N° D'ORDRE
15

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE LILLE

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE LILLE

Mention : SCIENCES

PAR

PIERRE BOULANT

Ingénieur Chimiste I. C. L.
Licencié ès Sciences

1RE THÈSE

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES CENDRES DES CHARBONS
DU NORD ET DU PAS-DE-CALAIS

2ME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 27 Juillet 1936 devant la Commission d'Examen

JURY { MM. CHAUDRON, *Président*
CAU
LEFEBVRE } *Examinateurs*

N° D'ORDRE
15

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE LILLE

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE LILLE

Mention : SCIENCES

PAR

PIERRE BOULANT

Ingénieur Chimiste I. C. L.
Licencié ès Sciences

1RE THÈSE

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES CENDRES DES CHARBONS
DU NORD ET DU PAS-DE-CALAIS

2ME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 17 Juillet 1936 devant la Commission d'Examen

JURY { MM. CHAUDRON, *President*
CAU
LEFEBVRE } *Examinateurs*

UNIVERSITÉ DE LILLE **FACULTÉ DES SCIENCES**

Doyen..... M. MAIGE..... Botanique générale et appliquée.
Assesseur..... M. MALAOUIN..... Zoologie générale et appliquée.

Professeurs honoraires.
MM. HALLEZ.
CHATELET.
BARROIS.
BRUHAT.
FOSSE.
PASCAL.
PAUTHENIER.
PAILLOT.
BÉGHIN.
CHAZY.
PARISELLE.
FLEURY.

Maître de Conférences honoraire : M. QUINET.

Professeurs.....

MM. SWYNGEDAUW .	Physique et Electricité industrielles
GAMBIER	Calcul différentiel et intégral.
BERTRAND.....	Paléobotanique.
LERICHE	Géologie générale et Géographie physique.
DEHORNE	Histologie et Embryologie comparées.
PRUVOST	Géologie et Minéralogie.
JOUNIAUX.....	Chimie analytique et agricole.
CHAUDRON....	Chimie appliquée à l'Industrie et à l'Agriculture.
N.....	Physique générale.
KAMPÉ DE FÉRIET	Mécanique des fluides.
CHAPELON.....	Mécanique rationnelle et Calcul des Probabilités.
GALLISSOT	Mathématiques appliquées et Astronomie.
CAU.....	Physique expérimentale.
LAMBREY.....	Radiotélégraphie.
PRÉVOST.....	Chimie générale.

Professeurs sans chaire

MM. DOLLÉ	Hydrogéologie.
DUPARQUE	Pétrographie des roches combustibles.

Maîtres de Conférences

MM. MAZET.....	Mécanique.
LEFEBVRE.....	Chimie Appliquée et Chimie de la Houille.
DECARRIÈRE ...	Chimie générale.
FRANÇOIS.....	Chimie générale.
HOCQUETTE ...	Botanique agricole.
ROUELLE.....	Mécanique physique et Electricité industrielle.
DUTERTRE.....	Géologie générale et Géographie physique.
MARTINOT-LAGARDE.	Mécanique des fluides.

Chargé du Secrétariat de la Faculté des Sciences : M. DONNART.

Secrétaire honoraire : M. LEBRUN.

A MON PÈRE

A MA MÈRE,

Témoignage d'affection
et de reconnaissance.

A MON MAITRE

M. HENRI LEFEBVRE

Maître de Conférences à la Faculté des Sciences

Respectueuse et profonde gratitude.

CONTRIBUTION
A L'ÉTUDE DES CENDRES
DES CHARBONS
DU NORD ET DU PAS-DE-CALAIS

INTRODUCTION

L'utilisation du charbon comme combustible et les progrès sans cesse croissants de l'industrie houillère ont suscité de nombreuses recherches sur les matières minérales contenues dans les houilles. Ces travaux ont été orientés soit vers une étude théorique tendant à connaître la nature et l'origine de ces matières, soit vers un but pratique cherchant à combattre le rôle souvent néfaste des cendres.

Au cours de l'étude que nous avons entreprise sur les cendres des charbons du Nord et du Pas-de-Calais, nous avons essayé d'une part de voir ce que deviennent ces cendres lorsqu'on les chauffe à une température suffisante pour les amener à l'état fluide, d'autre part de déterminer la nature de leurs constituants afin d'expliquer leurs propriétés et les phénomènes observés.

Nous avons donc préparé les cendres par combustion des échantillons de charbon, et nous les avons étudiées par la méthode d'écrasement, d'un usage courant dans l'examen des réfractaires. Ce moyen d'investigation nous a conduit à des conclusions permettant de classer les cendres des différents charbons du point de vue de leur fusibilité. Pour en compléter l'étude, nous avons mis en œuvre, en plus de l'analyse chimique élémentaire, les moyens physico-chimiques habituellement employés pour les substances minérales complexes : analyse spectrographique, examen micrographique et radiographique, analyse thermomagnétique, etc...

Le problème ainsi abordé était tellement vaste qu'il ne pouvait être question de le traiter à fond. Comme nous ne disposions que d'un temps limité, nous n'avons pu qu'effleurer certaines questions; nous espérons cependant avoir apporté une modeste contribution à nos connaissances sur les houilles, en particulier sur celles du bassin du Nord et du Pas-de-Calais.

Dans l'exposé de notre travail nous avons adopté le plan suivant :

Chapitre I. — Historique.

Chapitre II. — Techniques employées. Appareils.

Chapitre III. — La fusion des cendres. Influence des différents facteurs inhérents au charbon.

Chapitre IV. — Analyse élémentaire et analyse immédiate des cendres. Influence des additions sur la fusibilité.

Conclusions.

Ces travaux ont été exécutés dans les Laboratoires de recherches de l'Institut de Chimie appliquée de Lille et de l'Institut de la Houille.

M. Lefebvre, Maître de Conférences à la Faculté des Sciences de Lille, a bien voulu guider nos recherches et nous aider à tout instant de ses précieux conseils. Qu'il nous soit permis de lui exprimer ici notre profonde reconnaissance.

Nous prions M. Chaudron, Professeur à la Faculté des Sciences, Directeur de l'Institut de Chimie appliquée, d'agréer nos sincères remerciements pour l'intérêt qu'il a sans cesse pris à notre travail et l'aide très précieuse qu'il nous a apportée en mettant à notre disposition toutes les ressources de son laboratoire.

Nous remercions également notre camarade Jacques Bénard, Ingénieur I. C. L., qui nous a initié à l'analyse thermo-magnétique et à la technique des rayons X.

La Chambre Syndicale des Houillères du Nord et du Pas-de-Calais, les Compagnies Minières et le Comité des Industries Chimiques de France nous ont de maintes façons facilité notre tâche : nous les en remercions très sincèrement.

CHAPITRE I

HISTORIQUE

Les cendres des combustibles ont déjà fait l'objet de nombreuses recherches, orientées soit vers un but scientifique soit vers un but industriel. Parmi ces dernières, nous laisserons de côté celles — pourtant très nombreuses — qui ont eu pour objet de déterminer les conditions de mesure de la température de fusion. Nous ne signalerons que les recherches concernant le mécanisme de la formation des mâchefers, et l'étude des facteurs influençant la fusibilité.

En 1918, le Bureau of Mines U. S. A. publia (1) un important mémoire sur la fusion des cendres. En 1925, J.-F. Barkley (2), étudiant la fusion des cendres d'un grand nombre de charbons, distingua le « softening-point » et le « flow-point ». R. Lessing, en 1926, s'attachant au problème du lavage du charbon, s'occupa en même temps de la question des cendres : il compara (3) les matières minérales de la flore actuelle à celles des houilles, mit en évidence (4) les facteurs influençant la température de fusion des cendres, et étudia le mécanisme de la formation des mâchefers. N. Simpkin et F. S. Sinnatt (5), après des travaux analogues, recherchèrent les rapports entre les températures de fusion des cendres de différents charbons et celles des cendres de leurs mélanges.

A. C. Fieldner et W. A. Selvig (6 et 7) donnèrent en 1922 les points de fusion des cendres de charbons américains. Ils critiquèrent le mode opé-

ratoire employé, et signalèrent les causes d'erreurs dans les mesures de ce genre. Peu après, le Fuel Research Board (8) proposa une méthode de détermination de la température de fusion, et indiqua les résultats trouvés avec des charbons anglais et américains. Puis P. Nicholls et W. A. Selvig (9), et P. Nicholls et W. T. Reid (10 et 11) mirent en lumière le mécanisme de la formation des mâchefers dans les foyers à fusion de cendres.

En Allemagne, Karl Bunte (12) mit au point une méthode d'écrasement lui permettant de suivre l'évolution des cendres dans tout un intervalle de température. Il étudia par ce procédé les houilles allemandes, et interpréta les diagrammes obtenus en les comparant avec ceux des silicates naturels. Il compléta ses travaux par l'examen en lames minces des cendres fondues, et l'étude de mélanges de charbons. Alex Van Ahlen (13) rechercha l'influence de la flottation sur la composition et le point de fusion des cendres des fines de la Ruhr, et essaya d'expliquer les différences constatées en se basant uniquement sur l'analyse élémentaire des cendres.

En France, de nombreux essais ont été effectués, soit dans les Instituts et Stations d'Essais, soit dans l'industrie privée. Les buts poursuivis étaient identiques : détermination du point de fusion des cendres des charbons et des mélanges de charbons ; recherches pour élever ce point de fusion. Assez récemment, L. Bro (14) mesura la diminution de hauteur d'une pyramide de cendres au cours du chauffage et proposa de caractériser une cendre par sa courbe d'affaissement en fonction de la température. Il étudia l'influence de différents facteurs sur la fusion : calibre, épuration, nature et origine du charbon, atmosphère, etc...

Parallèlement à ces recherches sur la fusibilité des cendres, de nombreux travaux se sont attachés à résoudre diverses questions posées par la présence de matières minérales dans la houille.

Mott et Wheeler (15), après avoir séparé les différents constituants pétrographiques, étudièrent leurs cendres en distinguant les cendres constitutives, intimement mélangées au charbon, des cendres étrangères, schistes et inclusions massives. Y. Oshima et Y. Fukuda étudièrent l'influence des cendres sur la réactivité et la combustibilité (16), puis sur les caractères de la combustion des charbons (17). Il convient de citer un travail particulièrement important de E. Thilo (18) sur l'analyse élémentaire des cendres. R. W. Davies (19) étudia la répartition du phosphore dans les charbons, et W. Fuchs (20) et Goldschmidt (21) recherchèrent les éléments rares dans les cendres.

Ces travaux permirent à Fieldner et Selvig (22), puis à Ball et Cady (23), d'établir des formules permettant d'apporter dans l'analyse des charbons les corrections dues à la présence de matières minérales. Enfin, tout

récemment, Moody et Langan (24) purent établir certains rapports entre la température de fusion et la composition des cendres.

Deux nouveaux usages de la houille, l'hydrogénation directe et l'emploi de charbon pulvérisé dans les moteurs à explosion, exigent des combustibles très peu cendreux dont la forme idéale est le « charbon pur » (25 et 26). On a vu, à cette occasion, naître et se développer de nouveaux procédés de lavage, basés sur une séparation des constituants pétrographiques du charbon.

Malgré le nombre des mémoires publiés sur les matières minérales contenues dans les houilles, bien des problèmes se trouvent encore non résolus. En outre, la formation des différents gisements s'est effectuée souvent dans des conditions si dissemblables qu'il est impossible de généraliser les conclusions d'une étude faite dans un bassin déterminé. Il nous a donc paru intéressant de consacrer une recherche spécialement aux houilles du Nord et du Pas-de-Calais.

Une partie de notre travail a consisté à voir si elles obéissent à certaines règles établies pour des charbons d'une autre origine. Mais l'emploi de techniques nouvelles nous a permis de pousser plus avant l'étude des cendres, et de mettre en évidence un certain nombre de résultats entièrement nouveaux.

BIBLIOGRAPHIE
du Chapitre Premier

1. BUREAU OF MINES, *Bull.* 129, 1918.
« The fusibility of coal ash and the determination of the softening temperature. »
2. J. F. BARKLEY, *Fuel in Science and Practice*, 1925, 4, 270-271.
« Ash softening temperatures and clinkering of coals in a boiler furnace. »
3. R. LESSING, *Fuel in Science and Practice*, 1926, 5, 17-23.
« Coal ash and clean coal. »
4. R. LESSING, *Fuel in Science and Practice*, 1926, 5, 117-124.
« Coal ash and clean coal. »
5. N. SIMPKIN ET F. S. SINNATT, *Journ. Soc. Chem. Ind.* 1925, 44, 199 T.
« The fusion point of coal ash. »
6. W. A. SELVIG ET A. C. FIELDNER, *U. S. Bureau of Mines.* Bull. N° 209, 1922.
« The fusibility of coal ash of U. S. A. »
7. A. C. FIELDNER ET W. A. SELVIG, *Fuel in Science and Practice*, 1926, 5, 24-33.
« The fusibility of coal ash. »
8. FUEL RESEARCH BOARD — *Technical Paper* n° 23, 1928.
« The fusion point of coal ash. »
9. P. NICHOLLS ET W. A. SELVIG, *Fuel in Science and Practice*, 1933, 12, 156-162.
« Clinker formation as related to the fusibility of coal ash. »
10. P. NICHOLLS ET W. T. REID, *Fuel in Science and Practice*, 1932, 11, 320-329.
« Fluxing of ashes and slags as related to the slagging type furnace. »
11. P. NICHOLLS ET W. T. REID, *Fuel in Science and Practice*, 1934, 13, 333-342.
« Slags from slag-tap furnaces and their properties. »
12. K. BUNTE ET W. REERINK — *Gas und Wasserfach*, 1929, 34, 832-840.
« Schmelzvorgänge bei Brennstoffaschen ».
13. ALEX VAN AHLEN — *Brennstoff Chemie*, 1934, 24, 461-465.
« Die Einwirkung der Flotation auf die Aschenzusammensetzung und den Aschenschmelzpunkt von Ruhrkohlenschlämmen. »
14. L. BRO — 3e *Congrès Chauff. Ind., Chal. et Ind.*, Mars 1934, 37-46.
« La fusion des cendres de charbon. »
15. R. A. MOTT ET R. V. WHEELER, *Fuel in Science and Practice*, 1927, 6, 416-420.
« The inherent ash of coal. »
16. Y. OSHIMA ET Y. FUKUDA — *Fuel in Science and Practice*, 1932, 11, 135-151.
« The effect of ash on reactivity and combustibility of carbon materials. »
17. Y. OSHIMA ET Y. FUKUDA, *Ind. Eng. Chem.*, 1935, 27, 212-224.
« Effect of ash on combustion characteristics of carbons ».
18. E. THILO, *Z. anorg. u. allg. Chem.*, 1934, 218, 201-209.
« Ueber die Resultate der Analysen zweier Kohlenaschen. »
19. R. W. DAVIES — *Fuel in Science and Practice*, 1926, 5, 550-554.
« The distribution of phosphorus in the ash of some South Wales coals. »
20. W. FUCHS — *Ind. Eng. Chem.*, 1935, 27, 1099-1100.
« Rare elements in German brown-coal ashes ».
21. V. M. GOLDSCHMIDT, *Ind. Eng. Chem.*, 1935, 27, 1100-1101.
« Rare elements in coal ashes. »
22. A. C. FIELDNER ET W. A. SELVIG, *Fuel in Science and Practice*, 1932, 11, 306-312.
« Application of ash corrections to analyses of various coals. »
23. C. G. BALL ET G. H. CADY, *Economic Geology*, 1935, 30, 72-81.
« Evaluation of ash correction formulae based on petrographic analysis of mineral matter in coal. »
24. A. H. MOODY ET D. D. LANGAN — *Combustion*, 1935, 6, 8 .
« Fusion temperature of coal ash as related to composition. »
25. ENGINEERING — 17 mai 1935.
« Pure coal. »
26. F. BERTRAND, *Rev. Univ. Mines*, 1934, 8, 10, 537.
« Les cendres du charbon et leur élimination. »

CHAPITRE II

TECHNIQUES EMPLOYÉES APPAREILS

I — PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DE CENDRES

L'ensemble des échantillons que nous avons étudiés, au nombre de 60 environ, représente à peu près tous les types de charbon du bassin du Nord et du Pas-de-Calais. Pour des raisons faciles à comprendre, nous ne pouvons en faire connaître l'origine exacte. Nous les avons donc désignés par des lettres et des chiffres.

1° Classement d'un charbon par la méthode du « flottant et dépôt ».

Les échantillons envoyés par les différentes Compagnies minières étaient, pour la plupart, constitués par du charbon brut dont la teneur en cendres pouvait s'élever jusque 40 ou 45 %. Nous avons donc opéré un classement qui, sans être le même que celui réalisé dans les lavoirs industriels, fractionnait le charbon en différentes catégories de teneurs en cendres croissantes.

La méthode du « flottant et dépôt » est, au laboratoire, d'une application simple. Les liquides suivants :

essence de pétrole..... densité = 0,70 à 0,75
tétrachlorure de carbone... densité = 1,63
bromoforme ..... densité = 2,9

étaient mélangés deux à deux pour former des milieux de densités respectives : 1,3 — 1,4 — 1,5 — 1,7 — 2,0.

Le charbon, après un broyage lui permettant de passer sans refus au tamis à trous ronds n° 25 (diamètre des trous : 6 mm) était agité avec le liquide de densité 1,3 de façon à assurer le mouillage de tous les grains. Après repos, la partie flottante était retirée et séchée, et le dépôt, après égouttage, était traité de la même façon par le liquide de densité 1,4, et ainsi de suite. L'opération amenait donc finalement le classement du charbon en 6 fractions dont les densités étaient :

pour la fraction n° 1	inférieure à 1,3
pour la fraction n° 2	comprise entre 1,3 et 1,4
pour la fraction n° 3	comprise entre 1,4 et 1,5
pour la fraction n° 4	comprise entre 1,5 et 1,7
pour la fraction n° 5	comprise entre 1,7 et 2
pour la fraction n° 6	supérieure à 2

2° Incinération du charbon.

Chaque échantillon de charbon ainsi préparé était disposé en une couche peu épaisse dans des capsules plates, et incinéré dans des fours à gaz, à une température de 700° à 720°, jusqu'à poids constant.

En raison même du mode de distribution des matières minérales dans le charbon, les cendres obtenues de cette manière étaient assez hétérogènes, surtout si elles provenaient de fractions lourdes. Elles étaient broyées et mélangées dans un mortier de verre afin d'être rendues aussi homogènes que possible. Cette dernière condition était parfois difficilement réalisable par suite de la dureté très inégale des différentes matières constitutives.

II. — DÉTERMINATION DE LA FUSIBILITÉ DES CENDRES

1° Insuffisance des méthodes habituelles.

La méthode généralement adoptée pour repérer la température de fusion d'une cendre consiste à agglomérer celle-ci en une pyramide triangulaire de 60mm de hauteur et 18 mm d'arête de base. Elle est alors chauffée dans un four électrique ou un four à gaz. Il arrive un moment où la pyramide s'incline et l'on note la température à laquelle le sommet touche le plan de base. Le repérage de la température se fait au moyen de montres fusibles étalonnées Seger qui sont placées dans le four à côté de la montre à essayer et se comportent d'une manière analogue.

Une telle méthode laisse une trop grande marge d'imprécision pour pouvoir être employée dans le cas qui nous occupe. Les montres Seger indiquent en effet non pas une température, mais un état de cuisson ; c'es

dire que leur « température de fusion » dépend dans une large mesure de la vitesse de chauffe. D'un autre côté il faut remarquer que la fusion des montres Seger, pas plus que celle des cendres, ne se fait à une température fixe. Cependant la méthode des montres Seger conduit à caractériser les cendres par une seule température appelée arbitrairement température de fusion. En réalité, les cendres subissent au cours du chauffage un ramollissement progressif. La variation de leur viscosité en fonction de la température suit une loi qui fait intervenir de nombreux facteurs : origine des cendres, mode de préparation, conditions de l'essai. La nature même des phénomènes qui entrent en jeu empêche de parler d'*une* température de fusion. Nous verrons d'ailleurs que deux cendres peuvent donner la même température de fusion par la méthode Seger, bien qu'elles se comportent très différemment au chauffage.

Une étude correcte de la fusibilité des cendres doit comporter le tracé d'une courbe de viscosité (ou d'un phénomène concomitant) dans tout un intervalle de température, et la mesure de celle-ci à chaque instant au moyen d'un pyromètre. Le succès de la méthode Seger tient à ce qu'elle évite l'emploi forcément délicat d'un pyromètre, et donne un résultat sous la forme particulièrement simple d'un nombre unique, qui peut permettre de classer approximativement des charbons du point de vue de leur aptitude à donner des mâchefers dans des conditions d'emploi bien déterminées.

Il faut cependant reconnaître qu'en l'état actuel des choses, on ne saurait comparer avec certitude les températures trouvées par des expérimentateurs différents car les appareils qu'ils utilisent et bien des détails pourtant très importants du mode opératoire, varient considérablement d'un cas à l'autre.

2° Principe de la méthode d'écrasement — Appareil utilisé.

Pour remédier à ces inconvénients, Karl Bunte en Allemagne et L. Bro en France ont, par des moyens différents, suivi l'affaissement d'une pyramide ou d'un cylindre de cendres chauffé dans des conditions bien déterminées.

Nous rapprochant de ce mode opératoire, nous avons adopté pour nos essais la méthode d'écrasement sous vide déjà appliquée avec succès à l'étude des réfractaires[1] (27) ; en voici le principe :

La matière à étudier est agglomérée sous forme d'un cylindre placé entre deux disques de graphite sous une charge constante. On chauffe à une vitesse déterminée, et on note toutes les minutes la variation de hauteur de la pastille en fonction de la température. Les transformations de

---

1. — Nous adressons nos remerciements à M. Moreau, Ingénieur I. C. L. qui nous a mis au courant de cette technique.

la matière, retrait, ramollissement, fusion franche se traduisant par des affaissements sont ainsi facilement observés.

Nous avons adopté pour nos essais un four Chaudron-Garvin[1] à chauffage sous vide par résistance de graphite (28) (fig. 1). Le chauffage électri-

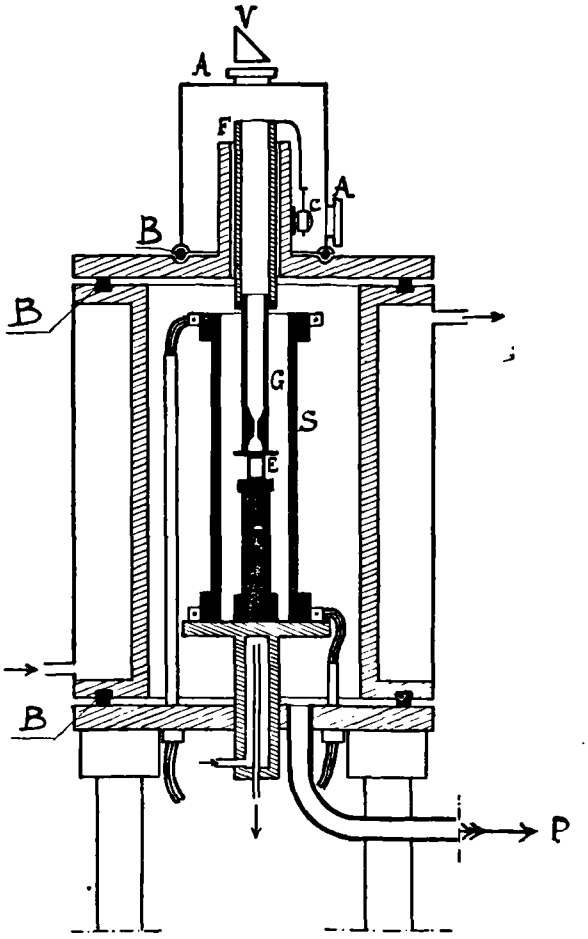


FIG. 1. — *Four Chaudron-Garvin et appareil d'écrasement.*

Pour simplifier nous n'avons pas représenté certains dispositifs tels que calorifuge, circulations d'eau,... qui n'interviennent pas directement dans les mesures.

A : fenêtre en verre
B : joint en caoutchouc
C : comparateur
E : éprouvette de cendres
F : tube de fer
G : cylindre de graphite
P : pompe à palettes
S : spirale de graphite (résistance chauffante)
V : prisme de verre pour les visées pyrométriques

1. — Culmann et Cie, constructeurs à Paris.

que présente sur le chauffage au gaz de grands avantages : souplesse de réglage, facilité d'obtention de très hautes températures et de réalisation du vide.

La température est portée à 900° en une demi-heure, puis élevée régulièrement de 12 à 15° par minute.

Le four est relié à une pompe à vide P pendant toute la durée de l'expérience qui se fait ainsi sous une pression de quelques millimètres de mercure dans une atmosphère constituée essentiellement d'oxyde de carbone et de gaz carbonique.

Dans ces conditions, la réduction des composés du fer en magnétite est nulle ou négligeable. Nous nous en sommes assuré de la manière suivante : des cendres contenant environ 20 % d'oxyde de fer Fe^2O^3 ont été soumises après fusion à l'analyse thermomagnétique qui permet de déceler les traces de magnétite. Le résultat de l'essai a été négatif.

Nous reviendrons ultérieurement sur cette question de réduction des composés du fer.

Le dispositif d'écrasement est constitué de la manière suivante (fig. 1). La cendre, agglomérée sans liant au moyen d'une petite presse à vis et d'un moule, sous forme d'un cylindre de 14,5 ^{mm} de diamètre (soit 163 $^{mm\,2}$ de section) et de 10^{mm} de hauteur, est placée sur un cylindre de graphite, et recouverte d'une rondelle de même matière. Pour éviter la carburation des cendres au cours du chauffage, la pastille E est séparée du graphite par un papier d'amiante très mince. Sur la rondelle de graphite repose un cylindre creux en graphite G, surmonté dans la partie froide du four par un tube de fer F. Ce dernier porte un index recourbé qui appuie sur un comparateur C dont la lecture donne les diminutions de hauteur de l'échantillon. L'appareil ainsi constitué exerce sur l'éprouvette de cendres une pression de 7 g/mm^2. Le cylindre de graphite G réalise approximativement, par son profil intérieur, le corps noir théorique dont le fond est ici constitué par la rondelle de graphite recouvrant l'échantillon. C'est elle que l'on vise au moyen d'un pyromètre Ribaud à coins absorbants, à travers une glace de verre à faces parallèles et un prisme à réflexion totale. L'étalonnage du pyromètre a été fait par visée, dans des conditions analogues, d'un bloc de cuivre et d'un bloc de nickel à leur température de fusion. On peut estimer à 5° environ l'erreur possible sur la détermination des températures.

Pour vérifier la fidélité de notre méthode, nous avons fait plusieurs essais sur des pastilles d'une même cendre. Nous avons trouvé que les différences dans le tracé des courbes étaient tout à fait négligeables (décalage ne dépassant pas 5°).

III. — ANALYSE ÉLÉMENTAIRE DES CENDRES

Les éléments que nous avons dosés dans les cendres par l'analyse chi-

mique sont le silicium, le fer, l'aluminium, le manganèse, le calcium, le magnésium, les métaux alcalins et le soufre.

Le mode opératoire adopté est celui décrit par le Fuel Research Board (29), auquel nous avons apporté quelques modifications. Nous le décrirons très rapidement.

La prise d'essais de cendres (environ 1g) est fondue avec des carbonates alcalins, et la masse est reprise par l'acide chlorhydrique dilué. On insolubilise la silice et l'on ajoute à la liqueur filtrée du chlorure de baryum pour précipiter les sulfates, puis on insolubilise la silice qu'elle contient encore. On recueille finalement sur le filtre le soufre sous forme de SO^4Ba et la silice. On incinère et l'on traite le résidu à l'acide fluorhydrique pour volatiliser la silice que l'on dose ainsi par différence. Du même coup se trouve dosé le soufre.

Sur une partie aliquote du filtrat, on précipite le fer sous forme de sulfure ferreux en milieu tartrique. Dans ces conditions, les autres métaux ne précipitent pas. Le fer ainsi séparé est dosé par la méthode pondérale habituelle sous forme de Fe^2O^3. Sur une autre fraction, on dose la somme fer aluminium par précipitation simultanée des deux oxydes par l'ammoniaque. Par différence on calcule la teneur en alumine.

Dans le filtrat du dernier dosage, on précipite le manganèse par le sulfure d'ammonium ; le précipité calciné est pesé sous forme de Mn^3O^4.

On élimine ensuite l'excès de baryum introduit pour le dosage du soufre par l'acide sulfurique dilué ; on dose le calcium après précipitation sous forme d'oxalate et transformation à l'état de sulfate. Enfin le magnésium est précipité sous forme de phosphate ammoniaco-magnésien et calciné à l'état de pyrophosphate.

Le dosage des oxydes alcalins, K^2O et Na^2O, s'effectue sur une deuxième prise d'essais. La silice est éliminée par traitement de la cendre à l'acide fluorhydrique et le soufre par précipitation à l'état de sulfate de baryum. Les métaux sont amenés sous forme de nitrates. La calcination transforme les nitrates des métaux lourds en oxydes insolubles. On reprend par l'eau, on filtre et on amène les métaux restants sous forme d'oxalates que l'on décompose par une nouvelle calcination pour éliminer les métaux alcalino-terreux. Dans le résidu on dose la somme $Na^2O + K^2O$ par pesée du mélange $SO^4Na^2 + SO^4K^2$, et l'oxyde K^2O seul par précipitation sous forme de perchlorate ClO^4K.

IV — MÉTHODES PHYSICO-CHIMIQUES

1°) Spectrographie.

Pour compléter les analyses élémentaires des cendres et rechercher spécialement les éléments rares, nous avons utilisé l'examen spectrographique.

Le spectrographe employé est un spectrographe Ch. Féry, particulièrement commode pour la recherche des métaux par leur spectre d'arc dans l'ultra-violet.

2°) Analyse thermo-magnétique.

Dans l'analyse immédiate des cendres, nous avons appliqué la méthode d'analyse thermo-magnétique pour voir dans quelles combinaisons se trouve engagé le fer.

La poudre à étudier est placée dans une ampoule scellée, portée par une suspension bifilaire, et chauffée dans le champ non uniforme d'un électro-aimant. Au cours du chauffage l'ampoule se déplace, entraînant par un système de leviers et de miroirs le déplacement d'un spot lumineux sur une plaque photographique. On peut ainsi observer les variations des propriétés magnétiques du corps qu'elle renferme, en fonction de la température; une étude analogue est faite sur les corps purs dont on soupçonne la présence dans l'échantillon examiné. La comparaison des courbes ainsi obtenues permet de conclure à la présence ou à l'absence de chacun d'eux.

Ce travail d'interprétation s'est trouvé grandement facilité par les études de M. Chaudron et de ses élèves (30 à 32) qui ont établi les diagrammes de nombreux composés.

3°) Examen micrographique des charbons et des cendres.

Nous avons, dans plusieurs cas, déterminé la nature des constituants pétrographiques du charbon et la distribution des matières minérales au moyen d'un microscope métallographique selon la technique mise au point par M. Duparque (33).

La surface examinée est polie avec de l'alumine sur un disque de peau de buffle.

BIBLIOGRAPHIE
du Chapitre II

27. F. Gambey — *Thèse*, Lille 1935.
« Contribution à l'étude des oxydes réfractaires. »

28. G. Chaudron et M. Garvin — 5e *Congrès Chimie Industrielle*. Oct. 1925. *N° Spéc. Chim. et Ind.*, Sept. 1926, 430-433.
« Perfectionnements à la technique des hautes températures dans le vide. »

29. Fuel Research board — *Technical Paper*, N° 28, 1923.
« Methods for the quantitative analysis of coal ash. »

30. H. Forestier — *Thèse*, Paris 1928.
« Transformations magnétiques du sesquioxyde de fer. »

31. J. Huggett — *Thèse*, Paris 1928.
« Application de l'analyse thermomagnétique à l'étude des oxydes et des minerais de fer. »

32. A. Girard — *Thèse*, Lille 1935.
« Les constituants de la rouille. »

33. A. Duparque — *Thèse*, Lille 1934.
« Structure microscopique des charbons du bassin houiller du Nord et du Pas-de-Calais.

CHAPITRE III

LA FUSION DES CENDRES. INFLUENCE des DIFFÉRENTS FACTEURS INHÉRENTS AU CHARBON

I. — COURBES DE FUSIBILITÉ DES CENDRES

La méthode d'écrasement décrite au chapitre précédent nous a permis de tracer les courbes de fusibilité relatives à un grand nombre de cendres, 150 environ, provenant soit d'échantillons bruts, soit de fractions séparées, soit de mélanges divers (34). Ces courbes représentent l'affaissement de la pastille de cendre en fonction de la température, celle-ci croissant, ainsi que nous l'avons déjà indiqué, de 12 à 15° par minute au-dessus de 900°. L'affaissement est mesuré en prenant arbitrairement égale à 100 la hauteur initiale de l'éprouvette; celle-ci est d'ailleurs toujours voisine de 10 mm.

Nous avons reproduit (fig. 2 et 3) quelques courbes de forme caractéristique. Il s'agit toujours ici d'une fusion pâteuse; mais nous avons été amené à distinguer plusieurs types de courbes, chacun d'eux correspondant à un mode particulier de formation des corps qui, après refroidissement, constitueront les mâchefers. Nous proposerons une interprétation de ces différents types dans le chapitre suivant.

Malgré leur diversité, tous les diagrammes conduisent à distinguer les phases suivantes :

1°) une **période de contraction** correspondant à un simple retrait, sans ramollissement. La diminution de hauteur causée par ce retrait peut être très faible. Elle est le plus souvent de 5 à 8 % de la hauteur initiale

de la pastille ; dans des cas exceptionnels elle atteint 20 %. Sur les diagrammes, cette période de contraction se traduit par un segment de droite plus ou moins incliné, soit A B (fig. 2). Si, avec une loupe, nous examinons

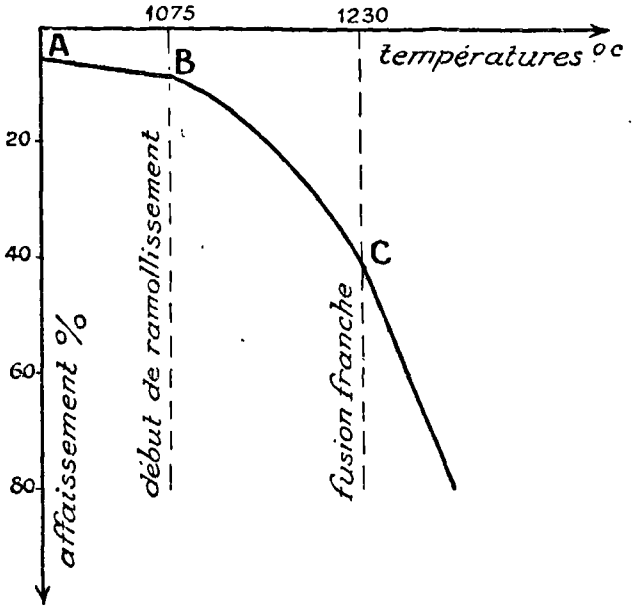


Fig. 2. — *Courbe de fusibilité d'une cendre.*

une cendre après chauffage jusqu'à la température du point B, nous constatons que la masse n'est pas frittée et qu'aucun de ses constituants n'est encore passé par l'état pâteux.

2°) si nous continuons à chauffer, l'affaissement s'accentue, et nous constatons le **ramollissement** de certains constituants. A partir du point B et jusqu'à une certaine température, le. cœfficient angulaire de la tangente à la courbe croît d'une manière continue et de plus en plus vite. L'abscisse du point B permet de définir une *température de début de ramollissement*

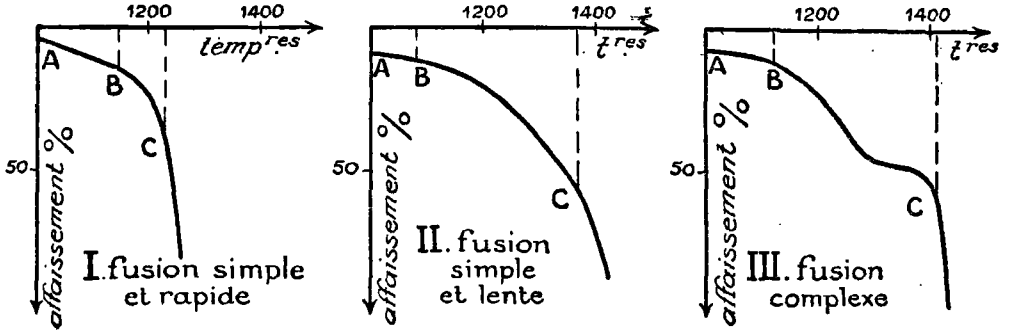


Fig. 3. — *Les différents modes de fusion des cendres.*

au-delà de laquelle la cendre est à l'état pâteux. Certains constituants fondent, mais d'autres gardent l'état solide; nous reviendrons sur l'explication de ce phénomène.

3°) au point C, parfois difficile à définir, la pastille s'affaisse plus brusquement car la plupart des constituants entrent maintenant en phase liquide. Le coefficient angulaire de la tangente à la courbe devient sensiblement constant et atteint souvent une très grande valeur. L'abscisse du point C définit la *température de fusion franche.*

L'examen des courbes permet de définir avec une assez bonne précision la température de début de ramollissement et celle de fusion franche. L'erreur est toujours inférieure à 10° et voisine, le plus souvent, de 5°. Pour simplifier l'exposé de nos résultats, nous remplacerons assez souvent les diagrammes de fusibilité par l'énoncé des points de ramollissement et de fusion.

Quelle que soit la prudence qui s'impose quand on tire des conclusions des variations de la pente des tangentes à une courbe, nous pouvons dire qu'aux températures de ramollissement et de fusion toutes les cendres n'ont pas la même viscosité : la vitesse d'affaissement (pente de la tangente) varie en effet dans d'assez larges limites. Les températures de ramollissement et de fusion de différentes cendres correspondent donc non pas à une viscosité donnée, mais à une variation plus ou moins brusque de la viscosité.

Nous avons comparé les températures ainsi définies à la température de fusion déterminée par la méthode des montres Seger. Le tableau I montre que les températures de ramollissement Tr et de fusion Tf sont inférieures aux indications Seger Ts. Ceci provient du fait que l'écrasement se fait sous une certaine charge qui permet de suivre les transformations des cendres d'une manière plus instantanée. On constate de plus que les différences entre les résultats des deux méthodes ne sont pas constantes. ce qui *a priori* n'a rien d'étonnant.

Cendres	Méthode Seger Ts	MÉTHODE D'ÉCRASEMENT	
		Point de ramollissement Tr	Point de fusion Tf
B 5.1	1150°	1070°	1120°
B 5.2	1220	1070	1185
B 5.3	1190	1050	1125
B 5.4	1180	1045	1175
B 5.5	1190	1030	1175

Tableau I

D'autre part, nous avons étudié par la méthode d'écrasement les montres Seger devant fondre aux températures suivantes : 1100° — 1160° — 1230° — 1300° — 1360° — 1500°. Dans tous les cas, nous avons trouvé des courbes de fusion simple et assez lente, semblables à celles obtenues avec certaines cendres (fig. 3, II). La fusion franche correspond toujours à une température inférieure à celle indiquée sur la montre.

Quelle que soit la cendre considérée, on retrouve toujours les divers phénomènes que nous avons décrits ci-dessus, mais la partie BC de la courbe d'affaissement peut être assez différentes d'un cas à l'autre pour permettre de distinguer trois sortes de diagrammes :

1°) La période de ramollissement est courte (fig. 3, I). On peut dire que la fusion est *simple et rapide*. Les températures de ramollissement et de fusion sont très voisines.

2°) la zone BC est allongée (fig. 3, II). La cendre reste pâteuse jusqu'à une température très éloignée du point de ramollissement. La fusion est *simple et lente*. Dans ce cas l'augmentation de viscosité peut être tellement régulière et progressive que le point C se trouve mal défini. Même chauffée à une température très élevée, la cendre ne présente jamais une grande fluidité.

3°) La partie B C de la courbe possède un point d'inflexion et peut même présenter un palier (fig. 3, III). On dit que la fusion est *complexe*; nous reviendrons ultérieurement sur l'interprétation de ce cas particulier.

Si l'on considère les points de ramollissement de toutes les cendres étudiées, on constate qu'ils se placent dans un intervalle de température relativement restreint, de 995° à 1100°. Les points de fusion franche, au contraire, présentent des différences qui peuvent atteindre plusieurs centaines de degrés.

II — INFLUENCE DU LAVAGE SUR LA FUSIBILITÉ DES CENDRES

1°) Classement d'un charbon par « flottant et dépôt » — Fusibilité des cendres de chaque fraction.

La méthode de classement par « flottant et dépôt » permet de diviser un échantillon en différentes fractions dont la teneur en cendres croît avec la densité moyenne, et peut aller de 1 % à 80 %. La partie combustible des charbons maigres ayant une densité plus élevée que celle des charbons gras, à densité égale un charbon maigre est moins cendreux qu'un charbon gras. Il arrive parfois que des grains de charbons maigres même sensiblement exempts de matières minérales ont une densité supérieure à 1,3 : la fraction n° 1 n'existe pas.

Si nous considérons les différentes fractions venant d'un même charbon, nous observons que les points de ramollissement et de fusion des cendres varient d'une fraction à l'autre. Sur un diagramme, nous pouvons porter en abscisses la teneur en cendres de la fraction considérée et en ordonnées les températures de ramollissement et de fusion correspondantes. Afin de nous rendre compte en même temps de la répartition des cendres dans le charbon étudié, nous portons également sur le diagramme la courbe de lavabilité.

Nous avons reproduit sur la figure 4 trois graphiques tracés par ce procédé[1] ; ils peuvent être regardés comme les types principaux de ceux obtenus avec 24 charbons du Nord et du Pas-de-Calais.

Le graphique I se rapporte à un charbon à coke B1 dont les différentes fractions ont des cendres de fusibilité identique. Les points de ramollissement varient au maximum de 20°, entre 1015° et 1035°. Les points de fusion présentent également peu de différences : de 1145° à 1170°, soit 25°.

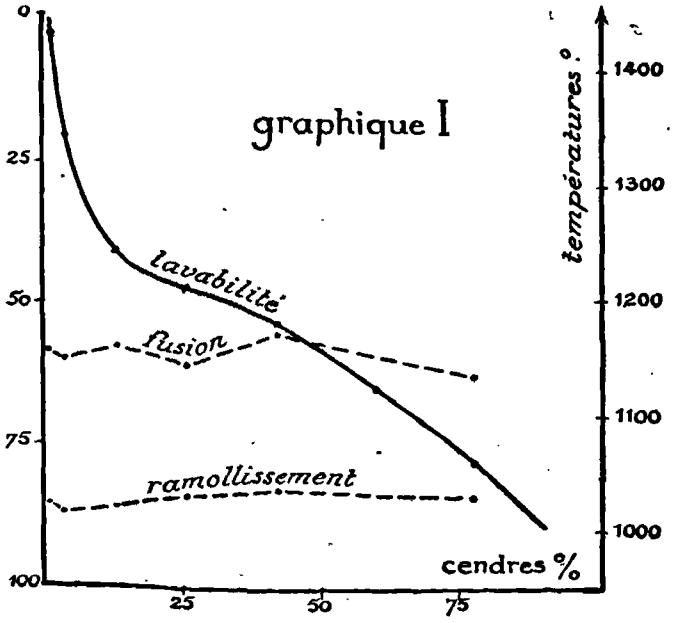
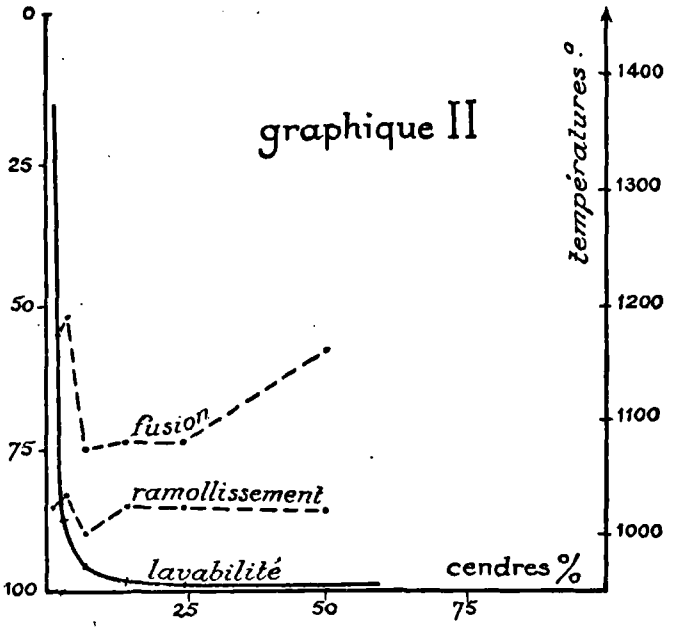


FIG. 4. — *Classement de charbons — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*
I. — Charbon à coke B 1

1. — Sur les diagrammes tels que ceux de la figure 4, nous avons joint par un trait pointillé les points de ramollissement et les points de fusion des différentes fractions, afin de faciliter la lecture du graphique. Il faut se garder d'attribuer à ce trait la valeur d'une courbe continue : une interpolation linéaire entre deux sommets n'aurait ici aucun sens.



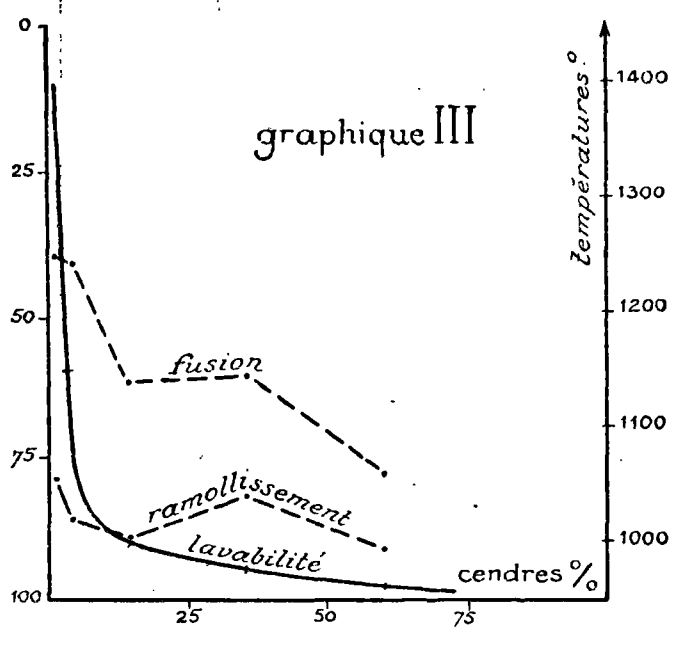


FIG. 4 (suite). — *Classement de charbons — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*
II. — Charbon tout-venant gras à 30-35 % de matières volatiles G1
III. — Charbon tout-venant maigre F2.

Les graphiques II et III, relatifs respectivement à un charbon tout-venant 30-35 % gras G1 et à un charbon tout-venant maigre F2 montrent au contraire de grandes variations dans la fusibilité des différentes fractions. Le point de ramollissement se place pour le charbon F2 entre 995° et 1055°, et varie brusquement de 45° quand on passe de la fraction 5 à la fraction 6. Il présente également de grandes différences pour les fractions légères du charbon G1.

Les températures de fusion varient de quantités encore plus importantes. Sur le graphique II, elles se placent sur un V, indiquant que les fractions moyennes ont des cendres plus fusibles que les fractions extrêmes. Quand la densité des fractions du charbon F2 augmente, les points de fusion s'abaissent de 1250° à 1060°.

En résumé, la forme des diagrammes varie d'un charbon à l'autre. Deux fractions successives d'un même charbon, même si elles ont des teneurs en cendres assez voisines, peuvent fournir des cendres dont les points de fusion sont très différents. En outre l'écart entre les points de ramollissement et les points de fusion franche n'est pas constant et subit lui aussi, des variations brusques.

Il résulte de tout ceci que les fractions les moins cendreuses ne correspondent pas toujours aux points de fusion les plus élevés.

Ce fait peut servir de guide pour classer commercialement les charbons, puisqu'il montre qu'on peut faire varier le point de fusion des cendres en choisissant telle fraction lavée, de préférence à telle autre.

Ainsi pour le charbon tout venant à 30-35 % de matières volatiles G1, on voit que les cendres de la fraction 3 (densité comprise entre 1,4 et 1,5 — teneur en cendres = 7,17 %) ont des points de ramollissement et de fusion respectivement égaux à 1000° et 1075°. Pour la fraction 2 voisine (densité comprise entre 1,3 et 1,4 — teneur en cendres = 3,05 %), ces températures s'élèvent à 1035° et 1190°; la différence entre les points de fusion est de 115°, tandis qu'elle n'est que de 35° entre les points de ramollissement.

Les diagrammes obtenus avec d'autres charbons, et dont nous avons reproduit les principaux dans les pages suivantes, montrent qu'à l'inverse du cas du charbon G1, on a quelquefois intérêt, pour obtenir un point de fusion de cendres élevé, à choisir des fractions plus riches en cendres.

2° Comparaison entre les cendres des fines brutes, lavées ou nettoyées à sec.

Nous aurions voulu comparer les cendres des fines épurées et celles des fines brutes qui les ont fournies, mais ceci ne nous a pas été permis par les difficultés d'échantillonnage (les lavoirs sont en effet alimentés avec des charbons dont l'origine diffère d'un instant à l'autre). Cependant nous

avons pu, dans trois cas, comparer des échantillons moyens venant d'une même fosse, prélevés à l'état brut, après nettoyage à sec, ou après lavage. Nous avons déterminé les courbes de fusion de leurs cendres.

Le premier essai a porté sur les charbons gras suivants provenant d'une même fosse.

1er groupe d'échantillons	fines 0-10 brutes	appelé R1
	fines 0-10 nettoyées à sec	appelé R2
	fines 0-10 lavées	appelé R3

Les figures 5, 6 et 7 se rapportent à chacun de ces charbons; elles montrent que pour la première fraction (teneur en cendres : de 2,3 à 2,5 %) la température de fusion des cendres des fines brutes est supérieure d'environ 100° à celle des cendres des fines lavées ou nettoyées à sec. Pour les autres fractions, les températures sont sensiblement les mêmes.

Le deuxième essai a porté sur deux échantillons :

2e groupe d'échantillons	fines brutes 0/50	appelé R4
	fines lavées	appelé R5

Les figures 8 et 9 montrent que pour toutes les fractions la température de fusion des cendres des fines lavées est inférieure à celle des cendres des fines brutes.

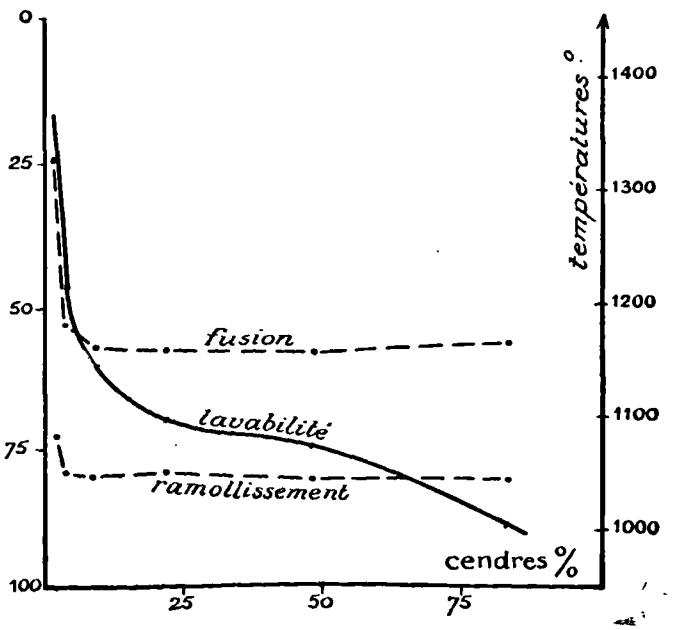


FIG. 5. — *Classement du charbon R1, fines brutes grasses*
Fusibilité des cendres de chaque fraction.

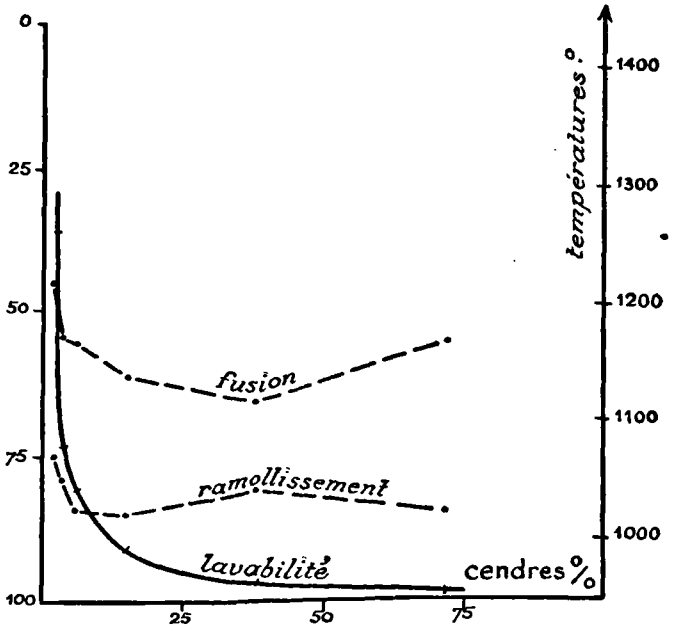


FIG. 6. — *Classement du charbon R2, fines grasses nettoyées à sec — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

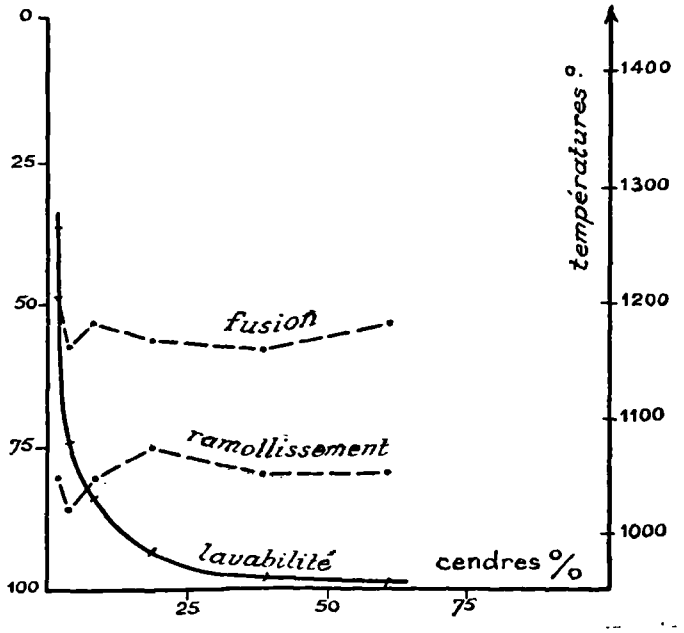


FIG. 7. — *Classement du charbon R3, fines grasses lavées — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

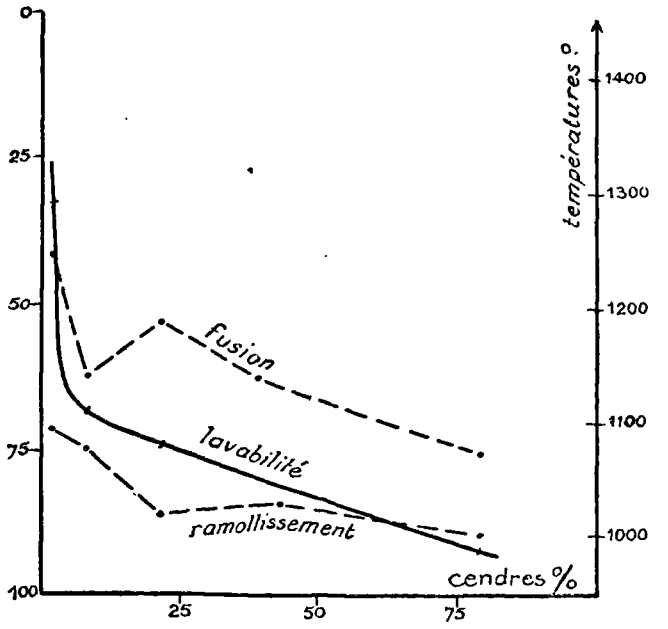


FIG. 8 — *Classement du charbon* R1, *fines brutes maigres — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

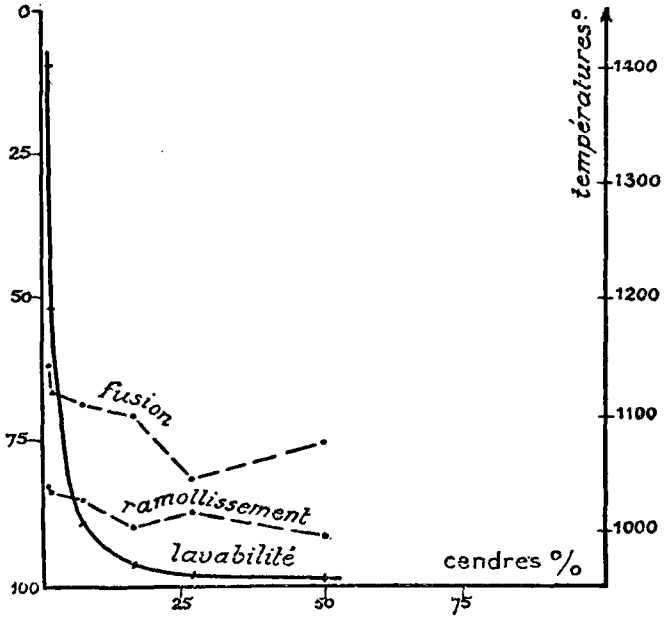


FIG. 9. — *Classement du charbon* R5, *fines lavées maigres — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

Le troisième essai comprenait deux charbons maigres :

3e groupe d'échantillons	fines brutes 0/55	appelé R6
	fines lavées 0/23	appelé R7

Là encore les cendres des fines brutes sont moins fusibles que celles des fines lavées (fig. 10 et 11), sauf pour les fractions à 65-75 % de cendres,

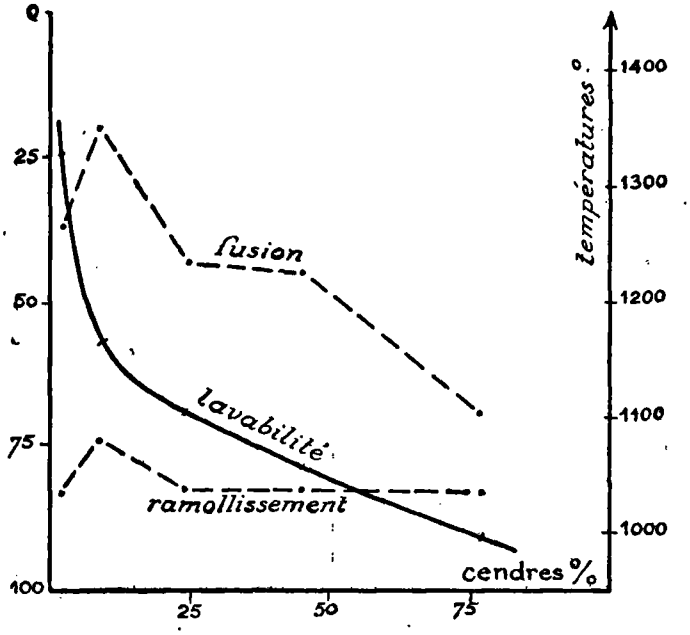


FIG. 10. — *Classement du charbon* R6, *fines brutes maigres — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

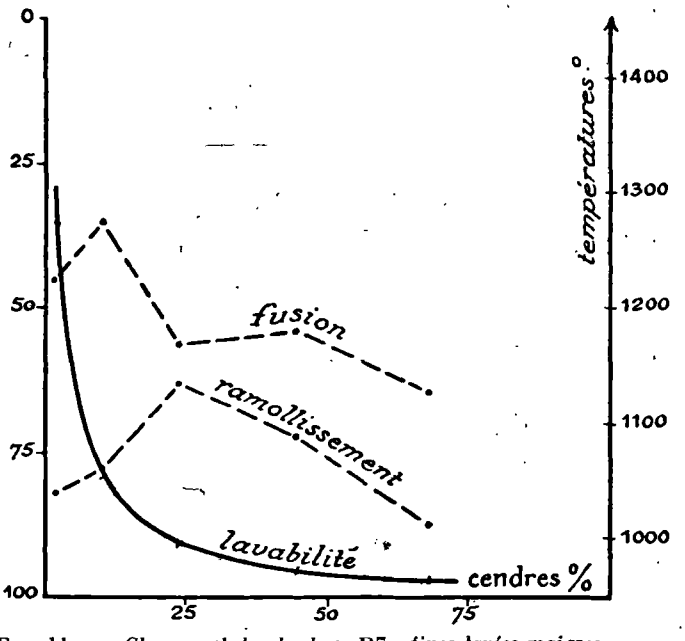


FIG. 11. — *Classement du charbon* R7, *fines lavées maigres — — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

c'est-à-dire celles constituées à peu près uniquement de schistes.

Dans le cas des fines que nous avons examinées, les cendres des produits épurés fondent donc plus facilement que celles des produits bruts. Ceci est particulièrement net pour les fractions légères, pauvres en cendres.

3°) Application de ces résultats.

Il existe une infinité de manières d'associer les différentes fractions d'un charbon pour obtenir un mélange ayant une teneur en cendres donnée ; mais ces manières ne sont équivalentes, ni pour le rendement (quantité de charbon réellement utilisée par tonne extraite), ni pour la fusibilité des cendres.

Le tableau II montre les résultats obtenus en mélangeant les fractions extrêmes de divers charbons.

CONSTITUANTS				MÉLANGES			
Désignation	Teneur en cendres %	Point de ramollissement	Point de fusion	Composition	Teneur en cendres %	Point de ramollissement	Point de fusion
R 4.2 (1)	1,85	1095°	1245°	22,5 % R 4.4 + 77,5 % R 4.2	6,30	1060°	1095°
R 4 4	21,7	1020°	1185°				
R 4.3	8,5	1075°	1140°				
R 2.2	3,75	1055°	1180°	91 % R2.2 + 9 % R 2.6	10,0	1055°	1125°
R 2.6	71,93	1025°	11.0°				
G 1.2	3,05	1035°	1190°	84,5% G 1.2 + 15,5 % G 1.6	10,0	1000°	1030°
G 1.6	49,5	1020°	1160°				
S 2.2	2,79	1035°	1230°	69,5% S 2.2 + 30,5 % S 2.5	10,0	1050°	1120°
S 2.5	25,8	1070°	1215°				

Tableau II

1.— Nous rappelons que nous désignons un échantillon de charbon, tel que nous le recevons de la mine, par une lettre et un chiffre (exemple R4, R2, etc...).

Le deuxième chiffre indique le numéro de la fraction séparée par la méthode du « flottant et dépôt » : R 4.2 est donc la fraction de R 4 dont la densité est comprise entre 1,3 et 1,4.

fraction 1 : $d < 1,3$
fraction 2 : $1,3 < d < 1,4$
fraction 3 : $1,4 < d < 1,5$
fraction 4 : $1,5 < d < 1,7$
fraction 5 : $1,7 < d < 2$
fraction 6 : $d > 2$

Au lieu du mélange R4.2 + R4.4 il y aurait avantage à employer la fraction R4.3 à 8,5 % de cendres dont les points de ramollissement et de fusion s'élèvent à 1075° et 1140°.

Nous pouvons constater dès maintenant que l'on ne peut calculer la température de fusion des cendres d'un mélange à partir de la température de fusion des cendres de chacun des charbons qui le constituent par la formule connue sous le nom de « loi des mélanges ». [1]

Signalons enfin que l'on pourrait sans doute élever le point de fusion des cendres par un classement plus serré du charbon.

III. — VARIATION DE LA FUSIBILITÉ DES CENDRES AVEC LA NATURE OU L'ORIGINE DES CHARBONS.

1°) Comparaison des charbons gras et des charbons maigres.

Comme nous l'avons déjà signalé, les charbons gras sont, à densité égale, plus cendreux que les charbons maigres. De plus, les cendres des charbons gras sont en général colorées; leur teinte peut aller du rose pâle au marron foncé ou au rouge violacé. Au contraire, les cendres des charbons maigres sont blanches ou grises. Ces variations de coloration sont dues à des changements de composition, que nous étudierons au chapitre suivant.

Il leur correspond des différences de fusibilité que nous avons mises en évidence dans les trois exemples ci-après.

Les figures 12 et 13 correspondent respectivement à un poussier gras brut L4 et à un poussier maigre brut L5 provenant de la même compagnie et de gisements voisins. Elles montrent que pour toutes les fractions, les cendres du poussier maigre ont un point de fusion supérieur à celles du poussier gras.

Le deuxième exemple se rapporte à un criblé maigre et à un criblé gras d'une même concession. Les figures 14 et 15 montrent que les résultats sont identiques à ceux trouvés dans le cas précédent, et ici encore sont particulièrement nets pour les fractions à moins de 20 % de cendres.

---

1 Cf. note 1 - p. 34

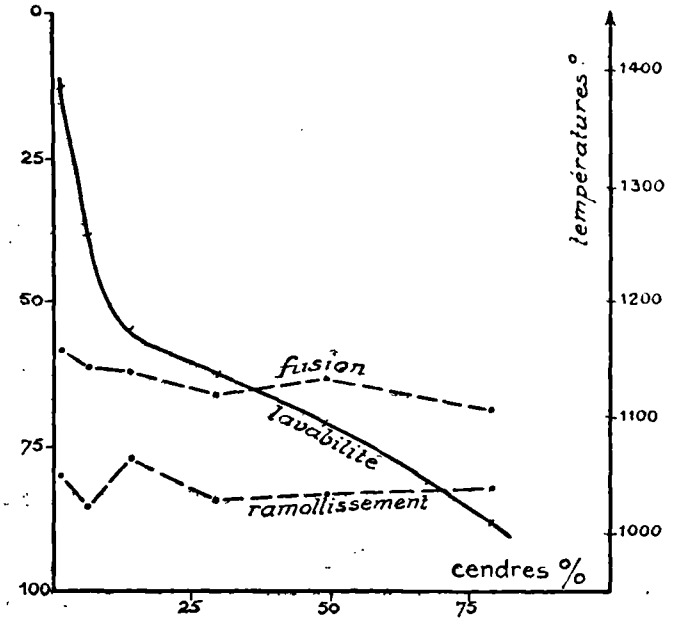


FIG. 12. — *Classement du charbon L 4, poussier gras brut — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

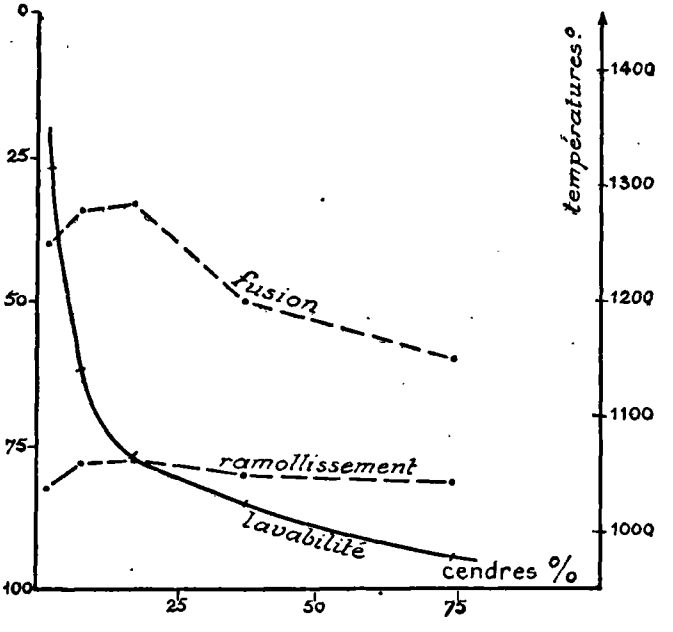


FIG. 13 — *Classement du charbon L 5, poussier maigre brut — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

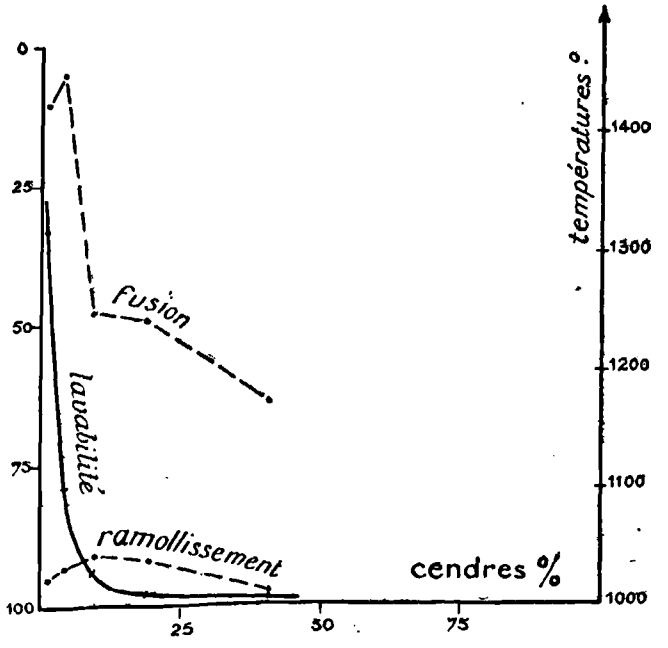


FIG. 14. — *Classement du charbon S1, criblé maigre — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

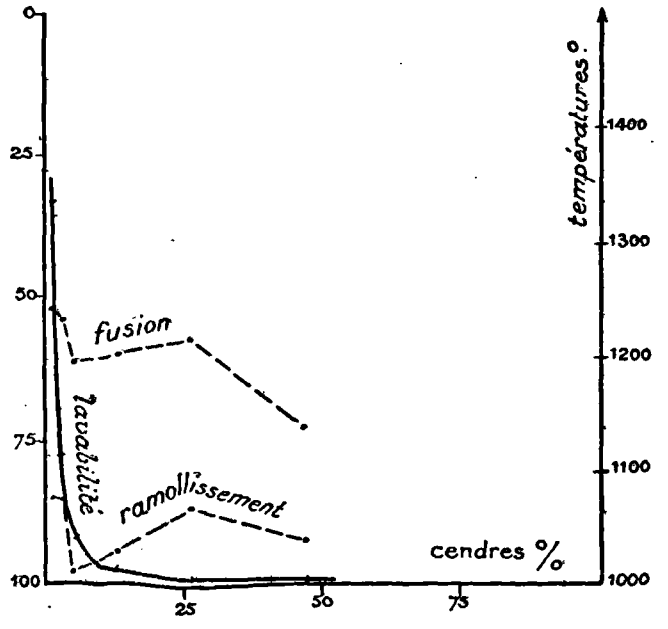


FIG. 15. — *Classement du charbon S2, criblé gras — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

Le tableau III relatif à vingt-deux charbons fournis par une même compagnie donne le nombre d'échantillons dont les cendres ont un point de ramollissement ou un point de fusion compris dans chaque intervalle de 20°, de 990 à 1200°.

Nature du charbon dont provient la cendre	Point de ramollissement compris entre :					Nombre total d'échantillons examinés
	990° et 1010°	1011° et 1030°	1031° et 1050°	1051° et 1070°	1071° et 1095°	
Gras	5	5	5	0	1	16
Maigre	1	3	0	2	0	6

Nature du charbon dont provient la cendre	Point de fusion compris entre :									Nombre total d'échantillons examinés
	1020° et 1040°	1041° et 1060°	1061° et 1080°	1081° et 1100°	1101° et 1120°	1121° et 1140°	1141° et 1160°	1161° et 1180°	1181° et 1200°	
Gras	2	4	6	1	2	0	1	0	0	16
Maigre	0	0	0	0	2	1	1	1	1	6

Tableau III

Ces trois exemples montrent que, pour des charbons de gisements voisins, les cendres des charbons maigres ont des points de fusion plus élevés que celles des charbons gras. Cette propriété peut ne plus se vérifier quand les gisements des charbons sont éloignés les uns des autres.

2°) Comparaison de charbons de calibres différents.

Sous réserve des mêmes restrictions que pour la comparaison des fines lavées et des fines brutes, nous avons recherché si la fusibilité des cendres ne dépend pas du calibre du charbon dont elles proviennent. Les mesures faites à ce sujet sont résumées dans le tableau IV.

Charbon	Fraction	Teneur en cendres	Point de ramollissement	Point de fusion
Gailletins 50/80	n° 1	0, 65 %	1035°	1140°
	n° 2	1, 66	1080	1175
	n° 3	7, 84	1020	1170
Fines lavées de même origine	n° 1	0, 48 %	1040°	1145°
	n° 2	1, 60	1035	1120
	n° 3	7, 27	1025	1110
Criblé maigre	n° 2	1, 33 %	1025°	1450°
	n° 3	4, 32	1035	1475
	n° 4	9, 80	1045	1260
Tout-venant maigre de la même fosse	n° 2	1, 39 %	1055°	1250°
	n° 3	3, 86	1020	1245
	n° 4	14, 26	1000	1140
Criblé gras	n° 1	1, 40 %	1075°	1240°
	n° 2	2, 79	1075	1230
	n° 3	5, 41	1010	1195
	n° 4	12, 32	1030	1200
Tout-venant gras de la même fosse	n° 1	1, 3 %	1080°	1260°
	n° 2	2, 3	1025	1285
	n° 3	6, 44	1040	1235
	n° 4	18, 4	995	1240

Tableau IV

Nous voyons que dans les deux premiers cas les cendres des grosses catégories (gailletins ou criblé) fondent plus difficilement que celles des fines ou du tout-venant de même origine. Mais c'est l'inverse qu'on observe avec un tout-venant et un criblé gras de même origine.

Nous ne pensons donc pas que la comparaison, pour un charbon d'origine donnée, des cendres provenant de classés de calibre différent

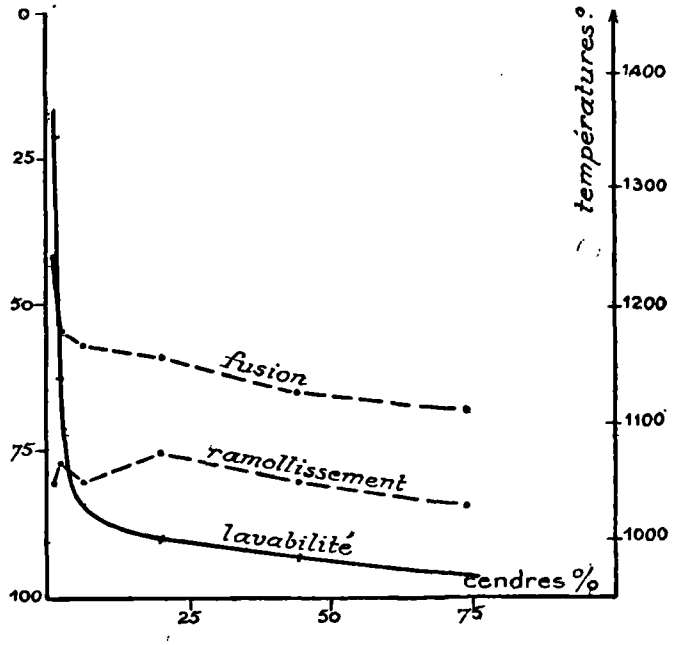


FIG. 16. — *Classement du charbon* B4. — *Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

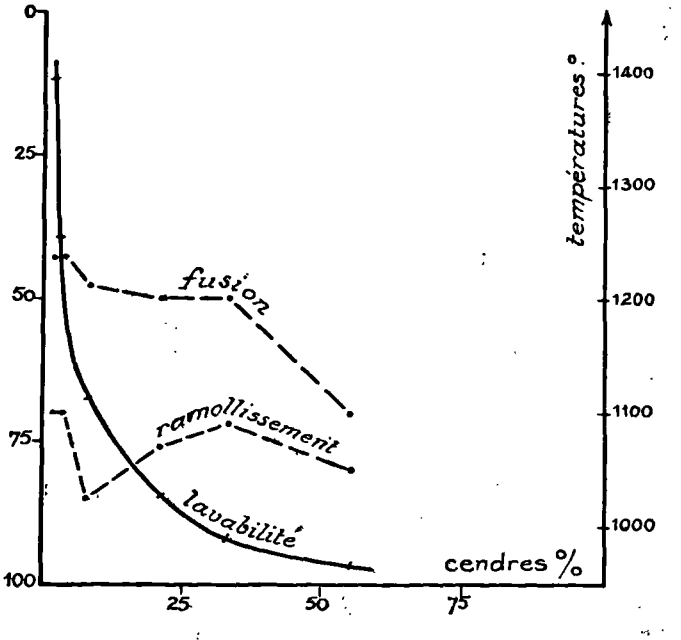


FIG. 17. — *Classement du charbon* B3. — *Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

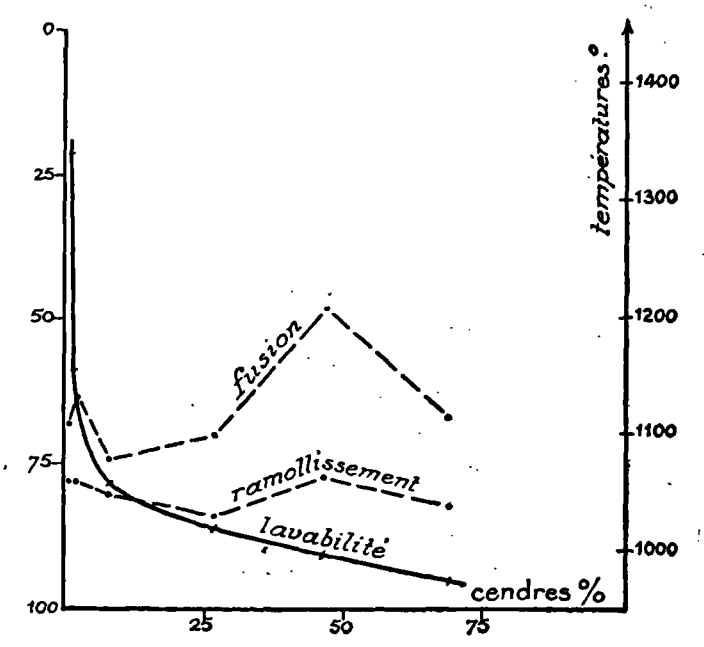


FIG. 18. — *Classement du charbon B2. — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

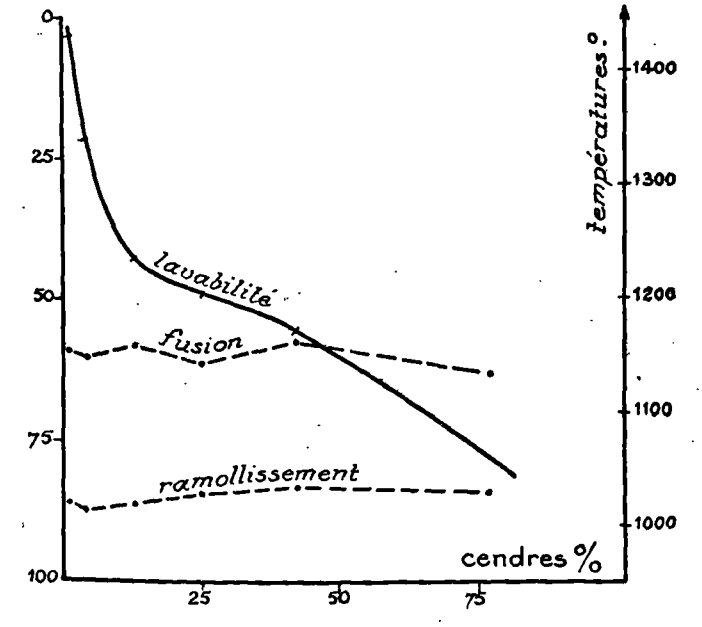


FIG. 19. — *Classement du charbon B1. — Fusibilité des cendres de chaque fraction.*

mais de teneur en cendres voisine, puisse conduire à des conclusions générales. La même constatation a déjà été faite au sujet de charbons d'autres bassins (35).

3°) Comparaison de charbons pris à différents étages.

Les quatre charbons B1, B2, B3 et B4 ont été extraits au même puits, mais dans des veines différentes. La veine supérieure B4 se place en haut de l'assise de Bruay, immédiatement en dessous d'un niveau d'eau douce. Les veines B3 et B2 se placent à des niveaux inférieurs, et la veine B1 à 150 ou 200 m. au dessus du niveau de Rimbert ; les quatre charbons proviennent donc de l'assise de Bruay.

On voit par les graphiques des figures 16 à 19 que les cendres des charbons B3 et B4, venant des veines supérieures, sont dans l'ensemble moins fusibles que celles des charbons B1 et B2, venant des veines plus profondes. Toutefois la différence n'est vraiment nette que pour les premières fractions.

Nous avons rassemblé, dans trois tableaux récapitulatifs à la fin de ce chapitre, page 40, les différents résultats obtenus au cours de notre travail avec les charbons et les mélanges que nous avons étudiés.

IV. — CAS DES MÉLANGES DE CHARBONS.

Nous avons déjà vu que si l'on mélange différentes fractions provenant d'un même charbon, on ne peut pas calculer le point de fusion des cendres par la loi des mélanges [1]. Comme dans la pratique, on effectue couramment des mélanges de charbons pour obtenir des produits propres à la cokéfaction, ou répondant à des conditions de teneur en matières volatiles ou de pouvoir calorifique déterminées, il nous a paru intéressant de rechercher l'effet de ces mélanges sur la fusibilité des cendres.

Nous avons tout d'abord étudié les mélanges envoyés par une Compagnie minière et répondant aux besoins commerciaux habituels. Les résultats ont été résumés dans le tableau V.

---

1. — La loi des mélanges prendrait ici la forme suivante : en mélangeant *a* grammes de cendres fondant à t° et *b* grammes de cendres fondant à t'°, le point de fusion des cendres du mélange serait : $\frac{a\,t + b\,t'}{a+b}$

	Charbons ou mélanges	Cendres %	Point de ramollissement	Point de fusion
1	grains lavés maigres 13/30	5,50	1065°	1130°
2	fines brutes grasses 0/20	15,1	1000	1065
3	fines lavées 0/10 grasses	5,78	1015	1060
4	grains lavés maigres 6/13	6,26	1025	1170
5	grains lavés gras 4/12	7,36	1015	1045
6	grains lavés maigres 5/10	6,33	1010	1150
7	fines grasses 0/25 épurées à sec ..	8,50	1025	1070
8	grains lavés 10/30 gras	6,24	995	1025
9	grains lavés maigres 10/25	6,03	1065	1120
10	fines lavées maigres 0/10.....	6,97	1015	1105
11	fines brutes grasses 0/10	17,34	1035	1055
12	fines grasses 3/8 épurées à sec ...	6,34	1030	1080
13	mélange 60 % n° 1 + 40 % n° 2		1045	1080
14	mélange 60 % n° 4 + 40 % n° 3		1055	1100
15	mélange 50 % n° 5 + 50 % n° 4		1035	1100
16	mélange 60 % n° 6 + 40 % n° 3		1025	1120
17	mélange 50 % n° 5 + 50 % n° 6		1020	1085
18	mélange 45 % n° 7 + 10 % n° 5 + 27 % n° 8 + 18 % n° 9		1020	1090
19	mélange 50 % n° 9 + 50 % n° 11		1030	1080
20	mélange 67 % n° 4 + 33 % n° 12		1095	1135

Tableau V

On voit que le point de ramollissement des cendres d'un mélange est généralement un peu au-dessus des points de ramollissement des cendres des constituants. Le point de fusion est compris entre les points de fusion des cendres des charbons qui ont servi à la préparation du mélange.

Nous avons ensuite procédé à des mélanges divers qui nous ont permis de constater que certains charbons suivent à peu près la loi des mélanges et que d'autres s'en écartent beaucoup. Le tableau VI montre que l'écart se fait soit dans un sens, soit dans l'autre, et qu'il peut atteindre des valeurs considérables (en particulier dans le cas des mélanges 25 % I 6 + 75 % B4, — 50 % D2.1 + 50 % R1.1, — et 50 % R1.1 + 50 % L 5.2).

Désignation des charbons ou des mélanges	Teneur en cendres	Point de ramollissement	Point de fusion
I6 : Grains maigres 10/25 lavés	6,07 %	1090°	1145°
Mélange 75 % I6 + 25 % B4.....	6,37	1025	1150
d° 50 % I6 + 50 % B4.....	6,68	1130	1160
d° 25 % I6 + 75 % B4.....	6,98	1060	1150
B4 : Charbon à coke	7,29	1000	1075
I6 : Grains maigres 10/25 lavés	6,07 %	1090°	1145°
Mélange 50 % I6 + 50 % M5	5,79	1075	1150
M5 : Grains lavés maigres 6/13	5,52	1015	1195
Mélange 33,3 % I6 ..... + 33,3 % B4..... + 33,3 % M5	6,29 %	1065°	1140°
R7 : Fines lavées maigres 0/23	8,20 %	1045°	1195°
Mélange 50 % R7 + 50 % B5	8,44	1050	1170
B5 : Tout venant gras	8,68	1055	1120
D2.1 : Gailletins gras 50/80.....	0,65 %	1035°	1140°
Mélange 50 % D2.1 + 50 % R1.1 ...	1,5	1005	1070
R1.1 : Fines grasses 0/10 brutes	2,49	1090	1330
R6.2 : Fines maigres brutes 0/55	2,24 %	1035°	1265°
Mélange 50 % R6.2 + 50 % L5.2 ...	2,44	1030	1160
L5.2 : Poussier maigre brut	2,64	1040	1250
R1.1 : Fines grasses 0/10 brutes	2,49 %	1090°	1330°
Mélange 50 % R1. 1 + 50 % L5.2 ..	2,56	1040	1125
L5.2 : Poussier maigre brut	2,64	1040	1250

Tableau VI

Sur la figure 20 nous avons reporté, sous forme d'un diagramme binaire simplifié, les températures de fusion et de ramollissement d'une série de mélanges de deux charbons H4 et R7. Quand la proportion de R7 est supérieure à 25 % le point de fusion des cendres du mélange est compris entre

1200° et 1220° (supérieur à celui des constituants). Quand cette proportion

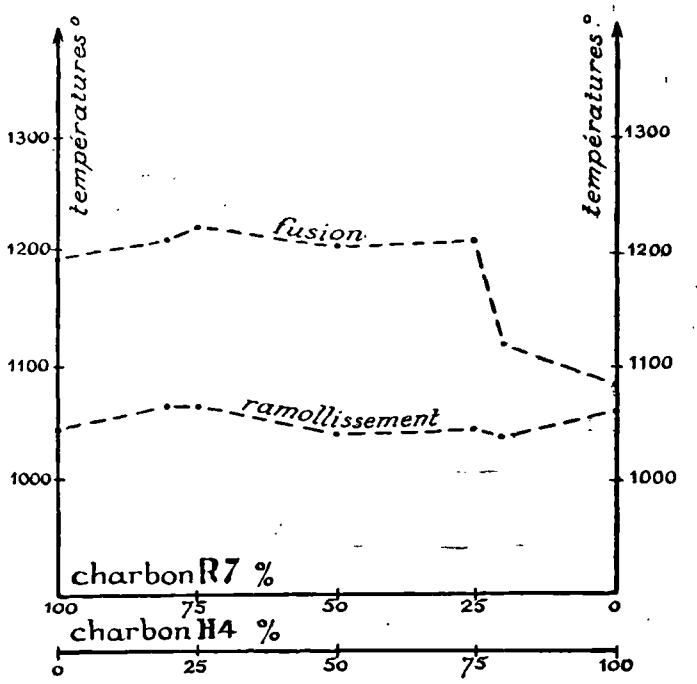


FIG. 20. — *Fusibilité des cendres des mélanges des deux charbons* H4 *et* R7.

s'abaisse à 20 %, le point de fusion décroît brusquement de 90°, pour se placer entre les points de fusion des constituants; nous n'avons pas pu trouver la raison de cette particularité.

L'analyse chimique des cendres des charbons R7 et H4 a fourni la composition suivante :

Charbon H 4 : fines lavées 0/10 grasses, teneur en cendres = 7, 57 %
Charbon R 7 : fines lavées 0/23 maigres, teneur en cendres = 8, 20 %

Composition des Cendres

	SiO^2	Al^2O^3	Fe^2O^3	MnO	CaO	MgO	SO^3
H 4	45,4	32.0	7,49	traces	3,42	1,19	2,25
R 7	48,6	40,1	5,15	0	2,32	0,53	1,15

Tableau VII

Les teneurs en fer, chaux et sulfates sont faibles, et les quantités de

silice et d'alumine sont voisines. On a cependant une différence d'environ 100° entre les points de fusion des deux cendres.

Nous avons cherché si la couleur des cendres ne permettrait pas de prévoir le résultat du mélange des charbons, du point de vue température de fusion des cendres. Le résultat a été négatif, ce qui n'est pas surprenant.

Notons enfin qu'il se produit, au cours du ramollissement, des réactions dont la vitesse peut devenir grande dès que certains constituants ont pris l'état liquide; si les produits formés sont facilement fusibles, c'est aussitôt la fusion franche.

En résumé, aucune loi certaine ne permet de prévoir le point de fusion des cendres d'un mélange, d'après les caractères des charbons qui le constituent. Parfois la température de fusion est notablement inférieure à celle que donnerait la loi des mélanges. Mais elle peut aussi lui être supérieure, et même dépasser celle de la cendre la moins fusible. L'essai doit être fait dans chaque cas particulier, ceci d'autant plus que de faibles variations dans les proportions des constituants du mélange ont parfois une grande influence sur la fusibilité des cendres.

BIBLIOGRAPHIE
du Chapitre III

34. P. Boulant et H. Lefebvre — *Bull. Soc. Chim. France*, 1936, 3, 543.
« Sur les matières minérales des charbons du Nord et du Pas-de-Calais — I Fusibilité des Cendres. »

35. L. Bro — 3me *Congrès de Chauffage Industriel* Loc. cit. (14).

Tableaux récapitulatifs

1° *Echantillons fractionnés*

CHARBON				CENDRES		
Désignation et nature	N° de la fraction	Quantité % représentée par la fraction	Teneur en cendres %	Point de ramollissement	Point de fusion	Type de la Fusion
B1 Charbon à coke	1	6,2	1,38	1020°	1155°	simple, lente
	2	30,0	3,41	1015	1150	simple, lente
	3	10,2	12,95	1020	1160	simple, lente
	4	5,4	25,25	1030	1145	simple, ass. rap.
	5	5,4	41,8	1035	1170	simple, lente
	6	42,8	76,8	1030	1135	simple, ass. rap.
B2 Charbon à coke	1	42,7	1,11	1060°	1110°	simple, ass. rap.
	2	32,4	1,45	1060	1135	simple, ass. rap.
	3	7,2	7,92	1050	1080	simple, très rap.
	4	2,5	27,0	1030	1100	simple, rapide
	5	5,8	46,5	1065	1210	simple, ass. rap.
	6	9,5	69,0	1040	1115	simple, rapide
B3 Charbon à coke	1	23,8	2,29	1100°	1235°	simple, ass. rap.
	2	34,7	2,54	1100	1235	simple, ass. rap.
	3	20,7	8,93	1025	1210	complexe, lente
	4	12,3	21,58	1070	1200	simple, lente
	5	3,2	43,09	1090	1200	simple, lente
	6	5,3	64,78	1050	1100	simple, rapide
B4 Charbon à coke	Echant. brut	—	7,29	1000°	1075°	simple, rapide
	1	43,8	1,46	1050	1245	simple, très lente
	2	37,0	1,74	1070	1180	simple, lente
	3	7,5	5,80	1050	1170	complexe, lente
	4	3,9	19,7	1075	1160	simple, ass. rap.
	5	3,0	44,0	1050	1130	simple, rapide
	6	4,7	73,9	1030	1115	simple, rapide
B5 Tout-venant gras	Echant. brut	—	8,68	1055°	1120°	simple, ass. rap.
	1	53,5	2,2	1050	1120	simple, rapide
	2	29,1	5,1	1070	1185	simple, ass. rap.
	3	8,0	15,9	1050	1125	simple, rapide
	4	2,9	32,5	1045	1175	simple, lente
	5	2,9	44,9	1030	1175	simple, lente
	6	3,6	69,5	1020	1135	simple, ass. rap.
B6 fines brutes 1/10, grasses dépoussiérées	1	50,3	1,69	1035°	1105°	simple, rapide
	2	16,0	4,34	1030	1120	simple, rapide
	3	3,6	13,97	1040	1100	simple, rapide
B7 fines épurées 1/10, grasses dépoussiérées	1	62,2	1,69	1050°	1270°	simple, lente
	2	28,2	4,37	1035	1130	simple, rapide
	3	3,87	13,73	1030	1180	simple, ass. rap.

CHARBON				CENDRES		
Désignation et nature	N° de la fraction	Quantité % représentée par la fraction	Teneur en cendres %	Point de ramollissement	Point de fusion	Type de la Fusion
B8 fines brutes 1/10 demi-grasses dépoussiérées	1	5,9	1,45	1030°	1160°	comp., ass. rap.
	2	45,1	3,72	1035	1140	comp., ass. rap.
	3	11,3	13,47	1060	1230	comp., lente
B9 fines lavées 1/10 demi-grasses dépoussiérées	2	77,3	2,92	1040°	1190°	comp., ass. rap.
	3	11,7	13,21	1030	1235	complexe, lente
D2 gailletins maigres 50/80	1	5,2	0,65	1035°	1140°	simple, lente
	2	77,3	1,66	1080	1175	simple, lente
	3	7,7	7,84	1020	1170	complexe, lente
	4	2,6	17,7	1070	1150	simple, ass. rap.
	5	1,9	29,6	1060	1160	simple, ass. rap.
	6	4,4	43,9	1020	1095	simple, rapide
E9 Tout-venant gras	1	46,9	1,3	1080°	1260°	simple, lente
	2	43,2	2,3	1025	1285	complexe, lente
	3	5,3	6,4	1040	1235	simple, lente
	4	1,3	18,4	995	1240	simple, lente
	5	0,6	31,4	1045	1095	simple, rapide
	6	2,7	64,5	1045	1135	simple, rapide
F2 Tout-venant maigre	2	33,8	1,39	1055°	1250°	complexe, lente
	3	52,4	3,86	1020	1245	simple, très lente
	4	7,4	14,26	1000	1140	simple, lente
	5	2,4	35,64	1040	1145	simple, ass. rap.
	6	4,0	60,29	995	1060	simple, rapide
G1 Tout-venant gras (M. V. du charb. brut = 30 à 35 %)	1	80,5	1,51	1025°	1175°	simple, lente
	2	13,9	3,05	1035	1190	simple, lente
	3	2,4	7,17	1000	1075	simple, très rap.
	4	1,6	14,2	1025	1080	simple, très rap.
	5	0,7	24,8	1025	1080	simple, rapide
	6	0,9	49,8	1020	1160	simple, ass. rap.
G5 Tout-venant maigre	3	52,3	1,60	1080°	1140°	simple, rapide
	4	24,2	5,52	1040	1080	simple, très rap.
	5	7,4	23,87	1040	1230	simple, lente
	6	16,1	77,02	1050	1090	simple, rapide
H2 fines brutes 0/20 flambantes	1	31,6	2,05	1045°	1170°	simple, rapide
	2	42,4	4,63	1050	1165	simple, ass. rap.
	3	5,5	17,1	1050	1180	comp., ass. rap.
	4	5,8	29,8	1025	1110	simple, rapide
	5	4,8	46,0	1030	1115	simple, rapide
	6	9,9	73,6	1025	1115	simple, rapide
L4 poussier gras brut	1	25,2	1,57	1050°	1160°	comp., ass. rap.
	2	25,8	6,79	1025	1145	comp., ass. rap.
	3	7,8	13,66	1065	1140	simple, rapide
	4	8,2	28,96	1030	1120	simple, rapide
	5	8,1	48,53	1035	1135	simple, rapide
	6	24,9	78,49	1040	1110	simple, rapide

CHARBON				CENDRES		
Désignation et nature	N° de la fraction	Quantité % représentée par la fraction	Teneur en cendres %	Point de ramollissement	Point de fusion	Type de la Fusion
L5 poussier maigre brut	2	51,7	2,64	1040°	1250°	simple, lente
	3	19,5	8,69	1060	1280	simple, lente
	4	10,3	17,73	1065	1285	simple, lente
	5	6,9	37,32	1050	1200	simple, lente
	6	11,7	73,90	1045	1150	simple, ass. rap.
L7 Fines brutes grasses	1	22,9	2,90	1065°	1275°	simple, lente
	2	27,1	7,13	1035	1220	complexe, lente
	3	8,5	19,2	1040	1240	simple, lente
	4	11,7	30,9	1070	1210	simple, ass. rap.
	5	11,8	49,0	1060	1195	simple, ass. rap.
	6	18,0	77,0	1050	1155	simple, ass. rap.
N7 grains gras bruts 33/55	Echant. brut	—	40,90	1005°	1040°	simple, très rap.
	1	36,2	1,87	1030	1100	simple, rapide
	2	12,7	4,84	1025	1075	simple, très rap.
	3	2,9	13,1	1060	1130	simple, rapide
	4	3,1	30,5	1045	1120	simple, rapide
	5	3,1	41,2	1035	1090	simple, très rap.
	6	41,9	88,1	1030	1120	simple, rapide
R1 fines 0/10 brutes grasses	1	39,5	2,49	1090°	1330°	simple, lente
	2	14,4	3,81	1055	1185	simple, ass. rap.
	3	10,9	9,38	1050	1165	simple, ass. rap.
	4	9,1	22,4	1050	1160	simple, rapide
	5	5,5	48,3	1040	1155	simple, rapide
	6	20,6	83,4	1045	1165	simple, ass. rap.
R2 fines 0/10 épurées à sec grasses	1	72,7	2,38	1075°	1230°	complexe, lente
	2	1,8	3,75	1055	1180	simple, ass. rap.
	3	13,3	6,39	1030	1175	simple, ass. rap.
	4	6,7	15,40	1025	1140	simple, rapide
	5	3,3	38,04	1045	1125	simple, rapide
	6	2,2	71,93	1025	1170	simple, ass. rap.
R3 fines 0/10 lavées grasses	1	72,0	2,44	1050°	1210°	simple, lente
	2	5,1	3,79	1020	1165	simple, ass. rap.
	3	11,8	8,32	1050	1185	simple, ass. rap.
	4	8,7	18,82	1075	1170	simple, rapide
	5	1,8	39,35	1050	1160	simple, rapide
	6	0,7	60,94	1050	1185	simple, ass. rap.
R4 fines brutes maigres 0/50	Echant. brut	—	18,44	1040°	1130°	simple, ass. rap.
	2	64,8	1,85	1095	1245	simple, lente
	3	6,6	8,57	1075	1140	simple, ass. rap.
	4	5,9	21,7	1020	1185	simple, lente
	5	7,1	43,3	1030	1190	simple, lente
	6	15,6	79,1	1005	1075	simple, rapide

CHARBON				CENDRES		
Désignation et nature	N° de la fraction	Quantité % représentée par la fraction	Teneur en cendres %	Point de ramollissement	Point de fusion	Type de la Fusion
R 5 fines lavées maigres 0/50	1	18, 1	0, 48	1040°	1145°	comp., ass.rapide
	2	66, 3	1, 60	1035	1120	simple, rapide
	3	10, 4	7, 27	1025	1110	simple, rapide
	4	2, 6	16, 66	1005	1100	simple, rapide
	5	1, 3	26, 55	1015	1045	simple, très rap.
	6	1, 2	50, 1	995	1075	simple, rapide
R 6 fines brutes 0/55 maigres	2	49, 3	2, 24	1035°	1265°	complexe, lente
	3	14, 7	8, 54	1080	1350	simple, lente
	4	11, 1	23, 64	1040	1235	complexe, lente
	5	6, 7	45, 02	1040	1225	complexe, lente
	6	18, 9	76, 85	1040	1105	simple, rapide
R 7 fines lavées 0/23 maigres	Echant. brut	—	8, 20	1045°	1195°	complexe, lente
	2	71, 5	2, 15	1040	1225	complexe, lente
	3	14, 8	10, 66	1060	1275	complexe, lente
	4	8, 1	23, 67	1035	1170	complexe, lente
	5	2, 7	44, 58	1090	1180	simple, ass. rap.
	6	2, 9	67, 69	1015	1130	simple, ass. rap.
S1 Criblé maigre	2	66, 5	1, 33	1025°	1450°	comp., très lente
	3	24, 9	4, 32	1035	1475	comp., très lente
	4	6, 1	9, 80	1045	1260	simple, lente
	5	1, 7	18, 9	1040	1255	simple, lente
	6	0, 7	40, 7	1005	1175	simple, rapide
S 2 Criblé gras	1	66, 5	1, 40	1075°	1240°	simple, ass. rap.
	2	22, 4	2, 79	1075	1230	simple, ass. rap.
	3	7, 5	5, 41	1010	1195	simple, ass. rap.
	4	2, 1	12, 32	1030	1200	simple, ass. rap.
	5	0, 7	25, 8	1070	1215	simple, ass. rap.
	6	0, 7	47, 0	1040	1140	simple, rapide

2° Échantillons bruts

CHARBON		CENDRES		
Désignation et Nature	Teneur en cendres %	Point de ramolissement	Point de fusion	Type de la Fusion
Pulvérulent gras	19,07	1020°	1160°	simple, ass. rap.
Pulvérulent demi-gras	18,07	1050	1350	simple, très lente
H 4 fines lavées 0/10 grasses	7,57	1060°	1085°	simple, rapide
I 6 grains 10/25 lavés maigres ..	6,07	1090°	1145°	simple, rapide
M 4 grains lavés 4/12 gras	7,71	1075°	1155°	simple, rapide
M 5 grains lav. maig. 6/13	5,52	1015	1195	complexe, lente
M 6 grains lav. maig. 13 30	5,50	1065	1130	simple, rapide
M 7 fines brut. grasses 0/20	15,1	1000	1065	simple, très rap.
M 9 tout-ven. épiérré gras	7,9	1005	1055	simple, très rap.
N 1 fines grasses 0,8/25 épurées à sec.....	6,60	1035	1080	simple, très rap.
N 2 pulvérulent brut gras 0/0,8 .	15,1	1035	1105	simple, rapide
N 3 Fines grasses 0,8/25 épurées à sec.....	10,9	1025	1105	simple, rapide
N 4 Pulvérulent brut gras 0/0,8	15,9	1035	1095	simple, rapide
N 5 Fines grasses 0/15 brutes	9,85	1035	1080	simple, très rap.
N 6 Grains gras bruts 15/35 ...	23,3	1005	1070	simple, rapide
N 8 Fines lavées 0/10 grasses ..	5,78	1015	1060	simple, très rap.
N 9 Grains lavés maigres 6/13 .	6,26	1025	1170	simple, lente
O 1 Grains lavés gras 4/12	7,36	1015	1045	simple, très rap.
O 2 Fines lavées maigres 0/10 ..	6,97	1015	1105	simple, ass. rap.
O 3 Grains lavés maigres 5/10 ..	6,33	1010	1150	simple, lente
O 4 Fines grasses 0/25 épurées à sec.....	8,50	1025	1070	simple, rapide
O 5 Grains lavés 10/30 gras	6,24	995	1025	simple, très rap.
O 6 Grains lavés maigres 10/25 .	6,03	1065	1120	simple, rapide
O 7 Fines brutes grasses 0/20 ..	17,34	1035	1055	simple, très rap.
O 8 Fines grasses 3/8 épurées à sec.....	6,34	1030	1080	simple, rapide

3°) *Mélanges de Charbons*

MÉLANGE		CENDRES		
Composition	Teneur en cendres %	Point de ramollissement	Point de fusion	Type de la Fusion
M 8 = 60 % M 6 + 40 % M 7	8,41	1045°	1080°	simp., tr. rap.
O 9 = 60 % N 9 + 40 % N 8	5,29	1055	1100	simple, rap.
P 1 = 50 % O 1 + 50 % N 9	6,87	1035	1100	simple, rap.
P 2 = 60 % O 3 + 40 % N 8	7,20	1025	1120	simp., ass. rap.
P 3 = 50 % O 1 + 50 % O 3	5,05	1020	1085	simple, rap.
P 4 = 45 % O 4 + 10 % O 1 + 27 % O 5 + 18 % O 6	5,50	1020	1090	simple, rap.
P 5 = 50 % O 2 + 50 % O 7	12,76	1030	1080	simp., tr. rap.
P 6 = 67 % N 9 + 33 % O 8	4,49	1095	1135	simp,. tr. rap.
X 1 = 50 % I 6 + 50 % B4	6,68	1130°	1160°	simp., tr. rap.
X 2 = 50 % I 6 + 50 % M5	5,79	1075	1150	simple, rap.
X 3 = 33,3 % I 6 + 33,3 % B4 + 33,3 % M 5	6,29	1065	1140	simple, rap.
X 4 = 50 % R 7 + 50 % B 5	8,44	1050	1170	simp., ass. rap.
X 5 = 50 % R 7 + 50 % H4	7,57	1040	1205	simple, lente
X 6 = 22,5 % R4.4 + 77,5 % R4.2	6,30	1060	1095	simp., tr. rap.
X 7 = 75 % I 6 + 25 % B4	6,37	1025	1150	simp., ass. rap.
X 8 = 25 % I 6 + 75 % B4	6,98	1060	1140	simple, rap.
X 9 = 75 % R 7 + 25 % H4	7,89	1065	1220	simple, lente
X10 = 25 % R 7 + 75 % H4	7,26	1045	1210	simple, lente
X11 = 85 % R 7 + 15 % H4	8,11	1040	1145	simp., ass. rap.
X12 = 50 % D2.1 + 50 % R1.1	1,5	1005	1070	simple, rap.
X13 = 50 % R6.2 + 50 % L5.2	2,5	1030	1160	comp., ass. rap.
X14 = 50 % R1.1 + 50 % L5.2	2,25	1040	1125	simp., rap.
X15 = 50 % L7.2 + 50 % R1.2	7,7	1040	1125	comp., rap.
X16 = 91 % R2.2 + 9 % R2.6	10,0	1055	1125	simple, rap.
X17 = 84,5 % G1.2 + 15,5 % G1.6	10,0	1000	1030	simp., tr. rap.
X18 = 69,5 % S2.2 + 30,5 % S2.5	10,0	1050	1120	simp., ass.rap.
X19 = 20 % R 7 + 80 % H4	7,69	1040	1120	simple, rap.
X20 = 80 % R 7 + 20 % H4	8,08	1065	1210	complexe,lente
X21 = 80 % B 7.1 + 20 % pulvérulent gras	5,0	1040	1110	simple, rap.
X22 = 86 % B 9.2 + 14 % pulvérul. demi-gras	5,0	1000	1120	complexe, rap.

CHAPITRE IV

ANALYSE ÉLÉMENTAIRE et ANALYSE IMMÉDIATE des CENDRES INFLUENCE des ADDITIONS sur la FUSIBILITÉ

Comme nous l'avons déjà signalé en comparant les charbons gras et les charbons maigres, la couleur des cendres peut varier du blanc ou gris très pâle au marron rouge ou au brun violacé très foncé. Ces différences de nuances doivent nécessairement correspondre à des différences de composition. C'est ce que l'analyse élémentaire et l'analyse immédiate nous ont montré.

Nous avons pu ensuite, en modifiant la composition des cendres, vérifier par des additions aux cendres le rôle de différents constituants dans la fusion.

I — COMPOSITION ÉLÉMENTAIRE DES CENDRES

1°) Analyse chimique.

L'analyse chimique des cendres a montré que les constituants principaux sont la silice, les oxydes de fer, l'alumine et la chaux. Viennent ensuite les alcalins, le soufre, le magnésium, le manganèse, le titane, et d'autres éléments dont la présence nous a été révélée par l'analyse spectrale.

Nous avons analysé les cendres des différentes fractions obtenues par classement de deux charbons à coke B1 et B2. Les résultats se trouvent rassemblés dans le tableau VIII.

DÉSIGNATION DU CHARBON	Teneur en cendres %	COMPOSITION DES CENDRES						
		SiO^2 %	Al^2O^3 %	Fe^2O^3 %	MnO %	CaO %	MgO %	SO^3 %
B 1 fraction n° 1	1,38	27,1	45,8	10,0	0	9,32	trac.	6,5
d° 2	3,41	39,0	38,9	10,05	2,32	5,61	1,1	3,01
d° 3	12,95	45,9	36,2	6,77	0	5,72	0,59	1,01
d° 4	25,25	48,2	32,9	9,1	0,54	3,3	1,7	—
d° 5	41,8	49,6	36,9	7,67	0,22	2,24	0,22	—
d° 6	76,8	49,7	26,65	14,31	0,93	1,72	1,13	—
B 2 fraction n° 1	1,11	15,3	15,85	21,6	0	21,0	3,78	14,7
d° 2	1,45	22,8	16,2	21,2	trac.	27,2	1,07	10,7
d° 3	7,92	38,3	23,9	16,1	0	9,13	2,45	6,14
d° 4	27,0	42,5	23,5	10,3	0	7,66	5,9	1,92
d° 5	46,5	50,01	32,4	6,07	0	1,94	1,39	1,13
d° 6	69,0	49,6	23,3	17,7	0	3,12	1,19	0,45

Tableau VIII

Nous voyons que la composition des cendres change avec le numéro de la fraction dont elles proviennent.

La silice, peu abondante dans les fractions pauvres en cendres, devient le constituant principal des cendres des fractions lourdes. La chaux et le soufre suivent une loi inverse. La magnésie, l'alumine et le manganèse, ce dernier toujours peu abondant, paraissent être distribués de façon différente d'un charbon à l'autre, sans qu'il soit possible de prévoir dans quel sens varie la quantité de ces corps d'une fraction à une autre.

Enfin, nous observons pour le fer le résultat suivant assez inattendu : les cendres des fractions moyennes (fractions 3 et 4 par exemple) sont toujours moins riches en fer que celles des fractions extrêmes (fractions 1 et 2 d'une part, fractions 5 et 6 d'autre part). Le fer se concentre donc dans les fractions légères et dans les fractions de grande densité. Ceci s'observe d'ailleurs facilement sans analyse chimique, rien qu'à la couleur des cendres : celles des fractions moyennes sont toujours moins colorées que celles des fractions très légères ou trèslourdes.

De même la coloration des cendres met en évidence que les cendres des charbons maigres contiennent moins de fer que celles des charbons gras. Dans ces dernières, la teneur en Fe^2O^3 peut atteindre 25 %. L'analyse immédiate, comme nous le verrons plus loin, nous fournira une confirmation et une explication de ce fait.

2° Analyse spectrale.

L'analyse spectrale nous a permis de reconnaître la présence de constituants peu abondants (36). Nous avons pu déceler ainsi, dans toutes les cendres, à côté des éléments dosés par l'analyse chimique, des quantités notables de cuivre, nickel, gallium. En outre, le cobalt, le vanadium, le plomb, le molybdène et le germanium se rencontrent fréquemment, surtout dans les cendres provenant des fractions légères (cendres constitutives).

L'absence de certains métaux, tels que le zinc et l'étain, eux-mêmes assez volatils, et dont les oxydes sont facilement réduits, nous a fait rechercher si ces éléments ne se volatilisaient pas au cours même de l'incinération.

Du charbon finement broyé a donc été traité à 90° pendant plusieurs jours par de l'acide nitrique fumant. Après destruction complète de toute la matière organique, le résidu, évaporé à sec et desséché, a été calciné vers 450 — 500° en atmosphère d'oxygène. Le produit obtenu a été soumis à l'analyse spectrale.

De tels essais effectués sur quatre cendres de charbons bien différents ont montré dans un cas des traces de zinc. Mais à cette exception près, les résultats ont été absolument identiques à ceux obtenus avec les cendres préparées par incinération du charbon et exposés ci-dessus.

Nous les avons résumés dans le Tableau IX. Les 26 échantillons exa-

Si, Fe, Ca, Cu Na, Mn, Ti	présents dans toutes les fractions en quantité plus ou moins importante
Al, Mg, Ga, Ni	présents dans toutes les fractions, mais plus abondants dans les fractions légères.
Co	présent dans 9 fractions légères et dans 3 fractions lourdes
V	présent dans 8 fractions légères et dans 6 fractions lourdes
Pb	présent dans 7 fractions légères et dans 5 fractions lourdes
Mo	présent dans 7 fractions légères et dans 1 fraction lourde
Ge	présent dans 5 fractions légères et dans 1 fraction lourde
Sn	présent dans 1 fraction légère
Sb, Zn, W, Au, Cd, Zr	dans aucune cendre étudiée

Tableau IX

minés comprenaient des cendres des fractions légères et des fractions lourdes de 3 charbons maigres, de 2 charbons à coke et de 6 charbons gras (tout-venant, criblé ou fines).

La présence de certains éléments peu abondants, tels que Ti, Ga, Mo, Ge, Sn peut n'avoir aucune importance pour la fusibilité des cendres. Il n'en est pas forcément de même au point de vue chimique ou physico-chimique : dans des réactions telles que l'hydrogénation sous pression du charbon, certains corps agissent comme catalyseurs et leur influence, même lorsqu'ils sont à l'état de traces, peut être appréciable.

II — ANALYSE IMMÉDIATE DES CENDRES

1°) Généralités.

a) *Cendres avant fusion.* Nous avons déjà signalé que les cendres après incinération du charbon se présentent sous forme d'un amas de grains de couleur et de composition différentes, ce qui montre l'hétérogénéité de la distribution des matières minérales dans le charbon.

Les cendres des fractions de faible densité sont très finement divisées. Les matières minérales dont elles proviennent étaient disséminées dans la houille en un réseau très ténu ; on peut s'en rendre compte par incinération de petits morceaux de charbon : les cendres forment alors un édifice extrêmement friable qui a conservé les formes extérieures du grain de charbon, mais qui est devenu si poreux que la densité apparente de ces cendres, même après léger broyage, est souvent inférieure à 1. Ces caractères s'expliquent par l'origine des cendres des fractions légères. Elles proviennent en effet des matières minérales apportées par la sève et en partie absorbées par les parois des cellules des végétaux qui ont formé la houille. Pour cette raison on les appelle couramment « cendres constitutives ». Néanmoins elles sont loin d'être homogènes : certaines parties sont colorées en rouge ou brun violacé, et riches en fer et manganèse; d'autres, plus blanches, montrent à la loupe une structure feuilletée. Dans le cas de certains charbons, il est facile d'isoler, avec une pince, ces dernières parties; à l'analyse nous avons trouvé qu'elles sont constituées par du kaolin; le rôle de ce corps dans la fusion des cendres est assez important pour que nous y revenions dans un paragraphe ultérieur.

Les cendres des fractions lourdes présentent, d'un charbon à l'autre, moins de diversité. Elles proviennent de l'argile, de différents minéraux et en particulier de débris de schistes qui se trouvaient inclus dans la veine de charbon d'une manière tout à fait grossière. Plus ou moins colorées, suivant leur teneur en fer ou en manganèse, elles sont denses et dures. Les

fractions 6 contiennent même des roches stériles abattues en même temps que le charbon.

b) *Cendres après fusion.* Pour étudier le mécanisme du ramollissement et de la fusion des cendres, nous avons examiné des pastilles de cendres dont on avait cessé brusquement le chauffage au cours de l'affaissement. L'échantillon était alors coupé suivant divers plans, et la surface polie à la meule était regardée à la loupe. Les cendres forment alors une masse plus ou moins frittée. La teinte de l'ensemble vire au gris, cette teinte dominant d'autant plus que le chauffage au-delà du point de ramollissement a été plus long et plus intense. Certains constituants ont commencé à fondre sans couler, mais d'autres sont absolument intacts si la température n'a pas été trop élevée. Avec une pointe d'acier, il est facile de détacher les parties pulvérulentes qui sont en général rouges et renferment beaucoup de fer, mais on observe aussi de petits morceaux blancs, en lamelles, aux contours demeurés vifs.

Même si le chauffage a été poussé jusqu'à la température de fusion, la structure des pastilles de cendres peut rester hétérogène bien que les divers constituants, amenés à l'état liquide, aient partiellement diffusé et soient vitrifiés. Dans le cas de cendres fondant à basse température, il arrive souvent que l'examen à la loupe révèle des parties blanches, peu abondantes, qui n'ont pas fondu, mais qui sont enrobées dans une masse vitrifiée et boursouflée.

2°) Cendres particulières à certains constituants pétrographiques.

Différentes recherches ont été exécutées sur les cendres de chacun des constituants pétrographiques du charbon. Signalons en particulier les travaux très complets de E. Stach (37) qui étudia séparément les cendres du vitrain, du clarain, du durain et du fusain. Il en fit l'analyse élémentaire, en détermina le point de fusion, et proposa une hypothèse sur leur origine respective.

Ces recherches ne peuvent se faire que si l'on dispose d'échantillons abondants des divers constituants pétrographiques, dans un assez grand état de pureté. Moins bien favorisé que notre devancier, nous avons dû nous borner à étudier les cendres de morceaux de fusain extrait d'une veine du bassin du Nord. Toutefois nous avons pu constater en outre que le kaolin est particulièrement abondant dans les cendres des charbons riches en vitrain et xylain.

a) *Cendres du fusain.* L'échantillon de fusain dont nous disposions contenait 5,05 % de cendres. De couleur gris rougeâtre, elles avaient la composition élémentaire suivante :

SiO^2	=	22,35 %
Al^2O^3	=	21,10
Fe^2O^3	=	26,45
MnO	=	0
CaO	=	11,51
MgO	=	0,40
SO^3	=	10,35

Pauvres en silice, elles sont riches en fer et en soufre et se rapprochent ainsi des cendres du bois. Le tracé de leur courbe d'affaissement nous a permis de noter :

point de ramollissement = 1050°
point de fusion ..... = 1175°

b) *Le kaolin.* Nous avons déjà signalé la présence fréquente dans certaines cendres d'un produit blanc, feuilleté, souvent assez tendre. Nous avons pu en séparer une assez grande quantité à partir des cendres du charbon N 9 « grains lavés maigres 6/13 » à 6,26 % de cendres. L'analyse chimique de ce constituant a donné la composition suivante

SiO^2	=	49,5 %
Al^2O^3	=	40,4
Fe^2O^3	=	2,38
MnO	=	0
CaO	=	traces
MgO	=	0
SO^3	=	0,49

La courbe de fusion a été reproduite sur la figure 21, (courbe 1)

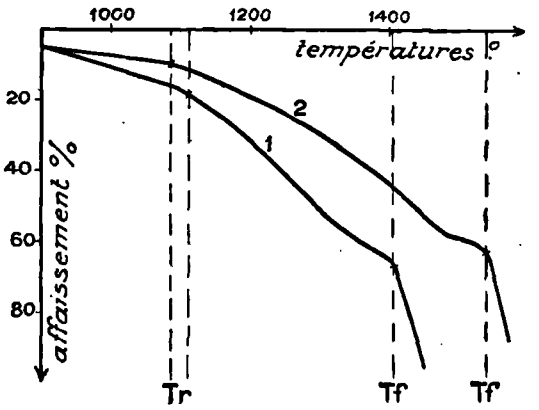


FIG. 21. — *Courbe de Fusibilité.*
Courbe 1 : kaolin retiré des cendres
Courbe 2 : kaolin industriel.

à côté de celle obtenue avec un kaolin industriel lavé (courbe 2) dont la composition est :

$$Si\ O^2 = 56\ \%$$
$$Al^2O^3 = 42\ \%$$

Le produit retiré des cendres est donc bien lui-même du kaolin. Nous en avons retrouvé dans différents charbons, et principalement dans les échantillons B3.3 (charbon à coke) et S1.3 (charbon maigre). Or, si nous examinons au microscope ces charbons, ainsi que l'échantillon N9 nous constatons une grande abondance de vitrain, accompagné de xylain et de xylovitrain (tissu ligneux dont la structure a perdu sa netteté par suite d'un début de gélification). Le kaolin est donc un constituant essentiel des cendres du vitrain et du xylain ; par suite il se rencontre en abondance dans les cendres des charbons maigres ou des houilles à coke.

3°) Les composés du fer.

L'analyse thermomagnétique nous a fait connaître sous quelle forme le fer se trouve dans les cendres.

a) *Cendres préparées au laboratoire* (39). Différentes cendres contenant une quantité de fer qui, calculée en $Fe^2\ O^3$, représente de 15 à 30 % de leur poids, ont donné à l'analyse thermomagnétique des courbes analogues à celles de la figure 22.

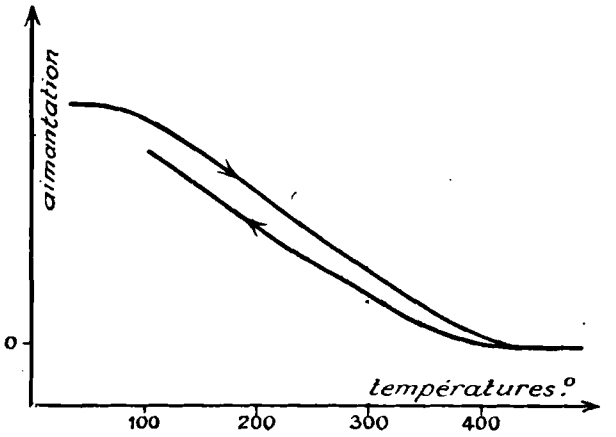


FIG. 22. — *Analyse thermomagnétique dans le vide d'une cendre contenant* 18,5 % *de fer calculé à l'état de* Fe^2O^3.

Nous voyons que la courbe n'est pas réversible, et qu'elle ne comporte pas à proprement parler de point de Curie : le corps ferromagnétique n'est donc pas stable au chauffage.

Parmi les composés ferromagnétiques instables, le plus connu est le ferrite de calcium ; nous avons pensé que ce corps pouvait être présent dans les cendres. Voici comment nous l'avons prouvé :

Une cendre contenant 21,6 % de fer (calculé à l'état de Fe^2O^3) et 20 % de Ca O, a été recuite à différentes températures pendant plusieurs heures et soumise à l'analyse thermomagnétique; elle a donné les trois courbes de la figure 23. Nous constatons que, toutes conditions égales

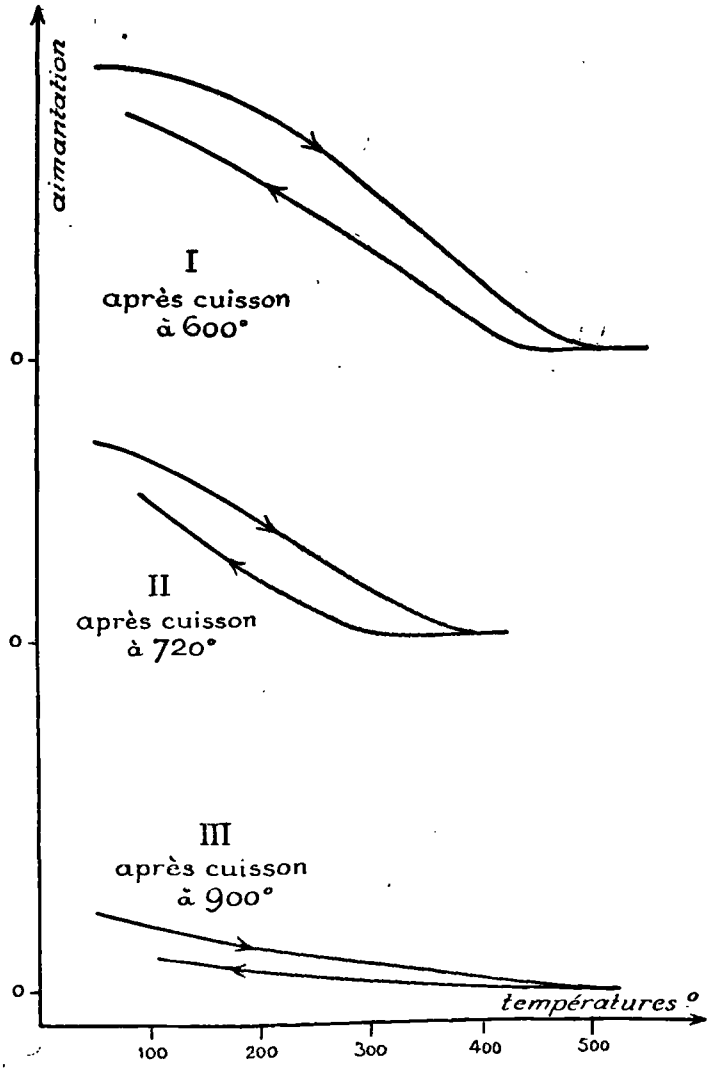


FIG. 23. — *Courbes d'analyse thermomagnétique de la cendre B2.1 contenant 21,6 % de fer calculé à l'état de Fe^2O^3, préparée à différentes températures.*

d'ailleurs, l'aimantation augmente avec la température et la durée du recuit jusque vers 600°. Au-delà de cette température, le composé ferromagnétique se transforme peu à peu; après recuit à 900°, l'aimantation est

négligeable. Les travaux de MM. Chaudron et Forestier (38) ont montré que ces propriétés caractérisent le ferrite de calcium.

A titre de vérification, nous avons préparé un mélange de composition très voisine des cendres étudiées, renfermant 60 % de silicate d'alumine, 20 % de Fe^2O^3 et 20 % de CaO. Le silicate d'alumine, très finement broyé, est mis en suspension dans une solution bouillante de chlorure ferrique et de chlorure de calcium dans les proportions voulues. On ajoute de la soude en quantité strictement nécessaire pour précipiter l'oxyde de fer et la chaux. On lave le précipité à l'eau chaude. On le recueille sur un entonnoir de Büchner et on le sèche à l'étuve. Une partie de l'oxyde de fer et de la chaux se trouve dès cet instant à l'état de ferrite de calcium. Après des recuits successifs pour favoriser la formation de ce dernier composé, le produit ainsi préparé nous a donné des courbes d'analyse thermomagnétique identiques à celles obtenues avec les cendres et reproduites sur la figure 23 : absence de point de Curie, disparition du magnétisme par des recuits prolongés au-dessus de 600°.

Ces expériences montrent que les cendres non fondues ne renferment ni Fe^2O^3, ni Fe^3O^4, et que le fer se trouve en partie au moins sous forme de ferrite de calcium.

b) *Cendres industrielles.*

Les cendres des foyers industriels sont souvent en partie fondues ; elles contiennent des imbrûlés dus à une distribution de l'air toujours défectueuse et surtout à l'enrobement de grains de coke par le mâchefer en fusion. Nous avons recherché si dans de telles cendres le fer se trouve également sous forme de ferrite de calcium. Nos essais ont porté sur quatre cendres différentes :

A. — Une cendre provenant d'un foyer à grille mécanique, contenant 30 % d'imbrûlés, et en partie fondue, a donné une courbe d'analyse thermomagnétique analogue à celle du ferrite de calcium et ne montrant aucune trace de magnétite.

B. — Deux cendres obtenues dans des foyers de chauffage central, la première à partir d'un charbon gras, la deuxième à partir d'un coke, ont révélé, à côté du ferrite de calcium, de faibles quantités de magnétite. Mais il est impossible de conclure de façon sûre à la présence de ce dernier corps dans les cendres. En effet, bien que la saturation magnétique des échantillons ait été faite à froid avant l'expérience, l'aimantation croissait au cours de l'analyse : cela tenait à ce que les cendres contenaient des imbrûlés qui provoquaient la formation de magnétite pendant le chauffage. Toute la magnétite, d'ailleurs en très petite quantité, dont la présence a été révélée par l'analyse thermomagnétique, a donc peut-être pris naissance au cours même de l'expérience.

C. — Une cendre venant d'un brûleur à charbon pulvérisé et renfer-

mant 9,27 % de fer évalué à l'état de Fe^2O^3, ne contenait aucune trace de magnétite.

Nous pouvons donc conclure que dans les cendres de foyers industriels, le fer se trouve sous forme de ferrite de calcium, et jamais sous forme de magnétite ou de sesquioxyde.

Nous avions déjà constaté que dans la fusion des cendres au laboratoire en atmosphère légèrement réductrice,il ne se formait pas de magnétite. La même observation s'applique aux cendres des foyers industriels. Ceci s'explique très bien si nous remarquons que le ferrite de calcium est beaucoup plus résistant à la réduction que l'oxyde de fer libre.

III. — INFLUENCE DES ADDITIONS SUR LA FUSIBILITÉ

Afin de connaître le rôle des différents constituants dans la fusibilité des cendres, nous avons procédé à des additions de divers produits et observé les effets. Les produits qui ont servi à nos essais sont : la silice, l'oxyde de fer Fe^2O^3, le silicate de fer SiO^4Fe^2, l'alumine Al^2O^3, le silicate d'alumine ou kaolin, la chaux et la magnésie.

Les mélanges ont été préparés en malaxant dans un mortier de verre les cendres et les produits d'addition finement pulvérisés. Les deux cendres qui ont servi à la plupart de nos essais avaient la composition suivante :

		Cendre R2.1	Cendre S1.3
SiO^2	=	23,25 %	44,4 %
Al^2O^3	=	24,0	40,0
Fe^2O^3	=	21,0	4,78
MnO	=	3,14	1,34
CaO	=	11,70	5,15
MgO	=	4,89	traces
SO^3	=	8,35	2,30
Na^2O	=	2,33	non dosé
K^2O	=	2,34	non dosé

On voit que la cendre R2.1, venant de fines grasses, contient une assez grande quantité de fer et de chaux, sans élément nettement prépondérant; au contraire la cendre S1.3, d'un criblé maigre, est constituée à peu près uniquement par du silicate d'alumine. Nous avons reproduit plus loin les courbes de fusion : la cendre R2.1 (fig. 26, courbe 1 p. 58) a une fusion lente et simple, la cendre S 1.3 (fig. 27, courbe 1 p. 58) une fusion lente et complexe. Ces cendres représentent donc deux types bien différents.

1°) Influence de la silice, de la chaux, de la magnésie.

Des additions de silice ou de chaux influent peu sur le point de ramol-

lissement mais abaissent le point de fusion (tableau X) par suite de la formation pendant le chauffage de silicates alcalino-calciques facilement fusibles.

Ce tableau résume également le rôle de la magnésie. Avec la cendre R 2.1, une addition de 25 % de magnésie abaisse le point de ramollissement de 1075° à 1055° et élève le point de fusion de 1230° à 1300°.

Au contraire, avec la cendre S 1.3, la même addition élève le point de ramollissement de 1035° à 1085°, et abaisse le point de fusion de 1475° à 1240°.

Nature et importance de l'addition	Cendre R2.1 Tr = 1075. Tf = 1230 Mélange		Cendre S1.3 Tr = 1035 . Tf = 1475 Mélange	
	Tr	Tf	Tr	Tf
SiO^2 — 25 %	1030°	1120°	1055°	1200°
Ca O — 25 %	1070	1175	1070	1260
Mg O — 25 %	1055	1300	1085	1240

Tableau X

Nous pouvons penser que ces résultats sont dus aux différences entre les quantités d'oxyde de fer présentes. Le ferrite de magnésium, particulièrement stable, doit se former facilement dans le cas de la cendre R 2.1 contenant 22 % de F^2O^3; ce composé fond, d'après Forestier (38), à 1650° — 1700°.

Quand la proportion de fer est beaucoup plus faible (cendre S1.3) la magnésie se combine principalement à la silice pour former un silicate; ce dernier, en présence de quantités variables de calcium, fond entre 1150° et 1360°, et son point de fusion croît avec la quantité de fer adjointe.

2° Influence du silicate de fer et du sesquioxyde de fer.

Nous avons préparé le silicate de fer SiO^4Fe^2, appelé fayalite, en précipitant par du silicate de soude une solution de chlorure ferrique, les deux corps étant employés dans les proportions voulues. Le précipité est lavé à l'eau chaude, séché à l'étuve et recuit.

Nous en avons étudié la fusibilité, et nous avons obtenu (fig. 24) une courbe de fusion simple et assez rapide sur laquelle nous pouvons noter :

point de ramollissement ..... 1040°
point de fusion ..... 1100°

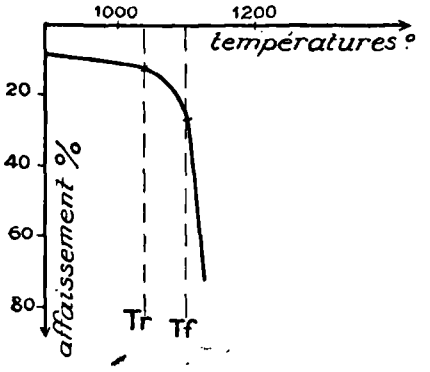


FIG. 24. — *Courbe de fusibilité du silicate de fer* SiO^4Fe^2.

En ajoutant ce silicate de fer à différentes cendres, nous avons obtenu les résultats suivants :

Avec une cendre blanche B 3.3 dont la courbe de fusion présente un palier (fig. 25, courbe 1), l'addition de 25 % de silicate de fer supprime le

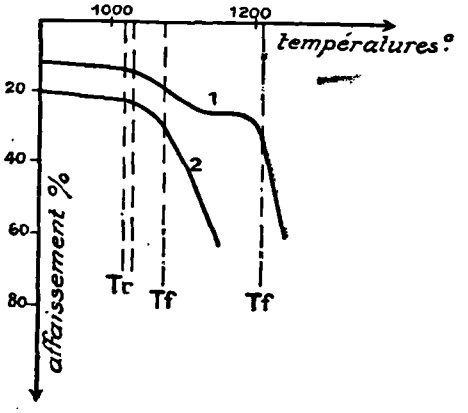


FIG. 25. — *Courbes de fusibilité.*
Courbe 1 : cendre B3.3
Courbe 2 : mélange 75 % cendre B3.3
+ 25 % silicate de fer.

palier et provoque la fusion rapide, en augmentant toutefois la viscosité du produit fondu (fig. 25, courbe 2); le point de ramollissement ne varie pas sensiblement (1025° à 1030°); le point de fusion est abaissé de 1210° à 1070°.

Avec une cendre rose à fusion lente R2.1, la même addition de silicate de fer abaisse le point de fusion de 1230° à 1190°, et diminue beaucoup la viscosité dans la période de ramollissement, de sorte que le point de fusion franche est assez difficile à définir (fig. 26, courbes 1 et 2),

Avec une cendre grise à fusion lente S1.3, nous avons constaté les mêmes résultats (fig. 27, courbes 1 et 2).

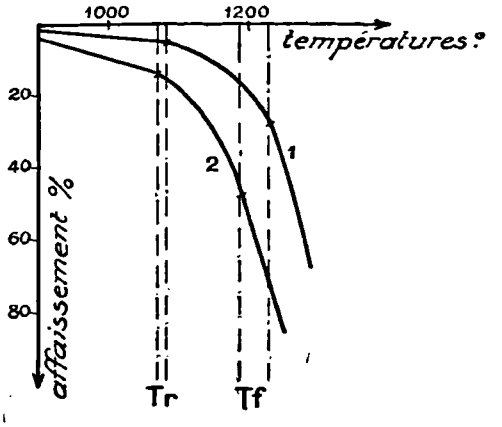


FIG. 26. — *Courbes de fusibilité.*
Courbe 1 : cendre R 2.1
Courbe 2 : mélange 75 % cendre R 2.1
+ 25 % silicate de fer.

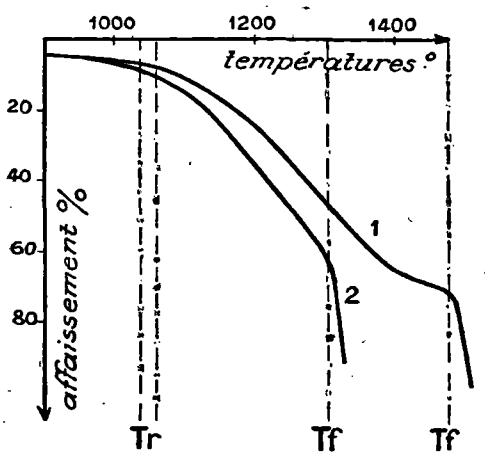


FIG. 27. — *Courbes de fusibilité.*
Courbe 1 : cendre S 1.3.
Courbe 2 : mélange 75 % cendre S 1.3.
+ 25 % silicate de fer.

En résumé, l'addition de silicate de fer à des cendres riches ou non en fer change peu le point de ramollissement, abaisse le point de fusion et diminue beaucoup la viscosité dans la période de ramollissement. Nous n'avons donc pas retrouvé les résultats signalés par K. Bunte (40) qui attribuait au silicate de fer la présence des paliers dans les courbes de fusion.

Si l'on ajoute seulement de l'oxyde de fer Fe^2O^3, le point de fusion se trouve abaissé de quantités plus importantes qu'avec le silicate de fer.

Le tableau XI rassemble les nombres relatifs au silicate de fer et à l'oxyde de fer, en addition à quatre cendres différentes.

Nature et importance de l'addition	Cendre R2.1 Ramollis^t à 1075° fusion à 1230° Mélange		Cendre S1.3 Ramollis^t à 1035° fusion à 1475° Mélange		Cendre B3.3 Ramolis^t à 1025° fusion à 1210° Mélange		Cendre M5 Ramollis^t à 1015° fusion à 1195° Mélange	
	Tr	Tf	Tr	Tf	Tr	Tf	Tr	Tf
Fe^2O^3 —25%	1'25	1115	1025	1100	—	—	—	—
SiO^4Fe^2—25%	1065	1190	1050	1300	1030	1070	10.5	1130

Tableau XI

Ces résultats sont en accord avec les travaux de Mellor (41) qui a montré que l'introduction de 28 % de sesquioxyde de fer dans l'argile en abaisse le point de ramollissement de 1710° à 1160° (sa méthode de mesure était différente de la nôtre).

3°) Influence du kaolin et de l'alumine.

Nous avons vu que les cendres du vitrain et du xylain contenaient une grande quantité de kaolin. La courbe de fusion de ces cendres présente, dans la période de ramollissement, une cassure ou même un palier horizontal.

Le kaolin industriel et le kaolin retiré de diverses cendres présentent des courbes analogues (fig. 21 p. 51). Après un ramollissement progressif et de longue durée, la vitesse d'affaissement diminue ou même devient nulle ; la courbe présente une cassure ou un palier : la viscosité des produits augmente donc quand la température croît. Si l'on poursuit le chauffage, la fusion se fait après un nouveau ramollissement très bref. C'est le type des courbes de fusion complexe. La température du palier peut d'ailleurs être plus ou moins abaissée par la présence d'autres constituants.

Nous avons pensé que ce mode de fusion pouvait être attribué au kaolin : les cendres qui donnent lieu à ce phénomène contiennent toutes en effet une grande quantité de kaolin. De plus, en ajoutant ce corps à des cendres de fusion simple, on provoque la formation d'une cassure dans la courbe, amorce d'un palier avant fusion.

D'autre part, le kaolin étant un produit peu fusible, l'addition de ce corps a tendance à élever la température de fusion (tableau XII). Or cette propriété caractérise particulièrement l'alumine. En effet, par des additions

d'alumine Al^2O^3 aux cendres R 2.1 et S 1.3 on élève leurs points de fusion de quantités pouvant aller jusque 95° (tableau XII).

Nature et importance de l'addition	Cendre R2. 1 ramollissement à 1075° fusion à 1230° — Mélange		Cendre S1. 3 ramollissement à 1035° fusion à 1475° — Mélange	
	Ramollissement	fusion	Ramollissement	fusion
Al^2O^3 — 10 %	1050°	1230°	1090°	1530°
— 25 %	1075°	1280°	1070°	1570°
— 40 %	1095°	1325°	—	—
Kaolin — 25 %	1055°	1220°	1055°	1470°
— 40 %	1070°	1265°	—	—

Tableau XII

Ces résultats paraissent d'autant plus intéressants que des additions de 40 % d'alumine à la cendre R 2.1, et de 25 % à la cendre S 1.3 correspondent à des additions représentant environ 1 % du poids du charbon.

En résumé, des additions de fer, de silice ou de chaux augmentent la fusibilité des cendres. L'influence de la magnésie varie suivant la composition de la cendre.

La présence d'alumine élève le point de fusion. Cette propriété se retrouve bien qu'à un degré moindre, avec le silicate d'aluminium ou kaolin; ce corps, relativement peu fusible, étant le constituant essentiel des cendres des charbons maigres, on s'explique pourquoi celles-ci sont en général moins fusibles que les cendres des charbons gras.

BIBLIOGRAPHIE

du Chapitre IV

36. H. Lefebvre et P. Boulant — *Bull. Soc. Chim. France*, 1936, 3, 543.
« Sur les matières minérales des charbons du Nord et du Pas-de Calais — II Analyse spectrale des cendres. »

37. E. Stach — « Lehrbuch der Kohlenpetrographie ». Ed. Borntraeger, Berlin, 1935.

38. H. Forestier — *Thèse, Paris* 1928.
Loc. cit. (30).

39. P. Boulant et H. Lefebvre — *Bull. Soc. Chim. France* — 1936, 3.
« Sur les matières minérales des charbons du Nord et du Pas-de-Calais — III Analyse thermomagnétique des cendres. »

40. K. Bunte — Loc. cit. (12).

41. Mellor — *Trans. Cer. Soc.* 1914, 13, 12.

CONCLUSIONS

Nous avons, au cours de notre travail, donné les conclusions qui se dégageaient des études particulières traitées dans chacun des chapitres. Nous nous contenterons ici de les résumer.

1°) — Nous avons montré que la fusion des cendres se fait en plusieurs temps; la méthode d'écrasement sous vide nous a permis de l'observer dans des conditions bien reproductibles, et d'étudier séparément les différentes phases : ramollissement et fusion franche. Nous avons été amené ainsi à définir pour chaque cendre une température de ramollissement et une température de fusion.

2°) — Le classement d'un charbon d'origine donnée fournit différentes fractions plus ou moins cendreuses; le point de fusion des cendres varie de l'une à l'autre entre d'assez larges limites. Pratiquement, le lavage abaisse le point de fusion des cendres des fines.

3°) — En mélangeant des charbons, on agit sur la fusibilité des cendres; les points de ramollissement et de fusion sont déplacés soit dans un sens, soit dans l'autre, suivant la nature des charbons et la composition de leurs cendres. Dans certains cas, une légère modification de la composition du mélange entraîne des variations considérables de la température de fusion de ses cendres.

4°) — Nous avons analysé un certain nombre de cendres et énoncé une règle assez générale au sujet de leur teneur en fer. Celle-ci est plus grande dans les fractions très légères ou très lourdes que dans les fractions moyennes. Nous avons décelé, par l'emploi du spectographe, la présence de nombreux éléments : Si, Fe, Al, Ti, Mn, Ca, Mg, Na, K, éléments rares.

5°) — L'analyse immédiate, pour laquelle le tracé de courbes thermomagnétiques nous a été d'un grand secours, a montré que le fer se trouve dans les cendres à l'état de ferrite de calcium, mais non sous forme de Fe^2O^3 ou Fe^3O^4.

6°) — Nous avons mis en évidence l'influence considérable du kaolin sur la tenue des cendres des charbons maigres, qui en contiennent toujours beaucoup, et expliqué ainsi pourquoi les cendres des charbons gras fondent en général plus bas que celles des charbons maigres.

7°) — Nous avons pu émettre et justifier quelques hypothèses sur certaines réactions qui se passeraient dans une cendre amenée au-dessus de son point de ramollissement.

Nous avons montré qu'une addition d'alumine aux cendres ou au charbon peut élever notablement la température de fusion.

TABLE DES MATIÈRES

Pages

INTRODUCTION 1

CHAPITRE PREMIER. — **HISTORIQUE** 3

Bibliographie du Chapitre premier 6

CHAPITRE II. — **TECHNIQUES EMPLOYÉES. APPAREILS.** . . . 7

I — Préparation des échantillons de cendres. 7

1°) Classement d'un charbon par la méthode du flottant et dépôt. 7

2°) Incinération du charbon 8

II. — Détermination de la Fusibilité des cendres 8

1°) Insuffisance des méthodes habituelles 8

2°) Principe de la méthode d'écrasement.– Appareil utilisé. . . 9

III. — Analyse élémentaire des cendres 11

IV. — Méthodes Physico-chimiques. 12

1°) Spectrographie 12

2°) Analyse thermomagnétique 13

3°) Examen micrographique des charbons et des cendres . . . 13

Bibliographie du Chapitre II 14

CHAPITRE III. — **LA FUSION DES CENDRES - INFLUENCE DES DIFFÉRENTS FACTEURS INHÉRENTS AU CHARBON.** 15

I. — Courbes de fusibilité des cendres. 15

II. — Influence du lavage sur la fusibilité des cendres . . . 18

1°) Classement d'un charbon par " flottant et dépôt " – fusibilité des cendres de chaque fraction 18

2°) Comparaison entre les cendres des fines brutes, lavées ou nettoyées à sec 21

3°) Application de ces résultats 26

III. — Variation de la fusibilité des cendres avec la nature ou l'origine des charbons 27

1°) Comparaison des charbons gras et des charbons maigres . . 27

2°) Comparaison de charbons de calibres différents 31

3°) Comparaison de charbons pris à différents étages 34

IV. — Cas des mélanges de charbons 34

Bibliographie du Chapitre III. 39

Tableaux récapitulatifs 40

CHAPITRE IV. — **ANALYSE ÉLÉMENTAIRE ET ANALYSE IMMÉDIATE DES CENDRES - INFLUENCE DES ADDITIONS SUR LA FUSIBILITÉ** 46

I. — Composition élémentaire des cendres 46

1°) Analyse chimique 46

2°) Analyse spectrale 48

II. — Analyse immédiate des cendres 49

1°) Généralités 49

2°) Cendres particulières à certains constituants pétrographiques . 50

3°) Les composés du fer 52

III. — Influence des additions sur la Fusibilité 55

1°) Influence de la silice, de la chaux, de la magnésie 55

2°) Influence du silicate de fer et du sesquioxyde de fer 56

3°) Influence du kaolin et de l'alumine 59

Bibliographie du Chapitre IV 61

CONCLUSIONS 62

ARRAS — Imp. Nouvelle Société Anonyme du Pas-de-Calais.

SECONDE THÈSE

Propositions données par la Faculté

MESURE DES TEMPÉRATURES ÉLEVÉES

Vu et approuvé :
Lille, le 4 Juillet 1936.
Le Doyen de la Faculté des Sciences
A. MAIGE,

Vu et permis d'imprimer.
Lille, le 7 Juillet 1936,
Le Recteur,
Président du Conseil de l'Université,
A. CHATELET.