SERVICE GEOLOGIQUE DE BELGIQUE
BIBLIOTHEQUE

# SOMMAIRE
Février 1982

# INHOUD
Februari 1982

Institut National des Industries Extractives :
Rapport 1981 117

R. Bertau — Cinétique d'isomérisation des xylènes en phase liquide sous pression 177

W. Hodek — La recherche fondamentale en chimie et physique du charbon dans la Communauté Européenne

Basisonderzoek over de scheikunde en de fysica van steenkool in de Europese Gemeenschap 187

Selection of Coal Abstracts 197

Bibliographie 207

* De Nederlandse tekst zal in het maart-nummer verschijnen.

D/1982/0168

# Institut National des Industries Extractives

SERVICE GEOLOGIQUE DE BELGIQUE
BIBLIOTHEQUE

## Rapport 1981

*Illustration de la couverture :*

Vue des bâtiments du Siège Social à Liège
Galerie d'essais des explosifs à Colfontaine
Bouveau d'essais souterrain à Colfontaine

Direction Générale : R. LIEGEOIS

Siège Social : rue du Chéra 200, B-4000 Liège

**Division de Liège :** rue du Chéra, 200
Directeur : R. LIEGEOIS

**Division de Colfontaine :** rue Grande, 60
Directeur : J. BRACKE

## DEPARTEMENTS DE RECHERCHES

| | |
|---|---|
| 1. Exploitation des mines et carrières - Travaux souterrains | H. VAN DUYSE, J. BOXHO |
| 2. Energie et ingéniérie | H. VAN DUYSE, J. BRICTEUX, P. HESTERMANS, J. BOXHO, C. MICHAUX |
| 3. Station d'essais | M. MARCOURT |
| 4. Etudes et recherches de laboratoire sur les combustibles fossiles et la biomasse | R. NOËL, M. NEURAY W. DUHAMEAU, Y. SOMERS |
| 5. Sécurité et conformité aux normes | J. BRACKE, P. GOFFART, W. FASSOTTE, P. BROWAEYS, A. CALIS, J. SACREZ |
| 6. Salubrité - Pollution | R. NOËL, J. BRICTEUX, G. NENQUIN, R. DESWAEF, W. DUHAMEAU |
| Participation aux travaux d'autres organismes - Diffusion des connaissances et coopération internationale | M. MAIRESSE, B. GOFFART, M.C. STAS |

**Responsable des Publications :** Mme B. GOFFART

# COMPOSITION DU CONSEIL D'ADMINISTRATION AU 31 DECEMBRE 1981

**PRESIDENT :**

M. J. MEDAETS, Directeur Général des Mines, Bruxelles

**MEMBRES :**

**Délégués des organisations les plus représentatives des industries extractives :**

MM. J. ANDRY, Directeur-Gérant de la SA des Charbonnages de Monceau-Fontaine, Monceau-sur-Sambre
C. REYNDERS, Directeur de la SA des Carrières et Fours à Chaux d'Aisemont, Aisemont
G. PEIRS, Directeur du Groupement National de l'Industrie de la Terre Cuite, Bruxelles
G. SOUILLARD, Administrateur-Directeur de Labofina, Bruxelles
J. VANDERPUTTE, Directeur Général de la NV Kempense Steenkolenmijnen, Houthalen

**Délégués des organisations les plus représentatives du personnel ouvrier et employé des industries extractives :**

MM. J. BAEYENS, Secrétaire Provincial de la Centrale Régionale des Mineurs du Limbourg FGTB, Hasselt
L. CHARLIER, Secrétaire Régional de la Centrale Syndicale des Travailleurs des Mines de Belgique FGTB, Liège
E. VANDENDRIESSCHE, Délégué de la Centrale des Francs Mineurs CSC, Bruxelles
M. VERSCHOREN, Secrétaire National du Syndicat des Employés, Techniciens et Cadres de Belgique FGTB, Bruxelles
A. RENDERS, Président National de la Centrale des Francs Mineurs CSC, Bruxelles

**Personnalités du monde technologique ou scientifique :**

**VICE-PRESIDENT :** M. R. PAQUET, Directeur Général de la Fédération Professionnelle des Producteurs et Distributeurs d'Electricité de Belgique, Bruxelles

MM. O. de CROMBRUGGHE, Professeur à la « Katholieke Universiteit van Leuven », Louvain
J. ROEGIERS, Membre du Comité de Gérance de la SA PRB, Bruxelles
N.N. . . .

**Fonctionnaires de l'Administration des Mines**

MM. F. DECKERS, Directeur Divisionnaire des Mines, Hasselt
R. FRADCOURT, Ingénieur en Chef-Directeur des Mines, Mons

**SECRETAIRE :** M. H. GREGOIRE, Inspecteur Général des Mines, Bruxelles

M. J. STASSEN, Directeur Divisionnaire des Mines, Liège

**Membres présentés par les Secrétaires d'Etat ayant respectivement l'Economie Régionale Flamande et l'Economie Régionale Wallonne dans leurs attributions :**

MM. E. DE RYCK, Secrétaire Général au Ministère de la Communauté Flamande
M. FORET, Docteur en Droit, Liège

* * *

**Participent aux réunions du Conseil d'Administration :**

**RAPPORTEUR :**

M. R. LIEGEOIS, Directeur de l'INIEX

**COMMISSAIRE DU GOUVERNEMENT :**

M. R. GAUTHY, Inspecteur Général au Ministère des Affaires Economiques, Bruxelles

**DELEGUE DU MINISTRE DES FINANCES :**

M. J.P. COENE, Inspecteur Adjoint des Finances, Bruxelles

# Introduction

Il est agréable de présenter au Conseil d'Administration et aux lecteurs, un rapport annuel d'activité bien fourni. La tâche est facile. Il suffit de mettre ensemble les nombreuses contributions originales qu'ont apportées à la science et à la technique, les membres diligents et ingénieux d'un groupe de chercheurs animés par la volonté de trouver.

Chacun pour sa part a travaillé au succès de l'entreprise et mérite d'en être ici remercié. Chacun a fait preuve de dynamisme, de courage, d'esprit de service et de confraternité pendant une année tourmentée par la crise, l'instabilité de l'emploi, l'évolution très rapide des structures politiques et administratives du pays.

Deux événements sans précédent ont heureusement marqué l'année 1981 qui s'est terminée dans l'espérance et la sérénité. Ces événements nous paraissent dus à la confiance accordée par l'autorité de tutelle à une institution respectueuse de ses engagements et consciente de ses devoirs.

Nous avons cité, d'une part, l'octroi de subventions particulières pour mener à bien des projets de grande envergure, d'autre part, l'autorisation de recruter, sous contrat, une partie non négligeable des personnes attachées à l'Institut : celles qui jusqu'au 31 décembre 1981 auront été les « chômeurs mis au travail à l'INIEX ».

Les trois programmes de recherches importants que le Ministre des Affaires économiques nous a confiés sont :

- l'hydrogénopyrolyse du charbon sous pression d'hydrogène;
- l'utilisation rationnelle de l'énergie par l'analyse d'audits dans l'industrie;
- la combustion de mélanges charbon-huile.

La mise en route de ces programmes nous a permis de nouer des liens nouveaux avec l'industrie ou d'en raffermir. Nous souhaitons accroître encore la coopération entre les universités, l'industrie, les centres de recherches, les services de l'Etat et l'INIEX.

Comme par le passé, nous avons accordé tous nos soins à l'établissement de diverses formes de collaboration à l'intérieur du pays et à l'extérieur. Nos relations sont excellentes avec nos proches voisins du Nord comme avec ceux du lointain Orient. Des négociations conduites par l'Administration des Mines ont abouti à un accord entre les Pays-Bas et l'INIEX. Ce dernier devient l'organisme officiel désigné par l'Etat néerlandais pour l'agréation de matériel électrique utilisable en atmosphère explosible. Par ailleurs, et suite à l'accord signé entre la République Populaire de Chine et l'Etat belge, nous avons reçu quatre Chinois pendant trois semaines au laboratoire « Propagation des Ondes Electromagnétiques » de l'INIEX et deux ingénieurs de l'INIEX ont séjourné trois semaines en République Populaire de Chine.

Modèle à froid du réacteur d'hydrogénopyrolyse

Nombreux sont les experts attirés en septembre 1982 par la Conférence Internationale sur les Pressions de Terrains que nous organisons sous les auspices de la Communauté Européenne (CECA) et du Ministère des Affaires économiques.

Nous saisissons cette occasion pour inviter nos collègues étrangers des industries extractives à nous écrire pour demander renseignements et formules d'inscription. Déjà quelques informations essentielles sont données au chapitre 7.

. . .

Cette introduction qui s'achève n'est pas un résumé du rapport d'activités. Nous vous le laissons découvrir dans sa grande diversité et restons, portes ouvertes, à votre disposition pour vous le commenter. La longueur des chapitres n'est pas nécessairement proportionnelle à l'importance des départements.

# 1. *Exploitation des mines et carrières - Travaux souterrains*

## 1.1. *Exploitation des mines et travaux souterrains*

### 1.1.1. *Creusement mécanisé des bouveaux circulaires*

Les discussions concernant l'utilisation éventuelle de tunneliers pour le creusement mécanisé des bouveaux dans les mines de Campine se sont encore poursuivies cette année avec les deux firmes Bouygues et Bade.

Par sa conception, le tunnelier Bouygues exerce une poussée totale sur le front de creusement qui ne dépasse pas 120 t, soit huit à dix fois moins que la poussée exercée par les tunneliers habituels (Robbins, Wirth, Demag, Jarva,...). Pour reprendre cette poussée, la machine doit appliquer contre les parois une charge totale maximale de 300 t.

Cependant, bien que cette charge soit relativement faible, on peut craindre que, dans certains cas où il y aurait des vides à l'extrados, elle soit suffisante pour provoquer une légère fissuration du béton du soutènement.

En effet, les essais d'INIEX, effectués pour connaître la fissuration des panneaux dans le cas d'une poussée radiale, ont montré que, dans le cas d'un vide, il peut se produire une fissuration du béton sous des charges relativement faibles.

Bien que les contraintes exercées par les patins du premier projet de tunnelier Bouygues ne dépassent pas 1 à 5 kg/cm² (ce qui est très faible), il a été décidé de :

- préconiser l'utilisation de panneaux de 30 cm d'épaisseur;
- augmenter l'armature des panneaux;
- augmenter notablement les surfaces d'appui des ancrages du tunnelier;
- modifier l'emplacement des plaques en les répartissant sur la moitié inférieure des anneaux.

Seules et en cas de nécessité, deux petites plaques avant pourraient s'appuyer sur la moitié supérieure des anneaux.

La firme Bade a modifié plusieurs fois son projet de tunnelier pour se rapprocher des souhaits exprimés par les exploitants. Dans son dernier projet, la poussée exercée contre le front (environ 800 t) est reprise par une série de vérins venant s'appuyer contre la face frontale des derniers panneaux placés. Des essais effectués en laboratoire ont montré que, si le contact des vérins et des panneaux est uniformément réparti, il est possible d'exercer des contraintes élevées (dans le cas des essais effectués, les premières fissures se sont produites à une contrainte de 165 kg/cm²).

### 1.1.2. *Chargement des déblais*

Les chronométrages relatifs au chargement des déblais se sont poursuivis tant dans les bouveaux revêtus de panneaux que dans les galeries au charbon revêtues de cadres TH. Ces chronométrages ont pour but de déterminer les caractéristiques techniques des divers engins de chargement et de les comparer entre eux. Parmi les engins suivis au cours de cette année, citons les différentes chargeuses à godet, ainsi que divers types de treuils de scrapage.

a) *Chargeuse à godet Atlas Copo des types LM 56 H et LM 70 H*

Les chronométrages effectués dans plusieurs chantiers ont permis de constater que les capacités de chargement des deux chargeuses Atlas-Copo LM 56 H et LM 70 H étaient semblables malgré un prix d'achat 30 % plus élevé pour la LM 70 H.

Suite à cette constatation, des contacts ont été pris avec les responsables suédois de la firme Atlas-Copco. Ceux-ci ont proposé de modifier le système d'alimentation du moteur de levage de la chargeuse LM 70 H.

Une nouvelle série de chronométrages a été effectuée après modification. Les résultats sont nettement plus élevés, comme l'indique le tableau 1.I.

TABLEAU 1.I. : *Rendements comparés de deux chargeuses*

| Chargeuse Atlas-Copco type | Capacité du godet en litres | Distance front à échangeur en m | Capacité de chargement en m³/h |
|---|---|---|---|
| LM 56 H | 260 | 16 à 22 | 32 |
| LM 70 H non modifié | 400 | 17 à 59 | 31 |
| LM 70 H modifié | 260 | 35 à 54 | 41 |

La modification opérée a augmenté d'au moins 20 % la capacité de la chargeuse LM 70 H, surtout si on tient compte de ce que, dans ce dernier cas, la distance moyenne entre le front et l'échangeur de berlines est nettement plus élevée.

Des études ont montré qu'avec les berlines de 2.000 litres et de 70 cm de largeur, utilisées au siège Zolder, il était plus intéressant d'utiliser le godet de 260 litres, même avec la chargeuse LM 70 H. L'utilisation au siège Winterslag de berlines de plus grande capacité (2.500 litres au lieu de 2.000 litres) permet d'obtenir un meilleur rendement dans le chargement des déblais.

b) *Treuils de scrapage Samiia TS 602 AN et Wolff 2 DS 64/4*

Différents chronométrages ont été réalisés dans un même chantier à Winterslag, équipé successivement d'un treuil de scrapage Samiia TS 602 AN (moteur de 40 kW) et Wolff 2 DS 64/4 (moteur de 63 kW), pour une distance front-treuil variant entre 13 et 24 m; les mêmes houes Sabès d'une capacité de 1.000 litres ont été utilisées. Il faut signaler que la firme Samiia a limité à 40 kW la puissance maximale d'un treuil de ce type.

Les meilleures capacités de chargement ont été obtenues avec le treuil Wolff.

### 1.1.3. *Soutènement des bouveaux circulaires*

#### 1.1.3.1. *Essais de panneaux en béton armé renforcés par des fils métalliques*

Les 675 panneaux d'essais avec armature renforcée par un ajout de fils métalliques de 0,8 mm de diamètre et 5 à 6 cm de longueur ont été placés pour moitié au siège Waterschei et pour moitié au siège Winterslag.

Ces panneaux spéciaux ont été placés à côté de panneaux habituels dans des bouveaux qui, tôt ou tard, seront influencés par des exploitations.

De nombreuses stations de mesures ont été placées dans ces tronçons, ainsi que dans les tronçons adjacents.

*Au siège Waterschei*

Au siège Waterschei, nous avons profité de cette campagne de mesures pour comparer divers soutènements : cadres ouverts TH, panneaux spéciaux, panneaux habituels.

Les mesures de mise en charge statique ont lieu dans 5 tronçons contigus du bouveau d'As, à l'étage 1040, revêtus de ces divers soutènements.

Les 170 m de bouveau étudiés ne sont pour l'instant soumis à aucune influence de chantiers d'exploitation et, par conséquent, échappent encore à toute influence de pressions dynamiques. Le passage d'une taille à proximité de ce tronçon de bouveaux a été retardé et n'aura lieu que dans environ 2 ans.

*Au siège Winterslag*

La mise en place d'un réseau de mesures des contraintes et déformations dans les panneaux a débuté en mars 1981 dans deux bouveaux situés respectivement aux étages 660 et 735 (fig. 1.1.). Ces bouveaux seront influencés prochainement par l'exploitation des tailles 48/61 et 44/61.

Le bouveau supérieur permet de comparer le comportement de tronçons revêtus de panneaux habituels, de panneaux armés de fils Beckaert et de panneaux renforcés à l'intrados par des cadres métalliques circulaires.

Comme le montre la figure 1.1., le comportement de ces deux bouveaux est fortement influencé aussi par la présence de plusieurs failles importantes qui

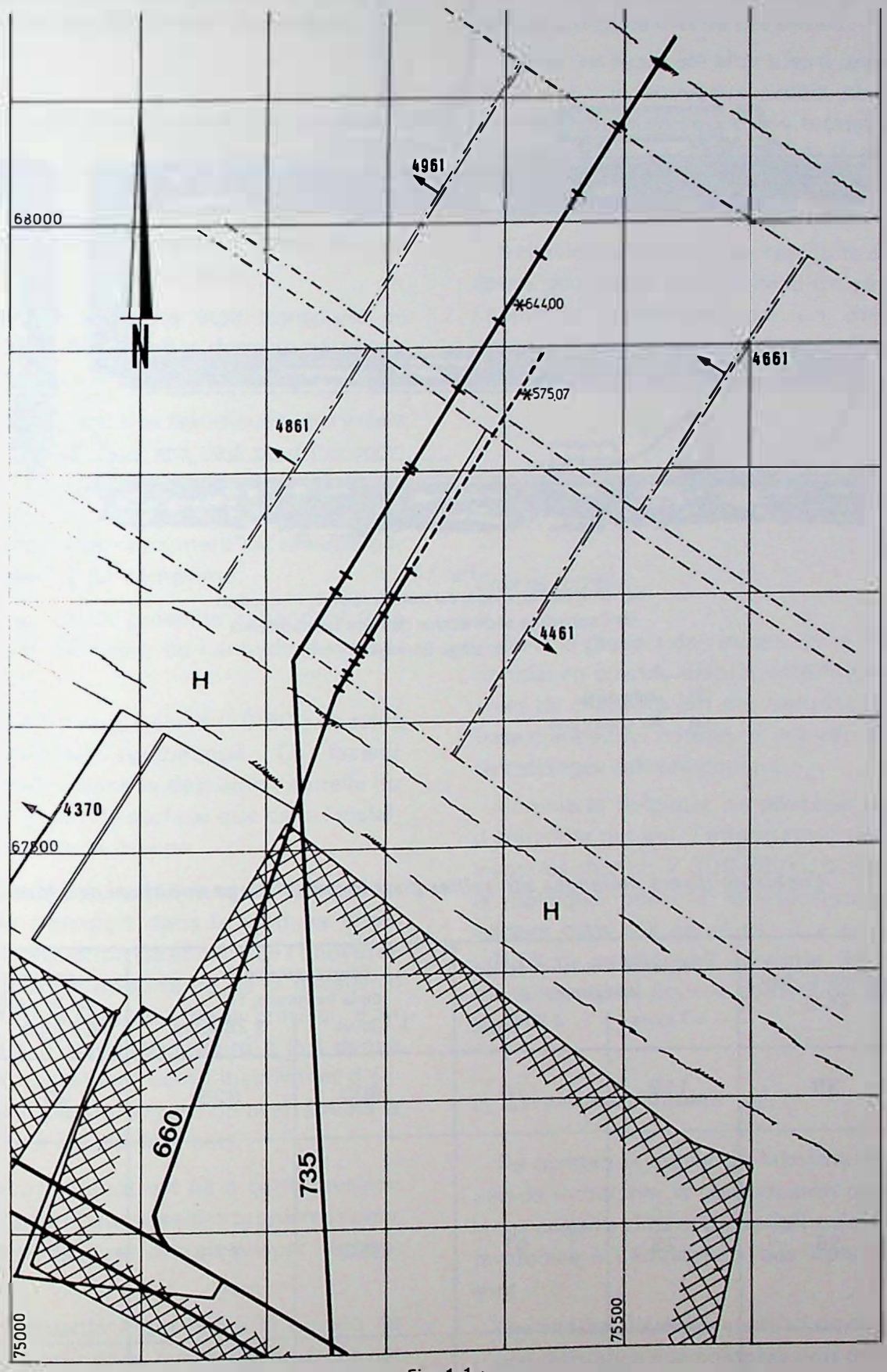



Fig. 1.1 :
Plan de situation des sections de mesures des déformations
dans les panneaux au siège Winterslag

- Niveau
- Section
- H Faille de Haagdoornheide

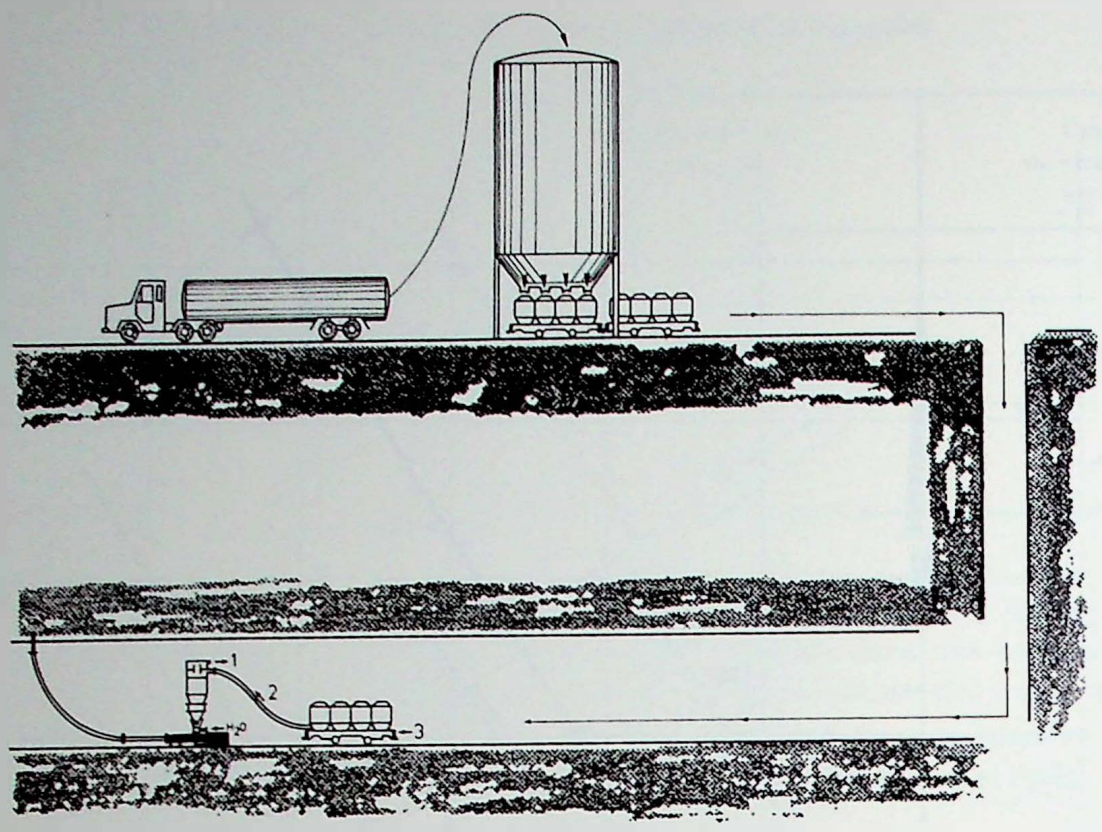



Fig. 1.2. :
Schéma de l'ensilage, du transport et de l'injection
de l'anhydrite synthétique derrière les panneaux
au siège Beringen

(1) : Air
(2) : Anhydrite
(3) : Air comprimé

TABLEAU 1.II. : *Essais de divers mélanges utilisables pour le remplissage éventuel derrière les panneaux*

| Mélange | Teneur en eau en % | Résistance à la compression en kg/cm² | | Ecrasement en % de la hauteur x $10^{-4}$ | | Gonflement à mi-hauteur en % de la largeur x $10^{-4}$ | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | à 7 jours | à 28 jours | à 7 jours | à 28 jours | à 7 jours | à 28 jours |
| Anhydrite synthétique | 39 | 119 | 170 | 900 | 825 | 90 | 107 |
| 50 % anhydrite synthétique + 50 % calcaire | 36 | 73 | 91 | 550 | 775 | 67 | 77 |
| 80 % calcaire + 20 % ciment | 15 | 163 | 230 | 920 | 930 | 67 | 88 |
| 80 % calcaire + 20 % ciment | 20 | 150 | — | 1 030 | — | 84 | — |

ont déjà provoqué une certaine fissuration des panneaux bien avant le démarrage des deux tailles. Les sections de mesures ont été posées à front du bouveau supérieur à mesure de son creusement.

### 1.1.3.2. *Remplissage du vide derrière les panneaux*

Dans la plupart des sièges de Campine, le remplissage du vide entre le terrain et les panneaux a lieu par une injection d'anhydrite synthétique, effectuée une fois par semaine à front des bouveaux.

Jusqu'à présent, l'anhydrite était transporté en sacs déversés à front du chantier dans un entonnoir surmontant la pompe.

Cette manutention étant très fastidieuse, des essais ont été entrepris depuis deux ans déjà pour transporter l'anhydrite en vrac depuis un silo installé en surface jusqu'au fond à l'aide de containers spéciaux (fig. 1.2). La vidange des containers est réalisée par fluidisation au moyen d'air comprimé.

Cette nouvelle méthode présente cependant trois inconvénients liés à la finesse de l'anhydrite synthétique.

Le premier est lié à l'angle élevé (70-80°) de talus naturel de l'anhydrite synthétique. Ce facteur entraîne des difficultés dans la descente naturelle du produit, tant dans le silo de surface que dans l'installation d'alimentation de la pompe.

Le deuxième est dû au tassement de l'anhydrite sous les chocs du transport dans le fond; ce tassement entraîne une réduction de volume de l'anhydrite avec une augmentation importante de la densité. Il s'ensuit, dès lors, une élévation de la pression d'air comprimé (jusqu'à 5 bars) nécessaire à la vidange pneumatique des containers vers l'installation d'alimentation de la pompe (au départ, on avait estimé la pression nécessaire à moins de 1 bar).

Le troisième inconvénient est lié à cette pression élevée de l'air comprimé qui pose des problèmes pour la lutte contre les poussières entraînées par l'échappement de l'air.

Ces trois inconvénients étant liés à la finesse de l'anhydrite synthétique, nous avons effectué des essais sur des produits de granulométrie plus élevée mais ayant des caractéristiques mécaniques semblables à celles de l'anhydrite synthétique.

Des essais comparatifs ont été effectués sur les trois produits suivants :

- anhydrite synthétique;
- un mélange à 50 % de calcaire et 50 % d'anhydrite synthétique;
- un mélange de 80 % de calcaire et de 20 % de ciment (produit livré par la firme Wülfrath).

Au cours de ces essais, on a mesuré la résistance à la compression, le module de déformation, le gonflement, l'écrasement. Le tableau 1.II. donne les résultats de quelques-uns de ces essais.

Ces essais ayant été effectués à une température de 15 à 20°, de nouveaux essais sont prévus où le durcissement aura lieu à une température d'environ 35 à 40 °C, qui se rapproche de la température existant dans la zone confinée entre les panneaux et le terrain.

Il convient d'attendre les résultats de ces prochains essais pour juger de l'utilité d'un remplacement de l'anhydrite synthétique par un mélange calcaire-ciment nettement moins coûteux à l'achat.

## 1.1.4. *Soutènement des voies de chantier*

*Epis de remblai*

Dans la plupart des mines de la Ruhr, les épis de remblai en bois ou en pierres édifiés en bordure des voies de chantiers ont été remplacés par des épis à base d'anhydrite naturel, d'anhydrite synthétique ou de mélanges calcaire-ciment.

Comme la Belgique ne possède pas de gisement d'anhydrite naturel, l'importation de ce matériau revient très cher (± 2.300 FB/t); d'autre part, comme la Belgique possède d'importantes réserves de calcaire dans ses carrières, il a paru intéressant à l'INIEX de promouvoir la vente de produits belges (calcaire-ciment) pour la confection des épis de remblai.

a) *Essais de laboratoire*

De nombreux essais de laboratoire ont été menés afin de rechercher la composition optimale d'un mélange calcaire-ciment présentant des caractéristiques favorables à l'édification des épis de remblai, qui sont :

- une vitesse élevée de prise et de durcissement;
- une résistance à la compression optimale;
- une abrasivité faible des tuyauteries.

Pour bien mettre en évidence les variations de la vitesse de prise et de durcissement et de la résistance optimale du mortier, les essais ont spécialement mis en évidence l'influence des paramètres suivants :

- granulométrie du granulat calcaire;
- proportion d'eau de gâchage par rapport à la masse de produits secs;
- nature du ciment;
- proportion du ciment par rapport au calcaire;

- nature des adjuvants possibles;
- proportion d'adjuvant par rapport à la masse de mélange sec;
- vieillissement du ciment sur son lieu de stockage.

La granulométrie du calcaire est très importante car elle conditionne les quantités d'eau de mouillage qui influencent directement les vitesses de prise, de durcissement et les résistances à la compression après durcissement.

A l'issue d'une centaine d'essais de laboratoire, une composition optimale a été proposée pour les mélanges calcaire-ciment (exprimée en % du poids des mélanges secs) :

- calcaire de granulométrie 0-2 mm (ou de préférence 0-4 mm) : 80 %;
- ciment P 50 : 18 %;
- chlorure de calcium (de granulométrie $< 74\ \mu$) : 2 %.

D'après les essais de laboratoire, un tel mélange pourrait être gâché avec un pourcentage d'eau n'excédant pas 13,5 % (poids total de produits secs) sans qu'il y ait émission de poussières.

Le calcaire utilisé comme granulat devra contenir relativement très peu de silice pour limiter l'abrasivité des tuyauteries.

Un mélange de composition valable devra présenter des résistances à la compression minimales semblables à celles du mélange optimal et reprises au tableau 1.III.

TABLEAU 1.III. : *Résistance à la compression optimale du mélange calcaire-ciment*

| Temps de durcissement du mortier | Résistances à la compression optimales | |
|---|---|---|
| | en kg/cm² | en N/cm² |
| 5 h | 50 | 5 |
| 24 h | 180 | 18 |
| 7 jours | 320 | 32 |

b) *Mesures de convergences*

Rappelons que des essais d'épis de remblai ont été effectués dans la voie de tête d'une taille au siège Winterslag. Les convergences dans le tronçon avec épis de remblai ont été faibles, mais l'empoussiérage du chantier lors de l'édification des épis a été assez important.

Un nouvel essai d'épis de remblai a débuté fin 1981 dans les deux voies d'une taille adjacente à la première. Les premières constatations faites dans cette taille ont permis d'observer que, grâce aux améliorations apportées au mélange calcaire-ciment, l'empoussiérage dû à l'édification des épis est devenu négligeable.

### 1.1.5. *Creusement des voies de chantier au moyen de machines à attaque ponctuelle*

Depuis 1976, de nombreuses améliorations ont été apportées aux machines à attaque ponctuelle ainsi qu'à leurs équipements : pics, porte-pics, dispositif de chargement, etc..., si bien qu'à l'heure actuelle certaines de ces machines peuvent creuser des galeries dans des roches moyennement dures tout en réalisant de bons avancements.

Pour améliorer les performances des machines de ce type utilisées en Campine, des essais ont débuté afin de déterminer la forme de la section coupe (radiale ou transversale), le type de pics (plats ou en forme d'obus), la vitesse de rotation.

L'achat de nouvelles machines étant envisagé, une comparaison des différents modèles existant sur le marché devrait permettre de choisir celui qui convient le mieux pour travailler dans les conditions propres au bassin de la Campine.

### 1.1.6. *Creusement mécanisé des montages*

Les recherches effectuées par les ingénieurs du siège Zolder ont abouti à la réalisation de deux machines de creusement : la HZ IB et la ESA 60 L.

La première machine (HZ IB), dont le tambour est entraîné hydrauliquement, a permis de réduire les coûts de creusement des montages. Cependant, comme ce type de machine a présenté des inconvénients, notamment certains liés à l'entraînement hydraulique du tambour, une deuxième machine a été mise au point (la ESA 60 L) avec commande électrique directe.

Ces machines ont été mises au point pour le creusement des niches où elles donnent entière satisfaction en raison de leur robustesse.

### 1.1.7. *Grisou et aérage*

*Influence des exploitations latérales sur le dégagement du grisou*

D'après les observations sur divers panneaux dans différentes couches d'ouverture normale (1,30 à

1,50 m), les tailles collecteraient le grisou jusqu'à 15-20 m dans le massif latéral. Il faudra à l'avenir en tenir compte dans les prévisions en augmentant la prévision pour la première taille en vierge et en la réduisant pour les tailles latérales ultérieures, au prorata des largeurs de panneau collectant le grisou.

*Taux de détente au mur et au toit des chantiers*

Cette étude est basée sur les mesures de concentration dans 20 tailles du siège Waterschei.

La zone de détente au mur, qui libère son grisou vers le chantier, s'approfondit avec le temps au-delà des 50 m retenus pour le calcul des prévisions et ce, déjà après un an et demi dans le cas de 2 des 20 tailles, même en présence de grès (cas de 3 tailles). La profondeur maximale de cette détente au mur s'est établie à environ 8 m après 3 à 4 ans.

En ce qui concerne l'influence au toit, des concentrations résiduelles à 108 m au toit ont été relevées après 2 ans environ. Le schéma des prévisions suppose des concentrations résiduelles jusqu'à 120 m.

*Prévision des dégagements grisouteux*

INIEX participe aux travaux d'un groupe constitué par la CCE pour améliorer la prévision des dégagements normaux de grisou.

Dans ce cadre, les calculs ont été effectués pour les tailles de comparaison choisies : 1 en Belgique, 1 en France, 1 en Grande-Bretagne et 2 en République Fédérale d'Allemagne. L'analyse des résultats est en cours. Certaines influences restent certainement mal élucidées et notamment celle des grès : sur quels critères se fonder pour reconnaître qu'un grès doit former ou non écran à la migration du grisou vers le chantier ?

*Captage du grisou*

Le captage au mur peut s'avérer très profitable à l'avancement de certaines tailles à condition de pouvoir éliminer l'eau des sondages. INIEX a fait l'acquisition d'une pompe à air comprimé qui peut être introduite dans des sondages de 95 mm de diamètre et dont on peut régler les temps de marche et d'arrêt. Les essais sont en cours.

### 1.1.8. *Télécommunication et commande par radio*

*Câbles coaxiaux à tronçons rayonnants*

Toute une série de mesures ont été effectuées sur un câble coaxial d'une longueur de 750 m, fabriqué par les Câbleries de Lyon.

Le câble a été installé dans le tunnel de Lanaye sans précautions spéciales, le câble non rayonnant étant placé près de la paroi du tunnel; cependant, les tronçons rayonnants étaient correctement placés à une trentaine de centimètres de la paroi.

La Câblerie d'Eupen, vivement intéressée par ce câble coaxial à tronçons rayonnants, a demandé d'effectuer quelques essais supplémentaires. C'est ainsi qu'un mètre de câble non rayonnant a été transformé en tronçon rayonnant en perforant progressivement le conducteur externe. Chaque trou a été agrandi jusqu'à former une fente; à ce moment l'impédance de transfert a atteint la valeur correcte (fig. 1.3.).

Fig. 1.3. :
Morceau de câble coaxial rayonnant réalisé par INIEX, en y pratiquant des fentes radiales

## 1.2. *Exploitation des carrières*

### 1.2.1. *Relance des ardoisières belges*

Un rapport concernant la relance de l'industrie ardoisière est sorti début 1981. Ce rapport est spécialement axé sur la réouverture éventuelle de l'ar-

doisière de Herbeumont, équipée d'un matériel récent, et sur la restructuration du siège de Martelange.

L'Institut s'est tenu à la disposition de la Société Régionale d'Investissement de Wallonie (SRIW) et a contacté plusieurs compagnies privées susceptibles de s'intéresser à la relance de cette ancienne industrie.

Des visites aux ardoisières de Maël-Carhaix (Bretagne) et d'Angers ont permis de proposer de nouvelles améliorations techniques.

L'Institut s'est vu proposer de participer à une commission sur l'homologation des ardoises de provenance européenne. Cette commission devrait permettre la délivrance d'un certificat d'origine et de qualité aux diverses ardoises présentes sur le marché et de clarifier quelque peu le marché des ardoises naturelles.

### 1.2.2. *Valorisation des produits de carrière*

A la demande de la Société de Développement Régional pour la Wallonie (SDRW), INIEX a réalisé une étude bibliographique sur les caractères lithologiques et l'occurrence stratigraphique des pierres naturelles de construction.

A ce jour, environ 90 carrières sont encore en activité dans le secteur des pierres naturelles de construction.

Les roches exploitées sont essentiellement les divers grès et calcaires, le petit granit et les schistes; il y a encore quelques carrières de marbre rouge, marbre noir, calcaire oolithique, pierre de Tournai (calcaire), quartzite et arkose.

Si par petit granit on entend des roches calcaires crinoïdiques présentant des caractères lithologiques assez semblables, il en va tout autrement des grès et des schistes pour lesquels on dénombre de nombreuses variétés différant par la nature de la roche, sa couleur et ses propriétés.

### 1.2.3. *Relance de l'exploitation des coticules*

Le coticule est une pierre abrasive fine à base de grenats de très faibles dimensions. L'exploitation, le découpage et le polissage de cette pierre engendrent de nombreux déchets qui pourraient partiellement être récupérés.

Des essais sur l'utilisation de déchets de coticule en poudre ont été poursuivis cette année.

Des premiers essais avaient montré que des pierres artificielles à base de poudre de coticule et de résine offraient toutes les qualités des pierres naturelles mais s'usaient quelque peu, facteur qui au niveau commercial était plutôt négatif.

Pour cette raison, les formules mises au point pour les pierres ont servi au coulage de meules artificielles abrasives de très haute qualité. Ces meules n'existent pas encore sur le marché. Elles ont la propriété de conférer aux pièces en acier à aiguiser (couteaux de menuisier, par exemple) un tranchant ou un poli parfait et ce, en un minimum de temps.

# 2. *Energie et ingéniérie*

## 2.1. *Captage du grisou sur mines fermées*

Au siège n° 9 de Monceau-Fontaine, le débit atteint 650.000 à 700.000 Nm³/mois alors que la dépression appliquée reste faible (— 150 mm Hg).

Au charbonnage du Cazier, le captage a été définitivement arrêté au mois de juillet 1981. Depuis plusieurs mois, l'installation ne fonctionnait plus que 7 à 15 jours par mois à raison de seulement 3.500 à 4.500 Nm³/jour. Le captage s'est donc tari au bout de 9 ans en raison de la faible étendue des anciens travaux, malgré l'application d'une dépression de — 450 à — 480 mm Hg. Les teneurs étaient de 68 à 78 % $CH_4$, de 7,5 à 8,5 % $CO_2$ et de 1 % $O_2$.

## 2.2. *Etude du stockage de chaleur dans d'anciens travaux miniers*

Les études sur la possibilité d'utiliser les vides résultant de l'exploitation minière, en vue de créer des réservoirs de stockage de chaleur, se sont poursuivies. On a étudié particulièrement l'utilisation éventuelle des anciens travaux de la mine de Vieille-Marihaye à Seraing. Un projet de sondages et d'essais a été introduit auprès des Communautés Européennes, conjointement avec la S.A. Renat.

## 2.3. *Schistes : Exploitation des terrils*

### 2.3.1. *Prélèvements sur terrils par sondages*

Le tableau 2.I. résume l'ensemble des 582 m de sondages effectués au cours de cette année 1981.

### 2.3.2. *Travaux de laboratoire*

Les projets de rapports de synthèse destinés au Secrétaire d'Etat à la Région Wallonne ont été rédigés pour les douze terrils suivants :

- Fontaine-l'Evêque n° 1, à Fontaine-l'Evêque;
- Le Quesnoy, à Trivières;
- 7/12 Crachet, à Frameries;
- N° 7 St-Antoine (Escouffiaux), à Hornu;
- N° 4, 5 et 6 de la Flache, à Quaregnon;
- Micheroux n° 1, à Retinne et Micheroux;
- Maireux n° 6 Bas-Bois, à Soumagne;
- Halette, à Mons-lez-Liège;
- Xhorre, à Flémalle;
- Triage Lavoir Central, à Monceau-sur-Sambre;
- La Blanchisserie, à Dampremy;
- St-Théodore Est, à Dampremy.

Le Service de Minéralurgie de la Faculté Polytechnique de Mons a, en outre, terminé ses travaux sur les terrils suivants :

- Micheroux n° 2, à Micheroux;
- Gueldre, à Beyne-Heusay.

De son côté, le laboratoire de l'INEX a terminé les analyses et les calculs de synthèse sur le terril « Belle-Vue » à Jumet; il poursuit actuellement ses travaux sur les terrils suivants :

- St-Alphonse, à Strépy-Bracquegnies;
- 7 et 8 de Hornu-Wasmes, à Hornu;
- La Réunion, à Falisolle;
- La Centrale, à Anderlues.

### 2.3.3. *Autres travaux*

A la demande d'une firme privée, INIEX a procédé aux analyses suivantes sur cinq échantillons cendreux :

- la teneur en humidité,
- la teneur en cendres sur sec,

TABLEAU 2.I : *Travaux de sondage en 1981*

| TERRILS | | | SONDAGES | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Dénomination | Volume approximatif ($m^3$) | Tonnage approximatif (t) | Nombre | Profondeur (m) | Total de mètres sondés |
| 7 et 8 Hornu-Wasmes (un dernier sondage) | | | 1 | 18 | 18 |
| La Réunion, à Falisolle | 800.000 | 1.400.000 | 8 | 27<br>9<br>9<br>18<br>21<br>24<br>21<br>24 | 153 |
| La Centrale, à Anderlues | 6.540.000 | 11.450.000 | 3 | 51<br>51<br>54 | 156 |
| St-Louis, à Jumet | 1.540.000 | 2.700.000 | 2 | 36<br>36 | 72 |
| Chaumonceau, à Jumet | 1.410.000 | 2.475.000 | 4 | 33<br>30<br>30<br>21 | 114 |
| Terril de Bray, à Bray | 2.080.000 | 3.650.000 | 2 | 36<br>33 | 69 |
| TOTAL | 12.370.000 | 21.675.000 | 20 | 582 | |

- la teneur en matières volatiles sur sec et sur sec sans cendres,
- la teneur en soufre,
- le pouvoir calorifique supérieur.

## 2.4. *Gazéification souterraine : équipement radar pour la détection du front de combustion in situ*

Nous avons construit l'émetteur, le récepteur et le microprocesseur pour les fréquences de 20, 25 et 30 MHz. L'émetteur ainsi que le récepteur sont dotés d'une antenne électromagnétique dans un tuyau en PVC, enrobée de fibres de verre (fig. 2.1.).

Nous avons contrôlé à part les tubes métalliques destinés à loger l'équipement électronique; ils se sont avérés correctement étanches.

Nous avons testé l'équipement (émetteur, récepteur et microprocesseur) en présence du camion de la firme « Dresser Atlas Corporation », qui servira à descendre le récepteur dans les sondages de gazéification à Thulin. L'équipement fonctionne parfaitement (fig. 2.2.).

Malheureusement, à cause d'afflux de charbon, il a fallu poser dans les sondages de Thulin des tubes perforés en face des couches de charbon, ce qui compromet l'essai in situ du radar, à cause de l'écran électromagnétique que forment ces tubes.

## 2.5. *Recherches effectuées concernant le stockage souterrain de déchets radioactifs*

Dans le cadre d'un contrat avec le Centre d'Energie Nucléaire de Mol, l'INIEX étudie la mise au point de mélanges à base d'argile, de ciment, de bentonite, de calcaire et d'eau qui doivent servir comme matériau de colmatage des vides entre le terrain et le soutène-

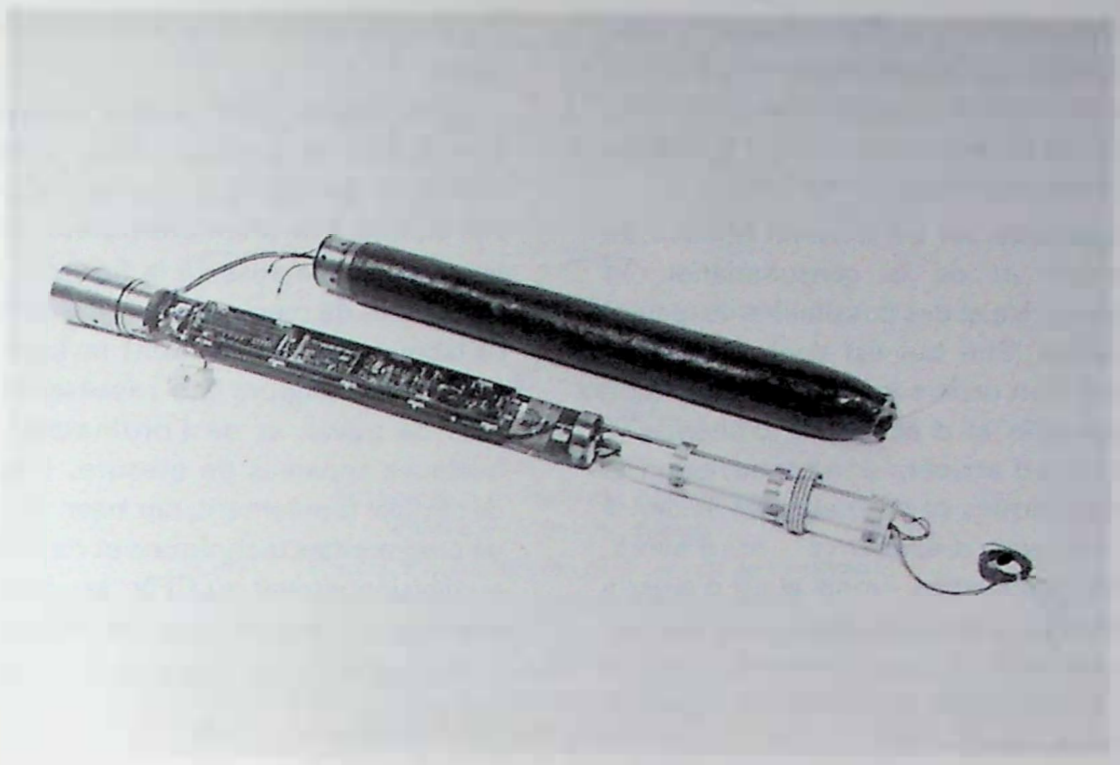


Fig. 2.1. :
Emetteur + antenne

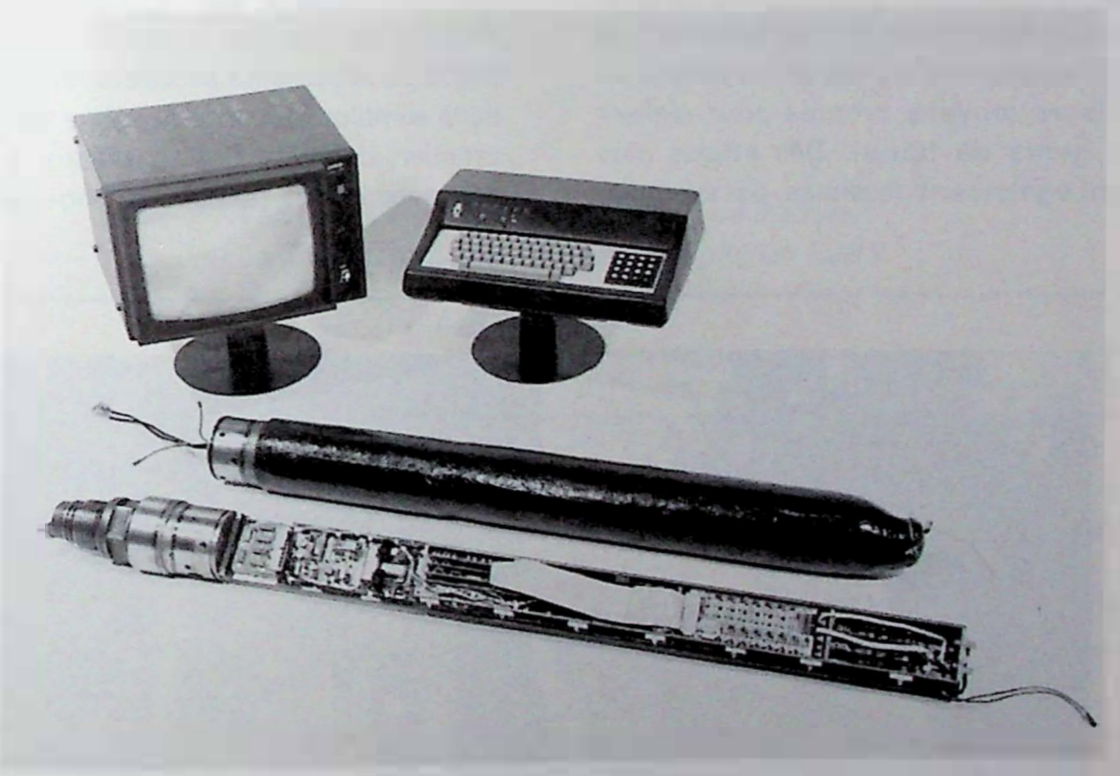


Fig. 2.2. :
Récepteur + antenne, clavier et partie vidéo

ment, ainsi qu'au rebouchage des sondages de congélation après le retrait des congélateurs.

Cette recherche se déroule dans le cadre du projet Hadès concernant le stockage de déchets radioactifs dans un réseau de galeries creusées dans l'argile de Boom sous le Centre Nucléaire de Mol.

Pour cette dernière application, la section « Polymères » a mis au point des mélanges d'argile broyée et de résine pouvant donner satisfaction.

## 2.6. *Economies d'énergie*

### *Audits énergétiques dans les entreprises*

En avril 1981, notre Institut, ainsi d'ailleurs que le Centre d'Etudes de l'Energie Nucléaire de Mol (CEN) passaient une convention pour l'exécution d'audits énergétiques dans les entreprises avec le Ministère

des Affaires économiques et le Service pour la Conservation des Energies (SCE) de l'Administration de l'Energie. Cette convention se situe dans le cadre du Programme National de Réorientation et d'Utilisation Rationnelle des Energies (Programme URE).

Un audit énergétique est un examen critique de l'approvisionnement et de la consommation en énergie d'une entreprise et des possibilités de réduire cette consommation. Son but est donc d'aider les entreprises à mettre en œuvre un programme d'utilisation plus rationnelle et d'économie d'énergie. Il s'agit non seulement d'acquérir une bonne notion de tous les flux énergétiques et de mettre en évidence les principales mesures d'économie - et, d'abord, d'élimination des gaspillages - mais aussi d'aider à élaborer une véritable gestion énergétique continue, pour arriver finalement à réduire sensiblement la consommation d'énergie et par suite les dépenses des entreprises et du pays.

Pour pouvoir bénéficier d'un tel audit énergétique, limité actuellement à un jour et gratuit, un établissement doit avoir une facture énergétique annuelle minimale d'environ 1 million de FB et une activité industrielle ou/et commerciale (distribution de produits). Les Petites et Moyennes Entreprises (PME) et les entreprises d'importance limitée ont la priorité vu la faiblesse de leurs moyens propres pour réaliser elles-mêmes ce genre de travail. Des études plus approfondies sont également possibles, par exemple, des études sectorielles, à la demande des groupements.

Notre service URE audits énergétiques dispose, pour remplir sa mission, d'un « Bus de l'Energie » représenté à la fig. 2.3. Il s'agit d'un laboratoire mobile équipé d'un mini-ordinateur, dont la configuration est schématisée à la figure 2.4. et d'une série d'appareils de mesure et de démonstration propres à ce laboratoire mobile, dont la liste se trouve au tableau 2.II. La figure 2.5 représente une partie de la salle de travail et de l'ordinateur et la figure 2.6 quelques appareils de mesure. L'ordinateur permet de calculer rapidement, sur base d'un certain nombre de programmes techniques et de gestion, par ailleurs en développement au CEN, les économies concrètes d'énergie et de coût pour l'établissement visité.

Pendant l'année 1981, les objectifs suivants ont été atteints :

a) *Recrutement et formation de 2 équipes d'audits énergétiques*

Un bus de l'énergie, pour être utilisé rationnellement, doit être desservi par 2 équipes de 2 personnes. Pendant qu'une des équipes rédige les rapports des audits de la semaine précédente et prépare les audits de la semaine suivante par voie de formulaires et de premiers contacts directs, l'autre travaille sur le terrain avec le bus (exposé introductif, visite détaillée

Fig. 2.3. :
Bus de l'énergie d'INIEX destiné à la réalisation d'audits énergétiques

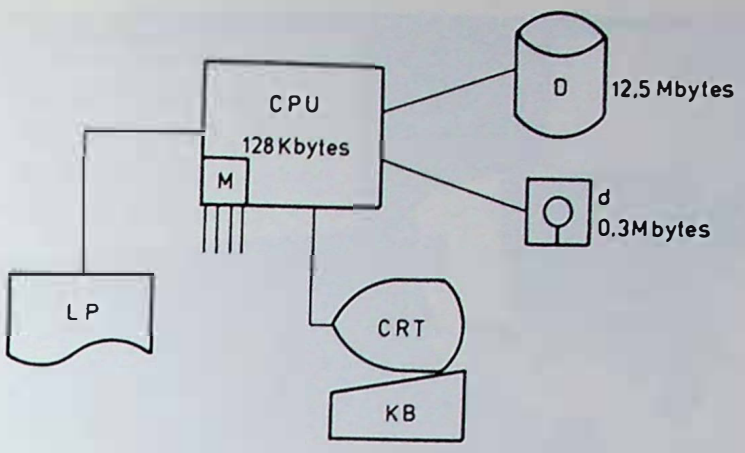



Fig. 2.4. :
Schéma de la configuration informatique
située dans le Bus de l'Energie

CPU : (Central Processing Unit) unité centrale de traitement
D : (Discs) disques pour stockage des programmes
d : (Diskettes) disquettes ou minidisques pour stockage des données et des résultats
M : (Multiplexor) multiplexeur à 4 lignes asynchrones
KB : (Keyboard) clavier à 96 caractères
CRT : (Cathode Ray Tube or video display terminal) terminal vidéo, à rayons cathodiques, à 80 caractères/ligne
LP : (Line Printer) imprimante à 180 caractères/s, 132 caractères/ligne

TABLEAU 2.II : *Liste des appareils de mesure et de démonstration du Bus de l'Energie, fin 1981*

| Appareils de mesure | | |
|---|---|---|
| Grandeur mesurée | Type de mesure | Type d'appareil |
| Débits | Débits gazeux chauds<br>Débits gazeux froids | Tubes de Pitot et manomètres<br>Anémomètre électronique digital |
| Températures | Températures de surfaces et d'immersion | Thermomètre électronique digital à sondes et thermocouples |
| | Températures d'objets difficiles d'accès | Thermomètre électronique digital à IR |
| Flux de chaleur | Flux de chaleur faibles, à travers des parois de bâtiments | Thermofluxmètre avec sonde électronique |
| Humidité | Humidité relative | - hygromètre à cheveux<br>- thermo-baro-hygrographe |
| Lumière | Intensité lumineuse | Luxmètre |
| Rendement des chaudières | CO, $CO_2$, opacité, $O_2$, dépression, t° | Coffret des contrôles des chaudières |
| Grandeurs électriques | Diverses grandeurs<br>Facteur de puissance<br>Puissance | Multimètre de laboratoire<br>Cosinusphimètre<br>Wattmètre |
| Diverses grandeurs | Enregistrement | Mini-enregistreur graphique |

| Appareils de démonstration | |
|---|---|
| Type de démonstration | Type d'appareil |
| Organigrammes, équipements,...<br>Résultats d'ordinateur | Valisette de montage audio-visuel<br>Second terminal vidéo (CRT) |

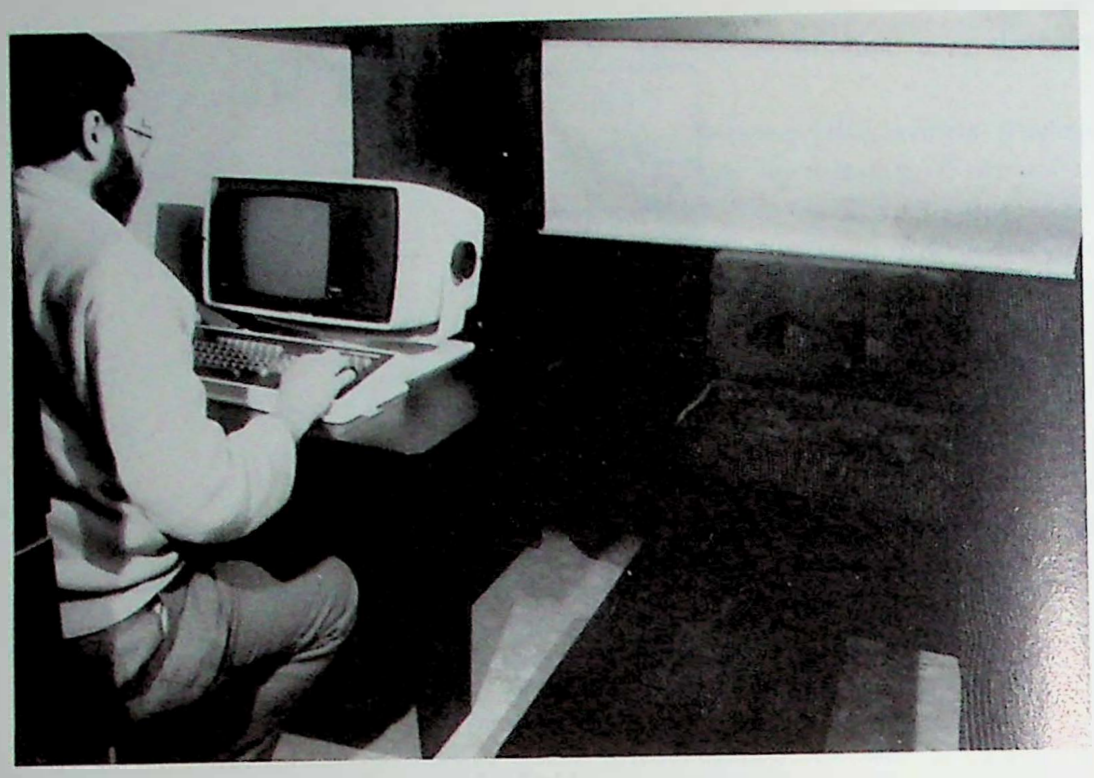


Fig. 2.5. :
Vue de la salle de travail et de réunion du bus
de l'énergie, du clavier (KB) et du terminal vidéo (CRT)

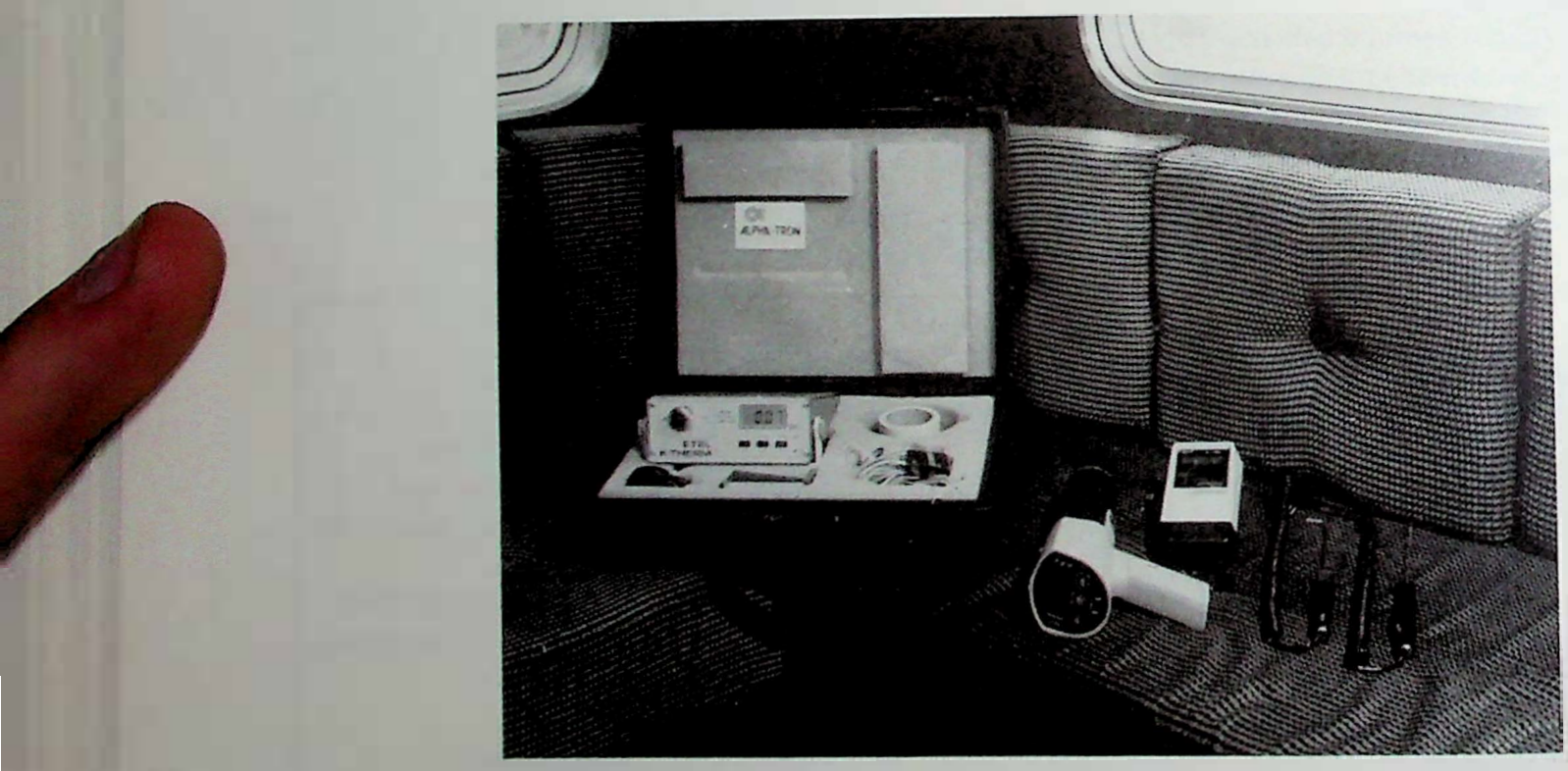


Fig. 2.6. :
Quelques appareils de mesure du bus de l'énergie :
thermomètres et thermofluxmètre

des installations, mesures expérimentales, introduction des dernières données dans l'ordinateur, calculs d'ordinateur, présentation des résultats et discussion avec la direction, remise d'un premier rapport d'ordinateur). Chaque équipe se compose d'un ingénieur et d'un adjoint. Toutes ces personnes, ainsi que le chef de service-coordonnateur, ont acquis la formation nécessaire et ont, en outre, une grande expérience des enquêtes dans l'industrie (voir marginal 6.1.1.4.).

b) *Acquisition de l'équipement*

Le groupe a acquis et testé successivement un terminal acoustique modem, les appareils de mesure et de démonstration, le mini-ordinateur et le véhicule, à

la conception duquel nous avons d'ailleurs participé avec nos collègues du CEN et de ses collaborateurs privés. En fin d'année, l'ordinateur et des appareils ont été installés dans le bus : ce qui nous donne un laboratoire mobile complet. Un projet de connexion INIEX-CEN par ligne directe RTT de données et terminaux a aussi été élaboré.

c) *Indication des formalités à remplir pour bénéficier d'un audit et exécution des premiers audits sans bus*

Il suffit à une entreprise d'écrire au SCE pour se trouver dans son fichier et recevoir la brochure « Le Bus de l'Energie » (partie A3 du Guide de l'Energie), pour obtenir les informations nécessaires et le formulaire de demande pour un audit du bus de l'énergie. Après avoir reçu en retour le formulaire, complètement et correctement rempli, le SCE examine si l'établissement peut bénéficier des services d'audits. En cas de décision favorable, le SCE attribue alors l'audit à une des deux institutions avec mission de l'effectuer. A partir du formulaire d'inscription, le coordonnateur des audits charge une de ses équipes de prendre directement contact avec l'intermédiaire désigné pour rassembler les données de base indispensables à l'exécution de l'audit, au moyen d'un questionnaire technique dit « formulaire d'enquête complémentaire ». Celui-ci une fois correct et complet, il n'y a plus qu'à prendre rendez-vous pour la visite. A la fin de 1981, sur 57 établissements contactés, 30 avaient introduit une demande au SCE et avaient été sélectionnés pour un audit de rodage sur une base volontariste. Ces 30 établissements avaient reçu un formulaire d'enquête complémentaire et, parmi eux, 10 nous l'avaient fait parvenir. Quatre établissements ont encore été visités avant la fin de l'année et ont fait l'objet d'un premier essai avec le terminal acoustique.

d) *Test et amélioration des programmes après la réalisation des premiers essais*

En se basant sur les programmes informatiques canadiens, le CEN a commencé à adapter le logiciel aux problèmes énergétiques belges. Pour notre part, nous en avons traduit la partie conversationnelle en français. En attendant d'avoir l'équipement complet, nous avons testé aussi ces programmes à l'aide du terminal acoustique modem, parallèlement au CEN. Ceci a permis de mettre en lumière certaines lacunes que le CEN s'est attaché à combler en fin d'année en collaboration avec nous.

## 2.7. *Recherches et études sur les polymères*

### 2.7.1. *Recherches sur les polymères, effectuées en dehors du domaine des bétons de résine*

Ces recherches peuvent être divisées en trois parties :

a) Recherches réalisées à la demande de et/ou en collaboration avec l'industrie :

- étude d'additifs divers, notamment d'agents ignifugeants et de charges minérales dans différentes résines thermoplastiques et thermodurcissables : mise en œuvre des formulations, essais mécaniques, physiques et chimiques;
- étude, contrôle et caractérisation de produits semi-finis et finis;
- mise au point de techniques de travail ou adaptation de celles-ci, en fonction d'impératifs nouveaux.

b) Recherches effectuées en collaboration avec d'autres organismes et des services universitaires :

- mise en œuvre de thermoplastiques à partir de résines synthétisées, à l'Université de Liège.

c) Recherches effectuées en vue de compléter d'autres recherches de l'INIEX :

- préparation d'éprouvettes avec incorporation d'argile pour le colmatage dans les galeries de mines ou après sondages (mines et carrières);
- coulée de plaques de teintes et de densités définies (hydrogénopyrolyse);
- renforcement par stratifiés verre-résine de sondes prévues dans l'étude gazéification (POE);
- réparation et renforcement d'une virole en verre (hydrogénopyrolyse);
- mise en œuvre de mélanges et d'échantillons divers pour des essais particuliers (comportement au feu, toxicité des fumées, etc...).

Pour ces différents travaux, plusieurs centaines de plaques, mises en œuvre par pressage ou par coulée, ont été fabriquées et testées.

### 2.7.2. *Travaux et réalisations dans le domaine des bétons de résine*

#### 2.7.2.1. *Etude de prototypes et nouvelles réalisations*

Dans la recherche d'applications nouvelles pour les bétons de résine, l'INIEX a effectué plusieurs études de prototypes et mis au point des formulations et des produits finis utilisables à court et à moyen termes par les architectes et les industriels. Nous citerons, notamment :

- la mise en œuvre d'un modèle et d'un moule pour des bacs à papier de grande contenance (60 litres);
- l'étude du prototype d'une vespasienne à partir d'une maquette en modèle réduit;
- l'aide technique au démarrage d'une installation industrielle produisant des bétons de résine (Ets Remacle). Cette aide a notamment comporté : une étude d'implantation, la réalisation d'une pièce modèle en béton de résine (auge) (moule, formulation, coulée et finition), l'écolage des techniciens et la définition de critères économiques avec le service commercial de l'industriel;
- la coulée d'éléments de cheminée à base de charges minérales (petit granit);
- une étude d'intégration, sous le gel-coat, de sigles et d'indications diverses dans des plaques ou autres modules;
- des conseils et des aides techniques (y compris la mise en œuvre de pièces finies) dans des réalisations particulières comme :

. dalle de mobilier associant le marbre naturel et une résine d'aspect laqué,
. maquettes de décors de théâtre et de décorations intérieures,
. panneaux pour stands de tir.

2.7.2.2. *Béton de résine et récupération de l'énergie*

Sur base des résultats intéressants obtenus en laboratoire, à partir d'un panneau 30 × 40 cm à canalisations incorporées où circule de l'eau chauffée par des éléments radiants extérieurs, une étude a été effectuée en vue de définir les systèmes à « noyer » dans le béton de résine. Un programme de recherche s'appuyant sur les possibilités techniques offertes par le CSTC a été élaboré pour la poursuite de cette recherche.

2.7.2.3. *Amélioration de caractéristiques particulières des bétons de résine, mise en œuvre de nouvelles formulations*

Le béton de résine est un produit nouveau, à haute valeur ajoutée, dont toutes les caractéristiques, pourtant très intéressantes, sont encore mal connues ou insuffisamment exploitées par ses propres applicateurs industriels. C'est pourquoi, l'INIEX s'efforce d'aider à sa commercialisation et à l'ouverture de nouveaux débouchés, non seulement en mettant en évidence toutes ses propriétés et possibilités d'exploitation, mais aussi en les améliorant.

Dans ce domaine, nos efforts ont porté sur :

- la mise en œuvre de bétons de résine d'une densité voisine de 1, par incorporation de charges minérales légères;
- l'étude de gel-coats spéciaux à meilleure résistance à l'abrasion;
- l'incorporation d'additifs divers pour augmenter la résistance aux chocs et à l'abrasion dans des domaines particuliers (dalles de sol pour grandes surfaces);
- la recherche de résines et d'agents spécifiques favorisant une meilleure mouillabilité entre résine et charge, pour le recyclage des verres broyés provenant des collectes sélectives;
- la mise au point de bétons de résine formulés à partir de résines de provenances nouvelles : Synres, Huls, Bayer,...

2.7.2.4. *Valorisation des sous-produits de carrière*

Les travaux pour la valorisation des sous-produits de carrière se sont poursuivis dans différentes directions :

- entrevues avec les carriers intéressés par l'utilisation de sous-produits sous forme de produits broyés ou de fines à propriétés particulières;
- participation à une recherche de valorisation des coticules : coulées de pierres à aiguiser et de meules avec du coticule broyé incorporé comme charge dans le béton de résine;
- utilisation de concassés de petit granit de grès pour des pièces en béton de résine destinées aux domaines des arts et de la restauration.

2.7.2.5. *Analyses diverses*

La section Polymères apporte une aide technologique appréciable aux industriels dans le domaine de l'analyse des polymères et des mélanges maîtres, des produits finis tels que les isolants de câbles, d'additifs ignifugeants ou de charges.

Au cours de cette année, les analyses dans ce domaine se répartissent comme suit :

. analyses thermiques (TG et ATD) : 68
. analyses spectrométriques (IR et UV) : 139
. analyses chromatographiques (phase gazeuse) : 75
. autres analyses : 54

# 3. *Station d'essais*

## 3.1. *Gazéification souterraine*

### 3.1.1. *Gazogène expérimental*

Le programme prévu pour l'année 1981 comportait la réalisation de deux séries d'essais en utilisant 2 agents de gazéification à base d'oxygène :

$O_2$ + vapeur et $O_2 + CO_2$

Quelques essais d'approche ont été réalisés avec un mélange vapeur et air fortement enrichi à l'oxygène afin d'évaluer correctement les débits d'oxygène à ne pas dépasser pour éviter les risques de combustion du gazogène expérimental.

Parallèlement aux expériences effectuées à la station d'essais, des travaux théoriques ont montré l'intérêt d'aborder l'étude expérimentale de l'agent gazéifiant $O_2$ pur + $CO_2$. Dès lors, le programme commencé avec le mélange $O_2$ + vapeur a été interrompu au profit du mélange $O_2 + CO_2$.

Compte tenu de la présence de quantités considérables de $CO_2$ dans les gaz obtenus, les interférences sur la mesure de la teneur en hydrogène sont apparues plus importantes et la réalisation d'un correcteur électronique placé sur la chaîne des analyseurs a été difficile et longue à mettre au point. D'autre part, la réactivité comburante élevée de l'oxygène utilisé à forte concentration a provoqué certains dégâts matériels. Afin de maîtriser ce phénomène explosif, des thermocouples de contrôle ont été placés en quatre points le long de la paroi externe du réacteur.

Après exécution de ces divers aménagements, les essais ont été effectués suivant les conditions ci-après :

- charbon anthraciteux de calibre 50-80 mm,
- débit de l'agent de gazéification : 20 $m^3_N/h$,
- rapport molaire $CO_2/O_2$ : 3-2 et 1 $m^3_N/m^3_N$,
- pressions absolues : 3-9 et 27 bars.

La méthode de calcul des bilans matières et énergétiques a dû être adaptée du fait de la faible quantité d'azote qui ne provient que du charbon.

### 3.1.2. *Etude expérimentale de la combustion de gaz pauvre sous pression*

Les essais avec le mélange à 50 % d'oxyde de carbone et 50 % d'hydrogène se sont clôturés par des essais à débit massique double du débit utilisé antérieurement. On a également étudié un mélange plus pauvre en hydrogène (30 %). Le but était de montrer qu'on peut trouver un domaine de stabilité de la combustion, en agissant sur les facteurs régissant la vitesse des gaz entrant dans la chambre, c'est-à-dire :

- diamètre de la partie cylindrique de l'ouvreau,
- augmentation du débit de combustible,
- combustion avec un excès d'air.

Lorsque l'on porte les résultats obtenus dans un diagramme donnant les vitesses dans la partie cylindrique de l'ouvreau en fonction de la pression, on voit qu'il existe un domaine de stabilité de flammes limité par la courbe de soufflage de flamme, la courbe de rentrée de flamme, ainsi que par la courbe limite d'inflammabilité.

Avec les débits réalisés, la charge calorifique maximale par unité de volume du four a été de 15,9 $GJ/m^3$ ou 4,42 $MW/m^3$ et on a pu brûler un gaz ayant un pouvoir calorifique inférieur aussi bas que 1.760 $kJ/m^3$.

### 3.1.3. *Etude d'une soupape automatique destinée au réglage du débit d'eau de refroidissement dans les sondages de gazéification*

Le banc d'essai de la soupape de réglage automatique a été modifié de manière à permettre une meilleure réalisation des essais. On a placé un by-pass permettant la circulation d'eau dans la soupape lorsque celle-ci est fermée : on avait en effet remarqué que l'introduction soudaine d'eau chaude lors de l'ouverture de la soupape induisait une série

de pulsations (ouverture - fermeture cycliques). Par ailleurs, il s'est avéré nécessaire également de créer une restriction après la soupape afin d'éviter une perte de charge importante, également génératrice de phénomènes pulsatoires.

## 3.2. *Valorisation et utilisation des combustibles extraits*

### 3.2.1. *Hydrogénopyrolyse du charbon*

Les réunions sur la valorisation du charbon tenues à l'INIEX au cours des derniers mois de 1980 ont permis de dégager, à partir des résultats de recherches du professeur Cyprès (ULB), les lignes de développement à l'échelle pilote de l'hydrogénopyrolyse éclair du charbon. Elles ont de plus donné lieu à l'élaboration d'un projet INIEX-Cyprès, projet original qui intègre la technique des lits mouvants fluidisés et un dispositif de chauffage conçu par l'industrie belge.

Au mois de février 1981, une note justificative comportant le schéma d'une installation expérimentale d'une capacité maximale de 200 kg/h a été transmise au Ministère des Affaires Economiques.

Le Comité Ministériel de Coordination Economique et Sociale, a confié à l'INIEX l'étude d'une installation pilote pour l'hydrogénopyrolyse du charbon à haute pression et a décidé de mettre à sa disposition un montant de l'ordre de 100 millions de FB pour sa mise en place et son fonctionnement.

Au cours de la réunion du 12 juin 1981, il a été convenu que l'installation pilote devait permettre de tirer des conclusions nettes sur les possibilités d'utiliser :

- les techniques de fluidisation en lit turbulent et dispersé, pour réaliser l'hydrogénopyrolyse éclair du charbon;
- la torche à plasma comme moyen de chauffage rapide;
- des échangeurs pour la récupération des chaleurs sensibles;
- des charbons agglomérants à l'alimentation.

Le pyrolyseur situé en aval de la torche à plasma et les appareillages périphériques doivent être conçus en conséquence. Plus précisément, le pyrolyseur doit être profilé de manière telle que soient maîtrisés :

- les écoulements solides et gazeux;
- le recyclage de « char » conçu pour empêcher l'agglutination du charbon et la prise en masse de la charge.

L'INIEX et ses partenaires de la réunion du 12 juin 1981 ont convenu unanimement de la nécessité de construire un modèle à froid, contenant certaines parties en verre, pour étudier le pyrolyseur et les modifications à y apporter avant de s'engager dans la réalisation du réacteur pilote à chaud.

Durant le mois de juillet, les plans définitifs de l'installation à froid et de son implantation à la Station d'Essais ont été réalisés et les commandes du matériel nécessaire ont été lancées.

A la mi-septembre, ont commencé la préparation et l'assemblage des différentes pièces de l'installation, afin de la rendre opérationnelle au plus tard au début de l'année 1982.

### 3.2.2. *Combusteur à lit fluidisé* (fig. 3.1. et 3.2.)

Le combusteur à lit fluidisé se prête bien à la récupération de la chaleur contenue dans les schistes houillers. Ce combustible pauvre est caractérisé par une quantité de matières stériles à [illegible].

La Station d'Essais a entrepris une étude de l'extraction des cendres, comportant l'expérimentation du soutirage des produits brûlés par un dispositif pneumatique uniquement basé sur la fluidisation sans intervention de pièces mécaniques. Cette recherche a été effectuée à froid sur une cuve fournie par la S.A. Cockerill qui a été chargée d'établir un projet d'une chaudière de 7 MW. Ces essais ont donné des résultats concluants pour le dimensionnement d'un dispositif industriel.

Une réunion restreinte entre INIEX et deux industriels belges a conclu dernièrement à la nécessité d'étudier à l'échelle pilote la combustion à pression atmosphérique de combustibles à faible pouvoir calorifique, dont les schistes houillers.

*Visite d'installation en Grande-Bretagne*

Un de nos ingénieurs a accompagné la mission belge au Royaume-Uni, organisée par le Coal Research Establishment du National Coal Board. Le groupe comprenant plusieurs ingénieurs de la N.V. Kempense Steenkolenmijnen et conduit par le Professeur O. de Crombrugghe, a eu la possibilité de s'informer en détail des travaux dans le domaine de la combustion en lit fluidisé. Le groupe a visité trois installations dont une industrielle et deux prototypes; les trois brûlent du charbon de bonne qualité.

### 3.2.3. *Coal liquid combustion*

L'utilisation d'un combustible liquide composé de charbon en suspension dans un mélange de fuel, d'eau et d'un additif stabilisant peut s'avérer très

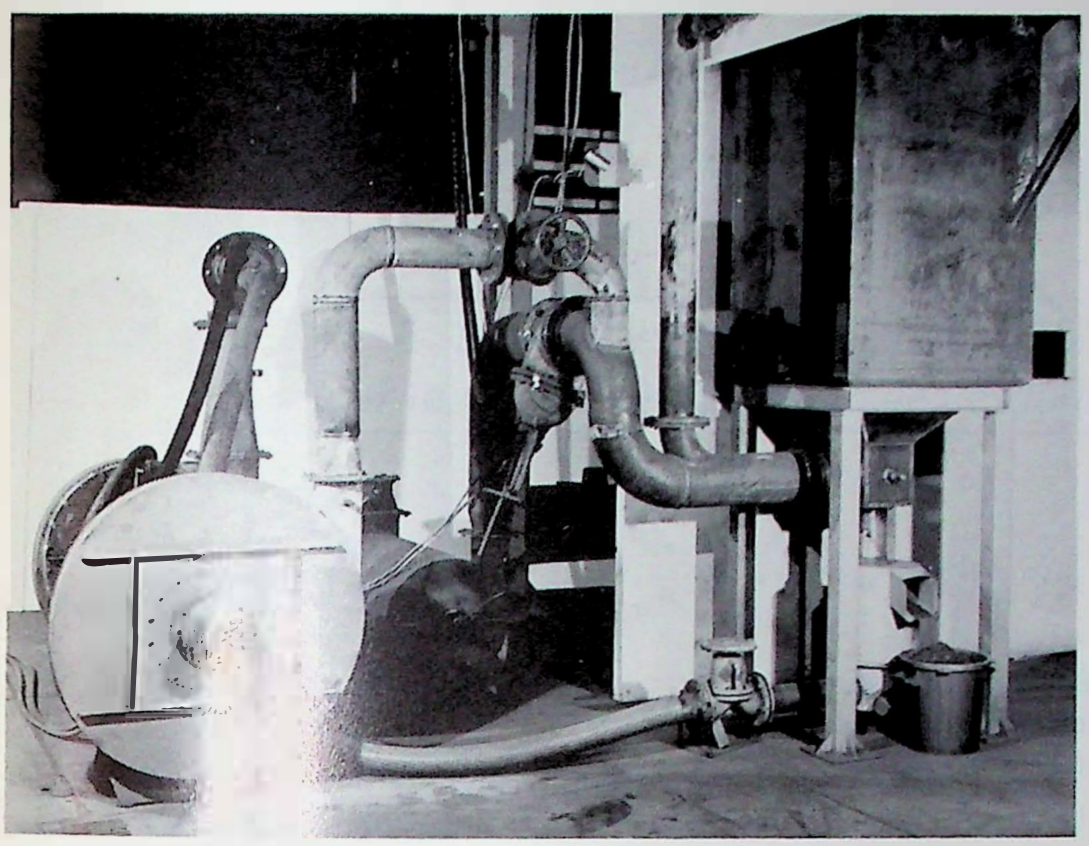


Fig. 3.1. :
Installation de combustion de schistes en lit fluidisé

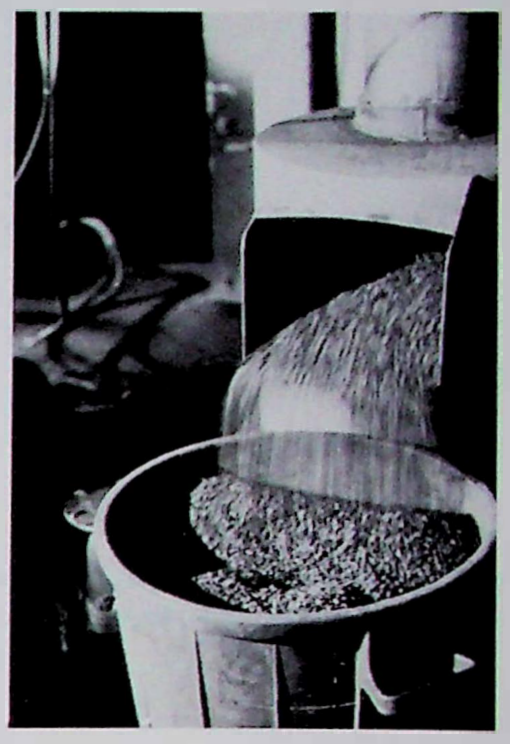


Fig. 3.2. :
Dispositif de soutirage

intéressante dans le cas de certaines chaudières industrielles.

L'INIEX a entamé, en collaboration avec Labofina et Cockerill, une étude de faisabilité financée par le Ministère des Affaires Economiques, destinée à déterminer l'intérêt de cette technique dans les conditions économiques de notre pays.

Nos services ont notamment à leur charge le broyage, la flottation et la caractérisation des échantillons de charbon.

A ce jour, une dizaine de petits échantillons ont été broyés. La détermination de leur granulométrie à la balance de sédimentation et leur analyse chimique sont en cours.

# 4. *Etudes et recherches de laboratoire sur les combustibles fossiles et la biomasse*

## 4.1. *Charbons et cokes*

### 4.1.1. *Etude stratigraphique du bassin de Campine par la palynologie*

L'étude palynologique de veines de charbon prélevées en sondages dans le bassin de Campine se poursuit à des fins de corrélation stratigraphique. En 1981, quelque 150 échantillons ont été traités et préparés, dont 134 ont été étudiés au microscope : repérage et détermination des espèces, comptage statistique.

### 4.1.2. *Caractérisation chimique des charbons et des cokes*

Le laboratoire a effectué plusieurs centaines d'analyses de combustibles fossiles portant, notamment, sur :

- degré d'évolution ou rang (réflectogramme);
- composition pétrographique (macéraux-microtithotypes);
- teneurs en matières volatiles, cendres et humidité;
- composition élémentaire;
- composition et fusibilité des matières minérales;
- pouvoir calorifique;
- propriétés cokéfiantes.

Nous avons aussi mis au point une nouvelle méthode pour la détermination des teneurs en C et H des charbons et des cokes par combustion à haute température. A cet effet, nous avons construit un nouvel appareil et réalisé de nombreux essais de mise au point.

### 4.1.3. *Analyses diverses*

Le laboratoire effectue, tant pour les autres services de l'INIEX que pour l'extérieur, des analyses aussi diverses, par exemple, que les teneurs en eau d'échantillons d'argile et la détermination de divers métaux dans les polymères.

## 4.2. *Pétrole et gaz naturel* (matière organique dispersée dans les roches)

Nous avons poursuivi, en routine, l'étude de l'état de maturation et du type de la matière organique dispersée (kérogène) des roches par les méthodes pétrographiques (réflectométrie et fluorescence), dans le but d'estimer le potentiel pétrolier. 35 échantillons ont ainsi été analysés avec, cette année, un intérêt tout spécial porté sur les méthodes permettant, au microscope, de déceler une faible oxydation des roches.

Dans le cadre des travaux de la Commission des Applications Géologiques de l'ICCP, nous avons effectué des analyses pétrographiques d'échantillons de bitumes solides et d'échantillons ayant subi une altération thermique par intrusion volcanique.

## 4.3. *Biomasse*

### 4.3.1. *Production d'hydrocarbures par photosynthèse chez Botryococcus braunii*

Les recherches entreprises sur l'algue Botryococcus braunii ont porté, d'une part, sur l'étude chimique des hydrocarbures produits par l'algue et, d'autre part, sur le passage de sa culture en laboratoire à sa culture en plein air. Pour réaliser ce passage, il fallait tout d'abord mettre au point un système d'agitation du milieu de culture adapté au comportement colo-

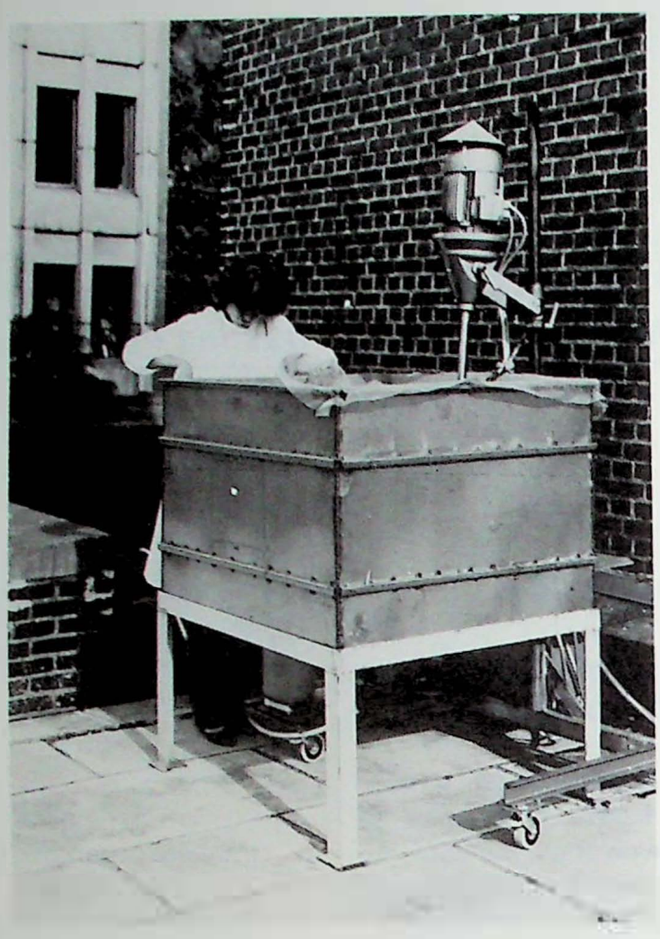


Fig. 4.1. :
Dispositif utilisé pour la culture de l'algue
Botryococcus braunii en plein air

nial de l'algue et, par ailleurs, étudier un système d'aération du milieu.

Un dispositif de culture à l'échelle pilote d'une capacité de 500 litres a été réalisé (fig. 4.1.) sur base des résultats de ces expériences. Cette installation fonctionne en continu depuis plusieurs mois. La biomasse produite, la croissance de l'algue, les teneurs en éléments nutritifs du milieu, les effets de la température extérieure et de la pluviosité sont évalués chaque semaine au niveau de la culture.

Les premiers résultats ainsi obtenus montrent que deux problèmes devront être résolus en priorité :

- l'augmentation de la teneur en hydrocarbures du milieu de culture,
- l'élimination d'espèces contaminantes.

Pour résoudre ces problèmes, on a dû continuer à maintenir des cultures semi-stériles en laboratoire.

### 4.3.2. *Valorisation chimique des algues filamenteuses*

Sur les algues filamenteuses, produites dans les eaux chaudes récupérées à la sortie de la centrale nucléaire de Tihange, des essais de fractionnement de l'extrait éthanolique ont été effectués. Un schéma de récupération des pigments naturels (produits hautement valorisables) a été testé et deux fractions odoriférantes ont été isolées. Cependant, la faible quantité d'extrait obtenue lors de l'extraction des 40 kg d'algues fraîches dont nous pouvions disposer, ne nous ayant pas permis de tester et de comparer les différentes méthodes de fractionnement, nous avons étudié un appareillage pilote permettant l'extraction de quantités beaucoup plus importantes. Le montage de cet appareillage est actuellement en cours.

# 5. *Sécurité et conformité aux normes*

## 5.1. *Explosifs et explosions*

### 5.1.1. *Recherche relative à un système détecteur-barrage déclenché*

#### 5.1.1.1. *Modification de la ligne pyrotechnique*

En vue d'augmenter encore la fiabilité de la ligne pyrotechnique des extincteurs, on a tenté de sertir deux cordons Nonel sur le même minidétonateur de transmission, tout en conservant l'étanchéité du dispositif. Après plusieurs essais infructueux, on est arrivé à une solution satisfaisante, susceptible d'être optimalisée par l'emploi de bouchons à deux trous d'un type nouveau.

D'autre part, on a réalisé des essais de dispersion d'eau avec des éléments montés dans des housses en PVC de 0,5 mm d'épaisseur au lieu de 0,4 mm. Les résultats furent en général nettement moins satisfaisants, la housse de 0,5 mm d'épaisseur ne se déchiquetant pas comme celle de 0,4 mm. On obtient ainsi confirmation du bon réglage des divers éléments constitutifs de l'élément extincteur.

#### 5.1.1.2. *Etude du comportement d'un détecteur thermomécanique à proximité d'un front de minage, en chantier réel*

Comme signalé en 1980, nous avons tenté de mesurer en fonction du temps les pressions de souffle auxquelles le volet du détecteur était soumis au cours des tirs, le détecteur étant placé en ordre de marche dans une galerie en creusement au charbonnage du Roton, à Farciennes.

Lors des premiers essais, on a dû tellement pousser la sensibilité des appareils en agissant au niveau du disque exposé de front à la pression de souffle, que bien souvent le signal se trouvait perturbé par des phénomènes parasites.

Afin d'obtenir des oscillogrammes suffisamment indicatifs, nous avons construit une nouvelle chambre de mesure qui a permis d'éliminer la plupart des phénomènes parasites grâce :

1°) au rôle amplificateur joué par la chambre;
2°) à la surpression de l'effet en retour à l'arrière du capteur.

La puissance du souffle, nettement plus forte après progression du creusement qu'au début du creusement de la voie, a dans certains cas provoqué la saturation de la chaîne de mesure.

Au cours des essais, le détecteur a systématiquement été ramené à 30 m du front de creusement dès que la distance front-détecteur atteignait 60 à 80 m. Dans tous les cas, le détecteur était muni d'une goupille de 2 mm de diamètre destinée à assurer la sélectivité de son fonctionnement au souffle.

A la fin du mois de novembre, le détecteur complet a été remonté au jour dans sa carcasse-boîtier. Extérieurement, celle-ci présentait quelques traces de coups imputables à des projections de pierres lors des tirs. A l'intérieur, l'équipage amovible comportant tous les mécanismes a été retrouvé intact et en parfait état de fonctionnement, si ce n'est une légère torsion de la goupille de sélectivité. Il y avait au total quelque 80 g de poussières adhérant aux différents organes de l'équipage amovible.

### 5.1.2. *Contrôle des explosifs de sécurité pour charbonnages*

Sept échantillons de « Wetter-Roburit B » ont été contrôlés au point de vue de la sécurité au grisou et aux poussières de charbon, dans les conditions d'essai au mortier rainuré propres au type III amélioré. Aucune défaillance n'a été constatée.

Parallèlement aux tirs en atmosphère inflammable, l'aptitude à la transmission de la détonation a été vérifiée en confinement fort (tube en acier de 40 mm

de diamètre intérieur et 18 mm d'épaisseur de paroi, ou bien mortier en acier à fourneau cylindrique de 33 mm de diamètre, ouvert aux deux extrémités); dans tous les cas, les résultats ont été satisfaisants.

### 5.1.3. *Examen d'explosifs « slurry » à l'aluminium*

#### 5.1.3.1. *Irémite 110/3 et 110/3 S*

Les essais d'aptitude à la transmission de la détonation entre cartouches de 30 mm de diamètre, commencés l'an passé (voir marginal 6.1.3. du rapport INIEX 1980), se sont poursuivis cette année.

On a notamment testé l'aptitude à la transmission de la détonation en tube de plastique souple, en tube de carton rigide et en tube de plastique rigide.

Ces deux explosifs « slurries » de consistance élastique, admis officiellement depuis 1975 et 1978 respectivement en cartouches de 50 mm au moins de diamètre nominal (cartouches à enveloppe faite d'un fourreau de matière plastique fermé par « clips » métalliques à ses deux extrémités), ont en 1981 été admis à l'emploi en diamètre de 30 mm au moins.

#### 5.1.3.2. *Rockite 80*

Il s'agit d'un explosif « slurry » de consistance dure présenté en cartouches de 30 mm de diamètre à enveloppe en papier, comme pour les dynamites.

On a spécialement examiné l'aptitude à la transmission de la détonation à l'air libre, en tube de plastique souple, en tube rigide de carton ou de matière plastique.

On constate que l'aptitude à la transmission de la détonation augmente régulièrement avec la rigidité et l'épaisseur du confinement.

La « Rockite 80 » a également été reconnue officiellement en 1981. Les cartouches doivent avoir un diamètre nominal d'au moins 30 mm.

#### 5.1.3.3. Les trois explosifs « slurry » à l'aluminium dont question ci-dessus ne sont, jusqu'à nouvel ordre, pas admis pour les travaux souterrains des mines.

### 5.1.4. *Examen de l'aptitude à détoner d'engrais à base de nitrate d'ammonium*

Quatre engrais à teneur moyenne en azote ont été testés au moyen du dispositif de tir représenté à la figure 19, marginal 4.1.1. du rapport INIEX 1974. Il s'agit des produits suivants :

- deux engrais simples produits par la BASF à Anvers, dénommés respectivement KAS 26 % N et KAS 27,5 % N;
- un engrais composé 27-5-5 à 27 % N fabriqué par I.C.I. à Cleveland en Grande-Bretagne, et un 25-6,9-7,2 fabriqué par BASF à Krefeld (RFA).

Aucun de ces engrais, même après avoir subi un vieillissement artificiel par cinq cycles de températures, n'a propagé la détonation puissamment amorcée en tube d'acier 6''.

Les quatre engrais précités ont, en 1981, été exonérés du régime réglementaire applicable en Belgique au nitrate d'ammonium et aux produits y assimilés.

Pour la suite des études en cours, [illegible] perspective de l'application de la Directive [illegible] 15 juillet 1980 relative aux engrais simples [illegible] de nitrate d'ammonium et à forte teneur en az[illegible] Centre de recherche PNE à Sterrebeek a prop[illegible]e charge d'amorçage pour diamètre 4'' co[illegible]uivant le principe appliqué ici depuis plusieu[illegible]nées, mais basée sur l'emploi d'un explosif « plastic » à la penthrite en lieu et place d'un nitrate pulvérulent.

On obtient ainsi, de façon reproductible, un véritable générateur d'onde plane.

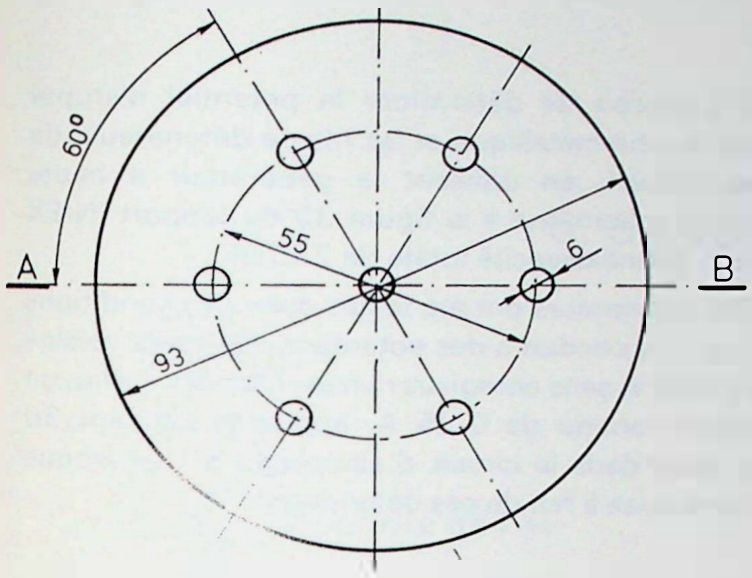
Le montage pyrotechnique se compose des éléments suivants :

a) un support en bois, de 40 mm d'épaisseur et de 93 mm de diamètre, percé de 7 orifices permettant le passage de cordeaux détonants; cette pièce cylindrique est entourée d'une feuille de carton de faible épaisseur formant le récipient destiné à contenir la charge principale d'explosif (fig. 5.1.);

b) une charge principale constituée de « Plastic » type NSP71 de Bofors et ayant la forme d'une rondelle de 18 mm d'épaisseur et de 93 mm de diamètre; son poids est de 190 g et elle est appliquée contre le support en bois;

c) sept longueurs de cordeau détonant (Dynacord, 12 g PETN/m), rigoureusement identiques (400 mm), assurent un amorçage en 7 points de la rondelle de plastic. Dans ce but, chacun de ces cordeaux pénètre par une de ses extrémités, très exactement sur une profondeur de 5 mm, dans la charge en question (fig. 5.2. et 5.3.), tandis que les extrémités opposées de ces mêmes cordeaux sont assemblées en botte autour d'un détonateur central à mèche (fig. 5.4.); ce dernier est serti sur une petite longueur de cordeau supplémentaire qui sera amorcé sur le site de tir au moyen d'un détonateur électrique. La mise en place des sept cordeaux autour du détonateur à mèche doit être faite avec la plus grande précision possible.

1




2

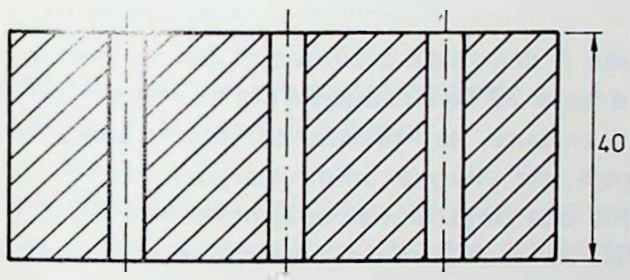



Fig. 5.1. :
Amorçage des nitrates : support en bois cylindrique
1. Vue en élévation
2. Coupe suivant AB

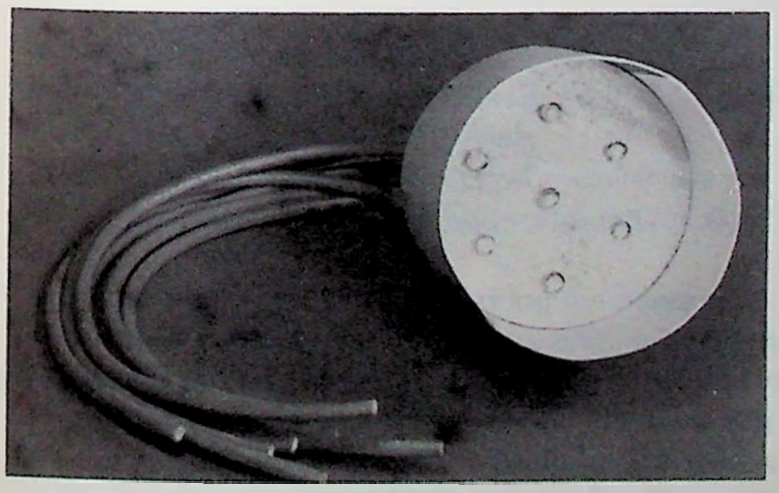


Fig. 5.2. :
Dispositif d'amorçage sans « Plastic »

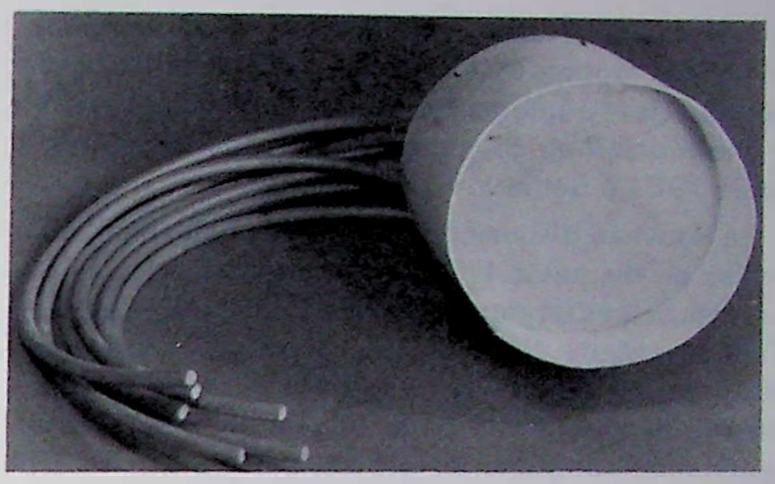


Fig. 5.3. :
Dispositif d'amorçage avec « Plastic »

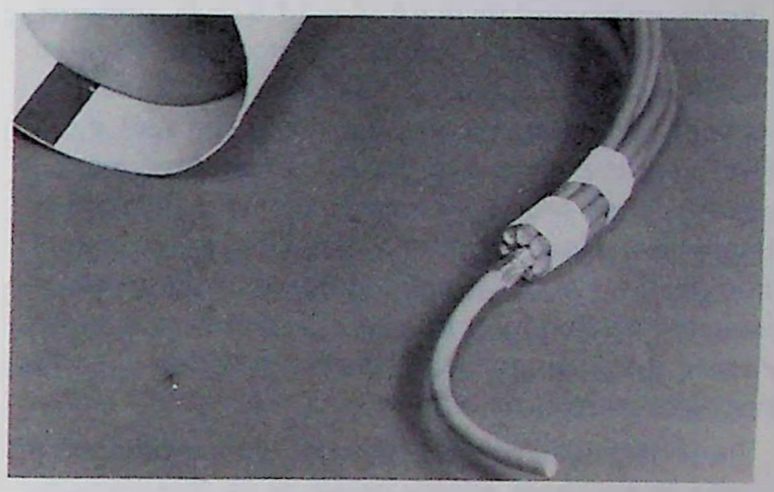


Fig. 5.4. :
Botte formée par les cordeaux détonants
d'amorçage assemblés autour d'un détonateur à mèche

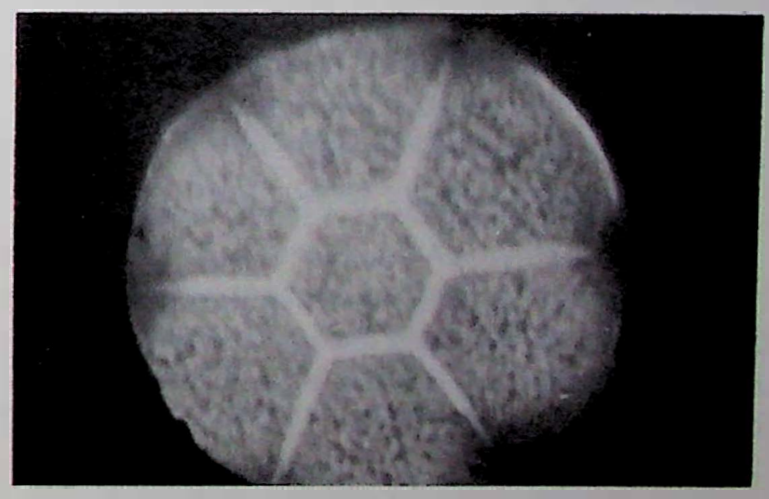


Fig. 5.5. :
Photographie instantanée de l'onde de détonation
provoquée par le dispositif d'amorçage au « Plastic »

Moyennant quoi (fig. 5.5. : photographie réalisée à Sterrebeek) les 7 points de la charge principale sont amorcés de façon absolument simultanée et les ondes de détonation issues des 7 points d'initiation interfèrent en un front plan.

Parallèlement à cette amélioration, l'INIEX a construit une nouvelle étuve à 8 étages permettant la réalisation de cycles de températures 25-45 °C d'une durée de 24 heures par cycle (produit étalé à raison de 10 kg par étage, en couche de 4-5 cm d'épaisseur).

Le nouveau mode d'amorçage et la nouvelle étuve ont été utilisés pour l'étude comparative des échantillons reçus dans le cadre de la sous-commission

« Ammonium Nitrate » de l'IGUS (voir marginal 6.1.7. du rapport INIEX 1980). Les résultats belges obtenus par l'étude de ces produits ont été présentés à une réunion du sous-groupe cité ci-dessus, en octobre 1981 à Berlin.

Le nouveau dispositif d'amorçage a également été utilisé en diamètre 4'' pour l'étude de deux ammonitrates belges fabriqués par ASED, l'un à Willebroek, l'autre au Marly. Nous avons ainsi pu, pour chacun de ces produits, déterminer le nombre de cycles de températures minimum à partir duquel on enregistre la détonation complète du produit amorcé comme ci-dessus. Pour le produit de Willebroek, le nombre de cycles minimum est de 6 et, pour le produit du Marly, il s'élève à 9.

Enfin, un produit de la BASF à 33,5 % N, présenté dans le cadre d'un permis de stockage en vrac (grands silos), a été tiré à la fois selon l'ancienne et la nouvelle méthode d'amorçage, dans son état d'origine et après avoir subi 5 cycles de températures. En aucun cas, ce produit n'a complètement propagé la détonation. Un deuxième échantillon de ce même produit, prélevé le 14 août 1981 par le Service des Explosifs de Belgique à l'usine d'Anvers, a subi les mêmes tests qui ont confirmé les résultats obtenus avec le premier échantillon.

Pour terminer, il faut signaler qu'on détermine systématiquement, pour les produits en état d'origine et après cyclage thermique, la porosité des prills par la méthode de rétention d'huile.

### 5.1.5. *Essais relatifs à des détonateurs électriques défectueux rencontrés en carrière au cours de tirs secondaires*

Au cours de tirs secondaires à la carrière de Quenast, on a constaté des ratés de certains détonateurs d'une série. Cet incident s'est reproduit deux fois, à la fin de l'année 1980.

Les détonateurs ratés, ainsi que d'autres provenant du même lot de fabrication et de deux autres lots, ont été prélevés pour examen à Pâturages. On a constaté diverses anomalies, telles que : résistance infinie, pilule brûlée, ratés de tir sous une impulsion de 3 mJ/Ω.

Parmi les détonateurs n'ayant pas sauté, on a pesé les pilules inflammatrices et le vernis de trois d'entre elles. Plusieurs autres détonateurs ont été radiographiés sur demande à l'usine PNE de Matagne.

Au terme de cette étude, il a été conclu à une erreur de manipulation dans la fabrication de l'inflammateur de ces détonateurs.

### 5.1.6. *Essais réalisés sur des détonateurs électriques particuliers*

Il s'agissait de déterminer le potentiel disruptif entre le tube métallique et les fils de détonateurs du type Fenwal, en utilisant le générateur à haute tension, schématisé à la figure 33 du rapport INIEX 1979, et une capacité totale de 255 pF.

Dix détonateurs ont été testés dans ces conditions et ont tous conduit à des potentiels disruptifs voisins de 3.000 V, sans enregistrer un seul départ. Enfin, un courant continu de 0,25 A, appliqué pendant 30 secondes dans le circuit d'allumage, n'a provoqué aucune mise à feu de ces détonateurs.

### 5.1.7. *Etude de ratés d'inflammateurs électriques munis d'une mèche d'artifice*

Suite à des ratés d'allumage de la mèche, nous avons testé 12 de ces dispositifs de mise à feu. Après avoir mesuré la résistance électrique, trouvée normale, de chaque inflammateur, ceux-ci ont été soumis aux impulsions réglementaires de 0,8 et 3 mJ/Ω. Si les 12 inflammateurs se sont comportés normalement dans 5 cas, par contre, la mèche ne s'est pas enflammée. Un examen de ces échantillons laisse présumer l'existence de défectuosités de montage au niveau du contact mèche-inflammateur.

### 5.1.8. *Essais sur cordon Nonel*

#### 5.1.8.1. *Essais « coup de foudre »*

Ces essais ont pour objet d'exposer le cordon Nonel en état d'origine (une extrémité scellée et l'autre munie du détonateur de transmission sous capot en matière plastique jaune) aux effets d'arcs électriques. Ils ont été réalisés au laboratoire « Haute tension » de la Faculté Polytechnique de Mons.

L'extrémité scellée du cordon émerge vers le haut, sous électrode pendante, d'un tube en verre prenant appui dans un gros manchon en porcelaine debout sur la plaque de terre. On monte en tension et, aux environs de 170 kV (x 8 avec rendement estimé à 95 %), un arc jaillit entre l'électrode et la terre via l'intérieur du manchon. Le troisième arc a provoqué le fonctionnement du système Nonel.

Une autre série d'essais a été réalisée en fixant, par bande adhésive, l'extrémité scellée du cordon à

# 6. *Salubrité - pollution*

## 6.1 *Salubrité de l'air*

### 6.1.1 *Dans l'environnement*

#### 6.1.1.1. *Les retombées*

A. *Réseau national d'étude des retombées* (ministère de la Santé Publique)

Les sections de Liège et de Colfontaine ont continué à contrôler diverses caractéristiques des retombées, au moyen de leurs stations qui - avec celles de l'ADEC, à Charleroi - couvrent l'ensemble du bassin industriel wallon (124 stations). Sont mesurés mensuellement :

- la masse totale, soluble et insoluble;
- les teneurs en Pb, Zn, Cr, Cd, Hg et Fe des matières insolubles et les teneurs en Pb, Zn, Cr, Cd, Hg et F des matières solubles;
- le pH des eaux de pluies recueillies.

Deux stations situées en Ardenne mesurent le niveau de base des retombées en milieu réputé non pollué.

B. *Etudes locales de pollutions industrielles spécifiques*

Ces études, subsidiées partiellement par la Région Wallonne, contrôlent les retombées dans les zones d'influence d'activités industrielles spécifiques et portent sur les mêmes caractéristiques que celles du réseau national.

La section de Liège étudie plus particulièrement les retombées des industries de métaux non ferreux à Engis et à Forêt et de la sidérurgie à Seraing.

La section de Colfontaine étudie les retombées dues aux cimenteries dans les régions de Tournai et de Mons, aux faïenceries dans la région de La Louvière et à l'industrie pétrolière dans la région de Feluy.

C. *Contrôles des retombées effectuées à la demande de l'Administration des Mines*

L'Administration des Mines demande à l'INIEX de procéder à des contrôles de pollution dans l'environnement d'usines, dont elle a la surveillance. A cet effet, la section de Colfontaine contrôle des retombées dans les régions de Charleroi, Mons-Obourg, Vilvorde, Quenast-Rebecq, Soignies et Court-sur-Heure où sont implantées, respectivement, des usines sidérurgiques, des cimenteries, une cokerie et des carrières.

La section de Liège contrôle les retombées au Sart-Tilman, à Chanxhe, Clavier, Burcht, Houthalen, Turnhout et Zolder.

D. *Etude du transfert des polluants*

Dans le cadre de notre participation au Programme National R-D Environnement-Air de la CIPS, nous avons rédigé un rapport de synthèse de trois années de mesure des retombées atmosphériques dans la zone-test de Liège, pour l'étude du transfert des métaux lourds vers le sol et les plantes.

#### 6.1.1.2. *Les poussières en suspension*

Trois stations, contrôlées par la section de Colfontaine et 7 stations, contrôlées par la section de Liège mesurent, en permanence, ce type de pollution. A cet effet, on recueille les poussières retenues sur une membrane filtrante de nitrate de cellulose d'une porosité de 0,45 micron, après passage, en 24 heures, d'environ 16 $m^3$ d'air ambiant. Sur la récolte des filtres prélevés pendant 4 semaines, on détermine la masse totale des poussières en suspension et leur teneur en Fe, Pb, Zn, Cd, Cr et Hg. Ces installations

fonctionnent à Mons (2), La Louvière (1) et Liège-Engis (7). Cette étude est subsidiée partiellement par la Région Wallonne.

6.1.1.3. *Réseau national Soufre-Fumée du Ministère de la Santé Publique*

Comme les années précédentes, l'INIEX, tant à Colfontaine qu'à Liège, assure la maintenance de 52 stations de ce réseau, qui mesurent en permanence et par fractions de 24 heures, les fumées, les poussières inférieures à 10 microns et le $SO_2$ présents dans l'air.

6.1.1.4. *Inventaire des émissions de polluants d'origine industrielle dans la zone-test de Liège et dans les Provinces de Liège, Namur et Luxembourg (section de Liège)*

Dans le cadre du Programme National R-D Environnement-Air de la CIPS, nous avons complété l'inventaire des émissions atmosphériques d'origine industrielle dans la zone-test de Liège, pour les années 1978 et 1979 et l'avons mis à jour pour 1980. Cette zone de 112 km² s'étend d'Engis à Herstal et Forêt-Trooz (cfr. figure 21 du rapport annuel INIEX 1979). La tableau 6.I. indique les quantités totales enregistrées pour les principaux polluants émis dans cette zone pendant ces trois années; elles représentent plus de 99 % des émissions réelles. Nous avons, par ailleurs, rédigé 4 rapports scientifiques, qui comprennent notamment des suggestions concrètes pour réduire la pollution.

Au 1er mai 1981, lors de la phase de transfert aux régions du Programme National, notre Unité a été chargée directement des inventaires des trois Provinces de Liège, Namur et Luxembourg, commencés, avec notre aide, par une équipe de CST de la CIPS, à la fin de 1979. Les tableaux 6.II et 6.III donnent les résultats obtenus au 30.11.81.

Le Programme National se terminant le 31.12.81, priorité à été donnée aux émetteurs très importants, qui représentent plus de 90 % des quantités émises.

Le tableau 6.III. montre que nous avons enregistré en détail la quasi totalité de ces émetteurs très importants; on peut donc dire que grosso modo 90 % des émissions sont enregistrées en quantités. Pour les 3 catégories d'émetteurs, toutes les réponses reçues au 30.11.81 ont été transférées à la Banque des Données du Programme National. En outre, notre Unité a rédigé tous les rapports mensuels d'activités pour les SPPS et le Ministère de la Santé Publique, participé aux réunions mensuelles de coordination et aux réunions techniques, apporté sa contribution à l'uniformisation de la méthodologie mise au point et, enfin, rédigé les deux rapports finals de cette phase de transfert (cfr. liste des publications).

La somme des données, des expériences et des bonnes relations ainsi accumulées permettait, d'une part, à notre Institut, d'effectuer un inventaire permanent et de l'exploiter pour la Région Wallonne, et d'autre part, d'étudier les possibilités de récupération des rejets thermiques industriels, ce qui a permis aux chercheurs d'entamer une nouvelle recherche pour le compte du Ministère des Affaires Economiques et de l'Administration de l'Energie (Programme National de Réorientation et d'Utilisation Rationnelle des Energies ou Programme URE, voir marginal 2.6.).

TABLEAU 6.I : *Emissions annuelles des principaux polluants enregistrés dans la zone-test de Liège, en tonnes*

| Polluant / Année d'émission | $SO_2$ | $NO_x$ | CO | Vapeurs organiques | Particules |
|---|---|---|---|---|---|
| 1978 | 45.976 | 13.195 | 111.442 | 6.581 | 101.930 |
| 1979 | 41.297 | 13.718 | 122.120 | 6.421 | 108.390 |
| 1980 | 50.098 | 14.020 | 114.746 | 5.639 | 95.678 |

TABLEAU 6.II : *Emissions 1980 des principaux polluants enregistrés dans les provinces de Liège, Namur et Luxembourg, en tonnes*

| Polluant / Province | $SO_2$ | $NO_x$ | CO | Vapeurs organiques | Particules |
|---|---|---|---|---|---|
| Liège | 62.057 | 39.568 | 121.877 | 5.947 | 111.978 |
| Namur | 2.756 | 2.573 | 2.777 | 69 | 15.513 |
| Luxembourg | 2.157 | 286 | 3.380 | 248 | 4.872 |

TABLEAU 6.III : *Situation des inventaires dans la zone-test de Liège et dans les trois provinces de Liège, Namur et Luxembourg, en nombres d'émetteurs à enregistrer individuellement*

| Nombre / Zone | Ensemble des 3 catégories | | Emetteurs de 1re catégorie | |
|---|---|---|---|---|
| | recensés | collaborants et enregistrés en détail | recensés | collaborants et enregistrés en détail |
| Zone-test de Liège, pour 1980 | 107 | 93 | 38 | 38 |
| Province de Liège, hors zone-test pour 1980 (1979) | 211 | 94 | 46 | 41 |
| Province de Namur, pour 1980 (1979) | 122 | 59 | 33 | 32 |
| Province de Luxembourg, pour 1980 (1979) | 77 | 23 | 11 | 7 |
| Total tou[illegible]s | 517 | 269 | 128 | 118 |

6.1.1.5. *Autres travaux se rapportant à la pollution atmosphérique dans l'environnement*

Une nouvelle campagne de mesure des rejets organiques d'une usine d'enduction de tôles a été effectuée ainsi que de nombreuses mesures de soufre dans les fuels extra-lourds de certaines usines. Nous avons aussi participé aux travaux de la sous-commission n° 7, Pollution de l'air : Mesures du carbone organique total à l'émission, de l'IBN.

## 6.1.2. *Aux postes de travail de la sidérurgie* (recherches subsidiées par la CECA - Section de Liège)

### 6.1.2.1. *Mise au point d'une nouvelle méthode de dosage des poussières respirables et de la silice libre*

A. *Construction d'un nouvel échantillonneur de poussières respirables à présélecteur type cyclone*

Nous avons terminé la construction de l'appareil permettant de prélever une fraction respirable des poussières en suspension suivant la courbe de rétention connue et d'établir des courbes d'étalonnage gravimétriques spécifiques à chaque type de poussières (fig. 6.1.).

Après une période de contrôle de la stabilité des paramètres physiques de l'appareil (débit, pression,...), nous l'avons installé le long de la bande d'une usine d'agglomération de minerais (fig. 6.2.).

Avec les responsables de l'usine, nous avons établi un plan de travail pour le premier semestre de 1982 en vue de couvrir l'ensemble des différents types de poussières rencontrées en sidérurgie : poussières de densité faible (charbon, coke, poussières goudronneuses) et poussières de densité forte (oxydes de fer, agglomérés).

B. *Analyse pondérale des poussières respirables par réflectométrie optique*

Grâce à l'utilisation d'un réflectomètre muni d'un monochromateur à haute résolution et raccordé à un mini-ordinateur, nous avons pu affiner nos premières courbes d'étalonnage obtenues à l'aide d'un réflectomètre Photovolt.

De l'analyse de la figure 6.3., il apparaît d'une façon évidente que, pour une même gamme de concentration, deux poussières sidérurgiques différentes accusent des allures de courbe nettement différentes (fonction exponentielle et fonction puissance) et que, de plus, la sensibilité varie fortement avec le rayonnement utilisé.

Les courbes tracées pour la poussière 876-1 à toutes les longueurs d'onde du visible montrent que la sensibilité de la méhode peut varier dans un rapport 2 à 3, d'où l'intérêt, lors de l'établissement des

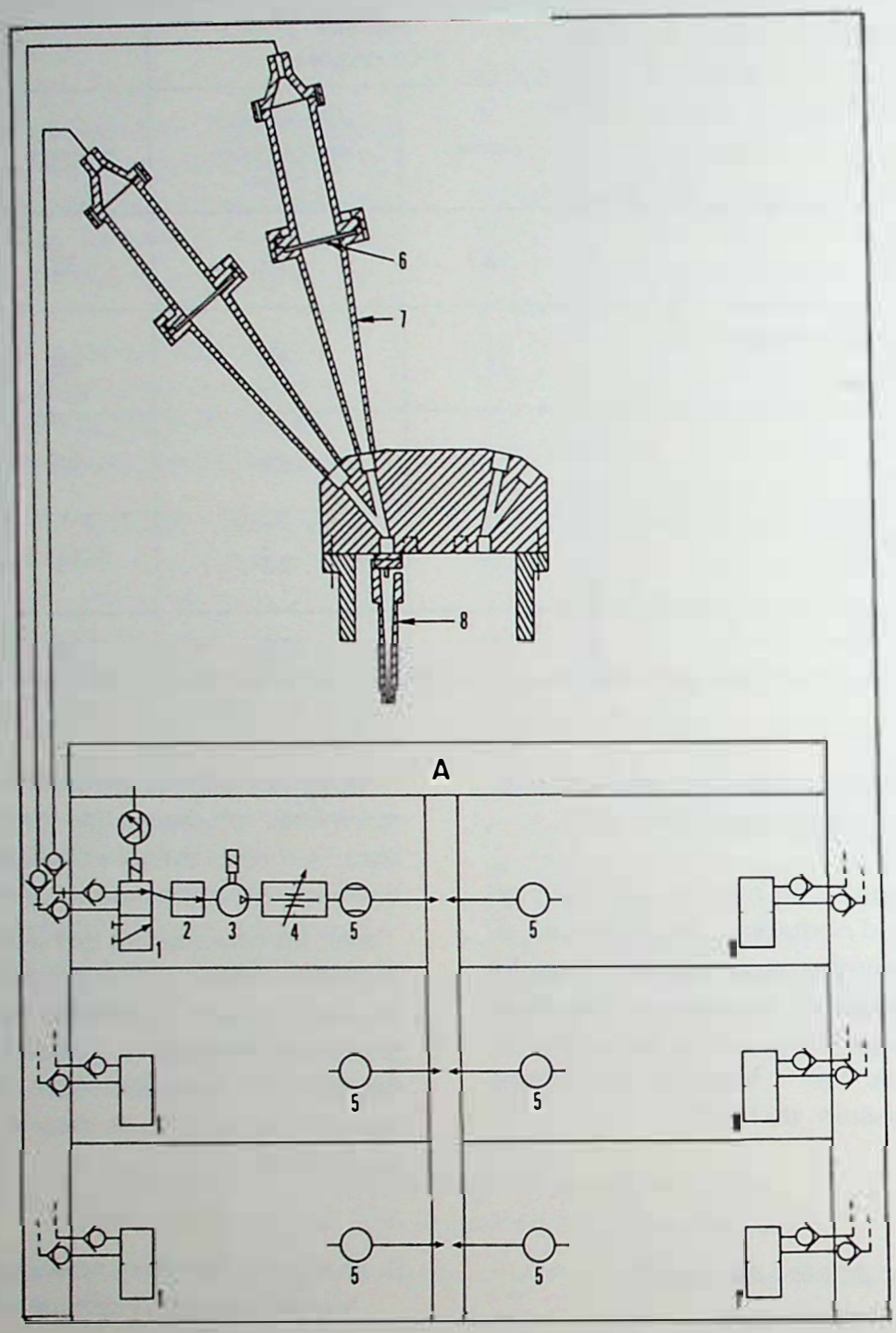



Fig. 6.1. :
Nouvel échantillonneur de poussières respirables -
montage en usine

1. vanne magnétique à 3 voies
2. amortisseur de pulsations
3. pompe
4. régulateur de débit
5. débitmètre

(x 6)

6. filtre
7. porte-filtre (x 12)
8. cyclone (x 6)

A. : commande électronique

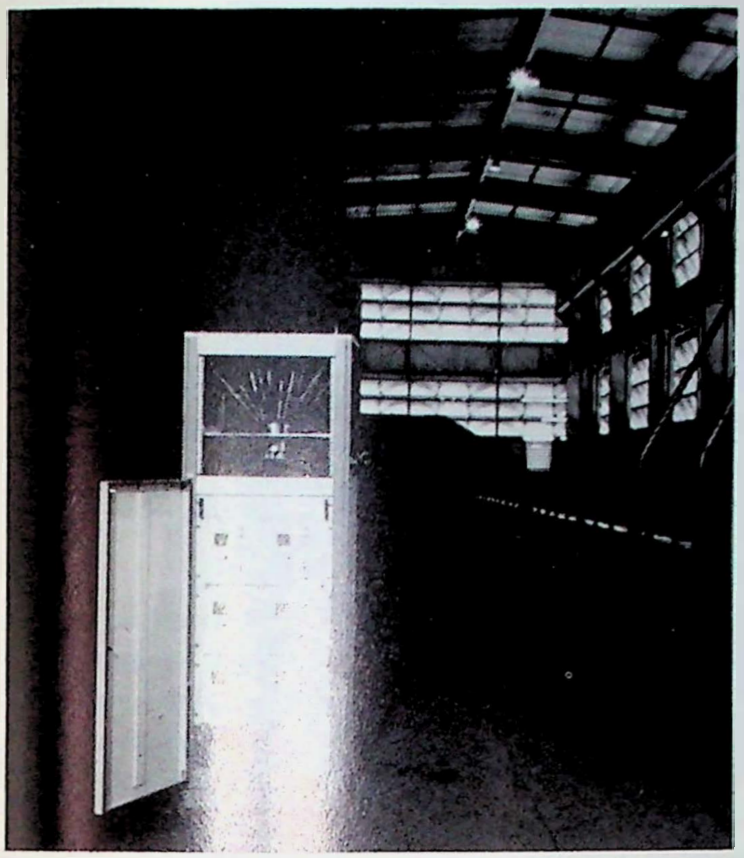


Fig. 6.2. :
Echantillonneur de poussières respirables
à présélecteur type cyclone

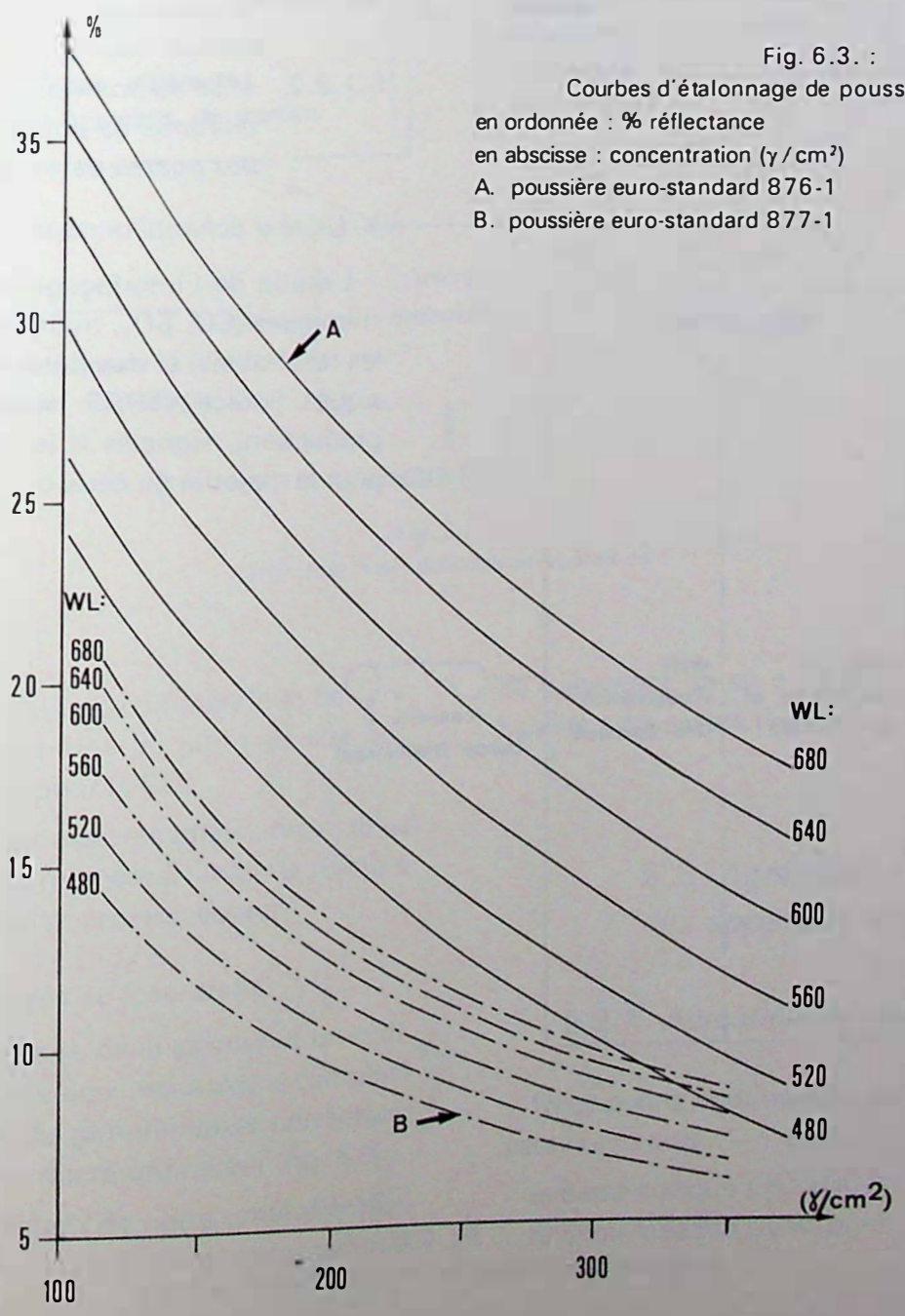



Fig. 6.3. :
Courbes d'étalonnage de poussières respirables
en ordonnée : % réflectance
en abscisse : concentration (γ / cm²)
A. poussière euro-standard 876-1
B. poussière euro-standard 877-1

courbes d'étalonnage des poussières industrielles in situ à l'aide du présélecteur précité, de rechercher la longueur d'onde assurant la plus grande sensibilité.

C. *Analyse élémentaire des poussières respirables par fluorescence X*

Nous avons d'abord recherché les conditions opératoires optimales et les gammes de concentrations accessibles par la méthode pour les principaux éléments toxiques tels que Zn, Mn, Cd, Cr, V, Pb, As, Sb.

Pour ce faire, nous avons préparé deux types d'étalons :

- des étalons de composition chimique constante et connue à différentes concentrations superficielles. Ces échantillons ont été réalisés par une technique de filtration rapide sur membrane cellulosique après agitation aux ultra-sons.

- des étalons où la concentration des éléments à analyser est variable. La préparation de ces derniers s'est faite par évaporation sur membrane cellulosique de solutions titrées des différents éléments précités. De manière à localiser avec précision la zone d'évaporation, les filtres ont été traités partiellement par une solution siliconée (hydrophobe).

Ces essais étaient nécessaires pour étudier la composition des radiateurs qui devront permettre de corriger l'effet d'absorption massique des poussières récoltées en usines.

D. *Analyse cristallographique par diffraction X de la silice libre*

La méthode de correction d'effet matrice, mise au point pour l'analyse des phases dans les poudres, a été appliquée avec succès pour la détermination du quartz α dans les poussières respirables et ce, pour des concentrations s'étalant de 12 $\mu g/cm^2$ à 1000 $\mu g/cm^2$.

Forts de cette expérience, nous avons réalisé des échantillons avec des concentrations équivalentes en cristoballite dans les deux mêmes matrices que pour le quartz α.

6.1.2.2. *Mise au point d'une stratégie de mesure uniforme de polluants atmosphériques aux postes de travail*

A. *Unité d'échantillonnage à installer en usine*

L'étude de l'interfaçage des différents analyseurs chimiques (CO, $SO_2$, hydrocarbures, poussières totales respirables) et des détecteurs de paramètres physiques (indice WGBT, température, paramètre de production), signalés à la figure 6.4., est terminée pour la majorité de ceux-ci.

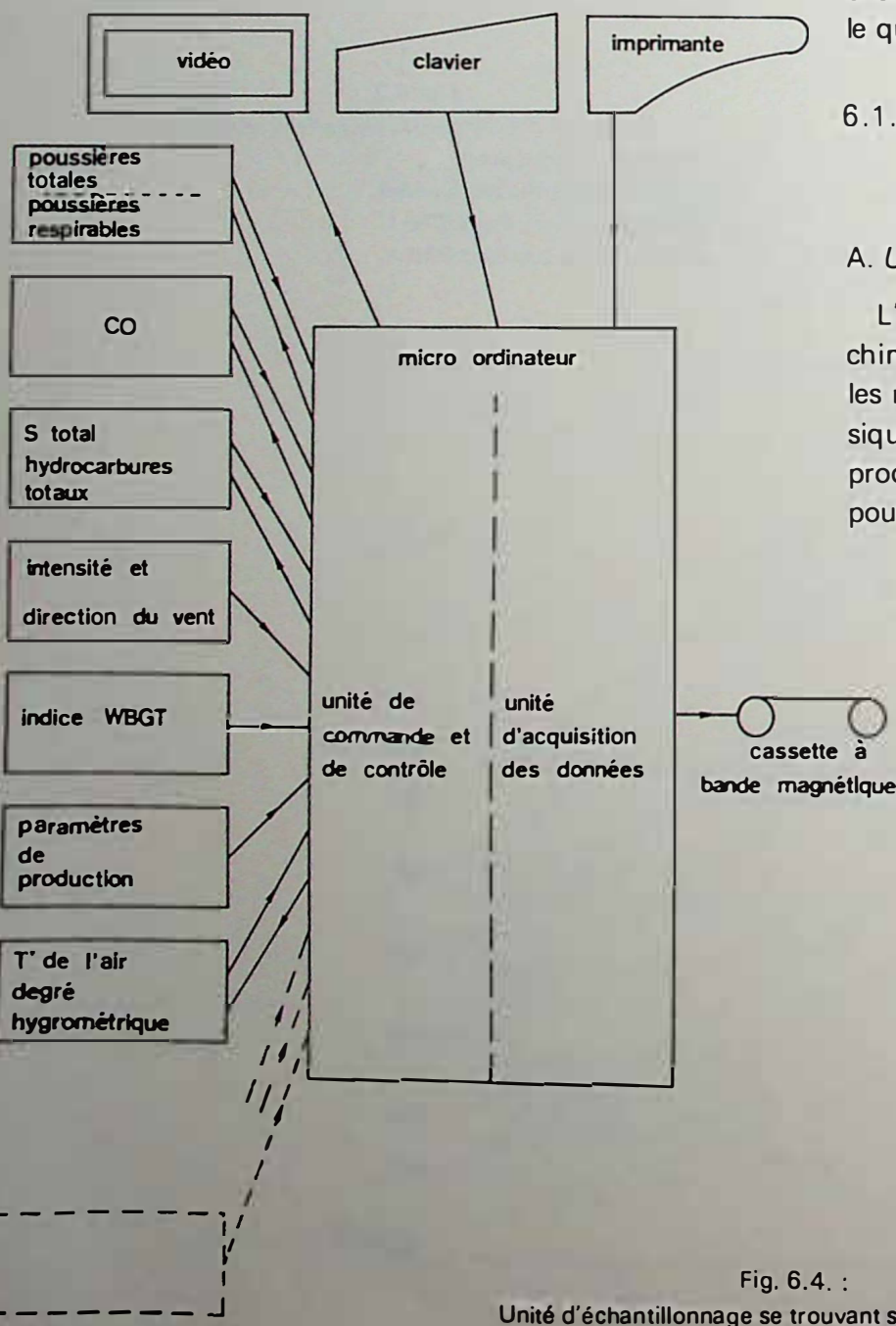



Fig. 6.4. :
Unité d'échantillonnage se trouvant sur le lieu de travail

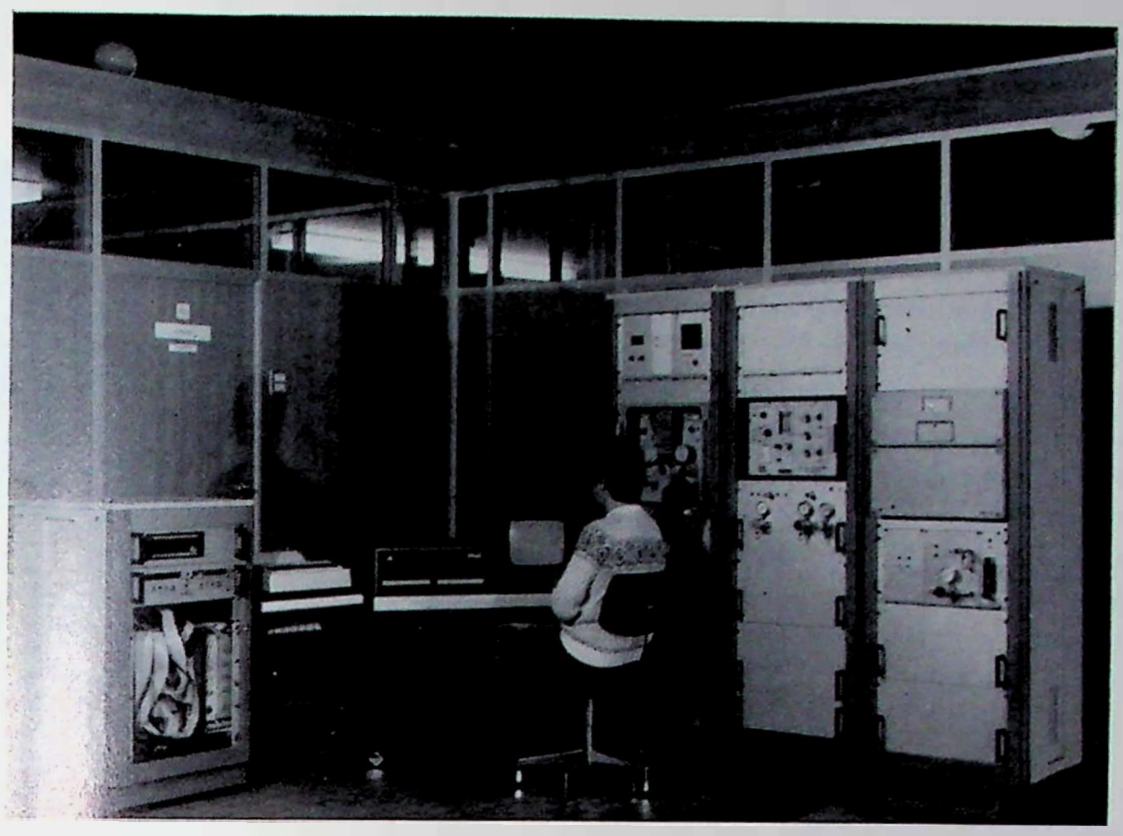


Fig. 6.5. :
Unité de traitement des données pour la mesure
des polluants atmosphériques aux postes de travail

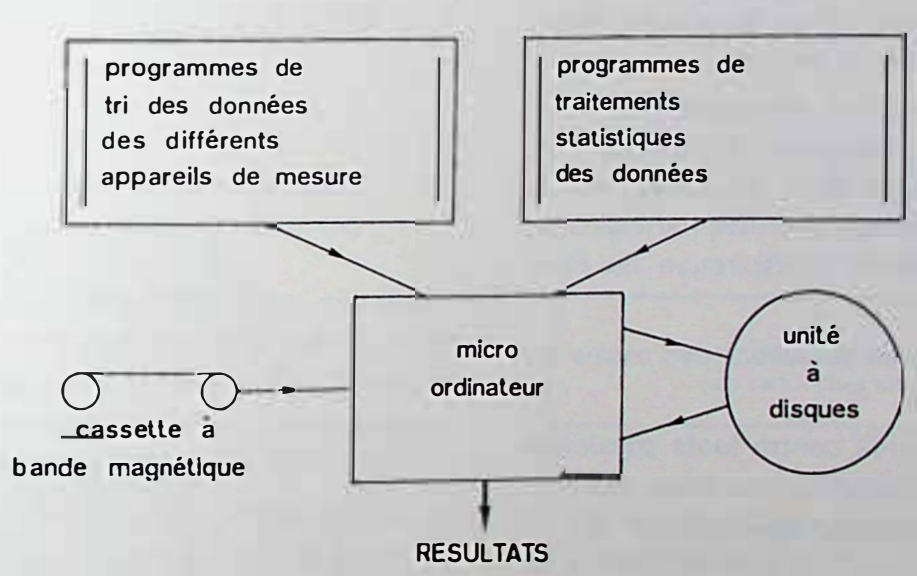



Fig. 6.6. :
Traitements des données en laboratoire

Le logiciel relatif à l'unité de commande et de contrôle des monitors est terminé au point de vue des paramètres physiques et pour le CO.

Le logiciel relatif aux poussières totales respirables et au $SO_2$ a été étudié de manière à limiter le nombre d'entrées et de sorties du micro-processeur.

B. *Traitement des données au laboratoire*

Pour ne pas être tributaire de la location d'un ordinateur dans un centre de calcul, nous avons complété notre micro-processeur de périphériques permettant d'utiliser celui-ci comme micro-ordinateur (fig. 6.5.).

En attendant l'installation de notre unité d'échantillonage en usine, nous avons établi des programmes de traitement de tri et d'analyse statistique dont la fiabilité a été testée (fig. 6.6.).

## 6.2. *Agréation et contrôle des appareils respiratoires*

### 6.2.1. *Agréation de nouveaux appareils*

Nous avons soumis aux essais d'agréation les appareils suivants :

- le demi-masque I.R. 1000;
- le demi-masque Dustopper;

- le demi-masque Giffard;
- le couvre-face Panoramasque Fernez (fig. 6.7.);
- le costume ventilé à adduction d'air comprimé Mururoa 9013;
- la cagoule de sablage Socomer;
- la cagoule de sablage Clemco à adduction d'air comprimé (fig. 6.8.);
- la cagoule Ufo Kemira à adduction d'air comprimé;
- l'appareil à oxygène chimique Auer SSr 16 B.R.;
- l'appareil à oxygène chimique Dräger Oxy-Sr 60 B.

L'appareil respiratoire à oxygène chimique est un appareil autonome à oxygène. Celui-ci, au lieu d'être stocké sous pression dans une bouteille, est produit par la réaction entre l'anhydride carbonique, l'eau et le peroxyde de potassium :

$4\ KO_2 + 2\ CO_2 \rightarrow 2\ K_2CO_3 + 3\ O_2 + x$ calories
$4\ KO_2 + 2\ H_2O \rightarrow 4\ KOH + 3\ O_2 + x$ calories
$2\ KOH + CO_2 \rightarrow K_2CO_3 + H_2O$

Le schéma de fonctionnement et la composition de l'appareil sont données à la figure 6.9.

L'anhydride carbonique et la vapeur d'eau sont fournis par l'air expiré par le porteur et conduits par le tuyau central (6) vers la cartouche contenant le $KO_2$ (3). L'oxygène produit diffuse dans le sac respiratoire d'où il est inspiré par le porteur.

L'agréation des cartouches antipoussières comporte l'examen de la résistance d'inspiration et d'expiration du filtre à l'état neuf, du pouvoir de rétention de l'organe filtrant vis-à-vis des particules siliceuses et de la résistance d'inspiration du filtre usagé.

Les appareils autonomes subissent des essais en vue de déterminer :

a) l'étanchéité de l'appareil contre toute possibilité de rentrée d'air pollué ambiant;
b) la résistance mécanique de l'appareil.

Fig. 6.7. :
Panoramasque. Système Commissariat [illegible] omique.
Fernez



Fig. 6.8. :
Casque de sablage / grenaillage - large vue

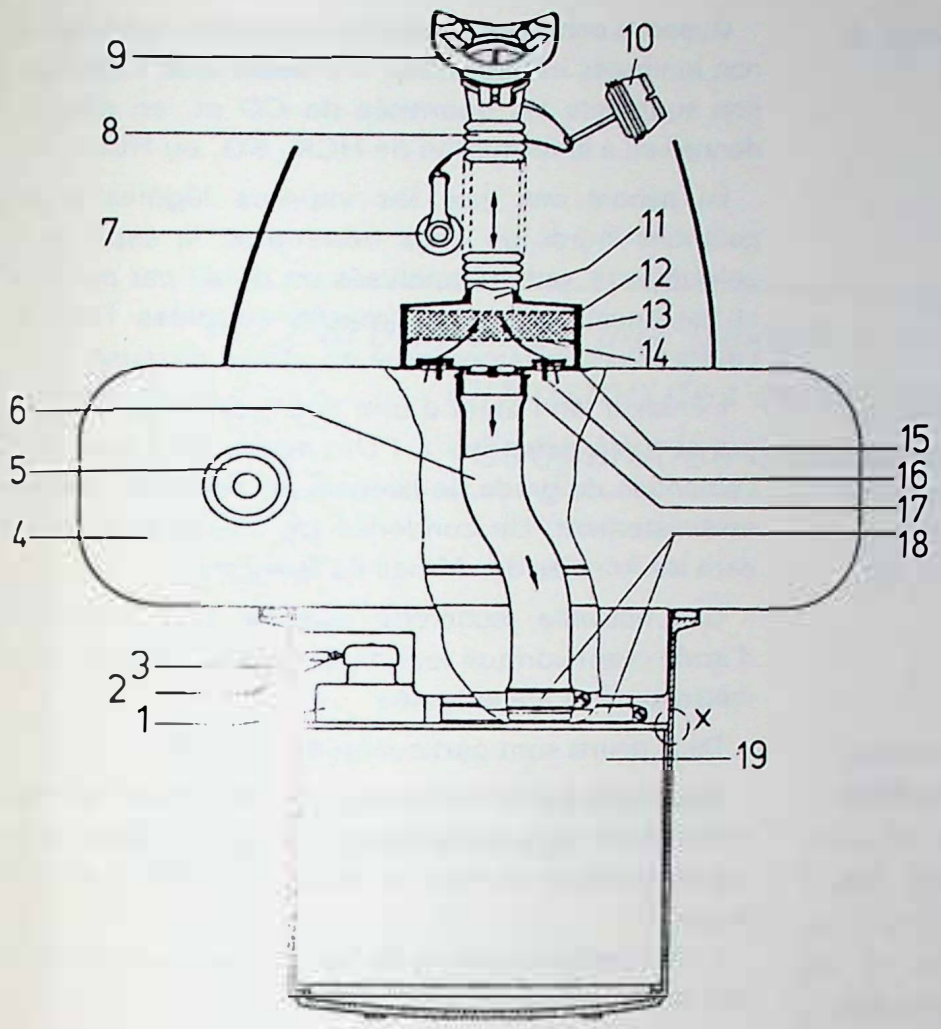



Fig. 6.9. :

Coupe d'un appareil à oxygène chimique

1. Starter (bougie de chlorate)
2. Goupille
3. Tirette
4. Sac respiratoire
5. Valve de surpression
6. Tuyau central
7. Pince-nez
8. Tuyau accordéon
9. Embout buccal
10. Bouchon
11. Boîte à valve
12. Partie supérieure de la boîte à valve
13. Echangeur de chaleur
14. Tamis
15. Partie inférieure de la boîte à valve
16. Disque de valve d'aspiration
17. Disque de valve d'expiration
18. Collier
19. Cartouche $KO_2$

### 6.2.2. *Contrôle des cartouches filtrantes antipoussières et anti-CO*

En vertu de la loi qui réglemente les conditions d'agréation des appareils respiratoires, chaque lot de fabrication de filtres ou de cartouches filtrantes agréés fait l'objet d'un contrôle qui consiste à tester un certain nombre de pièces prélevées dans le lot.

Le tableau 6.IV., donne pour cette année, le nombre total de filtres et de cartouches présentés au contrôle.

### 6.2.3. *Contrôle des masques autosauveteurs*

En application de l'arrêté royal du 2 décembre 1957 relatif au port d'un masque de protection contre les feux et incendies dans les travaux souterrains, chaque lot de fabrication de masques agréés doit subir un contrôle de l'efficacité vis-à-vis du CO.

Nous avons testé ce semestre 152 masques.

### 6.3. *Analyses de poussières de charbon neutralisées*

Dans le cadre du contrôle de l'efficacité de la neutralisation des poussières de charbon présentes dans les galeries de mines par des poussières de schistes, nous avons traité 40 échantillons.

Sur chaque échantillon, après homogénéisation et tamisage, on détermine le poids d'incombustibles après avoir incinéré à 500 °C la matière charbonneuse.

TABLEAU 6.IV. :

*Filtres ou cartouches filtres présentés au contrôle*

| Type de filtres ou de cartouches filtrantes | Nombre de pièces |
|---|---|
| Filtres antipoussières 3 M | 100.000 |
| Filtres antipoussières Auer Kollix | 4.000 |
| Filtres antipoussières Auer Trillix | 6.000 |
| Filtres antipoussières Barikos | 6.600 |
| Filtres antipoussières Dräger 90 St | 250 |
| Filtres antipoussières Dräger 905 St | 400 |
| Filtres antipoussières Dräger 645 St | 2.650 |
| Filtres antipoussières Dräger 805 St | 17.125 |
| Filtres Pirelli 200/2 | 668 |
| Cartouches mixtes Auer | 4.350 |
| Cartouches mixtes Barikos | 1.590 |
| Cartouches mixtes Dräger | 6.720 |
| Cartouches mixtes Pirelli | 69 |
| Cartouches anti-CO Dräger | 295 |
| Cartouches anti-CO Auer | 10 |

Les résultats de ces analyses ont été transmis à l'Administration des Mines de Hasselt.

## 6.4. *Toxicité de l'atmosphère par les produits émis lors de la combustion des matériaux*

Les produits de décomposition thermique de vingt-six matériaux naturels et synthétiques, utilisés dans le contenu combustible des habitations, ont été analysés. Les matériaux sont brûlés à 600 °C dans un courant d'air et les gaz suivants sont dosés : CO, $CO_2$, HCN, HCl, HBr, HF, $SO_2$, $NO_x$.

Les conclusions suivantes ont été tirées :

- tous les matériaux libèrent du CO et $CO_2$;
- les matériaux naturels, laine et soie, produisent plus de HCN et d'oxydes d'azote que les synthétiques;
- seuls les matériaux synthétiques dégagent des hydracides halogénés;
- la laine est le seul matériau à dégager du $SO_2$.

L'opacité des fumées a également été mesurée à la chambre NBS. En général, les fumées produites par les matériaux synthétiques affectent plus rapidement la visibilité et sont plus opaques.

Quand la comparaison entre matériaux ignifugés et non ignifugés est possible, il s'avère que l'ignifugation augmente les quantités de CO et, en général, donne lieu à la formation de HCN, $SO_2$ ou HCl.

En dehors des gaz, les vapeurs légères et les goudrons lourds de deux matériaux, le sapin et le polyéthylène, ont été analysés en détail par pyrolyse et par spectrométrie de masse couplées l'une et l'autre à la chromatographie en phase gazeuse.

L'étude a fait l'objet d'une publication de 140 pages et à été défendue à l'Université de Liège pour l'obtention du grade de licencié en sciences, section assainissement. Un condensé du travail sera publié dans les Annales des Mines de Belgique.

Une nouvelle recherche relative à la formation d'acide cyanhydrique lors de la combustion de polymères azotés a été entamée.

Deux points sont particulièrement étudiés :

- Les mécanismes de formation de HCN en vue d'incorporer dans les formulations des inhibiteurs de ces réactions; à cet effet, le dosage de HCN a été mis au point.
- L'effet des retardateurs de flamme sur la production de l'acide cyanhydrique.

En dehors de ces travaux à caractère fondamental, une centaine de mesures ont été effectuées à la demande de l'industrie ou à des fins médicolégales.

# 7. *Participation aux travaux d'autres organismes Diffusion des connaissances Coopération internationale*

## 7.1. *Participation aux travaux d'organismes nationaux et internationaux*

### 7.1.1. *Organismes nationaux*

Nos chercheurs participent à des groupes de travail dans des domaines très divers tels que l'Institut Belge de Normalisation, les groupes spécialisés du Centre Scientifique et Technique de la Construction, des groupes de travail universitaires, etc...

Un de nos collaborateurs, détaché à temps partiel au Service pour la Conservation des Energies du Ministère des Affaires économiques, participe à l'étude des projets de démonstration concernant les économies d'énergie.

Notre Institut a également deux représentants dans le groupe national de travail « Bus de l'Energie ». Ce groupe prépare le programme d'audits, définit et coordonne les tâches des différents organismes concernés, ainsi que les flux de données devant aboutir sous forme synthétisée au Centre de Traitement des Informations du Ministère des Affaires économiques (CTI), ayant pour tâches principales la gestion de la banque nationale de données et la collaboration avec la banque européenne de données du Centre Commun de Recherches d'Ispra.

Nous participons aux travaux de la Commission « Ecologie Industrielle », au groupe « Quadrige » de direction du réseau national de contrôle de la pollution atmosphérique et aux travaux du groupe national « Guide de l'Energie ». Nous avons collaboré à la rédaction des brochures générales A3 « Bus de l'Energie » et A4 « Audits énergétiques », ainsi qu'à celle des différentes brochures techniques, dont « la Combustion et la Production de chaleur ».

INIEX a participé à plusieurs réunions organisées par la SC Belgian Mining Engineers (BME) :

- une réunion avec un groupe d'ingénieurs des mines d'anthracite des Etats-Unis venus se rendre compte de ce que les instituts et industriels belges pouvaient offrir pour la mise en valeur de leurs gisements, tant au point de vue exploitation que préparation du charbon;
- une Table Ronde avec les représentants de l'Administration Générale de la Coopération au Développement (AGCD), où un représentant de chaque société membre a fait un exposé concernant ses propres recherches;
- des discussions avec des membres du BME concernant le transport hydraulique du charbon ou un projet à développer en Inde;
- une discussion avec des ingénieurs concernant le creusement de puits, le forage et les exploitations par chambres et piliers.

### 7.1.2. *Organismes internationaux*

Les chercheurs de l'INIEX ont participé aux programmes de recherches et aux réunions d'experts des groupes internationaux tels que l'International Conference for Coal Research (ICCR), le Comité d'Etudes des Producteurs de Charbon d'Europe Occidentale (CEPCEO), l'International Committee for Coal Petrography (ICCP), la Communauté Européenne du Charbon et de l'Acier (CECA), la Communauté Economique Européenne (CEE) et l'Agence Internationale de l'Energie (AIE).

Des ingénieurs d'INIEX participent aux réunions d'experts CECA concernant les techniques d'abattage, le grisou et la ventilation, les services généraux, les travaux préparatoires, les pressions de terrains, la

valorisation physique et chimique du charbon, les arrêts-barrages déclenchés,... Dans le cadre de ces différents groupes, la CECA participe financièrement à de nombreuses recherches menées par INIEX.

INIEX représente la Belgique à trois services de l'AIE, dont le Mining Technology Clearing House, le World Coal Resources and Reserves et le Technical Information Service.

L'INIEX assure le secrétariat général de l'ICCP, une partie du secrétariat de la Commission des Applications Géologiques et participe aux travaux des Groupes de Travail pour « La limite Résinite/Vitrinite » et pour « La structure des résidus de la dissolution des charbons ».

Enfin dans le cadre d'un groupe de travail ad hoc de l'ICCP dont l'INIEX assure aussi le secrétariat, nous procédons à la caractérisation d'échantillons de houille et d'anthracite en provenance du monde entier pour préparer, à la demande du Comité Charbon de la CEE (ONU), une nouvelle classification internationale des charbons. Nous participons dans ce domaine aux travaux du groupe de travail créé à cet effet par le Comité Charbon.

## 7.2. *Diffusion des connaissances*

### 7.2.1. *Publications et exposés*

*Annales des Mines de Belgique*

En 1981, 1.200 pages de texte ont paru.

Comme chaque année, on retrouve dans les Annales les rubriques ci-après venant de l'Administration des Mines :

- Statistique des accidents survenus au cours de 1979 dans les mines de houille et dans les autres établissements surveillés par l'Administration des Mines
- Situation du personnel du Corps des Mines au 1er janvier 1981
- Répartition du personnel et du service des mines. Noms et adresses des fonctionnaires au 1er janvier 1981
- Conseils, Conseils d'Administration, Comités et Commissions
- Statistique sommaire de l'exploitation charbonnière, des cokeries, des fabriques d'agglomérés et aperçu du marché des combustibles solides en 1980
- Activité des services de l'Administration des Mines en 1980.

Les textes ci-après, relatifs aux activités de l'INIEX, ont paru dans cette revue :

- Le coticule. Situation géographique et géologique des gisements. Exploitation et préparation des pierres abrasives. Valorisation des déchets d'exploitation, par A. Lessuise. Février.
- Appareils agréés pour les mines au cours de l'année 1979. INIEX. Février.
- Les tests d'agréation de courroies. Essai d'interprétation, par J. Bracke, P. Browaeys et M. Taillet. Mars.
- Rapport annuel de l'Institut National des Industries Extractives. Avril.
- Etude du linking à grande profondeur, par P. Ledent, C. Beckervordersandforth et V. Chandelle. Mai.
- Circuit détecteur de seuil en $CH_4$ incorporable à une lampe chapeau, par A. Giust. Mai.
- Colloque sur les ressources naturelles wallonnes, par A. Lessuise. Juin.
- L'homogénéité de fabrication d'une courroie transporteuse a-t-elle une influence sur son comportement au feu ?, par J. Bracke, P. Browaeys, R. Derie et M. Taillet. Juillet-août.
- Caractérisation, propriétés et avantages des bétons de résine, par C. Michaux. Octobre.
- Réalisations dans le domaine du batiment, par J. Bricteux. Octobre.
- De l'exploitation minière conventionnelle à la gazéification souterraine du charbon, par P. Ledent. Décembre.
- Considérations sur les méthodes d'échantillonnage pour la détermination du taux de neutralisation des poussières, par J. Bracke, R. Derie, D. Gilbert, M. Taillet. Décembre.

*Divers*

- Projet de relance de l'industrie ardoisière, par H. van Duyse, R. Bonsang et A. Lessuise, avec la collaboration de E. Lenders, Président du Conseil d'Administration d'INARBEL. Janvier.
- Compte rendu du Colloque sur les Ressources Naturelles Wallonnes organisé par le CERW à Liège, en avril :
  - Les carrières, par H. van Duyse, J. Bricteux et C. Michaux.
  - Projet de relance de l'industrie ardoisière, par E. Lenders et A. Lessuise.
  - Possibilités actuelles d'exploitation du coticule ou de la pierre à rasoir, par A. Lessuise.
- Méthodologie d'enregistrement individuel des émissions atmosphériques industrielles : illustration par l'étude spécifique de divers procédés industriels, par W. De Craecker, F. Condé, C. Dermonne, Ch. Philippart, Y. Le Goff, G. Jeanfils et R. Deswaef. Programme National RD Environnement-Air, Rapport scientifique AL-II/1.2./7 SPPS. Avril.

- Méthodologie générale d'enregistrement individuel des émissions atmosphériques industrielles : catalogue des codes mis au point, par W. De Craecker, F. Condé, C. Dermonne, Ch. Philippart, Y. Le Goff, G. Jeanfils et R. Deswaef. Programme National RD Environnement-Air, Rapport Scientifique final AL-II/1.2./8 SPPS. Avril.
- Rapport scientifique final sur la zone-test de Liège, partie A : Introduction et enregistrement des émissions atmosphériques, par R. Noël, W. De Craecker, F. Condé, C. Dermonne, Ch. Philippart, Y. Le Goff, G. Jeanfils, R. Deswaef et les collègues de l'ERM, de l'Ulg et de l'IHE. Programme National RD Environnement-Air SPPS. Avril.
- Rapport scientifique final sur la zone-test de Liège. Etude des retombées en polluants métalliques et en fluor, par W. Duhameau. Programme National RD Environnement-Air SPPS. Juin.
- Rapport scientifique final « Enregistrement des émissions » par W. De Craecker et J. Van Evercooren de la RUG. Programme National RD Environnement-Air SPPS. Juillet.
- Analyses des produits de décomposition thermique de matériaux naturels et synthétiques utilisés dans le contenu combustible des habitations. N. Xhauflaire-Pirard. Mémoire de Lic. Sc. San., Faculté de Médecine, Univ. de Liège, 1981. Juillet.
- Creusement mécanisé des montages. Rapport de synthèse des travaux de recherches INIEX réalisés avec l'aide financière de la CCE (CECA). 1er juillet 1975 au 30 juin 1980, par J. Legrand, R. Resseler, H. van Duyse et M. Veschkens. Octobre.
- Rapport opérationnel final de la phase de transfert aux régions du Programme National RD Environnement-Air SPPS, par W. De Craecker, F. Condé et Y. Le Goff. Décembre.
- Rapport scientifique final de la phase de transfert aux régions du Programme National RD Environnement-Air SPPS, par W. De Craecker, F. Condé et Y. Le Goff. Décembre.

*Exposés*

Plusieurs chercheurs de l'INIEX ont présenté des exposés :

- • Les carrières, par H. van Duyse.
  • La valorisation des produits de carrières : béton de résine; nouvelles techniques d'assemblage, par C. Michaux.

CERW, Colloque sur les Ressources Naturelles Wallonnes, Liège, 2-3 avril.

- Principes des explosions de poussières et caractéristiques d'explosibilité des savons métalliques, par P. Wélis. Journée technique de l'« European Stearates Manufacturers Association », Bruxelles, 7 avril.
- Les bétons de résine. Applications dans le domaine de la construction, par C. Michaux. Symposium « Evolution récente des matériaux de construction », K. VIV, Louvain - Heverlee, 28 et 29 avril (paru dans le compte rendu du symposium).
- Het gebruik van harsbeton in de bouwnijverheid, par C. Michaux, 2e Betondag van het S.T.I., Antwerpen, 29 avril (paru dans le compte rendu de la Journée).
- Expérience acquise par les exploitants belges grâce aux conditions d'exploitation très difficiles de leurs gisements, par H. van Duyse. Tagung « Bergmännisches - Ostrava 81 », 12-15 mai.
- Zinc oxide as a fire retardant additive in plastics, par J. Bricteux, W. Fassotte, A.L. Frappa. 1981 European Conference on Flammability and Fire Retardants, Anvers, 15-16 juin.
- Comparaison des diverses normes constructives du matériel de sécurité pour atmosphères explosibles, par M. Calis. Studiebureel en Verkoopscentrum voor Explosiebeveiliging, H. Janssens, Deurne-Anvers, 13 octobre.
- Culture à l'échelle pilote de Botryococcus Braunii, par M. Destordeur-Hansez. CEE : Coordination Meeting of Contractors, Bruxelles, 22 octobre.
- • Le système belge d'arrêt-barrage déclenché - Conception, caractéristiques, essai technologique au fond, par P. Browaeys.
  • Le système belge d'arrêt-barrage déclenché - Performances en galerie expérimentale en cul-de-sac, par P. Goffart.

Journée d'information organisée par le groupe de travail « Poussières inflammables » de l'Organe Permanent pour la sécurité dans les mines de houille, Luxembourg, le 5 novembre.

### 7.2.2. *Conférence internationale et Journées d'Information*

La Septième Conférence Internationale sur les Pressions de Terrains se tiendra au Palais des Congrès de la ville de Liège, en Belgique, du 20 au 24 septembre 1982.

Cette septième conférence est organisée par l'INIEX, avec la participation de la Commission des Communautés Européennes (CECA).

Les thèmes choisis sont relatifs au contrôle des terrains :

A. dans les galeries au rocher, les descenderies et les puits;
B. dans les exploitations par longues tailles et dans leurs voies d'accès;
C. dans les exploitations par chambres et piliers et dans leurs voies d'accès;

D. dans les autres types d'exploitation et face aux technologies nouvelles.

La journée du mercredi 22 septembre est consacrée à des visites de chantiers souterrains dans les charbonnages des bassins belge et allemand; cette journée permettra aussi à certains de visiter les exploitations à ciel ouvert des lignites du bassin d'Aachen-Köln.

Les langues de travail de la conférence sont l'allemand, l'anglais, le français et le néerlandais. Un service d'interprétation simultanée assurera la traduction des exposés dans chacune de ces quatre langues.

Les participants recevront avant la conférence les textes des communications dans la langue de leur choix.

Le droit d'inscription est fixé à 8.000 FB et donne droit aux visites techniques, aux preprints des communications et aux deux volumes (communications et discussions - rapports statistiques nationaux).

Les délégués et les personnes accompagnantes sont invités à diverses réceptions durant la conférence. Des visites touristiques sont également prévues.

La 5me réunion du Comité International d'Organisation a eu lieu à Düsseldorf le 13 juin.

La première annonce a été diffusée dans le monde entier et a suscité un grand intérêt.

La 2me annonce va sortir de presse; elle comporte notamment la liste des membres du Comité de Patronage, du Comité d'Honneur, du Comité International d'Organisation et du Comité National Belge; les titres des communications; les excursions et réceptions; le bulletin d'inscription.

Dix-huit rapports sur 28 sont déjà parvenus à INIEX.

* * *

Une journée sur la combustion en lit fluidisé sous pression atmosphérique a été organisée par l'INIEX, à Liège le vendredi 19 juin 1981. Quelque 80 experts y ont participé.

Les exposés ci-après y ont été présentés :

- Rétrospective de quelques applications industrielles développées par l'INIEX dans le domaine de la fluidisation.
- Combustion en lit fluidisé sous pression atmosphérique au Royaume-Uni.
- Inventaire des terrils par l'INIEX en vue de leur exploitation rationnelle.
- Application possible de la combustion en lit fluidisé dans l'industrie charbonnière belge.
- Expérience acquise par Métallurgie Hoboken-Overpelt.
- Aspect économique de la combustion en lit fluidisé (étude du marché potentiel belge).

Ces exposés ont été suivis d'un échange de vues et de la visite des laboratoires de l'INIEX.

* * *

Une journée d'information sur la Prévention des Incendies et Explosions, organisée par l'INIEX et l'Association des Chefs de Service de Sécurité et d'Hygiène de Belgique (ACSHB), a eu lieu à l'INIEX le mercredi 7 octobre 1981. Une centaine de participants ont assuré le succès de cette journée.

Les exposés ci-après ont été présentés :

- Détection ou sprinkler ? : H. Aresu de Seui (ANPI).
- Essais de résistance au feu conformément à la norme NBN 713020 : Service du Professeur Baus de l'ULg.
- Tests de réaction au feu et leurs applications : W. Fassotte, M. Saussez, P. Tarte (INIEX).
- Toxicité, opacité et corrosivité des gaz de combustion : J. Bricteux, A. Galloy, N. P[illegible] (INIEX).
- Système belge d'arrêts-barrages [illegible]chés : P. Goffart (INIEX).
- Normalisation des extincteurs portatifs. Situation en Belgique - Perspectives internationales : M. Ruelle (APRAGAZ).
- Dangers inhérents aux poussières inflammables : P. Wélis (INIEX).
- Essais d'agréation des fluides et de courroies difficilement inflammables. Essais diélectriques d'extincteurs portatifs : P. Browaeys (INIEX).
- Risques d'explosion et d'incendie par du matériel électrique utilisé en atmosphère explosible : A. Calis, J. Sacrez (INIEX).

*Propagande pour la sécurité*

Au cours de l'année 1981, la division de Colfontaine-Pâturages a organisé 17 journées de démonstrations relatives à la sécurité, auxquelles ont participé 386 visiteurs.

C'est ainsi que des élèves ingénieurs des grandes écoles, des électriciens, des boutefeux, des ingénieurs des mines, des ingénieurs de mine du Bengladesh, des surveillants, des professeurs étrangers fonctionnant dans des écoles des mines ont participé à des exposés et à des essais démonstratifs, tant en galerie métallique expérimentale qu'en laboratoire, dont les résultats mettent en évidence les dangers présents et la nécessité de se conformer aux réglementations en vigueur.

Les séances d'expériences, accompagnées d'exposés théoriques et de projections cinématographiques, ont porté sur les explosifs, le minage, la grisoumétrie, les lampes à flammes, les extincteurs, les courroies inflammables, le matériel électrique et les masques.

### 7.2.3. *Exposition*

L'INIEX a participé à Wallonia Import-Export : Energie 81, qui a eu lieu à Liège du 19 au 25 mai.

### 7.2.4. *Stages*

Le regain général d'intérêt pour le charbon s'est traduit par des demandes extérieures plus nombreuses de stages de formation ou d'aides à des recherches. Nous avons accueilli un stagiaire colombien en pétrographie des charbons, un « thésard » français pour l'étude des phénomènes de houillification, deux étudiants de l'Université de Liège pour l'étude de la matière organique dispersée dans les roches dévoniennes. Si ces travaux polarisent une part non négligeable du temps consacré à la recherche, ils sont néanmoins importants car ils contribuent à élargir et nos connaissances et nos relations avec les spécialistes charbonniers et pétroliers du monde entier.

## 7.3. *Documentation*

Mines : 8 paquets de fiches ont été expédiés.

Dans le cadre de l'automatisation de son service documentation, l'Institut a acquis un terminal pour avoir accès à la banque de données du Technical Information Service de l'A.I.E.

# Table des matières


*INTRODUCTION* ..... 7

1. *Exploitation des mines et carrières - Travaux souterrains* ..... 9
   1.1. Exploitation des mines et travaux souterrains ..... 9
      1.1.1. Creusement mécanisé des bouveaux circulaires ..... 9
      1.1.2. Chargement des déblais ..... 9
      1.1.3. Soutènement des bouveaux circulaires ..... 10
      1.1.4. Soutènement des voies de chantier ..... 13
      1.1.5. Creusement des voies de chantier au moyen de machines à attaque ponctuelle 14
      1.1.6. Creusement mécanisé des montages ..... 14
      1.1.7. Grisou et aérage ..... 14
      1.1.8. Télécommunication et commande par radio ..... 15
   1.2. Exploitation des carrières ..... 15
      1.2.1. Relance des ardoisières belges ..... 15
      1.2.2. Valorisation des produits de carrière ..... 16
      1.2.3. Relance de l'exploitation des coticules ..... 16
2. *Energie et ingéniérie* ..... 17
   2.1. Captage du grisou sur mines fermées ..... 17
   2.2. Etude du stockage de chaleur dans d'anciens travaux miniers ..... 17
   2.3. Schistes : exploitation des terrils ..... 17
      2.3.1. Prélèvements sur terrils par sondages ..... 17
      2.3.2. Travaux de laboratoire ..... 17
      2.3.3. Autres travaux ..... 17
   2.4. Gazéification souterraine : équipements radar pour la détection du front de combustion in situ ..... 18
   2.5. Recherches effectuées concernant le stockage souterrain de déchets radioactifs ..... 18
   2.6. Economies d'énergie ..... 19
   2.7. Recherches et études sur les polymères ..... 23
      2.7.1. Recherches sur les polymères, effectuées en dehors du domaine des bétons de résine ..... 23
      2.7.2. Travaux et réalisations dans le domaine des bétons de résine ..... 23
3. *Station d'essais* ..... 25
   3.1. Gazéification souterraine ..... 25
      3.1.1. Gazogène expérimental ..... 25
      3.1.2. Etude expérimentale de la combustion de gaz pauvre sous pression ..... 25
      3.1.3. Etude d'une soupape automatique destinée au réglage du débit d'eau de refroidissement dans les sondages de gazéification ..... 25
   3.2. Valorisation et utilisation des combustibles extraits ..... 26
      3.2.1. Hydrogénopyrolyse du charbon ..... 26
      3.2.2. Combusteur à lit fluidisé ..... 26
      3.2.3. Coal liquid combustion ..... 26

4. *Etudes et recherches de laboratoire sur les combustibles fossiles et la biomasse* ..... 29
4.1. Charbons et cokes ..... 29
4.1.1. Etude stratigraphique du bassin de Campine par la palynologie ..... 29
4.1.2. Caractérisation chimique des charbons et des cokes ..... 29
4.1.3. Analyses diverses ..... 29
4.2. Pétrole et gaz naturel ..... 29
4.3. Biomasse ..... 29
4.3.1. Production d'hydrocarbures par photosynthèse chez Botryococcus braunii ..... 29
4.3.2. Valorisation chimique des algues filamenteuses ..... 30
5. *Sécurité et conformité aux normes* ..... 31
5.1. Explosifs et explosions ..... 31
5.1.1. Recherche relative à un système d'arrêt-barrage déclenché ..... 31
5.1.2. Contrôle des explosifs de sécurité pour charbonnages ..... 31
5.1.3. Examen d'explosifs « slurry » à l'aluminium ..... 32
5.1.4. Examen de l'aptitude à détoner d'engrais à base de nitrate d'ammonium ..... 32
5.1.5. Essais relatifs à des détonateurs électriques défectueux rencontrés en carrière au cours de tirs secondaires ..... 34
.1 Essais réalisés sur des détonateurs électriques particuliers ..... 34
.2 Etude de ratés d'inflammateurs électriques munis d'une mèche d'artificier ..... 34
.3 Essais sur cordon Nonel ..... 34
.4 Essais par chute libre d'une cartouche sur une cartouche-amorce contenant un détonateur ..... 35
5.2. Feu et incendies ..... 35
5.2.1. Courroies transporteuses difficilement inflammables ..... 35
5.2.2. Courroies trapézoïdales de transmission ..... 36
5.2.3. Fluides hydrauliques difficilement inflammables ..... 36
5.2.4. Extincteurs ..... 36
5.2.5. Poussières inflammables ..... 37
5.2.6. Divers ..... 37
5.3. Comportement au feu des matériaux ..... 38
5.3.1. Recherches à caractère fondamental ..... 38
5.3.2. Travaux effectués pour l'industrie ..... 38
5.4. Electricité ..... 38
5.4.1. Matériel antidéflagrant ..... 38
5.4.2. Sécurité intrinsèque ..... 39
5.4.3. Matériel à sécurité augmentée ..... 39
5.4.4. Matériel à surpression interne ..... 40
5.4.5. Matériel conforme à la norme britannique BS 5000 ..... 40
5.4.6. Divers ..... 40
5.5. Essais « Benor » pour poêles ..... 40
5.6. Divers ..... 40
5.6.1. Moteurs ..... 40
5.6.2. Coupe-flammes ..... 41
6. *Salubrité - Pollution* ..... 43
6.1. Salubrité de l'air ..... 43
6.1.1. Dans l'environnement ..... 43
6.1.2. Aux postes de travail de la sidérurgie (recherches subsidiées par la CECA - Section de Liège) ..... 45
6.2. Agréation et contrôle des appareils respiratoires ..... 49
6.2.1. Agréation de nouveaux appareils ..... 49
6.2.2. Contrôle des cartouches filtrantes anti-poussières et anti-CO ..... 51
6.2.3. Contrôle des masques autosauveteurs ..... 51
6.3. Analyses de poussières de charbon neutralisées ..... 51
6.4. Toxicité de l'atmosphère par les produits émis lors de la combustion des matériaux ..... 52

59

7. *Participation aux travaux d'autres organismes - Diffusion des connaissances - Coopération internationale* ..... 53
7.1. Participation aux travaux d'organismes nationaux et internationaux ..... 53
7.1.1. Organismes nationaux ..... 53
7.1.2. Organismes internationaux ..... 53
7.2. Diffusion des connaissances ..... 54
7.2.1. Publications et exposés ..... 54
7.2.2. Conférence internationale et Journées d'information ..... 55
7.2.3. Exposition ..... 57
7.2.4. Stages ..... 57
7.3. Documentation ..... 57

# Cinétique d'isomérisation des xylènes en phase liquide sous pression

**Roland BERTAU** *


## *RESUME*

*Au cours du présent travail, nous avons étudié l'évolution de l'isomérisation catalytique des xylènes en phase liquide sous pression. En mesurant, par rapport au temps, la teneur en isomères, il a été possible de déterminer l'ordre de la réaction ainsi que les énergies d'activation apparentes et cela, pour des températures variant de 200 à 300 °C sous une pression de 150 bar.*

*De cette manière, il appert que l'isomérisation obéit à une loi cinétique du premier ordre et l'énergie d'activation apparente de ces réactions est de 9,5 kcal/mole. On peut donc orienter l'isomérisation et enrichir le mélange réactionnel en un isomère particulier.*

## *SAMENVATTING*

*In de loop van onderhavige arbeid hebben wij de evolutie bestudeerd van de katalitische isomerisatie van de xylenen in vloeibare fase onder druk. Door meting van het isomerengehalte in verhouding tot de tijd, kon de orde van de reactie bepaald worden evenals de blootliggende activeringsenergieën en dit voor temperaturen variërend van 200 tot 300 °C onder een druk van 150 bar.*

*Op deze wijze blijkt dat de isomerisatie gehoorzaamt aan een kinetische wet van eerste orde, en de blootliggende activeringsenergie van deze reacties bedraagt 9,5 kcal/mole. De isomerisatie kan dus georiënteerd en het reactiemengsel verrijkt worden in een bijzondere isomeer.*

## *ZUSAMMENFASSUNG*

*Bei der vorliegenden Arbeit haben wir den Verlauf der katalytischen Isomerisierung der Xylole in der flüssigen Phase unter Druck untersucht. Durch Messung des Gehaltes an Isomeren in Abhängigkeit von der Zeit war es möglich, die Ordnung der Reaktion, sowie die scheinbaren Aktivierungsenergien zu messen, und zwar für den Temperaturbereich von 200 bis 300 °C bei einem Druck von 150 bar.*

*Auf diese Weise kann gezeigt werden, daß die Isomerisierung einem kinetischen Gesetz erster Ordnung gehorcht, und daß die scheinbare Aktivierungsenergie dieser Reaktionen 9,5 kcal/Mol beträgt. Man kann also die Isomerisierung steuern und das Reaktionsgemisch an einem bestimmten Isomer anreichern.*

## *SUMMARY*

*The study described enabled us to investigate the course of catalytic isomerisation of xylenes in the liquid phase under pressure. By measuring the isomer content over time, we were able to determine the order of the reaction and the apparent activation energies for temperatures ranging from 200° to 300 °C under a pressure of 150 bars.*

*It was found that the isomerisation follows a first-order kinetic law and that the apparent activation energy of these reactions is 9.5 kcal/mole; it is thus possible to steer the isomerisation process and to increase the proportion of a particular isomer in the reaction mixture.*


* Docteur, Université Libre de Bruxelles, Faculté des Sciences Appliquées, Service de Chimie Générale et Carbochimie, avenue F.D. Roosevelt 50, B-1050 Bruxelles.

## 1. *INTRODUCTION*

Des recherches antérieures effectuées dans notre laboratoire ont montré qu'il était possible d'étudier les réactions d'isomérisation et de condensation des phénols en phase liquide sous pression [1].

Dans ces conditions expérimentales, il est possible de saisir plus facilement les étapes initiales des réactions envisagées, étant donné les conditions thermiques douces auxquelles sont soumis les produits étudiés. Dans le même ordre d'idées, nous nous proposons d'étudier la cinétique d'isomérisation des xylènes en présence d'adjuvants non inertes. De cette manière, il sera possible de déterminer l'ordre de la réaction ainsi que les énergies d'activation apparentes.

## 2. *TRAVAUX ANTERIEURS*

Si beaucoup d'études d'isomérisation des xylènes ont été réalisées, tant en phase liquide qu'en phase vapeur [2, 3, 4], peu de travaux ont été effectués en phase liquide sous pression. De plus, seuls quelques auteurs [5, 6] ont tenté une approche de la cinétique de la réaction d'isomérisation, en présence de mordenite comme catalyseur. Une étude plus récente, effectuée par Norman et collaborateurs [7], s'attache à présenter un modèle cinétique de l'isomérisation en phase liquide à la température de 250 °C. Cette étude sera intéressante comme base de comparaison puisque nous nous proposons de travailler dans le même domaine de température, mais à des pressions de l'ordre de 150 bar.

## 3. *TECHNIQUES EXPERIMENTALES*

### 3.1. *Installation de haute pression*

L'autoclave utilisé a déjà été décrit dans un article précédent [8]. Une modification (fig. 1) y a été apportée afin de pouvoir mener à bien une étude cinétique avec catalyseur. En effet, le temps de réaction est très court par rapport au temps de chauffage de l'ensemble de l'autoclave. Le produit de départ, ne subissant pas de modification par les seuls effets de la pression et de la température, peut être introduit dans l'autoclave dès le début de l'expérimentation. Le catalyseur, quant à lui, est contenu dans une capsule de verre qui n'est pas scellée, afin d'éviter l'écrasement par la pression régnant à l'intérieur du réacteur. Une de ses extrémités se termine par un court tube capillaire. Ce dispositif, tout en permettant une certaine compression du catalyseur par le substrat lors de la mise sous pression, n'influence pas le degré

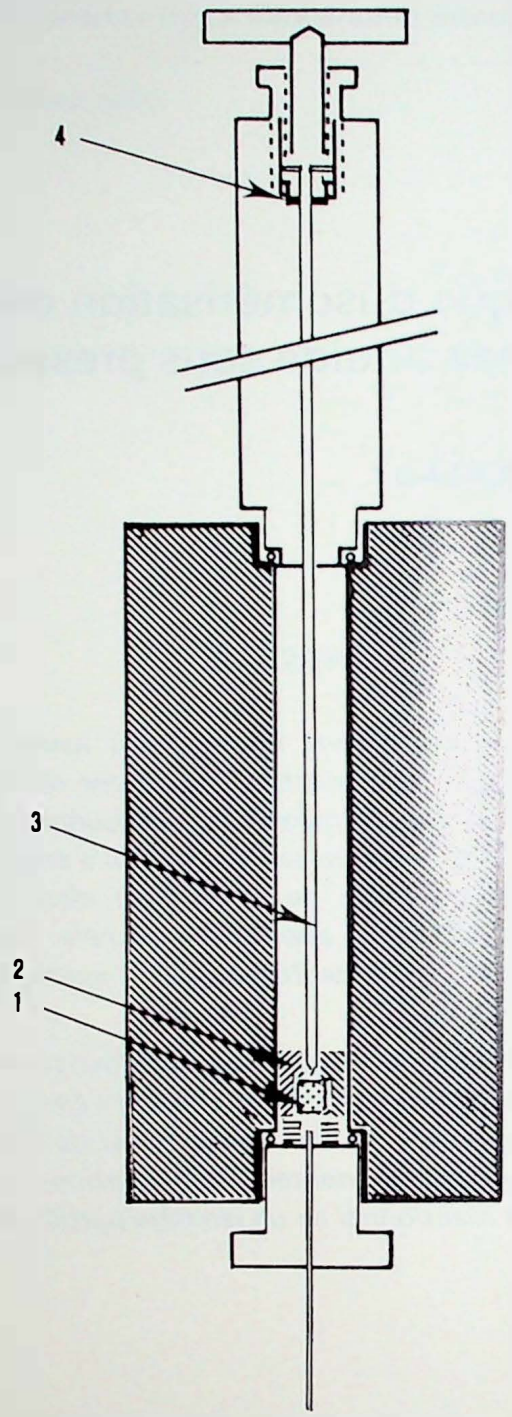



Fig. 1. — Dispositif de perçage de capsules scellées
1. Capsule en verre contenant le catalyseur
2. Etrier de fixation et guide du perforateur
3. Tige filetée de 30 mm de course
4. Joint d'étanchéité en téflon.

d'avancement de la réaction étant donné la faible surface du catalyseur en contact avec le réactif.

Lorsque l'ensemble de l'autoclave a atteint l'équilibre thermique, déterminé par le taux de remplissage, une tige perforante, actionnée depuis le haut du réacteur, perce la capsule afin de libérer le catalyseur dans le milieu réactionnel, tout en déterminant le temps initial de la réaction.

L'insuccès des essais d'isomérisation des produits purs nous a incités à réaliser des réactions en présence d'adjuvants non inertes. Ainsi que nous en avons discuté précédemment [9], la littérature signale un grand nombre d'études faisant intervenir divers types de catalyseurs. Remarquons cependant que la

plupart de ces travaux utilisent des procédés de catalyse hétérogène où la quantité de catalyseur utilisé est très grande par rapport à la masse du substrat traité. En effet, la plupart des chercheurs utilisent des quantités catalytiques variant de l'équimolarité à la semi-molarité. Pour notre travail, nous avons choisi de travailler avec du chlorure d'aluminium, dans le rapport molaire substrat/catalyseur de 30 à 1. Ce choix se justifie par le fait, d'une part, que le chlorure d'aluminium n'a été que peu ou pas étudié et, d'autre part, que ce rapport molaire permet une bonne homogénéisation du mélange réactionnel.

### 3.2. *Méthodes d'analyse*

Un des problèmes les plus délicats qui se pose en chromatographie en phase gazeuse est sans conteste celui de la séparation des isomères, et notamment des isomères de position des hydrocarbures aromatiques.

Les premières tentatives de séparation des xylènes à être couronnées de succès sont dues aux colonnes capillaires [10] de 50 m de longueur contenant du phtalate de dodécyle. Cependant, ces colonnes ne réalisaient qu'une séparation à 80 % des isomères méta et para et nécessitaient un temps d'analyse de deux heures pour l'ortho-xylène.

Plus récemment, l'utilisation d'un mélange de bentone 34 (dérivé diméthyl-orthodécyl-ammonium de la bentonite) et d'huile de silicone a permis de séparer les isomères des xylènes [11, 12] si pas avec une meilleure résolution, du moins avec des temps d'analyse considérablement raccourcis. De notre côté, nous avons entrepris une étude systématique des phases stationnaires faisant intervenir les mélanges d'huile de silicone et de bentone. Les résultats les plus probants, tant du point de vue de la résolution que de la séparation des isomères et du temps réel de l'analyse, ont été obtenus au moyen d'une phase stationnaire composée d'un mélange de 11,5 % en poids de bentone 34 additionné de 11,5 % d'huile de silicone MS 550, adsorbé sur du chromosorb W d'une granulométrie de 80-100 mesh.

Les performances et caractéristiques de cette colonne sont donc satisfaisantes, puisque le nombre de plateaux théoriques est de 1400, la résolution entre isomères para et méta est de 1,40, tandis que la résolution méta-ortho est de 1,35. La séparation para-méta s'effectue donc à 93 %, pour 90 % à la séparation méta-ortho.

## 4. *RESULTATS EXPERIMENTAUX*

Cette étude de l'isomérisation catalytique sous pression a porté sur les 3 xylènes, aux températures de 200, 250 et 300 °C. La pression de travail est de 150 bar. Cette pression est déterminée par le choix du taux de remplissage du réacteur et correspond à la moitié de la pression admissible dans notre réacteur. Après un temps de réaction donné, les produits réactionnels sont recueillis dans un piège refroidi à la carboglace et analysés par chromatographie en phase gazeuse. Les résultats de ces analyses sont donnés dans les tableaux I, II et III. La composition est exprimée en pour cent en poids. La figure 2 représente la formation des méta et para-xylènes par isomérisation de l'ortho-xylène. A titre d'exemple, nous reproduisons également, en coordonnées triangulaires, l'évolution de la composition des xylènes au cours du temps, à la température de 300 °C (fig. 3).

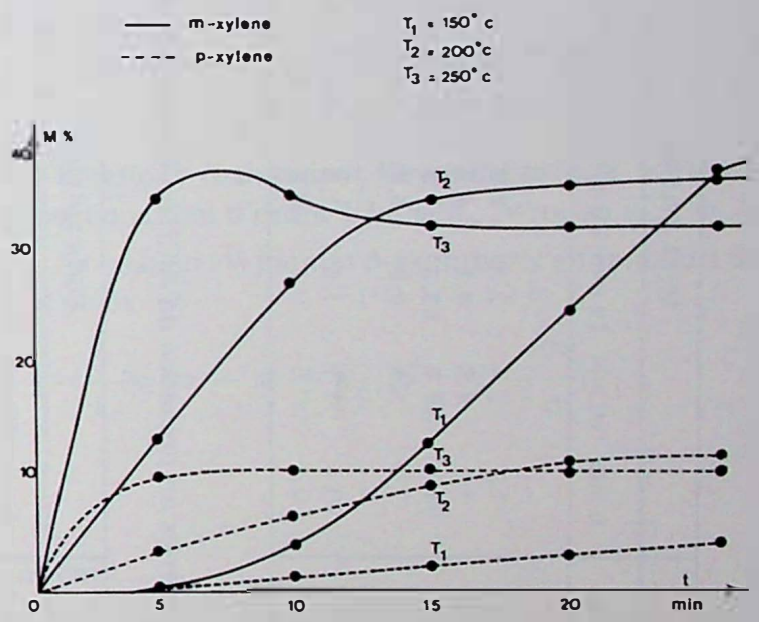



Fig. 2. — Formation de méta et para-xylène à partir d'ortho-xylène.

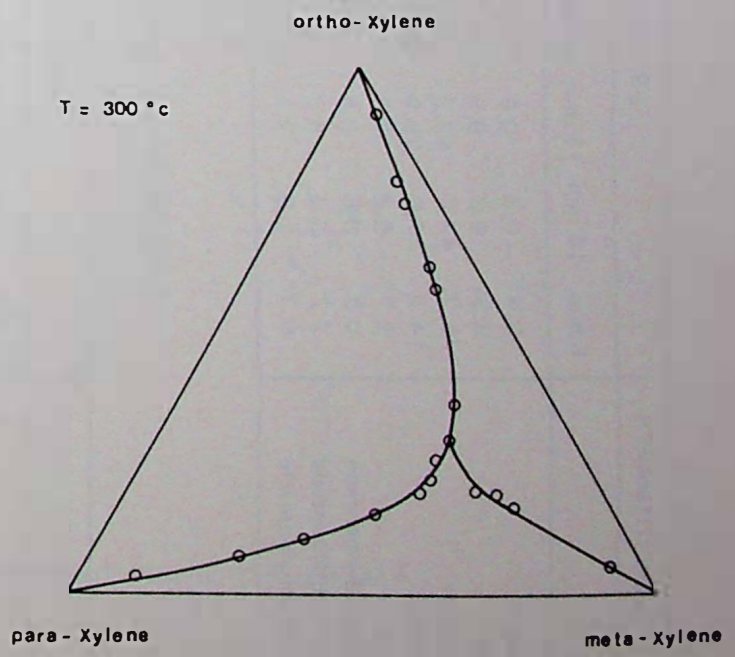



Fig. 3. — Evolution des mélanges réactionnels des xylènes au cours du temps.

TABLEAU I — Isomérisation des xylènes en présence de $AlCl_3$ en fonction du temps à 200 °C

| CONSTITUANTS | ORTHO-XYLENE | | | | | | META-XYLENE | | | | | | PARA-XYLENE | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 5 min | 10 min | 15 min | 20 min | 25 min | 30 min | 5 min | 10 min | 15 min | 20 min | 25 min | 30 min | 5 min | 10 min | 15 min | 20 min | 25 min | 30 min |
| Benzène | 0,4 | 0.8 | 0,6 | 0,6 | 0.8 | 0 9 | — | — | — | — | — | — | — | — | — | 0.1 | 0,2 | 0,2 |
| Toluène | 3,3 | 8.2 | 8,5 | 9.7 | 10 | 10 4 | 1.1 | 2.4 | 2.7 | 2,9 | 3,7 | 3.5 | 4,0 | 3,9 | 4,1 | 4.4 | 4,8 | 5.4 |
| Ortho-xylène | 75,2 | 47.7 | 43,2 | 31,8 | 30.1 | 28.5 | 1.7 | 4,0 | 4,1 | 4,2 | 3,2 | 3,9 | 1.8 | 1,3 | 1,9 | 2,5 | 3,9 | 4,5 |
| Méta-xylène | 14.2 | 27.6 | 29,9 | 36,1 | 37.3 | 39.1 | 94.4 | 86,9 | 83,2 | 81,9 | 86,2 | 82,4 | 7.1 | 7,5 | 9.7 | 13.6 | 17,8 | 19,8 |
| Para-xylène | 3,7 | 6.9 | 7,3 | 11,4 | 11,7 | 11.9 | 2.0 | 5,1 | 6,2 | 5,8 | 3,4 | 4.9 | 87,0 | 84,8 | 81,1 | 73,7 | 68,1 | 64,4 |
| 1,2,3-triméthylbenzène | 0,2 | 0.5 | 0,5 | 0.4 | 0.5 | 0.5 | — | — | — | — | — | — | — | — | — | 0.2 | 0.2 | 0,3 |
| 1,2,4-triméthylbenzène | 2,2 | 6,4 | 6,6 | 7,2 | 7.5 | 7.7 | 0.4 | 1,1 | 1.5 | 1.6 | 2,4 | 2,5 | — | 1,3 | 1,9 | 0,3 | 3,9 | 4,1 |
| 1,3,5-triméthylbenzène | 0,7 | 1,9 | 2,1 | 2,7 | 2,8 | 2.9 | 0.4 | 0.5 | 0,7 | 0,9 | 1,0 | 1,1 | — | 1,2 | 1,1 | 1,2 | 1,1 | 1,3 |

TABLEAU II — Isomérisation des xylènes en présence de $AlCl_3$ en fonction du temps à 250 °C

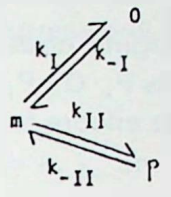
| CONSTITUANTS | ORTHO-XYLENE | | | | | | META-XYLENE | | | | | | PARA-XYLENE | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 5 min | 10 min | 15 min | 20 min | 25 min | 30 min | 5 min | 10 min | 15 min | 20 min | 25 min | 30 min | 5 min | 10 min | 15 min | 20 min | 25 min | 30 min |
| Benzène | 0,7 | 0,7 | 0,7 | 0,7 | 0,5 | 0,8 | — | — | — | — | — | — | 0,1 | 0,3 | 0,8 | 1,0 | 1,1 | 0,7 |
| Toluène | 8,2 | 11,0 | 11,2 | 11,8 | 12,6 | 15,5 | 3,4 | 3,5 | 3,5 | 3,7 | 4,3 | 4,5 | 15,7 | 16,2 | 17,2 | 19,3 | 20,4 | 20,5 |
| Ortho-xylène | 49,6 | 36,0 | 32,0 | 29,7 | 26,8 | 21,0 | 3,9 | 4,2 | 4,1 | 4,9 | 8,1 | 9,2 | 6,6 | 7,1 | 7,7 | 9,4 | 10,6 | 11,4 |
| Méta-xylène | 22,1 | 30,0 | 31,2 | 32,1 | 33,0 | 31,5 | 85,3 | 84,1 | 82,1 | 80,2 | 72,8 | 69,8 | 28,4 | 29,1 | 26,8 | 26,5 | 28,7 | 29,4 |
| Para-xylène | 9,5 | 9,5 | 9,9 | 10,4 | 10,9 | 11,3 | 4,9 | 5,1 | 6,0 | 7,9 | 10,4 | 11,2 | 33,1 | 31,9 | 26,3 | 21,8 | 18,6 | 17,9 |
| 1,2,3-triméthylbenzène | 0,5 | 0,9 | 0,9 | 1,0 | 1,1 | 1,3 | tr | tr | — | — | — | — | 1,0 | 1,1 | 1,8 | 1,6 | 1,5 | 1,6 |
| 1,2,4-triméthylbenzène | 6,1 | 8,8 | 9,2 | 10,4 | 11,2 | 13,6 | 1,9 | 2,2 | 2,1 | 3,0 | 3,2 | 3,4 | 11,1 | 11,4 | 13,3 | 14,4 | 14,5 | 14,6 |
| 1,3,5-triméthylbenzène | 2,0 | 3,0 | 3,2 | 3,7 | 3,8 | 4,8 | 0,6 | 0,8 | 0,7 | 1,1 | 1,2 | 1,3 | 4,0 | 4,5 | 5,0 | 5,5 | 5,7 | 5,7 |

TABLEAU III — Isomérisation des xylènes en présence de $AlCl_3$ en fonction du temps à 300 °C

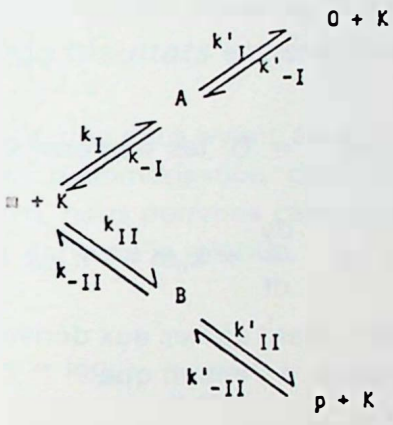
| CONSTITUANTS | ORTHO-XYLENE | | | | | | META-XYLENE | | | | | | PARA-XYLENE | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 5 min | 10 min | 15 min | 20 min | 25 min | 30 min | 5 min | 10 min | 15 min | 20 min | 25 min | 30 min | 5 min | 10 min | 15 min | 20 min | 25 min | 30 min |
| Benzène | 0,4 | 0,5 | 0,6 | 1,1 | 1,1 | 1,1 | — | — | — | — | 0,2 | 0,1 | 0 5 | 1,2 | 1,4 | 1,6 | 1,1 | 1,5 |
| Toluène | 8,2 | 10,9 | 12,2 | 16,8 | 17,9 | 17,5 | 6,9 | 8,5 | 14,7 | | | | 13,9 | 18,9 | 19,8 | 19,4 | 19,9 | 19,5 |
| Ortho-xylène | 48,8 | 38,6 | 30,7 | 22,5 | 21,8 | 20,7 | 9,2 | 10,5 | 10,9 | 10,9 | 9,9 | 10,1 | 7,8 | 8,8 | 8,8 | 9,0 | 9,6 | 9,7 |
| Méta-xylène | 25,3 | 26,9 | 29,2 | 23,9 | 23,4 | 23,5 | 64,8 | 57,7 | 42,7 | 41,8 | 42,3 | 54,2 | 29,1 | 26 | 23,4 | 22,7 | 25,1 | 24,8 |
| Para-xylène | 7,2 | 8,8 | 11,2 | 10,5 | 11,2 | 11,4 | 10,9 | 12,4 | 11,5 | 12,5 | 11,4 | 11,5 | 32,5 | 22,5 | 22,3 | 21,7 | 20,1 | 20,2 |
| 1,2,3-triméthylbenzène | 0,7 | 1,1 | 1,2 | 1,9 | 1,9 | 1,8 | 0,5 | — | 1,5 | 1,5 | 1,6 | 1,4 | 1,2 | 1,8 | 1,9 | 2,0 | 1,9 | 1,9 |
| 1,2,4-triméthylbenzène | 9,3 | 10,1 | 11,3 | 16,0 | 15,4 | 15,3 | 5,7 | 7,9 | 13 | 13,1 | 16,8 | 15,6 | 10,8 | 15 | 16,2 | 17,1 | 16,2 | 17,1 |
| 1,3,5-triméthylbenzène | | 2.9 | 3.5 | 5.2 | 5.3 | 5,4 | 1,9 | 2,8 | 4,8 | 4,6 | 5,7 | 5,5 | 3,7 | 5,5 | 5,7 | 6,1 | 5,7 | 5,9 |

A partir des données expérimentales obtenues, nous allons établir l'équation cinétique des réactions. L'expérience montre (fig. 3) que le m-xylène forme les composés ortho et para à des vitesses sensiblement équivalentes, tandis que l'allure asymptotique de la courbe au départ de l'ortho et du para-xylène indique que les isomérisations $O \rightleftharpoons p$ n'ont pas lieu directement.

Ce fait expérimental indique que l'isomérisation des xylènes se fait selon le schéma des réactions parallèles équilibrées :




Par ailleurs, comme la réaction est catalysée par le chlorure d'aluminium, il faudrait écrire :




Cependant, le fait de travailler sous pression permet d'émettre l'hypothèse de stationnarité des réactions d'absorption et de désorption du catalyseur. La vitesse de cette réaction est donc supposée grande par rapport à la vitesse de l'isomérisation proprement dite et nous adopterons le premier schéma envisagé. Il est commode de représenter comme suit la concentration des divers constituants au début et au cours de la réaction :

| | Meta | Ortho | Para |
|---|---|---|---|
| $t = 0$ | m | o | p |
| t | $m - x - y$ | $o + x$ | $p + y$ |

Les équations de vitesses pour la formation des produits seront :

$$\frac{dx}{dt} = k_I (m - x - y)^{n_I} - k_{-I} (o + x)^{n-I} \qquad (1)$$

et

$$\frac{dy}{dt} = k_{II} (m - x - y)^{n_{II}} - k_{-II} (p + y)^{n-II} \qquad (2)$$

Emettons maintenant l'hypothèse que toutes les réactions sont d'ordre 1 ($n_I = n_{-I} = n_{II} = n_{-II} = 1$).

La relation (1) permet d'exprimer y en fonction de x et de dx/dt

$$y = \frac{1}{k_I}\left[k_I (m - x) - k_{-I} (o + x) - \frac{dx}{dt}\right] \qquad (3)$$

---

et, par dérivation de l'expression (1), on obtient :

$$\frac{d^2x}{dt^2} = - k_I \frac{dx}{dt} - k_{-I} \frac{dx}{dt} - k_{+I} \frac{dy}{dt}$$

Substituons d'abord dy/dt grâce à (2)

$$\frac{d^2x}{dt^2} = - (k_I + k_{-I}) \frac{dx}{dt} - k_I [k_{II} (m - x) - k_{-II} p - (k_{II} + k_{-II}) y]$$

puis y grâce à (3)

$$\frac{d^2x}{dt^2} = - (k_I + k_{-I}) \frac{dx}{dt} - k_I \left[k_{II} (m - x) - k_{-II} p - \frac{k_{II} + k_{-II}}{k_I} \left\{ k_I (m - x) - k_{-I} (o + x) - \frac{dx}{dt} \right\}\right]$$

Ce qui donne, en regroupant les termes :

$$\frac{d^2x}{dt^2} + (k_I + k_{-I} + k_{II} + k_{-II}) \frac{dx}{dt} + (k_I k_{-II} + k_{-I} k_{II} + k_{-I} k_{-II}) x$$

$$- k_I k_{-II} (p + m) k_{-I} o (k_{II} + k_{-II}) = 0 \qquad (4)$$

Cette équation est de la forme :

$$\frac{d^2x}{dt^2} + \alpha \frac{dx}{dt} + \beta x = \gamma_I \qquad (5)$$

avec

$$\alpha = k_I + k_{-I} + k_{II} + k_{-II}$$
$$\beta = k_I k_{-II} + k_{-I} k_{II} + k_{-I} k_{-II}$$
$$\gamma = k_I k_{-II} (p + m) - k_{-I} o (k_{II} + k_{-II})$$

D'après le schéma réactionnel envisagé, on peut remplacer p par o et changer les indices I en II dans l'équation (4), afin d'obtenir la relation correspondant à y :

$$\frac{d^2y}{dt^2} + \alpha \frac{dy}{dt} + \beta y = \gamma_{II} \qquad (6)$$

avec

$$\gamma_{II} = k_{II} k_{-I} (o + m) - k_{-II} p (k_I + k_{-I})$$

La résolution de ces équations différentielles du deuxième ordre avec second membre se fait de la manière suivante :

Envisageons d'abord la différentielle sans second membre :

$$\frac{d^2x}{dt^2} + \alpha \frac{dx}{dt} + \beta x = o$$

Les solutions seront de la forme $x : e^{rt}$.

Par dérivations successives, nous explicitons

$$\frac{dx}{dt} \quad \text{et} \quad \frac{d^2x}{dt^2}$$

$$\frac{dx}{dt} = re^{rt} \quad \text{et} \quad \frac{d^2x}{dt^2} = r^2e^{rt}$$

donc $e^{rt} (r^2 + \alpha r + \beta) = o$.

$e^{rt}$ sera donc une solution pourvu que r soit racine de l'équation du second degré.

Or, le discriminant de cette expression s'écrit :

$$\Delta = \alpha^2 - 4\beta = [(k_I + k_{-I}) + (k_{II} + k_{-II})]^2 - 4[(k_I + k_{-I})(k_{II} + k_{-II}) - k_I k_{II}]$$
$$= [(k_I + k_{-I}) - (k_{II} + k_{-II})]^2 + 4 k_I k_{II}$$

Etant donné que ce discriminant est donc toujours positif, les racines de l'équation seront réelles et auront pour valeur :

$$r_1 = \frac{-\alpha + \sqrt{\Delta}}{2} \quad \text{et} \quad r_2 = \frac{-\alpha - \sqrt{\Delta}}{2}$$

La solution générale de l'expression (5) est donc la forme :

$$x = P_I e^{r_1 t} + Q_I e^{r_2 t} + \frac{\gamma_I}{\beta} \qquad (7)$$

Par similitude, on trouve :

$$y = P_{II} e^{r_1 t} + Q_{II} e^{r_2 t} + \frac{\gamma_{II}}{\beta} \qquad (8)$$

Les conditions à l'origine nous permettent de déterminer les coefficients $P_I$, $Q_I$, $P_{II}$ et $Q_{II}$. En effet, au temps t = 0, il n'y a pas encore formation de produits et x = y = 0.

Les relations (7) et (8) se réduisent à

$$P_I + Q_I + \frac{\gamma_I}{\beta} = 0 \qquad (9)$$

et

$$P_{II} + Q_{II} + \frac{\gamma_{II}}{\beta} = 0 \qquad (10)$$

De même, pour t = 0, les expressions (1) et (2) deviennent :

$$\frac{dx}{dt} = k_I m - k_{-I} o \qquad \frac{dy}{dt} = k_{II} m - k_{-II} p$$

Ces expressions étant égales aux dérivées de (7) et (8) prises à l'origine, il s'ensuit que :

$$P_I r_1 + Q_I r_2 = k_I m - k_{-I} o \qquad (11)$$

et

$$P_{II} r_1 + Q_{II} r_2 = k_{II} m - k_{-II} p \qquad (12)$$

Les relations (9) et (10), ainsi que (11) et (12), permettent de déterminer les coefficients P et Q.

La relation de la concentration en fonction du temps pour l'isomère ortho se présente donc comme suit :

$$x = P_I e^{r_1 t} + Q_I e^{r_2 t} + \frac{\gamma_I}{\beta} \qquad (7)$$

avec

$$\frac{\gamma_I}{\beta} = \frac{k_I k_{-II} (m + p) - k_{-I} o (k_{II} + k_{-II})}{k_I k_{-II} + k_{-I} k_{II} + k_{-I} k_{-II}} \qquad (13)$$

$$r_1 = \frac{-(k_I + k_{-I} + k_{II} + k_{-II}) + \sqrt{[(k_I + k_{-I}) - (k_{II} + k_{-II})]^2 + 4 k_I k_{II}}}{2} \qquad (14)$$

$$r_2 = \frac{-(k_I + k_{-I} + k_{II} + k_{-II}) - \sqrt{[(k_I + k_{-I}) - (k_{II} + k_{-II})]^2 + 4 k_I k_{II}}}{2} \qquad (15)$$

$$P_I = \frac{r_2 \frac{\gamma_I}{\beta} + k_I m - k_{-I} o}{r_1 - r_2} \qquad (16)$$

$$Q_I = \frac{r_1 \frac{\gamma_I}{\beta} + k_I m - k_I o}{r_2 - r_1} \qquad (17)$$

Il est à remarquer que notre travail n'a porté que sur des essais d'isomérisation de produits purs. Au temps t = 0, les concentrations en isomètres O et P sont nulles et les expressions des termes $\gamma$ se simplifient.

En effet :

$\gamma_I = k_I k_{-II} m$ et $\gamma_{II} = k_{II} k_{-I} m$.

## *Application des équations cinétiques aux résultats expérimentaux*

Etant donné que nous avons émis l'hypothèse que les réactions d'isomérisation des xylènes sont du premier ordre, nous pouvons calculer les constantes cinétiques à partir de la relation :

$$\frac{\vec{k_I} a}{x_e} = t = \log_e \frac{x_e}{e_x - x}$$

où a est la concentration initiale en xylène pur, tandis qu'à l'équilibre après un temps t = $\infty$, la concentration en xylène de départ est a — $x_e$.

D'après les valeurs obtenues dans les tableaux I, II et III, nous pouvons porter en graphique le logarithme népérien de $x_e/x_e - x$ en fonction du temps pour les diverses températures étudiées. Ces graphiques, représentés à la figure 4, nous permettent de déterminer, grâce à la mesure du coefficient angulaire, les différentes valeurs des constantes cinétiques.

Le tableau IV en reprend les valeurs :

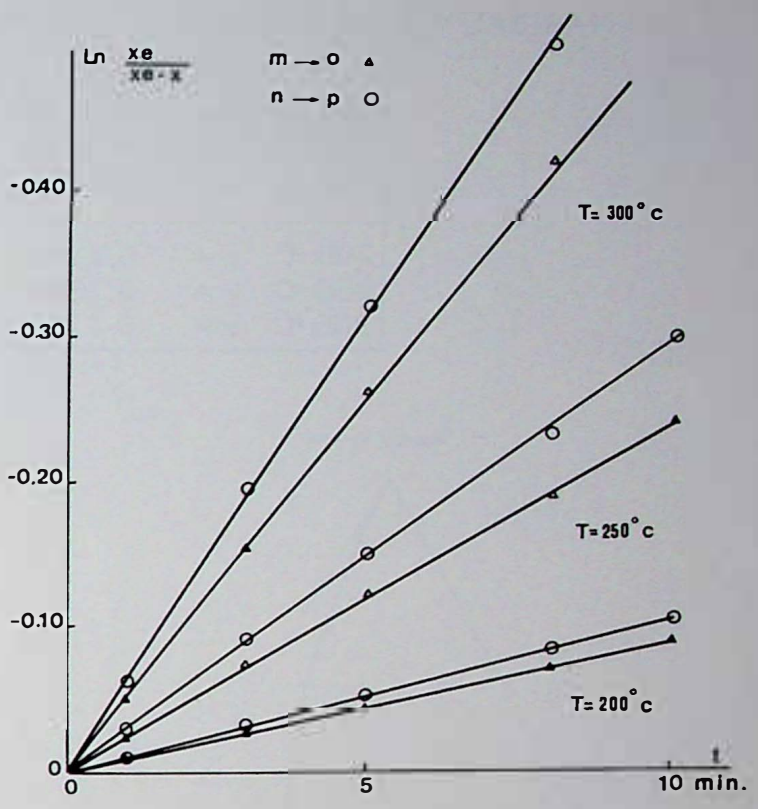



Fig. 4. — Détermination des constantes cinétiques.

Grâce à ces valeurs des constantes cinétiques, nous pouvons calculer les coefficients $P_I$, $Q_I$, $P_{II}$ et $Q_{II}$ et déterminer ainsi la concentration en fonction du temps des produits de réaction.

Les équations de ces relations sont exprimées dans le tableau V .

Il est donc possible, au moyen des équations exprimées au tableau V, de calculer les concentrations des produits d'isomérisation à tout moment de la réaction. Quelques valeurs ont ainsi été calculées et représentées en diagramme à coordonnées triangulaires. La figure 5 obtenue à partir de ces points calculés se doit d'être comparée avec le diagramme représentant les points expérimentaux (fig. 3). La coïncidence des deux courbes, aux erreurs de mesure près, est très bonne et ce fait nous permet d'affirmer que nos hypothèses de travail étaient permises.

TABLEAU IV — Constantes cinétiques exprimées en $min^{-1}$ de réactions d'isomérisation des xylènes en fonction de la température

| Température / Constante $min^{-1}$ | $k_I$ | $k_{-I}$ | $k_{II}$ | $k_{-II}$ |
|---|---|---|---|---|
| 200 °C | $3,56\ 10^{-3}$ | $5,34\ 10^{-3}$ | $4,12\ 10^{-3}$ | $6,18\ 10^{-3}$ |
| 250 °C | $8,8\ 10^{-3}$ | $13,4\ 10^{-3}$ | $11,1\ 10^{-3}$ | $16,6\ 10^{-3}$ |
| 300 °C | $20,8\ 10^{-3}$ | $31,2\ 10^{-3}$ | $25,4\ 10^{-3}$ | $38,2\ 10^{-3}$ |

TABLEAU V — Concentration en mole/litre des produits de réaction en fonction du temps

| | | |
|---|---|---|
| 200 °C | x = | $-0{,}246e^{-5{,}7\,10^{-3}t} - 1{,}612e^{-13{,}5\,10^{-3}t} + 1{,}86$ |
| 250 °C | x = | $-0{,}347e^{-14{,}7\,10^{-3}t} - 1{,}382e^{-35{,}2\,10^{-3}t} + 1{,}73$ |
| 300 °C | x = | $0{,}314e^{-34{,}1\,10^{-3}t} - 1{,}426e^{-81{,}6\,10^{-3}t} + 1{,}74$ |
| 200 °C | y = | $0{,}221e^{-5{,}7\,10^{-3}t} - 2{,}079e^{-13{,}5\,10^{-3}t} + 1{,}86$ |
| 250 °C | y = | $0{,}286e^{-14{,}7\,10^{-3}t} - 2{,}046e^{-35{,}2\,10^{-3}t} + 1{,}76$ |
| 300 °C | y = | $0{,}278e^{-34{,}1\,10^{-3}t} - 2{,}018e^{-81{,}6\,10^{-3}t} + 1{,}74$ |

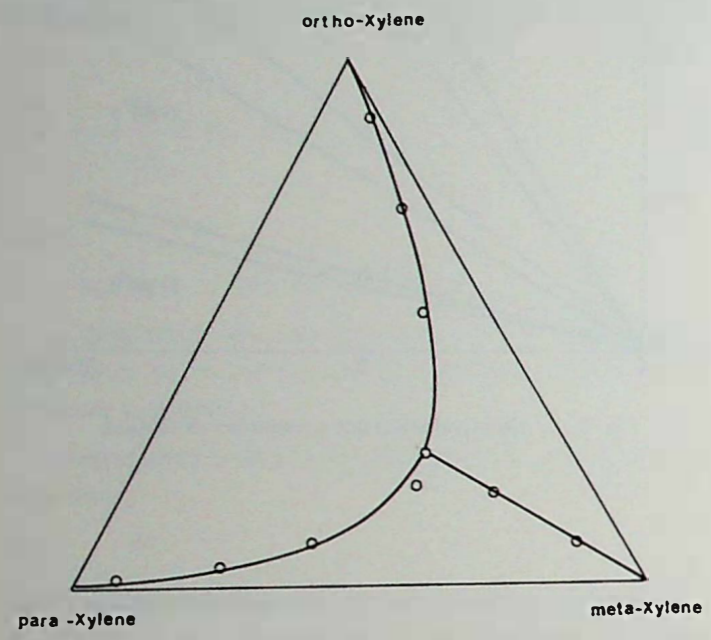



Fig. 5. — Chemin réactionnel théorique de l'isomérisation des xylènes.

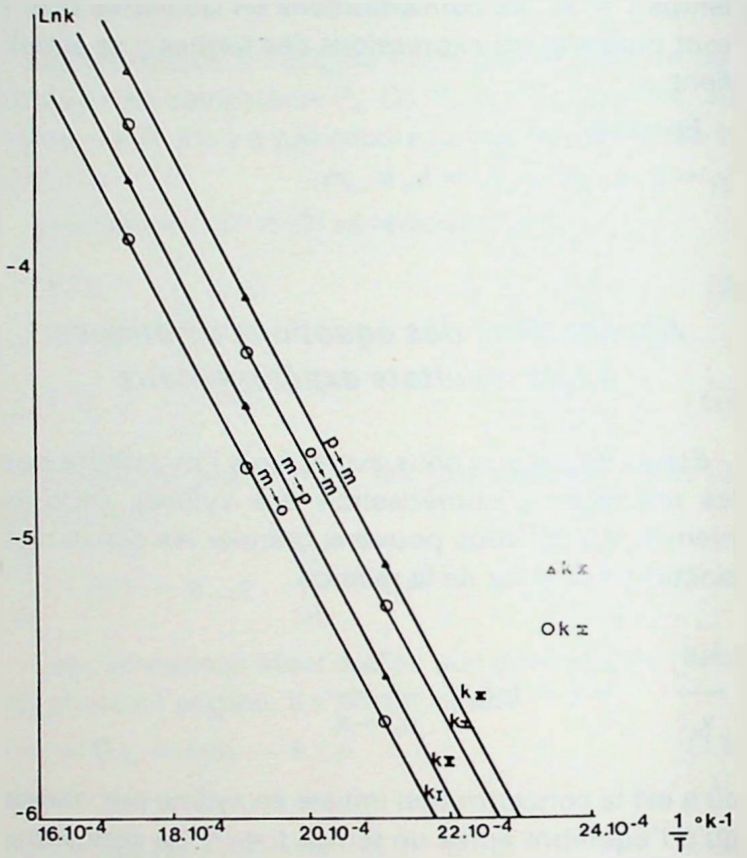



Fig. 6. — Détermination des énergies d'activation apparentes des réactions d'isomérisation catalytique des xylènes.

Par ailleurs, l'effet de la température sur la vitesse des réactions est décrit par la loi d'Arrhénius : $k = k_o e^{-E/RT}$ qui donne en représentation logarithmique

$$\ln k = \ln k_o - \frac{E}{RT}$$

L'énergie d'activation apparente, qui dépend de la chaleur de réaction et de l'énergie d'activation due au catalyseur, sera donc calculée à partir de la mesure du coefficient angulaire de la droite obtenue en portant en graphique ln k en fonction de 1/T (fig. 6).

Le calcul graphique nous fournit les valeurs suivantes :

$E_{m \rightarrow o}$ : 9,5 kcal/mole
$E_{m \rightarrow p}$ : 9,7 kcal/mole
$E_{o \rightarrow m}$ : 9,4 kcal/mole
$E_{p \rightarrow m}$ : 9,7 kcal/mole

Un calcul d'erreur nous montre que toutes ces valeurs sont estimées à ± 0,3 kcal/mole.

Ces valeurs de l'énergie d'activation apparente sont donc très proches l'une de l'autre et présentent une bonne corrélation avec d'autres réactions du même type.

Comme l'énergie d'activation apparente de la réaction de substitution en ortho est comparable en grandeur à l'énergie d'activation apparente de la réaction de substitution en para, on peut conclure que les effets stériques n'influencent pas la vitesse de l'isomérisation.

N'oublions pas cependant, qu'à l'équilibre, la composition du produit de la réaction est déterminée par la stabilité thermodynamique relative des produits isomères et non pas par la vitesse relative de leur formation.

## *CONCLUSION*

Cette étude cinétique de l'isomérisation catalytique des xylènes en phase liquide sous pression a permis de montrer que les réactions obéissent à des lois cinétiques du premier ordre. Ainsi, l'isomérisation peut

être orientée et le mélange réactionnel peut être enrichi en un isomère particulier. L'intérêt de l'isomérisation catalytique réside dans le fait qu'aucune réaction de dégradation ne se produit et que même les réactions de dismutation sont secondaires.

BIBLIOGRAPHIE


[1] C. DELAUNOIS, An. des Mines de Belgique, *2,* 1 (1967).
[2] HANSON, K.L., ENGEL, A.J., A.I.Ch.E.J., *2,* 260 (1967).
[3] SILVESTRI, A.J., PRATER, C.D., J. Phys. Chem., *68,* 3268 (1964).
[4] HANSFORD, R.C., WARD, J.W., J. Catal. *13,* 316 (1969).
[5] HOPPER, J.R., SHIGEMURA, D.S., A.I.Ch.E.J. *19* (5) (1973).
[6] ALY, A.F., ROPE, B.W., WISE, J.J., 74th National A.I.Ch.E. Meeting (1973).
[7] NORMAN, G.H., SHIGEMURA, D.S., HOPPER, J.R., Ind. Eng. Chem., Prod. Res. Div. *15* (1), 41, 1976.
[8] BERTAU, R., DELAUNOIS, C., An. des Mines de Belgique *5,* 693 (1971).
[9] BERTAU, R., Thèse de Doctorat, ULB, 1973.
[10] GOLAY, M.J., Nature *180,* 435 (1957).
[11] VERGNAUD, J.M., J. Chromatogr. *27,* 54 (1967).
[12] VERNON, S., J. Chromatogr. *157* (1) 412 (1978).

# Communiqué

## 7e CONFERENCE INTERNATIONALE SUR LES PRESSIONS DE TERRAINS

**Liège, 20-24 septembre 1982**

La Septième Conférence Internationale sur les Pressions de Terrains dans les exploitations minières se tiendra au Palais des Congrès de la ville de Liège, en Belgique, du 20 au 24 septembre 1982.

Cette Septième Conférence est organisée par l'Institut National des Industries Extractives (INIEX), avec l'aide financière de la Commission des Communautés Européennes (CECA).

Les thèmes choisis sont relatifs au contrôle des terrains :

A. dans les galeries au rocher, les descenderies et les puits;
B. dans les exploitations par longues tailles et dans leurs voies d'accès;
C. dans les exploitations par chambres et piliers et dans leurs voies d'accès;
D. dans les autres types d'exploitation et face aux technologies nouvelles.

Des visites de chantiers souterrains dans les charbonnages des bassins belge et allemand ainsi que dans les exploitations à ciel ouvert des lignites du bassin d'Aachen-Köln sont organisées au cours d'une journée.

Un service d'interprétation simultanée assurera la traduction des exposés dans chacune des langues du congrès : allemand, anglais, français et néerlandais.

**Pour tous renseignements, prière de s'adresser à :**

Secrétariat de la 7e Conférence Internationale sur les Pressions de Terrains
c/o INIEX
Rue du Chéra 200
B-4000 Liège (Belgique).

# Mededeling

## ZEVENDE INTERNATIONALE CONFERENTIE OVER GESTEENTEDRUK

**Luik, 20 tot 24 september 1982**

De Zevende Internationale Conferentie over Gesteentedruk zal plaatshebben in het Congrespaleis van de stad Luik, van 20 tot 24 september 1982.

Deze zevende conferentie wordt georganiseerd door het Nationaal Instituut voor de Extractiebedrijven (NIEB) met de financiële steun van de Commissie van de Europese Gemeenschappen (EGKS).

De gekozen thema's staan in verband met de gesteentedrukbeheersing :

A. in de steengangen, de neerhouwen en de schachten;
B. in de ontginningen met lange pijlers en in hun toegangsgalerijen;
C. in de ontginningen met kamers en steunpijlers en in hun toegangsgalerijen;
D. in de andere types van ontginning en tegenover de nieuwe technologieën.

Gedurende een dag worden bezoeken georganiseerd van ondergrondse werkplaatsen in de steenkolenmijnen van de Belgische en Duitse bekkens evenals van ontginningen van bruinkool in open lucht van het bekken van Aken-Keulen.

Een dienst voor simultane vertaling zal instaan voor de vertaling van de uiteenzettingen in iedere taal van het congres : Duits, Engels, Frans en Nederlands.

**Voor alle verdere inlichtingen, gelieve zich te wenden tot :**

Secretariaat van de 7de Internationale Conferentie over Gesteentedruk
c/o NIEB
Rue du Chéra 200
B-4000 Luik (België).

# La recherche fondamentale en chimie et physique du charbon dans la Communauté européenne

Le programme de recherche communautaire
« Valorisation chimique et physique du charbon »

# Basisonderzoek over de scheikunde en de fysica van steenkool in de Europese Gemeenschap

Het EEG-onderzoeksprogramma « Scheikundige en fysische veredeling van steenkool »

**Werner HODEK** *

*RESUME*

*La Commission des Communautés européennes finance un programme de recherche dans le cadre duquel sont effectués des travaux de recherche fondamentale sur la chimie et la physique du charbon. Ce programme, auquel participent des instituts de recherche de six pays membres de la Communauté européenne, est réalisé sous la forme d'un projet communautaire intitulé « Valorisation chimique et physique du charbon ».*

*Les participants sont venus échanger leurs résultats et leurs connaissances. Cet échange a lieu une fois par an dans le cadre de Tables Rondes. La présente communication rend compte des travaux rapportés lors de la dernière Table Ronde en novembre 1980.*

*SAMENVATTING*

*De Commissie van de Europese Gemeenschappen financiert een onderzoeksprogramma, in het raam waarvan werken voor het fundamenteel onderzoek van de scheikunde en de fysica van steenkool worden doorgevoerd. Het programma, waaraan onderzoeksinstituten uit zes landen van de EG deelnemen, wordt onder de titel « Scheikundige en fysische veredeling van steenkool » als gemeenschapsplan doorgevoerd.*

*De deelnemers zijn verplicht hun resultaten en ervaringen onder elkaar uit te wisselen. Dat gebeurt eens per jaar in rondetafelgesprekken. Deze bijdrage informeert over de werken die werden voorgesteld tijdens het laatste gesprek in november 1980.*

* Dr. rer. nat. W. Hodek, Bergbau-Forschung GmbH, D—4300 Essen-Kray, Franz-Fischer-Weg 61

## *ZUSAMMENFASSUNG*

*Die Kommission der Europäischen Gemeinschaften finanziert ein Forschungsprogramm, in dessen Rahmen Arbeiten zur Grundlagenforschung zur Chemie und Physik der Kohle durchgeführt werden. Das Programm, an dem Forschungsinstitute aus sechs Ländern der EG beteiligt sind, wird unter dem Titel « Chemische und physikalische Veredlung von Kohle » als Gemeinschaftsvorhaben durchgeführt.*

*Die Teilnehmer sind verpflichtet, ihre Ergebnisse und Erfahrungen untereinander auszutauschen. Das geschieht einmal jährlich in Round-table-Gesprächen. Über die während des letzten Gesprächs im November 1980 vorgetragenen Arbeiten informiert dieser Beitrag.*

## *SUMMARY*

*The Commission of the European Communities finances a research programme under which fundamental research into the chemical and physical properties of coal is carried out. The programme, in which research bodies of six EC countries are participating, is being conducted as a Community project entitled « Chemical and Physical Valorisation of Coal ».*

*The participants are obliged to exchange their results and findings in the course of annual round table talks. This report provides information on the papers presented at the last meeting of this kind held in November 1980.*


---

Les 24 et 25 novembre 1980 s'est déroulée à Bruxelles une Table Ronde organisée par la Commission des Communautés européennes (CCE) et réunissant la participation de scientifiques de six pays membres de la Communauté, spécialistes en valorisation des charbons. Ces spécialistes venus de France, de Grande-Bretagne, de Belgique, des Pays-Bas, de la République Fédérale d'Allemagne et d'Italie se rencontraient pour présenter et discuter les résultats les plus récents de leurs travaux de recherche fondamentale dans le domaine de la chimie et de la physique du charbon. Ce texte donne un aperçu du contenu de cette Table Ronde et commente les motifs et la portée de ces réunions annuelles.

Op 24 en 25 november 1980 vond te Brussel een door de Commissie van de Europese Gemeenschappen (EEG) georganiseerd rondetafelgesprek plaats, waaraan werd deelgenomen door wetenschappelijke onderzoekers op steenkoolgebied uit de landen van de Gemeenschap. Ze waren uit Frankrijk, Groot-Brittannië, België, Nederland, Italië en de Duitse Bondsrepubliek gekomen, om hun laatste resultaten op het vlak van basisonderzoek inzake scheikunde en fysica van steenkool voor te stellen en te bespreken. Het volgende moet de invloed van deze gesprekken weergeven en over de aanleiding en betekenis van deze jaarlijkse ontmoeting berichten.

## 1. *LA SITUATION DE LA RECHERCHE FONDAMENTALE*

Cette recherche a pour objet d'étudier les propriétés physico-chimiques du charbon et de ses produits de transformation. Les connaissances recueillies à ce sujet doivent permettre de fabriquer de nouveaux produits à partir du charbon et de mettre au point de nouveaux procédés ou perfectionner les procédés existants en ce qui concerne la valorisation du charbon. Cette tâche ambitieuse et importante est cependant compliquée par le fait que la houille est un produit en réalité difficile à étudier. Pour le chimiste ou le physicien, habitué à travailler sur des corps purs ou du moins des mélanges faciles à dissocier, ce matériau hétérogène, difficilement soluble, à poids moléculaire élevé et constitué d'une multitude de composants, est peu attrayant. Ceci explique le nombre sans cesse décroissant d'équipes de chercheurs qui se sont intéressés au charbon. Malgré ce fait, une quantité de données précieuses ont été rassemblées sur ce matériau.

## 1. *DE STAND VAN HET BASISONDERZOEK*

De opdracht is het onderzoek van de scheikundige en fysische eigenschappen van steenkool en diens omzettingsprodukten. De hierdoor verworven kennis moet dan aangewend worden om nieuwe produkten uit steenkool te bekomen en nieuwe procédés voor steenkoolveredeling te ontwikkelen, respectievelijk bestaande procédés te verbeteren. Deze veeleisende en belangrijke opdracht wordt echter bemoeilijkt door het feit dat steenkool een uitgesproken moeilijk onderzoeksmateriaal is. Het heterogene, moeilijk oplosbare, hoogmoleculaire stofmengsel is voor de scheikundige of fysicus die geleerd heeft met zuivere substanties of minstens goed scheidbare mengsels te werken, alles behalve aantrekkelijk. Zo waren er steeds slechts weinig werkgroepen, die zich met deze materie bezighielden. Toch werd een overvloed van waardevolle gegevens over steenkool uitgewerkt.

Tous les procédés de valorisation du charbon existants ont été mis au point sur des bases empiriques. Au début, les connaissances acquises grâce à la recherche fondamentale sur la structure et la réactivité du charbon n'ont que modérément influencé l'évolution des techniques. Toutefois, par la suite, ces connaissances ont contribué dans une mesure de plus en plus large à une meilleure compréhension des processus mis en jeu dans ces techniques. Il s'en est suivi des améliorations substantielles qui ont eu pour effet d'augmenter la rentabilité des procédés en cause. Aujourd'hui comme demain, le dépouillement des résultats de la recherche fondamentale doit s'accentuer afin de découvrir de nouvelles voies dans la valorisation du charbon.

## 2. L'AIDE FINANCIERE DE LA CCE

La CCE subventionne la recherche fondamentale. Elle finance un projet de recherche communautaire intitulé valorisation chimique et physique du charbon qui est réalisé avec la participation de scientifiques de plusieurs Etats membres des Communautés européennes.

Il est intéressant de noter que la Communauté subventionne ces travaux depuis 1964 déjà. A une certaine époque, lorsque la concurrence irrésistible du pétrole bon marché plongea l'industrie charbonnière dans une crise profonde, cette aide contribuera au maintien des recherches de base sur le charbon.

Le caractère communautaire du projet « Valorisation chimique et physique du charbon » revêt une signification importante. Les participants sont tenus d'échanger leurs connaissances et de soumettre leurs découvertes. Ce processus vise à approfondir l'exploitation des différents thèmes de recherche et à éviter les doubles emplois involontaires. Des Tables Rondes ont été instaurées pour servir de tribune à cet échange de connaissances; elles ont lieu chaque année et la plupart des scientifiques qui participent au projet de recherche y prennent part. Les lignes qui suivent résument brièvement le contenu des communications présentées au cours de la dernière Table Ronde. La variété et le nombre des thèmes abordés indiquent l'étendue du champ couvert par le projet en cause.

## 3. LES THEMES DE LA TABLE RONDE

### 3.1. Hydrogénation du charbon

A côté de certaines recherches fondamentales sur la catalyse, les principaux centres de gravité des travaux présentés au sujet de l'hydrogénation du charbon ont surtout été la transformation des produits

Alle bestaande procédés voor steenkoolveredeling werden ontwikkeld op empirische grondslagen. Aanvankelijk heeft de kennis verworven door het basisonderzoek over de structuur en de reactiviteit van steenkool slechts weinig invloed gehad op de procédé-ontwikkeling. Later echter droegen deze gegevens er in toenemende mate toe bij de procédés bij deze behandelingen beter te begrijpen, wat tot wezenlijke verbeteringen voerde, die de wetenschappelijkheid van de processen verhoogde. Vandaag en in de toekomst moeten de resultaten van het basisonderzoek sterker gebruikt worden, om nieuwe wegen te vinden voor steenkoolveredeling.

## 2. DE FINANCIELE STEUN VAN DE CEG

De CEG stelt toelagen ter beschikking voor het basisonderzoek. Ze financiert een gemeenschapsplan dat onder de benaming « Scheikundige en fysische steenkoolveredeling » loopt en waaraan wetenschapsmensen uit verschillende landen van de Europese Gemeenschap deelnemen.

Opmerkelijk is, dat deze steun door de CEG reeds sinds 1964 ingevoerd is. Indertijd, toen de steenkoolmijnsector wegens de oppermachtige concurrentie van de goedkope aardolie een diepe crisis doormaakte, kon het steenkoolonderzoek daardoor rechtgehouden worden.

Dat het project « Scheikundige en fysische steenkoolveredeling » een Gemeenschapsplan is, is van groot belang. De deelnemers zijn verplicht hun ervaringen uit te wisselen, en hun resultaten ter discussie te stellen. Daardoor moet de bewerking van afzonderlijke onderzoeksthema's geïntensiveerd en onafgestemd dubbelonderzoek vermeden worden. Als forum voor deze ervaringsuitwisseling werden rondetafelgesprekken in het leven geroepen, die jaarlijks plaats hebben en waaraan alle wetenschapsmensen deelnemen die meewerken aan het project. Hierna worden in beknopte vorm de voordrachten weergegeven die tijdens het laatste gesprek werden gehouden. Uit het grote aantal verschillende thema's blijkt het ruime gebied dat door dit onderzoeksproject bestreken wordt.

## 3. DE THEMA'S VAN HET RONDETAFELGESPREK

### 3.1. Steenkoolhydrering

Zwaartepunten van de voorgestelde werken over steenkoolhydrering waren, naast enkele basisonderzoeken over de katalyse, in het bijzonder de verdere

de liquéfaction du charbon en matières premières chimiques et l'analyse des huiles de houille. M. Ghodsi et R. Stocq, de l'Université Libre de Bruxelles (ULB), ont repris l'examen du problème déjà souvent abordé de l'action catalytique de la pyrite en étudiant le comportement de mélanges de graphite et de pyrite dans un flux d'hydrogène à pression atmosphérique.

Ils ont observé une réduction de la pyrite en fer métallique par l'intermédiaire de la pyrrhotite à mesure que la température augmente et une hydrogénation du graphite en méthane à partir de 860 °C en présence de fer. La pyrite et la pyrrhotite ne manifestent aucun pouvoir catalytique. L'hydrogène n'attaque pas le graphite seul dans ces conditions.

S. Pregermain, du Centre d'Etudes et Recherches des Charbonnages de France (Cerchar), a fait rapport sur l'influence de la granulométrie sur l'activité des catalyseurs de fer. La précipitation contrôlée de mélanges de nitrate d'aluminium et de fer a permis d'obtenir des particules d'oxyde de granulométrie très fine. Leur utilisation dans l'hydrogénation du charbon à la tétraline a montré que l'activité catalytique est optimale pour une granulométrie de l'ordre du µm. Les cendres volantes ferrifères provenant des hauts fourneaux donnent également de bons résultats pour l'hydrogénation. Toutefois, il faut reconnaître qu'un broyage aussi fin du catalyseur serait techniquement prohibitif.

Le procédé d'hydrogénation du charbon en deux étapes du National Coal Board (NCB) comprend un traitement d'extraction suivi d'une filtration et l'hydrocraquage de la solution d'extrait. Le catalyseur utilisé dans ce procédé est très sensible aux dépôts. Aussi la filtration doit-elle s'effectuer avec beaucoup de soin. Malgré cela, l'extrait contient de 0,01 à 0,1 % de métaux, notamment du fer et du titane. W. F. Wyss a décrit les essais visant à éliminer ces métaux qui traversent le filtre en partie à l'état de solvent et en partie sous la forme de porphyrines métalliques solubles. La séparation de ces substances par traitement catalytique à l'hydrogène comme étape préalable à l'hydrocraquage proprement dit s'est révélée très coûteuse. Elle nécessite des pressions pouvant dépasser 200 bars et des températures pouvant atteindre 450 °C. Une technique plus simple consiste à éliminer les métaux par lavage de l'extrait avec des mélanges de méthanol et d'acide. Toutefois, cette méthode échoue avec de nombreux produits en raison de la formation d'émulsions stables. Le procédé le plus prometteur apparaît comme étant la précipitation des composés à poids moléculaire élevé de l'extrait, car c'est dans ces composés que se trouve l'essentiel des métaux. Cette séparation pourrait avoir lieu dès le stade de l'extraction de manière à obtenir un extrait exempt de métaux après la filtration.

L'obtention d'oléfines et de BTX par craquage thermique des huiles de houille soulève un intérêt

verwerking van de vloeibaarheidsprodukten van scheikundige grondstoffen en de ontledingsleer van steenkoololies. M. Ghodsi en R. Stocq van de Université Libre de Bruxelles (ULB) namen opnieuw de vaak besproken vraag op naar de katalytische werking van pyriet, waarbij ze het gedrag van grafiet-pyrietmengsels in waterstofstroom bij atmosfeerdruk onderzochten.

Zij stelden vast dat, bij toenemende temperatuur, pyriet over pyrrhotiet tot metalisch ijzer gereduceerd wordt en dat grafiet vanaf 860 °C in aanwezigheid van ijzer tot methaan wordt gehydreerd. Grafiet alleen wordt in deze omstandigheden niet door waterstof aangegrepen.

Over de invloed van de korrelgrootte op de werkzaamheid van ijzerkatalysators werd bericht door S. Pregermain van het Centre d'Etudes et Recherches des Charbonnages de France (Cerchar). De gecontroleerde neerslag uit ijzer- en aluminium-nitraat-oplossingen werden zeer fijnkorrelige zuurstofpartikels vervaardigd. Hun inzetting bij de kolenhydrering in tetraline toonde aan, dat bij een korrelgrootte in µm-bereik de katalyserende werking het best is. Ook ijzerhoudend stuifstof uit hoogovens geeft zeer goede hydreringsresultaten. Er wordt toegegeven, dat een zo fijnmalen van de katalysator technisch te duur zou zijn.

Het tweestapsprocédé voor kolenhydrering van de National Coal Board (NCB) in Groot-Brittannië bestaat uit een extractiefase met aansluitende filtering en het hydrokraken van de extractoplossing. De hier gebruikte katalysator is zeer gevoelig voor bezinksels. Daarom moet het filteronderdeel zeer zorgvuldig bediend worden. Toch bevat het extract 0,01 tot 0,1 % metalen, vooral ijzer en titaan. W.F. Wyss beschreef pogingen tot verwijdering van deze metalen, die deels in opgeloste vorm, deels als oplosbaar metaalporfirine de filter passeren. De afscheiding door een katalytische behandeling met waterstof als voorbereiding op het eigenlijke hydrokraken bleek bijzonder kostbaar. Men diende een druk van meer dan 200 bar en temperaturen tot 450 °C te gebruiken. Een eenvoudiger procédé is de metaalafscheiding door wassen van het extract met methanolzuurmengsels. Toch mislukt deze werkwijze bij vele produkten, daar stabiele emulsies ontstaan. De beste vooruitzichten lijken geboden te worden door de afbraak van hoogmoleculaire extractbestanddelen, daar de metalen hoofdzakelijk in dit materiaal vervat zijn. Dat zou reeds in de extractiefase kunnen gebeuren, zodat na het filteren een metaalvrij extract zou overblijven.

De winning van olefines en BTX-aromaten door thermische splitsing van steenkoololies kent grote

considérable. Deux travaux sur ce thème ont fait l'objet d'une communication. W. Hillebrand, de la Bergbau-Forschung GmbH, a étudié le craquage thermique d'huiles de houille moyennes hydrogénées dans le domaine de température d'ébullition compris entre 170 et 290 °C. Des essais effectués dans un appareil à circulation continue à l'échelle du laboratoire, à des températures comprises entre 700 et 900 °C et pour des temps de séjour variant entre 0,05 et 0,4 secondes, ont montré que le rendement en éthylène et en BTX augmente avec le degré d'hydrogénation de l'huile. Un rendement maximum de 25 % d'éthylène et de 30 % de BTX a été obtenu avec une huile complètement hydrogénée, pratiquement exempte d'aromatiques. Sous l'effet de l'hydrogénation, les structures tétrahydronaphtaléniques, dominantes dans les huiles moyennes, se convertissent en structures décahydronaphtaléniques dont le craquage thermique fournit un rendement plus élevé en éthylène et en BTX que celui de la tétraline. Ces résultats sont confirmés par des essais types réalisés avec de la tétraline et de la décaline pures. Des résultats comparables ont été obtenus par W. R. Ladner (NCB) dans des conditions comparables. Ses produits de base étaient un extrait de charbon, de l'huile anthracénique, des huiles moyennes présentant un degré d'hydrogénation plus ou moins élevé et certaines substances types. L'extrait et l'huile anthracénique ont engendré moins de 4 % de BTX ou d'éthylène et, corrollairement, d'importantes quantités de goudron et de coke. Un rendement pouvant atteindre 27 % de BTX et 24 % d'éthylène a été obtenu avec les huiles moyennes complètement hydrogénées et les essais réalisés avec les mélanges de substances types - pour lesquels on a utilisé l'undécane, le décaline, la tétraline et le mésithylène - ont mis en lumière l'absence presque totale d'interactions lors du craquage; de ce fait, il est possible de prévoir le rendement en produits du craquage thermique à partir de la composition du produit de départ.

Des progrès importants ont été réalisés dans l'analyse des composés extrêmement complexes que sont les produits de liquéfaction du charbon. La chromatographie en phase liquide à haut rendement (HPLC), en particulier, a permis d'améliorer la caractérisation de ces substances. K. Liphard, de la Bergbau-Forschung GmbH, est parvenu, en utilisant un gel de silice modifié, comme phase stationnaire, à séparer un mélange d'hydrocarbures en différents groupes dont les composantes se distinguent par le nombre de leurs doubles liaisons. Des essais effectués avec un fragment d'huile moyenne dans le domaine de température d'ébullition compris entre 210 et 270 °C ont ainsi permis de réaliser une pré-séparation en quatre fractions, à savoir, les combinaisons saturées, la tétraline, le naphtalène et les biphényles. Ces différentes fractions sont maintenant de composition

belangstelling. Hierover werden twee werken voorgesteld. W. Hillebrand van de Bergbau-Forschung GmbH onderzocht de thermische splitsing van gehydreerde steenkoolmiddelolies in een kookhitte tussen 170 en 290 °C. De proeven, uitgevoerd in een doorstroomapparatuur naar laboratoriummaatstaven bij temperaturen tussen 700 en 900 °C en gedurende 0,05 tot 0,4 s, toonden aan dat het rendement aan ethyls en BTX-aromaten stijgt met de toenemende hydreringsgraad van de middelolies. Een volledig doorgehydreerde, vrijwel aromatenvrije olie gaf een maximaal rendement aan ethyl van 25 % en aan BTX-aromaten van 30 %. De in de middelolies overwegend aanwezige tetralinestructuren worden door de hydrering en decalinestructuren omgezet, die bij de thermische splitsing een hoger ethyl- en BTX-rendement geven dan tetraline. Door modelproeven op zuiver tetraline en decaline, werden de resultaten bevestigd. W.R. Ladner (NCB) bekwam gelijksoortige resultaten onder vergelijkbare omstandigheden. Als inzetstoffen werden een steenkoolextract, anthraceenolie, verschillende sterk gehydreerde middelolies evenals enkele modelsubstanties gebruikt. Het extract en de anthraceenolie leverden minder dan 4 % BTX, resp. ethyls op, en daarbij grote hoeveelheden teer en cokes. Doorgehydreerde middelolies gaven tot 27 % BTX en 24 % ethyls, proeven met mengsels van modelsubstanties - men gebruikte n-undecan, decaline, tetraline en mesitylen - gaven vrijwel geen wederzijdse beïnvloeding, zodat de produktrendementen van de thermische splitsing uit de samenstelling van de inzetstof zou kunnen worden voorspeld.

Grote vooruitgang werd geboekt op het vlak van de analyseleer van de uiterst ingewikkeld samengestelde steenkoolvloeibaarheidsprodukten. Vooral door de toepassing van de Hochleistungsflüssigchromatografie (HPLC) (hoogperformante vloeibaarheidschromatografie), kon een betere karakterisering worden gebruikt. K. Liphard van de Bergbau-Forschung GmbH slaagde erin, van een gemodifieerde kieselgelei als stationaire fase een koolwaterstofmengsel in groepen te onttrekken, waarvan de bestanddelen zich onderscheiden door hun aantal dubbelbindingen. Proeven met een middeloliesnede bij temperaturen tussen 210 en 270 °C, gaven zo een voorbereidende scheiding in vier fracties, met name verzadigde verbindingen, tetraline, naftaline en bifenyl. De afzonderlijke fracties zijn nu veel eenvoudiger samengesteld dan de olie van het begin, en kunnen

beaucoup plus simple et se prêtent à une caractérisation plus poussée sur la base, par exemple, d'une chromatographie en phase gazeuse sur colonnes capillaires.

La détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques dans les produits de liquéfaction du charbon est indispensable compte tenu de leurs effets cancérogènes. Les méthodes utilisées doivent permettre à la fois de déceler les teneurs les plus minimes - par exemple dans des échantillons d'atmosphère - et de séparer efficacement les différents composants de ces substances. D. Grant, de la British Carbonization Research Association (BCRA), a donné un aperçu des techniques disponibles. En conclusion, il a indiqué que l'utilisation de la HPLC en association avec un détecteur de fluorescence ou de rayons UV fournit les meilleurs résultats en ce qui concerne la séparation et la différenciation des isomères.

## 3.2. *Pyrolyse*

Les communications présentées sur ce thème avaient trait à la pyrolyse de certains corps purs pris comme substances types pour le craquage thermique des produits issus du charbon et à la pyrolyse sous pression du charbon, ainsi qu'aux problèmes liés au pouvoir cokéfiant de la houille et aux procédés de fabrication du coke moulé.

P. Bredael (ULB) a étudié le craquage thermique du perhydrogluorène et du perhydropyrène dans l'intervalle de température compris entre 750 et 1000 °C pour des temps de séjour de 0,002 s dans un réacteur à circulation continue. Ce traitement a permis d'obtenir un rendement en BTX de l'ordre de 30 %. En outre, il a engendré 40 % de gaz riche en oléfines. Les résultats permettent de conclure que le mécanisme de ce craquage est similaire à celui de la décomposition de la décaline. Compte tenu du rendement élevé en BTX et en oléfines, on peut s'attendre à ce que les produits à point d'ébullition élevé issus du charbon, qui se composent essentiellement d'aromatiques polycycliques, puissent également être utilisés, après perhydrogénation, comme produits de base pour la fabrication de substances aromatiques légères par craquage thermique. B. Bettens, qui fait partie de la même équipe de chercheurs, a étudié le craquage thermique du phénanthrène marqué au tritium ou $14_C$. Trois types de réaction ont été observés : à température assez élevée et pour un temps de séjour relativement long, il se forme exclusivement du méthane et du coke; dans des conditions moins sévères, la réaction engendre du fluorène et du méthane ou du naphtalène et un cycle en $C_1$.

bijvoorbeeld door capillaire gaschromatografie verder karakteriseren.

Het determineren van polycyclische aromatische koolwaterstoffen in steenkoolvloeibaarheidsprodukten is wegens hun potentiële kankerverwekkende werking, verplicht. De gebruikte methoden moeten zowel het bewijs van de kleinste hoeveelheden - bijvoorbeeld bij luchtproeven - alsook een goede opdeling in enkelvoudige componenten mogelijk maken. D. Grant van de British Carbonization Research Association (BCRA) gaf een overzicht van de methodes die ter beschikking staan. Hij kwam tot het besluit, dat het gebruik van HPLC in combinaties met een UV- of fluordetector de beste resultaten levert m.b.t. opdelving en onderscheid van de enkelvoudige isomeren.

## 3.2. *Pyrolyse*

De verslagen van deze thermogroep behandelden de pyrolyse van zuivere stoffen als modelsubstanties voor de thermische splitsing van steenkoolprodukten, kolenpyrolyse onder druk en met vragen over verkingsvermogen van steenkool, en met procédés bij de vormcokesvervaardiging.

P. Bredael (ULB) onderzocht de thermische splitsing van perhydrofluors en perhydropyren bij temperaturen tussen 750 en 1000 °C gedurende 0,002 s in de doorstroomreactor. Het rendement aan BTX-aromaten lag daarbij rond 30 %. Daarbij werd nog 40 % aan een olefinerijk gas gewonnen. De resultaten laten de conclusie toe, dat het mechanisme van de splitsing gelijkt op dat van de decalinesplitsing. Het hoge BTX- en olefinerendement doen verwachten, dat ook hoogkokende steenkoolprodukten, die in wezen uit polycyclische aromaten bestaan, na perhydrering als inzetstoffen voor de winning van lichte aromaten door thermische splitsing geschikt zijn. Uit dezelfde werkgroep komt B. Bettens die zich bezig hield met de thermische splitsing van met tritium resp. $14_C$. gemerkt fenantreen. Drie reactiewegen werden geobserveerd : bij lage temperatuur en lange duur ontstaan slechts methaan en cokes. Onder mildere omstandigheden vormen zich fluoren en methaan resp. naftaline en een $C_1$-fragment.

Compte tenu des nouveaux procédés de gazéification et de combustion du charbon sous pression, des recherches fondamentales sur la pyrolyse sous pression sont nécessaires afin d'étudier l'influence de la pression, de la vitesse de chauffage et de l'atmosphère de gaz sur la décomposition thermique du charbon. P. Arendt, de la Bergbau-Forschung GmbH, a exploré la formation de goudron dans la pyrolyse de la houille à une pression allant jusqu'à 100 bars. Des essais comparatifs réalisés avec des quantités de charbon atteignant 1,5 g sous atmosphère de gaz inerte ou d'hydrogène ont montré qu'en atmosphère de gaz inerte, des pressions relativement faibles et des vitesses de chauffage élevées se traduisent par un rendement en goudron important. Une augmentation de la pression et un chauffage lent favorisent la décomposition du goudron par craquage thermique. La formation de goudron qui s'arrête à 600 °C en atmosphère inerte se poursuit au-delà de cette température en atmosphère d'hydrogène, l'hydrogénation de la substance carbonée libérant en outre des structures fortement aromatiques. L'augmentation de la pression d'hydrogène favorise ce processus.

R. Cyprès et S. Furfari (ULB) ont étudié l'hydropyrolyse de la houille dans un réacteur à lit fixe dans l'intervalle de température compris entre 485 et 850 °C. Ils ont observé que l'hydrogène réagit nettement avec le charbon à partir de 580 °C déjà. La composition du goudron obtenu dépend de la température de pyrolyse. C'est ainsi que sa teneur en benzène augmente sensiblement avec la température. A température constante, la pression partielle d'hydrogène influence fortement le rendement et la composition des produits de pyrolyse, surtout pour des valeurs comprises entre 0 et 10 bars.

Deux propriétés du charbon, que l'on appelle le pouvoir agglutinant et le pouvoir cokéfiant, sont déterminantes pour la formation d'un coke solide. La question de savoir de quelles substances présentes dans le charbon dépendent ces propriétés a fait l'objet de plusieurs études assez anciennes qui ont abouti à des résultats partiellement contradictoires. Toutefois, la conclusion unanime de ces travaux a été qu'un charbon à coke perd son pouvoir agglutinant et son pouvoir de gonflement après l'élimination de ses composants solubles dans le benzène. La question de savoir jusqu'à quel point ces composants sont les vecteurs uniques de la qualité des propriétés cokéfiantes n'a pas été éclaircie de façon satisfaisante jusqu'à présent. C'est pourquoi le Prof. Abel, de la Technische Universität Clausthal, a entrepris de nouvelles études sur ce thème. Ses travaux ont consisté à appliquer à différentes variétés de houille une extraction sous pression au benzène, à séparer l'extrait de benzène obtenu (communément appelé bitume) du charbon résiduel et à étudier les propriétés cokéfiantes de certains mélanges de charbon résiduel

Nieuwe onder druk uitgevoerde procédés voor kolenvergassing en kolenverbranding vereisen fundamentele onderzoeken over drukpyrolyse om de invloed van druk, verhittingssnelheid en gasatmosfeer om de thermische ontleding van de steenkool te onderzoeken. P. Arendt van de Bergbau-Forschung GmbH hield zich bezig met de teervorming bij steenkoolpyrolyse onder druk tot 100 bar. Vergelijkende proeven met kolenmengsels tot 1,5 g in inert gas resp. waterstof wezen uit, dat onder inert gas, lagere druk en hoge verhittingsgraden tot hoog teerrendement voeren. Stijgende druk en langzame verhittingen bevorderen de teerontbinding door thermisch kraken. De teervorming, die onder inert gas bij 600 °C bevredigd is, zet zich onder waterstof over deze temperatuur voort, waarbij door hydrering van de steenkoolsubstantie aanvullend hoogaromatische structuren vrijgemaakt worden. Toenemende waterstofdruk bevordert dit procédé.

R. Cyprès en S. Furfari (ULB) onderzochten de hydropyrolyse van steenkool in een vastbedreactor bij temperaturen van 485 tot 850 °C. Er werd aangetoond dat waterstof reeds bij 580 °C duidelijk met de steenkool reageert. De samenstelling van de gevormde teer hangt af van de pyrolysetemperatuur. Zo stijgt zijn benzolgehalte sterk met de temperatuur. Bij constante temperatuur is de invloed van de waterstofpartieeldruk bijzonder tussen 0 en 10 bar van betekenis voor de samenstelling van de pyrolyseprodukten.

Beslissend voor de vorming van stukvaste coke zijn twee steenkooleigenschappen, die aangeduid worden als bakvermogen en vercokingsvermogen. Met de vraag naar de elementen van de steenkool waarvan deze eigenschappen afhangen, hielden zich enkele andere onderzoekingen bezig, die deels tegenstrijdige resultaten gaven. Er werd echter in overeenstemming vastgesteld, dat cokeskool na verwijdering van zijn benzol-oplosbare bestanddelen zijn bak- en gasophopingsvermogen verloren had. In hoeverre de benzol-oplosbare bestanddelen de enige dragers van de gunstige vercokingseigenschappen zijn, was tot nog toe niet bevredigend verklaard. Prof. O. Abel van de Technische Universität Clausthal nam daarom dit thema opnieuw op. Hij extraheerde verschillende steenkolen onder druk met benzol, scheidde het gewonnen benzolextract (het zgn. bituum) af van de restkolen en onderzocht de vercokingseigenschappen van mengsels van restkolen en bituum. Daarbij werd vastgesteld, dat door bijmengen van bitumen met hun restkolen, het bak- en vercokingsvermogen van de basissteenkool niet op-

et de bitume. Il a constaté qu'en mélangeant les différents bitumes avec le charbon résiduel correspondant, les pouvoirs cokéfiant et agglutinant des charbons de départ ne se retrouvent pas. En outre, il a établi que le simple traitement sous pression à l'aide de benzène sans séparation du bitume entraîne une diminution sensible de ces pouvoirs. Il en ressort que les propriétés cokéfiantes d'un charbon ne dépendent pas uniquement de la part de bitume qu'il contient, mais principalement du mode de liaison et de répartition de ce bitume dans la matrice carbonée. C'est l'ensemble de la structure d'un charbon qui détermine ses propriétés cokéfiantes. D'un autre côté, l'adjonction de bitume à certains charbons améliore leur pouvoir cokéfiant lorsque ces charbons sont pauvres en bitume à l'origine.

Les procédés de fabrication de coke moulé en continu peuvent entrer en ligne de compte comme solution de rechange aux techniques de cokéfaction classiques. A. Colletta, du Centro Sperimentale Metallurgico de Rome, a présenté une communication sur un de ces procédés. Celui-ci fonctionne actuellement dans une installation pilote d'une capacité de 1 t/jour de charbon. Elle comprend quatre réacteurs à lit fluidisé fonctionnant à des températures comprises entre 250 °C pour le premier et environ 900 °C pour le dernier. Le recyclage des gaz de pyrolyse et le réglage de l'alimentation en oxygène permettent de réaliser un bilan d'énergie favorable. En outre, on obtient à la sortie du dernier réacteur un gaz riche en oxyde de carbone et en hydrogène, susceptible d'être utilisé comme gaz de synthèse ou comme gaz réducteur.

## 3.3. *Divers*

La valorisation du lignite par cokéfaction, liquéfaction et gazéification prend une importance sans cesse croissante en République Fédérale d'Allemagne compte tenu des riches gisements de lignite dont dispose ce pays. E. Wolfrum, de la Rheinische Braunkohlenwerke AG de Cologne, a fait rapport sur les relations fondamentales existant entre la qualité du lignite rhénan en tant que matière première et son potentiel de valorisation. Quinze échantillons de lignite de composition et de structure différentes ont fait l'objet d'une caractérisation pétrographique et chimique précise. On a constaté que la réactivité des différents échantillons dépend manifestement de leur composition. Ainsi, par exemple, le rendement en produits liquides lors de l'hydrogénation indirecte à la tétraline diminue à mesure que la stratification et la qualité de la texture augmentent. Ce phénomène résulte de l'accroissement de la proportion de substances macérales inertes. Une teneur élevée en bitume et en paraffine favorise l'hydrogénation.

nieuw kon bereikt worden. Daarenboven werd vastgesteld, dat alleen de drukbehandeling met benzol zonder afscheiding van het bituum, tot een merkelijke vermindering van het bak- en vercokingsvermogen leidt. Daardoor wordt duidelijk dat de vercokingseigenschappen van een coke-steenkool niet alleen afhangen van het bitumengehalte, maar hoofzakelijk van de bindings- en verdelingstoestand van het bituum in de steenkoolmatrix. De algemene structuur van een steenkoolsoort is verantwoordelijk voor haar vercokingseigenschappen. Als deze structuur door de benzolwerking verandert, dan verslechten de vercokingseigenschappen. Anderzijds brengen de toevoeging van bitumen aan de basissteenkool een verbetering teweeg van het vercokingsgedrag, als deze steenkool arm is aan bituum.

Continu-procédés voor de vervaardiging van vormcokes kunnen een alternatief zijn voor het traditionele vercokingsprocédé. A. Colletta van het Centro Sperimentale Metallurgico, Rome, berichtte over de ontwikkeling van zo een procédé. Op het ogenblik werkt een pilootinrichting met een stenkoolomzet van 1 t/dag. De installatie bestaat uit vier reactors met gefluïdiseerd bed, die bij temperaturen van 250 °C in de eerste, tot 900 °C in de laatste gebruikt worden. Door recyclage van de pyrolysegassen en gecontroleerde zuurstoftoevoeging wordt een gunstige energiebalans beoogd. Bijkomend bekomt men uit de laatste reactor een gas, dat rijk is aan kooloxyde en waterstof, en gebruikt kan worden als synthese- of reductiegas.

## 3.3. *Overige thema's*

De veredeling van bruinkool door vercoking, vloeibaarmaking en vergassing wint steeds meer aan betekenis vanwege de rijke bruinkoolvoorraden in de Duitse Bondsrepubliek. E. Wolfrum van de Rheinische Braunkohlenwerke AG, Keulen, berichtte over fundamentele samenhang tussen de grondstofkwaliteit en het veredelingsgedrag van Rijnlandse bruinkool. Vijftien bruinkoolmonsters van verschillende samenstelling en structuur werden petrografisch en scheikundig nauwkeurig bepaald. Het bleek dat de reactiviteit van de enkelvoudige monsters duidelijk afhankelijk was van hun samenstelling. Zo verminderde het rendement aan vloeibare produkten bij de hydrering met tetraline met toenemende stratificatie en weefselvoering. Oorzaak daarvan is een stijgend gehalte aan inerte maceralen. Een hoger bituum- en parafinegehalte bevordert de hydrering.

La connaissance de l'inflammabilité des particules de charbon dans les installations de chauffage au charbon pulvérisé est d'une aide précieuse pour la construction et la réglementation de ces installations, ainsi que pour le choix d'un charbon adapté aux installations existantes. R. Chauvin (Cerchar) a étudié l'inflammabilité de quatre variétés d'anthracite différentes en chauffant rapidement des mélanges charbon/air dans un brûleur. Il a constaté que cette méthode directe est plus fiable que les procédés indirects compte tenu de différentes propriétés du charbon.

Un des débouchés importants des brais de houille est leur utilisation comme liant dans la fabrication d'électrodes en charbon. P. Chiche (Cerchar) a fait rapport sur le perfectionnement des méthodes d'évaluation du pouvoir liant des brais. Il a étudié trois brais de houille filtrés et un brai de pétrole.

Les propriétés des brais de houille a également été étudié sous une forme non filtrée et préalablement soumise à un traitement thermique destiné à réaliser des taux de mésophase déterminés. Les brais ont été caractérisés au moyen de méthodes chromatographiques et spectroscopiques. Les proportions optimales de brai et de coke ont été déterminées en observant la variation de volume à la pression utilisée dans la fabrication des électrodes. Le contrôle de la densité et de la conductibilité électrique des électrodes terminées a permis de constater qu'un degré d'aromaticité des brais élevé influe favorablement sur la qualité des électrodes. A cet égard, les brais de houille sont supérieurs aux brais de pétrole. Le taux d'insoluble et de mésophase altère la qualité des électrodes car ces substances obstruent les pores du coke, encore que la mésophase, de par la structure graphitique préexistante, améliore légèrement la conductibilité.

Le charbon actif joue un rôle important dans l'épuration des eaux usées industrielles, qui contiennent souvent des métaux lourds toxiques. J. Berends, des Dutch State Mines, a réalisé des essais sur le pouvoir d'adsorption de charbons actifs commerciaux et modifiés vis-à-vis de solutions de sels de nickel dans l'intervalle de concentration compris entre 0,05 et 50 mg/litre. Ces essais ont permis de constater que, malgré certaines propriétés particulières différentes, les charbons actifs non modifiés possèdent un pouvoir d'adsorption pratiquement identique. Un traitement à l'acide nitrique augmente considérablement (d'un facteur 10) ce pouvoir, alors qu'un traitement à l'acide sulfurique ne produit pas le même genre d'effet. On peut en conclure que ce n'est pas l'acidité de la surface, mais bien la nature des fonctions oxygène résultant du traitement à l'acide qui influe sur le pouvoir d'adsorption du charbon actif. En ce qui concerne l'adsorption, le rôle décisif est joué par un mécanisme d'échange d'ions.

Gegevens over de ontvlambaarheid van steenkooldeeltjes in stofverwarming zijn een wezenlijk hulpmiddel bij de bouw en de regeling van zulke verwarmingstoestellen resp. bij de keuze van aangepaste kolen voor bestaande installaties. R. Chauvin (Cerchar) onderzocht de ontvlambaarheid van vier verschillende anthracietsoorten door snelle verhitting van steenkool-lucht-mengsels in een brander. Hij stelde vast dat deze rechtstreekse methode betrouwbaarder is dan indirecte procédés met inachtneming van verschillende steenkooleigenschappen.

Een belangrijk toepassingsgebied voor steenkoolteerpek is het gebruik ervan als bindmiddel bij de vervaardiging van koolstofextracten. P. Chiche (Cerchar) berichtte over verbeterde methoden ter beoordeling van het bindvermogen van peksoorten. Drie gefiltreerde soorten steenkoolteerpek en één soort aardoliepek werden onderzocht.

Een van de steenkoolsoorten werd ook gefiltreerd en na thermische behandeling tot aanmaak van bepaalde bestanddelen in de middenfase in de proeven betrokken. De peksoorten werden door chromatografische en spectroscopische methodes gekarakterizeerd. De optimale mengverhouding pek-cokes werd vastgesteld door observatie van de volumeverandering onder bij de elektrodenvorming gebruikte druk. De onderzoeken op de afgewerkte elektroden m.b.t. dichtheid en elektrische geleiding toonden aan, dat een hoog aromatengehalte van de peksoorten een gunstige invloed heeft op de kwaliteit van de elektroden. Steenkoolpeksoorten zijn hierin superieur aan petroleumpek. Onoplosbare bestanddelen evenals middenfase-bestanddelen verslechteren de kwaliteit, omdat ze cokes-sporen verstoppen, hoewel de middenfasebestanddelen door de hen voorbereidende grafietachtige structuur een lichte verbetering van de geleiding teweegbrengen.

Actieve steenkool speelt een belangrijke rol bij de reiniging van industriële afvalwaters, die vnl. giftige zware metalen bevatten. J. Berends, Dutch State Mines, onderzocht het absorptiegedrag van verhandelbare en gemodifieerde actieve steenkool aan de hand van nikkelzoutlozingen met een concentratie van 0,05 tot 50 mg/liter. Daarbij werd vastgesteld, dat de onveranderde actieve steenkool, niettegenstaande verschillende andere eigenschappen, vrijwel dezelfde absorptie-eigenschappen bezit. Een behandeling met salpeterzuur leidt echter tot een drastische verhoging van de absorptiecapaciteit rond factor 10, daar waar de inwerking van zwavelzuren geen dergelijk effect geeft. Daaruit kan men besluiten, dat niet de zuurgraad van de oppervlakken, maar wel de natuur van de door de zurenbehandeling opgebrachte zuurstoffuncties de absorptiecapaciteit van actieve steenkool beïnvloedt. Bij de absorptie speelt een ionenuitwisselingsmechanisme de beslissende rol.

**SOFREMINES**

*recherche*

# ingénieurs grande école

*Agés de 35 ans mini., ils devront posséder une bonne expérience d'exploration et d'exploitation charbon.*
*La pratique de l'Anglais est nécessaire.*
*Une expérience du milieu anglo-saxon serait appréciée.*

*Ces postes sont à pourvoir Outre-Mer, éventuellement en pays d'Afrique Australe voisins de l'Afrique du Sud.*

*Merci d'adresser votre dossier de candidature complet sous réf. 9570 à B. Mazières - Direction du Personnel*
*SOFREMINES - 59, rue de la République*
*93108 Montreuil Cedex (France).*

# Selection of Coal Abstracts

*By kind permission of the Technical Information Service of the International Energy Agency, we publish in each number a selection of summaries of articles and publications which have already appeared in « Coal Abstracts ». The intention is to provide regular information,* classified by subject, *on all the latest innovations.*

*Anyone wishing to take out a subscription for « Coal Abstracts » (which appears monthly), should write to : Mr. I.H. Hogg, Head, Technical Information Service, IEA Coal Research, 14-15 Lower Grosvenor Place, London SW1W OEX, England.*

MINING

7524

**Use of computers and mathematical methods in USSR coal mining**

Nushdichin, G.I.

*Glueckauf; 117 (4); 231-235 (19 Feb 1981)*

Coal mining in the Soviet Union is as a complex economic branch which incorporates not only deep mines and open-cast mines but also mining equipment, building organizations and services. There are plans for a rapid increase of coal production, in particular from open-cast mines, and modernisation of existing mines. Improvements in this complex sector are unthinkable without modern computer technology. Several institutes have been charged with this task. All in all, about 1500 experts are working on the introduction of an automatic guidance system, the control systems, and other tasks. About 140 electronic computers are used in coal mining, 80 in mineworks and administration and the rest in institutes. (In German)

**7525**

**In situ coal quality prediction technique**

Norris J.O.; Thomas R.

*55. Society of Petroleum Engineers of AIME annual technical conference and exhibition, Dallas, TX, USA, 21 Sep 1980. CONF-800931 - Soc. Pet. Eng. AIME, Pap.; (9467); vp (1980)*

The classic method of quantitatively evaluating coal still underground involves obtaining cores from boreholes and evaluating these cores in the laboratory. Since coring is time-consuming and costly, using quantitative log data to calculate coal quality information without complete dependence on cores is desirable. Quality information derived from such log data allows a more extensive evaluation of coal beds while decreasing coring costs and allows the information to be available as soon as the hole is logged. Although initial correlation of core with log data for an area is required, later in situ analyses are possible. Initial results show the values generated by the in situ quality model fall within a few percentage points of the core values for moisture and ash and fall within several percent of the core heat content values. 2 refs.

**7554**

**Coal surface mining in the USA employing drag-line excavators**

Chugh Y.P.

*Neue Bergbautech.; 11 (2); 114-118 (Feb 1981)*

Explains strip mining technology and the use of large drag-line excavators in surface mines of the USA. Overburden removal, mine design, working levels of extractors, excavation of one coal seam or multiple coal seams and of seams inclined up to 10 degrees are discussed in detail. The productivity of a large drag-line excavator with a bucket of 110 $m^3$ was analyzed over 2 years of operation in one coal seam strip mine. A complete work cycle (scraping, slewing, dumping and return to initial position) of overburden removal was calculated to last about 1 min. Productive overburden removal accounted for 73.2 % of the total working time, the remaining 26.8 % of the time was required for excavator advance, grading of the work level, maintenance and mechanical machine failures (together 8.2 %). It was further calculated that 1 min of additional working time per shift would increase the annual coal production of this excavator by 7,700 tons. Technological trends since 1970 are toward the

replacement of dipper dredgers by drag-line excavators and the use of 110 to 115 m³ buckets, smaller in size than the largest drag-line excavators with 160 m³ buckets. (2 refs.) (In German)

**7558**

**Development of blasting technology in the GDR over the last two decades**

Hartz D.

*Neue Bergbautech.; 11 (4); 218-221 (Apr 1981)*

Reviews the utilization of explosives in the German Democratic Republic. Anfo explosives are employed at present for 80 % of blasting operations, the optimum composition of explosives is still 94 % porous ammonium nitrate with 6 % diesel fuel. For blasting of vertical drill holes in the overburden of surface brown coal mines, the Anfo explosive Alumon S with a composition of 89 % crystalline ammonium nitrate, 1 % diesel, 3 % aluminium fines and 7 % wood dust is used. It is free running and is poured into drill holes without pneumatic equipment. Anfo explosives cost 1 Mark/kg and gelatinous ammonium nitrate explosives cost 5 Marks/kg. Efforts in the development of slurries have not yet led to suitable solutions for industrial purposes; production of slurries might be undertaken after 1985. In the field of ignition, the replacement of 0.18 A detonators with antistatic 0.45 A detonators is being carried out. Remote electrical ignition is being changed to capacitor systems, but highly efficient exploders have still to be developed. Various safety and handling regulations are also discussed. (In German)

**7570**

**The cutting behaviour of very high pressure water jets for assisting mechanical rock breaking**

Pasche E.

*Glueckauf-Forschungsh.; 42 (1); 32-38 (Feb 1981)*

Discusses the conditions necessary to ensure rock cutting, the effects of changes in jet parameters, and the energy produced by a combination of a water jet and wedge-type cutting bit. Since the jet merely cuts a slit, a mechanical bit is needed to break large volumes of rock. (In German)

**7577**

**Roadway drivage by the « New Austrian tunnelling method » at Nordstern Mine**

Albers H.; Jagsch D.

*Rock Mech.; (Suppl. 11); 127-137 (1981)*

A tunnel at a depth of 1100 m is being excavated as a research project intended to prove that the New Austrian tunnelling method can be used at great depths in coal mines, in highly foliated rock at great pressures. The behaviour of ribs, faults, and the effect on future coal winning are being investigated. The support systems, the results of measurements, and the conclusions reached, are discussed. (In German)

**7596**

**Feasibility and limits of automation in coal mining**

Pfannenstiel P.-K.

*Aust. Coal Miner; 3 (7); 34, 37, 40, 42 (Jul 1981)*

The feasibility and limits of automation in coal mining are discussed by means of practical examples, mainly drawn from mining operations in respect of trends and of possible ways to automate. Topics covered are automation of coal winning, drivages, haulage, materials transport and supplies, ventilation and mine safety, preparation and coking, and planning and organisation.

**7597**

**Shaft sinking at Selby**

Tunnicliffe J.F.; Keeble S.

*Min. Eng. (London); 141 (239); 69-79 (Aug 1981)*

The factors considered in the development of the shaft design to meet the particular geological strata to be encountered at the mines in the Selby coalfield development are discussed. Problems and solutions to sinking and lining through frozen and heavily water-bearing strata are discussed. Particular reference is made to the method of temporary support systems and safety practices developed and utilized during the sinking. A solution to the early establishment of secure backwall grout protection against massive water inflow is proffered. (5 refs.)

**7598**

**Design and operation of three metre extraction faces with heavy duty equipment at Daw Mill Colliery**

Drake D.; Wright D.M.

*Min. Eng. (London); 141 (239); 97-104 (Aug 1981)*

Over recent years Daw Mill Colliery has been the site for the installation and operation of equipment developed as a solution to some of the problems of mining progressively thicker extractions. Powered supports, armoured flexible conveyors and power loaders have been developed for improved safety, reliability and productivity in these thicker extractions and techniques of in-line mining for the elimination of stables and rippings have been implemented at the colliery. At a depth of 600 metres, heavy strata conditions create severe roadway deformation and the introduction of a high support density, and the system of pump packing adopted, has reduced the effect of this considerably. The extraction height has increased from 1.83 metres to 3.55 metres in 20 years and the productivity at Daw Mill Colliery has risen accordingly. (6 refs.)

**7604**

**Surface and underground geological prediction of bad roof conditions in collieries of the Western coalfield, New South Wales, Australia**

Shepherd J.; Huntington J.F.; Creasey J.W.

*Inst. Min. Metall. , Trans., Sect. B; 90; B1-B14 (Feb 1981)*

Repeated patterns of meridional linear bad roof zones have been delineated from records of abandoned collieries and from producing collieries. Roof falls mapped in these linear zones have been found to be associated with fault and joint swarms. Fracture traces, drainage and vegetation alignments have been delineated in locations vertically above underground fault and joint swarms and individual face-stopping faults. An underground mapping technique, devised for making short-range predictions of individual areas of fault and joint swarms and the consequent bad roof conditions, makes use of measurements of frequency of joint spacings just behind the working face during mine development. A photogeological technique is outlined for the delineation of linear meridional fracture traces across virgin blocks of coal in order to make long-range predictions of bad mining conditions. The techniques could be applied to any mining development where surface fracture patterns can be mapped.

## COAL INDUSTRY

**7475**

**Our chance : energy policy perspectives for German coal**

Wolfram E.

*Glueckauf; 117 (3); 111-113 (5 Feb 1981) Available in English in Glueckauf + translation; 117 (3); 37-40 (5 Feb 1981)*

Trends in world energy consumption and in the individual energy forms are presented. After an outline of German energy policy and the role of coal, new perspectives for German coal in the field of electric power generation, on the heat market, in coal beneficiation and exports are described, and the effects of the priority-to-coal policy are reviewed. (In German).

## RESERVES & EXPLORATION

**7514**

**Fault location by channel wave seismology in United Kingdom coal seams**

Buchanan D.J. and others

*Geophysics; 46 (7); 994-1002 (Jul 1981)*

Channel wave seismology is a method for locating small faults. Two methods of processing the in-seam seismic data obtained are discussed. The authors show how the basic log-sum techniques have been extended to produce an adaptive-log-sum (ALS) mapping procedure. They then describe a variant to standard common-depth-point (CDP) stacking. This variation, called dynamic trace gathering (DTG), stacks only those traces with similar reflection points. The techniques are illustrated using data from underground field trials at three collieries in the United Kingdom.

**7516**

**Successful application of carbon/oxygen logging to coalbed exploration**

Rieke H.H.I.; Oliver D.W.; Fertl W.H.; McCord J.P.

*55. Society of Petroleum Engineers of AIME annual technical conference and exhibition, Dallas, TX, USA, 21 Sep 1980. CONF-800931 - Soc. Pet. Eng. AIME, Pap.; (9464); vp (1980)*

A study using the Carbon/Oxygen tool was initiated in the Arkoma basin at the Barringer No. 1-11 well located in the Kiowa syncline, Pittsburg County, Oklahoma. Several nearby wells are producing methane commercially from strata that are associated with these coalbeds. The Carbon/Oxygen log has shown that the various coalbeds in the Barringer well can be delineated. Carbon/Oxygen ratio measurements have proven to be a valuable means of determining the presence of coal behind casing. Results from the Barringer well study indicate that this tool can identify and locate coal behind casing for possible recompletion and production of associated coalbed methane. Comparative data based on previous logging programs for the uncased Barringer No. 1-11 well and laboratory studies on the coal are presented. (15 refs.)

**7518**

**Mathematical model for calculating the availability of Indian coking coals**

Kumar D.

*Glueckauf-Forschungsh.; 42 (2); 89-90 (Apr 1981)*

A statistical model is used to predict the preparation characteristics of Indian coking coals over a long period. It is difficult to calculate the yield of clean coal with a particular ash content because of the lack of test data for particular coals. From a knowledge of (1) recoverable reserves of three grades of coking coal and (2) the average ash content of each grade, the yield of clean coal at 17 % ash is forecast to be 3744 million tonnes.

**7519**

**A world coal resource database**

Duncan S.V.

*J. Geol. Soc., London; 138 (5); 603-609 (Sep 1981)*

Resource data for coal occurrences throughout the world are being gathered into a data base which aims

to provide the energy and chemical resource analysts with the fundamental deposit characterizations to plan the future exploitation of coal. The data concerning the properties of all coal-in-place are obtained from both published and unpublished sources and entered into the data-base in their original language and conventions.

**7610**
**Stability of longwall mining gate roadways in relation to rib pillar size**
Whittaker B.N.; Singh R.N.
*Int. J. Rock Mech. Min. Sci. Geomech. Abstr.; 18 (4); 331-334 (Aug 1981)*

Rib pillars when used for strata control reasons to protect gate roadways need not be wider than one tenth of their depth below the surface, according to field measurements in the Midlands coalfields of the U.K. Excessive side closure effects can be expected when the rib pillar width is less than 0.06 × depth. Average rib pillar stress gave a good indication of gate roadway stability and when the stress level exceeded 50 MPa a marked change in stability took place. (2 refs.)

**7612**
**A case for planned roof bolting**
Barratt D.R.
*Colliery Guardian; 229 (7); Coal Int.; 229 (3); 9, 12-13 (Jul 1981)*

In British coal mines, roof bolting is used mainly for remedial work i.e. where face or roadway conditions would otherwise deteriorate to such an extent that safety and production would be affected. Underground trials are in progress to examine the feasibility of using roof bolting as part of the normal tunnelling cycle, particularly in conjunction with steel arches. Roof bolting can improve strata conditions, including conditions during the salvage of arch supports, and can reduce the cost of roadway supports. (4 refs.)

**7615**
**Underground excavations at lesser depths : five years' experience in the development and supervision of their stability**
Dejean J.P.; Schwartzmann R.
*Publ. Tech. Charbon. Fr.; (1); 1-7 (1981)*

The article describes methods used by Cerchar to study stability conditions in abandoned mine workings. A mathematical model was developed on the basis of strain, fracturing and ground deformation measurements. A safety coefficient can be defined for these workings. Measuring and remote monitoring equipment was developed for the study. (In French)

**7616**
**Remarks on movement and stress phenomena in rock strata resulting from hard coal mining**
Ehrhardt W.
*Rock Mech.; (Suppl. 11); 139-152 (1981)*

Hard coal deposits in the Ruhr are characterized by tectonically differently stressed zones separated by interfaces which are partly constituted by tectonic faults but are partly not characterized by any particular tectonic feature. The stress changes caused by mining can be absorbed by moderately stressed strata without movement, but in more stressed strata, movement occurs in zones with cleats, and faults. If a tectonically highly stressed zone is mined first, the movements are damped when they reach a less stressed zone since no fissures exist. In these cases stress accumulation occurs. If the less stressed zone is mined first, stress accumulation is not likely. The rock burst pattern confirms this; rock bursts near interfaces between differently stressed zones occur in the less stressed formations. The direction of advance of mine workings should be considered in this context. (In German)

**7646**
**Material transport without a break from the surface to underground working in Aquitaine Collieries**
Henry G.
*Ind. Miner., Tech.; (6); 478-486 (Jun 1981)*

Small mine cars are no longer used. Supplies are put in large capacity containers carried by specialized trucks. Materials are taken into the pits through drifts. A crane and grab load and unload the containers. An installation of this type paid for itself in two years, and this handling system will be used in all new panels in Aquitaine. The article includes many photographs of the equipment. (In French)

**7647**
**Chair gives a lift**
*Coal, Gold Base Miner. South Afr.; 29 (6); 26, 29, 33, 35 (Jun 1981)*

A 2220 m long chair lift system in a South African colliery negotiates a 90 degree and a 30 degree deflection en route, and attains a speed of 3 m/s. As the face moves further from the access shaft, a new shaft will be sunk, and the chair-lift system will be reclaimed from its current route and installed inbye of the new shaft. Further shafts have been raise-bored and fitted with rack and pinion lifts which carry 10 people on each of two decks.

**7657**
**The early detection of fires and spontaneous heatings in South African collieries**
Fauconnier C.J.
*J.S. Afr. Inst. Min. Metall.; 81 (5); 122-130 (May 1981)*

The various methods of detecting fires and heatings are reviewed. The relative merits of the different indicator gases are discussed. The operation of an infrared CO detection system is described, and differences between telemetric systems, tube bundle systems, and upcast shaft monitors are discussed.

**7661**

**A world first to cap them all**

Taylor C.J.

*Coal, Gold Base Miner. South. Afr.; 29 (5); 49, 51, 55 (May 1981)*

A new, more powerful cap lamp has a sealed lead-acid battery which never needs refilling and which will not spill liquid, even if the case is damaged. The plastic case is flame resistant and meets South African requirements for use underground. A new type of cable [illegible]nts accidental disconnection.

**[illegible]**

**[illegible] frictional ignitions**

[illegible] W.G.

*[illegible] Process.; 18 (1); 48-58 (Jan 1981)*

The [illegible] addresses four problems : formation of flammable mixtures, ignition of flammable mixtures, ignition quenching and face inerting. Though the mine operator can improve face ventilation to decrease the severity of a frictional ignition, a decrease in frequency can be accomplished only by bit cooling. (23 refs.)

**7700**

**Hydrological protection and dewatering operations in mines**

Schmieder A.

*Ind. Miner., Tech.; (6); 471-477 (Jun 1981)*

In Hungary, 80 % of the coal produced and 95 % of the bauxite produced come from mines which are extremely susceptible to inrushes of water. For every 30 Mt of product extracted, 410 Mt of water have to be pumped out. In mines where the water inrushes are on a small scale the protective measures are passive ones (measures introduced at a later date). In mines where the water inrushes are substantial both preventive and passive measures are used. Discusses the method used in new mines, the computer simulated programme and the endeavours to introduce these solutions in mines abroad. (In French)

**7701**

**The use of water in the prevention of ignition caused by machine picks**

Powell F.; Billinge K.

*Min. Eng. (London); 141 (29); 81-85 (Aug 1981)*

Most ignitions of firedamp in British mines occur when the picks of coal-cutting machines cut into quartzitic rock. A large-scale laboratory machine has been used at the Safety in Mines Research Establishment (SMRE), now part of the Health and Safety Executive, to study the problem at practical pick speeds. The probability of ignition of methane-air mixtures is not greatly affected by reduction in pick speed until the speed falls below about 1.25 m/s. However, the efficient application of water can noticeably prolong the cutting time required to produce ignition at any given pick speed. The water spray parameters studied include the volume of water falling on unit area of the rock surface, the average droplet size of the spray, the total quantity of water and the droplet velocity. An empirical relationship between time to ignition, droplet size, spray density and droplet-velocity has been derived. It is indicated how this relationship may be used to choose a spray nozzle for a predetermined probability of ignition. (9 refs.)

## PREPARATION

**7780**

**Further development of preparation techniques and equipment at hard coal preparation plants in the Ruhr**

Wilczynski P.

*Aufbereit.-Tech.; 22 (5); 235-246 (May 1981)*

Alternative flow sheets are proposed, and product yields and profits are calculated for a fictional mine producing power station coal. (In English and in German)

**7792**

**Dynamic simulation of the coal froth flotation and filtration processes**

Canright G.S.; Allgood G.O.; Brown C.H. Jr.; Hamel W.R. Oak Ridge National Lab., TN (USA)

*Symposium on instrumentation and control for fossil energy processes, San Francisco, CA, USA, 8 Jun 1981. DE-81023191 CONF-810607-10, 14 pp (1981)*

A digital computer simulation is presented for two unit operations from the fine-coal circuit of coal preparation plants. Transient mathematical models of the flotation process and the fine-coal filter were the basis for the simulation, which was carried out using the IBM Continuous System Modeling Program (CSMP). Control strategies representative of those currently in use, as well as a proposed automatic control, were modeled and applied to each unit. The fine-coal filter performance was expressed in terms of cake moisture content at discharge. Performance of the flotation unit was quantified in terms of overproduct ash content and saleable coal lost to the tailings. A standard feed disturbance was input to the flotation process and carried through the overflow to the filter.

Performance of the various control schemes was compared according to the above criteria. The two filtration controls showed no significant difference in performance; however, the flotation results gave a definite ranking of the three control strategies. A simple economic analysis (payout period) was performed for the two flotation control alternatives that yielded the best performance. The analysis indicated that substantial savings could be realized by the automatic control of froth flotation.

**7798**

**To flot or not to flot. In Coal Technology '80. Volume 3. Storage and handling. Volume 4. Direct combustion**

Santopietro M.; Townsend F.

*3. international coal utilization exhibition and conference, Houston, TX, USA, 18 Nov 1980. CONF-801142 (Vols. 3 and 4) Houston. TX. Coal Technology '80 Conference, 277-283 pp (1980)*

The increase in the amount of the fine coal combined and increasing percentages of reject from the mine has necessitated changes to existing and future coal preparation plant design. The proportion of the overall feed to a preparation plant treated by froth flotation has increased from the insignificant level of 0.4 % in 1950 to 6.5 % in 1957. Flotation as a means of beneficiation of coal may be considered unique with reference to the principle of operation involved. The process of flotation exploits differences in surface chemistry between particles of clean coal and its associated impurities, while virtually all other approaches depend upon the varying specific gravities characterizing clean coal and refuse. The process of flotation would be quite unsuccessful without the addition of a frother to the slurry. The primary purpose of frothers is to effect an increase in surface tension of the pulp so as to prolong the life of the air bubbles. In this way, a stable coal-laden froth may be maintained long enough for removal by the skimmers. Most frothers are organic compounds, characterized by molecules which have both a non-polar constituent and a polar constituent. The other major class of reagents is termed collectors, which serve to increase the hydrophobicity of particles of clean coal by selectively coating them with a thin film. Fuel oil is used extensively as a collector. The requirements of reagent application include an acceptable percent ash content in the clean coal product, the greatest possible yield of clean coal, and significant reduction in the sulfur to heating value ratio. Because the froth flotation process, when properly applied in adequately designed equipment, is a very efficient process, it is unlikely that there will be any great improvement other than by development work in reagents.

## TRANSPORT & HANDLING

**7861**

**Slurry transport of coal**

Kumar V.K.

*J. Mines, Met. Fuels; 28 (12); 286-289 (Dec 1980)*

Describes two well-known slurry transport systems for use with hydraulic mining, and long-distance slurry pipelines. The economics of long-distance pipelines in India are examined and it is concluded that throughputs of 10 million ton/year could be transported economically over distances greater than 1000 km. There is no inland market of this size at a distance from the coalfields, but the system may have potential for export markets, if ports were suitably enlarged.

**7882**

**Determining the optimum size of a co[illegible]**

Chu J.; Ermolowich M.

*Simulation; 35 (6); 191-197 (Dec 198[illegible]*

Computer simulation was used to help determine the optimum size of a silo for coal prepared from the McInnes Mine in Pike County, Kentucky. The silo is used to store coal that is waiting to be cleaned. A computer simulation was used to model the system and estimate the amount of lost coal production for different silo capacities. Based on the simulation results, a silo capacity of 7500 tons was recommended to eliminate a potential bottleneck which could cause a loss of production. The study is expected to provide savings of 1.5 million dollars, the difference in total life-cycle cost between the previously suggested 6000 ton and the presently recommended 7000 ton sizes. 6 figures, 4 tables. (DP)

## PROPERTIES

**7933**

**Processing and stability characteristics of liquids from coal, shale, and heavy oils. In Processing and utilization. Annual report, October 1, 1979, September 30, 1980**

Sutterfield F.D.; Brinkman D.W.; Cotton F.O.; Goetzinger J.W.; Reynolds J.W.; Steele G.L.; Gragg F.W.

*DOE/BETC/IC-80/3 (Vol. 4), Paper 8, 6 pp (1980) Linville, B (ed.)*

An important parameter influencing the potential impact of syncrudes and synfuels is their storage and thermal stability. Hydrogenation increases stability by removing nitrogen, sulfur, oxygen and metals; all of which have been shown to participate in degradation. Thus, obtaining sufficiently stable alternative liquids may dictate the degree of processing, and thus the

cost. Experiments carried out at both Southwest Research Institute and Exxon have helped standardize stability test methods, have provided correlated stability characterizations of both petroleum-based and alternative liquids, and have extended the basic information on degradation mechanisms. Hydrogenation of alternate fossil liquids, especially of the first critical stage of upgrading, and initial screening of feedstocks and hydrogenation products for mutagenic activity are being studied at BETC. Hydrogenation not only increases stability, but also decreases mutagenic activity and produces a more readily refinable product.

7939

**Oxidation of coal : a mechanistic puzzle**

Chakrabartty S.K.

*181. ACS national meeting, Atlanta, GA, USA, 29 Mar 1981. CONF-810308 (Vol. 3) Am. Chem. Soc., Div. Fuel Chem., Prepr.; 26 (1); 10-15 (29 Mar 1981)*

The mechanism of coal oxidation was investigated by vapour phase oxidation of hvb and lvb coals. The oxidants used were commercial bleach, tetrabutylammonium fluoroborate and tetrabutylammonium permanganate. After extraction, the compounds were characterized by gas chromatography/mass spectroscopy. Coal-oxidation is much more complicated than would be expected from oxidations of standards organic compounds. It is reasonable to assume that aliphatic structures, particularly benzylic methyl, methylene or methine groups, or carbon adjacent to hetero-atoms are the most reactive, and are oxidized to ketones or carboxylic acids. In order to degrade coal to $CO_2$ and watersoluble low-molecular-weight compounds by mild oxidants, an abundance of these functional groups must be assumed. However, the stability of ethylpolyvinylbenzene polymer towards hypochlorite oxidant indicates that activation of coal-carbon for oxidation results from features other than electronegativity of aromatic rings. The uniqueness of the coal-oxidation has to rest on a destabilizing factor which makes even aromatic sites vulnerable. One may speculate that mineral matter in coal is coordinated with aromatic structures, and that the resultant complexes are destabilized by electrophilic attack. If a coal is an entangled interpenetrating macromolecular mixture, the destabilizing effect would decrease with increasing compactness of the physical structure which accompanies increase in rank; higher rank coals would therefore be less reactive. However, if the oxidant can also, like mineral matter, intercalate, it would open the structure up, and produce destabilization. The success of wet oxidation would then depend less on the oxidation potential than on the ability of the oxidant to intercalate. The oxidation of lvb coal with assistance from phase-transfer catalysts in a two-phase system is consistent with this view.

## PROCESSING

**8043**

**Hydrogenation of German bituminous coal for distillates**

Romey I.; Friedrich F.; Strobel B.

*181. ACS national meeting, Atlanta, GA, USA, 29 Mar 1981. CONF-810308 (Vol. 3) Am. Chem. Soc., Div. Fuel Chem., Prepr.; 26 (1); 76-83 (29 Mar 1981)*

This paper gives a detailed account of the coal hydrogenation process which has been investigated in an experimental plant of Bergbau-Forschung, Essen, since 1976. The experimental plant, hydrocarbon gases, residues, water, inorganic gases, and hydrogen consumption are discussed. Compared to the earlier German hydrogenation process the new developments are featured particularly by the following conditions : (1) removal of solids and residual oils from the hydrogenation process by distillation rather than by mechanical separation; (2) recycling of only distillate oil for coal slurry preparation which means reduction of asphaltene concentration in the hydrogenation reaction; and (3) use of distillation residue for production of hydrogen in a downstream gasification plant. The data and experiences from the BF experiments have been used to support design and engineering work on a 200 t/d pilot plant. The process flow sheet is essentially identical to the one of the experimental unit. Presently this demonstration project is under construction near Bottrop/Essen, Germany. The plant will be operational in mid-1981.

**8058**

**Thermodynamic analysis of coal gasification processes**

Singh S.P. and others

*Energy (Oxford); 5 (8/9); 905-914 (Aug 1980)*

Thermodynamic analysis for evaluating and improving coal gasification process efficiency requires the estimation of enthalpy, entropy, and availability transformations in various process steps. The compilation of procedures and data relevant to coal gasification processes presented in this study will aid the design engineer in calculating these thermodynamic properties. Enthalpy and availability transformations are estimated for significant process steps in the Hygas process for producing SNG from coal. The thermal efficiencies based on the first law of thermodynamics are compared with the availability efficiencies based on the second law. Work-intensive process steps, such as gas compression and separation, have extremely low thermal efficiencies and fairly high availability

efficiencies. On the other hand, heat-intensive process steps, such as steam generation, have high thermal efficiencies but generally poor availability efficiencies.

**8060**
**Direct conversion of coal to acetylene**
Bittner D. and others
*Erdoel Kohle, Erdgas, Petrochem. Brennst.-Chem.; 34 (6); 237-242 (Jun 1981)*

Direct conversion in a hydrogen stream heated by a 30 kW arc was investigated. The reactor can accept gaseous, liquid and solid fuels. Some results from coals of different rank and different sizes between $< 100\ \mu m$ and $< 5\mu m$ are reported. Thermodynamic and kinetic aspects are discussed, and the dependence of the maximum yield of acetylene on reaction conditions and on coal rank is shown. There is a correlation between the residence time of coal particles in the hot hydrogen stream and the size of the coal. A reaction path is proposed. (In German)

**8142**
**Pyrolysis (GC)²/MS as a coal characterization technique**
Hughes B.M.; Troost J.; Liotta R.
*181. ACS national meeting, Atlanta, GA, USA, 29 Mar 1981. CONF-810308 (Vol. 4) Am. Chem. Soc., Div. Fuel Chem., Prepr.; 26 (2); 107-120 (29 Mar 1981)*

With the commercial availability of mini-pyrolyzers coupled with gc/ms instrumentation, many studies have been conducted on fossil fuels. However, the studies conducted to date have been limited in two important areas. The first is the lack of a suitable quantification method to describe the patterns of pyrolysates formed and the second is the absence of absolute quantitative yields for the major degradation products. These two features have been included in this present work to demonstrate a generally applicable method for quantifying a wide range of coal pyrolysis products. By employing rapid pyrolysis, that is, a 20 °C per millisec heat-up rate with a helium gas sweep, many secondary reactions are avoided. Many of the volatilized coal pyrolysates are swept out of the Pyroprobe hot zone quickly enough so that they still retain much of their structural identity. Analysis of the major chromatographable compounds, therefore, provides some information of the original coal structure. The pyrolysis products of two coals, Illinois No. 6 and Rawhide, are summarized. A major difference observed in the major degradation products of these two coals is that Rawhide's carbon dioxide yield was three times that of Illinois No. 6. This was attributed to the greater amount of carboxylic acid groups in Rawhide coal.

**8146**
**Producing chars from coal**
Passer H.
*Uhli; 29 (4); 154-158 (Apr 1981)*

Describes technologies of producing coal char directly by flash pyrolysis of black coals. Physical and chemical conditions of coal pyrolysis are evaluated : pulverizing the coal charge to enable fast evolution of volatile matter, flash heating rate ($10^5$ C/s) so that coal charge is heated up to 1300 C in about 1 s, removal of gaseous pyrolysis products from reactor by inert gas which also transports char from carbonized coal. From among the chemical conditions significant for process efficiency the following factors are evaluated : coal used as raw material for char production should be relatively high in hydrogen and low in oxygen; volatile matter content (rich in hydrogen) should also be high, ash content and water content should be as low as possible. Technologies of direct char production from black coals developed in USA, USSR and in India (technology based on Assam coal described by Haque, Chakrabarti, Dutta and Iyengar) are evaluated. Utilization of by-products of the process such as coke (as fuel, as raw material for smokeless formed fuel, as filtration material etc.), and pyrolysis gas with a high hydrogen content (combustion, for desulfurization of oil products, producing pure hydrogen etc.) is also discussed. (31 refs.) (In Czech)

**8164**
**Modelling of dynamic and steady-state shallow fluidized bed coal combustors. Effects of feeder distribution**
Tojo K.; Chang C.C.; Fan L.T.
*Ind. Eng. Chem., Process Des. Dev.; 20 (3); 411-416 (Jul 1981)*

The effects of the distribution of feeders on the dynamics and steady-state characteristics of a shallow fluidized bed coal combustor have been studied on the basis of the two-phase model of fluidization, in which both the lateral gas and solids mixing are taken into account. It has been found that there exists a critical pitch between successive rows of the feeders, above which the average carbon concentration in the bed increases sharply. It has also been found that an increase in the number of the rows of the feeders can remarkably reduce the carbon concentration gradient, and that it is a more effective way to render the lateral carbon concentration uniform than the intensification of solids mixing by an increase in the bubble size. The results of simulation also indicate that for a given fluidized bed combustor there exist a critical bubble size and a carbon feed rate above which the phenomenon of « concentration runaway » can occur and the combustor will never attain a steady state.

**8189**

**Physicochemical characterizations of limestone for fluidized-bed coal combustion**

Fuller E.L. Jr; Yoos T.R. III; Walia D.S. Oak Ridge National Lab., TN (USA)

*ORNL/TM - 7292 101 pp (May 1981)*

This study is an investigation of the physicochemical characteristics of three limestone samples, Quincy limestone (—20 + 60), Franklin limestone (—12 + 30), and Franklin limestone (—6 + 16), currently being tested at Oak Ridge National Laboratory for use in a fluidized-bed coal combustion unit. By correlating the chemistry, mineralogy, and surface area of these samples with empirical data obtained at Argonne National Laboratory, the sulfur capture ability and performance of these limestones can be loosely predicted. X-ray fluorescence and neutron activation analysis revealed a very high calcium content and very low concentration of other elements in the three samples. X-ray diffraction patterns and petrographic examination of the limestone grains detected essentially no dolomite in the Quincy limestone or the fine Franklin limestone samples. The coarse Franklin limestone sample showed dolomite to be present in varying amounts up to maximum of 2.75 %. Limited surface chemistry investigations of the samples were undertaken. Limestone and dolostone resources of the Tennessee Valley Authority region are widespread and abundant, and judged sufficient to meet industrial demand for many years. No problems are anticipated in securing limestone or dolostone supplies for a commercial fluidized-bed combustion plant in the Tennessee Valley Authority region. Transportation facilities and costs for limestone or dolostone will influence the sitting of such a commercial fluidized-bed combustion plant. The most promising location in the Tennessee Valley Authority region at this time is Paducah, Kentucky.

**8241**

**Availability of coal-oil mixtures. In Coal Technology '80. Volume 5. Synthetic fuels from coal. Volume 6. Industrial/utility applications for coal**

Sell F.R.; Schelat T.A.

*3. international coal utilization exhibition and conference, Houston, TX, USA, 18 Nov 1980. CONF-801142 (Vols. 5 and 6) Houston, TX, Coal Technology '80 Conference, 603-614 pp (1980)*

As evidenced by the demonstration projects performed to date, and those in progress, fuel users can purchase COM preparation equipment for on site preparation today. Preparation technology, coal grinding equipment, and COM mixing and handling equipment is readily available should a fuel user decide to convert to COM. Each fuel user must make a site specific evaluation of the economics of COM before committing to such a program. We have discussed several applications with users where current fuel prices seem to provide ample Processing/Savings Margin to make on site preparation of COM attractive. The longer term economics are often not so favorable, since the commitment to on site preparation would necessarily exclude the user from the benefits of lower cost COM prepared later at a central preparation plant. This set of circumstances poses the dilemma that has thwarted widespread commercialization of COM to date. Fuel users would like at least demonstration size quantities of fuel at reasonable costs today. Fuel suppliers, naturally, are reluctant to commit capital to the large size plants that will be capable of producing this lower priced fuel. Hence, the commercialization of COM is being paced by independent and government sponsored demonstration programs. Based on the scheduling of these tests, and anticipating favorable outcomes, we expect sufficient interest from fuel users to justify regional COM preparation facilities by late 1981 or early 1982. Admittedly, all the unknowns have yet to be resolved about the long term performance of COM, particularly in oil designed equipment, and fuel users are certainly prudent to await long term experience and data. Until regional plants are in operation, patient cooperation between fuel users and suppliers will be the order of the day.

**8251**

**Probabilistic analysis of cost and performance uncertainty in technology evaluations**

Van Kuiken J.C.; Hub K.A. Argonne National Lab., IL (USA)

*DE-81027137 ANL/EES-TM-146 35 pp (Dec 1980)*

Cost and performance uncertainties are major factors in the evaluation and comparison of electricity generating technologies. Comparisons of alternative technologies are typically based on estimates of future cost and performance, and uncertainties in these estimates can limit the reliability of these comparisons. The use of probabilistic methods is helpful in identifying the consequences and risks of multiple uncertainties. The purpose of this report is to consider uncertainty in evaluations and to describe an analytical approach developed to treat the problem. Probabilistic simulations are used to develop quantitative and reproducible results. Major attention is given to the problem of interdependencies among various uncertain components. Examples that incorporate some characteristics of two coal-based technologies are included to demonstrate the current level of capability and to emphasize the strengths and limitations of the method. The methods developed and applied here are used to define the relative importance of uncertainties of particular technologies and to identify which technologies have potentially lower costs for electricity.

## WASTE MANAGEMENT

**8265**

**Flue gas desulfurization using an electrochemical sulfur oxide concentrator**

Townley D.; Winnick J.

*Ind. Eng. Chem., Process Des. Dev.; 20 (3); 435-440 (Jul 1981)*

An electrochemical concentration cell was used to remove $SO_2$ from simulated coal-burning power plant stack gases and concentrate it in another gas stream. The driving force for the cell comes either from the application of a small potential (less than 1.0 V) or from the oxidation of reducing gas. In the first case the product steam contains sulphur oxides at high concentration and in the second case a mixture of $H_2S$, $H_2O$ and elemental sulphur. Preliminary economic analysis shows that operating power will be about 2 % of the plant power in the driven mode for 3.5 % sulphur coal compared to other FGD processes requiring up to 6 % of plant power. In the reducing-gas mode, operating costs should be about 1.3 mills/kWh. The capital investment based on a design proposed for molten carbonate fuel cells is estimated to be between 15 000 000 and 20 000 000 dollars for a 500 MW power plant, comparing favourably to the 50-75 000 000 dollars required for other FGD processes.

**8353**

**Sedimentation and electro-osmotic dewatering of coal-washery slimes**

Lockhart N.C.

*Fuel; 60 (10); 919-923 (Oct 1981)*

Dewatering of three samples of fine tailings from two Australian coal washeries, where the clay content of the tailings is predominantly either the swelling or the non-swelling type, is examined on the laboratory scale. Thixotropic slurries of about 55 wt % solids are achieved by sedimentation of the crude or prethickened tailings. Electro-osmotic treatment of these slurries yields a moist but load-bearing material about 67 wt % solids up to a relatively dry, hard, and compact cake about 80 wt % solids, at a power consumption equivalent to 5-8 and 40-50 kWh, respectively, per tonne of the 55 wt % slurries. The corresponding cost per tonne of particulate matter present, at 2.2 cents $kWh^{-1}$ is 20-32 cents for 67 wt % solids and 1.60-2.00 Australian dollars for 80 wt % solids. (To express these costs per tonne of moisture removed, multiply by 5.6 and 3.2, respectively). The only mechanical process currently used at Australian coal washeries is centrifugal dewatering of thickener underflow after conditioning with polyelectrolyte. A wet, non-load bearing product (37 % wt % solids in the one sample tested) is obtained at a cost in the range 1-2 Australian dollars per tonne of particulate matter present. If an efficiency similar to that for the laboratory electro-osmotic treatment can be realised on the industrial scale, then the comparison favours the electro-osmotic treatment, particularly considering that the drier product could be saleable as a fuel. (24 refs.)

**8356**

**Ultra-fine coal recovery from preparation plant tailings. In Eighth international coal preparation congress**

Nicol S.K.; Swanson A.R.

*8. int. coal preparation congress, Leningrad, USSR, 21-26 May 1979. USSR, Soviet Organizing committee for conference, vol. 1, pp. 297-306 (nd) 7 pp. D-4 Blagov, I.S. and others (eds.)*

Reject waters from coal preparation frequently contain substantial quantities of ultrafine coal. Research into the application of oil agglomeration for the extraction of coal-rich material from these waters on bench scale, pilot plant and semi-commercial scale equipment are discussed. Product characteristics and tailing properties are summarized and the necessary economic considerations mentioned. A brief discussion of the paper is included. (14 refs.)

## HEALTH & SAFETY

**8411**

**Investigation of the wearability of flame protection suits for mine and gas rescues quads**

Mueller R.; Tejmar J.

*Glueckauf-Forschungsh; 42 (2); 75-80 (Apr 1981)*

Describes the types of suit tested, the choice of participants, the tests carried out, and the methods used to monitor climatic conditions and physiological parameters. Proban, FPT, Nomex and Pyrovatex suits were tested, and the Nomex III suit was recommended for general use. (In German)

# Announcements

INTERNATIONAL CONFERENCE ON CHARGED PARTICLES - MANAGEMENT OF ELECTROSTATIC HAZARDS AND PROBLEMS, 6-7-8 September 1982, Southampton.

Enquiries : Lesley Claff, Scientific and Technical Studies Oyez IBC Ltd., Norwich House, 11-13 Norwich Street, London EC4. Tel. : 01-242 2481. Telex 888870.

COMPUTER SYSTEMS FOR SAFETY AND CONTROL, 22 to 23 September 1982, London.

Enquiries : same as above.

XIV INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, October 17 to 23, 1982, Toronto, Canada.

The Congress is hosted by CIM.

Technical program highlights : Nine technical sessions - Roundtable seminar - Exhibition - Four post-Congress field trips.

Please apply to : XIV International Mineral Processing Congress, The Canadian Institute of Mining and Metallurgy, 400-1130 Sherbrokke St. West, Montreal, Quebec, Canada H3A 2M8.

4ème COLLOQUE INTERNATIONAL « PROGRES DANS LES METHODES D'INVESTIGATION DES METAUX », Saint-Etienne, 23-25 novembre 1982.

Ce Colloque est organisé par le Cercle d'Etudes des Métaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines, 158 Cours Fauriel, F-42023 Saint-Etienne Cedex. Tél. (77) 25 20 23 - telex 300 923.

1st MEETING OF THE SOUTHERN HEMISPHERE ON MINERAL TECHNOLOGY - IXth NATIONAL MEETING ON MINERAL TREATMENT AND HYDROMETALLURGY, Rio de Janeiro, 5-10 December 1982.

The International Fair of Equipments, Commodities and Services to the Mineral Sector will be held at the same time.

Please apply to : Brasenco, Assessoria de Congressor Ltda., rua Almirante Cochrane 202, CECP 20550, Rio de Janeiro, RJ Brasil. Tel. (021) 284-6087/264-0285 - telex (021) 30226 bacl br.

1983 INTERNATIONAL CONFERENCE ON COAL SCIENCE, August 15-19, 1983, Pittsburgh, Pa.

The International Conference on Coal Science, sponsored by member countries of the International Energy Agency, will hold its next meeting on August 15-19, 1983 at the Hilton Hotel, Pittsburgh, Pennsylvania. The purpose of the conference is to provide a forum for the presentation and discussion of advances in coal science.

Papers, which are arranged into the following 10 topical groups, will be presented in three concurrent sessions.

1. Coal Structure, Geochemistry, and Petrography
2. New Analytical and Spectroscopic Techniques
3. Basic Chemistry, Reaction Mechanisms, and Kinetics of Coal Liquefaction
4. Coal Combustion Phenomena
5. Coal Gasification Chemistry
6. Synthesis Gas Chemistry
7. Coal-Conversion Chemistry and Catalysts
8. Fundamental Studies of Coal Pyrolysis
9. Basic Chemistry and Physics of Coal Cleaning
10. Miscellaneous Topics.

Technical visits to research institutes and industrial firms are scheduled for Friday, August 19th.

All those interested in presenting a paper are asked to submit an abstract of 300 to 500 words in English no later than July 15, 1982. Mail abstract to : Daniel Bienstock, Executive Secretary, 1983 International Conference on Coal Science, P.O. Box 18197, Pittsburgh, Pa 15236, USA.

# Bibliography

LEGAL AND INSTITUTIONAL ARRANGEMENTS IN MINERALS DEVELOPMENT. 223 pages, 16 x 23 cm, 1982. Mining Journal Books Limited, 15 Wilson Street, London, EC2M 2TR, England, ISBN 0900117 29 X. Price : £ 16.00 by surface mail, £ 19 by airmail.

This study on the emerging legal and institutional arrangements in international resource development covers a wide variety of issues concerning relations between developing countries and the private and public institutions in developed market economies. Much has changed in these relations during the past 20 years, and further change must be expected. Legal and institutional provisions must be adjusted in those areas of policy where disagreement and misunderstanding would have an adverse effect on the several parties involved in mineral development — be they host governments in developing countries, mineral importers in the industrial countries, transnational corporations, international organizations, or financial institutions.

The text, which is based upon the papers presented at the Workshop held in Berlin in 1980, has been updated and edited for presentation in this volume. The Workshop (International Mineral Resources Development — Emerging Legal and Institutional Arrangements; Berlin (West) August, 19[illegible], was organized jointly by the United Nations Department of Technical Co-operation for Development with the Development Policy Forum of The German Foundation for International Development (D[illegible]) and represented, for both the United Nations and the German Foundation, a continuation of activities designed to help the developing countries make optimum use of their natural resources.

P 3770

# Annales des Mines de Belgique

# Annalen der Mijnen van België

SERVICE GEOLOGIQUE DE BELGIQUE
BIBLIOTHEQUE

Publication de l'Institut National des Industries Extractives et de l'Administration des Mines

Publikatie van het Nationaal Instituut voor de Extractiebedrijven en het Bestuur van het Mijnwezen

**Direction-Rédaction**
Institut National
des Industries Extractives
B-4000 Liège, rue du Chéra, 200

**Directie-Redactie**
Nationaal Instituut
voor de Extractiebedrijven
Tél. (041) 52 71 50

**Edition - Abonnements Publicité**
Editions Techniques
et Scientifiques

B-1050 Bruxelles
Rue Borrens, 35-43
**Tél. (02) 640 10 40**

**Uitgeverij - Abonnementen Advertenties**
Technische en Wetenschappelijke
Uitgaven

B-1050 Brussel
Borrensstraat, 35-43
Tel. (02) 640 10 40

Les articles publiés dans cette revue n'engagent que la responsabilité de leurs auteurs

De artikels gepubliceerd in dit tijdschrift verschijnen onder de verantwoordelijkheid van hun auteurs

Reproduction, adaptation et traduction autorisées en citant

Reproductie, bewerking en vertaling toegelaten met aanhaling van het Tijdschrift, de datum en de