

Distribution du Béryllium dans quelques couches de charbon de Bonne-Espérance à Lambusart,

par J. JEDWAB ⁽¹⁾.

RÉSUMÉ. — *Des analyses spectrochimiques ont montré la présence constante de béryllium dans les charbons de Bonne-Espérance à Lambusart. Les teneurs varient entre 20 et 500 ppm dans les cendres, pour une moyenne de 200 ppm. Des régularités dans la distribution du béryllium (influence de la teneur en cendre et proximité des parois) peuvent être provisoirement dégagées du petit nombre de données disponibles.*

Dans une publication antérieure [1] nous avons laissé entrevoir l'existence dans le Houiller belge de couches de charbon relativement enrichies en béryllium, sans être en mesure de donner des précisions quantitatives au moment où nous présentions nos premières observations, basées sur l'examen de spectrogrammes conservés au Laboratoire de Recherches physiques des A.C.E.C.

(1) Chercheur agréé de l'Institut Interuniversitaire des Sciences Nucléaires.

Nous pouvions cependant tirer quelques conclusions (de caractère assez hypothétique à ce moment-là) :

Il existerait des charbons belges contenant des quantités anormalement élevées de béryllium par rapport à la concentration moyenne de cet élément dans les roches sédimentaires. Même sans idée quantitative, on pouvait observer une distribution très hétérogène de cet élément, entre les diverses couches d'un même charbonnage, et entre différents charbonnages.

Les charbons des bassins du Centre et de Charleroi seraient peut-être plus riches en béryllium que ceux des bassins de Liège et de Campine. (Cette régularité pourrait n'être qu'apparente et due à un échantillonnage irrégulier.)

Parmi les charbonnages de ces bassins apparemment privilégiés, celui de Bonne-Espérance était relativement bien pourvu en couches de charbon à Be fort (3/20) et moyennement fort (7/20), suivant l'échelle intuitive adoptée lors de l'examen des spectrogrammes A.C.E.C.

Afin de fixer les idées sur l'ordre de grandeur des quantités de béryllium présentes et d'évaluer l'intérêt et les chances d'une recherche plus approfondie sur les charbons de notre pays, nous avons procédé à un échantillonnage des principales couches exploitées dans le charbonnage nommé plus haut et analysé par spectrographie optique d'émission les cendres des charbons récoltés. Ce sont les résultats de ces premières observations que l'on trouvera ici, ainsi qu'une description succincte des techniques d'analyse.

REMERCIEMENTS.

Notre travail aurait été impossible sans l'accueil compréhensif et l'intérêt manifestés immédiatement par MM. MEILLEUR et RYSENAER, respectivement Directeur-Gérant et Directeur des travaux de la S. A. des Charbonnages de Bonne-Espérance à Lambusart. Nous remercions également ici MM. DELMER et PÈRE, géologue attaché au Service géologique de Belgique et géomètre-vérificateur de l'Administration des Mines, qui ont pris une part très active dans la récolte des échantillons.

DÉSIGNATION ET POSITION STRATIGRAPHIQUE DES CHARBONS ANALYSÉS.

FIXMER et DELMER ont revu en 1954 [2] la position stratigraphique des couches exploitées à Lambusart et aux environs, à la lumière de leur découverte de l'horizon de Quaregnon dans cette région. On pourra aisément repérer dans la stratigraphie locale les veines échantillonnées, grâce aux coupes figurées dans leur travail. Ces veines sont disposées de part et d'autre de l'horizon repère et appartiennent donc au Westphalien A et B. Ce sont les suivantes qui ont été analysées pour ce travail :

Puits n° 5 (niveau 110 m) : Wache-Petit Français-Grand Français-Engin-Ledoux-Gallet;

Puits n° 1 (niveau 628 m) : Engin-Clawetage-veine des Haies.

La faille du Centre découpe le gisement et provoque une répétition de certaines couches.

Dans la mesure du possible, un échantillon a été pris au toit, milieu et mur des veines. Cette distinction est importante dans les études de distribution de traces dans les charbons, comme l'ont très bien montré LEUTWEIN et RÖSLER [3] et comme on pourra aussi le voir sur nos propres résultats.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS.

Broyage de ± 1 kg au mortier de porcelaine à — 20 mesh. Inquartation à ± 50 g. Broyage à — 80 mesh. Pesée d'une prise de 5 g. Dessiccation à 95° C à poids constant. Pesée. Calcination à 850° C au four électrique. Pesée. Porphyrisation des cendres au mortier d'agate. Pesée d'une prise de 0,1 g. Mélange à 0,1 g de carbone spectrographique au mortier d'agate. Remplissage des électrodes.

ANALYSE SPECTROCHIMIQUE.

Forme des électrodes.

Cathode : baguette de graphite « Carbone-Lorraine » 207 de 3 × 30 mm, percée d'une cavité de 0,8 × 10 mm. La poudre est introduite par compression à l'aide d'une mèche de 0,8. Pour l'analyse, l'électrode est sertie dans une pièce de carbone percée et fixe.

Anode : baguette de graphite « Carbone-Lorraine » 207 de 3×30 mm. Insertion dans une pièce de carbone fixe.

Excitation : cathodique. 220 v DC. 9 amp/h. Poses de 120 sec. Écartement des électrodes de 10 mm.

Spectrographe : Hilger E 492. Fente de $0,01 \times 2$ mm. Sans cache de collimateur ⁽¹⁾. Lentille frontale Hilger F 1025 focalisée sur la lentille collimatrice. Région spectrale : 2.300-3.050 Å.

Raie analytique :

Be 2.348,6 Å.

Fe 2.348,1 et 2.348,3 Å servant au repérage de la raie de Be.

Fond continu mesuré à 2.347 Å.

Plaques « Ilford ordinary ».

Matériel et processus photographiques.

Révéléateur Kodak D 19 (6 min en cuve avec agitation intermittente).

Fixateur Kodak « Acid Fixing Salt with hardener » (15 min en cuve sans agitation).

Lavage à l'eau courante pendant 60 min. Rinçage à l'eau distillée.

Séchage à l'air.

Densitométrie.

Spectroprojecteur photométrique de Fuess 118 S. Le filtre neutre à fente a été remplacé par un morceau de plaque photographique non développée, sur lequel une fente est tracée par enlèvement de la gélatine. Il est directement fixé sur la table de projection au-dessus de l'ouverture de la cellule. Ce dispositif facilite la lecture en lumière blanche et évite la détérioration des plaques.

Calibrage de plaque.

Construction d'une courbe de transformation des transmissions/intensités (noircissements) par la méthode du secteur à 7 échelons. Raie utilisée : Fe 2.348,1.

⁽¹⁾ L'effet de cathode est peu marqué pour le béryllium et le cache généralement utilisé diminue fortement la sensibilité.

Courbe d'étalonnage.

Des mélanges successifs de cendre sans béryllium et d'oxyde de béryllium ont été préparés suivant la technique préconisée par MITCHELL [5]. Ces mélanges contenaient les quantités de béryllium suivantes : 1—0,316, —0,1—0,031, —0,01—0,005, —0,001—0,0003 % Be.

Mélange avec carbone spectrographique. Spectrographie suivant conditions décrites ci-dessus. Analyses faites en triple.

Densitométrie de la raie Be 2.348,6 et du fond continu. Rapport d'intensité de la raie au fond continu calculé suivant la formule de HARVEY [6] :

$$\frac{\dot{I}_{\text{Raie}}}{\dot{I}_{\text{F.C.}}} = \left(\frac{\dot{I}_{\text{Raie}} + \dot{I}_{\text{F.C.}}}{\dot{I}_{\text{F.C.}}} \right) - 1.$$

Construction d'une courbe $\frac{\dot{I}_{\text{Raie}}}{\dot{I}_{\text{F.C.}}}$ en fonction des concentrations. La limite inférieure de sensibilité mesurable est de 10 ppm. La limite supérieure dépasse 3.000 ppm.

Toutes les analyses de cendres ont été faites au moins en triple. La reproductibilité n'est pas très bonne, et les écarts à la moyenne arithmétique peuvent dépasser 50 %.

Un essai de reproductibilité du processus spectrographique a été fait sur vingt analyses d'un échantillon volumineux à forte teneur (environ 1 kg de charbon du mur de la veine Grand Français).

Moyenne arithmétique (10 spectres pris sur deux plaques) : 505 ppm. Écart type $\sigma = \pm 37$ ppm, soit 7,5 %.

L'échantillon Engin 628 m-toit a été préparé en double et analysé à sept reprises. Les valeurs trouvées sont les suivantes :

Éch. I : 60, 86, 66, 78, 80 ppm.

Éch. II : 135, 115 ppm.

$$\frac{\Sigma}{n} = 88 \text{ ppm} \quad \sigma = 27, \text{ soit } 30 \text{ \%}.$$

Cette reproductibilité est suffisante au stade actuel pour faire ressortir les régularités les plus apparentes et procéder rapidement au grand nombre d'analyses nécessaires.

VÉRIFICATION DE LA JUSTESSE DES ANALYSES, PAR COLORIMÉTRIE.

L'échantillon « Grand Français-mur » ayant servi au test de reproductibilité a été analysé suivant une méthode colorimétrique simplifiée au béryllon II, récemment décrite par HUNT, STANTON et WELLS [7]. Elle a été suivie dans ses grandes lignes, et il est superflu de la reproduire ici. Les modifications suivantes ont été apportées :

L'attaque au fluorure d'ammonium a été remplacée par une attaque au carbonate-fluorure [$95 \text{ CO}_3(\text{Na}, \text{K})_2 + 5 \text{ NaF}$].

L'estimation visuelle a été remplacée par une mesure spectrophotométrique à 600 m μ . Pour obtenir des absorptions mesurables, on a dû remplacer la solution de béryllon II à 0,005 % utilisée dans l'estimation visuelle par la solution concentrée à 0,1 %. La loi de Beer est respectée dans le domaine 0,5 à 2,2 γ .

L'analyse de l'échantillon a donné une teneur de 640 ppm Be (une mesure), soit 27 % de plus que l'analyse spectrale.

Il est bon de remarquer ici le grand écart existant entre les deux valeurs obtenues pour le même échantillon de charbon (Grand Français-mur), préparé en grande quantité ou non : la cendre provenant de la prise de 5 g a donné 225 ppm, alors que celle fournie par une prise de l'ordre de 1 g a donné 505 ppm.

RÉSULTATS.

Le tableau ci-joint donne les résultats d'analyses, les écarts-types et les teneurs en cendre, humidité déduite.

On remarquera très rapidement les faits suivants :

Tous les échantillons de charbons de Bonne-Espérance contiennent des quantités de béryllium supérieures à la limite inférieure de sensibilité.

Les teneurs en béryllium dans les cendres varient en raison inverse des teneurs en cendres.

Il existe un effet de paroi très marqué : toit et mur sont généralement plus pauvres en cendres que le milieu des veines. L'expression « effet de paroi » n'est évidemment pas à prendre au sens étroit ou génétique, vu que les causes d'enrichissement peuvent être aussi bien sédimentaires que physico-chimiques (adsorptions tardives), dans l'état actuel de nos connaissances.

Distribution du Béryllium dans les charbons de Bonne-Espérance.

Désignation de la veine		% cendre	Be ppm	σ	
PUITS N° 5	Wache	Indifférencié	4,86	238	21
	Petit Français	Indifférencié	1,92	518	131
	Grand Français	Toit	3,00	400	53
		Milieu	3,00	400	53
		Mur	4,58	225	9
	Engin	Toit	14,74	22	8
		Milieu	2,26	276	34
		Vers mur	1,54	331	20
	Ledoux	Toit	1,74	460	96
		Milieu	3,63	114	16
		Mur	1,80	260	22
	Gallet	Toit	2,68	120	8
		Mur	7,05	27	5
PUITS N° 4	Engin	Toit	7,79	88	27
		Milieu	9,86	39	6
		Mur	2,97	191	48
	Clawetage	Toit	7,90	44	2
		Mur	3,61	127	6
	Haies	Toit	9,13	31	8
		Mur	2,36	397	39

Cendres de la centrale thermique (1 mesure) : 20 ppm

Moyenne arithmétique (20 analyses) : 198,4 ppm.

La moyenne des teneurs est de 198,4 ppm. L'analyse unique des cendres de la centrale du charbonnage donne un chiffre de teneur très semblable aux teneurs les plus basses trouvées dans les vingt charbons.

BIBLIOGRAPHIE.

1. JEDWAB, J., 1960, Présence de béryllium dans certains charbons belges. (*Bull. Soc. belge de Géol.*, vol. 69, pp. 77-82.)
2. FIXMER, H. et DELMER, A., 1954, Découverte de l'horizon de Quaregnon dans la Basse-Sambre. (*Ibid.*, vol. 63, pp. 42-49.)
3. LEUTWEIN, F. und ROESLER, H. J., 1956, Geochemische Untersuchungen an paläozoischen und mesozoischen Kohlen Mittel- und Ostdeutschlands. (*Freib. Forschungsh.*, C. 19, 196 p.)
4. MITCHELL, R. L., 1948, The spectrographic analysis of soils, plants and related materials. (*Commonw. Bur. of Soil Sc.*, Techn. Comm. n° 44.)
5. HARVEY, C. E., 1947, A method of semi-quantitative spectrographic analysis. (*A. R. L. Labs. Glendale-Calif.*)
6. HUNT, E. C., STANTON, R. E. and WELLS, R. A., 1960, Field determination of beryllium in soils for geochemical prospecting. (*Trans. Inst. Min. Metal*, pp. 361-369.)

UNIVERSITÉ LIBRE DE BRUXELLES.
LABORATOIRE DE GÉOLOGIE APPLIQUÉE.
