteux

R. NOËL,

Dr. en Sciences

avec la collaboration technique de

G. PULINCKX,

Gradué en Chimie.

Laboratoire de l'Institut National de l'Industrie Charbonnière

SAMENVATTING

Bij het bepalen van de rang van de industriekolen (in korrelworm) door het meten van het weerkaatsingsvermogen van hun vitriet stoot men op een moeilijkheid die veroorzaakt wordt door het verschijnsel van de anisotropie, dat in intensiteit toeneemt naarmate men met meer geëvolueerde kolen te doen heeft.

De auteur toont aan dat deze moeilijkheid kan omzeild worden door het opstellen van een lineaire betrekking tussen het werkelijk weerkaatsend vermogen (maximum, in gepolariseerd licht) en het gemiddeld weerkaatsend vermogen van de meest geëvolueerde kolen van België (magere kolen en anthraciet).

Het weerkaatsend vermogen van de kolen levert aan de exploitanten een eenvoudige, snelle en zekere fysieke meting, waarmee bepaald worden :

- 1) de rang waartoe de kolen van een laag behoren ;
- 2) het procent van de kolen van verschillende rang aanwezig in eenzelfde industrieel mengsel.

INHALTSANGABE

Die Rangbestimmung von Industriekohlen (in Körnungen) durch Messen des Reflexionsvermögens ihrer Vitrinite ist erschwert durch die Erscheinung der Anisotropie, deren Intensität mit der Entwicklungsstufe der Kohle zunimmt.

RESUME

La détermination du rang des charbons industriels (en grains) par la mesure du pouvoir réflecteur de leurs vitrinites se heurte à une difficulté due au phénomène d'anisotropie dont l'intensité augmente avec le degré d'évolution du charbon.

L'auteur montre que cette difficulté peut être aplanie en établissant une relation linéaire entre le pouvoir réflecteur vrai (maximum, en lumière polarisée) et le pouvoir réflecteur moyen des charbons les plus évolués de Belgique (maigres et anthraciteux).

Le pouvoir réflecteur des charbons donne aux exploitants et aux utilisateurs une méthode physique de mesure, simple, rapide et précise, qui permet de déterminer :

- 1) le rang du charbon d'une veine ;
- 2) le pourcentage des charbons de rangs différents qui composent les mélanges industriels.

SUMMARY

The determination of the rank of industrial coals (in graded sizes) by the measurement of the reflecting capacity of their vitrinites comes up against a difficulty due to the phenomenon of anisotropy, the intensity of which increases with the degree of evolution of the coal.

Der Verfasser zeigt, dass diese Schwierigkeit behoben werden kann, indem eine lineare Beziehung zwischen dem echten Reflexionsvermögen (Höchstwert, im polarisierten Licht) und dem mittleren Reflexionsvermögen der weitest entwickelten belgischen Kohlen (mageren und anthrazitischen Sorten) aufgestellt wird.

Das Reflexionsvermögen der Kohlen bedeutet für die Bergbautreibenden und die Verbraucher eine physikalisch einfache, schnelle und präzise Art der Messung, welche Folgendes festzulegen erlaubt :

- 1) Rangbestimmung einer Flözkohle ;
- 2) Anteilsermittlung an verschieden rangigen Kohlen in industriellen Mischkohlen.

The author shows that this difficulty may be removed by establishing a linear relation between the true reflecting capacity (maximum, in polarized light) and the average reflecting capacity of the most advanced coals in Belgium (lean and anthraciticous).

The reflecting capacity of the coals gives managers and users a simple, rapid, precise method of measurement, which enables them to determine :

- 1) the rank of the coal of a seam ;
- 2) the percentage of coals of different rank which go to make up the industrial mixtures.

Introduction.

L'étude présentée ici est la première partie d'un travail plus vaste destiné à montrer comment, par une méthode de mesure physique — le pouvoir réflecteur —, on peut déterminer le degré d'évolution du charbon de chaque veine et, par suite, le pourcentage des charbons de différentes classes entrant dans la composition des mélanges industriels.

Le charbon se comportant comme un cristal anisotrope uniaxe et l'anisotropie étant proportionnelle au degré d'évolution, cette méthode risquait de devenir trop complexe pour être utilisée industriellement. C'est pourquoi, nous avons abordé ce travail par la mesure du pouvoir réflecteur des charbons belges les plus évolués, maigres et anthraciteux.

Le « rang » du charbon.

Par « Rang » d'un charbon, on entend le stade actuel de son évolution. Les charbons flambants et gras sont des charbons dits de bas rang, les charbons maigres et anthraciteux sont des charbons de rang élevé.

Le problème qui se pose est de trouver un critère simple, précis et rapide permettant de déterminer :

- a) le rang du charbon d'une veine ;
- b) le rang des différents charbons entrant dans la composition des mélanges industriels, notamment dans les fines à coke.

L'indice des matières volatiles.

Le critère de classement le plus généralement utilisé jusqu'ici est l'indice des matières volatiles. C'est lui, notamment qui délimite les classes des houilles dans le tableau général « Groupement statistique des houilles », établi et publié par l'ISO, sous l'égide des Nations-Unies, en 1956.

Si, en première approximation, l'indice des matières volatiles donne des résultats satisfaisants, il présente cependant trois inconvénients notables :

- 1°) il dépend de la méthode utilisée (programme de chauffe, nombre et nature des creusets, etc...) ;
- 2°) il dépend de la composition pétrographique macérale du charbon ;
- 3°) dans les mélanges, il ne peut pas déterminer le pourcentage des divers types des charbons constitutifs.

Le premier inconvénient est le moins important. Dans la comparaison des diverses méthodes utilisées actuellement pour la détermination des matières volatiles, on constate une différence maximum de 1 % de matières volatiles pour des charbons d'indice 30.

Le deuxième inconvénient est nettement plus important. On sait, en effet, que le charbon n'est pas une substance homogène, mais un mélange intime des divers constituants végétaux transformés de la forêt houillère originelle — les macéraux — dont le pourcentage varie d'une veine à l'autre et d'une région à l'autre dans la même veine.

En isolant les divers macéraux d'un même charbon et en les analysant, on a montré que leurs propriétés pouvaient être très différentes, notamment l'indice de leurs matières volatiles.

Dans un précédent travail (1), en nous basant sur l'analyse macérale quantitative de 100 échantillons représentatifs de la plupart des couches exploitées dans le bassin de Campine, nous avons montré dans quelle mesure la composition pétrographique macérale d'un charbon pouvait influencer l'indice de ses matières volatiles.

(1) R. NOEL : « Etude pétrographique des charbons belges du Bassin de Campine ». *Annales des Mines de Belgique*, février 1962, p. 139/146.

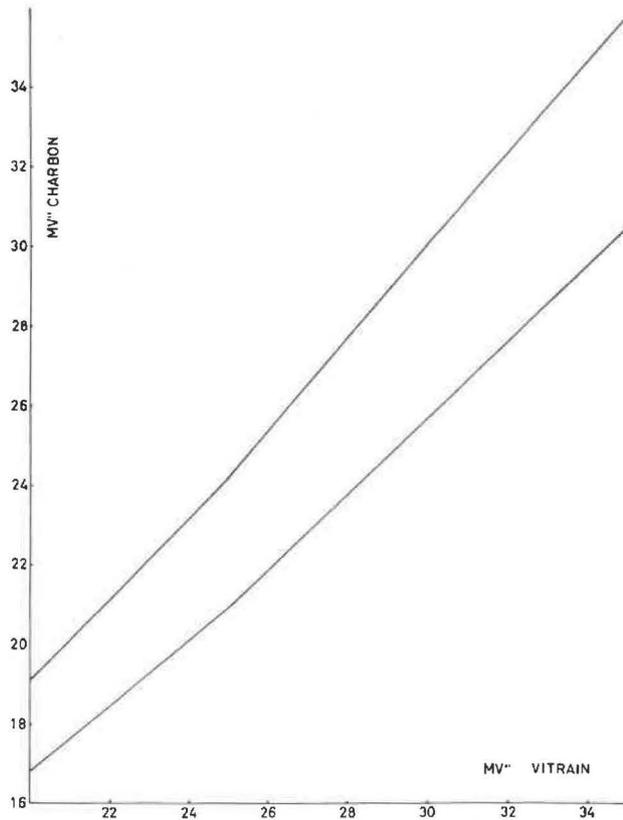


Fig. 1. — Indice minimum (courbe inférieure) et indice maximum (courbe supérieure) des matières volatiles que peuvent présenter des charbons de même degré d'évolution (MV'' du vitrain), suivant leur composition pétrographique.

Les courbes de la figure 1 précisent cette influence pour toutes les houilles dont l'indice global se situe entre 20 et 35 % de matières volatiles. Comme on le voit, dans la zone des houilles les moins évoluées, des charbons qui sont *au même stade d'évolution* (donné par l'indice des matières volatiles du vitrain), mais qui ont des compositions pétrographiques différentes, peuvent avoir des indices de matières volatiles s'étendant de 30 à 35 %. C'est là une fluctuation considérable, trop considérable même pour la pratique.

Inversement, des charbons qui ont le même indice de matières volatiles peuvent, à cause de compositions pétrographiques différentes, se trouver à des stades différents d'évolution et présenter, de ce fait, des propriétés technologiques différentes, notamment pour la cokéfaction.

Quant au troisième inconvénient, il constitue une situation de fait, qui intéresse particulièrement ceux qui vendent et ceux qui utilisent des mélanges de charbons et, tout spécialement, les fines à coke.

Le premier inconvénient peut être, en principe, aisément surmonté. Il suffirait de se mettre d'accord sur le choix d'une méthode unique de détermination des matières volatiles. L'ISO s'y efforce mais sans grand succès jusqu'à présent, car il se heurte, dans les divers pays, à des habitudes très anciennes.

Pour pallier le deuxième et le troisième inconvénient, les méthodes chimiques seules ne peuvent pas, actuellement, être utilisées.

Dès lors, pour pouvoir remplacer l'indice des matières volatiles par un critère plus précis dans le classement des houilles et anthracites, on s'est tourné vers les méthodes physiques et, plus particulièrement, vers le pouvoir réflecteur de certains macéraux examinés, en surface polie, au microscope.

Le pouvoir réflecteur de la vitrinite.

Il est d'observation courante, en effet, que les macéraux des groupes de la vitrinite (tissus végétaux) et de l'exinite (pollens, spores et cuticules



Fig. 2. — Surface polie d'un charbon de 32 % de matières volatiles (300 X, immersion d'huile).



Fig. 3. — Surface polie d'un charbon de 27 % de matières volatiles (300 X, immersion d'huile).

des feuilles) réfléchissent d'autant mieux la lumière qu'ils appartiennent à des charbons plus évolués.

On peut en juger par les figures 2 et 3 qui représentent des surfaces polies de charbons ayant une constitution pétrographique analogue, mais qui ont respectivement 32 % (fig. 2) et 27 % (fig. 3) de matières volatiles. Les spores et la vitrinite sont nettement plus claires dans le charbon le plus évolué. Seuls, les constituants de l'inertinite (fusinite, semi-fusinite, micrinite) présentent, de part et d'autre, le pouvoir réflecteur élevé qu'ils ont déjà au stade tourbe ou au stade lignite.

Dans les charbons d'indice supérieur à 25 % de matières volatiles, la vitrinite et l'exinite peuvent donc être utilisées, mais, dans les charbons plus évolués, la vitrinite seule reste utilisable, car l'exinite s'homogénéise à elle peu à peu.

De plus, la vitrinite est, de loin, le constituant le plus abondant de la grande majorité des charbons humiques. Dans les échantillons des 220 veines de houilles belges étudiées au laboratoire d'Inchar, l'analyse macérale quantitative a déterminé un pourcentage en vitrinite toujours supérieur à 50 % et pouvant atteindre 80 %.

Enfin, la vitrinite possède l'avantage de présenter des surfaces polies assez étendues, bien homogènes, sans structures perturbatrices.

Principe de la méthode.

Le problème consistera donc à mesurer le pouvoir réflecteur d'une surface polie de vitrinite homogène, sans structure.

Le pouvoir réflecteur exprime le pourcentage de la lumière tombant sur une aire déterminée de vitrinite qui est réfléchi par cette vitrinite. La surface est généralement très petite (5 à 10 microns de diamètre). La mesure s'effectue avec des objectifs à immersion, dont on connaît les réflexions internes parasites.

Plusieurs méthodes de mesure très précises ont été mises au point. La plus pratique consiste à utiliser un microscope muni d'un système d'observation binoculaire et d'un oculaire photographique muni d'une cellule photoélectrique avec photomultiplicateur d'électrons. Le courant émis par la cellule au reçu du faisceau lumineux réfléchi par la vitrinite détermine les déplacements du spot d'un galvanomètre très sensible. Ces déplacements peuvent être notés séparément ou enregistrés photographiquement ou graphiquement.

Il existe même un appareillage électronique permettant de classer directement les vitrinites, en les dénombrant dans une échelle de pouvoirs réflecteurs répartis de 0,05 en 0,05 %.

Le courant électrique utilisé doit être parfaitement stabilisé tant pour l'éclairage du microscope que pour le reste de l'appareillage, parce qu'il faut mesurer successivement la quantité de lumière réfléchie par la surface de vitrinite et la quantité de lumière réfléchie par une surface identique d'une substance de référence, dont le pouvoir réflecteur est connu (saphir, rubis, quartz, blende etc...). Il faut enfin travailler en lumière monochromatique, ce que l'on obtient aisément par l'adjonction d'un filtre dans l'oculaire.

Appareillage.

L'appareillage que nous avons utilisé est identique à celui qui a été mis au point par Kötter, au laboratoire de Pétrographie-Minéralogie du Bergbau-Forschung à Essen, et qui a été décrit en détail dans la revue *Brennstoff-Chemie*, en 1960 (volume 41, n° 9, 1960). L'objectif du microscope est un objectif Leitz 25 X, à immersion d'huile. Le filtre monochromatique est de 5.300 Å.

Si l'appareillage peut paraître assez complexe au non initié, son utilisation, par contre, est relativement simple. Elle requiert surtout, du personnel qui doit l'utiliser, de bonnes qualités d'observation (mise au point des vitrinites) et de précision (ajustement du galvanomètre).

Méthode de mesure.

Cette étude étant poursuivie délibérément dans un sens pratique, les mesures ont été effectuées sur des échantillons en grains et non sur des surfaces orientées de blocs provenant de piliers de charbon.

Pour chaque échantillon, on mesure le pouvoir réflecteur de 100 plages de vitrinites appartenant à des grains répartis uniformément sur la surface polie.

On mesure le pouvoir réflecteur de la substance de référence au début des mesures et après chaque groupe de 25 mesures effectuées sur les vitrinites.

On obtient finalement, par échantillon, 100 valeurs de pouvoirs réflecteurs, réparties statistiquement en courbe de Gauss, dont on calcule aisément la valeur moyenne et la dispersion.

La représentation graphique de la répartition statistique des pouvoirs réflecteurs d'un échantillon est appelée réflectogramme. La figure 4 donne, à titre d'exemple, le réflectogramme d'un échantillon de charbon maigre, mesuré en lumière normale.

On voit que 95 % des pouvoirs réflecteurs sont situés entre 1,850 % et 2,100 %. La valeur moyenne des 100 pouvoirs réflecteurs est 1,962 %. C'est cette valeur qui est retenue comme rang du charbon.

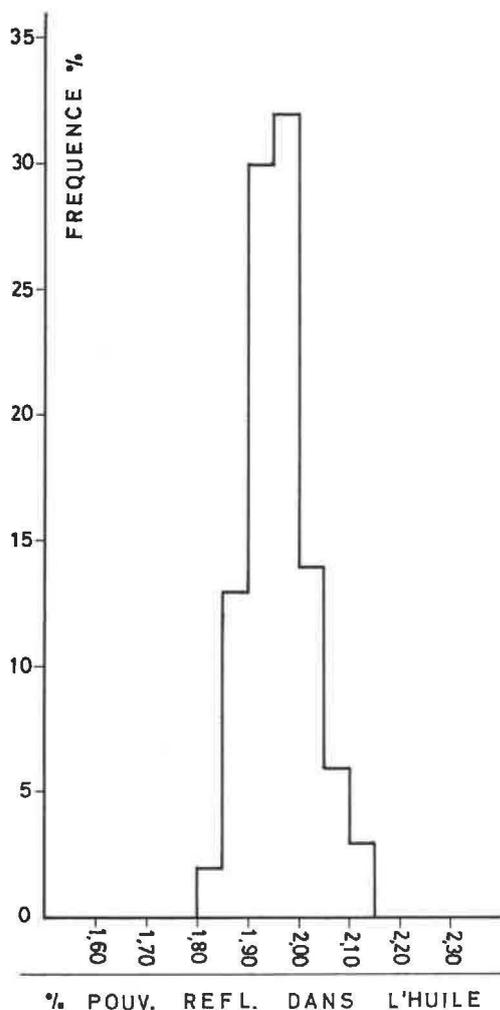


Fig. 4. — Réflectogramme d'un charbon maigre (13 % de matières volatiles). Pouvoir réflecteur moyen, en lumière normale, dans l'huile = 1,962 %. Ecart type (σ) = 0,063 % de pouvoir réflecteur, soit 3,2 % du pouvoir réflecteur moyen.

L'écart type (σ) est égal à 0,063 %, ce qui représente 3,2 % de la valeur moyenne. Cela signifie qu'au moins 95 des 100 vitrinites ont un pouvoir réflecteur égal au pouvoir réflecteur moyen à $\pm 6,4$ % près de ce pouvoir réflecteur.

Résultats.

Nous avons vu que la vitrinite se comporte comme un cristal anisotrope uniaxe. Il en résulte que son pouvoir réflecteur vrai ne peut être obtenu qu'en recherchant la valeur maximum du pouvoir réflecteur des vitrinites examinées en lumière polarisée.

Ces exigences sont en contradiction avec la simplicité et la rapidité que réclame normalement une analyse de routine industrielle.

C'est pourquoi, sur chaque échantillon, nous avons mesuré :

a) le pouvoir réflecteur moyen, en lumière normale,

- b) le pouvoir réflecteur moyen, en lumière polarisée, et,
c) le pouvoir réflecteur maximum, en lumière polarisée.

Les résultats de ce triple examen sont consignés dans le diagramme de la figure 5.

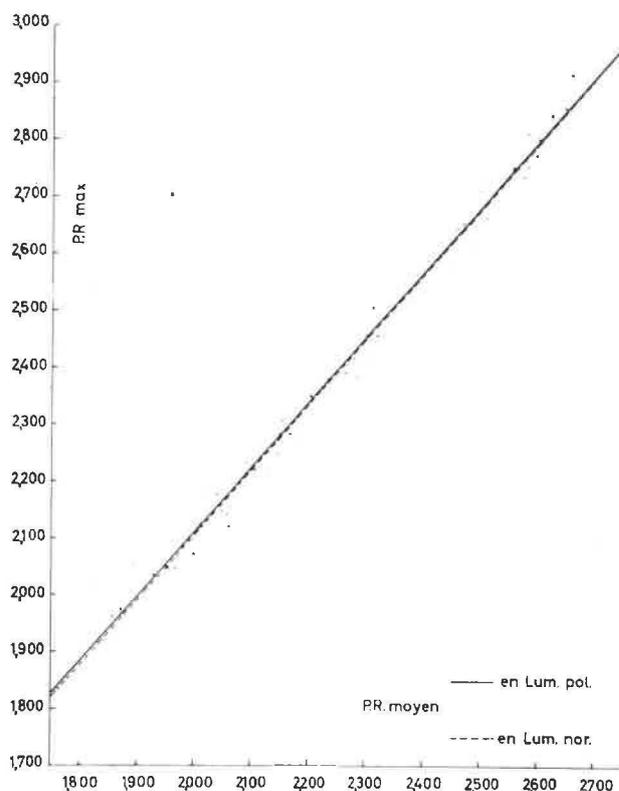


Fig. 5. — Relation linéaire entre le pouvoir réflecteur vrai (pouvoir réflecteur maximum, en lumière polarisée) et le pouvoir réflecteur moyen (en lumière normale et en lumière polarisée) pour des charbons industriels très évolués (maigres et anthraciteux - en grains).

Comme on le voit, il existe une relation linéaire entre le pouvoir réflecteur vrai (pouvoir réflecteur maximum, en lumière polarisée) et le pouvoir réflecteur moyen mesuré, soit en lumière normale, soit en lumière polarisée.

La relation est du type : $Y = a + b \cdot X$, dans laquelle, on a respectivement pour a et b , les valeurs suivantes :

a) pour les valeurs de X obtenues en lumière polarisée :

$$a = -0,165 \quad b = 1,138$$

b) pour les valeurs de X obtenues en lumière normale :

$$a = -0,174 \quad b = 1,141.$$

Dans les deux cas, les valeurs respectives de a et de b sont très voisines, c'est ce qui explique la presque identité des deux droites.

Il faut toutefois signaler que l'écart-type (σ) est nettement plus faible quand X se rapporte au pou-

voir réflecteur moyen mesuré en lumière polarisée. Dans ce cas, il équivaut à 0,031 % du pouvoir réflecteur, ce qui signifie que plus de 95 % des pouvoirs réflecteurs maximums sont à moins de $\pm 2,58$ % de leur courbe moyenne.

Quand X se rapporte au pouvoir réflecteur moyen mesuré en lumière normale, ces valeurs sont respectivement : 0,045 % de pouvoir réflecteur et 5,76 %.

En mesurant le pouvoir réflecteur moyen, en lumière polarisée, ce qui précise les mesures sans les compliquer ni les allonger, on obtient donc un résultat satisfaisant, qui évite la mesure longue et délicate des pouvoirs réflecteurs maximums, tout en permettant de les calculer à $\pm 2,5$ % près.

Comme on sait, par ailleurs, que l'anisotropie moyenne diminue avec le rang (ce que confirment aussi les courbes de la figure 5), il va de soi que, pour des charbons moins évolués (gras et flam-bants), la précision des résultats sera encore plus grande.

Notons enfin que la durée de l'étude complète d'un charbon ou d'un mélange, préparation de l'échantillon et calculs compris, est de 2 à 3 heures, ce qui n'excède certainement pas la durée de la préparation, de la mesure et du calcul de l'indice des matières volatiles sur charbon sec sans cendres. Une organisation systématique et une automatisation poussée des analyses permettraient de réduire encore cette durée de façon notable.

Le problème des mélanges.

Le réflectogramme de la figure 4 a déjà montré que les vitrinites d'une même veine n'ont pas toutes exactement le même pouvoir réflecteur. Les différences constatées peuvent avoir des causes multiples qu'une étude approfondie pourrait mettre en évidence : nature des végétaux originels, conditions écologiques dans la tourbière (fluctuations du niveau de la nappe aquifère, régime des eaux, pH etc...) tassements différentiels au cours de l'enfouissement, plissements, failles etc...

Ces différences ne sont cependant pas très considérables et, même dans les charbons les plus évolués, elles dépassent rarement ± 10 % du pouvoir réflecteur moyen.

Il en résulte cependant que, dans les mélanges de charbons de rangs assez voisins, dont les réflectogrammes chevauchent, on ne pourra pas délimiter exactement la provenance de chacune des vitrinites.

Mais, en réalité, cette délimitation ne présente aucun intérêt industriel, puisque les vitrinites de même rang auront des propriétés physiques, chimiques et technologiques similaires.

L'essentiel est que, grâce à la mesure du pouvoir réflecteur, on peut, pour la première fois, connaître avec précision le pourcentage des charbons de tous rangs qui composent les mélanges industriels, en leur apportant leurs propriétés technologiques particulières.

C'est pourquoi, il faudra maintenant, comme on l'a fait, autrefois avec les matières volatiles, établir les relations qui existent entre ces propriétés et le pouvoir réflecteur.

Pour les 56 charbons maigres et anthraciteux étudiés, il existe une relation assez bonne entre le pouvoir réflecteur vrai (pouvoir réflecteur maximum mesuré en lumière polarisée) et l'indice des matières volatiles calculé sur charbon pur. C'est ce que montre le diagramme de la figure 6. Il faut noter cependant que, dans ces charbons très évolués, les macéraux ont une constitution chimique assez voisine. On doit donc s'attendre à une dispersion plus forte pour les charbons peu évolués.

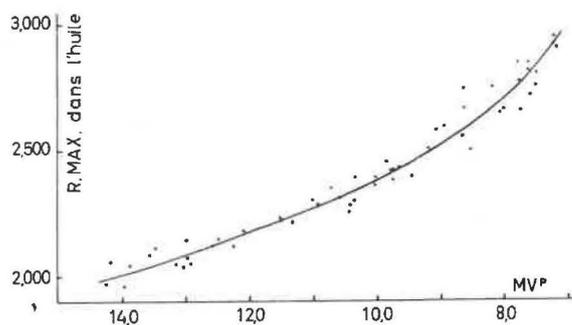


Fig. 6. — Relation entre le pouvoir réflecteur vrai (pouvoir réflecteur maximum dans l'huile) et l'indice des matières volatiles, sur charbon pur.

La formulation de telles relations est encore prématurée. Il faudra, pour les établir, poursuivre les recherches sur des charbons moins évolués, d'une part, et les peranthracites, d'autre part.

CONCLUSIONS

La pétrographie des charbons apporte aux exploitants et aux utilisateurs une méthode simple, rapide et précise de détermination du « rang » (degré d'évolution) des charbons.

C'est une méthode physique, qui consiste à mesurer, au microscope, le pouvoir réflecteur du constituant pétrographique le plus abondant des charbons : la vitrinite.

Contrairement à ce qu'on pouvait craindre pour les charbons très évolués (maigres et anthraciteux), il existe une bonne relation linéaire entre le pouvoir réflecteur vrai (pouvoir réflecteur maximum en lumière polarisée) et le pouvoir réflecteur moyen mesuré, soit en lumière normale, soit en lumière polarisée.

Le rang du charbon déterminé par le pouvoir réflecteur présente sur le rang déterminé par l'indice des matières volatiles le double avantage suivant :

- il est indépendant de la composition pétrographique du charbon ;
- il est mesurable dans les mélanges industriels. De ce fait, il est possible d'obtenir le pourcentage précis des charbons de différents rangs, qui composent ces mélanges.