

50376  
1990  
219

50376  
1990  
219

N° d'ordre: 127

## MEMOIRE

Présenté à

**L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES  
DE LILLE FLANDRES - ARTOIS**

Pour obtenir le

**Diplôme Supérieur de Recherche (ancien Doctorat d'Université)  
dans la spécialité Sciences de la terre (Géologie appliquée)**



*Enayat HOSSEINI*

**ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA COMPOSITION  
PETROGRAPHIQUE DES CHARBONS SUR LEUR  
FRAGMENTATION ET LEUR COMBUSTION**

Soutenu le 16 Juillet 1990 devant la commission d'examen

Président et rapporteur :	Jean PROUVOST
Rapporteur :	Michel WATERLOT
Examineurs :	Lucien DELFOSSE
:	Louis PONSOLLE
:	Arnaud DELEBARRE
:	Yvonne SOMERS



## REMERCIEMENTS

*A l'issue de ce travail, il m'est très agréable de remercier tous ceux qui ont aidé à sa réalisation.*

*Ma reconnaissance s'adresse particulièrement à Monsieur Jean PROUVOST, professeur à l'université de Lille pour l'accueil qu'il m'a réservé dans son laboratoire et pour les nombreuses heures consacrées à l'étude de mon manuscrit. Il me fait l'honneur de présider mon jury. Qu'il en soit sincèrement remercié.*

*Je témoigne ma profonde gratitude à Monsieur Michel WATERLOT, professeur à l'université de Lille, d'avoir constamment suivi l'évolution de mes travaux durant lesquels j'ai pu bénéficier de ses encouragements et de ses conseils précieux. Il a accepté fort aimablement d'être le rapporteur de ce mémoire. Je lui en suis très reconnaissant.*

*Monsieur Lucien DELFOSSE, professeur à l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Mulhouse, a guidé mes premiers pas dans l'étude de la combustion des charbons et les nombreuses discussions m'ont été d'un apport précieux. Il a accepté de juger ce mémoire et j'ai le grand plaisir de lui exprimer toute ma respectueuse gratitude.*

*J'adresse mes remerciements les plus sincères à Monsieur Louis PONSOLLE, Professeur de chimie à l'université de Lille, pour avoir bien voulu accepter de juger ce travail.*

*Je désire témoigner ma profonde gratitude à Mademoiselle Yvonne SOMERS, pétrographe à l'Institut National des Industries Extractives de Liège. Elle a pu ainsi me faire partager ses connaissances lors de mon passage à Liège et au cours de nos conversations téléphoniques. Je la remercie pour ses encouragements et pour sa présence parmi ce jury.*

*Je témoigne ma profonde gratitude à Monsieur Arnaud DELEBARRE, Ingénieur à l'Institut de Recherche de la Sidérurgie française. Ses conseils m'ont été précieux, et je lui suis très reconnaissant d'avoir bien voulu accepter de juger ce mémoire.*

*Je tiens à témoigner ma vive reconnaissance à Madame Somchuer BRUNELLO, Docteur - Ingénieur au Centre d'Etudes et Recherches de Charbonnages de France. J'ai pu bénéficier au cours de notre collaboration de ses précieux conseils. Qu'elle en soit sincèrement remerciée.*

*J'exprime ma respectueuse reconnaissance envers Messieurs les professeurs J.P. LAVEINE et B. CLEMENT ainsi que Mademoiselle C. BROUSMICHE pour leur aide et leur conseils précieux.*

*Avec un grand plaisir j'adresse mes remerciements les plus sincères à Monsieur J.M. DEGARDIN. Au cours de ces années j'ai pu bénéficier de ses connaissances et de ses encouragements aux moments les plus difficiles.*

*Mes remerciements vont également à Monsieur le professeur C. LEFEVRE, qui m'a permis d'avoir accès au matériel informatique du laboratoire de pétrologie.*

*J'adresse mes plus vifs remerciements à F. Guillot, J. Terry, L. Briquet et P. Clabaut, pour leur aide et leur précieux conseils.*

*Je tiens également à exprimer ma reconnaissance envers Madame T. Florent, pour la frappe de nombreux rapports, Monsieur P. Roussel technicien au laboratoire central des ponts et chaussées pour les analyses granulométriques, Mademoiselle Mulier pour*

*son aide non moins efficace, Monsieur J. Carpentier pour la qualité de ses travaux photographiques, Monsieur P. Dorn pour la préparation minutieuse des inclusions, Madame A. Brebion pour le tirage 'offset', ainsi que Monsieur R. Ballenghien pour la reliure.*

*J'ai toujours pû compter sur l'amitié sincère de Pierre et Sabine, et sur l'aide efficace de Pierre depuis le choc du premier jour de notre rencontre. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma reconnaissance.*

*Au cours de ces années j'ai été sensible à la sympathie que m'ont témoignée mes nombreux amis et collègues pour leur participation directe ou indirecte à l'élaboration de ce mémoire. J'associe dans le désordre D. Chantreau, M. Dubois, S. Sadri, A. Lecerre, F. Lecerre, H. Buissart, A. Huyghe, M. Fkyerat, F. Delay, M. Dzikowski, O. Vicaire, A. Coulon, H. Coulon, K. Anouar, J.F. Deconinck, P. Recourt, S. Dewez, X. Capet, M. Roche, A. Grzesczyk, J.L. Potdevin, F. Chanier, A. Idouissaaden, L. Hanich et beaucoup d'autres qui ne m'en voudront pas d'involontairement les oublier*

*Je remercie enfin mes parents qui malgré la distance qui nous sépare m'ont toujours soutenu tout au long de mes études. C'est à eux que je dédie cet ouvrage.*

# TABLE DES MATIERES

Remerciements  
Table des matières  
Résumé- Abstract  
Introduction

## CHAPITRE I

### GENERALITES

I.1: Genèse du charbon  
I.2: Economie du charbon  
I.3: Provenance des échantillons; leur nomenclature

## CHAPITRE II

### METHODES ET TECHNIQUES D'ETUDE

#### **II.1: Pétrographie des charbons**

II.11: Nomenclatures  
II.12: Les constituants des houilles  
    II.121: Les macéraux  
    II.122: Les microlithotypes  
    II.123: Les lithotypes  
II.13: Reconnaissance des macéraux  
    II.131: Groupe de la vitrinite  
    II.132: Groupe de l'exinite  
    II.133: Groupe de l'inertinite  
II.14: Les minéraux dans les charbons

#### **II.2: Préparation des échantillons**

II.21: Broyage et Tamisage  
II.22: Enrobage et Polissage

#### **II.3: Analyses granulométriques**

II.31: Tamisage à sec  
II.32: Granulomètre cilas

- II.321: Principe
- II.322: Préparation des suspensions
- II.323: Appareillage
- II.324: Présentation des résultats

#### **II.4: Analyses pétrographiques**

- II.41: Appareillage
- II.42: Mode de comptage
- II.43: Représentation des résultats
  - II.431: Diagramme vertical
  - II.432: Diagramme horizontal

#### **II.5: Détermination du pouvoir réflecteur**

- II.51: Principe
- II.52: Description du matériel
- II.53: Mode opératoire
- II.54: Présentation des résultats

#### **II.6: Combustion des charbons**

- II.61: Conditions expérimentales, appareillage
- II.62: Etude de la distribution massique
- II.63: Etude de la surface spécifique B.E.T.

## **CHAPITRE III**

### **RESULTATS ET INTERPRETATIONS**

#### **III.1: Analyses granulométriques**

- III.11: Etude granulométrique des diverses fractions
  - III.111: Broyage et tamisage à sec
  - III.112: Etude quantitative
    - III.112.1: Les répartitions granulométriques
    - III.112.2: Les charbons du bassin de Blanzly
    - III.112.3: Les charbons de bassins du Nord Pas-de Calais, du Gardanne, et le charbon sud-africain
    - III.112.4: Les charbons: ED 1967, ED 2038, ED 2169, et ED 2265
    - III.112.5: Les charbons du bassin de Lorraine
    - III.112.6: Discussion et conclusion
  - III.113: Etude qualitative
    - III.113.1: Influence des facteurs physiques et structuraux
    - III.113.2: Influence du rang et de la composition pétrographique

III.113.21: Groupe de la vitrinite

III.113.22: Groupe de l'exinite

III.113.23: Groupe de l'inertinite

III.113.3: Influence de la matière minérale

III.12: Analyse granulométrique des fractions fines

III.121: Relation entre le broyage et la répartition des particules

III.122: Etude de la répartition granulométrique des fractions fines

### **III.2: Analyses pétrographiques**

III.21: Les phénomènes géologiques et leur conséquence sur la  
pétrographie du charbon

III.22: Analyses macérales

III.221: Composition macérale des échantillons moyens

III.221.1: Les charbons des bassins de Blanzky, de la Mure,  
et du Nord pas-de-Calais

III.221.2: Les charbons des bassins de Lorraine et de Gardanne

III.221.3: Les charbons: ED 2038, ED 2169, ED 2265, et  
ED 1967

III.221.4: Les charbons gondwaniens

III.222: Composition macérale des diverses classes  
granulométriques

III.223: Variation de la teneur en matière minérale

III.224: Variation quantitative des macéraux

### **III.3: Combustion des charbons**

III.31: Généralités

III.32: Evolution de la fragmentation et de propriétés texturales des  
charbons, durant les premières étapes de la réaction

III.33: La surface spécifique B.E.T.

III.34: Le gonflement

III.35: La fragmentation

### **III.4: Etude pétrographique des charbons après les premières étapes de la combustion**

III.41: Généralités

III.42: Analyses pétrographiques à l'état initial, et durant les  
premiers stades de la réaction

III.421: Etude pétrographique des charbons après cinq et dix  
secondes de combustion

III.43: Etude qualitative des charbons

III.44: Modification morphologique des macéraux lors de la  
combustion

III.45: Etude de la fissuration des charbons

III.46: Relation entre la composition macérale et la fissuration

**III.5: Etude du pouvoir réflecteur**

III.51: Relation entre le pouvoir réflecteur et la composition macérale

III.52: Résultats des mesures de la réflectance des charbons

III.53: Détermination du pouvoir réflecteur des charbons après les premières étapes de la combustion

III.531: Relation entre la dévolatilisation des charbons, et leur pouvoir réflecteur

III.532: Dispersion des valeurs du pouvoir réflecteur

**CONCLUSIONS GENERALES**

- Analyses granulométriques
- Analyses pétrographiques
- Etude de la combustion des charbons

**BIBLIOGRAPHIE**

**PLANCHES PHOTOGRAPHIQUES**

**LISTE DES FIGURES**

**LISTE DES TABLEAUX**

**ANNEXES**



## RESUME

L'usage du charbon dans les domaines industriels dépend de ses propriétés physico-chimiques, de sa composition pétrographique et de son rang.

Au cours de ce travail, divers paramètres ont été étudiés au moyen des techniques appropriées. L'étude de la broyabilité a été approfondie grâce aux analyses granulométriques et pétrographiques des diverses fractions et des mesures du pouvoir réflecteur, permettant ainsi de distinguer les divers macéraux par leur aptitude plus ou moins grande à la fragmentation. Cette dernière est également influencée par la nature de la matière minérale et son mode de distribution au sein des macéraux.

La combustion dans les conditions proches de celles rencontrées dans un lit fluidisé et la pyrolyse des charbons durant les premières étapes de la réaction, a permis d'étudier le gonflement et la fragmentation des particules et de différencier les macéraux par leur comportement à la cokéfaction. L'étude de la fragmentation des particules a été suivie par celle de la fissuration produite lors de l'élévation de température.

Comme le montre l'ensemble des expériences, les macéraux du groupe de la vitrinite se montrent comme les moins résistants au broyage par leur concentration dans les fractions fines et sont les plus propices au développement des fissures lors de l'échauffement conduisant ainsi à une nouvelle fragmentation.

**Mot clés:** Charbon, broyabilité, fragmentation, granulométrie, macéral, rang, combustion, pyrolyse, gonflement.

## ABSTRACT

The industrial utilization of coal depend on its physical and chemical properties, its petrographic composition and its rank.

In this work several parameters have been studied by suitable techniques. Grindability was examined thoroughly by granulometric and petrographic studies of the diverse fractions and by reflectance measurements. This enables the diverse macerals to be distinguished according to their fragmentation ability. The latter is also influenced by the nature of the mineral substance and by its distribution mode inside the macerals.

Combustion under conditions near those found in a fluidized bed, and pyrolysis of coals during the first stage of the reaction allowed the swelling and the fragmentation of the particules to be studied and also the macerals to be differenciated according to their behaviour during cokefaction. The fragmentation of particules was studied by examining the fissuration developed on increasing the temperature.

As shown by the whole of the experiments, macerals belonging to the vitrinite group appear to be the least resistant to grinding owing to their concentration in the fine fractions, and the more able to develop fissures on heating, inducing thus additional fragmentation.

**Key words:** Coal, grindability, fragmentation, granulometry, maceral, rank, combustion, pyrolysis, swelling.



## Introduction

L'utilisation du charbon dans ses diverses applications à caractère industriel dépend évidemment de ses propriétés spécifiques.

Mais nous savons que le nom de charbon recouvre en fait des combustibles minéraux variés que les spécialistes ont pu classer en de nombreuses catégories se basant sur des critères aussi différents que la teneur en matière volatile ou la composition pétrographique par exemple. Afin de déterminer l'influence des divers paramètres et plus précisément encore le rôle spécifique des différents constituants, nous avons engagé une étude comparative de quelques charbons d'origine différente ayant des compositions macérales variées et divers degrés de houillification.

L'ampleur du sujet nous conduisit à nous limiter à une étude de la broyabilité et de la combustion des particules. Nous aborderons l'étude de ces propriétés à partir de la composition pétrographique de l'échantillon moyen de chacun des charbons étudiés.

En ce qui concerne la broyabilité nous rechercherons la variation de concentration de divers macéraux dans les fractions granulométriques, et nous tenterons d'en déduire le rôle spécifique de chacun d'eux dans le mécanisme de la fragmentation. Nous verrons que dans certains cas la matière minérale n'est pas étrangère à ce phénomène c'est pourquoi nous n'avons pas hésité à l'inclure comme un des constituants du charbon.

En ce qui concerne l'étude de la combustion, nous avons été amené à comparer le pouvoir réflecteur des charbons bruts avec ceux que l'on pouvait observer après les cinq et dix premières secondes de réaction. Nous avons ainsi pu distinguer parmi les macéraux ceux qui accélèrent la fragmentation du grain et permettent une réaction de combustion plus rapide. Cette fragmentation a été mesurée en particulier par l'augmentation de la surface spécifique.

Bien entendu, bien que cette étude ait un caractère d'étude de laboratoire dans laquelle la microscopie fut la principale méthode, nous nous sommes rapproché dans toute la mesure du possible des conditions de l'utilisation industrielle du charbon vapeur, soit par le procédé de broyage soit par la méthode d'oxydation. Le gaz utilisé ayant une composition et une température voisines de celles que l'on rencontre en lit fluidisé.



**CHAPITRE I**  
**GENERALITES**



## I.1: Genèse du charbon:

L'origine des charbons remonte à une période dite Carbonifère, il y a 250 à 300 millions d'années. Nous sommes à la fin de l'ère primaire ou paléozoïque avec un climat chaud et humide, la terre est recouverte de marécages et d'une végétation dense.

Les débris végétaux se sont accumulés et interstratifiés dans des sédiments soit sur place (autochtonie), soit après un transport de la masse végétale (allochtonie). Ce processus a pu se renouveler de très nombreuses fois dans le même bassin de sédimentation. L'affaissement lent et continu des sédiments conduit à la formation des bassins qui sont à l'origine soit lacustres (bassins limniques) ou côtiers et lagunaires (bassins paraliques). Ces débris végétaux au cours de leur enfouissement, subissent une évolution complexe (carbonification biochimique et géochimique), soit par la dégradation des substances végétales en milieu aérobie, soit par des actions dites métamorphiques modifiant la matière organique par augmentation de la pression et de la température.

Le processus de carbonification ou Houillification se traduit (figure n° 1), par une diminution de la teneur en matières volatiles et un enrichissement progressif en carbone, donnant naissance à des roches combustibles compactes et stratifiées. Dans l'ordre croissant d'évolution on aura successivement: la Tourbe, le Lignite, la Houille, l'Anthracite et le Graphite.

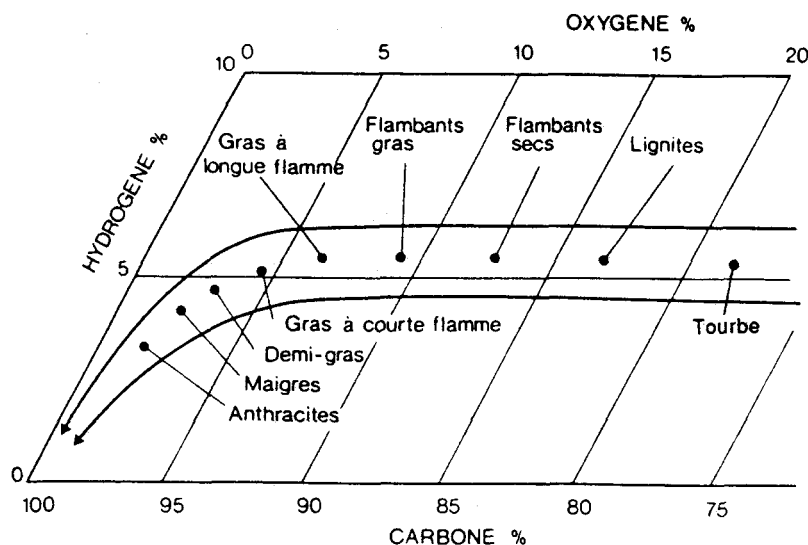


Fig. 1: Composition chimique des charbons humiques et évolution durant la houillification (d'après Stutzer).

## **I.2: Economie du charbon:**

Les charbons, les plus anciennement utilisés des combustibles fossiles, ont été longtemps à l'origine de l'économie de certains pays industrialisés.

Ce combustible à fort contenu énergétique est en effet peu commode à mettre en œuvre et son exploitation nécessite de lourds investissements. Ces inconvénients ont poussé certains pays producteurs de charbon à abandonner progressivement celui-ci pour les produits pétroliers, avantageux par leur grande facilité de transport, leur coût et la protection de l'environnement.

Les conséquences économiques des crises pétrolières des années 1973 et 1979, ont remis en question l'équilibre énergétique et ont poussé la plupart des pays consommateurs à diversifier leur approvisionnements et à trouver des sources d'énergie de remplacement. Pour cela le charbon bénéficie de plusieurs atouts qui s'expliquent par la richesse de ses réserves évaluées à 10 000 milliards de tonnes, un prix plus bas que celui de pétrole et du gaz. Enfin une répartition des gisements relativement équilibrée (figure n° 2), met l'approvisionnement à l'abri de risques politiques.

Le charbon représentant 80 % des ressources énergétiques fossiles contre moins de 20 % pour le pétrole et le gaz naturel, demeure donc une source d'énergie fiable et capable de satisfaire en partie les besoins énergétiques du monde.

Ainsi le charbon retrouve sa place parmi les principales sources d'énergie, avec le pétrole, le gaz, et le nucléaire. Il développe ses échanges internationaux et verra la demande mondiale augmenter de plus de 30% dans les années à venir, d'après une estimation de la conférence mondiale d'énergie organisée à Cannes en 1986.

Parallèlement au développement du marché international, le charbon bénéficie aujourd'hui des techniques nouvelles d'extraction, de transport, de stockage et d'utilisation. Les recherches en cours s'amplifient afin d'améliorer les conditions d'utilisation et le rendement énergétique du charbon pour qu'il soit mieux accepté par un grand nombre d'utilisateurs, qu'il s'agisse des centrales thermiques de production d'électricité, des industries sidérurgiques ou encore des nouvelles technologies comme la liquéfaction, gazéification, et les suspensions (mélange charbon/eau ou charbon/fioul). Pour obtenir un meilleur rendement dans toutes ses applications ce combustible solide doit



être très finement broyé, afin qu'il se rapproche de l'état fluide lui permettant une combustion plus rapide et une utilisation plus pratique.

Dans cette étude nous essayons d'apporter quelques indications utiles concernant la granulométrie et l'influence de différentes propriétés des charbons dans ses diverses applications.

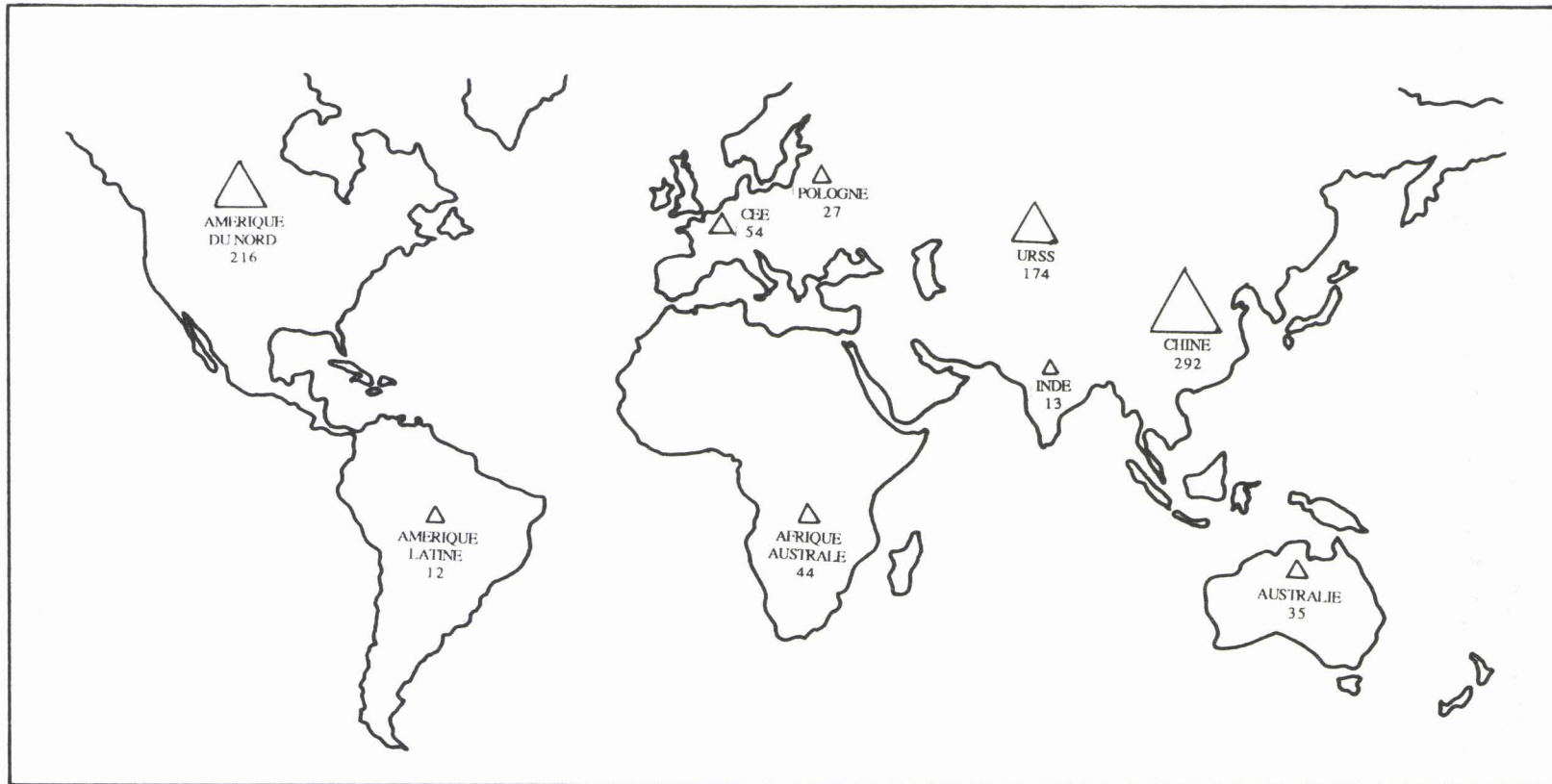


Fig. 2: Réserves mondiales de charbon (en MD de TEC) d'après estimations de charbonnage de France, à partir de la conférence mondiale de l'énergie 1986.

### **I.3: Provenance des échantillons; leur nomenclature:**

Les charbons retenus pour cette étude, sont volontairement d'origine variées. Nous disposons de quelques échantillons gondwaniens originaires d'Afrique du sud et d'Australie; mais pour la plupart ce sont des charbons Européens provenant notamment des bassins houillers français.

Afin de faciliter leur nomenclature, ces échantillons seront rappelés au cours des expériences par leur références.

On trouvera dans le tableau n° 1 en regard de leur références, leur origines et leur âge géologiques.

<b>Origine</b>	<b>Echantillon</b>	<b>Age</b>	<b>Référence</b>
<b>FRANCE</b>	Bassin de Nord pas-de-calais: - Anthracite; (siège Ledoux, la veine 9 paumes, étage 580)	Tête de Westphalien A	NPC
	Bassin de Lorraine: - Flambant gras; (sondage Merlebach, la veine 15) - Flambant sec; (sondage Merlebach, la veine Louise) - Flambant gras; (Freyming)	Westphalien C Westphalien D Westphalien C	FLG FLS FF
	Bassin de Gardanne: - Lignite - Flambant de provence	Fuvélien Fuvélien	LG FP
	Bassin de Blanzly: 'Couche 2 de l'assise de Montceau' - Anthracite; (Voie Brochet) - Anthracite; (Voie Epagneul)	Stéphanien C Stéphanien C	MC1 MC7
	Bassin de La Mure: - Anthracite	Stéphanien A	LAM
<b>ESPAGNE</b>	- Lignite	Crétacé supérieur ?	ED 2038
	- Flambant; (Maryport)		ED 2169
<b>ALLEMAGNE</b>	- Anthracite; (Sophia Jacoba)		ED 1967
	- Flambant gras A; (Slater)		ED 2265
<b>AFRIQUE DU SUD</b>	- Flambant; (Rietspruit) - Flambant	Permien Permien	RI SAF
<b>AUSTRALIE</b>	- Flambant; (Ulan)	Permien	UL

Tab.1: Tableau descriptif des échantillons étudiés.

**CHAPITRE II**

**METHODES ET TECHNIQUES D'ETUDE**



## **II: Méthodes et techniques d'étude**

### **II.1: Pétrographie des charbons**

#### **II.11: Nomenclatures:**

L'étude pétrographique d'un charbon nécessite le choix d'un système de nomenclature. Le comité international de pétrographie des charbons, I.C.C.P.,1963, présente quatre systèmes dont la différenciation se fait selon les modes d'observations adoptées que se soient en surfaces polies, en lames minces ou en lames minces polies.

Ce sont:

- Le système Stopes-Heerlen, employé en Europe.
- Le système Thiessen-Bureau of Mines.
- Le système W. Spackman.

Ces deux systèmes sont employés aux Etats unis.

- Le système de l'Institut de géologie de l'académie des sciences de l'URSS.

Pour cette étude le système adopté est donc celui de Stops-Heerlen qui consiste à identifier les macéraux sur des surfaces polies examinées à l'immersion en lumière réfléchie naturelle ou polarisée.

#### **II.12: Les constituants des houilles:**

##### **II.121: Les macéraux:**

Les macéraux sont les constituants microscopiques élémentaires des charbons, par analogie avec les minéraux des roches, I.C.C.P.,1963. Ils sont formés au cours de la phase biochimique de houillification, et ont comme origine les tissus et les organes des végétaux. Ces constituants se différencient en surfaces polies par leur morphologie, leur teinte et leur relief.

Le tableau n° 2, réunit les principaux macéraux des houilles:

<b>Groupe des macéraux</b>	<b>Macéraux</b>	<b>Type des macéraux</b>
<b>Vitrinite(V)</b>	Télinite	Télinite 1 Télinite 2
	Collinite	Télocollinite Gélocollinite Désmocollinite Corpocollinite
	Vitrodétrinite	
<b>Exinite(E) ou Liptinite</b>	Sporinite Cutinite Résinite Alginite Liptodétrinite	
<b>Inertinite(I)</b>	Micrinite Macrinite Semi-fusinite Fusinite	Pyrofusinite Dégradofusinite
	Sclérotinite Inertodétrinite	

Tab. 2: Nomenclature des macéraux des houilles (modifié, I.C.C.P. 1971).

### II.122: Les microlithotypes:

Le terme microlithotype désigne les associations typiques de groupes de macéraux dont l'épaisseur minimum a été fixée à 50  $\mu\text{m}$ , I.C.C.P., 1963. La classification des microlithotypes est présentée par le tableau n° 3.

Les microlithotypes contiennent de la matière minérale dont la quantité peut être variable. On désigne par le terme carbopolyminérite, un mélange de charbon avec 20 à 60 % en volume des divers minéraux.

plusieurs microlithotypes en alternance plus au moins régulière, constituent un lithotype.



	Composition macérale (sur pur)	Microlithotypes	Composition en groupes de macéraux (sur pur)	Groupes de microlithotypes
Monomacéraux	CO >95% TE >95% VD >95%	(Collite)* (Télite)*	V > 95%	Vitrite
	SP >95% CU >95% RE >95% AL >95% LD >95%	Sporite (Cutite)* (Résite)* Algite -	E(L) > 95%	Liptite
	MA >95% SF >95% FU >95% SC >95% ID >95%	Macroïte Semi-fusite Fusite (Sclérotite)* Inertodérite	I > 95%	Inertite
Bimacéraux	V+SP >95% V+CU >95% V+RE >95% V+AL >95% V+LD >95%	Sporo-clarite Cuticulo-clarite (Résino-clarite)* (Algo-clarite)* -	V+E(L) > 95%	Clarite V,E(L).
	V+MA >95% V+SF >95% V+FU >95% V+SC >95% V+ID >95%		V+I > 95%	Vitrinertite V,I.
	I+SP >95% I+CU >95% I+RE >95% I+AL >95% I+LD >95%	Sporo-durite (Cuticulo-durite)* (Résino-durite)* - -	I+E(L) > 95%	Durite I,E(L).
Trimacéraux	V, I, E(L) > 5%	Duroclarite Vitrinertoliptite Clarodurite	V > I, E(L). E > I, V. I > V, E(L).	Trimacérite V, I, E(L).

Tab. 3: Tableau d'ensemble des microlithotypes (modifié d'après I.C.C.P., 1971).

\* Les termes entre parenthèses ne sont pas en usage actuellement.

## II.123: Les lithotypes:

Ce sont des lits ou des lentilles d'aspect mat ou brillant macroscopiquement reconnaissables dans les charbons humiques et sapropéliques. Les principaux caractères des microlithotypes sont rassemblés dans le tableau n° 4.

	Lithotype	Description	Composition
Charbons humiques	Vitrain	Noir, éclat très brillant, couches minces à cassure cubique, couches épaisses à cassure conchoïdale.	Macéraux de la vitrinite avec <20% de macéraux de l'exinite.
	Clarain	Couches finement stratifiées de vitrain, de durain, et dans certains cas de fusain. Semi-brillant.	Variable
	Durain	Noir ou gris, mat, cassure grenue.	Principalement des macéraux de l'inertinite et de l'exinite.
	Fusain	Noir, éclat soyeux, fibreux, friable et tendre.	Principalement fusinite.
Charbons sapropéliques	Cannel-coal	Noir, mat, éclat peut être "gras", se fragmente avec cassure conchoïdale.	Dominé par sporinite.
	Boghead	Noir ou brun, mat, homogène, se fragmente avec cassure conchoïdale; son éclat peut être "gras".	Dominé par alginite.

Tab. 4: Les lithotypes des charbons humiques et sapropéliques (d'après Mc Cabe, 1984).

## **II.13: Reconnaissance des macéraux:**

Les macéraux sont rassemblés en trois groupes d'après leurs propriétés pétrographiques et technologiques (le pouvoir cokéfiant en particulier). Ce sont:

- Groupe de la Vitrinite.
- Groupe de l'Exinite.
- Groupe de l'Inertinite.

### **II.131: Groupe de la Vitrinite:**

Ce groupe se présente comme le témoin du comportement général des charbons à la houillification. La vitrinite se caractérise par un pouvoir réflecteur moyen et intermédiaire entre celui des inertinites et des exinites. La collinite et la télinite appartiennent à ce groupe.

#### **- La Collinite:**

La collinite se présente au microscope par réflexion, comme le macéral le plus abondant avec un aspect homogène. Elle constitue le ciment organique de tous les autres macéraux, et ne présente aucune structure botanique. En lumière réfléchie elle est grise et acquiert une couleur blanc jaunâtre avec augmentation du rang. Son pouvoir réflecteur est moyen.

#### **- La Télinite:**

La télinite présente une structure cellulaire, et elle a comme origine essentielle les parenchymes. Le remplissage des cavités cellulaires peut s'effectuer par de la collinite, de la résinite, de la micrinite fine, ou encore de la matière argileuse. Son pouvoir réflecteur est moyen et son relief est identique à celui de la collinite. Elle présente en fonction du rang, une teinte grise à blanc jaunâtre.

La télinite 1 et 2 (tableau n° 2), se différencient respectivement l'une de l'autre par des cavités plus ou moins arrondies ou ovales et des cavités réduites à une simple ligne.

**- La Vitrodétrinite:**

Avec en principe une taille inférieure à 10  $\mu\text{m}$ , la vitrodétrinite correspond aux particules broyées de vitrinite, provenant de la désagrégation des tissus gélifiés.

**II.132: Groupe de l'Exinite:**

Ce groupe présente un pouvoir réflecteur faible ou nul. L'exinite comprend les organes reproducteurs des végétaux, les sécrétions variées et les organismes inférieurs comme les algues. Les macéraux appartenant à ce groupe présentent une fluorescence.

**- Les Sporinites:**

Les sporinites proviennent des éléments reproducteurs des plantes, essentiellement des plantes supérieures. Elles sont formées par les exines des spores et des pollens. Les sporinites se scindent en deux groupes: Les *mégasporinites* et les *microsporinites*, qu'on rencontre sous une forme aplatie ou parallèle à la stratification, avec la cavité centrale réduite à une simple ligne.

La sporinite présente une couleur brun foncée en lumière réfléchiée et jaune à brun doré en lumière transmise. Son pouvoir réflecteur augmente durant l'évolution du charbon.

Le terme Cannel-Coal est attribué aux charbons riches en sporinites.

**- La Cutinite:**

Ce constituant provenant de cuticule des feuilles, présente une bordure externe lisse et une bordure interne denticulée qui correspond aux restes du parenchyme. Elle se trouve dans les charbons sous les différentes formes; pliée, finement stratifiée ou parallèle.(planche.I, photo.c).

La cuticule montre une teinte gris foncé à noir en lumière réfléchiée, et jaune claire à jaune dorée en lumière transmise. Son relief est identique à celui de la sporinite.

**- L'Alginite:**

L'alginate provient des algues microscopiques marines et présente en lumière réfléchie une réflectance très faible dans les charbons de bas rang. On désigne par le terme Bog-Heads, les charbons riches en alginates.

Ce macéral en raison de son absence dans les charbons étudiés, ne figure pas dans les résultats de cette étude.

**- La Résinite:**

La résinite correspond aux diverses sécrétions végétales et provient principalement des résines ou des cires. Elle se présente soit en remplissage des cavités cellulaires, soit en amas isolés ou en imprégnations diffuses dans la collinite.

En lumière réfléchie elle présente une teinte grise et un faible relief. Son pouvoir réflecteur très faible dans les lignites, croît rapidement dans les houilles. Ainsi dans les charbons du rang élevé, elle peut être confondue avec la vitrinite.

**- La Liptodétrinite:**

Liptodétrinite correspond aux microdébris de liptinite. En raison d'une fragmentation intense, on ne peut les attribuer précisément à un macéral de ce groupe.

**II.133: Groupe de l'Inertinite:**

Les macéraux de ce groupe présentent une opacité en lame mince, et une réflectance plus élevée que celle des autres macéraux en section polie. Les inertinites ne présentent aucune fluorescence.

**- La Micrinite:**

La micrinite est dépourvue d'une structure cellulaire et la dimension variable de ce macéral permet d'en identifier deux types:

- La "*micrinite*" *fine* : ce sont des microgranules de l'ordre de un à plusieurs microns. On les trouve en accumulation en petite quantité soit autour des microspores, soit en remplissage des cavités cellulaires, ou encore en mélange avec les particules argileuses. En lumière réfléchie, elle est gris claire à blanc jaunâtre. son relief est nul.

- La *micrinite massive* ou la "*macrinite*" : ce sont des fraction homogènes de l'ordre de dix à plusieurs dizaines de microns. Elle enrobe les autres macéraux ou se trouve en masse isolée. Elle présente en lumière réfléchie une teinte gris claire à blanche et montre une réflectance élevée qui atteint celle de la semi-fusinite. Son relief est nul à moyen.

- **La Fusinite:**

Avec une origine principalement liée aux tissus vasculaires et de soutien, la fusinite présente une structure cellulaire aux parois fines bien conservées. Elle présente un fort relief, une réflectance élevé et une teinte blanche jaunâtre. Les cavités cellulaires sont vides ou remplies de matières minérales.

Les pyrofusinites proviennent des incendies de forêt et les dégradofusinites sont formées par décomposition principalement aérobie.

- **La Semi-Fusinite:**

Ce macéral présente une structure botanique moins bien conservée que celle de la fusinite. Elle présente un épaissement de parois dû à une gélification partielle. La semi-fusinite est caractérisée par un relief et une réflectance intermédiaire entre ceux de la fusinite et de la vitrinite.

- **La Sclérotinite:**

La sclérotinite provient soit de formes de résistance des organes reproducteurs (sclérote), soit de mycélium tubulaire ou hyphe de champignons. Les sclérotites sont subsphériques et hyphes présentent un réseau irrégulier.

Elle présente en lumière réfléchie un fort relief et une couleur gris claire à blanc jaunâtre. Son pouvoir réflecteur est élevé et ne montre pas une évolution au cours de la carbonification.

**- L'Inertodétrinite:**

Elle correspond à des particules de faible dimension (2 à 20 microns), sans structure cellulaire visible, provenant de la destruction mécanique des macéraux de groupe de l'inertinite, avec un pouvoir réflecteur identique à celui de ce groupe.

**II.14: Les minéraux dans les charbons:**

Le processus de la minéralisation dans les charbons, a été étudié par de nombreux auteurs, I.C.C.P., 1963; Spears, 1987; Casagrande, 1987; Cohen et al, 1987; ....

Les minéraux inclus dans les charbons ont des origines diverses. Certains constituants inorganiques comme les matériaux détritiques, après avoir été transportés se sont déposés par le vent, l'eau et la gravité dans des divers milieux comme les marécages, les lagunes,... et ensuite se sont incorporés dans la tourbe. D'autres minéraux dits authigènes, se sont formés surplace par des processus chimiques. Cette association a eu lieu durant l'étape biochimique de houillification et on parle alors des minéraux syngénétiques.

Les minéraux détritiques présentent un intérêt géologique par leur nature et leur distribution qui fournissent des renseignements concernant le mode et l'environnement de dépôt.

Avec l'enfouissement progressif et l'avancement de la houillification pendant l'étape géochimique de la maturation des houilles, il y a eu un développement des fissures et des fractures au sein des couches du charbon. Le passage des solutions de nature chimique différente à travers les vides et les fissures, a entraîné le dépôt des minéraux qu'on qualifie par le terme épigénétique ou secondaire.

Les minéraux identifiés dans les charbons sont extrêmement variés. Les plus fréquents parmi eux sont présentés dans le tableau n° 5.

	En mélange intime avec le charbon		En dépôt dans les fissures et les fractures
	Apportées par l'eau ou par l'air	Formées dès l'origine dans la tourbe	
<b>Argiles</b>	Illite, Séricite, Kaolinite, Leverrierite, Montmorillonite, etc...		
<b>Carbonates spathiques</b>		Concrétions de sidérite Dolomite (ankérite) Calcite FeCo <sub>3</sub> et CaCO <sub>3</sub> dans la fusite	Calcite Ankérite
<b>Sulfures</b>		Concrétions de FeS <sub>2</sub> Concrétions de FeS <sub>2</sub> -CuFeS <sub>2</sub> -ZnS Melnikovite	Pyrite Marcassite Blende Chalcopyrite Galène
<b>Oxydes</b>		Limonite Hématite	Goéteite
<b>Quartz</b>	Quartz en grains	Calcédoine et quartz provenant de la destruction de silicates d'alumine	Quartz Calcédoine
<b>Chlorures et sulfates</b>		Sel gemme Thénardite Gypse	

Tab. 5: Principales inclusions minérales des houilles (I.C.C.P., 1963).



## **II.2: Préparation des échantillons:**

L'étude du comportement des différents types de charbon, vis à vis du broyage et de la combustion, nécessite une préparation en grains de ces combustibles contrairement à une étude géologique proprement dite sur un pilier d'une veine, ou sur des blocs.

Les échantillons ont été préparés en suivant les normes fixées par la commission des analyses du comité international de pétrographie des charbons, I.C.C.P.; 1969. La préparation de chaque échantillon comprend plusieurs étapes:

### **II.21: Broyage et Tamisage:**

Chaque échantillon a été soumis à deux types du broyage. Le premier consiste broyer le charbon à l'aide d'un broyeur à mâchoires pourvu des cylindres dont le réglage est identique pour chaque opération. Une masse initiale du charbon est introduite dans le broyeur. Dans un premier temps on recueille le broyat qui sera tamisé afin de déterminer la distribution granulométrique des particules par le pourcentage en poids. Ce premier procédé sert donc uniquement à récupérer des grains de taille différente. Ceci sera expliqué en détail dans la partie consacrée aux analyses granulométriques.

Deuxième type du broyage consiste à fragmenter le charbon tout en essayant d'éviter une proportion trop élevée de fines inférieures à 100  $\mu\text{m}$ , comme ceci est conseillé par la commission des analyses. Pour cela nous adoptons une méthode du broyage, basée sur l'utilisation d'un rouleau cylindrique manuel qui réduit considérablement la production de la poudre fine. Ceci nécessite un tamisage après chaque passage du rouleau sur les particules afin d'empêcher un nouvel écrasement des grains ayant déjà atteint la taille choisie. Ainsi le broyage et le tamisage ont été réalisés progressivement jusqu'au passage total de toutes les particules broyées au travers d'un tamis de taille de mailles égale à 800  $\mu\text{m}$ . L'homogénéisation des particules broyées se fait sur une feuille de papier en soulevant alternativement les coins.

Une partie du broyat ainsi homogénéisé est mise à part pour la préparation de l'échantillon moyen, qui renferme ainsi tous les grains ayant une taille inférieure à 800  $\mu\text{m}$ .

Le reste du broyat subit de nouveau un tamisage par une colonne composée de cinq tamis de la série A.F.N.O.R., permettant de séparer plusieurs fractions. Ces cinq classes granulométriques ont pour limite inférieure 630, 400, 250, 160, et 100  $\mu\text{m}$ . Les fractions de la première classe sont comprises entre 630 et 800  $\mu\text{m}$ . Le tamis de taille des mailles égale à 100  $\mu\text{m}$ , permet en outre d'écarter toutes les fractions inférieures à cette dimension. L'échantillon moyen et les cinq classes granulométriques ainsi préparés ont été retenus pour effectuer des inclusions.

## **II.22: Enrobage et Polissage:**

Les différentes classes granulométriques préparées pour chaque échantillon, seront enrobées dans une résine synthétique époxyde (Araldite CY 223) mélangée à un durcisseur (HY 956). L'utilisation de la résine synthétique est conseillée par la commissions d'analyses, car elle montre un comportement quasi-identique à celui du charbon vis à vis du polissage et elle n'est pas attaquée par les liquides utilisés pour l'immersion.

L'opération de l'enrobage se déroule sur une plaque légèrement chauffée pour permettre une meilleure imprégnation de la résine qui s'échauffe au moment de l'enrobage des particules, et empêche ainsi la pénétration des bulles d'air à l'intérieur de la préparation. On continue l'opération jusqu'à la saturation qui se traduit par une surface brillante de la préparation.

Le polissage de l'échantillon après le durcissement de la résine, se fait en plusieurs étapes. Dans un premier temps on effectue un aplanissement de la surface d'échantillon sur une platine à grains de diamant. Cette opération est suivie d'un dégrossissage sur des papiers abrasifs à grains de taille décroissante: 180, 240, 400 et 600 . Le polissage préparatoire se fait en utilisant une potée d'opticien (alumine 3 $\mu\text{m}$ ), sur une plaque de verre dépolie. En effet c'est à ce stade qu'on élimine les stries laissées sur la surface d'échantillon au cours des précédentes manipulations. A la fin de cette première étape du polissage, on obtient une surface mate.

Le polissage final est effectué d'abord par l'oxyde de chrome dilué (0.5  $\mu\text{m}$ ) déposé sur un disque tournant garni d'un drap de billard, puis sur un disque tournant garni d'un drap de coton imbibé de précipité d'alumine (0.05  $\mu\text{m}$ ). Ces deux dernières manipulations de polissage final, permettent d'avoir une surface brillante prête pour l'examen microscopique.

Au cours de toutes ces manipulations, il est recommandé de porter une grande attention, afin d'avoir des surfaces polies parfaitement planes.

### **II.3: Analyses granulométriques:**

Le but essentiel de ces analyses, est de mettre en évidence le comportement au broyage de différents types de charbon. Ce procédé permet d'une part de connaître les variations granulométriques de ces charbons et d'autre part de suivre la variation en teneur de leurs constituants microscopiques pour des différentes classes granulométriques.

L'analyse de la répartition granulométrique de chaque échantillon a été faite par un tamisage à sec pour les particules comprise entre 100 et 800  $\mu\text{m}$ , et par un granulomètre 715 Cilas pour celles dont la taille est inférieure à 100  $\mu\text{m}$ .

#### **II.31: Tamisage à sec:**

Cette méthode a été appliquée aux broyats issus de concasseur à mâchoires précédemment décrit (cf II.21). Le tamisage de ces particules a été effectué à l'aide des tamis ayant pour taille de mailles 630, 400, 250, 160, et 100  $\mu\text{m}$ . La première classe a pour limite inférieure 630 et limite supérieure 800  $\mu\text{m}$ . Ces tamis ont été sélectionnés dans la norme A.F.N.O.R. dont l'augmentation de la taille des mailles se fait suivant une progression géométrique de base 1 et de raison  $^{10}\sqrt{10}$ .

Cette opération permet d'une part de connaître le pourcentage en poids des différentes fractions y compris les particules inférieures à 100  $\mu\text{m}$ , et d'autre part d'établir une comparaison entre les divers combustibles broyés tous de la même manière.

#### **II.32: Granulomètre CILAS:**

##### **II.321: Principe:**

Un faisceau laser est envoyé sur une poudre mise en suspension dans un liquide porteur. Le rayon est diffracté par les particules en suspension et forme une figure de diffraction.

Pour une granulométrie homogène, le taux d'énergie contenu dans un cercle donné (E cercle/E initial) est fonction de la taille des particules en suspension. Pour des mélanges granulométriques, on divise le cercle en un nombre de couronnes

correspondant aux classes recherchées. A l'aide des photorécepteurs on mesure dans chaque couronne le taux d'énergie ( $E_{\text{couronne}}/E_{\text{initial}}$ ).

Les signaux reçus par le photorécepteur sont amplifiés et transmis à un convertisseur numérique, puis exploités par un ordinateur qui fournit les proportions de chaque classe granulométrique.

### **II.322: Préparation des suspensions:**

La quantité d'échantillon à tester est fonction de la granulométrie et de la densité des produits. Ses limites inférieures et supérieures sont données respectivement par la sensibilité électronique du système de détection et de la saturation optique.

Ici pour le charbon, l'analyse a été effectuée sur une quantité égale à 1/10 ème de gramme. Les charbons finement broyés ont tendance à s'agglomérer et se mouillent très difficilement. Ainsi avons nous été amené à utiliser de l'alcool éthylique absolu comme liquide porteur afin d'obtenir un résultat satisfaisant.

Les particules mise en suspension sont dispersées et défloculées par des ultrasons avant d'être analysées.

### **II.323: Appareillage:**

La figure n° 3, montre le schéma simplifié du granulomètre utilisé.

Un émetteur Laser Hélium-néon (1) envoie un faisceau qui sera agrandi en faisceau parallèle avant de traverser l'échantillon, placé dans la cuve à analyse (16). La mise en suspension permanente est assurée par l'agitateur (4) et la défloculation par les ultrasons (5). Le rayon diffracté (12) est analysé par un ensemble de photodiodes (8), disposées sur un écran dont la forme et les dimensions ont été optimisées. Un ordinateur (9) après avoir traité les signaux, envoie à l'imprimante (11) la répartition granulométrique des particules.

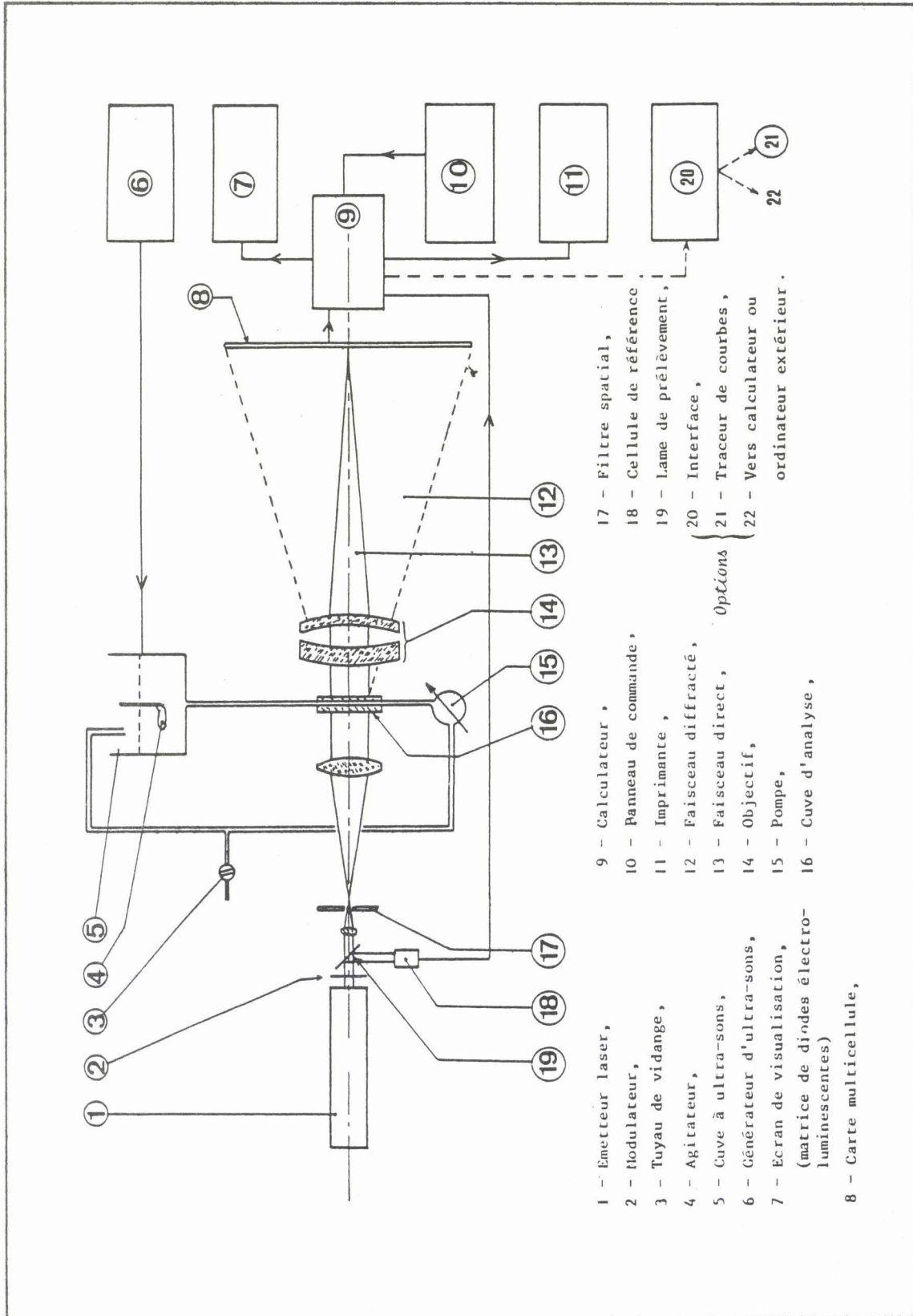


Fig. 3: Schéma fonctionnel du granulomètre 715. (Cilas Alcatel, compagnie industrielle des lasers).

Les limites supérieures des classes de dimension de grains sont: 1-1.5-2-3-4-6-8-12-16-24-32-48-64-96-128 et 192  $\mu\text{m}$ . La proportion des particules inférieures à 1  $\mu\text{m}$  est donnée par la première classe qui mesure les éléments diffractants d'une dimension de même ordre de grandeur que la longueur d'onde de la lumière utilisée.

L'avantage principal de cette méthode est qu'elle ne nécessite aucun étalonnage de l'appareil, car à partir de la connaissance des paramètres (longueur d'onde, distance focale, position des cellules), tous les coefficients peuvent être calculés H.Maillot; 1984.

#### **II.324: Présentation des résultats:**

A la suite de chaque analyse le calculateur incorporé nous donne:

- Une courbe de répartition granulométrique sur l'écran de visualisation.
- Les valeurs de pourcentage en poids moyen et en poids cumulé pour chaque classe granulométrique.
- L'histogramme ainsi que la courbe cumulative de pourcentages en poids de chaque classe granulométrique.
- Les valeurs de surface spécifique et de diamètre médian des particules analysées.

## **II.4: Analyses pétrographiques**

### **II.41: Appareillage:**

L'appareil disposé est un microscope orthoplan à réflexion "Leitz" comprenant:

- Un objectif x32 à immersion d'huile.
- Un oculaire à réticule x10.

Le grossissement total est donc 320 fois.

L'ensemble est équipé d'un compteur de points automatique "Swift".

### **II.42: Mode de comptage:**

Le comptage des macéraux et de la matière minérale a été effectué en adoptant la méthode conseillée par le Comité international du pétrographie des charbons, (1963). Cette méthode consiste à identifier sur la surface de particules au total au moins 500 points situés sous le croisé des fils du réticule, en effectuant un balayage systématique de la surface d'échantillon suivant deux directions perpendiculaires, avec un écart de points et de lignes de 0.5 mm.

Cette méthode est tout à fait cohérente pour la détermination de la composition macérale, mais quand il s'agit du comptage des fissures et des fentes développés au sein des constituants du charbon, le résultat n'est pas satisfaisant car il y a une très faible probabilité pour qu'une fissure tombe sous le croisé des fils du réticule. Ainsi avons nous été amené à modifier la technique d'observation en définissant autour du croisé des réticules une zone carrée dont la surface est de  $1225 \mu\text{m}^2$ . Nous comptons à chaque fois la fissure qui tombe dans le carré, ainsi que le macéral au sein duquel elle est développée. L'étude de la fissuration a été également effectuée statistiquement sur un total de 500 points.

### **II.43: Représentation des résultats:**

Les résultats d'une analyse pétrographique peuvent être présentés sous les différentes formes. Ici deux types de diagramme ont été adoptés, afin de faciliter la



comparaison entre la composition macérale des divers combustibles.

#### **II.431: Diagramme vertical:**

Ce diagramme montre la teneur en macéraux et en matières minérales, et compare les diverses fractions d'un même combustible entre elles. Compte tenu d'une grande différence de teneur en différents macéraux dans les charbons, il est préférable d'adopter pour un même histogramme plusieurs échelles différentes, dans le but de mieux représenter les macéraux qui existent en faible quantité. Ainsi un centimètre présente pour:

- La Collinite : 20 %.
- La Télinite : 0.5 %.
- La Vitrodétrinite : 10 %.
- La Sporinite : 1 %.
- La Cutinite : 0.5 %.
- La Résinite : 0.5 %.
- La Micrinite : 2 %.
- La Macrinite : 2 %.
- La Semi-fusinite : 10 %.
- La Fusinite : 10 %.
- La Sclérotinite : 0.5 %.
- L'Inertodétrinite : 10 %.
- La Matière minérale : 10 %.

#### **II.432: Diagramme horizontal:**

Le diagramme horizontal permet de représenter la teneur en pourcentage des différents groupes de macéraux; Vitrinite, Exinite, et Inertinite.

Pour avoir une vue d'ensemble des variations de ces groupes de macéraux, le diagramme concernant l'échantillon de référence (échantillon moyen), et ceux des diverses classes granulométriques ont été rassemblés, afin de simplifier leur comparaison.

## **II.5: Détermination du pouvoir réflecteur:**

### **II.51: Principe :**

Le rang ou le degré de houillification d'un charbon peut être déterminé par la mesure de son pouvoir réflecteur. Ce dernier est défini comme le rapport de l'intensité de la lumière réfléchie, à celle de la lumière incidente frappant perpendiculairement une surface plane. Sa valeur exprimée en pourcentage de la lumière incidente varie selon le degré d'évolution du charbon.

### **II.52: Description du matériel :**

L'appareillage disposé comprend :

- un microscope à réflexion "Leitz", muni d'un photomultiplicateur MPV compact.
- un appareil stabilisateur du courant (matériel Knott Electronik), alimentant une source lumineuse monochromatique de longueur d'onde 546 nm.
- un galvanomètre enregistreur Leitz permettant la détermination du pouvoir réflecteur.d'étalon, la correction de la lumière parasite et l'affichage numérique des valeurs du pouvoir réflecteur.
- un potentiomètre alimentant une source lumineuse polychromatique pour l'observation des échantillons en lumière réfléchie.
- un étalon de référence qui donne la valeur du pouvoir réflecteur pour des différentes longueurs d'onde.

Les mesures de la réflectance s'effectuent à une température constante  $t = 20^{\circ}\text{C}$ . l'indice de réfraction d'huile à immersion,  $n = 1,5180$  ; et la longueur d'onde choisie (546 nm) est celle qui a été normalisée pour les charbons.

### **II.53: Mode opératoire:**

La réflectance d'un charbon est déterminée par comparaison à une substance étalon dont le pouvoir réflecteur est connu.

La détermination du degré de houillification nécessite au moins 100 mesures, ici effectuées sur l'échantillon moyen en grains, en vérifiant l'étalonnage après chaque série de 25 mesures. Afin de pouvoir comparer les valeurs obtenues, on effectue la mesure du pouvoir réflecteur de préférence sur la collinite pris comme macéral de référence en raison de son homogénéité et de la continuité de ses propriétés au cours de houillification.

Du fait de l'anisotropie du charbon, la vitrinite présente une bireflectance, d'où la distinction d'un pouvoir réflecteur minimal et un pouvoir réflecteur maximal. Dans cette étude, on ne tient compte que des valeurs du pouvoir réflecteur maximal, qui nous permet de connaître exactement le degré d'évolution d'un charbon. Sa valeur est obtenue en faisant tourner la platine du microscope de 360°.

Sachant que la réflectance d'un charbon est indépendante de sa granulométrie, il est toutefois important d'effectuer les mesures sur des plages de collinite assez étendues et dépourvues des inclusions minérales, des fissures et des cassures dues au polissage, qui pourraient influencer les résultats.

### **II.54: Présentation des résultats:**

Les histogrammes sont tracés à partir des cent valeurs du pouvoir réflecteur rassemblées par groupes de 0.05 % de réflectance. Ces groupes forment ainsi des demi-classes de vitrinite. On a donc pour limite de classes par exemple:

0.40 - 0.44

0.45 - 0.49

Les histogrammes portent en abscisse le pourcentage du pouvoir réflecteur de la vitrinite, et en ordonnée le nombre de points par tranche de 0.05 % de réflectance. A partir des cent valeurs obtenues, on calcule pour chaque échantillon la moyenne arithmétique, la variance ( $v$ ), et l'écart-type ( $\sigma$ ).

## II.6: COMBUSTION DES CHARBONS

### II.6.1: Conditions expérimentales, appareillage:

La figure n° 4, montre le schéma simplifié de l'appareillage utilisé. Les particules de charbon destinées à la combustion, ont initialement une granulométrie comprise entre 0,5 et 1 mm. Une particule ou un nombre limité de particules placées dans un panier métallique de 40  $\mu\text{m}$  de maille sont brûlées à l'intérieur d'un four en position verticale, maintenu à une température de 850 °C, sous un courant descendant soit oxydant (5 % d'oxygène et 95 % d'azote), soit inerte à 100 % d'azote sous un débit de 20 litres/heure .

Le panier est maintenu en position par un fil métallique relié à un système électromagnétique qui permet par l'interruption du courant à la fin du temps de réaction choisi, de mettre fin à la réaction en extrayant rapidement le produit du four. La température de la réaction est contrôlée par un thermocouple chromel-alumel positionné à quelques millimètres du panier.

A chaque essai on limite le nombre de particules du charbon afin d'éviter la coalescence et même le contact possible entre elles. Pour obtenir des résultats significatifs, il est nécessaire de répéter les opérations à plusieurs reprises (environ 20 fois) pour avoir un nombre suffisant de particules qui varie entre 400 et 500 selon leur dimension.

Les particules récupérées après leur passage au four sont tamisées et chaque fraction est pesée afin de déterminer sa répartition par tailles. Ces particules ainsi préparées sont scindées en deux parties: l'une pour la mesure de la surface spécifique B.E.T. (Brunauer.J, Emmett.P, et Teller.E), et l'autre qui fera l'objet d'une étude sur sa composition pétrographique.

La combustion des charbons a été réalisée au Laboratoire de Cinétique et Chimie de la Combustion de l'université de Lille.

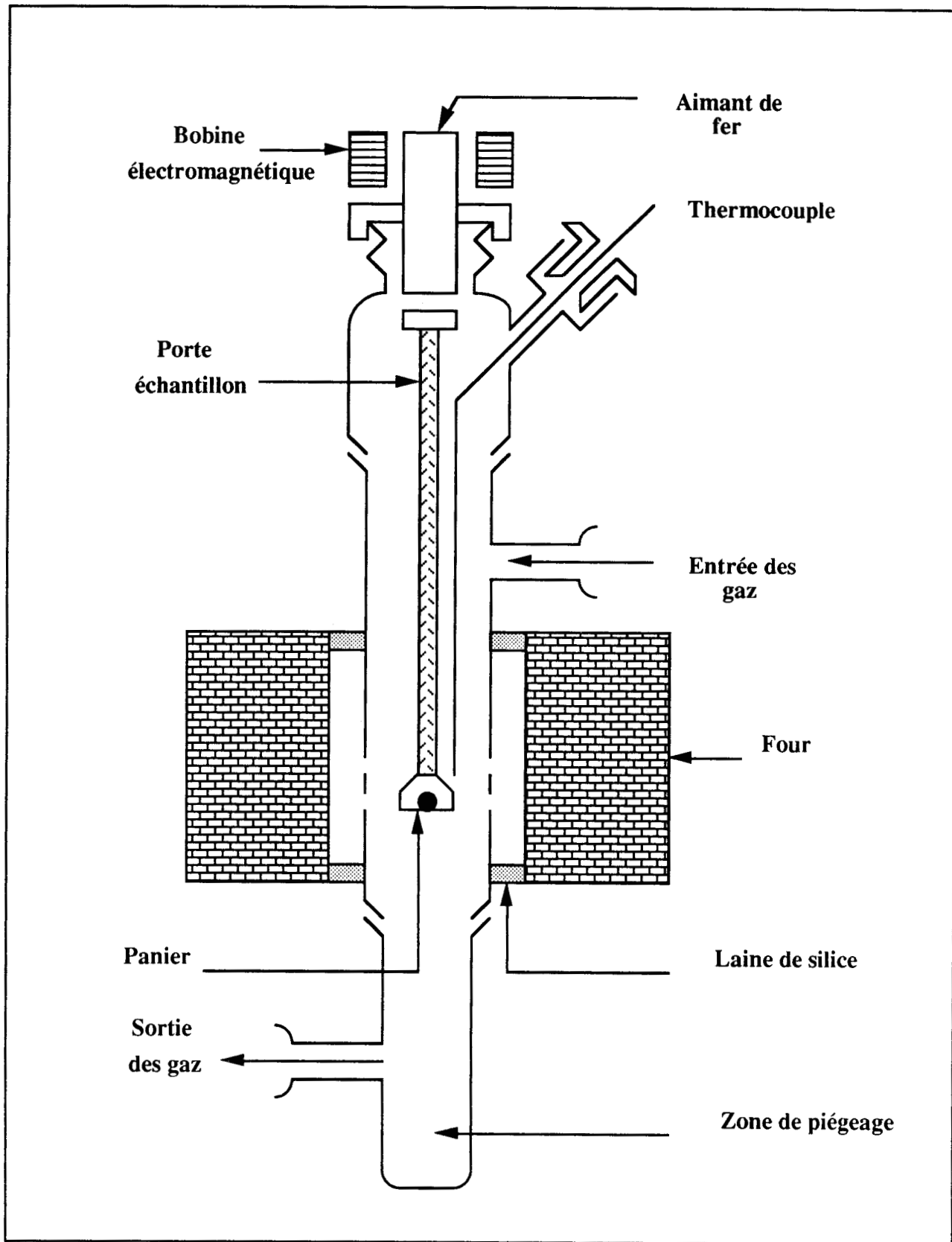


Fig. 4: Schéma simplifié du dispositif expérimental pour la combustion.

## II.62: Etude de la distribution massique:

Les particules piégées dans la zone froide après les divers temps de réaction subissent un tamisage. Les fractions ainsi obtenues seront pesées afin de déterminer la distribution en taille des particules et de connaître les variations des paramètres tels que la fragmentation, le gonflement et la perte de masse.

Si on considère que les particules sont initialement distribuées entre  $d_1$  et  $d_2$ , la fragmentation serait donc le rapport entre la masse de la population de grains de taille inférieure ou égale à  $d_1$  et la masse totale récupérée de toutes les populations ( $\sum_i m_i$ ). Le rapport entre la masse de la population des grains de taille supérieure ou égale à  $d_2$  et la masse totale récupérée est exprimé par le gonflement. La perte de masse se traduit par le rapport entre la masse totale récupérée après la réaction et la masse initiale ( $m_0$ ).

$$\% \text{ Fragmentation} = \frac{m_i (d \leq d_1)}{\sum_i m_i}$$

$$\% \text{ Gonflement} = \frac{m_i (d \geq d_2)}{\sum_i m_i}$$

$$\% \text{ Perte de masse} = \frac{\sum_i m_i}{m_0}$$

$m_i$ : Masse de particules.

$d_1$ : Limite inférieure de la distribution initiale des particules.

$d_2$ : Limite supérieure de la distribution initiale des particules.

$\sum_i m_i$ : Masse totale récupérée après la combustion.

$m_0$ : Masse initiale.

## II.63: Etude de la surface spécifique B.E.T.:

La surface spécifique des particules de charbon a été étudiée au moyen de l'appareil QUANTASORB JUNIOR, en employant la technique d'adsorption à partir d'un mélange composé d'un gaz adsorbant (Azote) et d'un gaz porteur non adsorbant (Hélium).

Les courbes isothermes d'adsorption et de désorption tracées par l'appareil peuvent être variables du fait de la complexité de la structure poreuse de l'échantillon.

L'opération comprend les étapes suivantes:

- Dégazage de l'échantillon sous l'azote en chauffant à l'aide d'un four entre 110 et 140 ° C durant 30 à 45 minutes.

- Enregistrement d'adsorption en immergeant la cellule contenant l'échantillon dans un refroidissant approprié; N<sub>2</sub> liquide (-196° C), quand le mélange gazeux est N<sub>2</sub>,He. La fin de l'adsorption est marquée par une absence de différence entre les conductivités thermiques des gaz entrant et sortant de la cellule contenant l'échantillon.

- Enregistrement de désorption en dehors du bain refroidissant, ce qui entraîne le départ de gaz de la cellule d'échantillon. Les processus d'adsorption et de désorption se traduisent par la mesure de la variation de conductivité thermique du flux gazeux.

- Calibrage du pic de désorption en injectant un volume de gaz adsorbant dans le flux gazeux et en notant le volume prélevé. L'opération de calibrage permet de connaître le volume du gaz adsorbé par la surface d'échantillon.

Les valeurs de la surface spécifique ont été calculées pour tous les charbons étudiés sous l'azote pur et à 5 % d'oxygène, à partir de l'équation:

$$S = \frac{3,980}{m_{\text{éch}}} \left( 1 - \frac{P}{P_0} \right) \frac{A}{A_{\text{cal}}} \cdot V_{\text{cal}}$$

Dans laquelle:

S : surface spécifique (m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>).

3,980 : constante d'appareillage .

m éch : masse d'échantillon .

P : pression partielle de l'azote .

P<sub>0</sub> : pression de la vapeur saturante de l'adsorbant (N<sub>2</sub>) .

P/P<sub>0</sub> : Pression relative.

A : valeur de l'intégrateur pour la mesure .

A<sub>cal</sub> : valeur de l'intégrateur pour le calibrage .

V<sub>cal</sub> : valeur du gaz adsorbant servant au calibrage (ml)





**CHAPITRE III**

**RESULTATS ET INTERPRETATIONS**



### **III.1: Analyses granulométriques**

#### **III.11: Etude granulométrique des diverses fractions:**

##### **III.111: Broyage et tamisage à sec:**

Les échantillons retenus pour cette étude ont tous été broyés par un même procédé (cf.II.21) afin de mettre en évidence leur aptitude à la fragmentation. Le déroulement de ce procédé a été décrit au chapitre premier.

Une fois le broyage terminé, le contenu de chaque tamis est pesé pour en déterminer le pourcentage en poids. Les résultats ainsi obtenus sont représentés sous forme d'histogrammes, pour les diverses classes granulométriques. Il reste à préciser que ce procédé de broyage a été appliqué aux différents échantillons tels qu'on les avait reçu pour quelques uns sous forme de blocs, comme les échantillons ayant pour référence SAF, NPC, LG, ED 2038, MC7, FLS, FLG, et pour d'autres comme MC1, ED 1967, ED 2169, et ED 2265 déjà concassé et comprenant des fractions dont les morceaux ont une dimension de l'ordre de centimètre.

Bien que la broyabilité et l'aptitude à la fragmentation soient liées aux différentes propriétés physiques et chimiques, on note toutefois, selon qu'on utilise une masse initiale en blocs ou en grains, on peut obtenir pour un même charbon des différentes proportions de fractions fines .

##### **III.112: Etude quantitative:**

###### **III.112.1: Les répartitions granulométriques:**

A première vue la distribution de taille des particules semble avoir une allure identique pour tous les échantillons étudiés. La classe de 400  $\mu\text{m}$  contient une plus forte proportion de particules par rapport aux autres classes granulométriques. Pour tous les échantillons le classement en pourcentage de poids de particules, après avoir atteint son sommet au niveau des refus compris entre 630 et 400  $\mu\text{m}$ , décroît pour atteindre son

niveau le plus bas, c'est à dire les fractions ayant pour limite inférieure 100  $\mu\text{m}$  et limite supérieure 160  $\mu\text{m}$ .

Ce qui différencie nettement un charbon d'un autre, c'est en effet sa teneur en poudre fine, c'est à dire les particules ayant une taille inférieure à 100  $\mu\text{m}$ . Nous verrons par la suite l'influence des différents facteurs qui contrôlent cette variation de teneur en particules fines.

Les valeurs de pourcentage en poids des diverses fractions granulométriques sont représentées par le tableau n° 6.

	Classe 630 $\mu\text{m}$ (% massique)	Classe 400 $\mu\text{m}$ (% massique)	Classe 250 $\mu\text{m}$ (% massique)	Classe 160 $\mu\text{m}$ (% massique)	Classe 100 $\mu\text{m}$ (% massique)	Classe <100 $\mu\text{m}$ (% massique)
<b>AF</b>	17,15	27,42	18,98	11,74	8,6	16,11
<b>NPC</b>	14,78	26,14	18,28	11,93	8,83	20,04
<b>LG</b>	15,64	26,42	19,26	13,79	8,85	16,04
<b>MC1</b>	22,24	27,46	16,68	12,08	6,93	14,61
<b>MC7</b>	12,73	22,32	16,07	14,48	9,46	24,94
<b>FL G</b>	11,09	23,61	18,06	14,77	9,48	22,99
<b>FL S</b>	14,86	28,2	19,82	13,81	8,4	14,91
<b>ED 1967</b>	15,35	29,56	20,39	13,56	7,51	13,63
<b>ED 2038</b>	14,99	25,17	16,45	15	8,66	19,73
<b>ED 2169</b>	28,71	29,99	16,23	11,63	5,74	7,7
<b>ED 2265</b>	25,04	28,74	17,89	10,83	6,31	11,19

Tab. 6: Pourcentages en poids des diverses classes granulométriques des échantillons.

### **III.112.2: Les charbons du bassin de Blanzly:**

Les deux anthracite du bassin de Blanzly portent les références MC 1 et MC 7. L'examen des histogrammes (figure n° 5), montre que la distribution de taille des particules n'est pas tout à fait identique pour ces deux charbons. Au cours du broyage, la granulométrie de MC 1 semble diminuer d'une manière plus continue que celle de l'échantillon MC 7. On remarque également que pour ces deux échantillons, la proportion des particules supérieures à 400 et 630  $\mu\text{m}$  varie en sens inverse de celle des particules fines (inférieures à 100  $\mu\text{m}$ ).

Ceci peut s'expliquer par le fait qu'à l'état initial l'échantillon MC 1 étant réduit en petits fragments, certaines particules subissent une fragmentation de courte durée. De ce fait la teneur en particules supérieures à 400  $\mu\text{m}$  demeure élevée. Dans ces conditions la durée du broyage étant plus courte, la proportion des fractions fines sera plus restreinte.

Le comportement au broyage de l'échantillon MC 7 peut être expliqué en partant du même raisonnement. Ses fragments ayant une taille importante subissent une fragmentation répétée ce qui se traduit par une forte augmentation en teneur de la fraction fine qui par rapport aux autres classes granulométriques montre la quantité la plus élevée.

### **III.112.3: Les charbons de bassins du Nord-Pas-de-Calais, du Gardanne, et le charbon sud-africain:**

Ces échantillons portent respectivement les références NPC, LG, et SAF. Ce sont des charbons différents du point de vue de leur degré de houillification. Bien que leur répartition granulométrique soit assez semblable, néanmoins ils montrent une légère différence au niveau de la proportion des particules fines (figure n° 6).

Le raisonnement décrit précédemment pour les échantillons MC 1 et MC 7 peut être également valable pour ces trois charbons en considérant que les fragmentations consécutives des particules ayant initialement une dimension importante entraînent une production assez élevée de particules fines. Ces dernières montrent des proportions sensiblement identiques pour SAF et LG tandis qu'elle est plus élevée pour NPC.

Sachant que l'échantillon du Nord-Pas-de-Calais est un charbon très évolué par rapport aux autres échantillons, il faut y voir le rôle prépondérant des diverses propriétés de ces charbons qui influent sur leur friabilité et leur aptitude à la fragmentation. Ceci sera détaillé dans la partie consacrée à l'étude qualitative des charbons

#### **III.112.4: Les charbons ED 1967, ED 2038, ED 2169 et ED 2265:**

Parmi ces échantillons seul le ED 2038 était au départ sous forme de blocs. Ces charbons différents au point de vue de leur évolution représentent par leur degré de houillification quelques étapes du processus de la carbonification. En examinant les histogrammes construits (figure n° 7), à partir des résultats obtenus on aperçoit que ceux de ED 2169 et ED 2265 sont quasi-semblables avec un pourcentage élevé pour les particules supérieures à 400  $\mu\text{m}$  et une diminution régulière de proportion des particules comprises entre 100 et 400  $\mu\text{m}$ . Quant aux particules fines, elles représentent des quantités assez faibles

Pour l'échantillon ED 1967, on remarque une fragmentation plus poussée qui tend à diminuer la proportion des fractions supérieures à 630  $\mu\text{m}$  et à augmenter celle des particules fines. La quantité des autres classes granulométriques diminue d'une manière régulière.

En ce qui concerne le lignite ED 2038, on constate une augmentation de la teneur en particules fines (peut-être due à une fragmentation plus importante) qui a pour conséquence une diminution de la teneur en particules supérieures à 630  $\mu\text{m}$ .

#### **III.112.5: Les charbons du bassin de Lorraine:**

Ces charbons proviennent du siège de Merlebach du bassin houiller de Lorraine. Il s'agit d'un flambant gras (FLG) et d'un flambant sec (FLS) dont le prélèvement a été réalisé respectivement dans la veine 15 et dans la veine Louise.

L'examen microscopique de ces deux charbons montre une friabilité importante pour celui de (FLG) qui est d'ailleurs confirmée par le broyage entraînant une diminution de la proportion des fractions supérieures à 630  $\mu\text{m}$  et une augmentation de la quantité des particules fines atteignant un pourcentage assez élevé par rapport aux autres classes granulométriques.(figure n° 8).

Le flambant sec réagit différemment vis à vis du broyage avec une répartition de dimension des fractions comprises entre 100 et 630  $\mu\text{m}$  plus régulière et une aptitude à fournir des particules très fines moins grandes par rapport au flambant gras.

### III.112.6: Discussion et conclusion:

D'une manière générale l'état initial de l'échantillon brut, qu'il soit en bloc ou déjà concassé, semble influencer la distribution de taille des grains au cours du broyage. De ce fait, la durée du broyage peut être plus longue lorsqu'il s'agit de blocs en raison de fragmentations consécutives ou plus réduite pour des morceaux de charbon ayant une taille moins importante. Ces derniers acquièrent plus vite la taille qui convient pour passer entre les mâchoires du broyeur comme ce fut le cas pour certains échantillons précédemment cités. Il devient alors difficile d'établir une comparaison précise entre ces divers charbons.

En ce qui concerne la proportion des différentes classes granulométriques il faut toute fois admettre lors du tamisage une marge d'erreur due aux formes irrégulières acquises par des grains lors de la fragmentation.

Une étude comparative entre les résultats des mesures granulométriques optiques de la dimension des grains et ceux du tamisage à sec Briquet 1985 montre que l'erreur absolue sur la taille des grains inhérente au tamisage, pourrait affecter jusqu'à 25 % de la population.

Généralement pour tous les charbons broyés la classe granulométrique de 630  $\mu\text{m}$  et celle des fines (inférieure à 100  $\mu\text{m}$ ) semble varier d'une manière antagoniste. Cette variation suggère que la teneur en particules fines dépend de l'état initial du charbon et de la fragmentation due aux premiers temps du broyage qui conditionne également la variation en quantité des particules supérieures à 400  $\mu\text{m}$ .



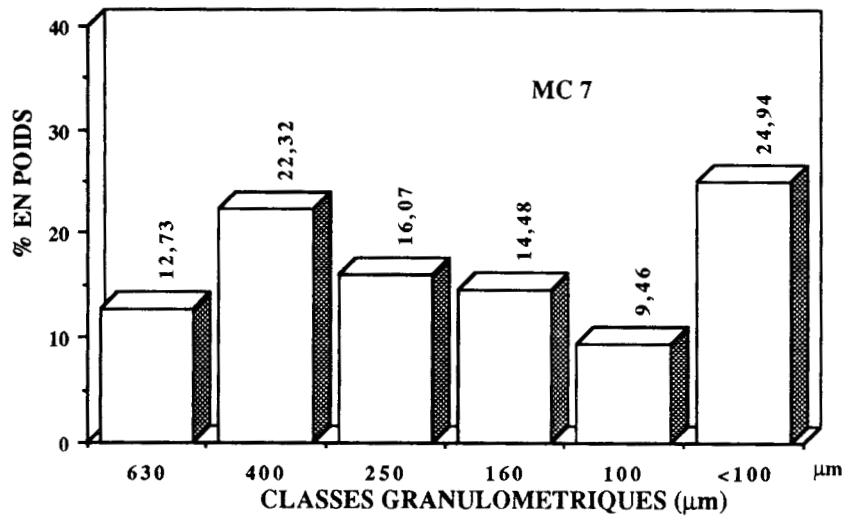
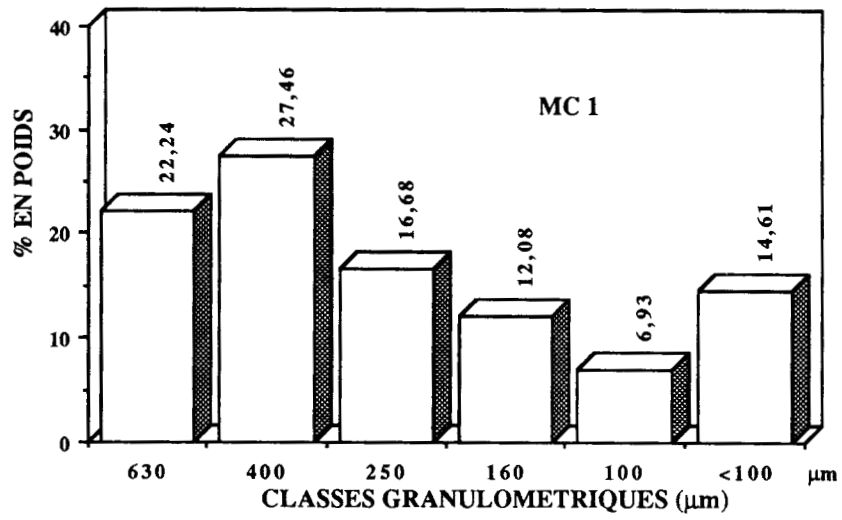


Fig. 5: Distribution massique des diverses classes granulométriques des échantillons MC1 et MC7.

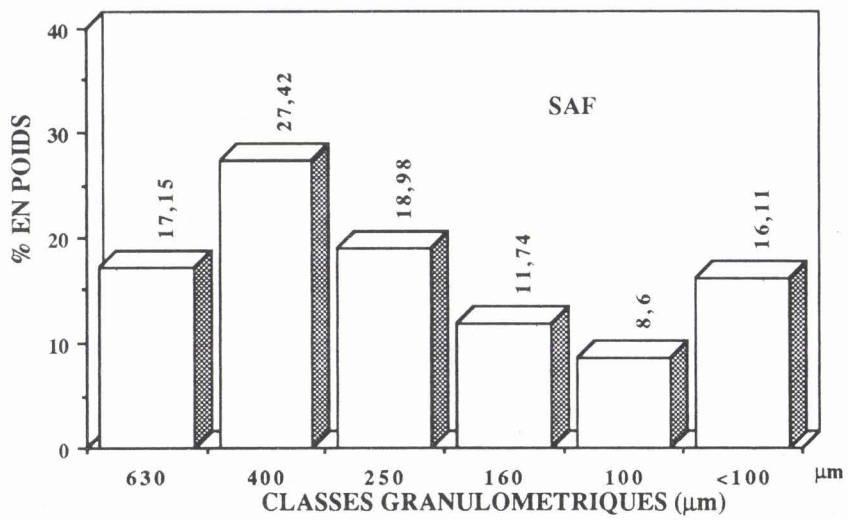
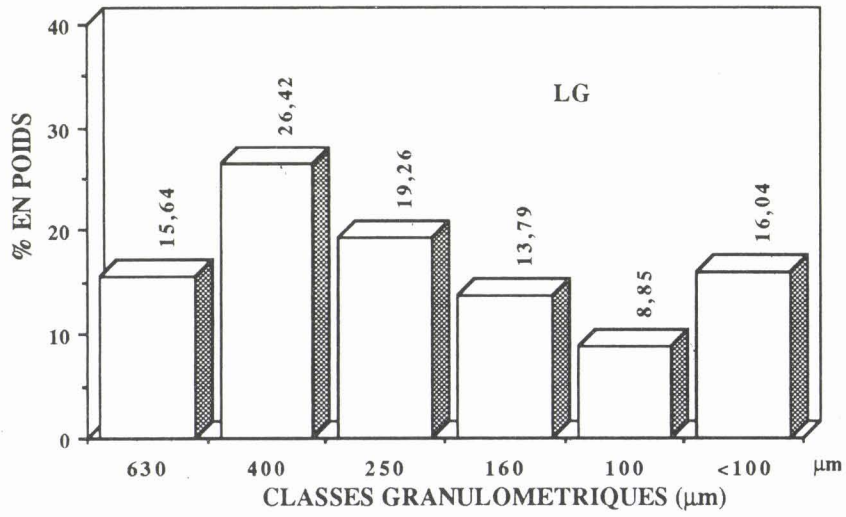
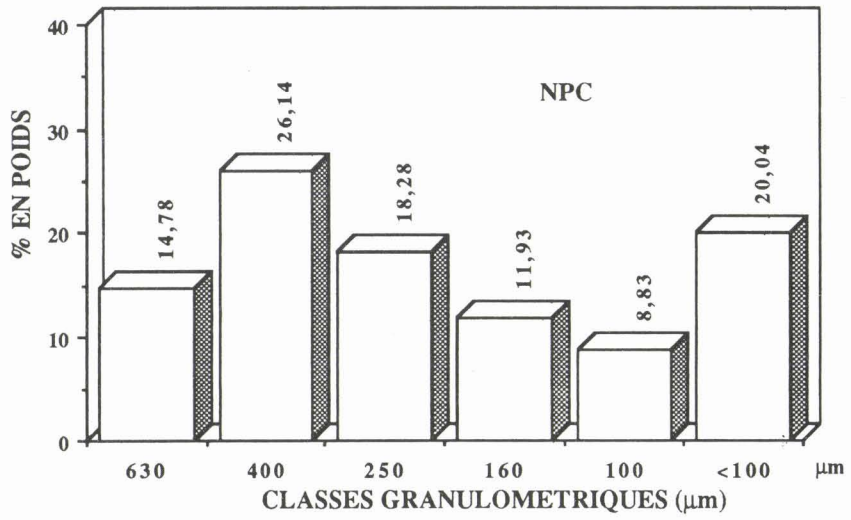


Fig. 6: Distribution massique des diverses classes granulométriques des échantillons NPC, LG et SAF.

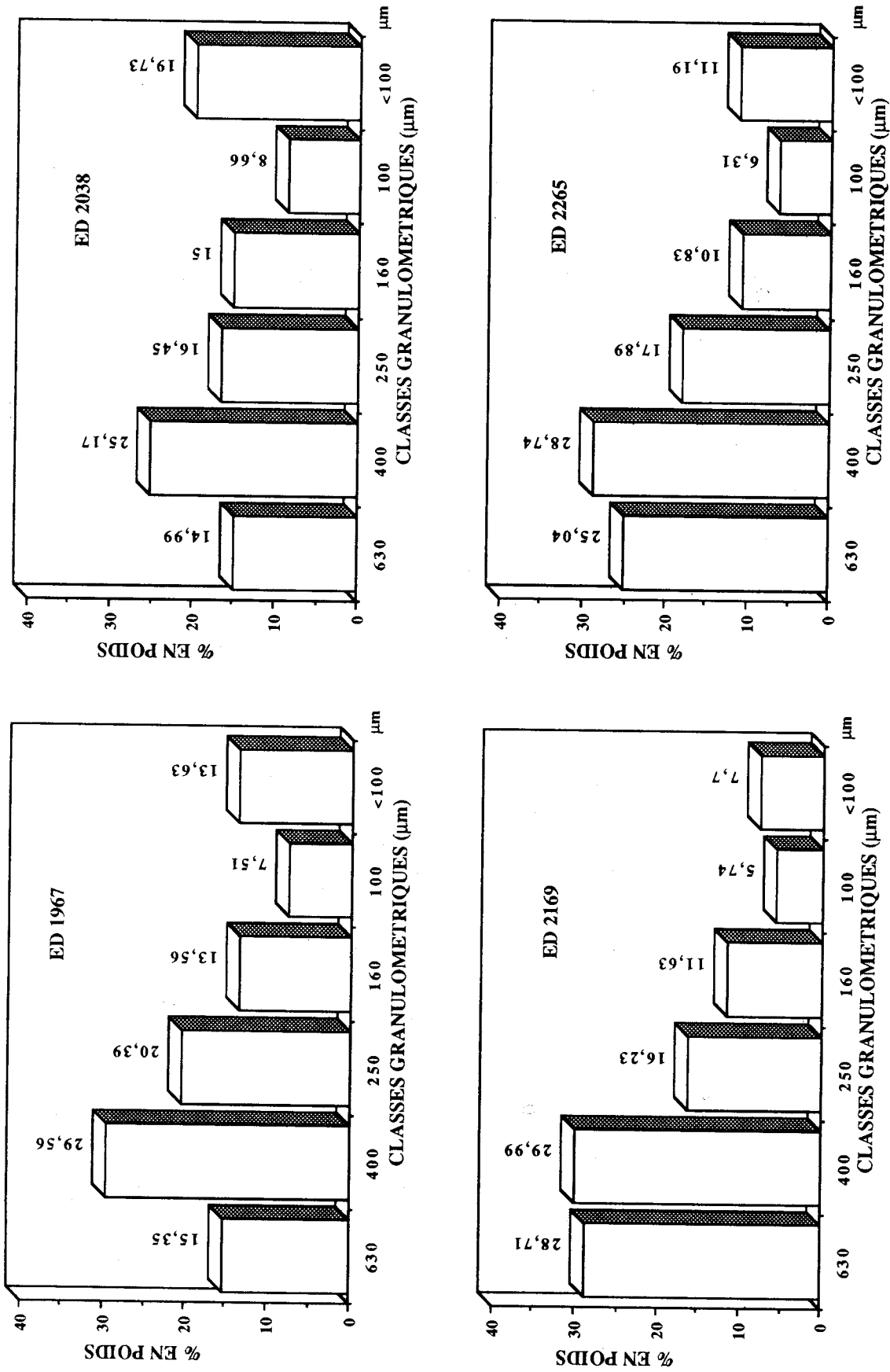


Fig. 7: Distribution massique des diverses classes granulométriques des échantillons ED 1967, ED 2038, ED 2169 et ED 2265.

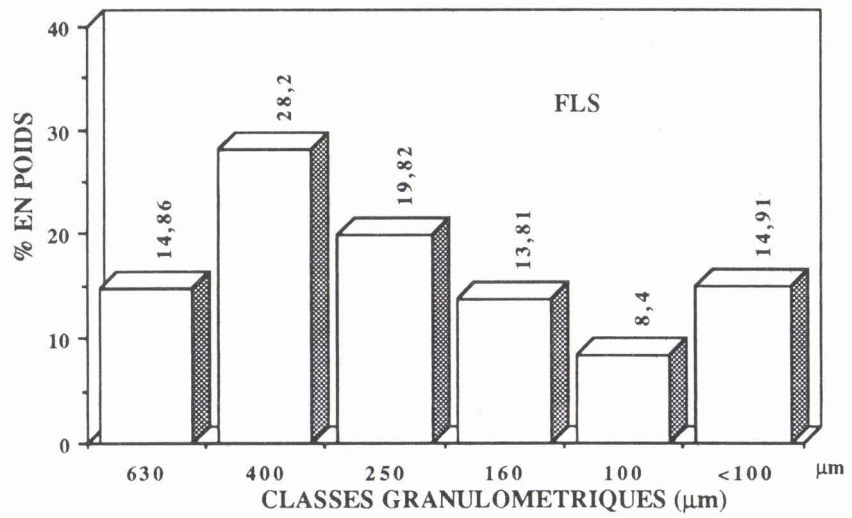
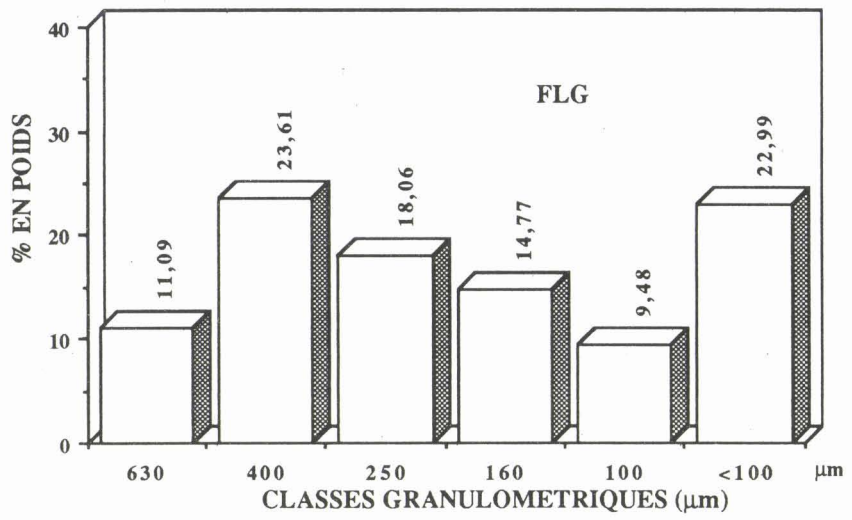


Fig. 8: Distribution massique des diverses classes granulométriques des échantillons FLG et FLS.

### **III.113: Etude qualitative:**

La broyabilité du charbon a fait l'objet d'études de nombreux auteurs; Van Krevelen, 1961; Stach *et al*, 1982; Szwilski, 1985; Hower *et al*, 1987, qui mettent en relation les divers facteurs exerçant une influence sur la résistance mécanique du charbon ou son aptitude à la fragmentation.

La broyabilité est une propriété dont il faut tenir compte lors de l'exploitation minière et lors de la pulvérisation du charbon à usage industriel. Elle est en relation avec la dureté du charbon, sa ténacité et ses fractures. Ces propriétés, elles mêmes, sont influencées par le degré de houillification, la pétrographie macroscopique et microscopique ainsi que la nature et la distribution de la matière minérale.

#### **III.113.1: Influence des facteurs physiques et structuraux:**

Les bassins houillers français présentent des couches de charbon formées par des lits durs et brillants (épais), suivies par des lits durs et mats (peu épais) et par des lits ou des lentilles plastiques et foncés; Alpern 1959.

D'une manière générale, la plupart des charbons lités, suivant leur rang acquis, sont parcourus par des fractures naturelles ou d'origine tectonique. I.C.C.P.; 1963, différencie ces fissures selon leur orientation et les scinde en deux catégories:

- Les fissures "endogènes" : perpendiculaires à la stratification.
- Les fissures "exogènes" : d'origine tectonique qui parcourent les couches du charbon avec une orientation quelconque.

La fissuration dite endogène est principalement rencontrée dans les lits durs et brillants avec une moyenne de 10 à 12 fissures par centimètre linéaire.; Alpern; 1976. La présence de fissures préexistantes diminue la résistance mécanique du charbon. Lors du broyage les lits durs et brillants favorisent l'aptitude du charbon à la microfragmentation en produisant des débits prismatiques qui se concentrent dans les fractions fines et moyennes. La présence des lits compacts et mats au contact des lits durs et brillants entrave la propagation de la fissuration dite naturelle.

Le nombre de fissures au sein des lits augmente considérablement quand la fissuration est d'origine tectonique. La résistance mécanique du charbon diminue du fait de la tectonisation qui intensifie la fragmentation préexistante.

Parmi d'autres facteurs structuraux qui font augmenter la résistance mécanique du charbon on peut citer:

- Une absence ou un faible développement des plans de stratification.
- L'épaisseur des couches hétérogènes à l'intérieur des couches du charbon.

### **III.113.2: Influence du rang et de la composition pétrographique:**

Le comportement au broyage des charbons dépend principalement de leur composition pétrographique et varie avec le rang acquis au cours de la houillification. Ces deux paramètres permettent en effet d'estimer les comportements physiques et chimiques des charbons afin de les qualifier selon leurs propriétés pour les divers usages technologiques.

D'un point de vue physico-chimique la houillification se traduit par un enrichissement progressif en carbone et un appauvrissement en matières volatiles. Parallèlement à ce processus, se produit une modification des propriétés des macéraux notamment en ce qui concerne leur dureté et leur résistance mécanique.

L'étude réalisée par Dreyden, concernant la relation existant entre la broyabilité et le rang (figure n° 9), montre que l'indice de pourcentage de broyabilité atteint son maximum aux alentours d'une teneur en carbone de 90 %.

Le charbon est une substance hétérogène et il est constitué de macéraux qui présentent des compositions chimiques et des propriétés physiques variées. Selon leur concentration préférentielle dans les différentes fractions granulométriques, on constate que ces macéraux ne montrent pas des comportements similaires vis à vis du broyage.

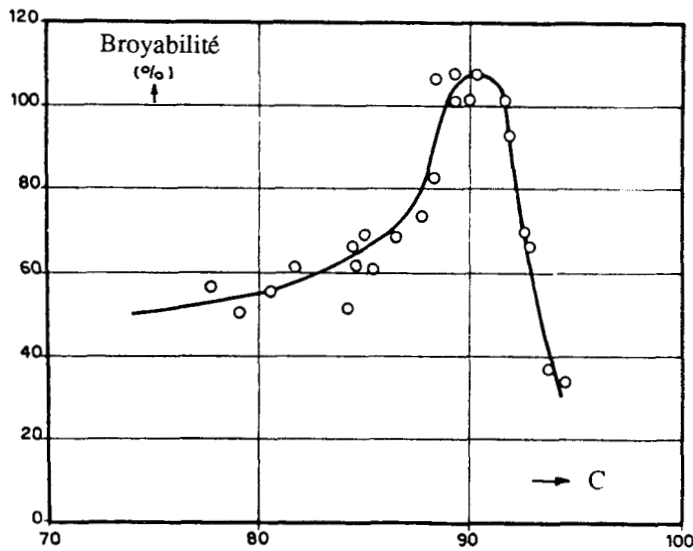


Fig. 9: L'indice de broyabilité de hardgrove du charbon (d'après Dreyden).

### III.113.21: Groupe de la vitrinite :

La vitrinite manifeste une forte tendance à la fragmentation du fait de la fissuration préexistante et elle peut être très fracturée quand le charbon est tectonisé. (planche.II, photo.f). Ainsi sous une haute pression tectonique les lits de vitrite peuvent être totalement mylonitisés. Les fracturations naturelles ou issues de la tectonisation passent le plus souvent par le vitrain.

Les macéraux du groupe de la vitrinite sont les moins résistants et d'après l'étude pétrographique réalisée sur les diverses classes granulométriques on constate que leur teneur augmente de plus en plus quand on se rapproche des fractions fines. Dans les divers échantillons étudiés, nous constatons la présence des fissures au sein de la vitrinite quels que soient le rang ou la dureté du charbon. La présence de fissures dans des charbons peu évolués est due à une perte d'eau provoquant une diminution du volume qui entraîne l'apparition des fissures de retrait.

L'examen microscopique des fractions du charbon révèle que les fragments de collinite ont une forme angulaire ou souvent conchoïdale qui favorise leur concentration dans les fractions fines et moyennes. (planche.II, photo.b).

La vitrinite qui existe en forte proportion dans les charbons humiques les prédispose à la fissuration, ce qui n'est pas le cas des charbons sapropéliques pauvres en vitrinite mais riche en exinite.

### **III.113.22: Groupe de l'exinite:**

La résistance à la fragmentation est l'une des particularités des macéraux du groupe de l'exinite. Dans des lits du charbon la propagation des fissures dites endogènes ou naturelles sont bloquées au contact de l'exinite, notamment par les membranes élastiques des spores, ou des cuticules pourvues d'une paroi épaisse.

L'exinite quand elle se trouve en abondance dans des clarites ou des durites fait diminuer considérablement leur fissuration du fait de son élasticité et augmente leur résistance mécanique par sa grande force de cohésion. L'assemblage de la composition macérale confère à la durite une résistance mécanique plus forte que celle de la clarite, qui elle-même montre une résistance plus élevée que celle de la vitrinite; I.C.C.P.; 1963 .

La proportion en exinite influe donc considérablement sur la granulométrie des clarites et des durites. L'analyse pétrographique des échantillons montre que la teneur en exinite diminue assez régulièrement quand on descend dans le classement granulométrique vers les particules fines, et les macéraux appartenant à ce groupe se concentrent souvent dans les particules ayant une dimension importante.

L'observation microscopique de ces particules grossières montre bien cette particularité. On constate par exemple que les mégasporinites lors du broyage résistent à la fragmentation et de ce fait ils se trouvent souvent en bordure des particules. (planche.II, photo.e). Un mégaspore peut être même entièrement dégagé lors du broyage.

Dans une étude consacrée à des relations entre les propriétés physiques et structurales du charbon, Szwilski; 1985, souligne l'importance des propriétés de l'exinite par le fait que l'indice de broyabilité est probablement influencé considérablement par la variation de la quantité d'exinite dans le charbon.



### **III.113.23: Groupe de l'inertinite**

Le comportement au broyage des macéraux du groupe de l'inertinite est intermédiaire entre ceux de la vitrinite et de l'exinite.

Parmi les macéraux les plus fréquemment rencontrés dans les fractions fines et moyennes des divers échantillons on peut citer la fusinite et la semi-fusinite à cause de leur friabilité plus grande que celle des autres macéraux. Toutefois, il faut noter que l'imprégnation des cavités cellulaires de la fusinite par la matière minérale rend ce macéral plus résistant à la fragmentation et peut se trouver ainsi dans les fractions grossières. D'autres macéraux comme la micrinite et l'inertodétrinite font augmenter la résistance mécanique des microlithotypes qui les contiennent et diminuent ainsi leur aptitude à la fragmentation.

Quant à la sclérotinite elle est très résistante mais elle existe dans les charbons en quantité trop faible pour exercer une influence notable sur la broyabilité du charbon.

L'augmentation de la résistance mécanique des durites est plutôt due à la présence de l'exinite qui par sa ténacité empêche la propagation des fissures. La résistance mécanique du charbon diminue considérablement quand il est riche en fusain; la structure fibreuse du fusain lui confère une grande friabilité mais il peut devenir résistant quand il renferme une forte proportion de substances minérales.

### **III.113.3: Influence de la matière minérale:**

Associés aux macéraux et aux microlithotypes existent des composants sédimentaires inorganiques qui, en forte proportion, peuvent conditionner en partie l'intérêt économique du charbon.

Ces matières minérales demeurent dans le charbon en quantité variable et sous différents aspects soit dispersées soit concentrées. En rapport avec leur influence sur la broyabilité du charbon; Hsieh; 1976; a classé la matière minérale en quatre groupes:

- 1) Les argiles et les sulfates.
- 2) Le quartz, les oxydes, et les silicates.
- 3) La pyrite et les autres sulfures.
- 4) Les carbonates.

Les minéraux du premier groupe sont les plus tendres et ceux du second groupe sont reconnus comme les plus durs.

La matière minérale peut être intimement mélangé au charbon ou être en dépôt dans les fractures et les fissures. L'inclusion des minéraux syngénétiques confère au charbon qui les contient une résistance mécanique importante, tandis que les minéraux déposés dans les fissures et les fractures, peuvent être dégagés au cours du broyage et par conséquent favoriser la fragmentation du charbon.

Au cours des analyses microscopiques des diverses fractions granulométriques, on constate que le type d'association de la matière minérale avec les macéraux, semble jouer un rôle déterminant dans la fragmentation des particules.

Les argiles peuvent être finement dispersés ou se rencontrer en amas isolés. Elles se trouvent le plus souvent dans les échantillons, sous forme de minces filets disposées en bordure des macéraux dans le sens d'allongement du litage du charbon. Cette disposition des argiles, prédispose les charbons à se fragmenter comme le montre la présence des filets argileux en bordure des particules des diverses fractions granulométriques.

Parmi les sulfures, le minéral le plus fréquent est la pyrite ( $\text{FeS}_2$ ). Elle se trouve souvent sous forme de fines concrétions (planche.II, photo.a), ou de grains assez gros. Elle existe également en dépôt dans les fissures, ou encore sous forme framboïdale le plus souvent rencontrées dans les charbons peu évolués. L'observation microscopique des formes framboïdales ou des gros grains en bordure des particules des diverses fractions, suggère que la pyrite sous ces formes montre une meilleure résistance au broyage. On observe dans la résine d'enrobage une dispersion de la pyrite sous forme de grains fins provenant du remplissage des fissures dégagés lors du broyage.

Quant aux carbonates, ils se rencontrent dans les charbons étudiés surtout en remplissage des fissures. Sous cette forme ils peuvent être dégagés lors du broyage et par conséquent jouer un rôle dans la fragmentation des particules.

### **III.12: Analyse granulométrique des fractions fines:**

Les charbons lors du broyage, produisent des fractions fines dont la quantité varie d'un charbon à l'autre. La fraction fine comprend des particules dont la taille est inférieure à 100 microns.

Le mode de distribution de ces particules a été analysé au moyen d'un granulomètre laser dont le principe de fonctionnement a été précédemment décrit (cf II.32). Ce granulomètre détermine le pourcentage en poids des particules comprises entre 0 et 192 microns.

#### **III.121: Relation entre le broyage et la répartition des particules:**

Les fractions fines pour tous les échantillons sont issues d'un tamisage sous 100 microns.

L'examen des histogrammes des divers charbons, obtenus avec ce granulomètre permet de constater l'existence d'une proportion de particules dont la taille est supérieure à 100 microns. Cette proportion variable dans les différents échantillons peut former jusqu'à 25 % de la population des particules fines. Le mélange des fractions supérieures à 100 microns à celles inférieures à cette dimension est dû aux particules aciculaires produites lors du broyage qui traversent le tamis de 100 microns, dans le sens de leur plus grande longueur.

Ces formes irrégulières comme le montre l'examen microscopique des charbons sont à peu près présentes dans toutes les classes granulométriques mais atteignent une proportion de plus en plus élevée quand la granulométrie du charbon tend à diminuer.

#### **III.122: Etude de la répartition granulométrique des fractions fines:**

En examinant les histogrammes concernant les fractions fines des différents échantillons, on constate qu'ils présentent tous une allure bimodale avec une diminution en pourcentage des particules inférieures à 48 microns. Les histogrammes et les courbes cumulatives sont représentés en annexe par les figures A I, A II, A III, A IV, A V et A VI.

La comparaison entre les histogrammes permet de préciser qu'environ 80 % des particules se répartissent entre 16 et 128 microns.

Cette bimodalité est délicate à expliquer du point de vue de la pétrographie, car il est difficile d'effectuer une analyse macérale des particules dont la taille est très réduite.

Afin de connaître le mode de la répartition de ces particules, on calcule à partir des courbes cumulatives l'indice de classement ( $S_0$ ), par la relation:

$$S_0 = \sqrt{Q_{75}/Q_{25}}$$

dans laquelle, "Q", représente les pourcentages à 75, et à 25  $\mu\text{m}$ .

Le classement d'une série granulométrique donnée est déterminé en fonction des variations de l'indice ( $S_0$ ) :

Valeurs de $S_0$ de TRASK		classement du sédiment
1	- 1,17	Très bien classé
1,17	- 1,20	Bien classé
1,20	- 1,35	Moyennement bien classé
1,35	- 1,87	Moyennement classé
1,87	- 2,75	Mauvais classement
	> 2,76	Très mauvais classement

Tab.7: Correspondance entre  $S_0$  et le classement des sédiments (d'après Friedmann. G. M, 1962).

Les échantillons analysés présentent tous un classement moyen, d'après la valeur de leur indice de classement ( $S_o$ ) comprise entre 1,44 pour l'échantillon MC1, et 1,83 pour celui de ED 1967. Seul l'échantillon ED 2169 avec un  $S_o$  égal à 2,09 montre un mauvais classement avec plus de 90 % des particules réparties entre 16 et 128 microns.

Cette méthode est notamment utilisée en sédimentologie, pour évaluer la répartition des sédiments. Il faut toutefois noter que l'adoption de ce procédé pour expliquer la répartition des particules du charbon après le broyage, est tout à fait arbitraire. Néanmoins, comme la fragmentation d'un charbon donné est influencée par divers facteurs tels que le rang, la composition macérale et la teneur en matière minérale, Il est probable que le mode de répartition des particules fines soit assez représentatif de la qualité du charbon.

Le 'fuseau' tracé à partir des courbes cumulatives des échantillons (figure n° 10), par le calcul de l'indice de classement montre qu'il y a une faible variation concernant la répartition des fractions fines et qu'on trouve une homogénéité entre les différents échantillons.

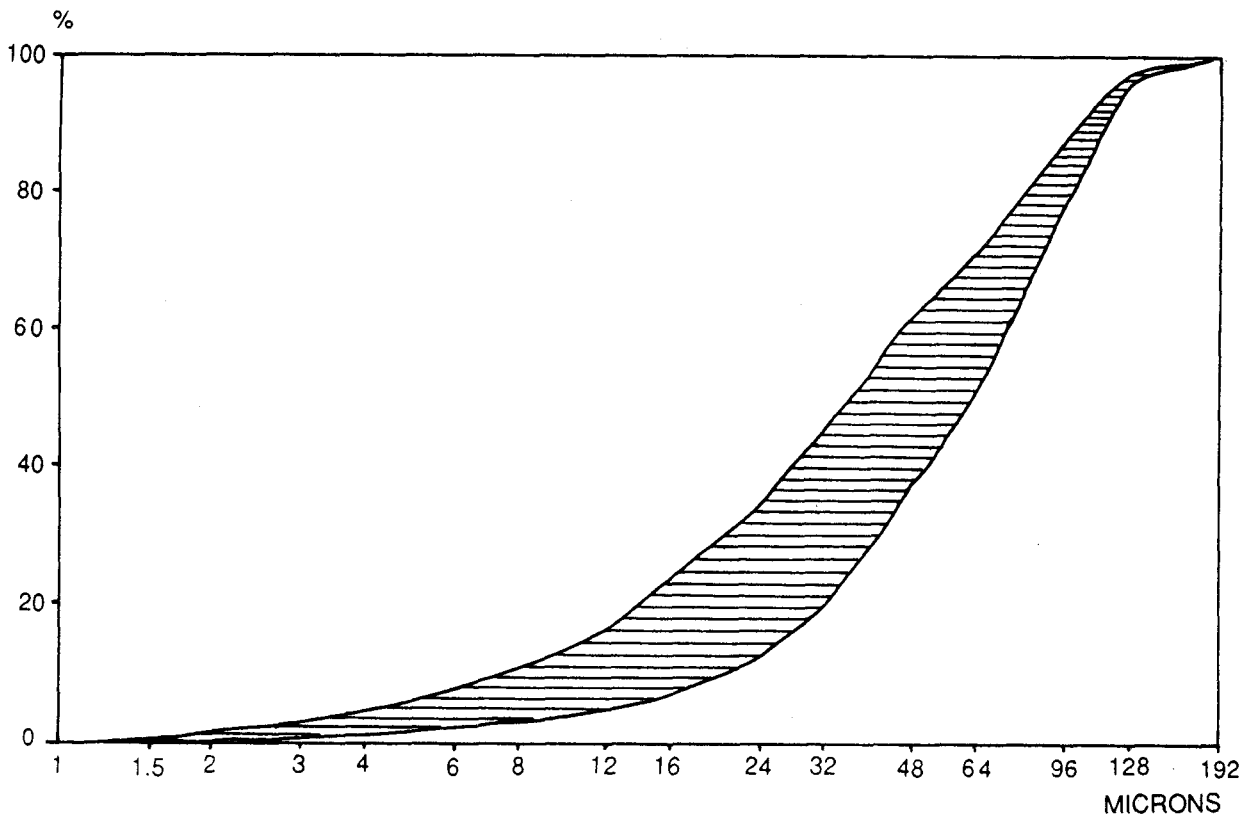


Fig. 10: 'Fuseau' tracé à partir des courbes cumulatives moyennes des échantillons.

La courbe cumulative moyenne représentative de tous les échantillons est présentée par la figure n° 11.

La composition macérale semble jouer un rôle important dans la répartition des particules inférieures à 100 microns. D'après les analyses pétrographiques qui montrent une augmentation progressive des macéraux du groupe de vitrinite vers les fractions de plus en plus réduites, avec une plus grande concentration dans celles de classe de 100 microns, on peut déduire que la majeure partie des fractions fines soit formée par la vitrinite représentée essentiellement par la collinite.

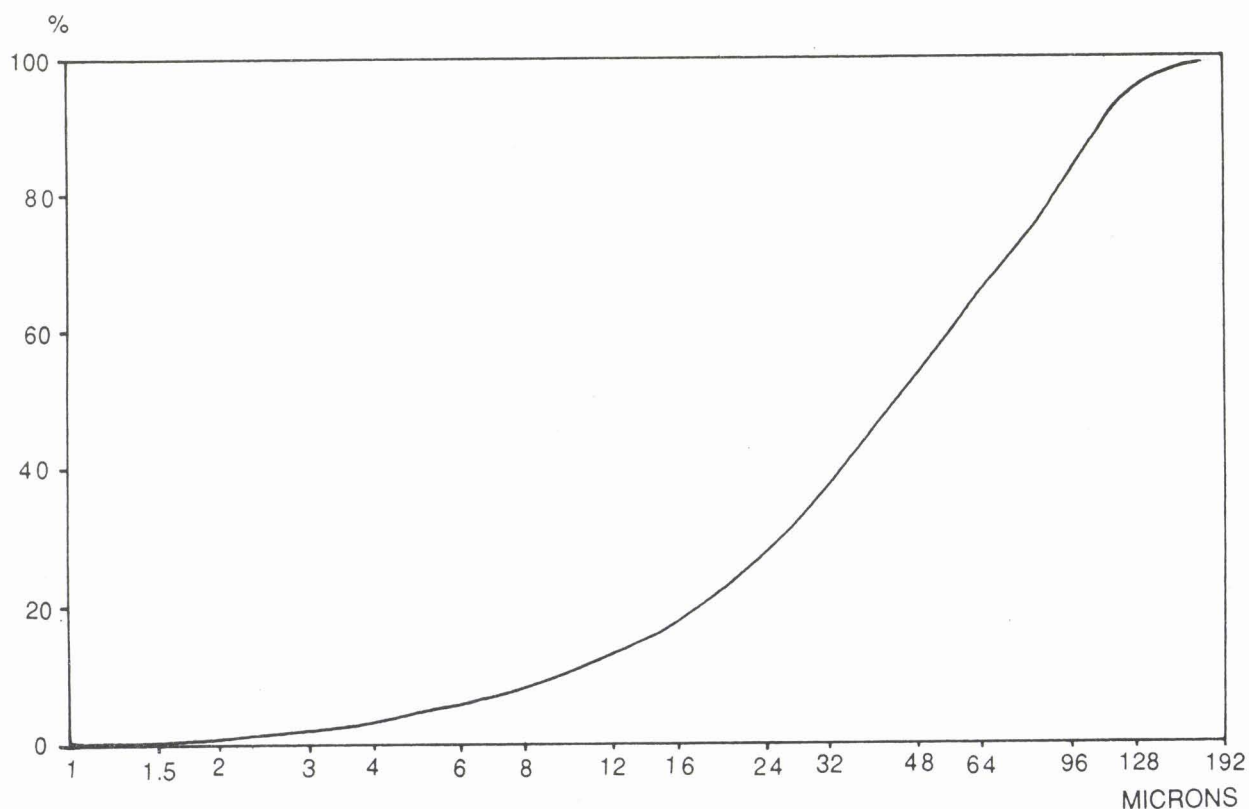


Fig. 11: Courbe cumulative moyenne de la distribution granulométrique des fractions fines des échantillons.

## **III.2: Analyses pétrographiques**

### **III.2.1: Les phénomènes géologiques et leurs conséquences sur la pétrographie du charbon.**

La genèse du charbon nécessite des conditions favorables, telles que le développement d'une végétation dense avec une accumulation dans des milieux sédimentaires; un recouvrement de ces débris végétaux par des sédiments, et enfin une subsidence qui entraîne un affaissement progressif des bassins sédimentaires, permettant ainsi, lors d'une période d'arrêt, une réinstallation de la tourbière qui sera à son tour interstratifiée dans les sédiments.

La formation du charbon depuis l'accumulation des débris végétaux jusqu'à la carbonification conduisant aux formes les plus évoluées, comprend plusieurs étapes successives. Bien que le mécanisme et les facteurs de la transformation de la matière végétale soient les mêmes dans tous les cas, la variation de l'intensité de ces processus conduit à une différence de la composition macérale, en ce qui concerne les charbons européens et ceux provenant de l'hémisphère Sud.

Le rôle des phénomènes géologiques, notamment la subsidence, paraît évident dans l'évolution des charbons durant la phase géochimique.

Les bassins houillers sud-africains sont tous d'origine limnique. Ces bassins renfermant des couches souvent horizontales, se sont développés dans une dépression continentale, à la différence des bassins du nord-ouest européens pour la plupart paraliques, associés au développement des géosynclinaux mis en place à l'échelle régionale; Mackowsky; 1968.

Les résultats des analyses pétrographiques permettent de différencier les charbons de l'hémisphère sud (les charbons gondwaniens) de ceux provenant de l'hémisphère nord (les charbons européens).

La vitrinite constitue le groupe le plus important des charbons européens, alors que les charbons gondwaniens sont très riche en inertinite. La prédominance de la vitrinite dans les charbons européens est due d'une part à un enfouissement assez rapide qui limite l'oxydation des tissus morts et d'autre part à une évolution par l'action de processus métamorphiques dans les profondeurs des bassins subsidents.

Quant aux charbons gondwaniens, leur richesse en inertinite, marquée notamment par une forte teneur en semi-fusinite, est attribuée à un enfouissement lent qui a provoqué une forte oxydation en surface des tissus végétaux.

### **III.22: ANALYSES MACERALES:**

#### **III.221: Composition macérale des échantillons moyens:**

Pour tous les charbons étudiés, les compositions globales en vitrinite, exinite, inertinite et en matières minérales, ont été déterminées en surface polie à partir des échantillons moyens dont la préparation a été précédemment décrite (cf II.2).

#### **III.221.1: Les charbons des Bassins de Blanzly, de la Mure et du Nord Pas-de-Calais.**

Les anthracites provenant du Bassin de Blanzly présentent les mêmes macéraux, mais en teneur différentes. L'échantillon MC 1 contient (56.4 %) de vitrinite et (6.6 %) d'inertinite (figure n° 12). L'échantillon MC 7 (figure n° 13), montre une teneur plus élevée en vitrinite (72 %), et en inertinite (7.2 %). Dans ce charbon les macéraux du groupe de l'exinite sont absents. La teneur en matières minérales très élevée dans ces anthracites atteint (37 %) pour MC 1 et (20.8 %) pour MC 7.

La collinite le macéral dominant de ces charbons, est souvent parcourue par des fissures dont le remplissage se fait par des carbonates et de la pyrite diffuse. Contrairement au MC 7, dominé par des carbonates qui cimentent souvent la semi-fusinite, le MC 1 est riche en argiles disposés en amas ou dans l'allongement du litage du charbon.

L'histogramme de la composition macérale de l'anthracite de La Mure est présenté dans le chapitre concernant la combustion des charbons, (figure n° 40).

Cet échantillon montre une forte teneur en vitrinite (82.6 %) et un faible pourcentage en macéraux du groupe de l'inertinite (10.2 %). Une faible fissuration est développée au sein de la collinite et de la semi-fusinite. La vitrodétrinite et l'inertodétrinite, sont parfois noyées dans une plage composée de matières argileuses et



de sulfure de fer sous forme diffuse. Les argiles se trouvent souvent en masses isolées et les carbonates remplissent les méats cellulaires de la semi-fusinite. La teneur en matière minérale est de (7.2 %) .

L'échantillon moyen de l'antracite du Nord Pas-de-Calais (NPC) présente une forte teneur en vitrinite (68.2 %) et une absence de macéraux du groupe de l'exinite (figure n° 14). L'inertinite (26.8 %) est représentée par une teneur élevée en semi-fusinite (21.4 %).

Les fissures développées particulièrement au sein de la collinite traversent également la fusinite et la semi-fusinite. La matière minérale (5 %) dans cet échantillon est représentée essentiellement par des carbonates et des argiles qui se trouvent souvent en remplissage des cavités cellulaires de la fusinite et de la semi-fusinite.

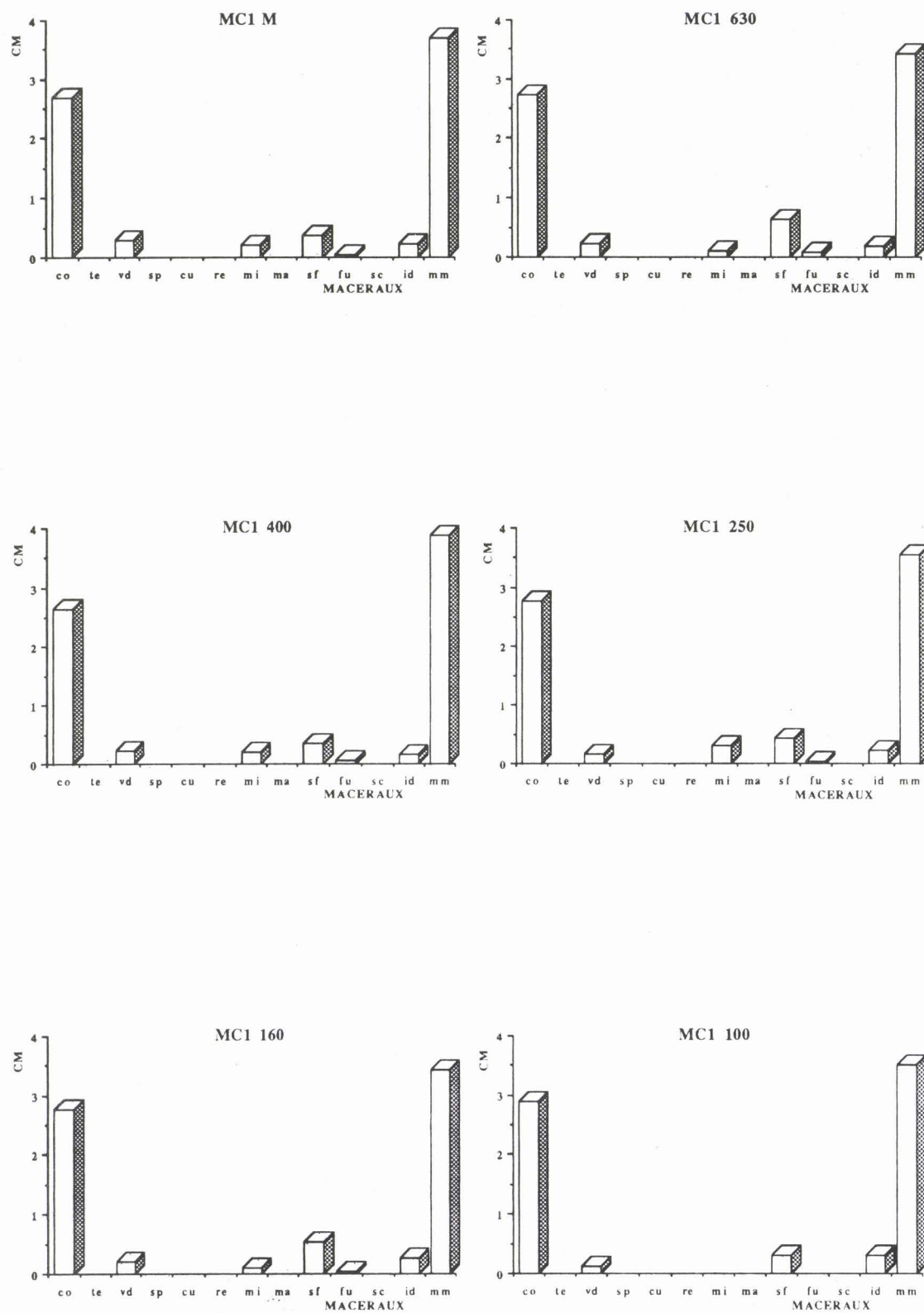


Fig. 12: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques de l'antracite MCI.

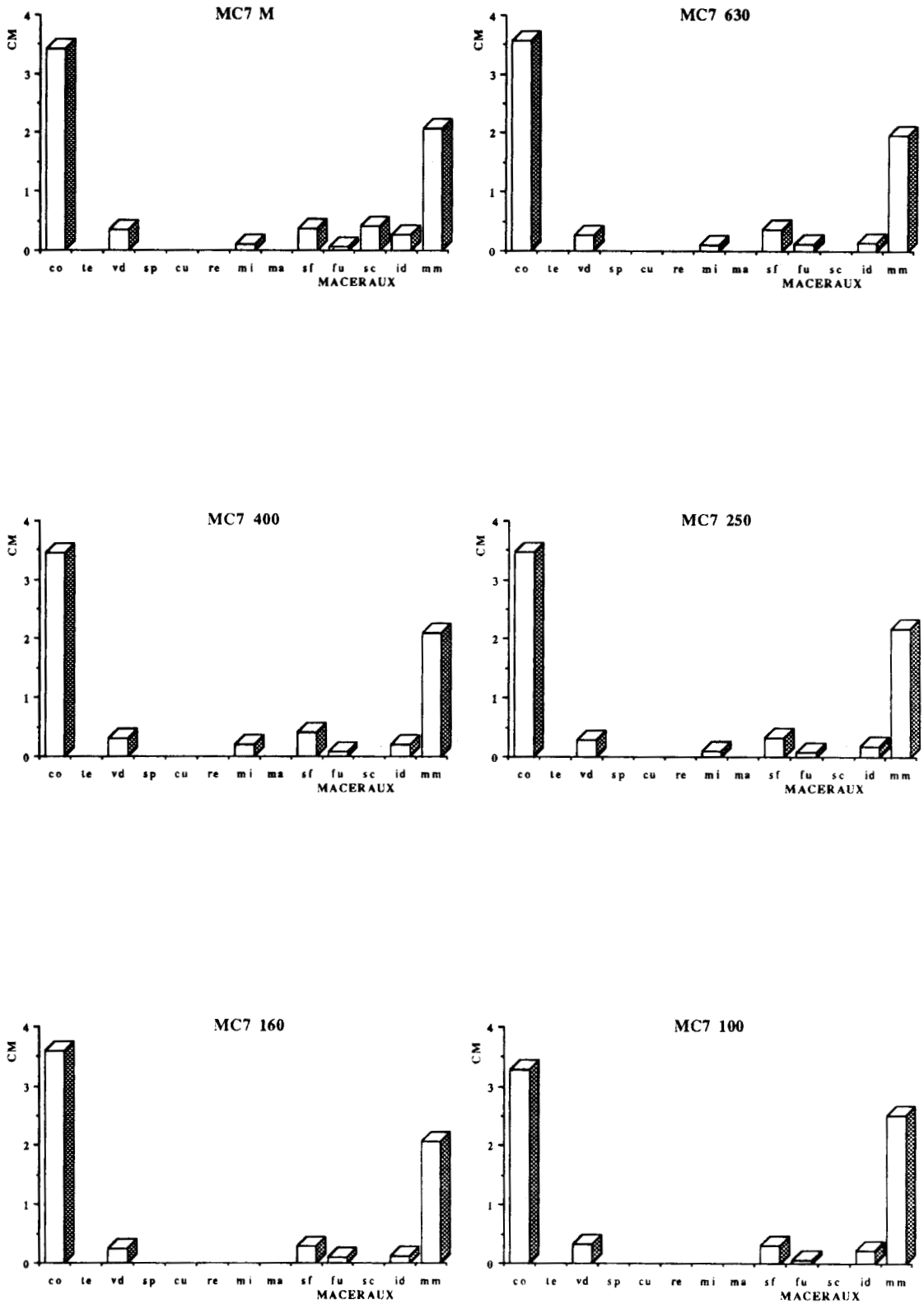


Fig. 13: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques de l'antracite MC7.

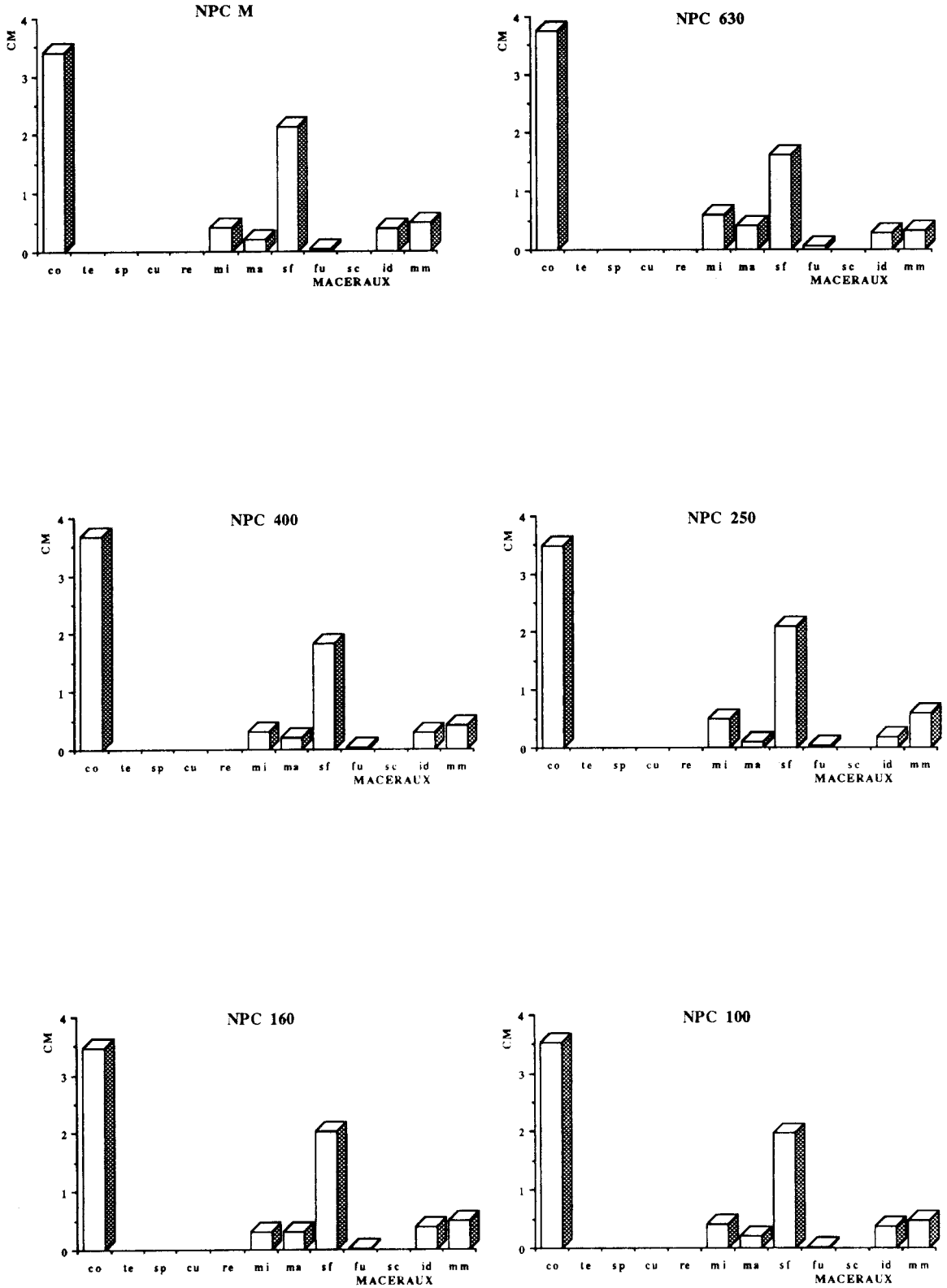


Fig. 14: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques de l'antracite NPC.

### III.221.2: Les charbons des Bassins de Lorraine et de Gardanne:

Les échantillons moyens des trois flambants provenant de houillères de Lorraine (FLS, FLG, FF), montrent des compositions macérales quasiment semblables (figures n° 15 et 16). La teneur en groupes de macéraux et en matières minérales de l'échantillon moyen de ces flambants et la suivante :

FLS	: V (68.2%) ;	E (12.4%) ;	I (15.2%) ;	MM (4.2%) .
FLG	: V (68.6%) ;	E (13.8%) ;	I (14.2%) ;	MM (3.4%) .
FF	: V (68.4%) ;	E (14.2%) ;	I (13%) ;	MM (4.4%) .

La surface des grains présente de nombreuses fissures qui passent essentiellement par la collinite.

Les microsporinites existent en grande quantité dans ces échantillons. Le flambant sec (FLS), par comparaison aux autres échantillons, montre une teneur plus élevée en mégasporinite qui du fait de leur grande résistance mécanique se rencontrent souvent en bordure des grains. Les micrinites se concentrent souvent autour des microspores.

Les argiles existent sous forme de minces filets en bordure des macéraux, notamment la collinite. La pyrite est finement dispersée au sein des macéraux ou elle est sous forme framboïdale. Les carbonates se trouvent en grandes masses ou en remplissage des cavités cellulaires de la fusinite.

Le lignite (LG), représenté par la figure n° 17, et le flambant de Provence (FP) provenant du bassin houiller de Gardanne sont différents par leur teneur en divers macéraux. L'analyse de la composition macérale de l'échantillon moyen de ces charbons donne les résultats suivants:

LG	: V (59.2%) ;	E (12.6%) ;	I (19.2%) ;	MM (9%) .
FP	: V (51.6%) ;	E (7.2%) ;	I (15.4%) ;	MM (25.8%) .

L'observation microscopique de la surface des grains de ces échantillons permet de constater des fissures multiples qui marquent essentiellement la surface de la

collinite. Elles correspondent à des fissures de retrait provoquées par une perte d'humidité.

Le pourcentage élevé en matières minérales dans ces échantillons est marqué par une teneur importante en carbonates, en matières argileuses et en pyrite qui existe sous diverses formes, notamment framboïdale. L'histogramme de l'échantillon moyen du flambant de Provence et celui du flambant de Freyming sont représentés par les figures n° 38 et 39, dans le chapitre concernant la combustion de ces charbons.

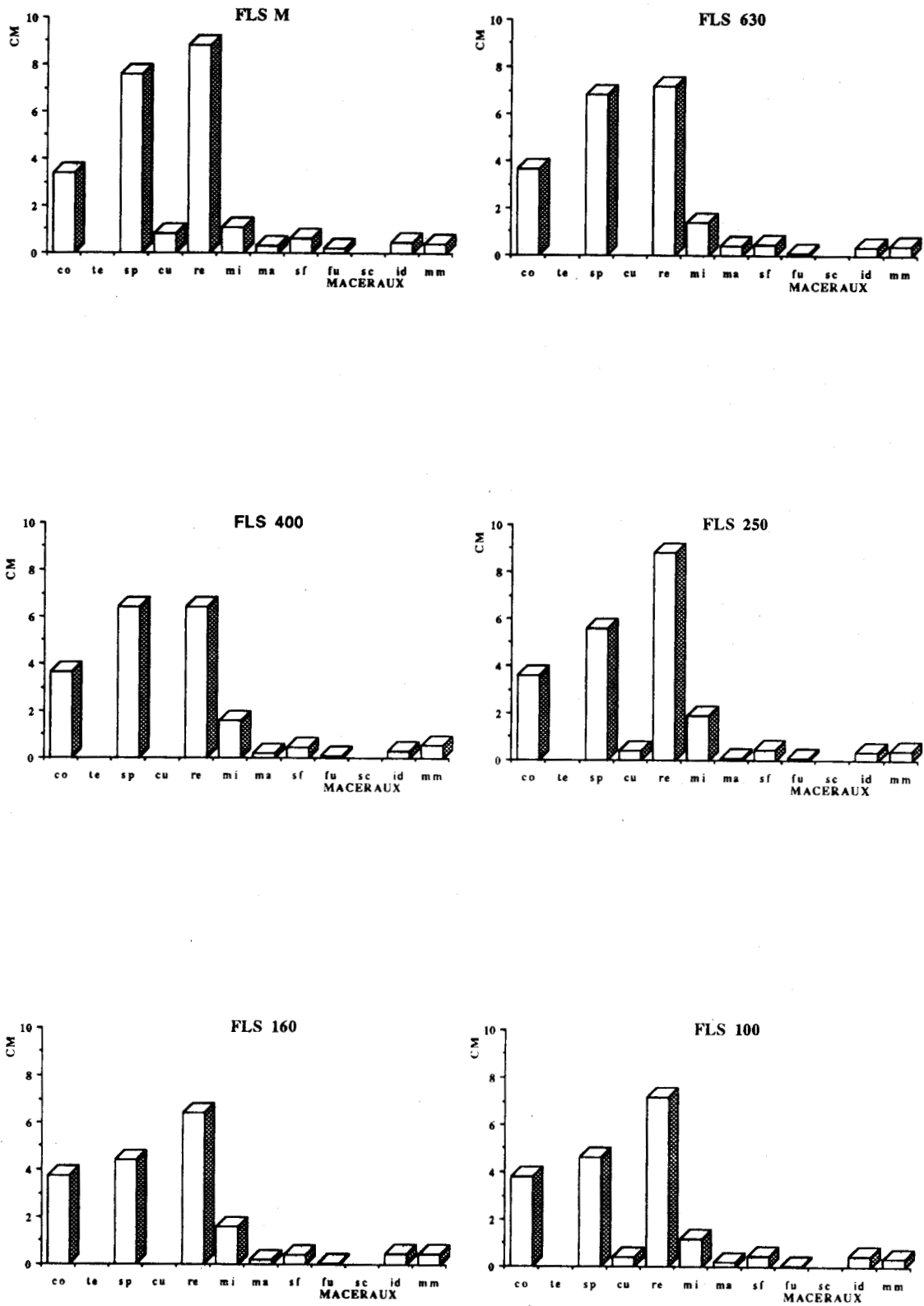


Fig. 15: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du flambant FLS.

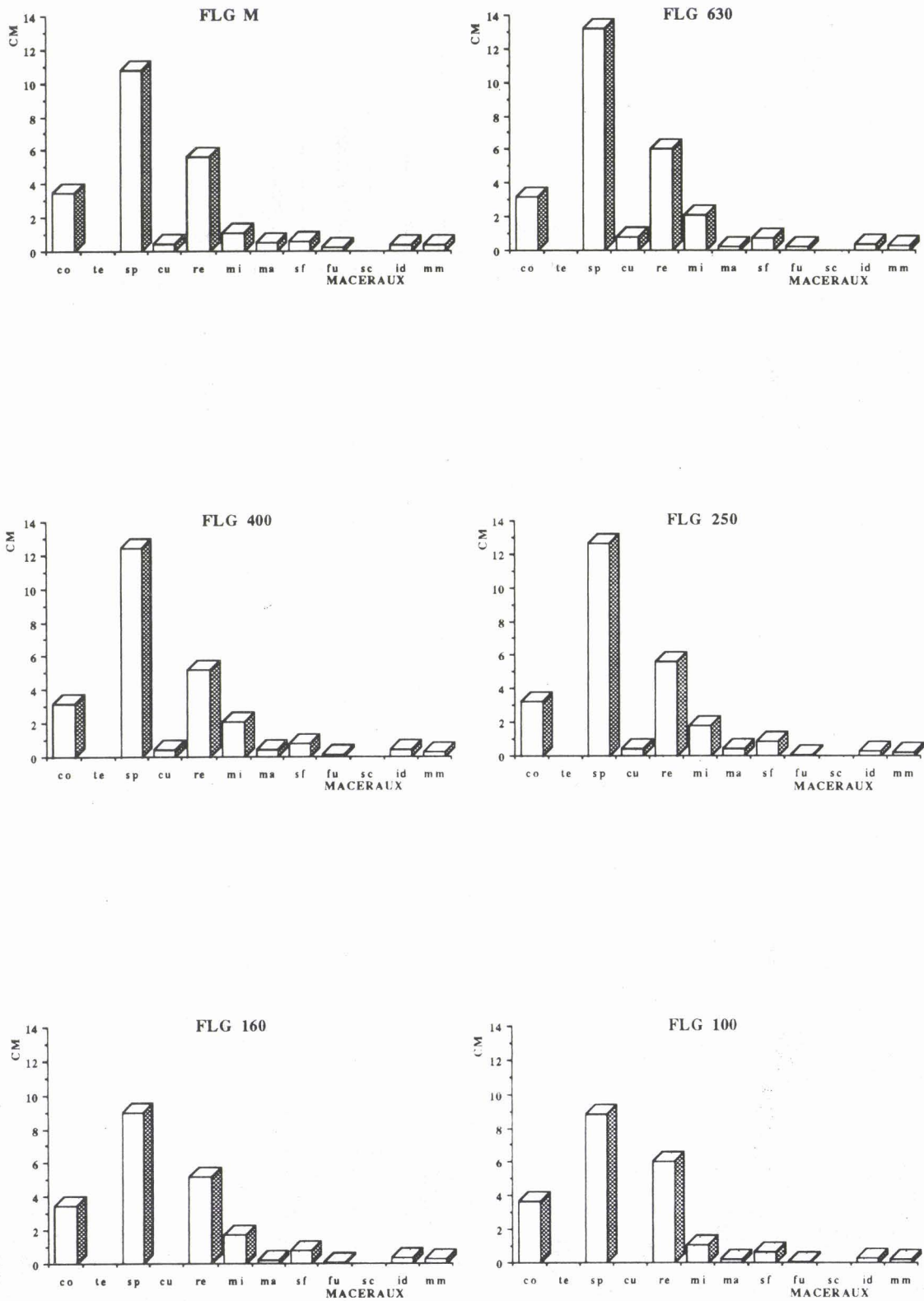


Fig. 16: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du flambant FLG.



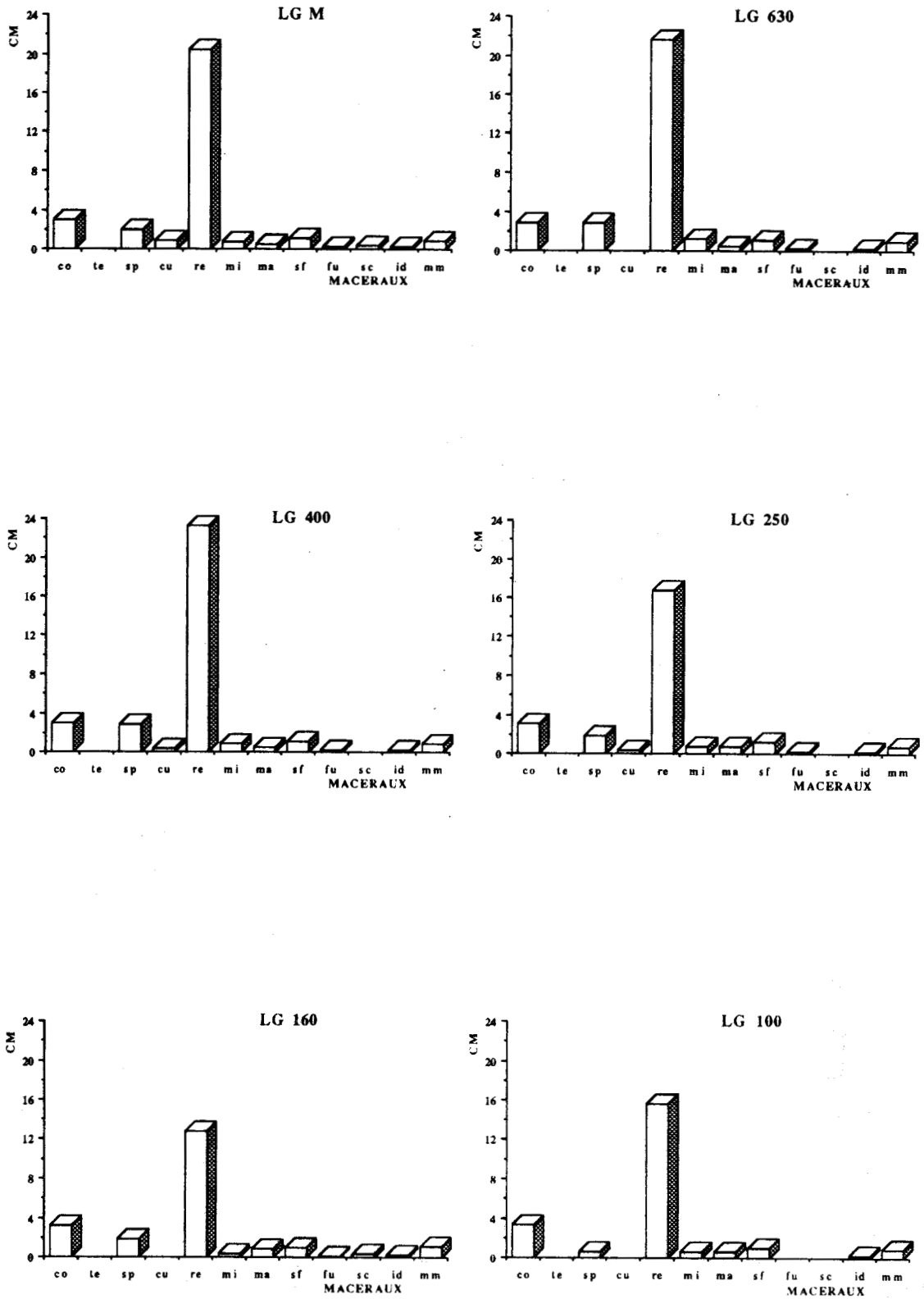


Fig. 17: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du lignite LG.

### III.221.3: Les charbons: ED 2038, ED 2169, ED 2265, et ED 1967:

L'analyse pétrographique du lignite sophia jacobae (ED 2038) représenté par la figure n° 18, donne le résultat suivant:

V (56.8 %); E (4.8 %); I (34.2 %); MM (4.2 %).

L'examen de la surface des particules permet de constater une fissuration d'origine tectonique très peu développée, mais affectant tous les macéraux. On note également la présence de fentes ou de fissures de retrait dues à une perte d'humidité. Ces fentes développées notamment au sein de la collinite sont souvent orientées dans le même sens et se différencient des fissures d'origine tectonique par une largeur plus importante et une couleur sombre au niveau des ouvertures.

La fusinite ou la semi-fusinite ne montrent pas une imprégnation par la matière minérale. Cette dernière est représentée essentiellement par de la pyrite framboïdale et des argiles disposés dans l'allongement du litage du charbon.

Le flambant (ED 2169) présente (58.6 %) de la vitrinite, (22 %) de l'exinite, (16.4 %) de l'inertinite et (3 %) de matières minérales (figure n° 19).

Le faible développement de la fissuration au sein de ce charbon peut être dû à sa teneur assez élevée en exinite. La sporinite se trouve souvent à la limite des particules ou elle se dégage au cours de la fragmentation. Les microfragments de macéraux sont parfois dispersés au sein des argiles réparties en grandes masses. La pyrite se présente sous forme diffuse ou elle est finement dispersée au sein des macéraux.

Le flambant gras (ED 2265), présente (61.8 %) de vitrinite et (24.2 %) de l'inertinite (figure n° 20). On note une absence des macéraux du groupe de l'exinite. La matière minérale entre pour 14.2 %, dans la composition de ce charbon. La fissuration est particulièrement développée au niveau des plages de la collinite qui montre parfois des formes mylonitisées.

La matière minérale est représentée par la pyrite en gros grains dispersés au sein des macéraux mais le plus souvent dans la collinite, et par des argiles sous forme de grandes masses ou de lits interstratifiés ou encore des remplissages des cavités cellulaires de la fusinite et de la semi-fusinite.

L'anthracite (ED 1967) représenté par la figure n° 21, contient de la vitrinite (80.4 %), de l'inertinite (15.4 %) et 4.2 % de matières minérales. Les macéraux du groupe de l'exinite sont absents.

Les plages de collinite présentent en général peu de fissures et les particules ont des formes très irrégulières. Les argiles se présentent sous forme de lits interstratifiés, ou remplissent avec des carbonates les méats cellulaires de la fusinite. La pyrite existe en fines dispersions au sein de la collinite ou elle est sous forme diffuse.

Les argiles se présentent soit sous forme de lits interstratifiés, ou remplissent avec des carbonates les méats cellulaires de la fusinite. La pyrite existe en fine dispersion au sein de la collinite ou elle est sous forme diffuse.

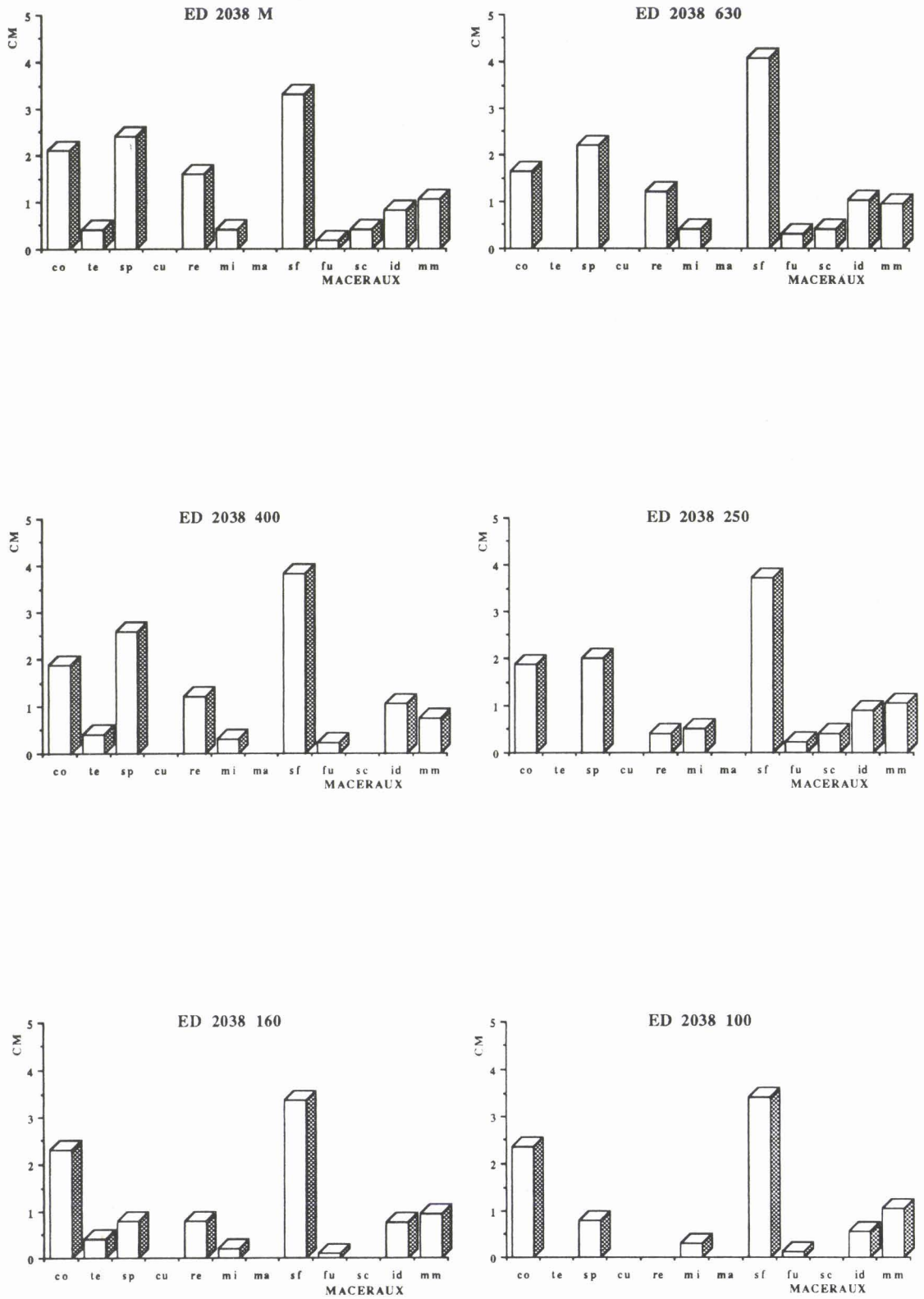


Fig. 18: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du lignite ED 2038.

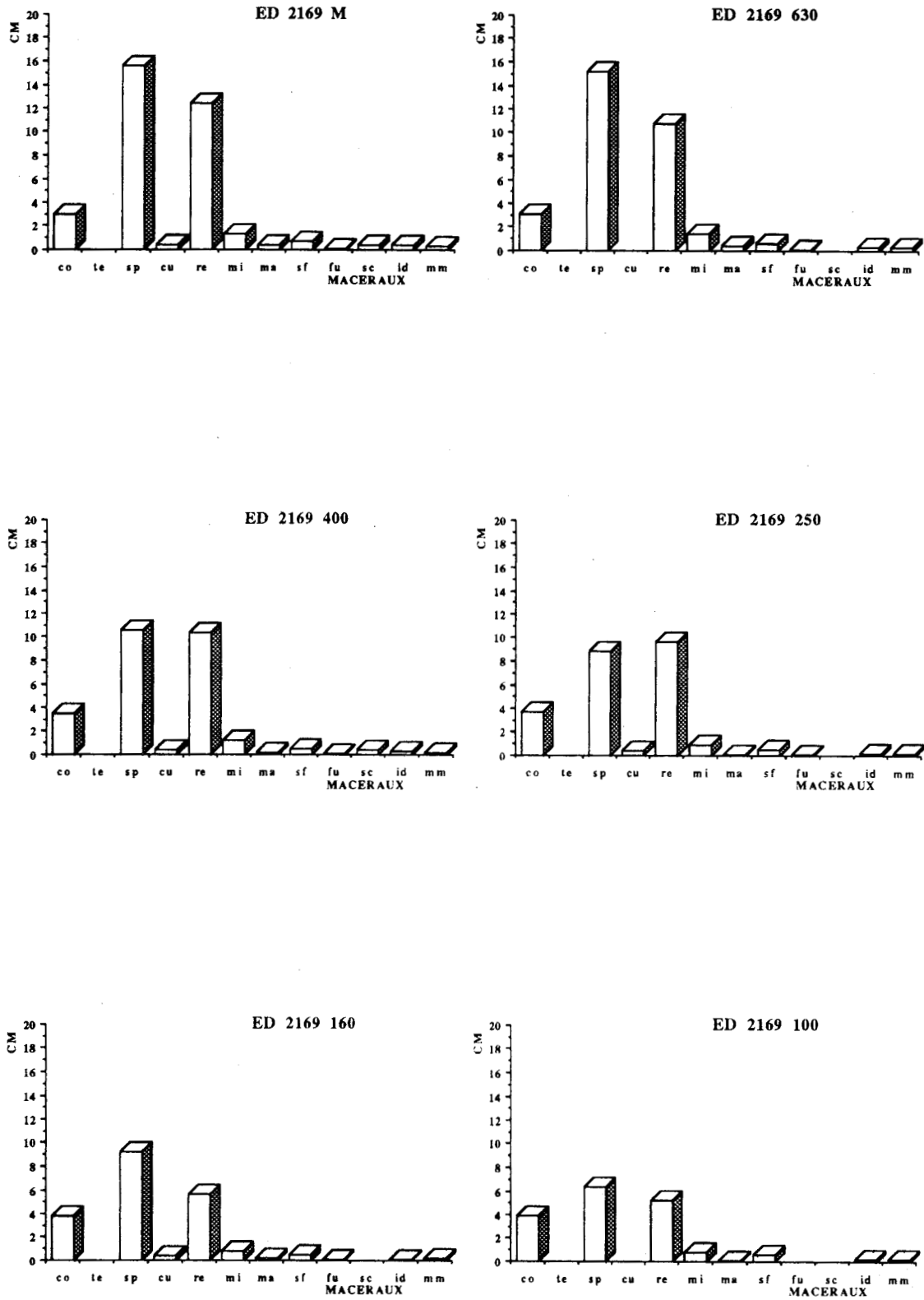


Fig. 19: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du flambant ED 2169.

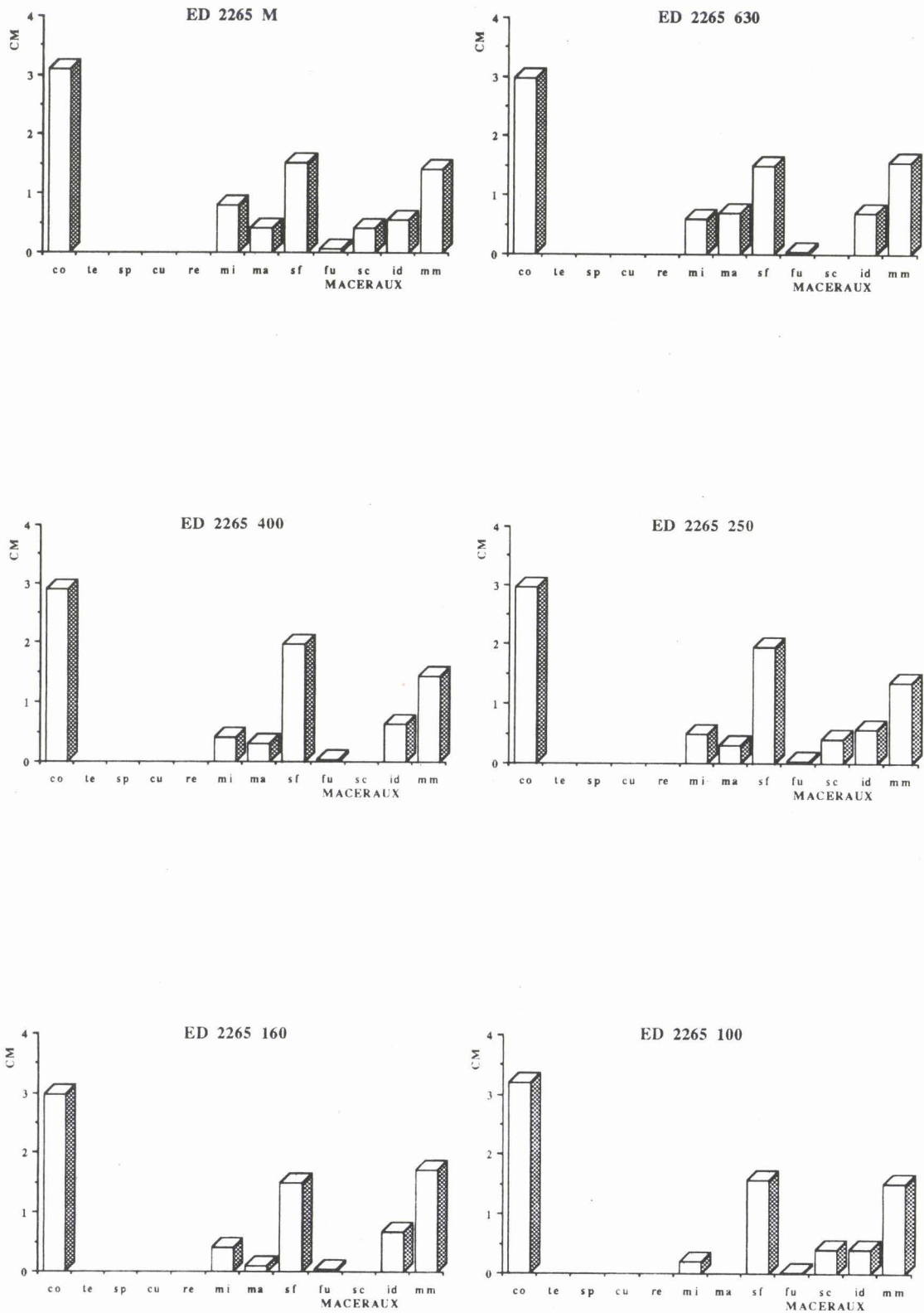


Fig. 20: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du flambant ED 2265.

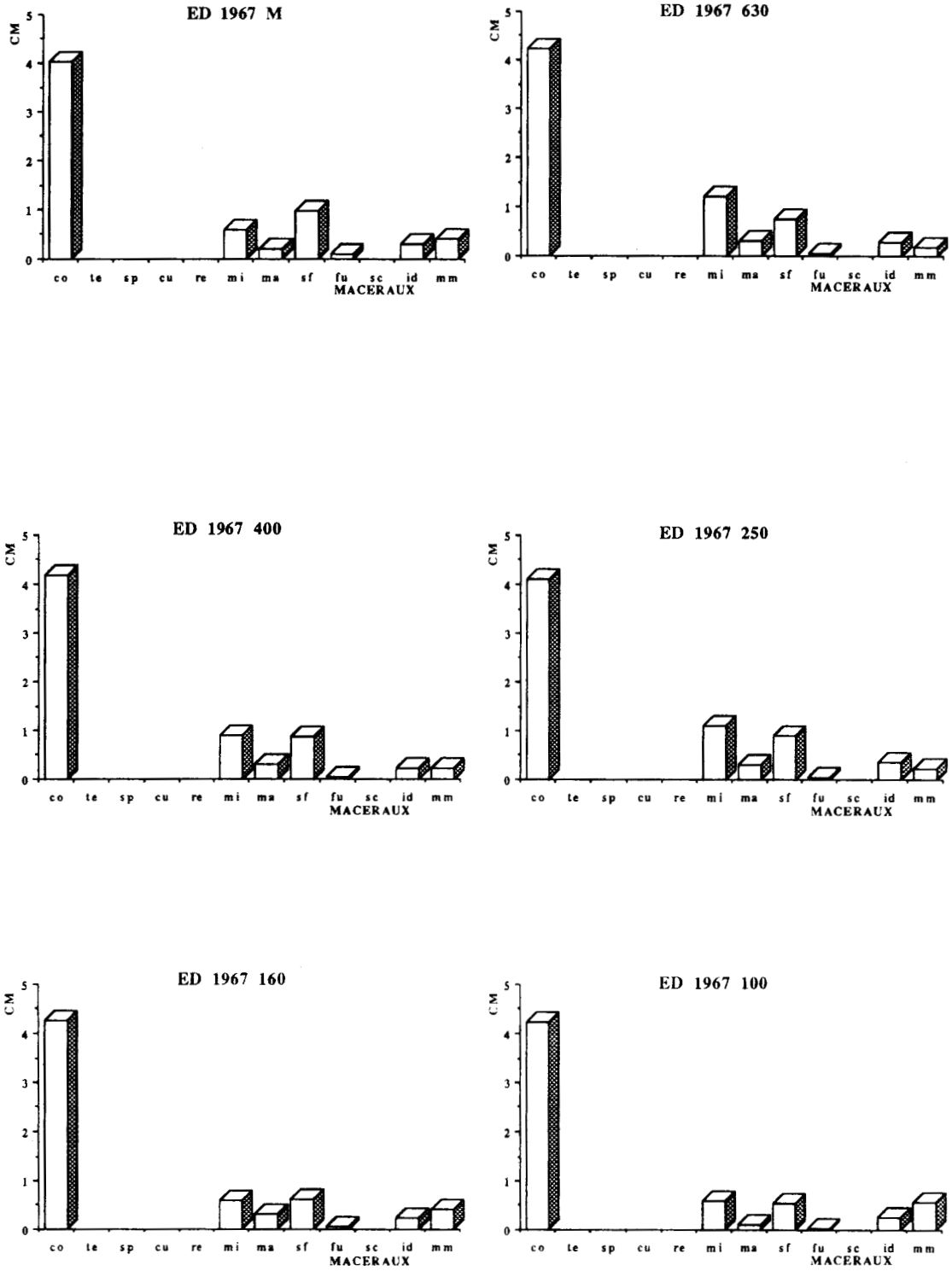


Fig. 21: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques de l'antracite ED 1967.

### III.221.4: Les charbons gondwaniens:

Les charbons provenant de l'Afrique du sud se différencient des autres échantillons par leur richesse en inertinite. L'analyse de leur composition macérale donne les résultats suivants:

SAF :	V (38.2 %)	;	E (4.8 %)		I (49.8 %)	;	MM (7.2 %)	.
RI :	V (25.8 %)	;	E (5.4 %)		I (61 %)	;	MM (7.8 %)	.

Dans ces charbons, presque tous les macéraux sont présents. La teneur en vitrinite est moins élevée que dans les échantillons européens. Les histogrammes de ces charbons sont représentés respectivement par les figures n° 22 et n° 41.

Les fissures très peu développées au sein des particules, sont parfois remplies par des carbonates. Les argiles qui se trouvent souvent dans l'allongement du litage du charbon, constituent l'essentiel de la matière minérale. Les méats cellulaires de la télinite sont parfois remplis par la résinite, mais le plus souvent par la matière minérale.

Les charbons gondwaniens montrent en général une sorte de 'brèche' formée essentiellement de fragments de collinite, de fusinite ou de semi-fusinite. Ces microdébris se trouvent en général en bordure des particules et ainsi semblent favoriser la fragmentation de ces charbons (planche.II, photo.d).

Le flambant australien Ulan (UL) représenté par la figure n° 42, contient de vitrinite (39.8 %), d'exinite (6.8 %), et d'inertinite (46 %). Sa teneur en matière minérale est de 7.4 %. En comparant ce flambant avec les autres charbons gondwaniens, on remarque qu'il ne contient pas beaucoup d'inertinite. Les microsporinites sont les macéraux les plus fréquents du groupe de l'exinite.

La matière minérale est représentée essentiellement par des argiles qui remplissent parfois les cavités cellulaires de la télinite ou de la fusinite. La pyrite est présente en très faible quantité.



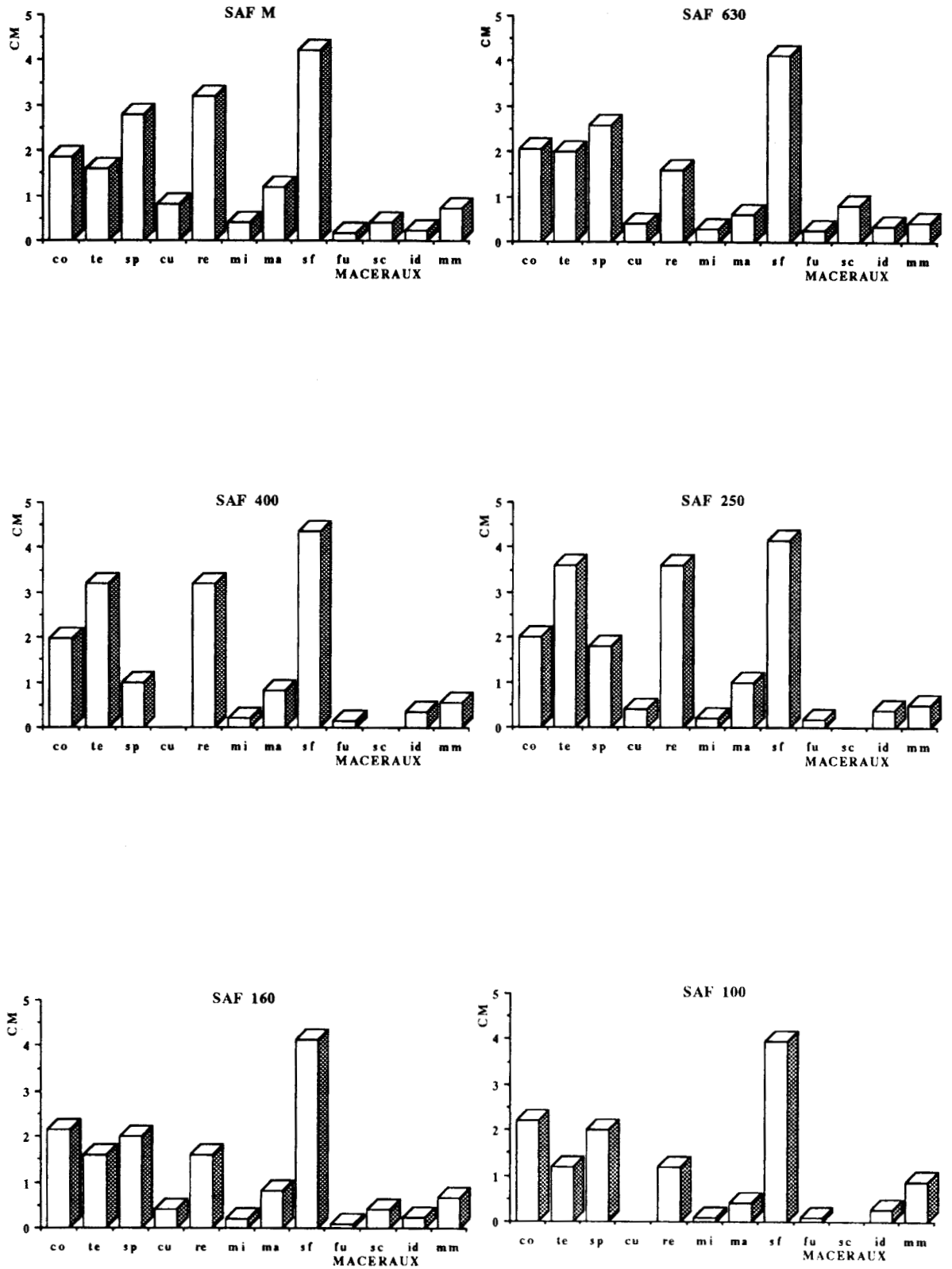


Fig. 22: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du flambant SAF.

La figure n° 23, montre la localisation des charbons étudiés sur un diagramme triangulaire, d'après leur teneur en groupes de macéraux, Vitrinite (V), Exinite (E), et Inertinite (I), déterminée par des analyses pétrographiques sur les échantillons moyens.

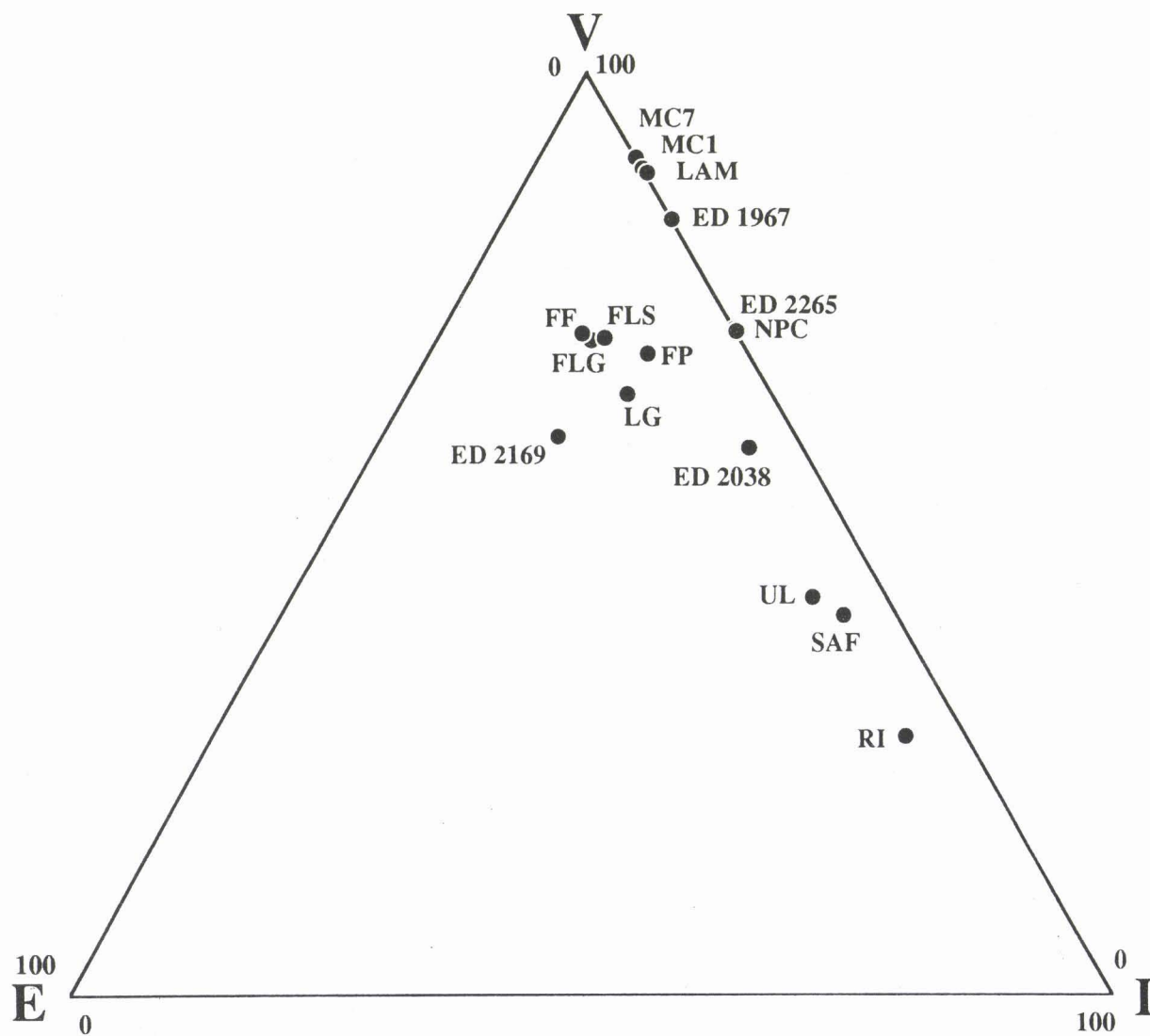


Fig. 23: Localisation des échantillons sur un diagramme triangulaire selon la teneur en groupes de macéraux, Vitrinite (V), Exinite (E), et Inertinite (I).

### **III.222: Composition macérale des diverses classes granulométriques:**

L'analyse macérale des différentes classes granulométriques permet de suivre les variations en teneur des macéraux au fur et à mesure que la taille des particules diminue.

Les macéraux voient leur proportion varier globalement dans le même sens, quand on se rapproche progressivement des fractions fines. Cette variation en teneur des divers macéraux semble être influencée par différents facteurs tels que:

- Le degré de houillification qui influence le comportement physique du charbon.
- La nature et la distribution des matières minérales ainsi que leur mode d'association avec les macéraux.
- Les fissurations préexistantes, qui peuvent favoriser la concentration d'un macéral dans des fractions fines; par exemple la collinite très fissurée se concentre davantage dans la classe granulométrique de 100 microns.
- La nature des macéraux et leur aptitude à la fragmentation.

Afin de comparer pour un même charbon les variations de la teneur en groupes de macéraux et en matière minérale de l'échantillon moyen et ceux de chaque classe granulométrique, les résultats des analyses sont réunis sur un même diagramme. Les figures n° 24, 25, 26, 27, 28 et 29, montrent les diagrammes horizontaux construits d'après les analyses pétrographiques des différents charbons.

Les macéraux du groupe de la vitrinite (particulièrement la collinite), montrent une augmentation assez régulière de leur proportion dans les classes granulométriques de 250, 160 et 100 microns. Leur teneur reste relativement constante dans les fractions de 630 et 400 microns.

Les macéraux du groupe de l'inertinite sont essentiellement représentés par la semi-fusinite et l'inertodétrinite, quand la granulométrie du charbon diminue. En comparaison avec la vitrinite, l'inertinite montre une variation assez irrégulière au sein des diverses classes granulométriques; néanmoins on constate une diminution de sa teneur dans les fractions de 160 et 100 microns. La diminution de l'inertinite dans le charbon sud-africain qui en présente une forte proportion, est assez régulière par rapport aux autres charbons étudiés. La semi-fusinite le composant essentiel du groupe de l'inertinite, montre une certaine stabilité quand la granulométrie de ce charbon diminue. La concentration de la fusinite et de la semi-fusinite dans les différentes classes

granulométriques dépend souvent de leur association avec la matière minérale. Ces macéraux rencontrés dans les fractions de 160 et 100 microns ne sont pas en général imprégnés de matières minérales.

L'exinite quand elle existe dans les charbons montre une diminution plus régulière par rapport aux autres groupes de macéraux. Les macéraux de ce groupe, en particulier la mégasporinite du fait de leur résistance au broyage se concentrent davantage dans les fractions de 630 et 400 micron. Les microsporinites dispersées au sein de la collinite se rencontrent dans les classes de granulométrie plus fines.

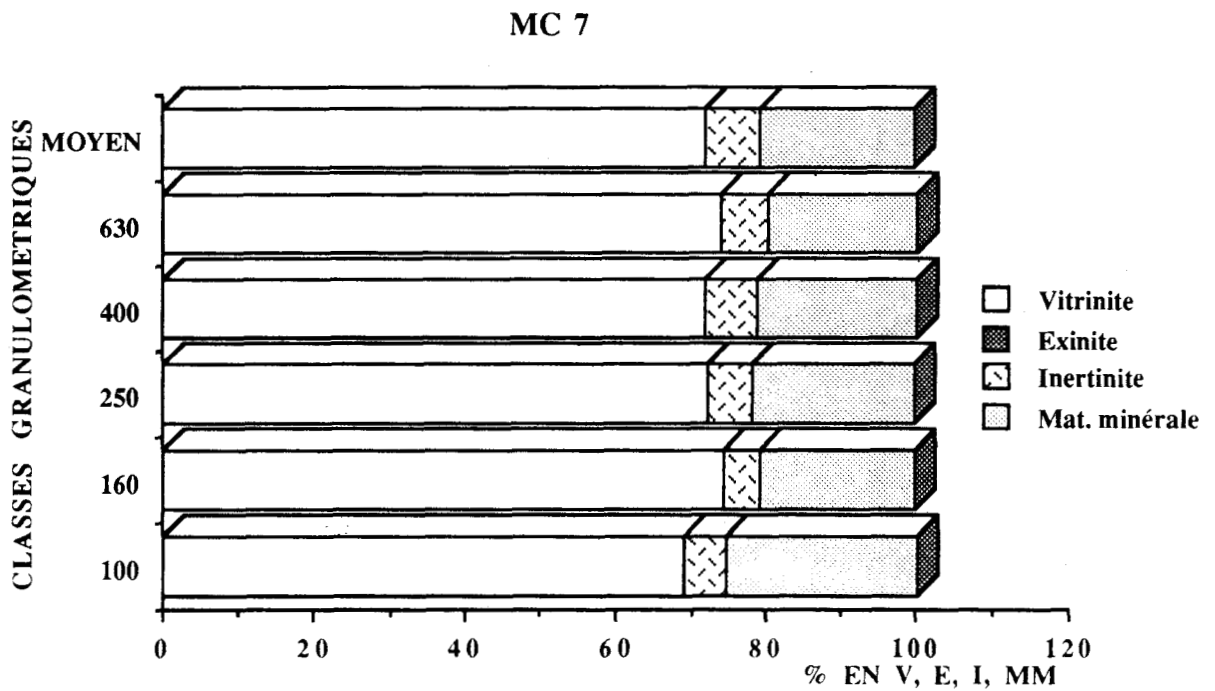
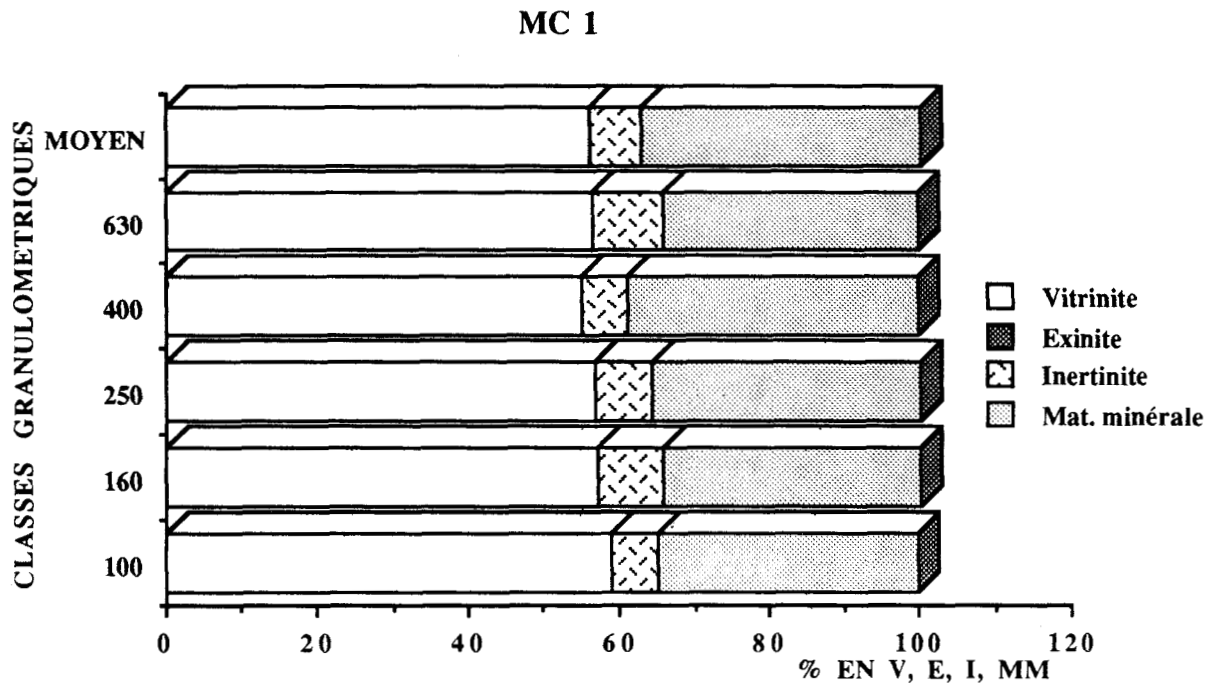


Fig. 24: Teneur en groupes de macéraux et en matière minérale de l'échantillon moyen et leur variation dans les différentes classes granulométriques des échantillons MC1 et MC7.

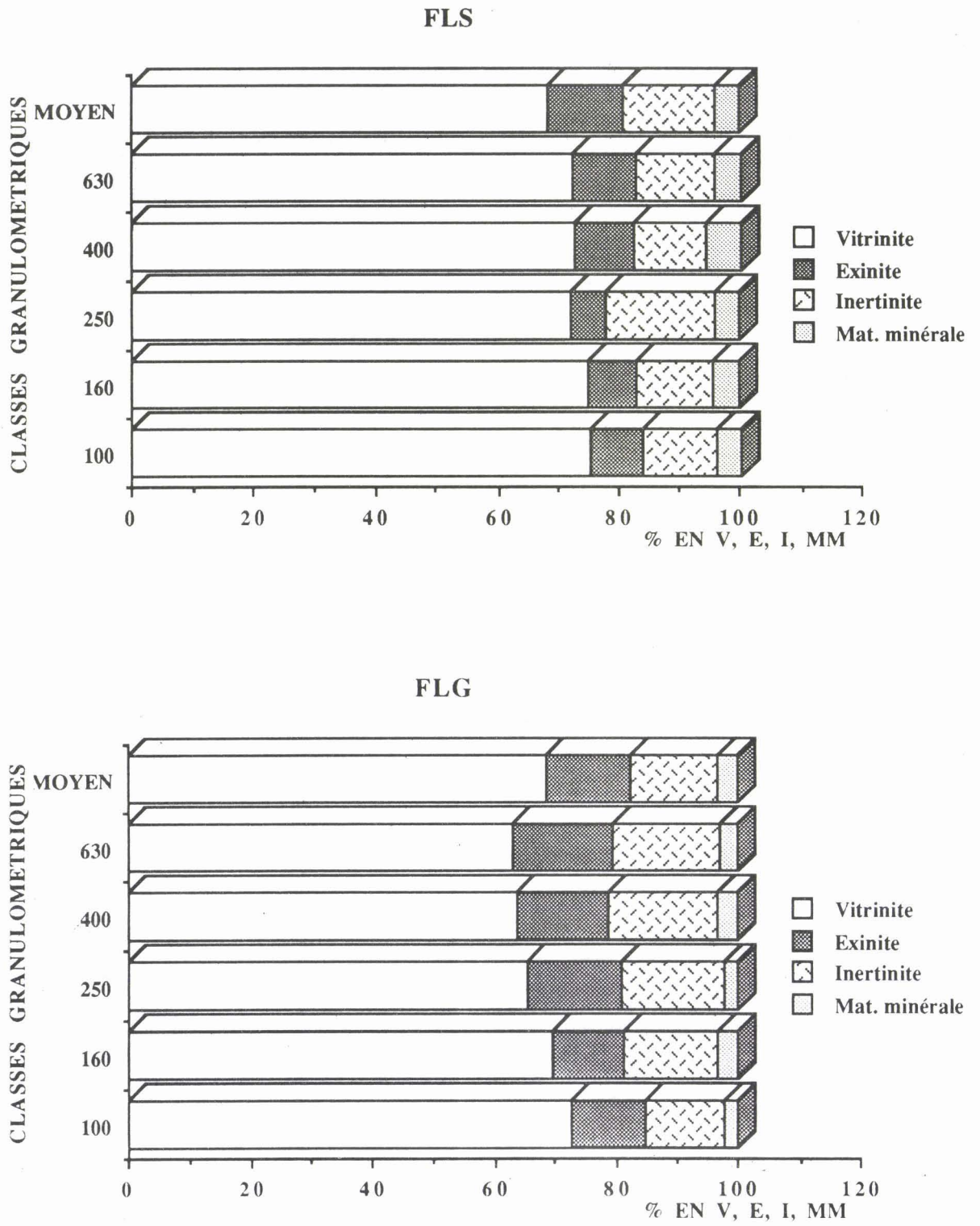


Fig. 25: Teneur en groupes de macéraux et en matière minérale de l'échantillon moyen et leur variation dans les différentes classes granulométriques des échantillons FLS et FLG.

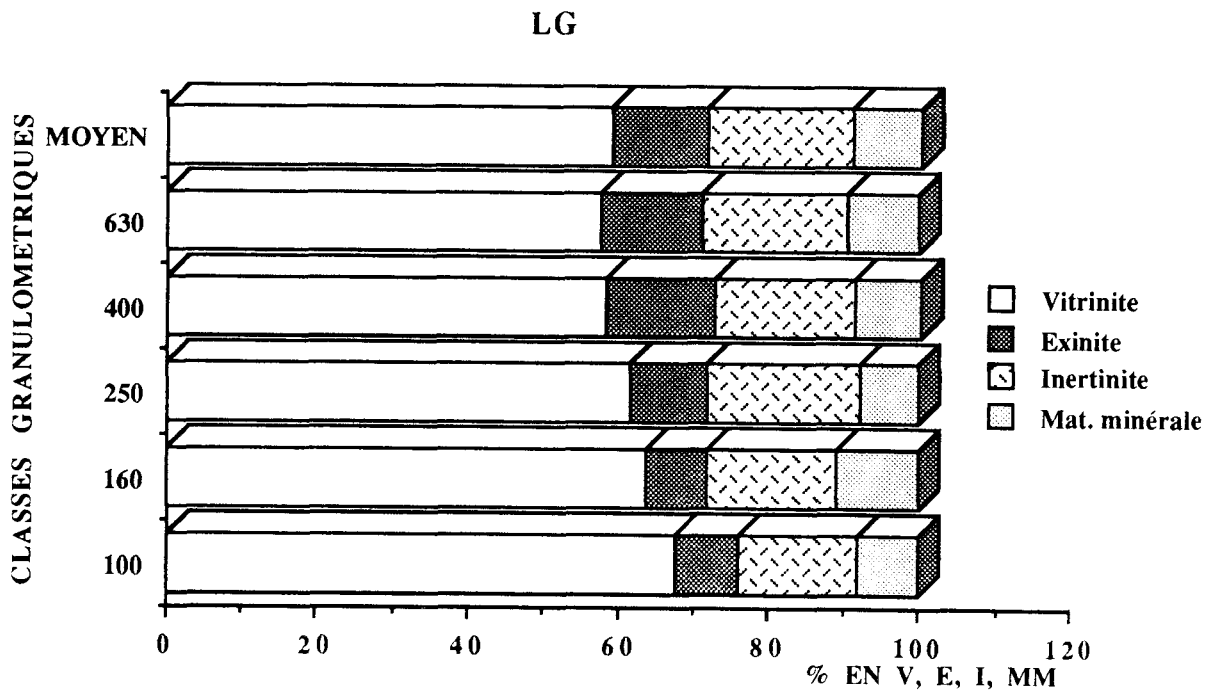
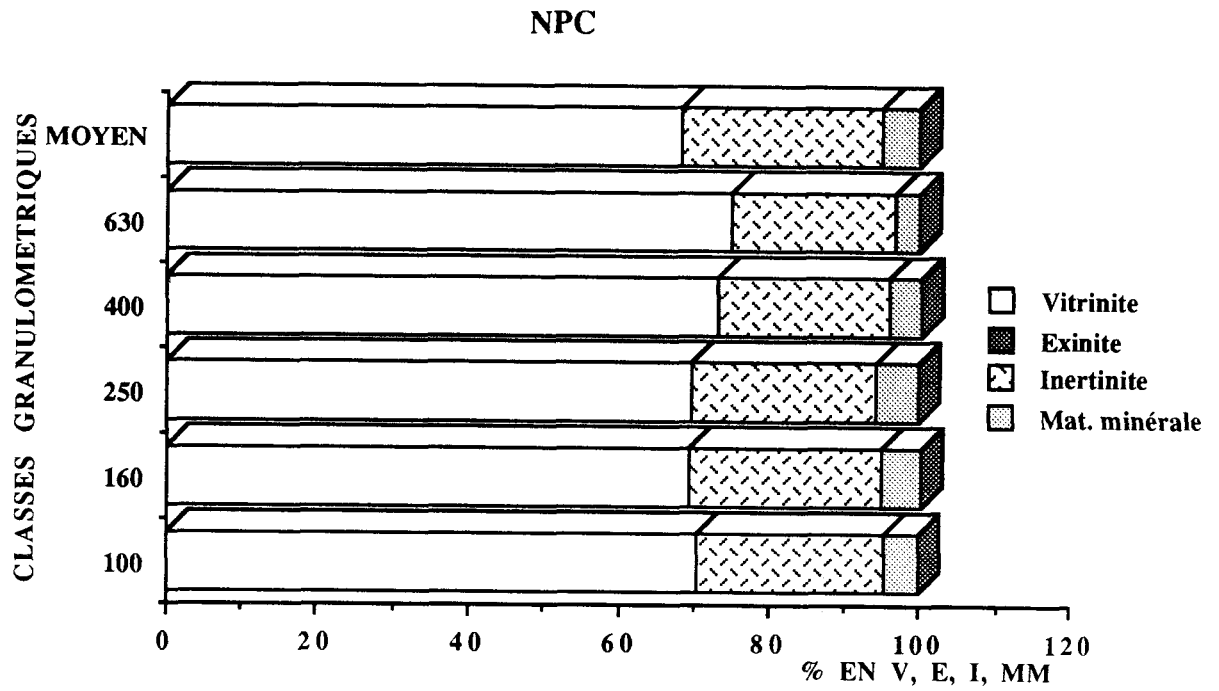


Fig. 26: Teneur en groupes de macéraux et en matière minérale de l'échantillon moyen et leur variation dans les différentes classes granulométriques des échantillons NPC et LG.

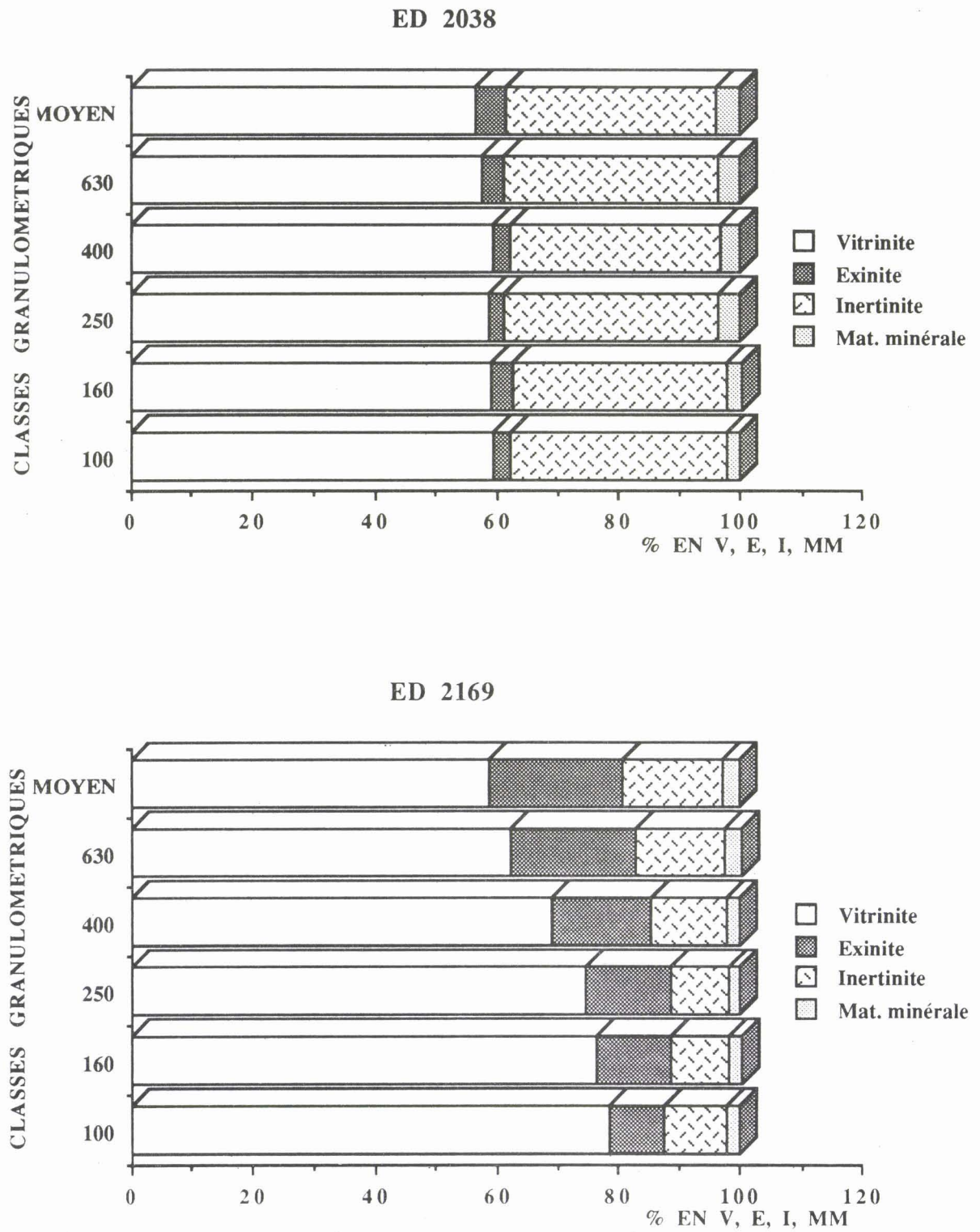


Fig. 27: Teneur en groupes de macéraux et en matière minérale de l'échantillon moyen et leur variation dans les différentes classes granulométriques des échantillons ED 2038 et ED 2169.



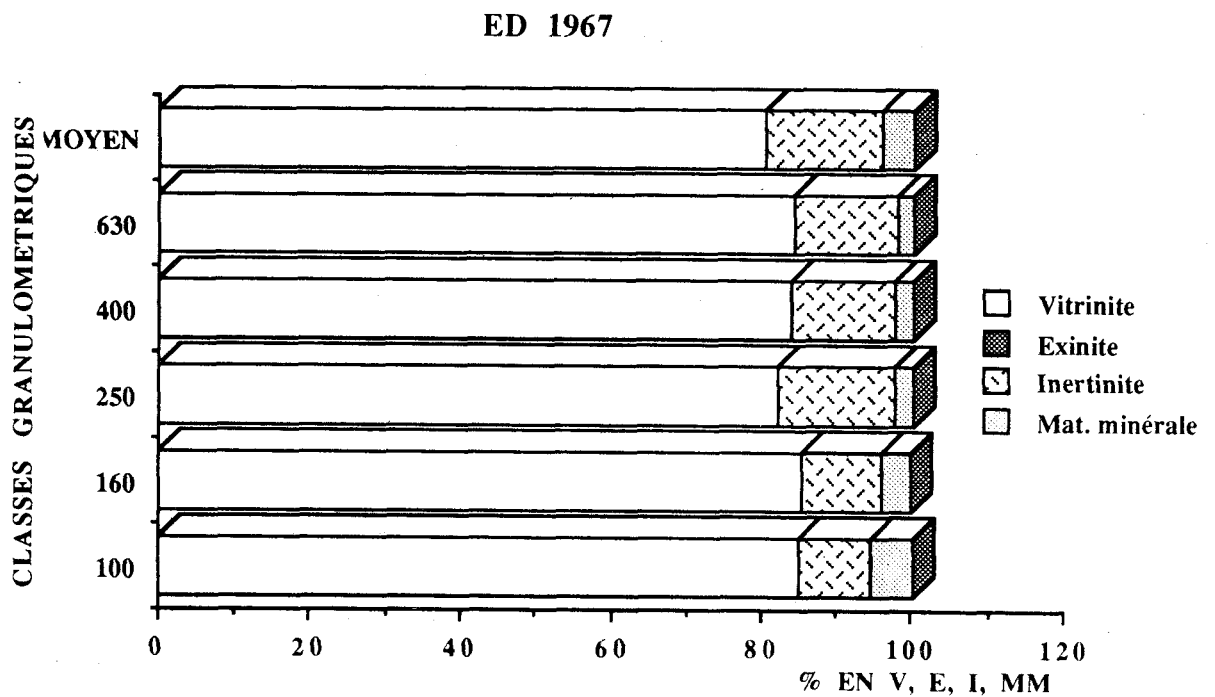
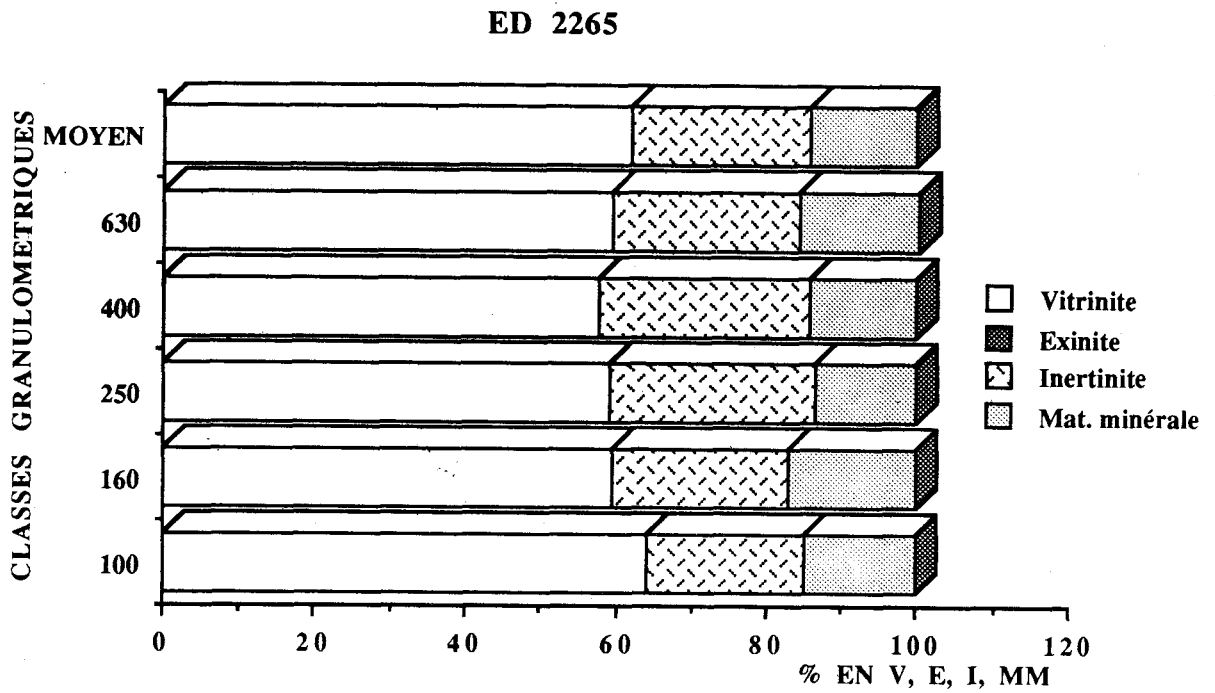


Fig. 28: Teneur en groupes de macéraux et en matière minérale de l'échantillon moyen et leur variation dans les différentes classes granulométriques des échantillons ED 2265 et ED 1967.

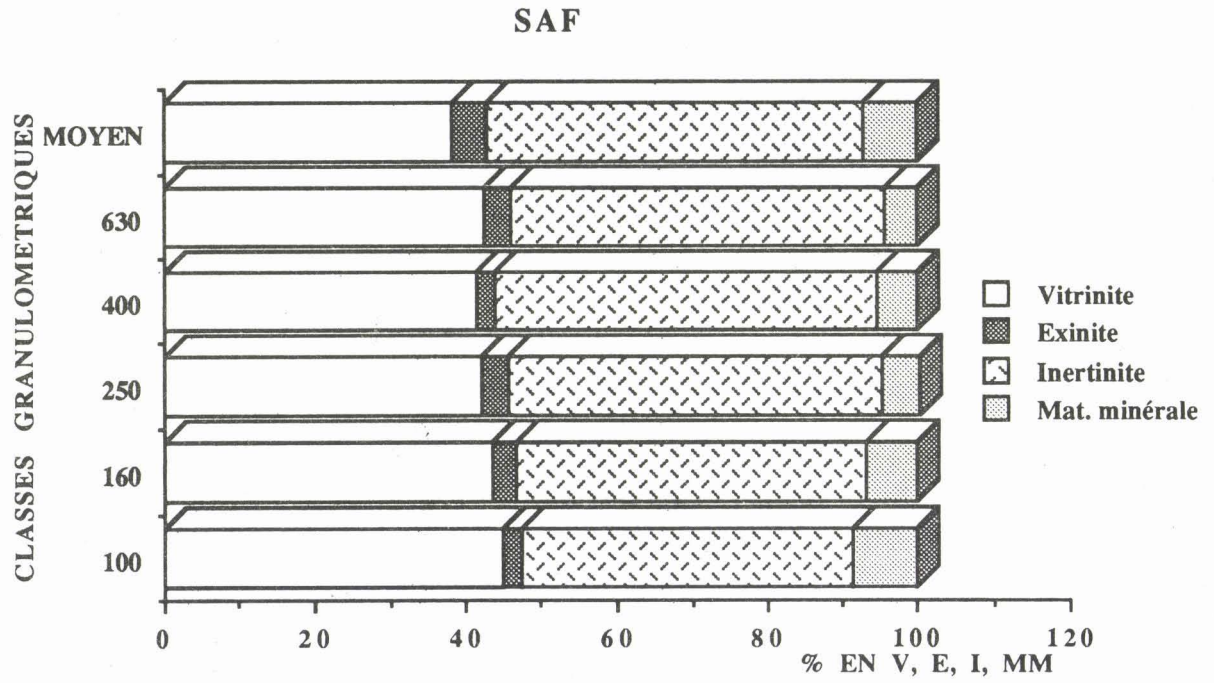


Fig. 29: Teneur en groupes de macéraux et en matière minérale de l'échantillon moyen et leur variation dans les différentes classes granulométriques de l'échantillon SAF.

### **III.223: Variation de la teneur en matière minérale:**

Les teneurs en matière minérale des diverses classes granulométriques montrent généralement une variation assez irrégulière. La concentration des matières minérales dans les différentes fractions dépend de leur nature et de leur mode de distribution dans le charbon. L'observation microscopique des charbons montre qu'en général la matière minérale se concentre dans les fractions assez fines ( 160 et 100 microns). C'est le cas notamment des argiles et des carbonates quand ils se trouvent en grandes masses. La distribution quantitative des minéraux est en rapport avec leur dureté mais dépend également de leur proportion dans le charbon.

Certains charbons comme MC7, NPC, MC1, et ED 1967 (figures 24, 26 et 28), montrent une augmentation en matière minérale quand leur granulométrie diminue. Ces charbons sont en effet riche en carbonates et en matières argileuses. La teneur en matière minérale du lignite (ED 2038), diminue avec sa granulométrie. Ceci peut être expliqué par sa teneur assez élevée en pyrite qui se présente essentiellement sous forme framboïdale.

La libération des minéraux au cours du broyage, influencent la distribution des macéraux qui les contiennent.

### **III.224: Variation quantitative des macéraux:**

Les histogrammes établis pour les diverses classes granulométriques de chaque échantillon permettent de suivre les variations de la teneur de chaque macéral afin d'en déduire leur comportement général vis à vis du broyage.

- La collinite (CO), le constituant majeur des charbons, présente une augmentation assez régulière quand la granulométrie du charbon diminue.
- La vitrodétrinite (VD), montre une variation irrégulière.
- La sporinite (SP), sa teneur diminue dans les fractions fines du fait de sa résistance au broyage. Elle se concentre davantage dans les fractions grossières, comme c'est le cas des échantillons ED 2169, FLS et FLG.
- La résinite (RE), présente en général une faible proportion dans les échantillons et sa teneur diminue dans les fractions fines.
- La micrinite (MI), et la macrinite (MA), montrent des variations très irrégulières avec la diminution de la taille des particules.

- La semi-fusinite (SF), diminue en général dans les fractions fines. Sa variation parfois irrégulière est en relation avec son imprégnation ou non par la matière minérale.
- La fusinite (FU), généralement en faible quantité dans les charbons, montre une diminution sensible vers les fractions fines.
- L'inertodétrinite (ID), présente dans les diverses fractions une variation assez irrégulière.

Certains macéraux comme la télinite (TE), la cutinite (CU), et la sclérotinite (SC), présentent une trop faible quantité dans les échantillons étudiés pour pouvoir suivre leur comportement au cours de la fragmentation.

Les valeurs numériques concernant les analyses pétrographiques sont représentées en annexe par les tableaux A 1 et A 2.



### **III.3: COMBUSTION DES CHARBONS:**

#### **III.31: Généralités:**

Les charbons retenus pour cette étude sont d'origines différentes. Il s'agit du flambant de Provence (FP), du flambant de Freyming (FF), de l'antracite de la Mure (LAM), Rietspruit (RI), et Ulan (UL). Le flambant de Freyming a été sélectionné uniquement pour les analyses macérales et celles du pouvoir réflecteur.

L'étude des paramètres tels que la surface spécifique B.E.T., la fragmentation, le gonflement, la composition macérale et le pouvoir réflecteur a été effectuée durant les premières étapes de la réaction dans les conditions expérimentales précédemment citées (cf II.61).

La valeur en oxygène est choisie afin que la combustion se déroule autant que possible dans des conditions voisines de celles rencontrées dans un lit fluidisé.

#### **III.32: Evolution de la fragmentation et de propriétés texturales des charbons durant les premières étapes de la réaction:**

Les variations de la perte de masse, de la surface spécifique B.E.T et celle de la fraction massique des particules avec un diamètre inférieur à 0.5 mm (fragmentation) et supérieur à 1 mm (gonflement) sont représentées en fonction du temps, dans le cas du flambant de Provence sous azote pur (figure n° 30), et en présence de 5 % d'oxygène et 95 % d'azote (figure n° 31).

Les courbes montrent une dévolatilisation complète du flambant de Provence durant les trente premières secondes de la réaction. On remarque qu'en présence d'oxygène la combustion du carbone fixe devient visible au-delà de 100 secondes de réaction.

La variation des paramètres précédemment cités sera étudiés séparément, pour chacun des charbons.

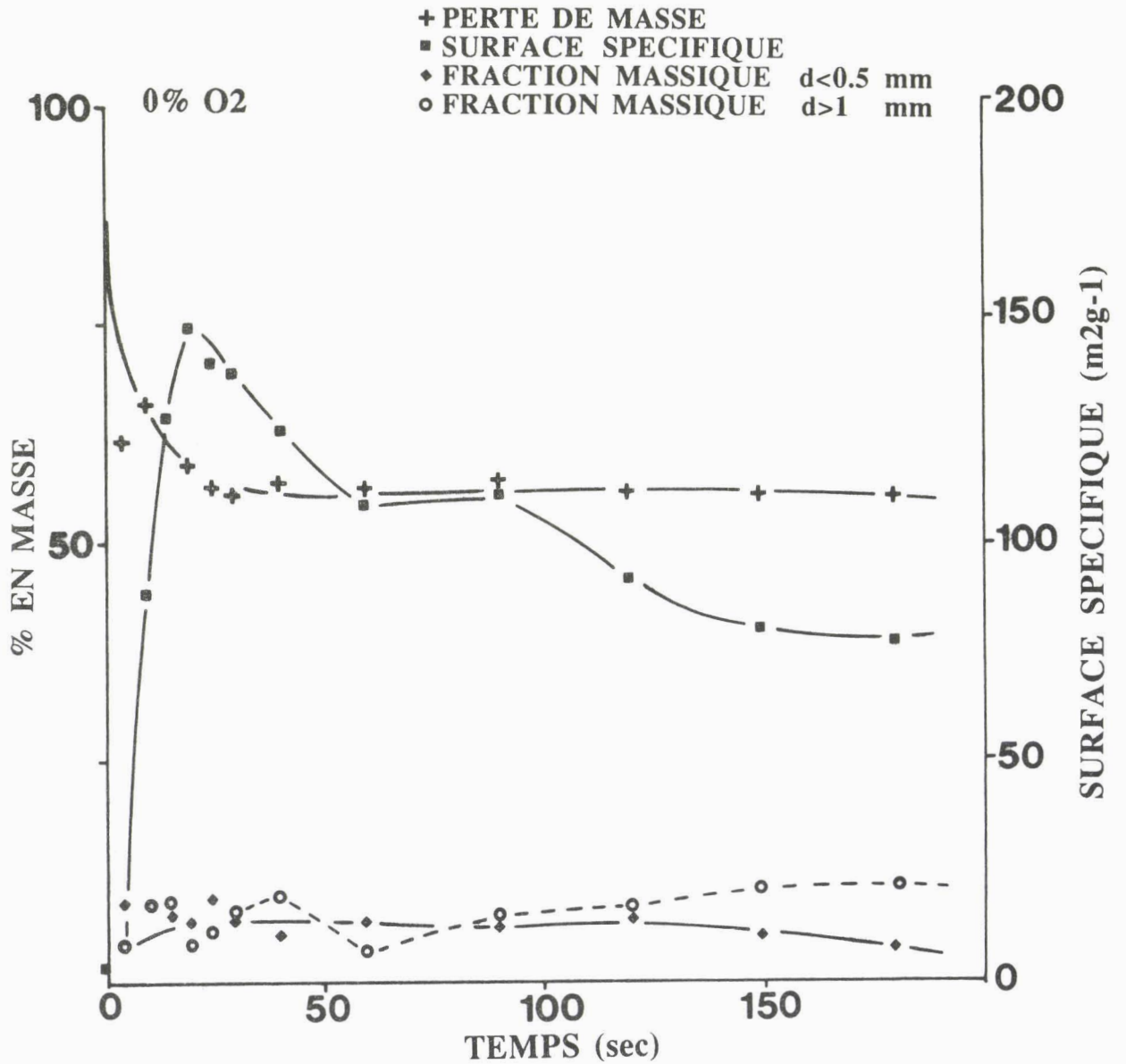


Fig. 30: Evolution de la perte de masse, de la surface spécifique, de la fragmentation et du gonflement en fonction du temps, dans le cas du flambant de Provence à 850° C sous azote pur.

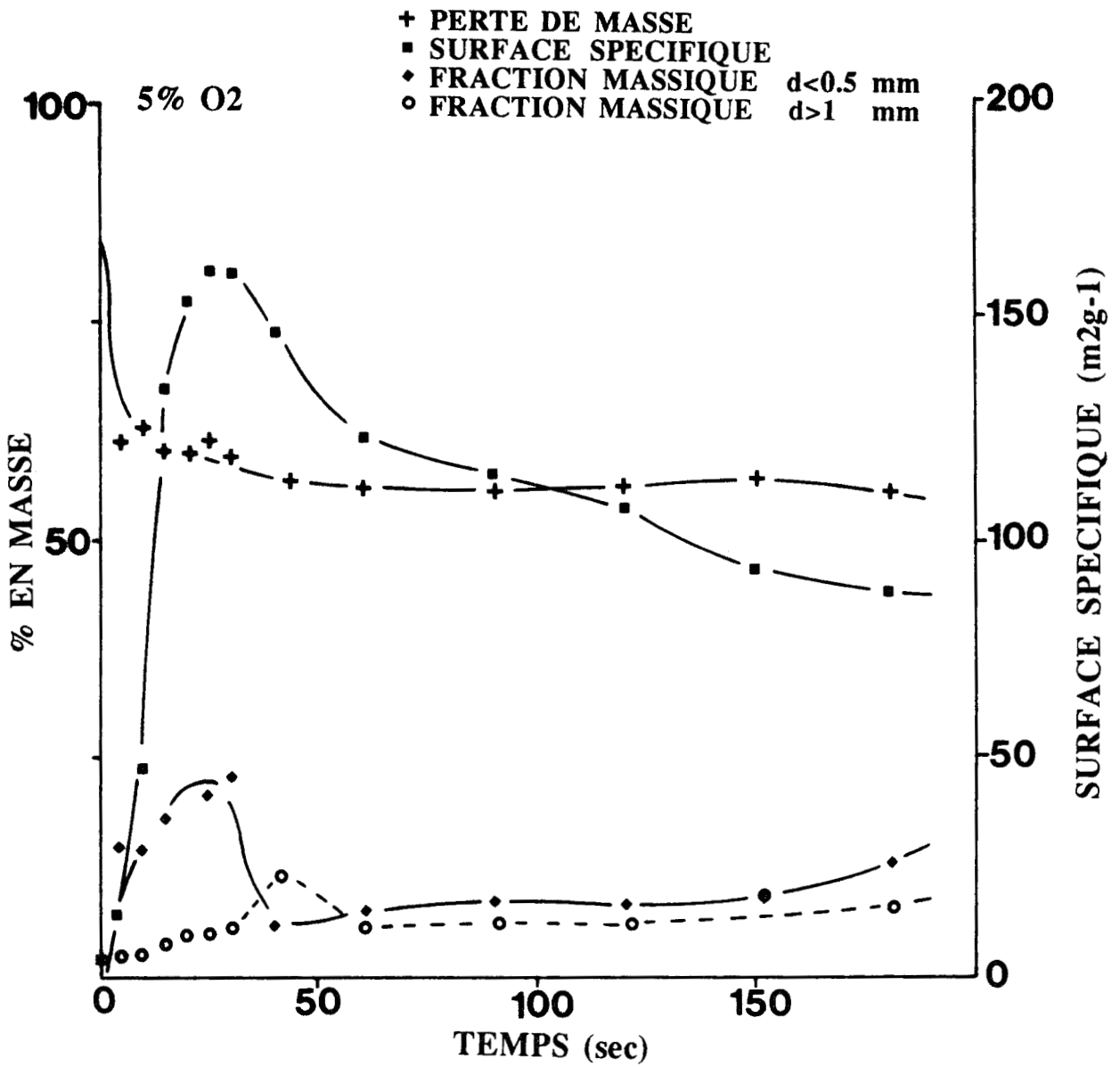


Fig. 31: Evolution de la perte de masse, de la surface spécifique, de la fragmentation et du gonflement en fonction du temps, dans le cas du flambant de Provence à 850° C avec un mélange de 5 % O<sub>2</sub> et 95 % N<sub>2</sub>.

### III.33: La surface spécifique B.E.T.:

La figure n° 32, montre pour tous les charbons étudiés les variations de la surface spécifique B.E.T en fonction du temps sous azote pur.

On remarque pour le flambant de Provence une augmentation rapide de la surface spécifique durant les vingt premières secondes et une diminution assez régulière au fur et à mesure que la réaction se poursuit. C'est le cas également du Ulan et de Rietspruit mais avec une croissance initiale de moins en moins grande . L'anthracite de La Mure ne présente pratiquement jamais de porosité sous l'azote pur.

Avec le mélange de 5 % d'oxygène et 95 % d'azote (figure n° 33), on observe uniquement pour le flambant de Provence, une croissance rapide de la surface spécifique durant les vingt premières secondes et une diminution progressive avec augmentation du temps de réaction . On peut suggérer que ce pic initial est dû à une décarbonisation rapide au début de la réaction .

La présence d'oxygène n'affecte pas le comportement du flambant de Provence, mais elle modifie celui des charbons gondwaniens Ulan et Rietspruit, qui montrent une augmentation de la surface spécifique mais avec une absence de remontée initiale de la courbe. En présence de 5 % d'oxygène l'anthracite de La Mure présente une très légère augmentation de la surface spécifique .



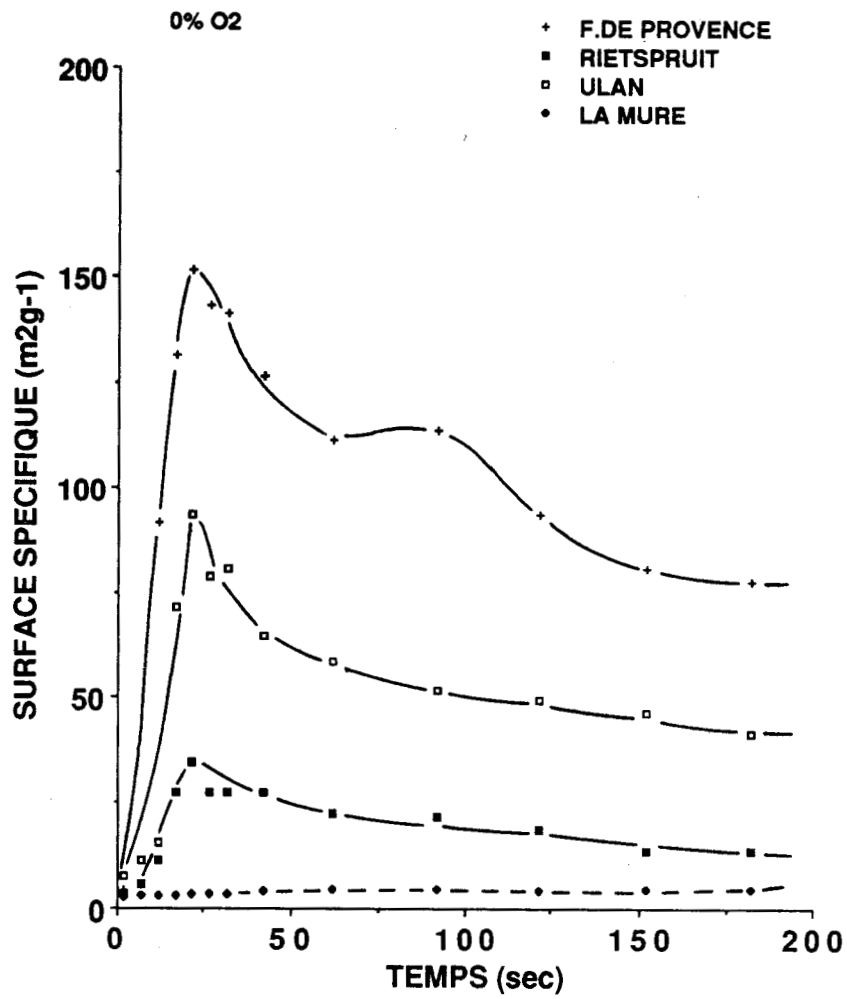


Fig. 32: Comparaison de l'évolution de la surface spécifique B.E.T. pour les différents charbons en fonction du temps, à 850° C sous azote pur.

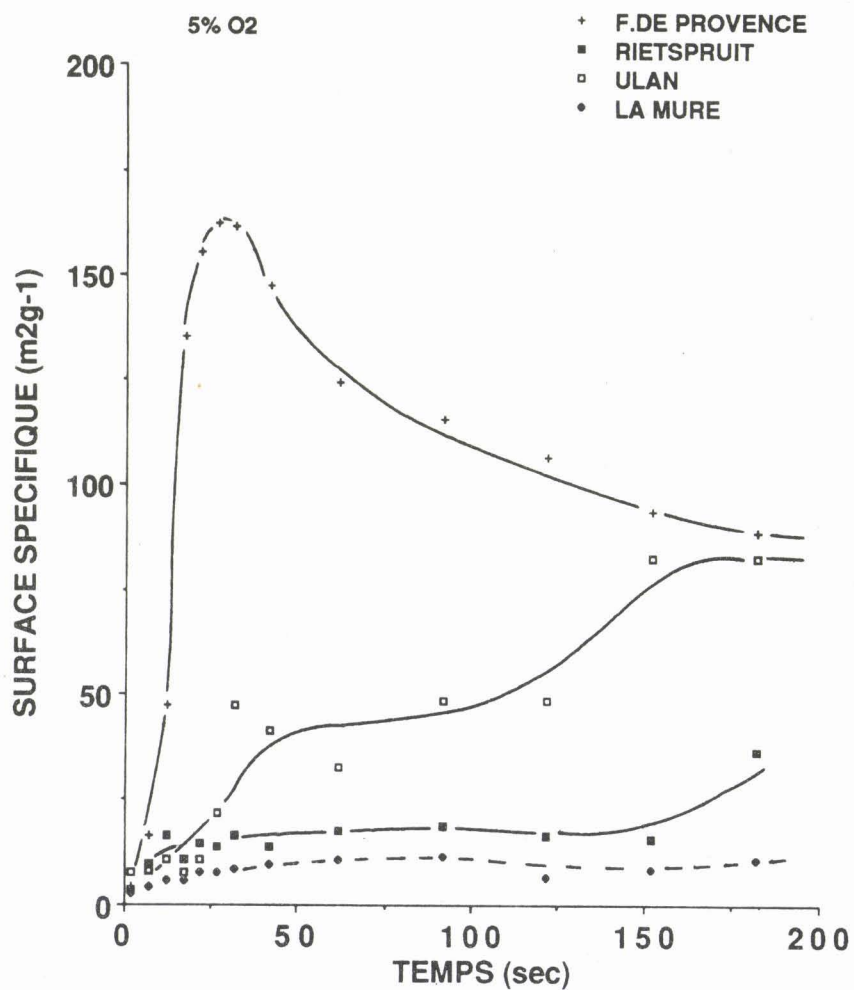


Fig. 33: Comparaison de l'évolution de la surface spécifique B.E.T. pour les différents charbons en fonction du temps, à 850°C avec un mélange de 5 % O<sub>2</sub> et 95 % N<sub>2</sub>.

### **III.34: Le gonflement:**

On définit le gonflement par un saut initial rapide dans la fraction composée des particules de charbon dont le diamètre est supérieur à 1 mm. Le gonflement exprimé par le pourcentage en masse, a été étudié en fonction du temps pour les trois charbons flambant de Provence, Rietspruit et Ulan.

Sous azote pur (figure n° 34), ou avec un mélange de 5 % d'oxygène et de 95 % d'azote (figure n° 35), la proportion de particules gonflées est quasiment constante après vingt secondes de réaction, à l'exception de Ulan qui présente une seconde étape de gonflement après cent secondes de réaction en présence d'oxygène.

La croissance rapide du gonflement au début de la réaction peut être mise en relation avec l'augmentation de la surface spécifique. Suivant ce raisonnement, Ulan devrait montrer une surface spécifique plus grande suivi de Rietspruit et du flambant de Provence. Mais en examinant les courbes de variation de la surface spécifique on remarque que ceci n'est pas le cas, ce qui nous permet de conclure que le gonflement n'est pas la seule cause d'augmentation de la surface spécifique.

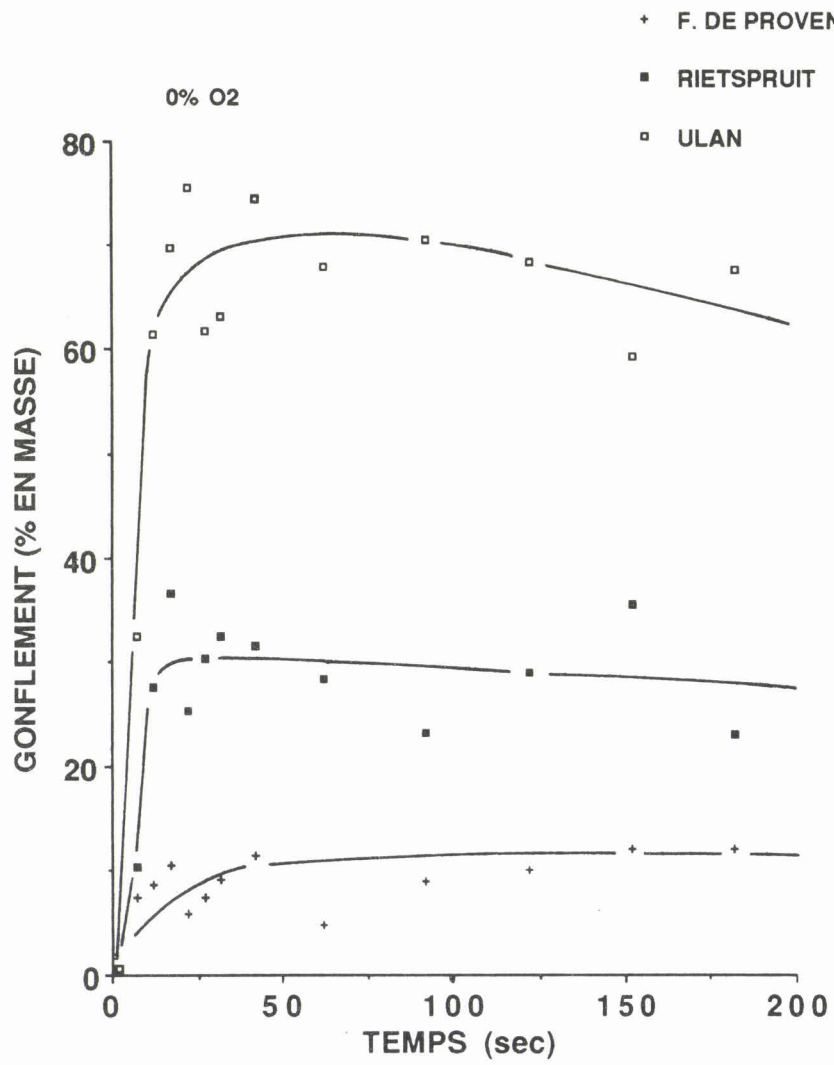


Fig. 34: Comparaison de l'évolution du gonflement pour les différents charbons en fonction du temps, à 850°C sous azote pur.

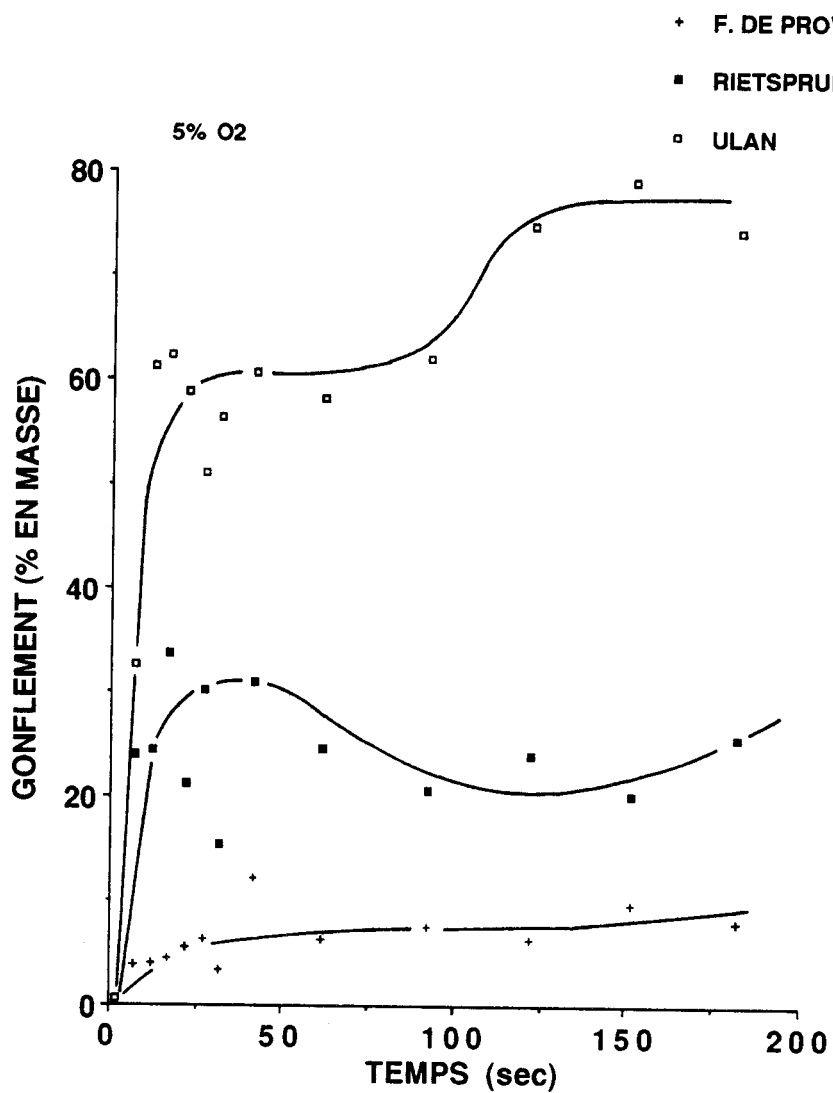


Fig. 35: Comparaison de l'évolution du gonflement pour les différents charbons en fonction du temps, à 850° C avec un mélange de 5 % O<sub>2</sub> et 95 % N<sub>2</sub>.

### III.35: La fragmentation:

Les variations de la fragmentation des particules ont été étudiées en fonction du temps de réaction sous azote pur et en présence de 5 % d'oxygène. Ces variations concernent en effet les particules dont le diamètre est inférieur à 0.5 mm.

Sous azote pur (figure n° 36), les courbes obtenues montrent une croissance rapide durant les tous premiers instants de la réaction qu'on attribuera à une fragmentation primaire. Cette dernière est très accentuée notamment dans le cas du flambant de Provence et de La Mure. Ces deux échantillons sont plus riche en vitrinite que les charbons gondwaniens Rietspruit et Ulan. En partant de cette idée selon laquelle la teneur en vitrinite aurait une influence sur la fragmentation primaire, on devrait avoir dans le cas du Ulan une fragmentation plus poussée en raison de sa teneur plus élevée en vitrinite par comparaison au Rietspruit. C'est l'inverse qui se produit pour les charbons gondwaniens ce qui permet de penser que la vitrinite n'est pas le seul facteur à jouer un rôle dans la fragmentation des charbons.

Avec un mélange de 5 % d'oxygène et 95 % d'azote (figure n° 37), le flambant de Provence présente un maximum aux alentours de 22 % de la masse considérée durant les premières secondes de la réaction et recommence à se fragmenter au delà de quarante secondes. Ce nouvel accroissement pourrait s'expliquer par un début de fragmentation secondaire.

Quant aux autres charbons, ils présentent une fragmentation moins accentuée par rapport à celle du flambant de Provence, mais toutefois, on remarque un premier maximum suivi d'une fragmentation secondaire progressive.

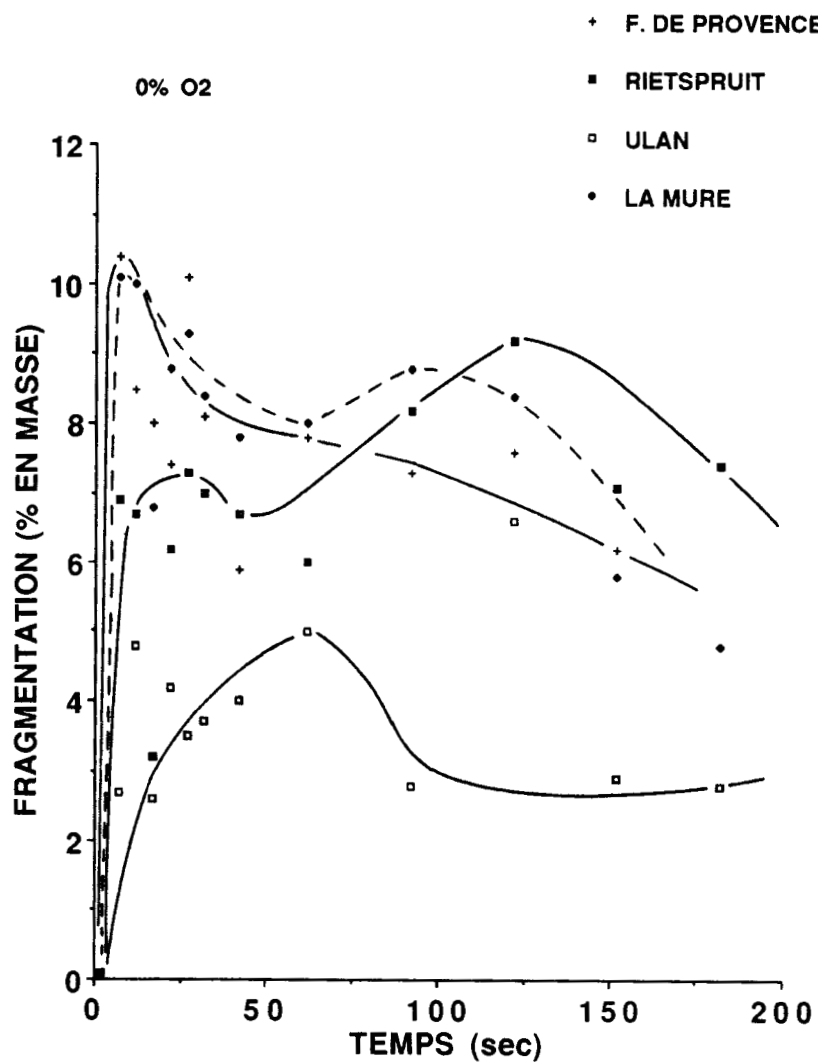


Fig. 36: Comparaison de l'évolution de la fragmentation primaire pour les différents charbons en fonction du temps, sous azote pur.

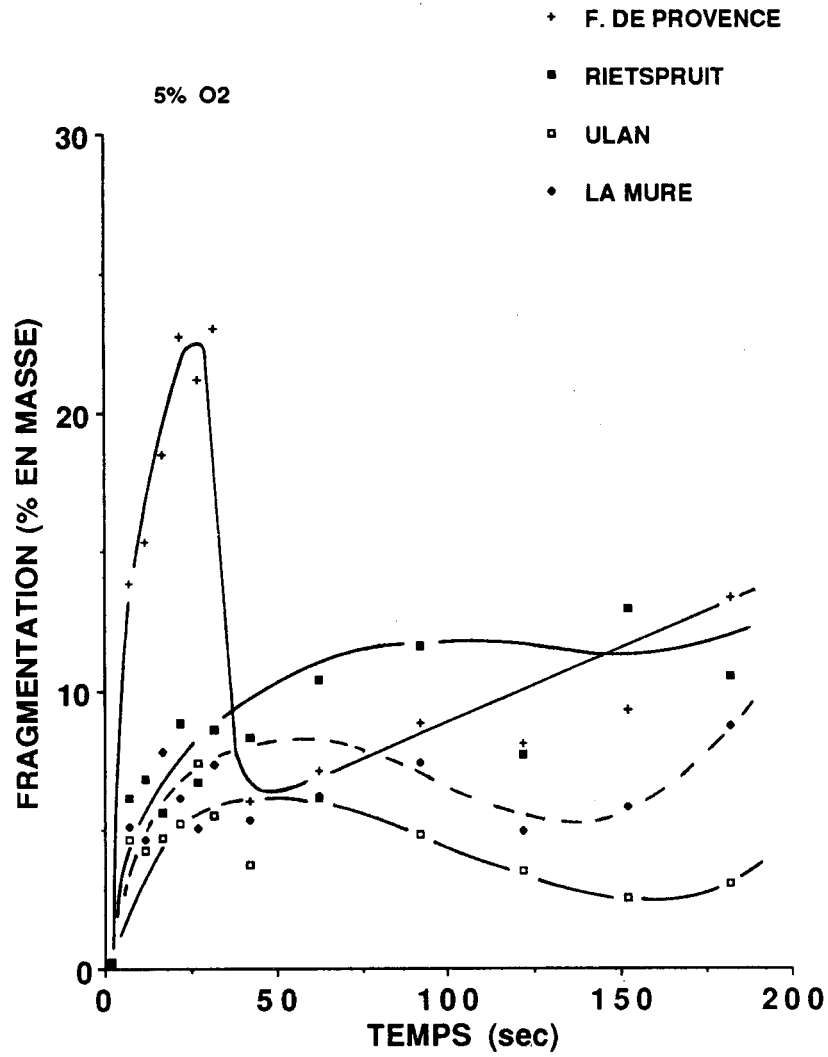


Fig. 37: Comparaison de l'évolution de la fragmentation primaire pour les différents charbons en fonction du temps, avec un mélange de 5 % O<sub>2</sub> et 95 % N<sub>2</sub>.



### **III.4: Etude pétrographique des charbons, après les premières étapes de la combustion:**

#### **III.41: Généralités:**

Cette partie consacrée à l'étude pétrographique des charbons après la combustion, concerne cinq échantillons: Le flambant de Provence, le flambant de Freyming, l'antracite de La Mure, le flambant Rietspruit, et le flambant Ulan.

Les charbons retenus pour cette étude, ont initialement une granulométrie comprise entre 0.5 et 1 mm. Le but recherché est l'étude des paramètres, tels que la composition pétrographique, et le pouvoir réflecteur, à l'état initial ( $t = 0$ ), et après cinq et dix secondes de réaction. Ces études ont été réalisées après les premières étapes de la combustion et de la pyrolyse, à 850° C, sous pression atmosphérique avec un mélange de 5 % d'oxygène et 95 % d'azote, ou uniquement dans l'azote pur.

Ces charbons se distinguent particulièrement par leur composition macérale (déterminée à l'état brut), et leur teneur en matières volatiles. Les charbons français, flambant de Provence et flambant de Freyming, sont à haute teneur en matières volatiles, tandis que l'antracite de La Mure, n'en présente qu'une faible quantité. Quant aux charbons gondwaniens Rietspruit et Ulan, leur teneur en matières volatiles se situe dans la moyenne.

Le tableau n° 8, regroupe les résultats des analyses immédiates, des analyses élémentaires, des analyses macérales, et des mesures du pouvoir réflecteur.

Les histogrammes sont présentés sur la même figure, afin de faciliter la comparaison entre la composition macérale de chaque échantillon à l'état initial ( $t = 0$ ), et celles observées après cinq et dix secondes de combustion.

	ANALYSE IMMEDIATE			ANALYSE MACERALE % volumique /produit sec			POUVOIR REFLECTEUR R huile %	ANALYSE ELE MENTAIRE % /produit sec				
	H2O %	CENDRE %	MV %	VITRINITE %	EXINITE %	INERTINITE %		C	S	H	N	
<b>CHARBON</b>												
<b>FREYMING (FF)</b>	4.91	5.27	35.89	70	14	14	0.79					
<b>FLAMBANT DE PROVENCE (FP)</b>	7.45	29.53	44.60	51	9	12	0.46	47.62	3.65	3.63	1.50	
<b>LA MURE (LAM)</b>	5.97	33.05	6.62	84	0	11	4.25	59.29	2.30	1.27	1.20	
<b>RIETSPRUIT (RI)</b>	3.05	16.91	24.50	26	5	61	0.82	65.10	0.63	3.82	1.90	
<b>ULAN (UL)</b>	7.21	18.03	29.62	40	8	44	0.68	66.20	0.65	4.34	1.90	

Tab. 8: Analyses immédiate, macérale, et élémentaire des échantillons étudiés pour la combustion.

**III.42: Analyses pétrographiques à l'état initial, et durant les premiers stades de la réaction:**

Les charbons durant la combustion, subissent une modification concernant leur composition macérale. Cette modification étant en rapport avec leur propriétés chimiques, ne semble pas affecter les différents macéraux de la même manière.

Afin de connaître le comportement des composants des charbons à la combustion, et de suivre les variations quantitatives et qualitatives des différents macéraux, la composition macérale a été déterminée pour chaque échantillon à l'état initial et après les différents temps de la réaction.

Les résultats des analyses pétrographiques des charbons observés, sont présentés par le tableau n° 9, au temps initial ( $t = 0$ ), et après cinq et dix secondes de combustion.

Echantillon	Temps de combustion (Second)	Vitrinite (% volumique)	Exinite (% volumique)	Inertinite (% volumique)	Matière minérale (% volumique)	Semi-coke (% volumique)
Fl. de freyning ( FF )	t=0	68.40	14.20	13.00	7.20	-
	t=5 ( 5% O <sub>2</sub> , 95% N <sub>2</sub> )	32.20	6.20	12.60	4.60	44.40
	t=10 ( 5% O <sub>2</sub> , 95% N <sub>2</sub> )	18.20	4.20	13.40	5.20	59.00
Fl. de provence ( FP )	t=0	51.60	7.20	15.40	25.80	-
	t=5 ( 5% O <sub>2</sub> , 95% N <sub>2</sub> )	33.00	3.80	15.40	24.80	23.00
	t=10 ( 5% O <sub>2</sub> , 95% N <sub>2</sub> )	24.20	3.00	15.20	26.60	31.00
	t=10 ( 0% O <sub>2</sub> , 100% N <sub>2</sub> )	23.00	3.60	14.80	26.00	32.60
La Mure ( LAM )	t=0	82.60	0.00	10.20	7.20	-
	t=5 ( 5% O <sub>2</sub> , 95% N <sub>2</sub> )	73.40	0.00	10.20	6.20	10.20
	t=10 ( 5% O <sub>2</sub> , 95% N <sub>2</sub> )	69.60	0.00	10.20	5.80	14.40
Ulan ( UL )	t=0	39.80	6.80	46.00	7.40	-
	t=5 ( 5% O <sub>2</sub> , 95% N <sub>2</sub> )	26.40	5.00	44.20	7.00	17.40
	t=10 ( 5% O <sub>2</sub> , 95% N <sub>2</sub> )	11.60	2.20	43.40	7.60	35.20
Rietspruit ( RI )	t=0	25.80	5.40	61.00	7.80	-
	t=5 ( 5% O <sub>2</sub> , 95% N <sub>2</sub> )	15.80	3.40	57.80	6.60	16.40
	t=10 ( 0% O <sub>2</sub> , 95% N <sub>2</sub> )	6.60	2.40	59.60	7.20	24.20

Tab. 9: Résultats des analyses pétrographiques des échantillons, à l'état initial (t = 0), et après cinq et dix secondes de réaction.

### **III.421: Etude pétrographique des charbons après cinq et dix secondes de combustion:**

L'analyse pétrographique des différents échantillons après la combustion, a été effectuée selon la même méthode de comptage, que celle appliquée à l'état initial ( $t = 0$ ) (.cf II.42).

Sur un total de 500 points comptés sur la surface de l'échantillon préparé, nous avons pris en compte en plus de la quantité de vitrinite, de l'exinite, de l'inertinite et de la matière minérale, celle de semi-cokes (sk) produits après les cinq et dix premières secondes de réaction. Les figures n° 38, 39, 40, 41 et 42, montrent les histogrammes établis pour les charbons étudiés à l'état brut et après les différents temps de combustion.

Pour tous les charbons, les particules ont été brûlées avec un mélange de 5 % d'oxygène et 95 % d'azote. La composition macérale du flambant de Provence, a été également déterminée après dix secondes d'échauffement en absence d'oxygène et à 100 % d'azote, afin de connaître une éventuelle modification de sa composition pétrographique. En comparant les résultats des analyses macérale de ce charbon, (cf tableau n° 9, III.42), on remarque une différence très faible voire négligeable concernant la teneur en groupes de macéraux, et en matières minérales. La quantité de semi-coke, reste quasiment identique à celle produite lors de combustion de ce charbon en présence d'oxygène.

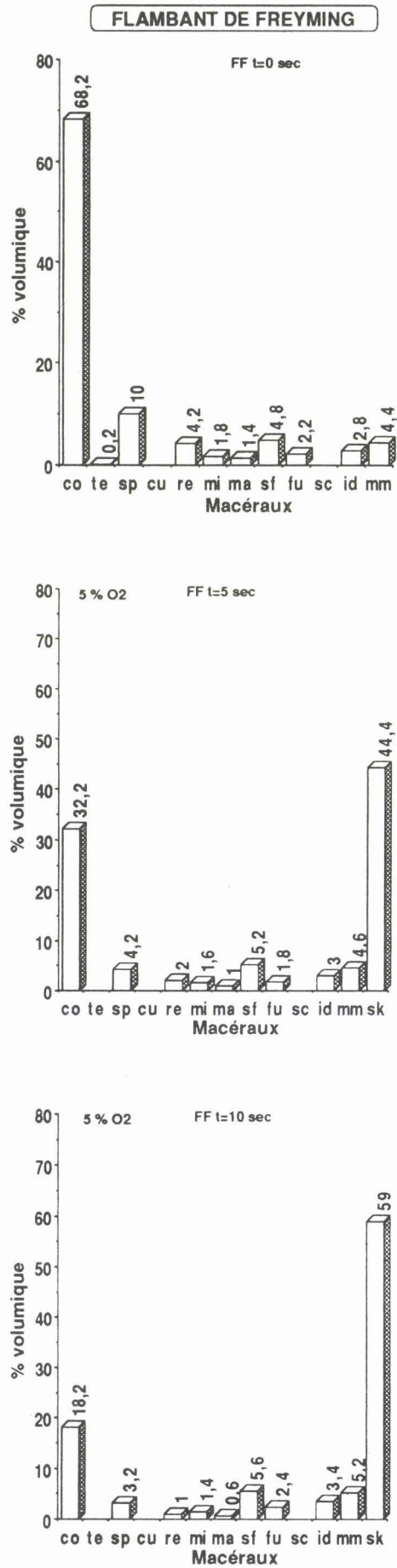


Fig. 39: Composition macérale du flambant de Freyming (FF), à l'état initial et après cinq et dix secondes de réaction.

FLAMBANT DE PROVENCE

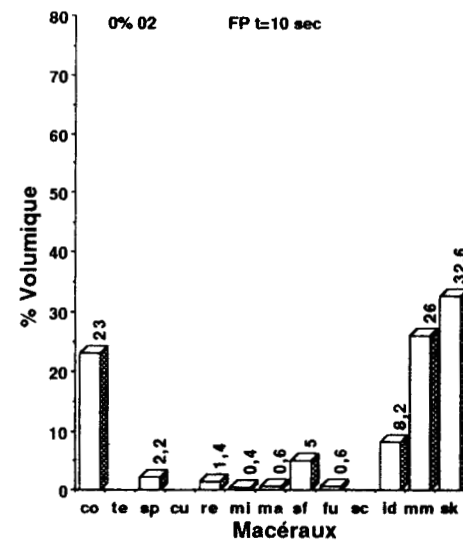
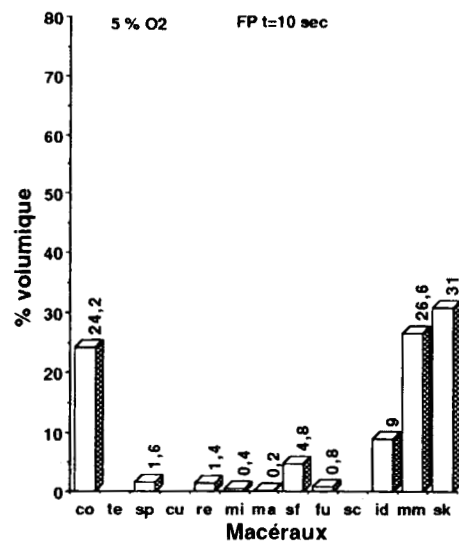
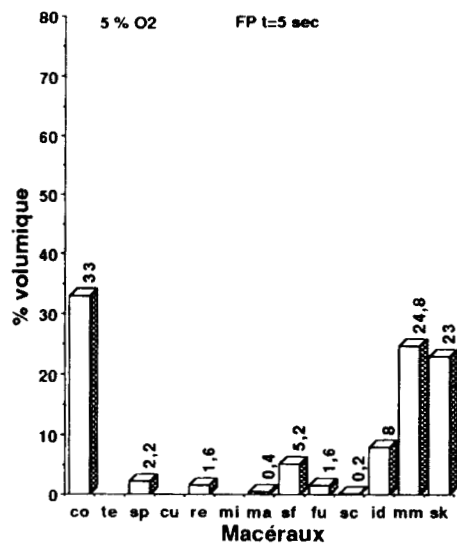
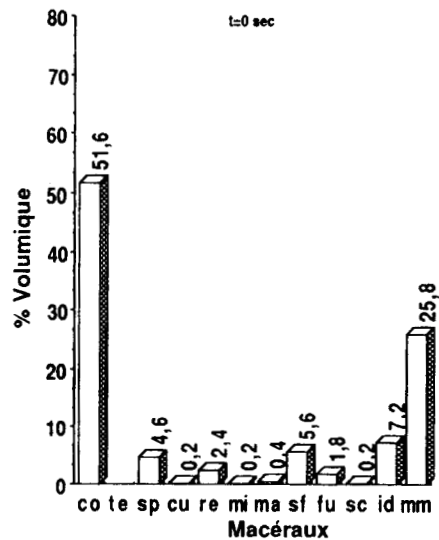


Fig. 38: Composition macérale du flambant de Provence (FP), à l'état initial et après cinq et dix secondes de réaction.

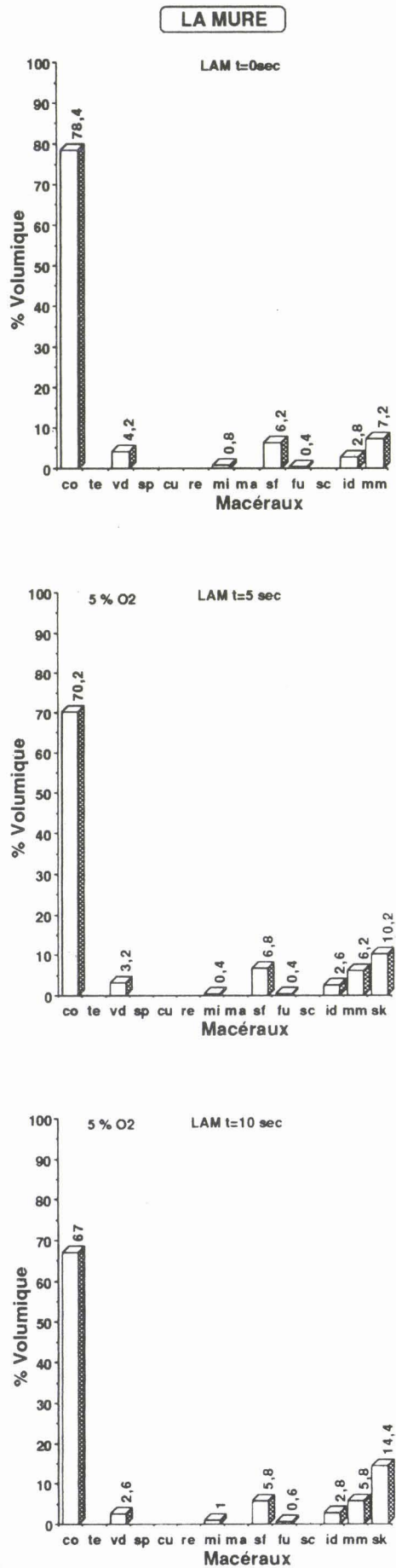


Fig. 40: Composition macérale de La Mure (LAM), à l'état initial et après cinq et dix secondes de réaction.



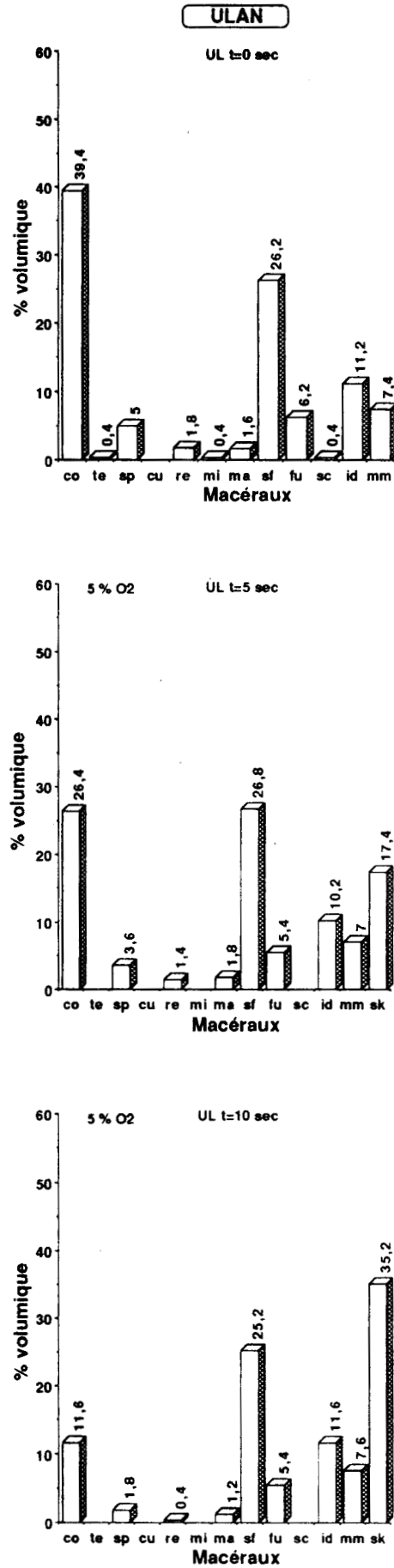


Fig. 42: Composition macérale de Ulan (UL), à l'état initial et après cinq et dix secondes de réaction.

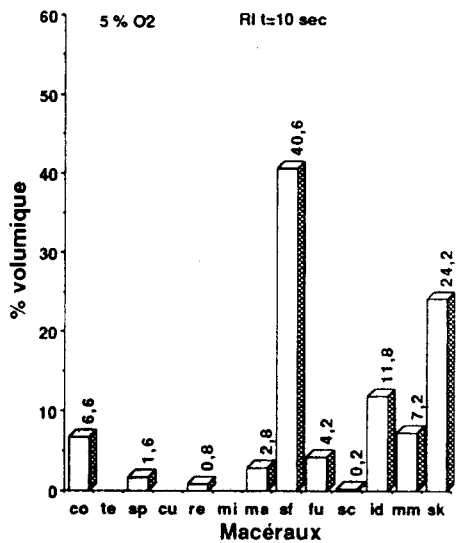
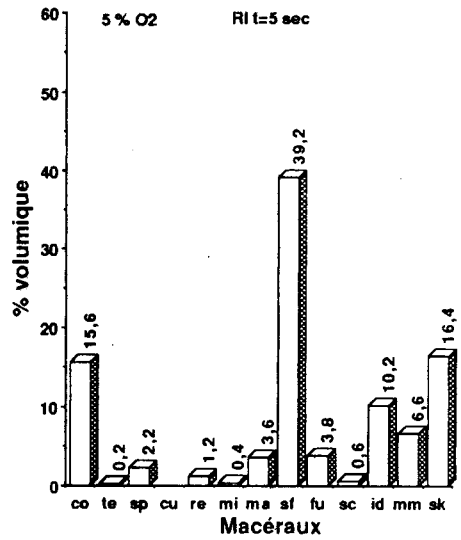
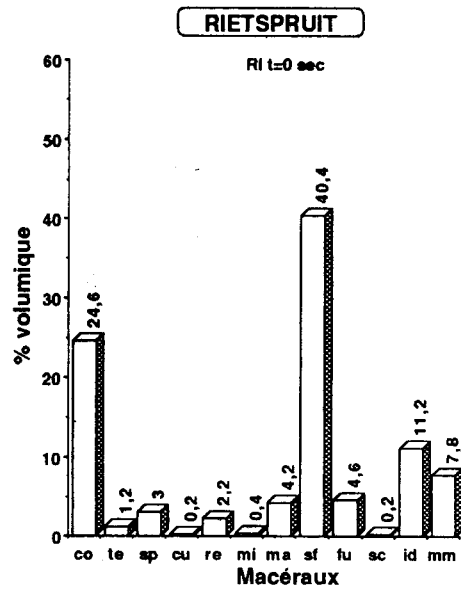


Fig. 41: Composition macérale de Rietspruit (RI), à l'état initial et après cinq et dix secondes de réaction.

### **III.43: Etude qualitative des charbons:**

Les analyses pétrographiques montrent que les macéraux ne subissent pas une disparition immédiate au cours de la combustion. Leur disparition progressive a été suivie par la récupération des particules de charbon, après le passage au four pendant cinq et dix secondes.

Les analyses microscopiques en lumière réfléchie nous permettent de constater la différenciation des divers groupes de macéraux par leur pouvoir gonflant. Les macéraux du groupe de la vitrinite (collinite et télinite) possèdent un bon pouvoir gonflant et leur teneur diminue d'une manière nette, avec augmentation du temps de la combustion. La télinite, existe en très faible quantité dans les charbons étudiés, et semble disparaître totalement au cours de la combustion.

Les charbons français, notamment La Mure, présentent une forte teneur en vitrinite. La proportion en vitrinite dans les charbons gondwaniens est moyenne. Pour tous les charbons observés, nous constatons une diminution progressive de la teneur en vitrinite avec une accumulation simultanée de semi-coke. Dans le cas de La Mure, la vitrinite présente une diminution nettement moins franche, par comparaison aux autres charbons étudiés, ce qui peut être due à la faible teneur qu'il présente en matières volatiles.

Les macéraux du groupe de l'exinite possèdent en effet un pouvoir de gonflement plus élevé que ceux de groupe de la vitrinite. Leur teneur diminue progressivement avec la combustion à différents stades de la réaction. L'observation microscopique de la morphologie des macéraux appartenant à ce groupe (la sporinite en particulier), suggère qu'ils subissent une décomposition sans fournir de semi-coke.(planche.IV, photo.d).

Dans les charbons étudiés, l'exinite se trouve souvent en association avec la vitrinite et l'inertinite. Leur fusion peut ainsi faire apparaître des pores dans l'inertinite, et même influencer éventuellement la fusion de la vitrinite.

L'exinite, comme l'indiquent les analyses macérales, se présente en faible proportion dans les charbons observés. Les macéraux appartenant à ce groupe diminuent, voire même disparaissent durant les dix premières secondes de la combustion.

L'observation microscopique des mégaspores d'une morphologie quasi-parfaite, entourés par la vitrinite presque totalement en fusion (planche.III, photo.e), suggère que l'apparition des pores dans la vitrinite précède la décomposition de l'exinite pendant la combustion.

Les macéraux de groupe de l'inertinite, comme son nom l'indique, sont inertes à la cokéfaction. Leur morphologie reste parfaitement reconnaissable durant les deux premières étapes de la combustion, cinq et dix secondes. L'inertinite est en faible quantité dans les charbons français, mais se présente en forte proportion dans les charbons gondwaniens, notamment le Rietspruit. Sa quantité élevée est notamment marquée par celle de la semi-fusinite. Les charbons étudiés montrent après la combustion, une stabilité relative des macéraux de ce groupe.

La combustion entraîne une décomposition de la plupart des espèces minérales, et une formation des nouvelles espèces; O'gorman et Walker; 1973. D'après les analyses de la composition pétrographique, durant les premières secondes de la combustion, la proportion de la matière minérale des charbons observés, reste quasiment inchangée.

Les macéraux restent encore reconnaissables durant les quinze premières secondes de la combustion. Au-delà de ce temps de réaction, avec l'utilisation de cette granulométrie, il n'est guère possible d'identifier les macéraux, exceptés ceux du groupe de l'inertinite. L'observation microscopique des échantillons après quinze secondes de combustion, nous permet de constater uniquement la présence du semi-coke, de l'inertinite et de la matière minérale.

### **III.44: Modification morphologique des macéraux lors de la combustion:**

La cokéfaction d'un charbon dépend essentiellement de son rang et de sa composition macérale. Lors des premières étapes de la combustion, les macéraux du groupe de la vitrinite et de l'exinite fondent ou disparaissent, alors que ceux du groupe de l'inertinite montrent une morphologie inchangée.

La combustion au sein des macéraux réactifs, particulièrement ceux de la vitrinite, est marquée par l'apparition de vacuoles de morphologies variables, (planche.IV, photo.e), due au dégagement des matières volatiles.

Ces structures de fusion apparaissent soit sous forme de pores de différentes tailles, dispersés au sein de la collinite, soit sous forme de cavités rondes pourvues de parois plus ou moins épaisses renfermant un petit nombre de vacuoles de dimensions variables, (planche.IV, photo.b). Les structures issues de la fusion peuvent acquérir parfois une forme allongée.

Dans les charbons étudiés, la distinction entre la cokéfiabilité des macéraux du groupe de la vitrinite et l'inertie à la cokéfaction de ceux de groupe de l'inertinite se fait facilement. La planche.IV, photo.a, montre bien cette différence du comportement entre la collinite et la semi-fusinite. On note toutefois une légère augmentation de la réflectance en bordure de la semi-fusinite qui se trouve immédiatement au contact de la collinite.

La trace de fusion sur les macéraux de groupe de l'exinite apparaît d'une manière quelconque. L'exinite subit en effet une décomposition spontanée et disparaît progressivement lors de la combustion.

L'apparition des fissures ou des fentes au sein des macéraux, due à la cokéfaction, semble acquérir une plus large amplitude quand elles passent de la vitrinite à l'exinite (planche.IV, photo.d). Cet élargissement peut être la conséquence du pouvoir de fusion de l'exinite qui est supérieur à celui de la vitrinite. Une forte augmentation de la réflectance, marque la trace de la fusion laissée sur la sporinite, (mégaspore).

L'observation microscopique des charbons permet de constater un fort relief qui différencie les zones actives des zones inertes. On note également une réflectance plus élevée qui marque le contour de certaines particules et la bordure interne des pores et des fissures.

### **III.45: Etude de la fissuration des charbons:**

Les couches de charbon sont en général parcourues par des fissures soit naturelles ou *endogènes*, perpendiculaires à la stratification, soit d'origine tectonique ou *exogène* qui présentent une orientation quelconque. L'examen microscopique des charbons permet de constater que ces fractures sont souvent développées au sein de la vitrinite. Lors de l'étude des charbons, durant les premiers stades de la combustion, on rencontre d'autres fissures développées au sein des macéraux, essentiellement la vitrinite. Ces fissures se différencient nettement des précédentes, par une augmentation du pouvoir réflecteur tout au long de leur bordure. On attribue leur apparition à un départ des matières volatiles lors de la combustion.

Au début de la cokéfaction ces fissures apparaissent très finement (planche.III, photo.a), et acquièrent un développement plus important aux stades plus avancés de la combustion, (planche.III, photo.c), avec une réflectance plus élevée à leur bord. Cette augmentation de la réflectance est mieux définie dans le cas des charbons de bas rang, comme le flambant de Provence

Le flambant de Provence présente deux sortes de fissures (planche.III, photo.d): un système général de fente causées par la dévolatilisation du charbon, et qui montre globalement une orientation préférentielle; et d'autres fractures qui se développent perpendiculairement aux premières directions. L'apparition de ces dernières est attribuée à un mécanisme de rupture, dû à une relaxation mécanique. L'observation microscopique des échantillons permet de constater que les fissures et fentes parcourent les divers macéraux notamment la collinite.

Afin d'avoir une idée des rôles joués par les différents macéraux dans le mécanisme de la fragmentation, les fissures ont été comptées suivant la méthode précédemment décrite (cf II.42).

	F F		F P		L A M		U L		R I	
	t=5 sec	t=10 sec	t=5 sec	t=10 sec	t=5 sec	t=10 sec	t=5 sec	t=10 sec	t=5 sec	t=10 sec
<b>Pourcentage des points comptés en dehors des fissures</b>	85.40	82.00	82.60	76.60	92.80	89.80	91.20	88.40	86.00	87.60
<b>Pourcentage des fissures dans la Vitrinite</b>	10.60	13.00	11.80	16.80	6.20	8.40	5.80	5.60	5.60	3.80
<b>Pourcentage des fissures dans l'Exinite</b>	1.20	1.80	1.40	1.00	0.00	0.00	0.60	0.80	0.60	0.20
<b>Pourcentage des fissures dans l'Inertinite</b>	2.80	3.20	4.20	5.60	1.00	1.80	2.40	5.20	7.80	8.40
<b>pourcentage total des fissures</b>	14.60	18.00	17.40	23.40	7.20	10.20	8.80	11.60	14.00	12.40

Tab. 10: Répartition des fissures dans les différents groupes de macéraux, après cinq et dix secondes de réaction.

Pour les cinq charbons étudiés, le flambant de Freyming, le flambant de Provence, Ulan, et Rietspruit, le comptage des fissures a été effectué à deux temps différents de réaction (cinq et dix secondes). Les résultats de ces analyses sont regroupés dans le tableau n° 10.

On remarque que la vitrinite par rapport aux autres groupes de macéraux renferme un nombre plus important de fissures. Le pourcentage des fissures développées dans la vitrinite est en effet plus élevé dans les charbons français, par comparaison aux charbons gondwaniens qui sont moins riches en vitrinite.



### III.46: Relation entre la composition macérale et la fissuration:

L'analyse de la fissuration des charbons montre le rôle prédominant de la vitrinite dans le mécanisme de la fragmentation.

La figure n° 43, présente pour quatre charbons, le rapport entre le nombre total de fissures observées et la teneur en vitrinite de l'échantillon au temps  $t - \Delta t$ . Dans le cas présent,  $t$  représente le temps de combustion égal à dix secondes, et ' $\Delta t = 5$  secondes', c'est le début d'intervalle du temps entre deux piégeages de particules dans le four. Selon cette relation, on tient compte du pourcentage de vitrinite après cinq secondes de réaction. Le coefficient de corrélation ( $R = 0,75$ ) apparu, est faible.

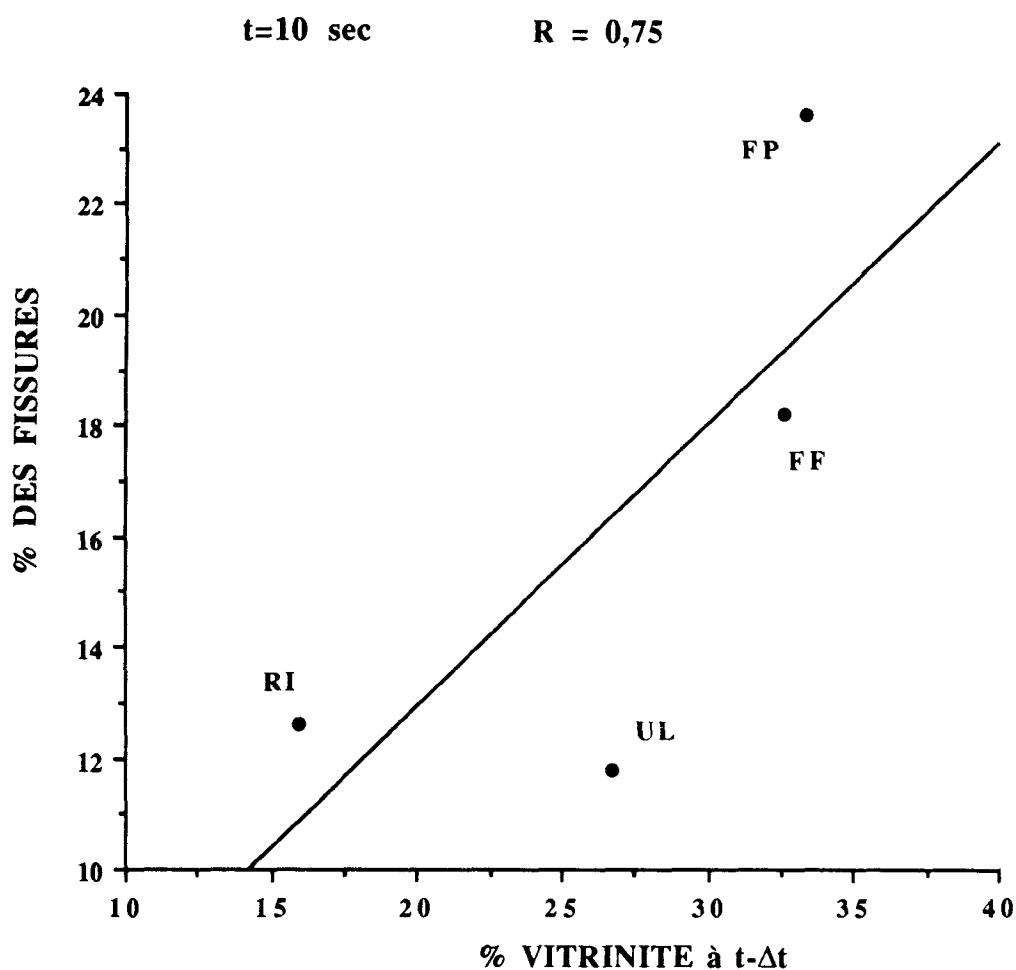


Fig. 43: Relation entre le pourcentage des fissures et la teneur en vitrinite à  $t - \Delta t$  ( $\Delta t = 5$  sec).

Cette représentation a été modifiée en faisant intervenir le rang du charbon qui influence les propriétés mécaniques de la vitrinite. La figure n° 44, présente en abscisse le pourcentage de la vitrinite du charbon divisé par sa réflectance. Cela permet de faire intervenir un paramètre supplémentaire important, qui conduit à une meilleure corrélation ( $R = 0,87$ ).

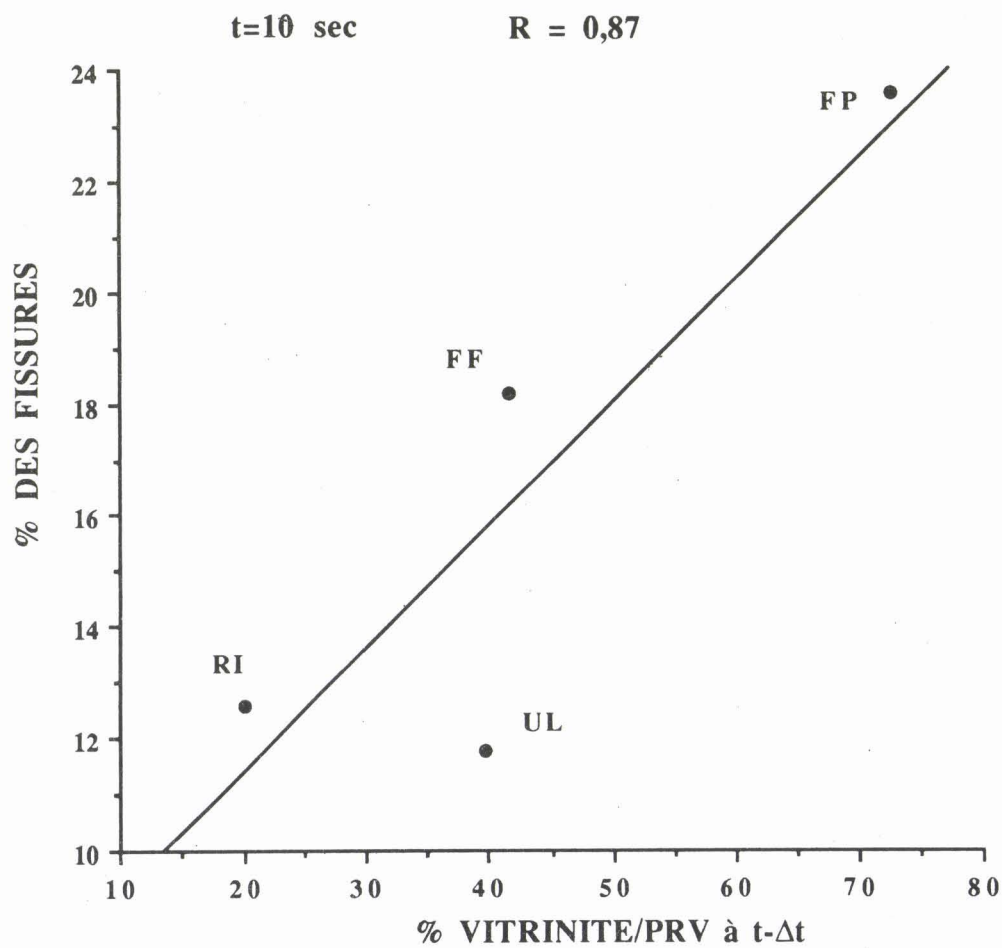


Fig. 44: Relation entre le pourcentage des fissures et la teneur en vitrinite en rapport avec sa réflectance à  $t - \Delta t$  ( $\Delta t = 5$  sec).

Les quatre charbons étudiés ont en effet des pouvoirs réflecteurs assez faibles. En étudiant également l'anhracite de La Mure (figure n° 45), qui présente une réflectance très élevée, on obtient ( $R = 0,91$ ). L'anhracite de La Mure présente un très faible pourcentage en matières volatiles, et le développement de la fissuration au sein de cet échantillon est très faible. Cette amélioration du coefficient de corrélation est due en effet au rang plus élevé de cet échantillon.

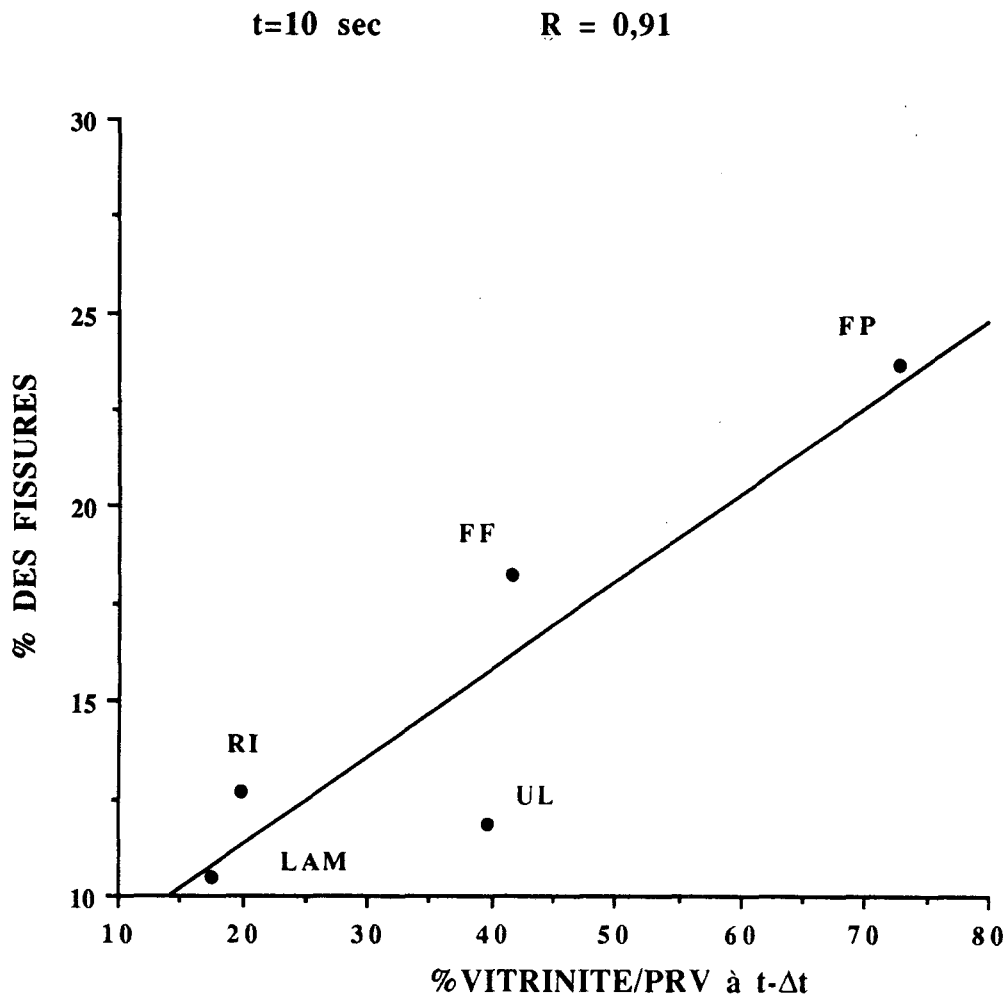


Fig. 45: Relation entre le pourcentage des fissures et la teneur en vitrinite en rapport avec sa réflectance à  $t - \Delta t$  ( $\Delta t = 5 \text{ sec}$ ).

Les figures précédentes présentent en ordonnée, le pourcentage total des fissures, développées au sein des macéraux appartenant aux groupes de la vitrinite, de l'exinite et de l'inertinite.

D'après les analyses qualitatives concernant le développement de la fissuration, le rôle prédominant de la vitrinite dans le mécanisme de la fragmentation apparaît évident. Ainsi sur la figure n° 46, est présenté pour chaque charbon étudié, le pourcentage des fissures développées dans la vitrinite en fonction de la teneur en vitrinite divisé par son pouvoir réflecteur. Une faible corrélation apparaît ( $R = 0,81$ ).

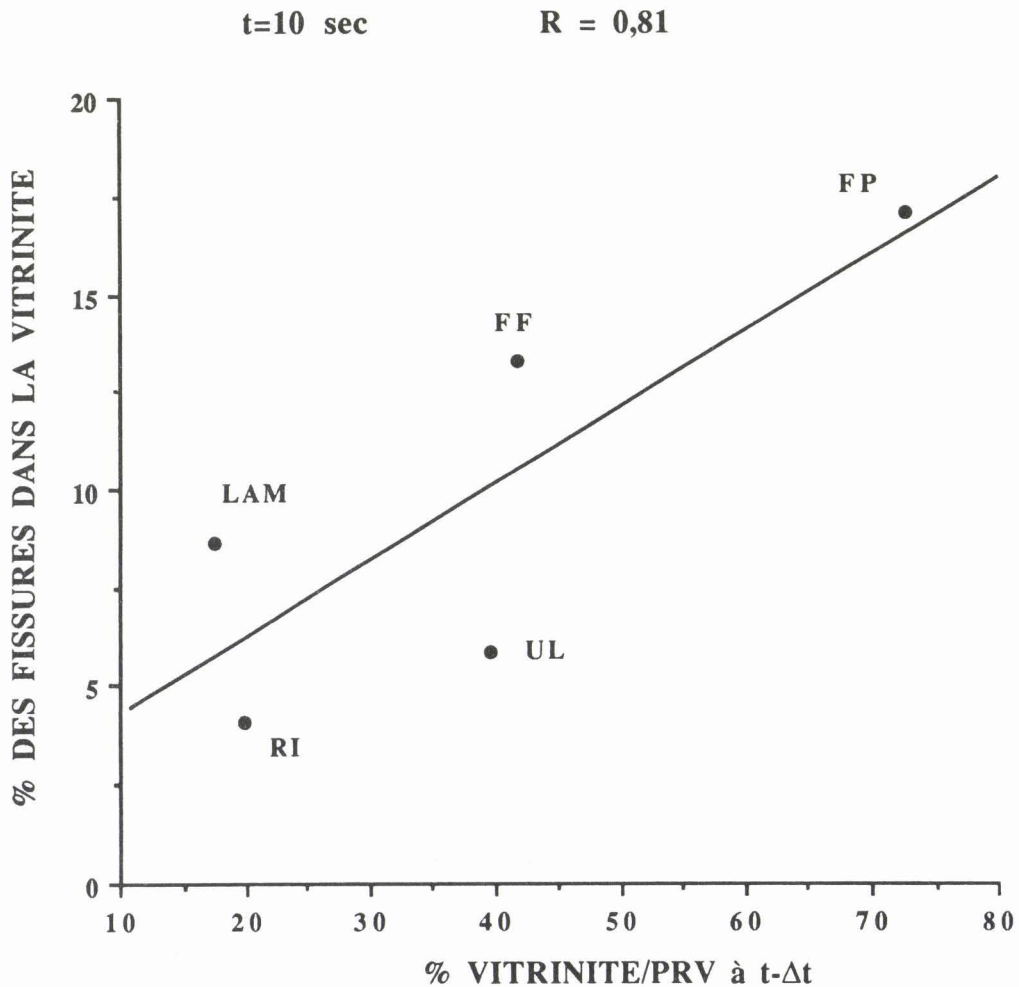


Fig. 46: Relation entre le pourcentage des fissures dans la vitrinite, et la teneur en vitrinite en rapport avec sa réflectance à  $t - \Delta t$  ( $\Delta t = 5 \text{ sec}$ ).

Le coefficient de corrélations devient très faible ( $R = 0,60$ ) quand on présente le pourcentage des fissures apparues dans l'exinite (figure n° 47).

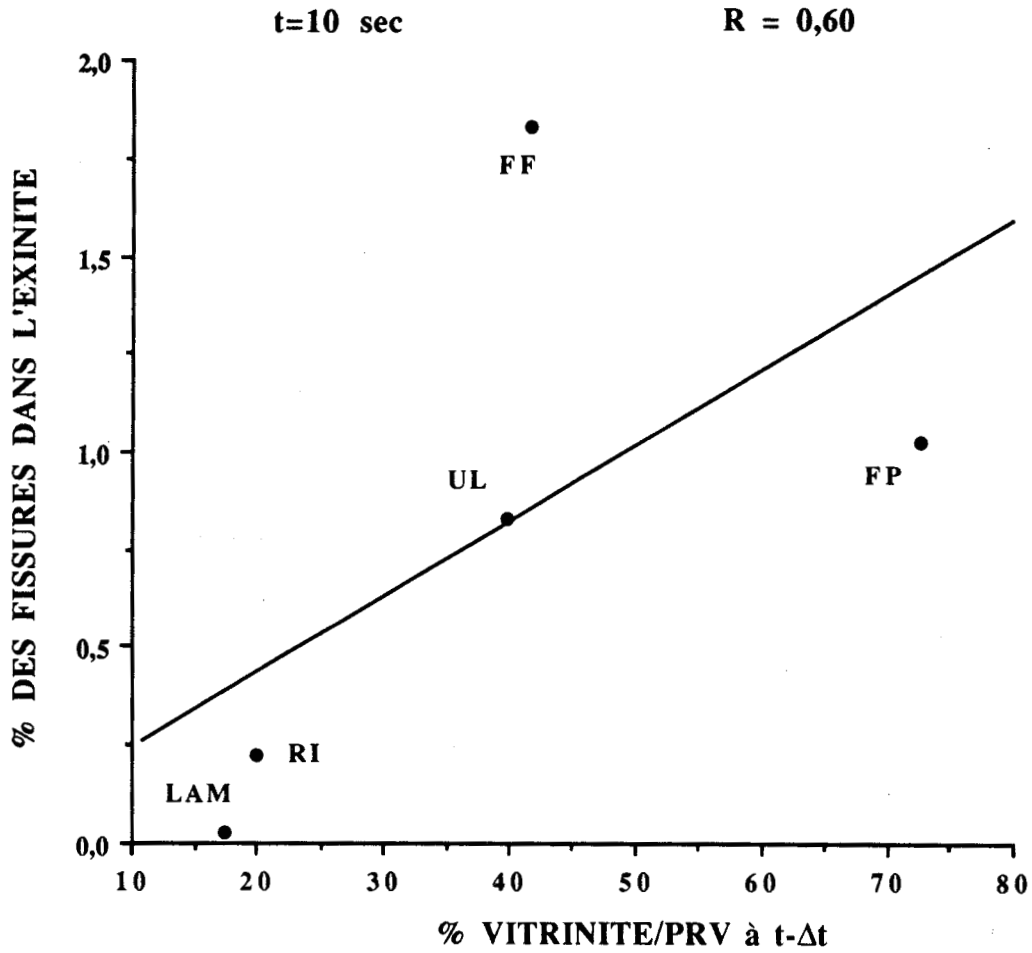


Fig. 47: Relation entre le pourcentage des fissures dans l'exinite, et la teneur en vitrinite en rapport avec sa réflectance à  $t - \Delta t$  ( $\Delta t = 5 \text{ sec}$ ).

Dans le cas de l'Inertinite (figure n° 48), on n'obtient pas une corrélation valable, néanmoins il est important de montrer le comportement de l'inertinite dans le mécanisme de fragmentation, par rapport aux autres groupes de macéraux. Ceci nous permet de préciser que les macéraux appartenant à ce groupe, n'exercent guère une influence sur la fragmentation du charbon au cours de la combustion.

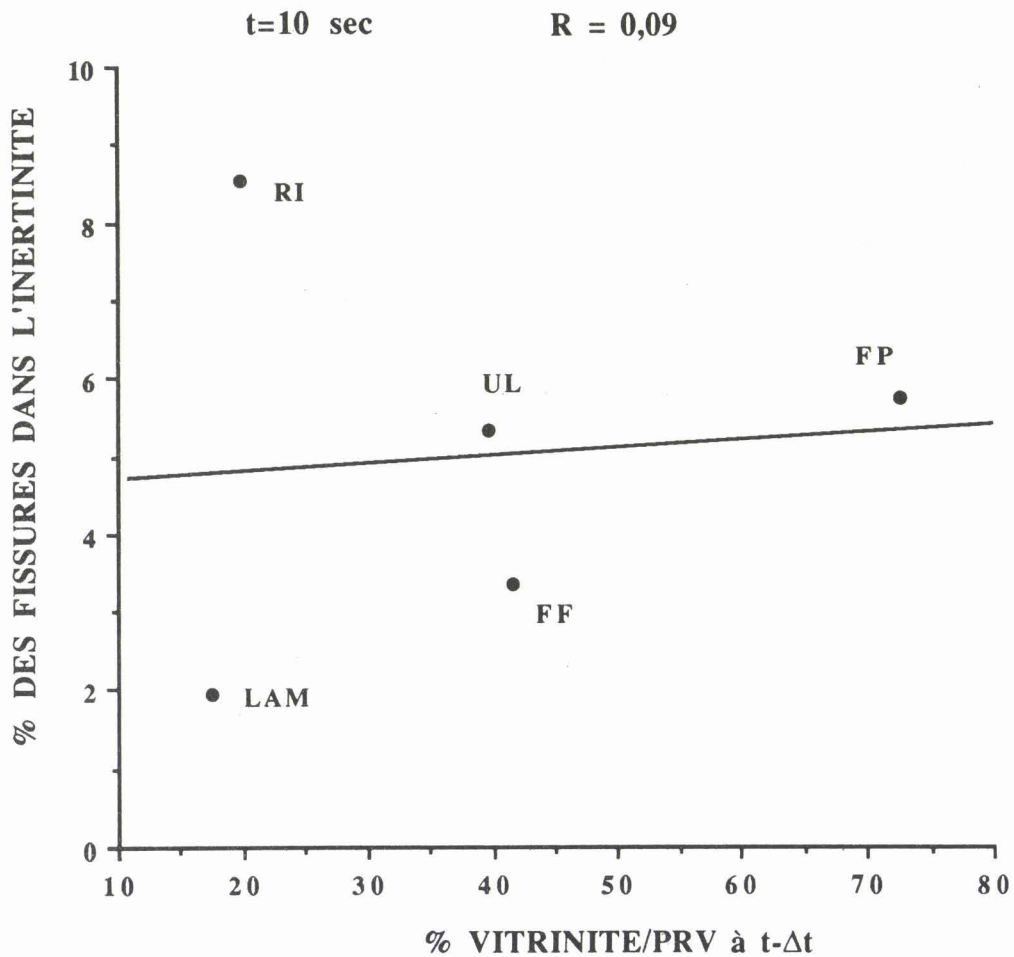


Fig. 48: Relation entre le pourcentage des fissures dans l'inertinite, et la teneur en vitrinite en relation avec sa réflectance  $t - \Delta t$  ( $\Delta t = 5$  sec).

Durant les premières étapes de la combustion, l'exinite et notamment la vitrinite du fait de leur grand pouvoir de fusion, se montrent très propices au développement des fissures. Le pourcentage des fissures apparues dans l'exinite est très faible; ceci peut être en relation avec sa faible teneur dans les charbons étudiés.

L'ensemble d'études quantitatives et qualitatives montrent nettement le rôle influant de la vitrinite dans le mécanisme de la fragmentation des charbons. L'exinite existe en faible quantité dans les charbons mais néanmoins elle pourrait jouer un rôle dans le mécanisme de rupture par son grand pouvoir de fusion.

### III.5: Etude du pouvoir réflecteur

#### III.51: Relations entre le pouvoir réflecteur et la composition macérale:

Les variations de la teneur en groupes de macéraux exercent une influence sur le pouvoir réflecteur des charbons; E. Meriaux; 1969. Les diverses plages de collinite d'un échantillon possèdent en effet des pouvoirs réflecteurs différents. L'exinite, quand elle existe en forte quantité dans un charbon, tend à affaiblir son pouvoir réflecteur, et une forte proportion en inertinite tend à l'augmenter.

La réflectance de la vitrinite et celle des autres macéraux augmente progressivement avec le rang du charbon. D'après l'étude réalisée par D.W. Van Krevelen et J. Schuyer; on constate que durant les premières étapes de la carbonification du charbon, l'exinite évolue plus rapidement que les autres groupes de macéraux et au delà d'un certain rang lorsque le pouvoir réflecteur atteint environ 1.6 %, l'exinite présente la même réflectance que la vitrinite (figure n° 49).

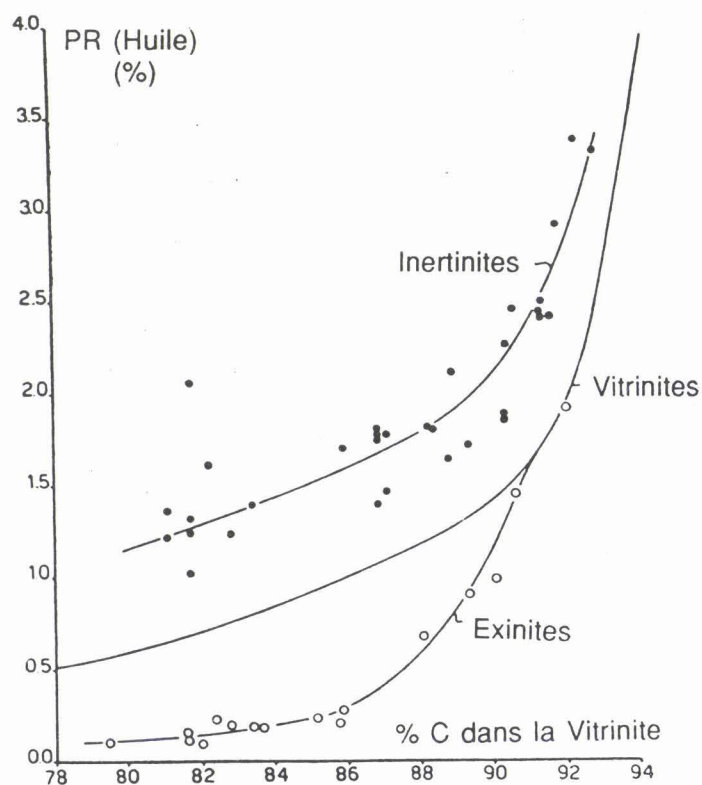


Fig.49: Pouvoir réflecteur des groupes de macéraux (d'après D.W. Van Krevelen et J. Schuyer, 1961).



Parmi les différents groupes de macéraux, c'est la vitrinite qui est caractérisée par une croissance continue de sa réflectance qui peut dépasser celle de l'inertinite dans le cas des charbons très évolués.

### **III.52: Résultats des mesures de la réflectance des charbons:**

Le pouvoir réflecteur des charbons a été mesuré en appliquant la méthode précédemment décrite (cf II.53). Ces mesures de pouvoir réflecteur maximum ont été effectuées sur des particules de l'échantillon moyen.

Pour tous les charbons (figures 50, 51, 52 et 53), les réflectogrammes ont été établis avec un intervalle de réflexion égal à 0,05 %. La détermination du pouvoir réflecteur des charbons se traduit toujours par une certaine dispersion des valeurs de la réflectance. La moyenne arithmétique est calculée pour chaque série de 100 mesures du pouvoir réflecteur. Le calcul de l'écart-type ( $\sigma$ ) permet de connaître la dispersion des valeurs du pouvoir réflecteur et celui de la variance (V) exprime les fluctuations des mesures autour de la moyenne.

Les valeurs numériques des mesures du pouvoir réflecteur sont présentées en annexe par les tableaux A 3 et A 4.

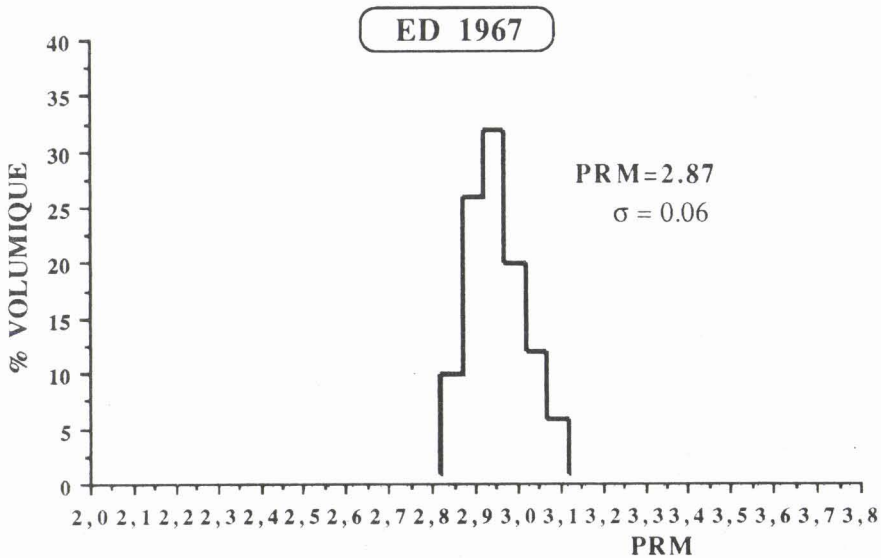
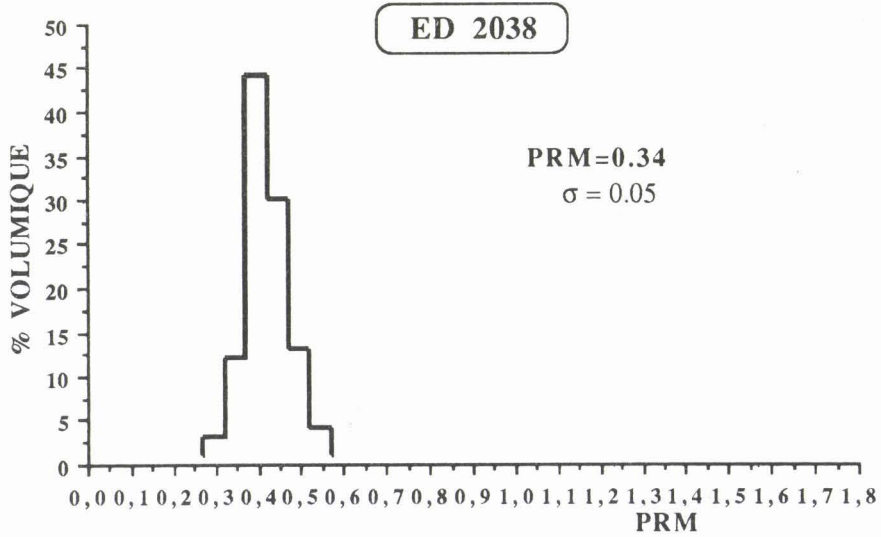
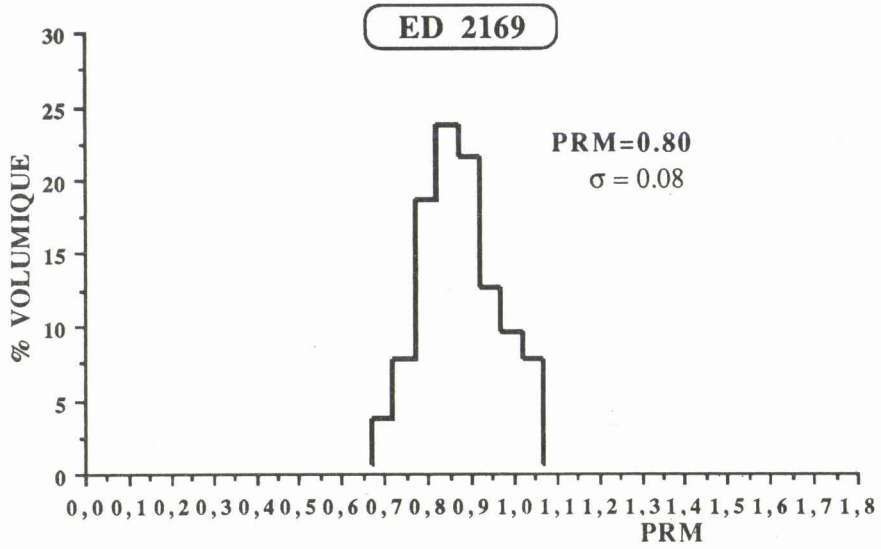


Fig. 50: Réflectogrammes du flambant de Maryport (ED 2169), du lignite espagnol (ED 2038), et de l'antracite allemand (ED 1967).

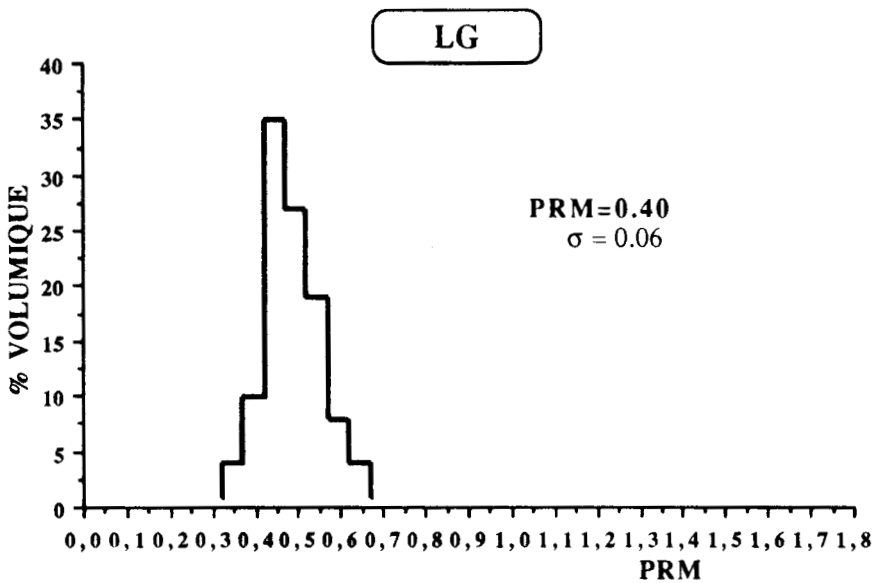
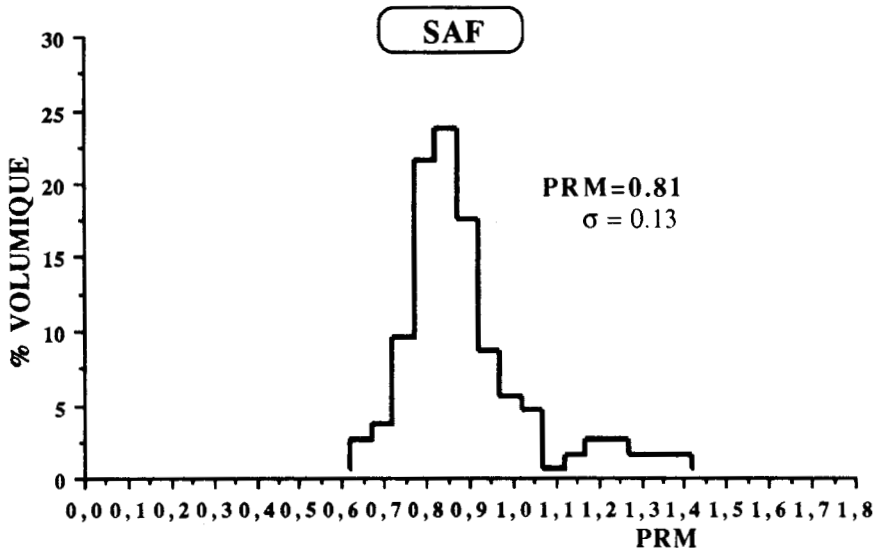
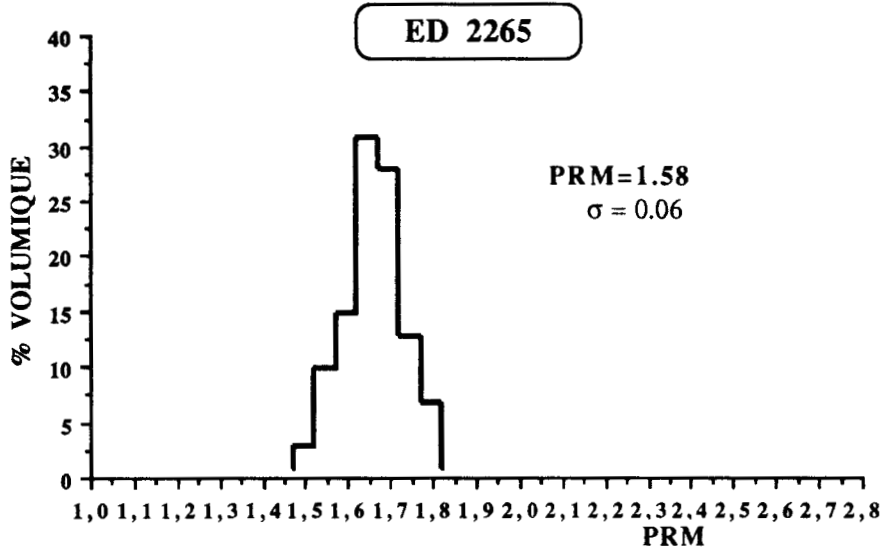


Fig. 51: Réflectogrammes du flambant slater (ED 2265), du flambant sud-africain (SAF), et du lignite de Gardanne (LG).

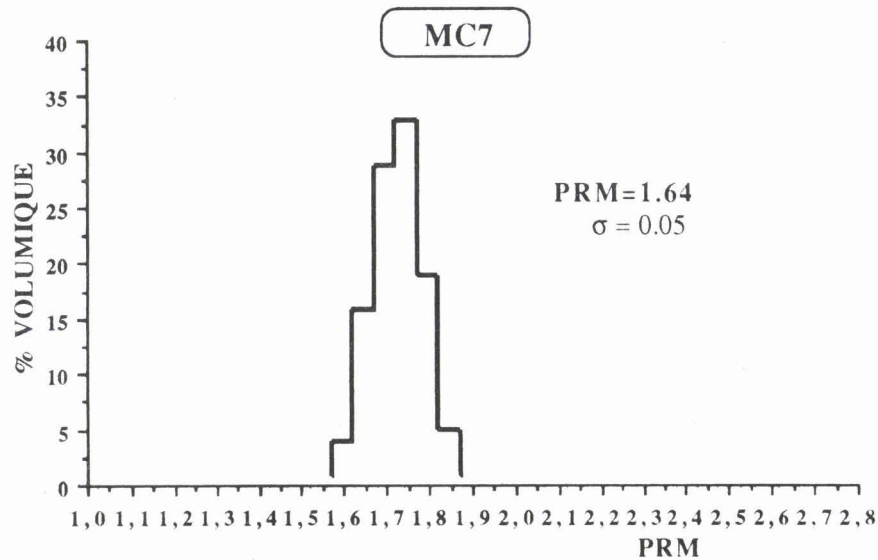
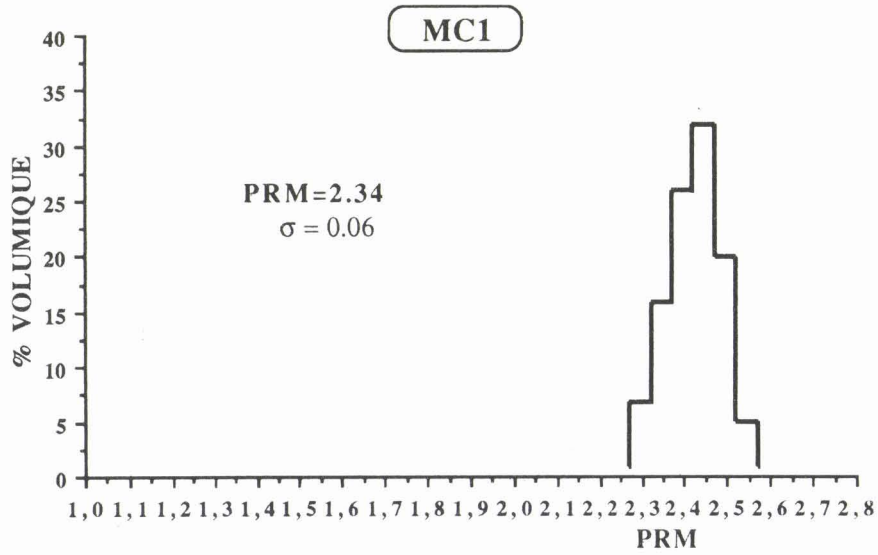
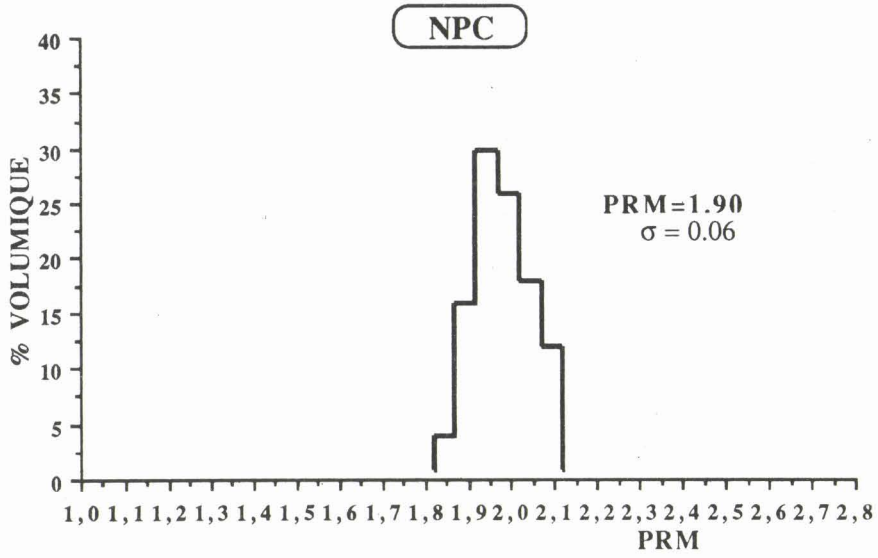


Fig. 52: Réflectogrammes de l'antracite du Nord Pas-de-Calais (NPC), et des anthracites de Blanzoy (MC 1 et MC 7).

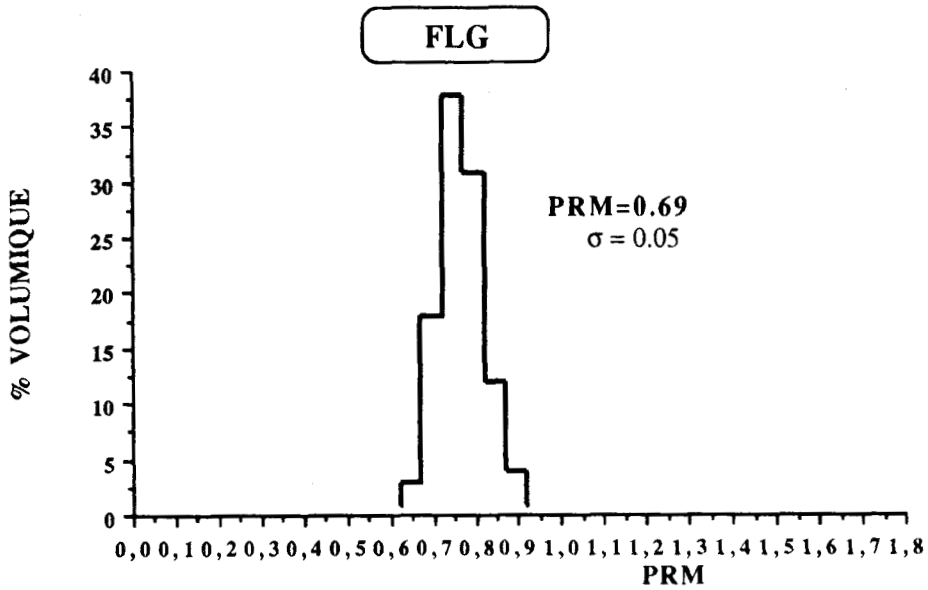
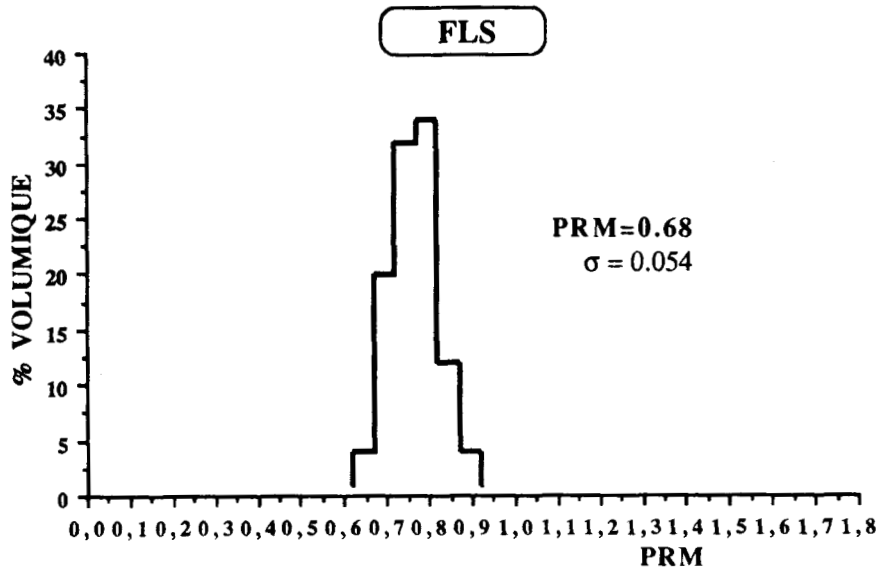


Fig. 53: Réflectogrammes des flambants de Lorraine (FLS et FLG).

### **III.53: Détermination du pouvoir réflecteur des charbons après les premières étapes de la combustion:**

Les mesures du pouvoir réflecteur ont été effectuées sur des échantillons, flambant de Provence, flambant de Freyming, la Mure, Rietspruit et Ulan, observés avant la combustion ( $t = 0$ ) et durant les premières étapes de celle-ci, c'est à dire après cinq et dix secondes de réaction.

### **III.531: Relation entre la dévolatilisation des charbons et leur pouvoir réflecteur:**

Au cours de la combustion, la poussée des gaz inclus dans la masse du charbon fondue partiellement durant ces premières secondes, entraîne un gonflement qui se traduit par une augmentation de son volume. Le départ de ces matières volatiles donne naissance à un système vacuolaire (le semi-coke). Ce processus entraîne une augmentation du pouvoir réflecteur de la collinite, notamment aux alentours des pores créés au sein de ce macéral.

Lors des mesures des pouvoir réflecteur de la vitrinite, on constate que les charbons présentent une anisotropie. En effet la combustion entraîne une réorganisation de la structure du charbon qui devient le plus souvent anisotrope.

Cette anisotropie, P. Robert, 1985; serait une conséquence de la pression des gaz échappés lors de la combustion, par une montée rapide de la température entraînant un plus fort gonflement lié à une fusion accentuée.

### **III.532: Dispersion des valeurs du pouvoir réflecteur:**

Les figures n° 54, 55, 56, 57 et 58, montrent les réflectogrammes des charbons dont la réflectance a été mesurée à l'état initial ( $t = 0$ ) et à différents temps de combustion,  $t = 5$  secondes et  $t = 10$  secondes.

**FLAMBANT DE PROVENCE**

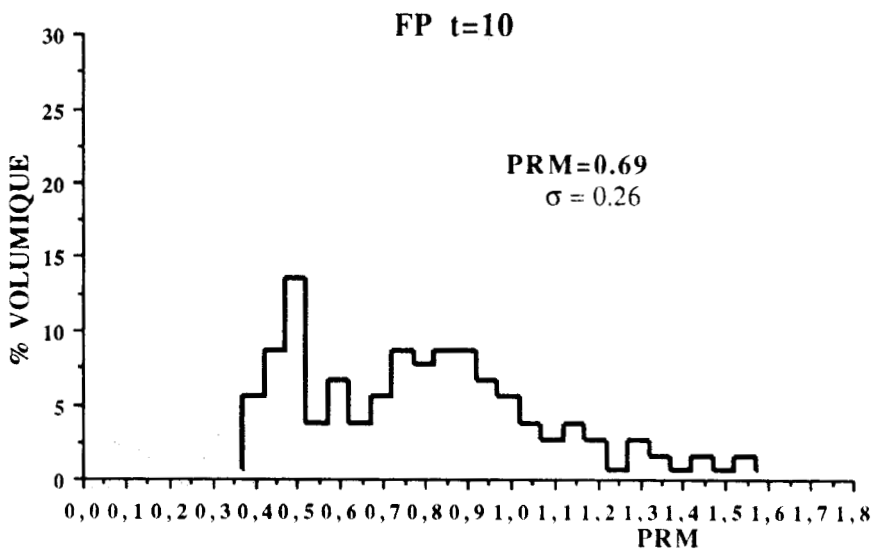
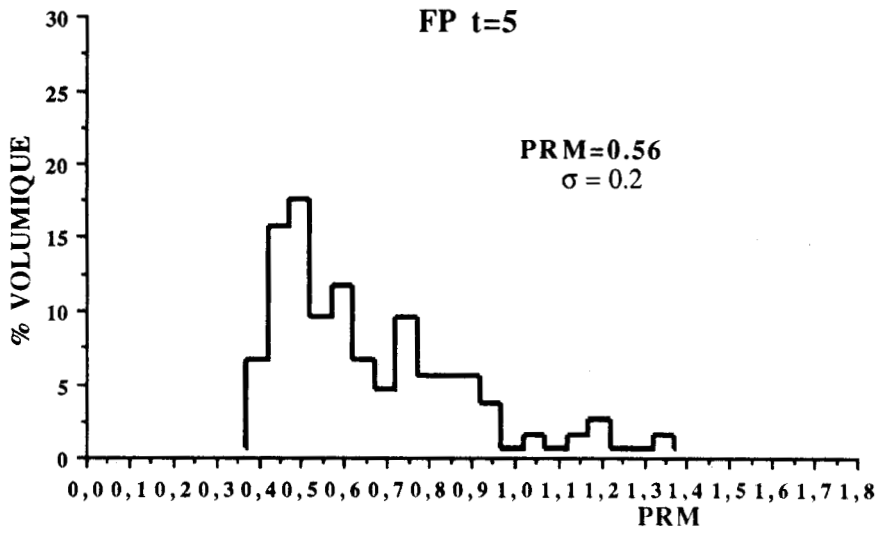
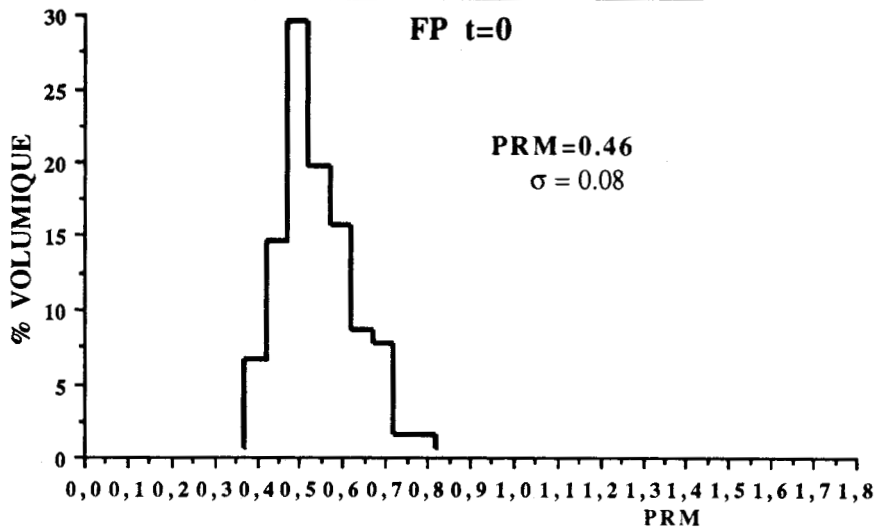


Fig. 54: Réflectogrammes du flambant de Provence (FP), au temps initial ( $t = 0$ ), et après cinq et dix secondes de réaction.

FLAMBANT DE FREYMING

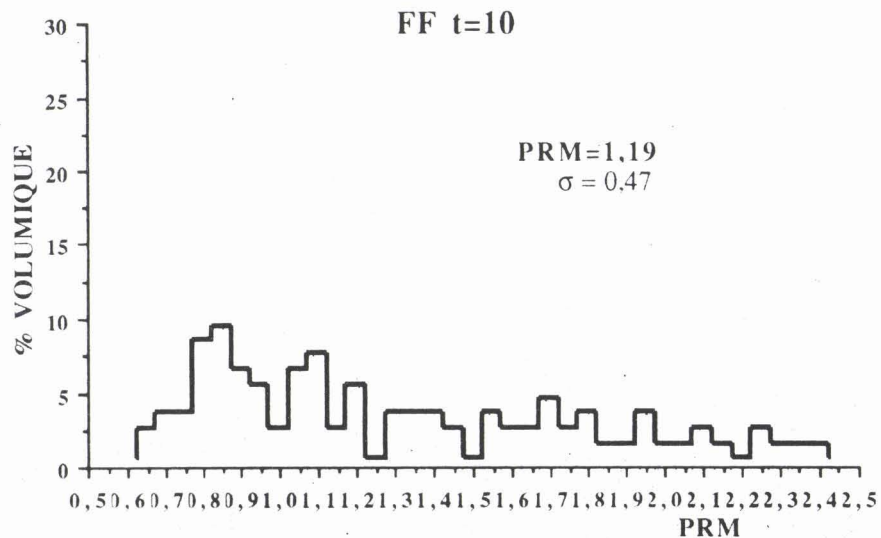
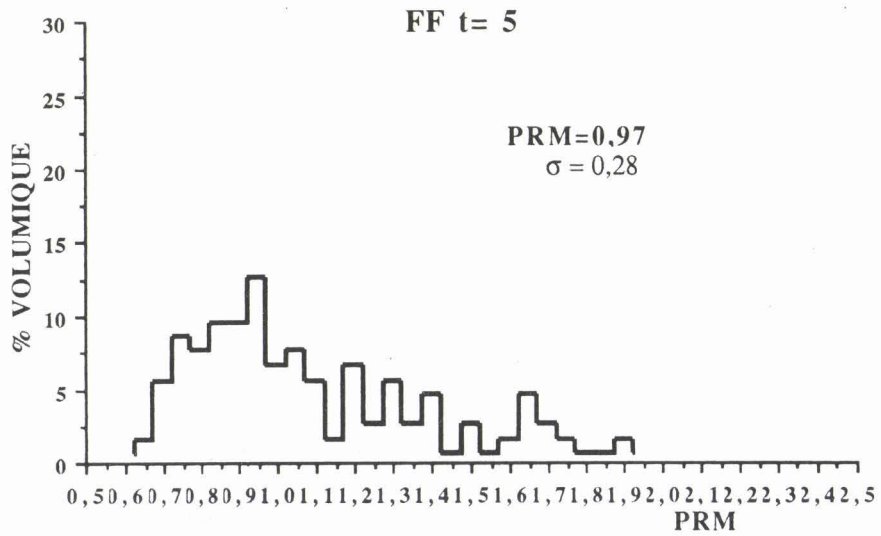
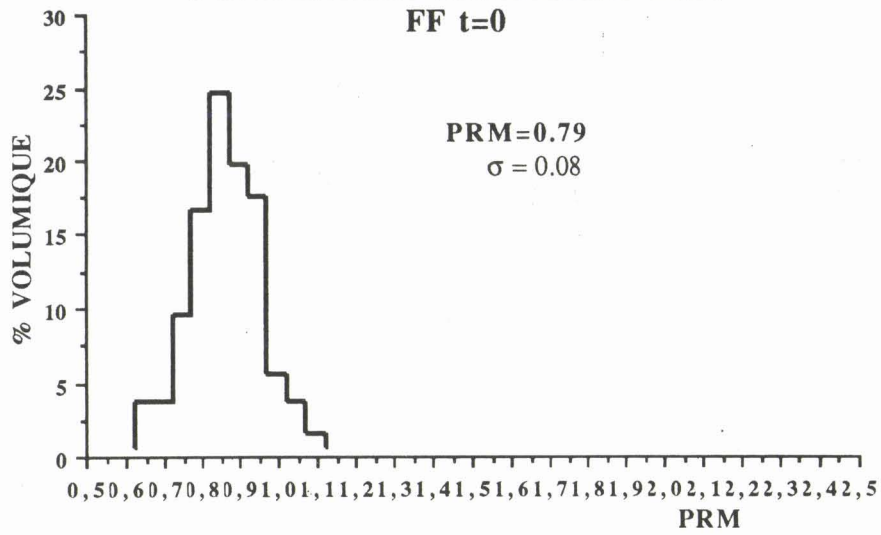


Fig. 55: Réflectogrammes du flambant de Freyming (FF), au temps initial (t = 0), et après cinq et dix secondes de réaction.



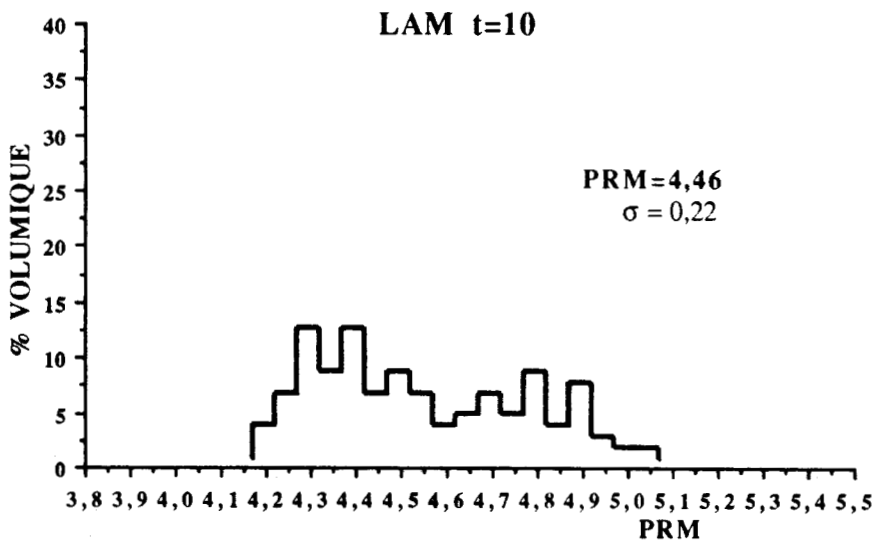
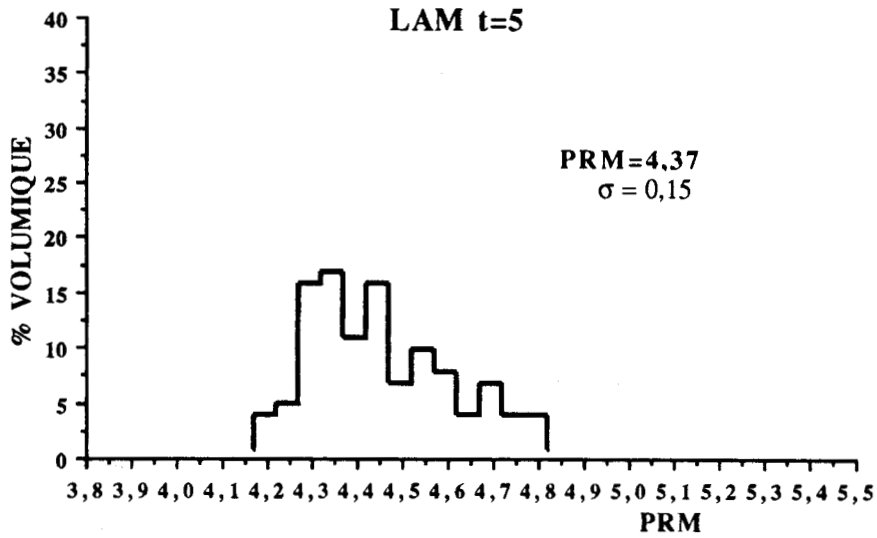
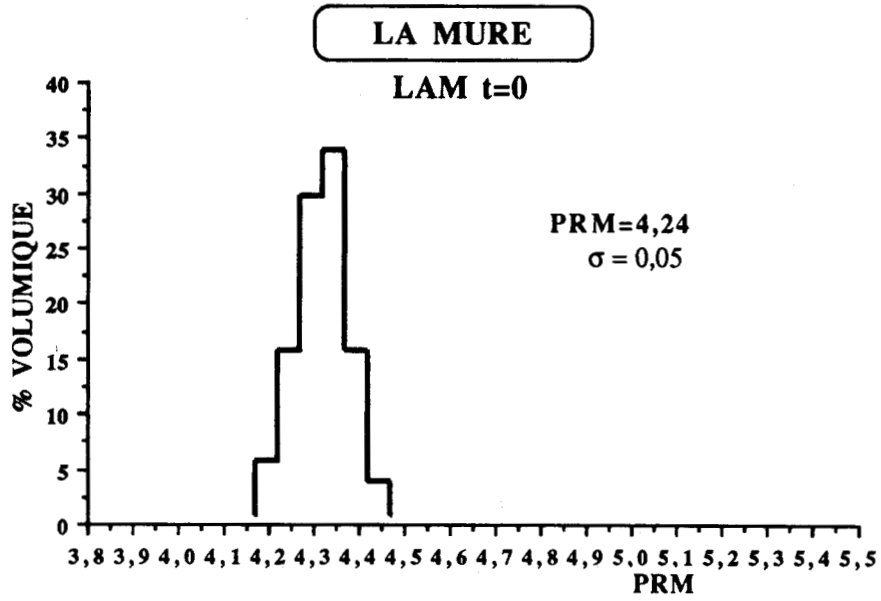


Fig. 56: Réflectogrammes de l'antracite de La Mure (LAM), au temps initial (t = 0), et après cinq et dix secondes de réaction.

**RIETSPRUIT**

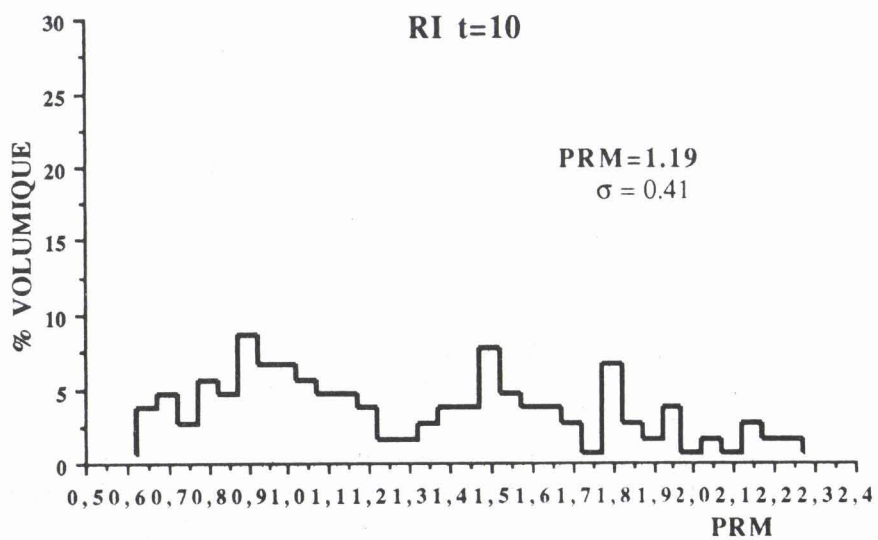
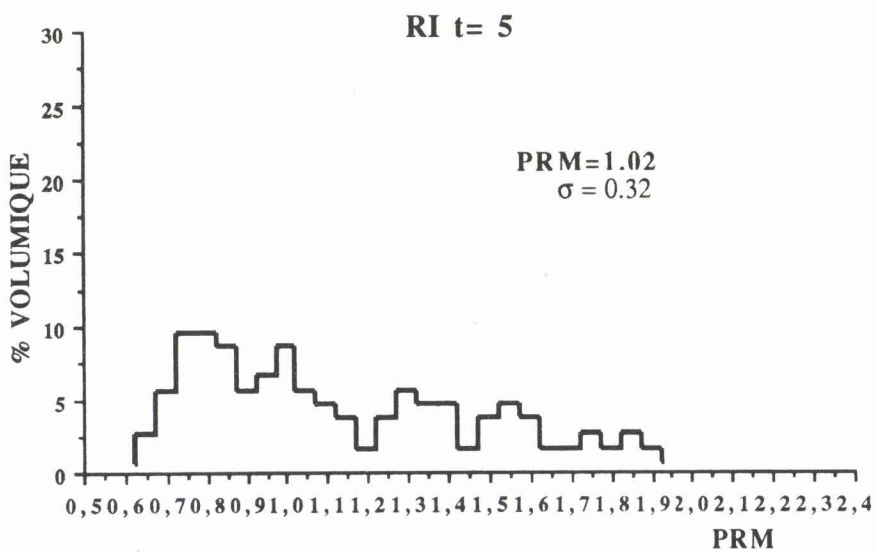
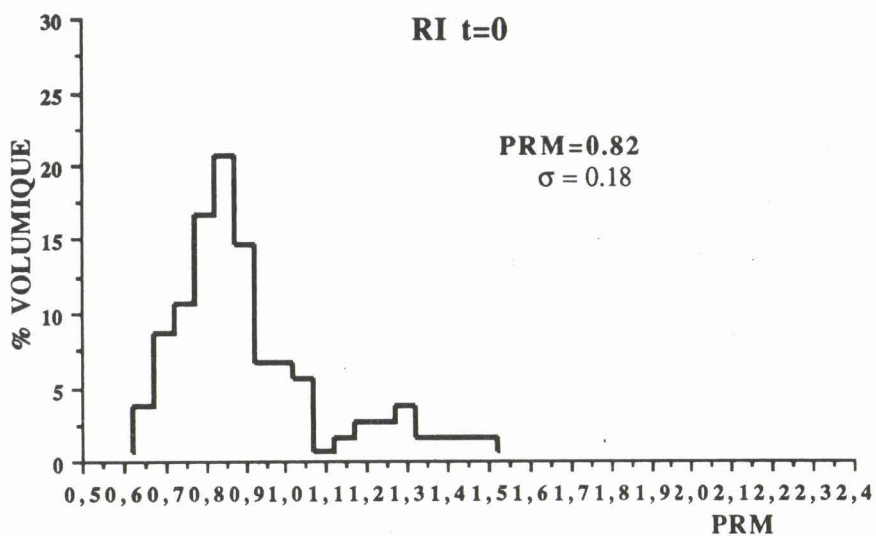


Fig. 57: Réflectogrammes du charbon sud-africain (RI), au temps initial (t = 0), et après cinq et dix secondes de réaction.

**ULAN**

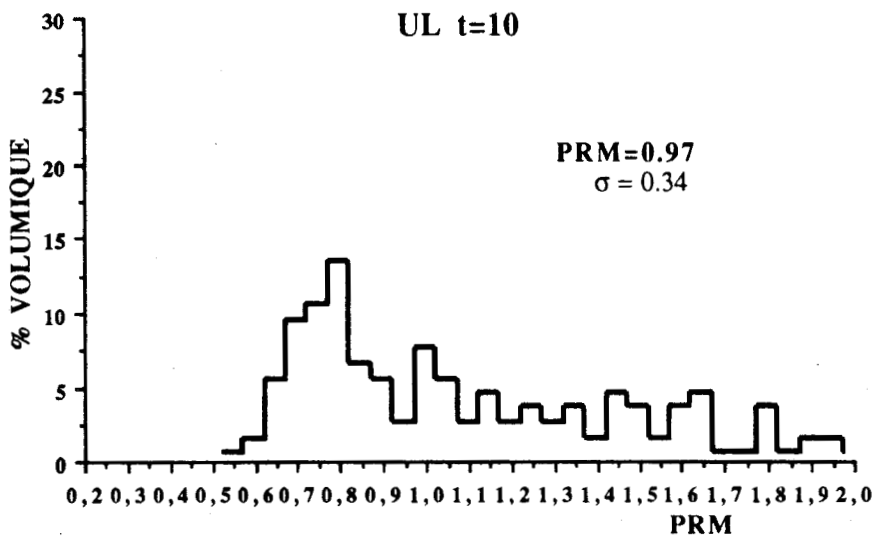
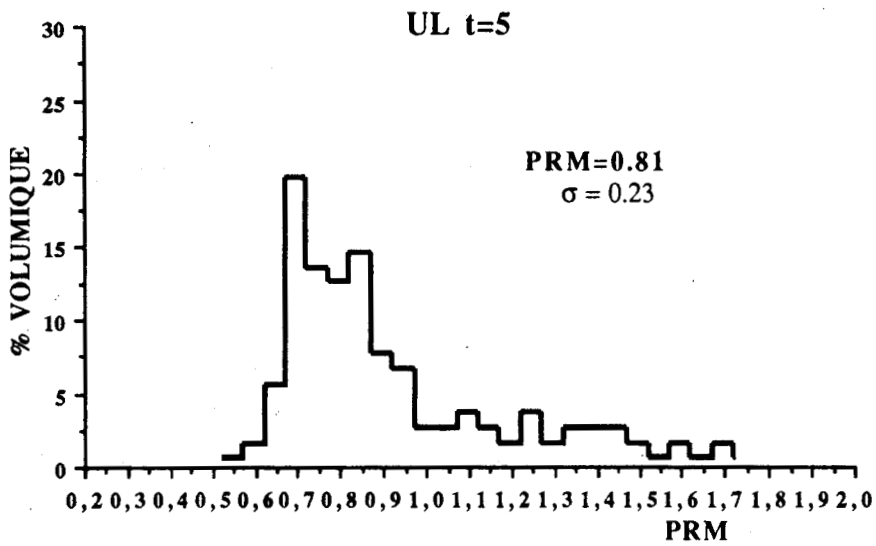
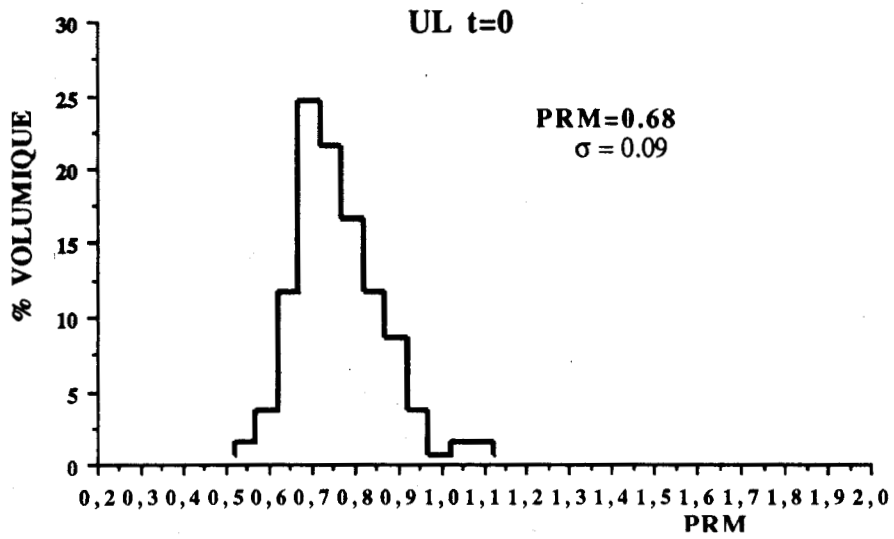


Fig. 58: Réflectogrammes du charbon australien (UL), au temps initial (t = 0), et après cinq et dix secondes de réaction.

Les réflectogrammes concernant les charbons observés avant la combustion présentent plusieurs paliers répartis selon une courbe de gauss.

Pour tous les charbons étudiés, les valeurs du pouvoir réflecteur déterminées sur des surfaces polies après les différents temps de combustion, montrent une plus grande dispersion en fonction du temps, et les réflectogrammes correspondant au pouvoir réflecteur de ces échantillons présentent une allure plurimodale.

L'observation microscopique des échantillons montre que durant les différentes étapes de la combustion, certaines plages de collinite restent intactes ou peu affectées par la combustion. De ce fait, certaines valeurs du pouvoir réflecteur de la collinite restent à peu près identiques à celles déterminées lors de la mesure sur le même charbon à l'état initial ( $t = 0$ ). L'allure des réflectogrammes établis à  $t = 5$  secondes et  $t = 10$  secondes montre que l'augmentation du temps de la réaction entraîne une fusion de plus en plus poussée affectant essentiellement les plages de la vitrinite. Il se produit ainsi une augmentation du pouvoir réflecteur qui se traduit par un étalement des réflectogrammes.

En examinant l'étalement des réflectogrammes on constate que le pourcentage du nombre de valeurs du pouvoir réflecteur de la collinite varie pour les charbons étudiés de 30 à 40 % pour les réflectogrammes établis après cinq secondes de combustion et de 50 à 60 % pour ceux établis après dix secondes de combustion.

En comparant les teneurs en matières volatiles (cf tableau n° 8, III.41), des charbons étudiés avec la dispersion des valeurs de leur pouvoir réflecteur traduite par un étalement des réflectogrammes, nous constatons que ceux-ci sont plus étalés quand le charbon est d'une plus grande teneur en matières volatiles. Ainsi l'anhracite de La Mure à très faible teneur en matières volatiles, se différencie très facilement des autres échantillons dont la teneur est plus élevée.

En observant les réflectogrammes, on peut constater également que les charbons à haute teneur en matières volatiles se distinguent par un regroupement de leur valeur du pouvoir réflecteur après cinq et dix secondes de combustion.

L'interprétation des réflectogrammes des échantillons après la combustion est plus significative si on tenait compte du mode de répartition plutôt que de leur moyenne qui ne semble pas être très représentative du comportement des charbons dans le cas présent.

L'étude de la réflectance des charbons, après les premières étapes de la combustion, permet de conclure que l'augmentation progressive et la dispersion des valeurs du pouvoir réflecteur semble être en relation avec la perte de masse due au dégagement de matières volatiles lors de la combustion du chabon.



## Conclusions générales

L'ensemble des études comparatives concernant les charbons d'origine différente et représentatifs des divers stades de houillification, a permis de mettre en évidence leur comportement vis à vis de la fragmentation et de la combustion.

### - Analyses granulométriques:

L'étude granulométrique des charbons montre que leur aptitude à la fragmentation est en relation avec le degré de houillification, la composition pétrographique, ainsi que la distribution des substances inorganiques au sein de ces combustibles. Dans les charbons de rang élevé, une fragmentation plus intense par rapport aux charbons moins évolués, favorise la production des fractions de formes irrégulières qui se concentrent dans les classes granulométriques les plus fines.

Les fissures préexistantes rencontrées essentiellement au sein de la vitrinite des échantillons étudiés les prédisposent à la fragmentation. Cette dernière est influencée également par les minéraux en dépôt dans les fractures, comme le montre la présence de la matière minérale au contour des particules, ou encore leur libération au cours de fragmentation.

L'analyse granulométrique des fractions fines ( inférieures à 100  $\mu\text{m}$ ) au moyen d'un granulomètre laser, permet de constater entre les différents échantillons étudiés une homogénéité qui se traduit par une faible variation concernant la répartition des particules fines. Ces dernières montrent pour tous les charbons des indices ( $s_0$ ) se situant dans la gamme d'un classement moyen.

Les histogrammes établis à partir de la distribution granulométrique des fractions fines, montrent pour tous les charbons une allure bimodale, avec une grande concentration des particules réparties au-delà de seize microns. On note la présence d'environ 25 % des particules supérieures à cent microns dans la classe inférieure à cette dimension. Ces particules pourraient en grande partie correspondre à des formes aciculaires de la collinite qui est susceptible de former la majeure partie des fractions fines.

**- Analyses pétrographiques:**

La composition macérale a été déterminée pour les diverses classes granulométriques ayant pour limite inférieure 630, 400, 250, 160, et 100  $\mu\text{m}$ ; et pour l'échantillon moyen englobant toutes ces fractions.

L'étude quantitative et qualitative des constituants des charbons a montré leur comportement à la microfragmentation. L'analyse pétrographique des diverses classes granulométriques, nous a permis de suivre au fur et à mesure les variations de la teneur en macéraux, avec la réduction de taille des particules.

L'ensemble des observations montre le rôle prépondérant de la composition pétrographique des charbons dans leur comportement au broyage. D'après ces études on peut différencier les groupes de macéraux suivant leur aptitude à la fragmentation. Les macéraux du groupe de la vitrinite présentent une faible résistance au broyage, contrairement aux macéraux du groupe d'exinite qui se manifestent comme les plus résistants des constituants du charbon. Les macéraux du groupe d'inertinite avec leur variation irrégulière dans les différentes classes granulométriques, occupent une place intermédiaire. Selon les observations microscopiques la distribution des macéraux de ce groupe est considérablement influencée par leur imprégnation ou non par la matière minérale.

Parmi les macéraux qui permettent d'établir une relation entre la pétrographie du charbon et la fragmentation, on peut citer la collinite d'une part pour son augmentation dans les fractions fines, et d'autre part pour son abondance dans les charbons étudiés; et la sporinite, le macéral le plus fréquent du groupe de l'exinite du fait de sa grande résistance au broyage confirmée par sa présence en bordure des particules, et sa concentration dans les fractions grossières.

La distribution de la matière minérale dans les classes granulométriques dépend de sa nature et son mode d'association avec les macéraux. Elle montre une variation assez irrégulière et se concentre en général dans les fractions moyennes et fines. Leur dégagement au cours de broyage joue un rôle dans la distribution de divers macéraux.



**- Etude de la combustion des charbons:**

Cette étude comprend les analyses de la composition pétrographique, la fissuration, le pouvoir réflecteur, la surface spécifique, le gonflement et la fragmentation primaire. L'ensemble de ces observations a été effectué sur des charbons après différents temps de pyrolyse et de combustion à 850° C sous pression atmosphérique, dans l'azote pur ou avec un mélange de 5 % d'oxygène et 95 % d'azote.

L'étude pétrographique concernant l'évolution de la composition macérale des charbons durant les premières étapes de la combustion, montre que les macéraux restent reconnaissables pour une durée maximum de quinze secondes de combustion.

Avec l'augmentation de temps de réaction, on constate une disparition des macéraux du groupe de vitrinite et d'exinite, avec une accumulation progressive du semi-coke. Ce dernier pourrait être le produit de la combustion de la vitrinite, car d'après les observations microscopiques les macéraux du groupe d'exinite subissent une décomposition sans fournir du semi-coke.

Au-delà de quinze secondes de réaction, on ne reconnaît dans les charbons observés que les macéraux du groupe de l'inertinite, le semi-coke et la matière minérale. Cette dernière en dépit de sa stabilité relative dans les charbons au cours des différents temps de combustion, subit néanmoins d'importantes modifications.

Les fissures ont été analysées après chaque étape de la combustion. Ces observations permettent de préciser que les fissures et les fentes se développent d'une manière prédominante dans la vitrinite. Cette dernière provoque un développement de fissuration au sein des autres macéraux et ainsi favorise la fragmentation des charbons.

La détermination du pouvoir réflecteur de la vitrinite après les différents stades de la combustion, suggère que l'accroissement du pouvoir réflecteur pourrait être en relation avec la perte de masse c'est à dire le dégagement de matières volatiles qui par apparition des fentes et des pores au sein de la collinite fait augmenter la réflectance de ce macéral.

L'étude de la surface spécifique montre un développement rapide de celle-ci notamment dans le cas de flambant de Provence, durant les premières secondes de la réaction. En présence de 5 % d'oxygène, le flambant de Provence montre toujours un

grand saut initial, tandis qu'on observe une modification concernant les charbons gondwaniens qui voient augmenter leur surface spécifique d'une manière continue.

Le gonflement qui est probablement le responsable d'augmentation de la surface spécifique, a lieu principalement durant les premières secondes de la réaction. En présence d'oxygène, Ulan présente une seconde étape du gonflement au-delà de cent secondes de réaction.

La teneur en vitrinite montre une grande influence sur la fragmentation primaire des charbons, comme le confirme la prédominance des fissures au sein de la collinite. En comparant les échantillons, on constate que la fragmentation primaire est bien développée dans le cas de flambant de Provence et de La Mure. Quant aux charbons gondwaniens, leur différence de comportement pourrait s'expliquer par une teneur moins élevée en vitrinite.

L'ensemble de nos résultats (analyses granulométriques et pétrographiques, analyse de la combustion des charbons), permet de souligner le rôle influant de la vitrinite dans le mécanisme de la fragmentation et dans la combustion. La vitrinite notamment la collinite, montre en effet une grande aptitude à la fragmentation par sa concentration importante dans les fractions fines. Par son grand pouvoir de fusion, elle favorise la fragmentation primaire du charbon au cours de la combustion.

**BIBLIOGRAPHIE**



## BIBLIOGRAPHIE

- ALPERN B.** (1969).- Le pouvoir réflecteur des charbons français. Applications et répercussions sur la théorie de A Duparque. *Ann. Soc. Géol. Nord, Lille, t. LXXXIX, 2*, p. 143-166.
- ALPERN B.** (1970).- Classification pétrographique des constituants organiques fossiles des roches sédimentaires. *Rev. Inst. Franc. Pétrole*. p. 1233-1266.
- ALPERN B.** (1976).- Les combustibles fossiles. *Alpha " Les Sciences ", fasc.106*, p. 171-196.
- ARNAUD H., AUDEBAUD E., SARROT-REYNAULD J., MONTJUVENT G. et DEBELMAS J.** (1967).- LA CHAPELLE - EN - VERCORS. Carte géologique 1/50 000. *Edition B.R.G.M., Paris*.
- ARSLAN M.** (1979).- Contribution à l'étude pétrographique de houilles du bassin de Zonguldak (NW de la Turquie). *Thèse de 3ème cycle, Université des Sciences et Techniques de Lille*. 246 p.
- BAILEY J.B., TATE A., DIESSEL C.F.K. and WALL T.F.** (1990).- A char morphology system with applications to coal combustion. *Fuel, Vol. 69, February*. p. 225-239.
- BARFETY J.CL., MONTJUVENT G., PECHER A. et CARME F.** (1988).- La Mure. Carte géologique 1/50 000. *Edition B.R.G.M., Paris*.
- BARRABE L. et FEYS R.** (1965).- Géologie du charbon et des bassins houillers. *Masson Cie, éditeurs. Paris*. 229 p.
- BERQUER C.** (1982).- Composition macérale de la couche 2 de l'assise de Montceau (Houillères de Blanzay). *D.E.A., Université des Sciences et Techniques de Lille*. 53 p.
- BERQUER C.** (1986).- Pétrographie des charbons de deux bassins limniques du massif centrale français.(Blanzay - Montceau et Messeix). *Thèse de 3ème cycle, Université des Sciences et Techniques de Lille*. 184 p.
- BLANQUART P. et MERIAUX E.** (1975).- Etude comparative du pouvoir réflecteur de veines, passées, lits, veinules, filets et grains de matière organique dispersée dans quelques sédiments du bassin houiller du Nord et du Pas-de-Calais. *Edition C.N.R.S., Pétrographie organique et potentiel pétrolier*, p. 27-39.
- BOUROZ A.** (1959).- Valeur de l'indice de gonflement de la houille comme paramètre d'étude du terrain houiller. *Ann. Soc. Géol. Nord, Lille, t. LXXVII*, p. 264-267.
- BRIQUET L.** (1985).- Influence de la composition pétrographique, du rang et de la microdureté des charbons sur leur comportement au broyage ultra-fin. *D.E.A., Univ. des Sciences et Technique de Lille*. 65 p.
- BRIQUET L.** (1987).- Characterization of industrial coal and stockpiled fines of Ohai mines, Southland, New Zeland. *Coal research programme, University of Conterbury, New Zeland*. 161 p.

- CASAGRANDE D.J.** (1987).- Sulphur in peat and coal. From SCOTT, A.C. (ed.), Coal and Coal-bearing Strata : Recent Advances, *Geological Society Special Publication, N° 32*, p. 87-105.
- CASTANO J.R.** (1975).- Comparative study of burial history using vitrinite reflectance and Authigenic minerals. *Edition C.N.R.S., Pétrographie organique et potentiel pétrolier*. p. 123-126.
- CHARBONNAGE DE FRANCE.** (1988).- Le charbon: matière énergétique; son économie; ses techniques d'utilisation; ses utilisateurs. Brochures; *Edition charbonnage de France, Paris*. 108 p.
- CHATEAUNEUF J.J., DEBELMAS J., FEYS, R., LEMOINE M. et RAGOT J.P.** (1973).- Premiers résultats d'une étude des charbons jurassiques de la zone briançonnaise. *C. R. Acad. Sc., Paris, t. 276, N° 11*. p. 1649-1652.
- CHEONG T.J.** (1985).- Contribution à l'étude pétrologique de matières organiques du nord de la France. *Thèse 3ème cycle, Université des Sciences et Techniques de Lille*. 104 p.
- COHEN A.D., SPACKMAN W. and RAYMOND JR R.** (1987).- Interpreting the characteristics of coal seams from chemical, physical and petrographic studies of peat deposits. From SCOTT, A.C. (ed.), Coal and coal-bearing strata: Recent advances, *Geological Society Special Publication. N° 32*, p. 107-125.
- COLLINSON M.E. and SCOTT A.C.** (1987).- Implications of vegetational change through the geological record on models for coal-forming environments. From SCOTT, A.C. (ed.), Coal and coal-bearing strata: Recents advances, *Geological society special Publication. N° 32*, p. 67-85.
- COMBAZ A.** (1975).- Essai de classification des roches carbonées et des constituants organiques des roches sédimentaires. *Edition C.N.R.S., Pétrographie organique et potentiel pétrolier*. p. 93-101.
- COMITE INTERNATIONAL DE PETROGRAPHIE DES CHARBONS.**  
(1963).- Lexique International de Pétrographie des Charbons, *2ème édition*, Centre.nat.rech.sci.  
(1971). 1er supplément à la 2ème édition.  
(1975). 2ème supplément à la 2ème édition.
- COUREL L., DONSIMONI M. et MERCIER D.** (1986).- La place du charbon dans la dynamique des systèmes sédimentaires des bassins houillers intramontagneux. *Mém. Soc. Géol. France, N° 149*, p. 37-50.
- DEBELMAS J.** (1974).- Géologie de la France. Volume 1 (Vieux massifs et grands bassins sédimentaires), volume 2 (Les chaînes plissées du cycle alpin et leur avant-pays). *Edition doin*.. 544 p.
- DELATTRE C., DOLLE P., MERIAUX E. et QUINOT E.** (1970).- Examen pétrographique du charbon après oxydation dans un four à plasma. *C. R. AS. SC. Paris* p. 1753-1755.

- DEREMETZ C., FABRE J. et FEYS R.** (1964).- Présentation de la carte internationale des dépôts houillers en Afrique. Cinquième congrès international de stratigraphie et de géologie du Carbonifère. *Publishing company, 'Ernest Van Aelst', Maastricht, Netherlands.* p. 333-340.
- DUMON R.** (1981).- Le renouveau du charbon. *Edition Masson, Paris, New York, Barcelone, Milan, Mexico, Rio de Janeiro.* 216 p.
- EL MEJDOUB N.** (1987).- Etude phénoménologique et cinétique de l'oxydation des semi-cokes de charbons de Freyming et de Cevennes. Effet de la déminéralisation. *Thèse de 3ème cycle, Université des sciences et techniques de Lille.* 172 p.
- FABRE J. et FEYS R.** (1963).- Action des roches éruptives sur les charbons d'Afrique du sud. *Ann. Soc. Géol. Nord, Lille, t. LXXXIII,* p. 31-36.
- FERRETTI M.** (1982).- La valorisation du charbon; gazéification, liquéfaction, carbochimie. *Technique et Documentation Lavoisier.* 318 p.
- FKYERAT M., HOSSEINI E., DELFOSSE L. and DELEBARRE A.** (1990).- Observed evolution of petrographic and textural features of coal particles, accompanying primary fragmentation during the earlier stages of combustion. *The twenty third international symposium on combustion.*
- FRIEDMANN G.H.** (1962).- On sorting, sorting coefficients, and the lognormality of the grain-size distribution of sandstones. *J. Geol., 70:* p. 737-753.
- GALLOWAY W.E. and HOBDDAY D.K.** (1983).- Terrigenous clastic depositional systems. Application to Petroleum, Coal and Uranium exploration. *Springer-Verlag; New York, Berlin, Heidelberg, Tokyo.* 423 p.
- GRAY D., COGOLI J.G. and ESSENHIGH R.H.** (1973).- Problems in Pulverized Coal and Char Combustion. *Coal Gasification.* p. 72-91.
- HOBDDAY D. K.** (1987).- Gondwana coal basins of Australia and south-Africa: Tectonic setting, depositional systems and resources. in Scott.A.C.(ed), Coal and coal-bearing strata: Recent advances, *Geological Society Special Publication. N° 32,* p. 219-233.
- HOSSEINI E., FKYERAT M., DELFOSSE L. and DELEBARRE A.** (1990).- Evolution of petrographic and textural features of coal during the earlier stages of combustion. *International conference co-sponsored by the journal FUEL and IEA COAL RESEARCH on coal structure and reactivity; chemical, physical and petrographic aspects.* Queen's College, Cambridge, England.
- HOWER J.C., GRAESE A.M. and KLAPHEKE J.G.** (1987).- Influence of microlithotype composition on Hardgrove grindability for selected eastern Kentucky coals., *Int.Journal.of.Coal.Geol., 7,* p. 227-244.
- JONES R.B., MORLEY C., and Mc COURT C.B.** (1985).- Maceral effects on the morphology and combustion of coal char. *Conf. on Coal Science; Sydney.* p. 669-672.

- JONES R.B., Mc COURT C.B., MORLEY C. and KING.K.** (1985).- Maceral and rank influences on the morphology of coal char. *Fuel*. vol 64, October, p. 1460-67.
- KRUSZEWSKA K.** (1989).- The use of reflectance to determine maceral composition and the reactive-inert ratio of coal components. *Fuel*, Vol. 68, June p. 753-757.
- LARSEN G. and CHILINGAR G.V.** (1979).- developments in sedimentology. Diagenesis in sediments and sedimentary rocks. 25 A. *Elsevier scientific publishing company*. 579 p.
- LHOEST A.** (1970).- Plaidoyer en faveur de l'allochtonie des couches de houilles. Sixième congrès international de stratigraphie et de géologie du Carbonifère. *Publishing company, 'Ernest Van Aelst', Maastricht, Netherlands*. p. 1077-1082.
- MACKOWSKY M.TH.** (1968).- European carboniferous coalfields and permian Gondwana coalfields. in *Murchison. D.G., and Westall.T.S.(ed)*, coal and coal-bearing strata, Oliver and Boyd: Edinburgh. p. 325-345.
- MACKOWSKY M.TH.** (1976).- Petrographische unterschiede zwischen Gondwana-Kohlen und Kohlen des nordwesteuropäischen Kohlengürtels. *Glückauf-Forschungshefte, Februar*. p. 1-11.
- MAILLET H.** (1984).- Le laser, principe et technique d'application. *Technique et Documentation Lavoisier*, p. 330-335.
- MALONEY D.J. and JENKINS R.G.** (1984).- Coupled heat and mass transport and chemical kinetic rate limitations during coal rapid pyrolysis. *Twentieth Symposium (International) on Combustion/The Combustion Institute*. p. 1435-1443.
- MERIAUX E.** (1966 b).- A propos de l'analyses macérales . *Ann. Soc. Géol. Nord, Lille, t. LXXXVI, Lille*. p. 109-114.
- MERIAUX E.** (Avril et Mai 1969).- Contribution à l'étude pétrologique des houilles du bassin du Nord et du Pas-de-Calais. *Ann.Mines.Belgique*. 117 p.
- MARTINEZ ORTEGON L.J.** (1982).- Comportement de la matière minérale des charbons lors de leur traitement mécanique et thermique. *Thèse doc. ing. université. d'Orleans*. 226 p.
- MILLE G., MULYONO M., GUILIANO M., KISTER J. et DOU H.** (1985).- Etude du contenu des cendres de la centrale thermique de Gardanne : Hydrocarbures et minéraux. *Analisis, Vol. 13, N° 1*, p. 10-13.
- MILLER R.N., YARZAB R.F. and GIVEN P.H.** (1979).- Determination of the mineral-matter contents of coals by low-temperature ashing. *Fuel*, Vol. 58, January. p. 4-10.
- MORAES DA GAMA E.** (1986).- Comportement mécanique des charbons et des grès: application aux phénomènes dynamiques. *thèse. doc.ing, Institut national polytechnique de Lorraine*. 193 p.



- MURCHISON D.** (1969).- Some recent advances in coal petrology. Sixième congrès international de stratigraphie et de géologie du Carbonifère. *Publishing company, 'Ernest Van Aelst' ,Maastricht, Netherlands.* p. 351-367.
- OTTENJANN K., TEICHMÜLLER M. and WOLF M.** (1975).- Spectral fluorescence measurements of sporinites in reflected light, and their applicability for coalification studies. *Edition C.N.R.S., Pétrographie organique et potentiel pétrolier.* p. 49-65.
- PAREEK H.S.** (1971).- Petrological nomenclature of the micro-constituants of some Indian lignites. Sixième congrès international de stratigraphie et de géologie du Carbonifère. *Publishing company, 'Ernest Van Aelst' ,Maastricht, Netherlands.* p. 1333-1337.
- PONSOLLE L., JABKIRO H., IDOUSSAADEN A., HOSSEINI E. et DELFOSSE L.** (1989).- Evolution d'une population de particules de charbon pulvérisé en fonction du taux de combustion. Congrès de Microscopie Electronique (Grenoble). *Journal de Microscopie. Spectroscopie. Electronique.* p.18a.
- RAYNAUD J.F. et ROBERT P.** (1976).- Les méthodes d'étude optique de la matière organique. *Bull. Centre. Rech. Pau - SNPA.* p. 109-127.
- RIVIERE A.** (1977).- Méthodes granulométriques. Techniques et interprétations. *Edition Masson, Paris, New York, Barcelon, Milan.* 170 p.
- ROBERT P.** (1985).- Histoire géothermique et diagenèse organique. *Bull. Centre Rech. Explor., Prod. Elf-Aquitaine, Pau.* 345 p.
- SCOTT A.C.** (1987).- Coal and coal-bearing strata: recent advances and futur prospects. From SCOTT, A.C. (ed.), Coal and coal-bearing strata: Recent advances, *Geological Society Special Publication. N° 32,* p. 1-6.
- SINGH M.P., SINGH R.M. et CHANDRA D.** (1986).- Microstructural studies and distribution of mineral matter in the macroscopic ingredients of coal, Jharia Coalfields, India: an appraisal of SEM study. *Geological Society of India, Bangalore. Vol . 27, N° 3,* p. 263-273.
- SPEARS D.A.** (1987).- Mineral matter in coals, with special reference to the pennine coalfields. in Scott.A. C. (ed), Coal and coal-bearing strata: Recent advances, *Geological Society Special Publication. N° 32.* p. 171-185.
- STACH E., MACKOWSKY M.TH., TEICHMÜLLER M., TAYLOR G.H., CHANDRA D. and TEICHMÜLLER R.** (1982).- Stach's Textbook of Coal petrology, third revised and enlarged *Edition by GERBRUDER BORNTAEGER BERLIN.STUTTGART.* 535 p.
- SZWILSKI A.B.** (1985).- Relation between the structural and physical properties of coal. *Mining Sciences and Technology ,2,* p. 181-189.
- TEICHMÜLLER M.** (1987).- Recent advances in coalification studies and their application to geology. From SCOTT, A.C. (ed.), Coal and coal-bearing strata: Recent advances, *Geological Society Special Publication, N° 32,* p. 127-169.

**VAN KREVELEN D.W.** (1961).- Coal. Typology, Chemistry, Physics and Constitution. *Elsevier.Publ.Comp. Amsterdam,London,New York,Princeton.* 514 p.

**WARD C.R.** (1984).- Coal geology and coal technology. *Blackwell Scientific Publications, Melbourne,Oxford,London,Edinburgh,Boston,Paolo Alto,* 345 p.

**WHITE A., DAVIES M.R. and JONES S.D.** (1989).- Reactivity and characterization of coal maceral concentrates. *Fuel, Vol. 68, April.* p. 511-519.

**ZIEGLER A.M., RAYMOND A.L., GIERLOWSKI T.C., HORRELL M.A., ROWLEY D.B. and LOTTES A.L.** (1987).- Coal, climate and terrestrial productivity: the present and early Cretaceous compared.From **SCOTT,A.C.** (ed.), Coal and coal-bearing strata: Recent advances, *Geological Society Special Publication. N<sup>o</sup> 32,* p. 25-49.

**PLANCHES  
PHOTOGRAPHIQUES**





**PLANCHE.I**  
**(obj.x25; L.R)**

*I.a- Ech. ED 2169, Moyen:* Sclérotinite à très fort pouvoir réflecteur. On observe au sein de la collinite, un grand nombre de microspores entourés par la micrinite.

La semi-fusinite occupe la bordure supérieure de cette particule.

*I.b- Ech. ED 2169, Moyen:* Mégaspore entouré par la semi-fusinite. La présence de semi-fusinite en bordure de cette particule, montre son influence sur la fragmentation.

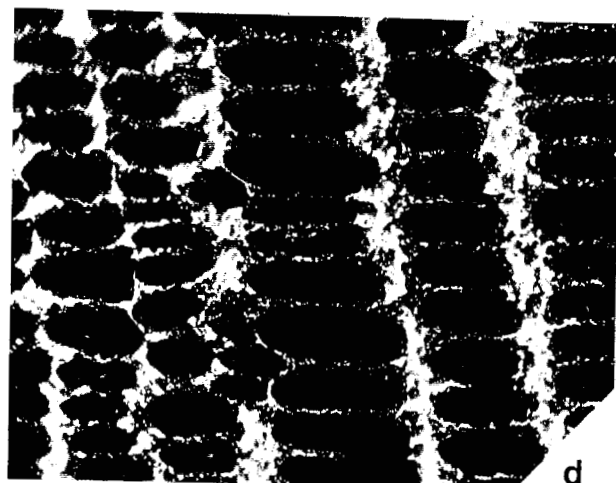
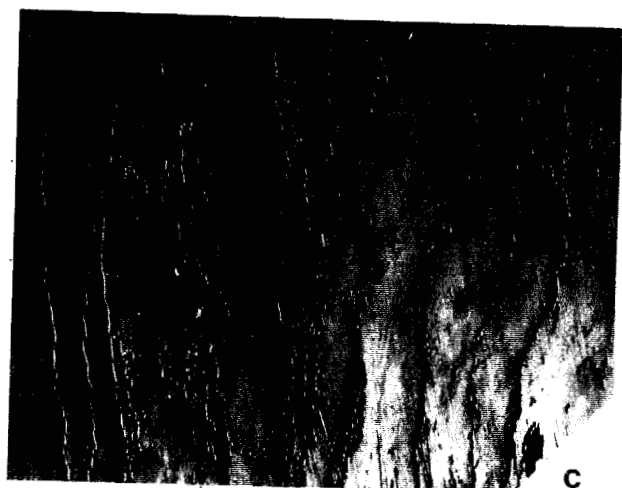
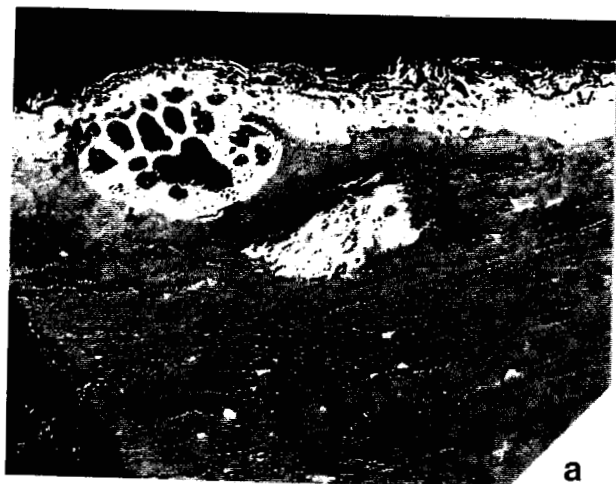
*I.c- Ech. flambant de Freyming:* Cette photographie montre un grand nombre de cuticules fines, disposées parallèlement au sein de la collinite.

*I.d- Ech. MC 7, classe de 630  $\mu\text{m}$ :* Fusinite en "nid d'abeille" à structure cellulaire bien conservée. Les méats cellulaires sont vides.

*I.e- Ech. SAF, classe de 630  $\mu\text{m}$ :* La déformation et la compaction de la Télinite, dont le remplissage des cavités cellulaires est effectué par de la matière argileuse et de la Micrinite.

*I.f- Ech. flambant de Provence, t=5 sec:* Développement des fissures de retrait au sein de la collinite.

# PLANCHE I



50 $\mu$

## PLANCHE.II

(obj.x25; L.R)

**II.a- Ech. SAF, classe de 630  $\mu\text{m}$ :** Fines concrétions de sulfure de fer au sein de la collinite. Il se trouve également sous forme de grains fins en dispersion dans les fractures.

**II.b- Ech. NPC, classe de 100  $\mu\text{m}$ :** Formes aciculaires de la collinite généralement concentrées dans les fractions assez fines. La Fusinite (à gauche), montre une plus forte proportion dans les fractions fines, quand elle n'est pas imprégnée de matière minérale.

**II.c- Ech. Rietspruit:** Les structures étoilées (Fusinite), sont noyées dans un ciment de carbonates.

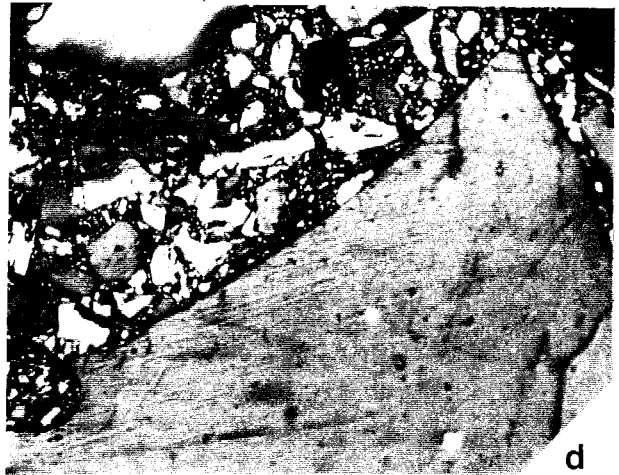
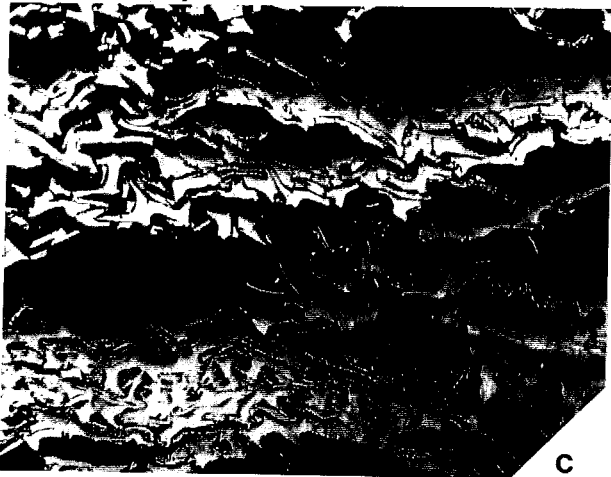
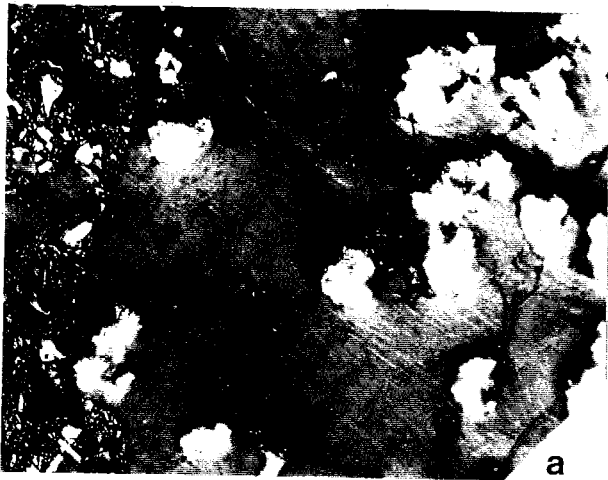
**II.d- Ech. SAF, classe de 400  $\mu\text{m}$ :** Microdébris de vitrinite et d'inertinite, au contour de la collinite.

**II.e- Ech. flambant de Freyming:** Présence en bordure d'une particule de la sporinite (mégaspore). Cette disposition montre sa grande résistance à la fragmentation.

**II.f- Ech. NPC, classe de 160  $\mu\text{m}$ :** Fissuration au sein de la collinite. Les fissures préexistantes confèrent à la collinite, une faible résistance à la fragmentation. En bas de cette figure, on observe la semi-fusinite partiellement gélifiée.



# PLANCHE II



50 $\mu$

### PLANCHE.III

(obj.x25; L.R)

**III.a- Ech. flambant de Freyming, t=10 sec:** L'apparition des fissures au sein de la collinite, est marquée par une augmentation de la réflectance au niveau des ouvertures. Ces fissures montrent le début de la cokéfaction.

**III.b- Ech. flambant de Freyming, t=10 sec:** La collinite montre l'apparition des fissures avec une augmentation du pouvoir réflecteur, qui marque également le contour de grains de charbon. Ici une fissure d'une plus grande amplitude, entraîne la fragmentation de cette particule.

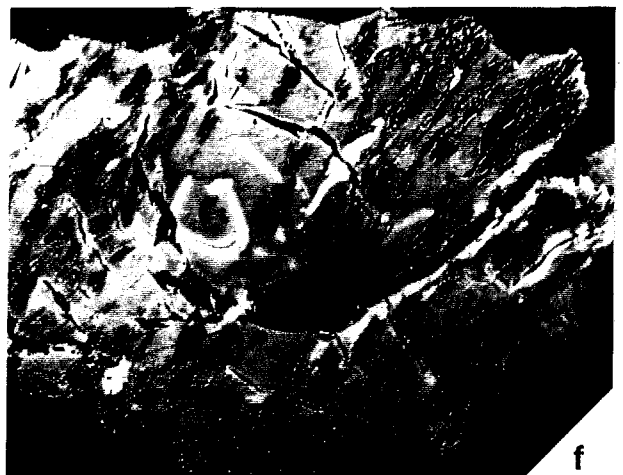
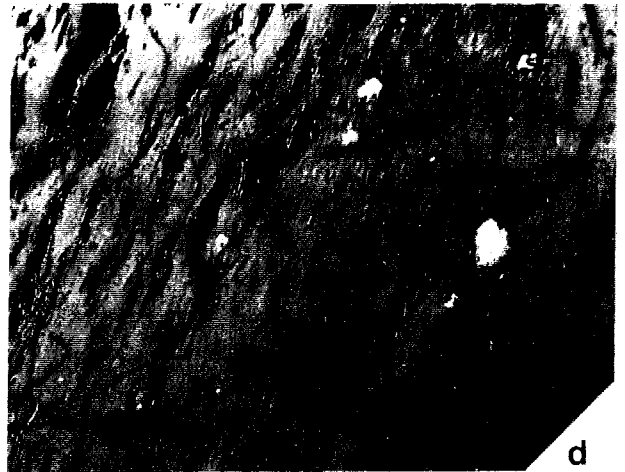
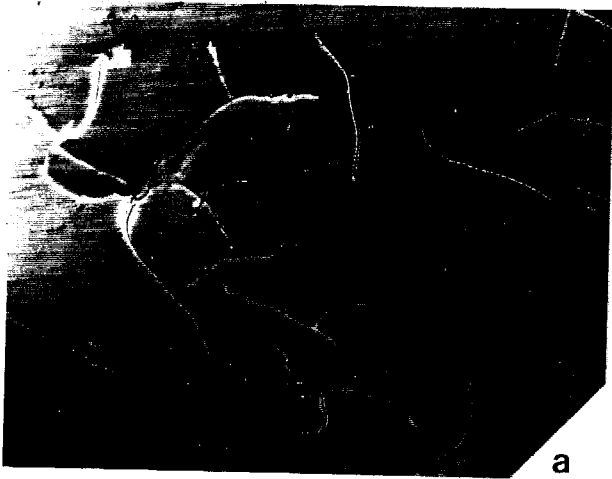
**III.c- Ech. flambant de Freyming, t=5 sec:** Cette photographie montre la coalescence des fissures qui parcourent essentiellement la collinite. Ceci montre le rôle influant de la collinite dans le mécanisme de fragmentation.

**III.d- Ech. flambant de Provence, t=5 sec:** On constate au sein de la collinite, le développement des fentes dû au dégagement de la matière volatile. Perpendiculairement à ces fentes apparaissent des fissures dont l'origine est attribuée à une relaxation mécanique. Quelques grains de pyrite, sont présents dans la collinite.

**III.e- Ech. flambant de Freyming, t=5 sec:** On observe ici, un stade bien avancé de la cokéfaction. Le semi-coke entoure la sporinite (Mégaspore), qui présente encore un contour assez net.

**III.f- Ech. flambant de Freyming, t=10 sec:** Un grand nombre de fissures parcourent les macéraux, notamment la collinite.

# PLANCHE III



50 $\mu$

## PLANCHE.IV

(obj.x25; L.R)

**IV.a- Ech. Rietspruit, t=5 sec:** Cette photographie montre le grand pouvoir de fusion de la collinite(en bas), et l'inertie à la cokéfaction de la semi-fusinite(en haut). La semi-fusinite présente une plus forte réflectance, à sa bordure située au contact de collinite en fusion.

**IV.b- Ech. Rietspruit, t=10 sec:** Semi-coke, produit de fusion de la collinite.Ici le cénosphère est pourvu d'une grande cavité centrale, entourée d'une paroi renfermant des pores de dimensions variables. Ces formes de fusion correspondent à des particules purement formées de collinite.

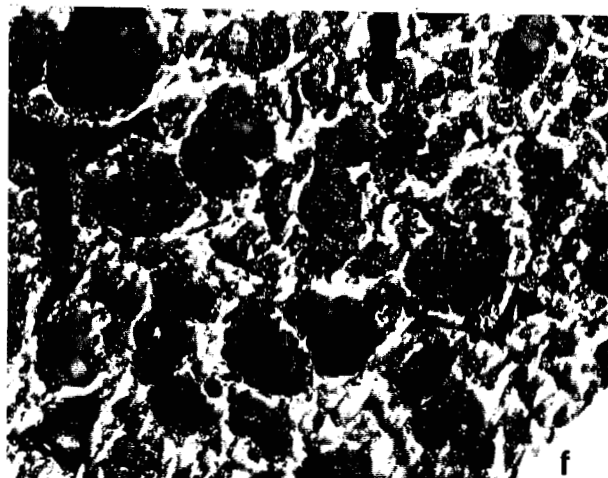
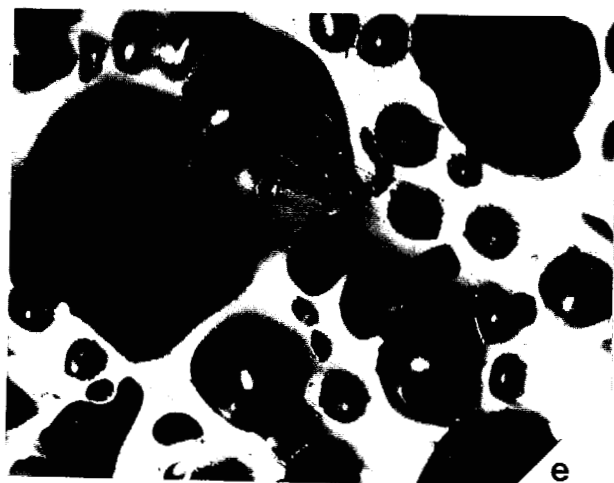
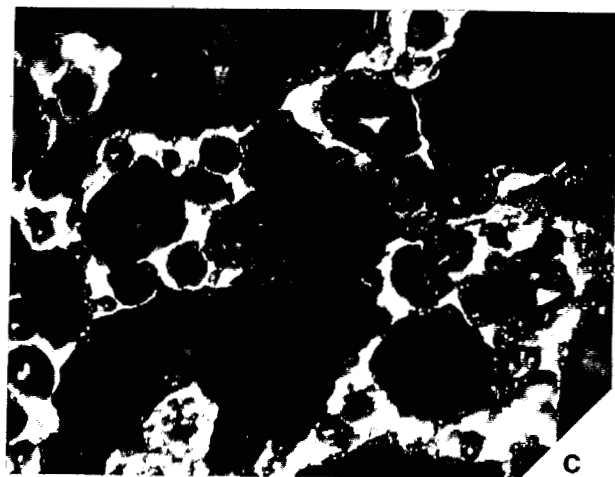
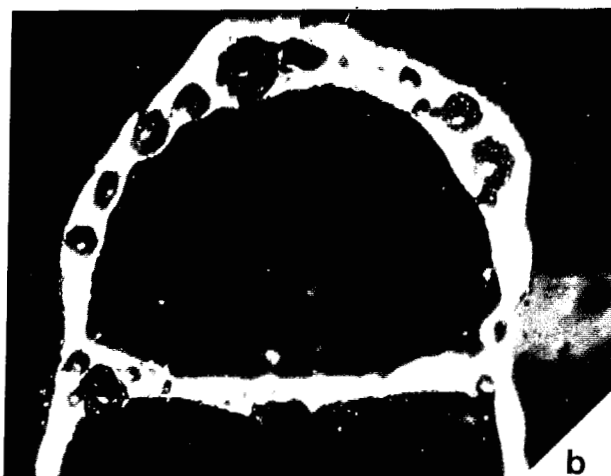
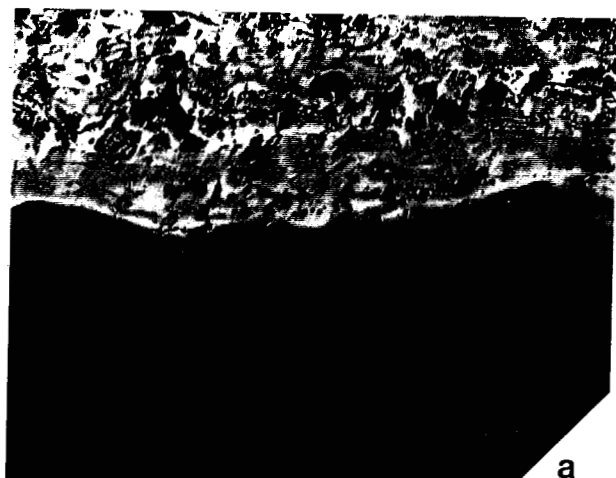
**IV.c- Ech. Ulan, t=5 sec:** On observe quelques particules de semi-coke, produites après cinq secondes de réaction. Ces formes obtenues à partir d'une dévolatilisation poussée de la vitrinite, présentent souvent une cavité centrale avec une paroi plus ou moins épaisse.

**IV.d- Ech. flambant de Freyming, t=10 sec:** Fusion de sporinite(mégaspore). La trace de fusion est marquée par une augmentation de la réflectance. Le fort pouvoir de fusion de la sporinite est marqué ici par un élargissement du champ de fusion au niveau de ce macéral.

**IV.e- Ech. flambant de Freyming, t=10 sec:** Développement des pores de différentes tailles au sein de la collinite. Ceci est dû à un départ de la matière volatile lors de combustion.

**IV.f- Ech. flambant de Freyming, t=10 sec:** On observe sur cette photographie, uniquement le semi-coke. Certains pores peuvent correspondre à l'emplacement des macéraux du groupe de l'exinite disparus lors de la combustion.

# PLANCHE IV



50μ



**LISTE DES FIGURES  
ET TABLEAUX**





## LISTE DES FIGURES

- Fig. 1: Composition chimique des charbons humiques, et évolution durant la houillification.(d'après Stutzer).
- Fig. 2: Réserves mondiales de charbon (en MD de TEC) d'après estimations de charbonnage de France, à partir de la conférence mondiale de l'énergie 1986.
- Fig. 3: Schéma fonctionnel du granulomètre 715. (Cilas Alcatel, compagnie industrielle des lasers).
- Fig. 4: Schéma simplifié du dispositif expérimental pour la combustion.
- Fig. 5: Distribution massique des diverses classes granulométriques des échantillons MC1 et MC7.
- Fig. 6: Distribution massique des diverses classes granulométriques des échantillons NPC, LG et SAF.
- Fig. 7: Distribution massique des diverses classes granulométriques des échantillons ED 1967, ED 2038, ED 2169 et ED 2265.
- Fig. 8: Distribution massique des diverses classes granulométriques des échantillons FLG et FLS.
- Fig. 9: L'indice de broyabilité de Hardgrove du charbon (d'après Dreyden).
- Fig. 10: 'Fuseau' tracé à partir des courbes cumulatives moyennes des échantillons.
- Fig. 11: Courbe cumulative moyenne de la distribution granulométrique des fractions fines des échantillons.
- Fig. 12: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques de l'antracite MCI.
- Fig. 13: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques de l'antracite MC7.
- Fig. 14: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques de l'antracite NPC.
- Fig. 15: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du flambant FLS.
- Fig. 16: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du flambant FLG.
- Fig. 17: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du lignite LG.
- Fig. 18: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du lignite ED 2038.
- Fig. 19: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du flambant ED 2169.
- Fig. 20: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du flambant ED 2265.
- Fig. 21: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques de l'antracite ED 1967.

- Fig. 22: Composition macérale de l'échantillon moyen et des diverses classes granulométriques du flambant SAF.
- Fig. 23: Localisation des échantillons sur un diagramme triangulaire selon la teneur en groupes de macéraux, Vitrinite (V), Exinite (E), et Inertinite (I).
- Fig. 24: Teneur en groupes de macéraux et en matière minérale de l'échantillon moyen et leur variation dans les différentes classes granulométriques des échantillons MC1 et MC7.
- Fig. 25: Teneur en groupes de macéraux et en matière minérale de l'échantillon moyen et leur variation dans les différentes classes granulométriques des échantillons FLS et FLG.
- Fig. 26: Teneur en groupes de macéraux et en matière minérale de l'échantillon moyen et leur variation dans les différentes classes granulométriques des échantillons NPC et LG.
- Fig. 27: Teneur en groupes de macéraux et en matière minérale de l'échantillon moyen et leur variation dans les différentes classes granulométriques des échantillons ED 2038 et ED 2169.
- Fig. 28: Teneur en groupes de macéraux et en matière minérale de l'échantillon moyen et leur variation dans les différentes classes granulométriques des échantillons ED 2265 et ED 1967.
- Fig. 29: Teneur en groupes de macéraux et en matière minérale de l'échantillon moyen et leur variation dans les différentes classes granulométriques de l'échantillon SAF.
- Fig. 30: Evolution de la perte de masse, de la surface spécifique, de la fragmentation et du gonflement en fonction du temps, dans le cas du flambant de Provence à 850°C sous azote pur.
- Fig. 31: Evolution de la perte de masse, de la surface spécifique, de la fragmentation et du gonflement en fonction du temps, dans le cas du flambant de Provence à 850° C avec un mélange de 5 % O<sub>2</sub> et 95 % N<sub>2</sub>.
- Fig. 32: Comparaison de l'évolution de la surface spécifique B.E.T. pour les différents charbons en fonction du temps, à 850°C sous azote pur.
- Fig. 33: Comparaison de l'évolution de la surface spécifique B.E.T. pour les différents charbons en fonction du temps, à 850°C avec un mélange de 5 % O<sub>2</sub> et 95 % N<sub>2</sub>.
- Fig. 34: Comparaison de l'évolution du gonflement pour les différents charbons en fonction du temps, à 850° C sous azote pur.
- Fig. 35: Comparaison de l'évolution du gonflement pour les différents charbons en fonction du temps, à 850° C avec un mélange de 5 % O<sub>2</sub> et 95 % N<sub>2</sub>.
- Fig. 36: Comparaison de l'évolution de la fragmentation primaire pour les différents charbons en fonction du temps, sous azote pur.
- Fig. 37: Comparaison de l'évolution de la fragmentation primaire pour les différents charbons en fonction du temps, avec un mélange de 5 % O<sub>2</sub> et 95 % N<sub>2</sub>.
- Fig. 38: Composition macérale du flambant de Provence (FP), à l'état initial et après cinq et dix secondes de réaction.

- Fig. 39: Composition macérale du flambant de Freyning (FF), à l'état initial et après cinq et dix secondes de réaction.
- Fig. 40: Composition macérale de La Mure (LAM), à l'état initial et après cinq et dix secondes de réaction.
- Fig. 41: Composition macérale de Rietspruit (RI), à l'état initial et après cinq et dix secondes de réaction.
- Fig. 42: Composition macérale de Ulan (UL), à l'état initial et après cinq et dix secondes de réaction.
- Fig. 43: Relation entre le pourcentage des fissures et la teneur en vitrinite à  $t - \Delta t$  ( $\Delta t = 5$  sec).
- Fig. 44: Relation entre le pourcentage des fissures et la teneur en vitrinite en rapport avec sa réflectance à  $t - \Delta t$  ( $\Delta t = 5$  sec).
- Fig. 45: Relation entre le pourcentage des fissures et la teneur en vitrinite en rapport avec sa réflectance à  $t - \Delta t$  ( $\Delta t = 5$  sec).
- Fig. 46: Relation entre le pourcentage des fissures dans la vitrinite, et la teneur en vitrinite en rapport avec sa réflectance à  $t - \Delta t$  ( $\Delta t = 5$  sec).
- Fig. 47: Relation entre le pourcentage des fissures dans l'exinite, et la teneur en vitrinite en rapport avec sa réflectance à  $t - \Delta t$  ( $\Delta t = 5$  sec).
- Fig. 48: Relation entre le pourcentage des fissures dans l'inertinite, et la teneur en vitrinite en relation avec sa réflectance à  $t - \Delta t$  ( $\Delta t = 5$  sec).
- Fig. 49: Pouvoir réflecteur des groupes de macéraux (d'après D.W. Van Krevelen et J. Schuyer, 1961).
- Fig. 50: Réflectogrammes du flambant de Maryport (ED 2169), du lignite espagnol (ED 2038), et de l'antracite allemand (ED 1967).
- Fig. 51: Réflectogrammes du flambant slater (ED 2265), du flambant sud-africain (SAF), et du lignite de Gardanne (LG).
- Fig. 52: Réflectogrammes de l'antracite du Nord Pas-de-Calais (NPC), et des anthracites de Blanzay (MC 1 et MC 7).
- Fig. 53: Réflectogrammes des flambants de Lorraine (FLS et FLG).
- Fig. 54: Réflectogrammes du flambant de Provence (FP), au temps initial ( $t = 0$ ), et après cinq et dix secondes de réaction.
- Fig. 55: Réflectogrammes du flambant de Freyning (FF), au temps initial ( $t = 0$ ), et après cinq et dix secondes de réaction.
- Fig. 56: Réflectogrammes de l'antracite de La Mure (LAM), au temps initial ( $t = 0$ ), et après cinq et dix secondes de réaction.
- Fig. 57: Réflectogrammes du charbon sud-africain (RI), au temps initial ( $t = 0$ ), et après cinq et dix secondes de réaction.
- Fig. 58: Réflectogrammes du charbon australien (UL), au temps initial ( $t = 0$ ), et après cinq et dix secondes de réaction.

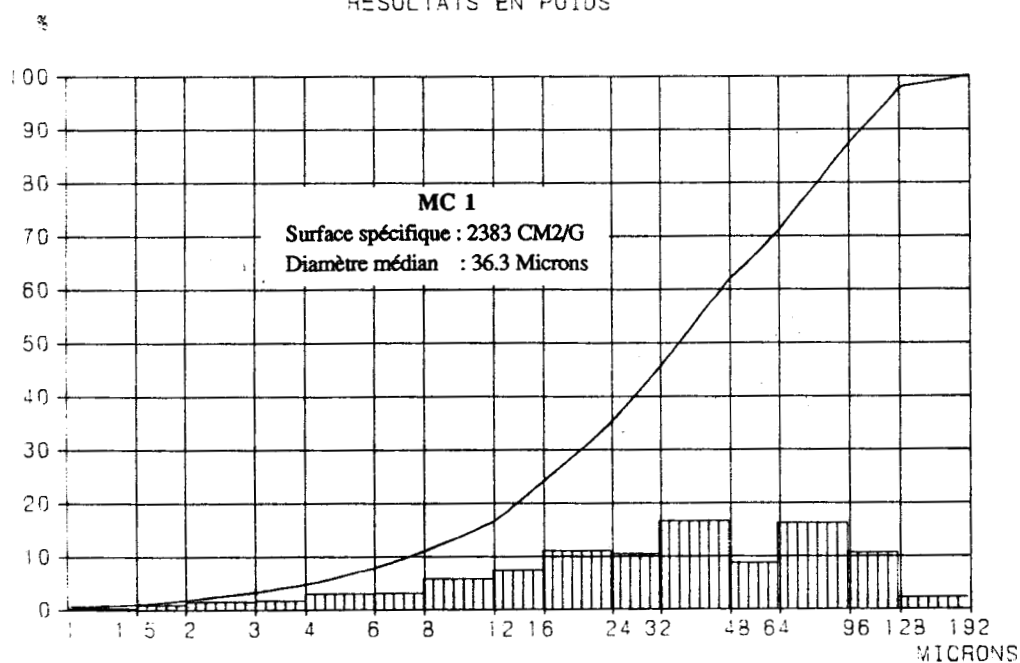
## LISTE DES TABLEAUX

- Tab. 1: Tableau descriptif des échantillons étudiés.
- Tab. 2: Nomenclature des macéraux des houilles (modifié, I.C.C.P., 1971).
- Tab. 3: Tableau d'ensemble des microlithotypes (modifié d'après I.C.C.P., 1971).
- Tab. 4: Les lithotypes des charbons humiques et sapropéliques (d'après Mc Cabe, 1984).
- Tab. 5: Principales inclusions minérales des houilles (I.C.C.P., 1963).
- Tab. 6: Pourcentages en poids des diverses classes granulométriques des échantillons.
- Tab. 7: Correspondance entre  $S_0$  et le classement des sédiments (d'après Friedmann.G.M., 1962).
- Tab. 8: Analyses immédiate, macérale, et élémentaire des échantillons étudiés pour la combustion.
- Tab. 9: Résultats des analyses pétrographiques des échantillons, à l'état initial ( $t = 0$ ), et après cinq et dix secondes de réaction.
- Tab. 10: Répartition des fissures dans les différents groupes de macéraux, après cinq et dix secondes de réaction.

**ANNEXES**

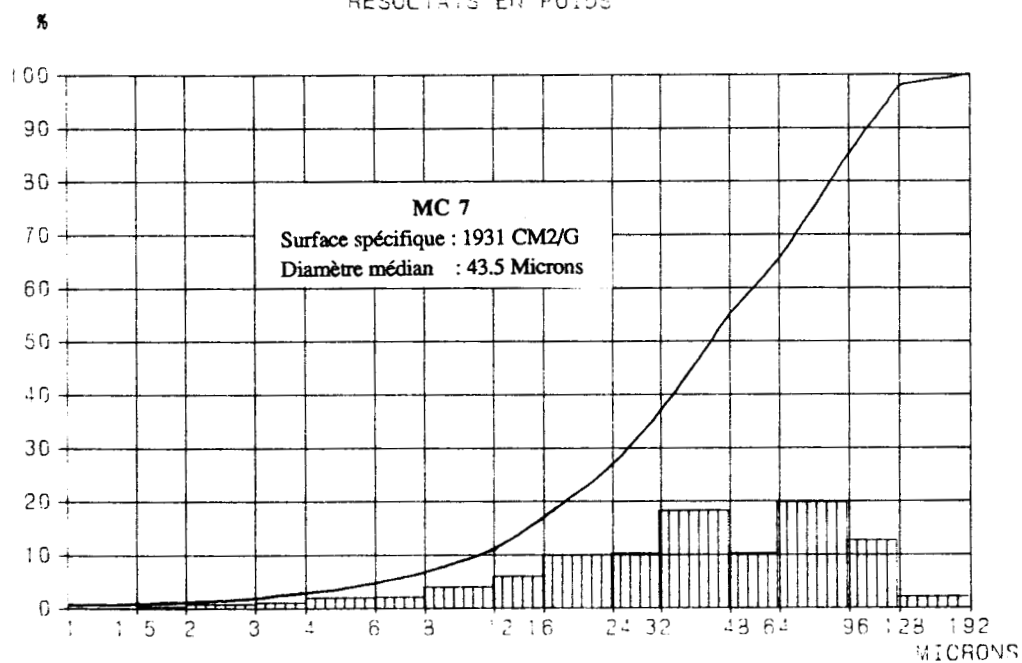


RESULTATS EN POIDS



192	100.0 %
128	097.8 %
96	087.2 %
64	070.9 %
48	062.1 %
32	045.4 %
24	034.9 %
16	023.9 %
12	016.5 %
8	010.8 %
6	007.7 %
4	004.7 %
3	003.1 %
2	001.7 %
1.5	000.8 %
1	000.6 %

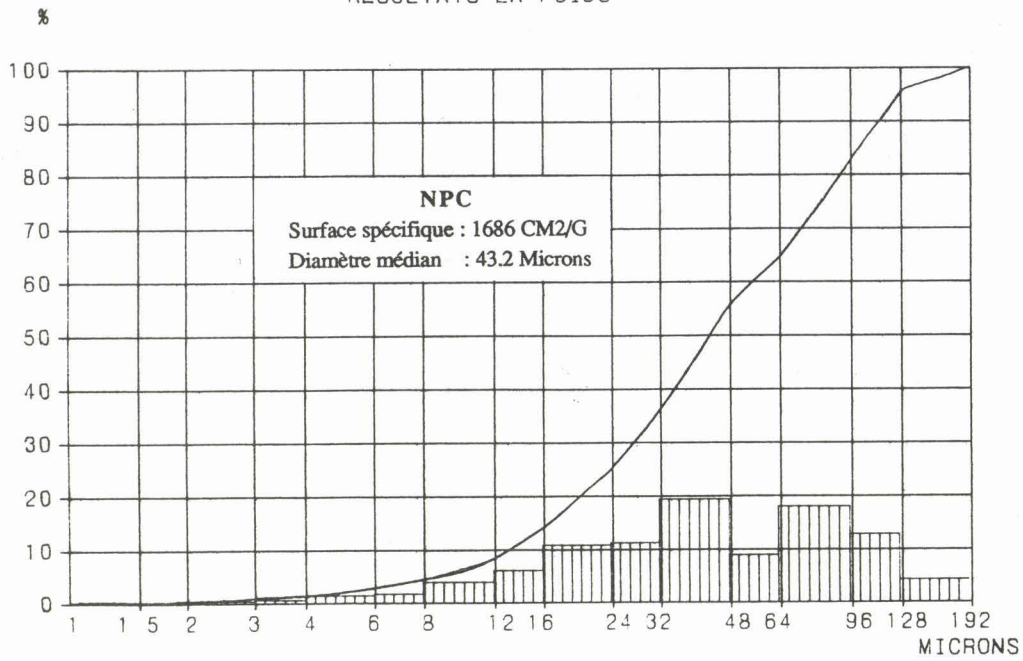
RESULTATS EN POIDS



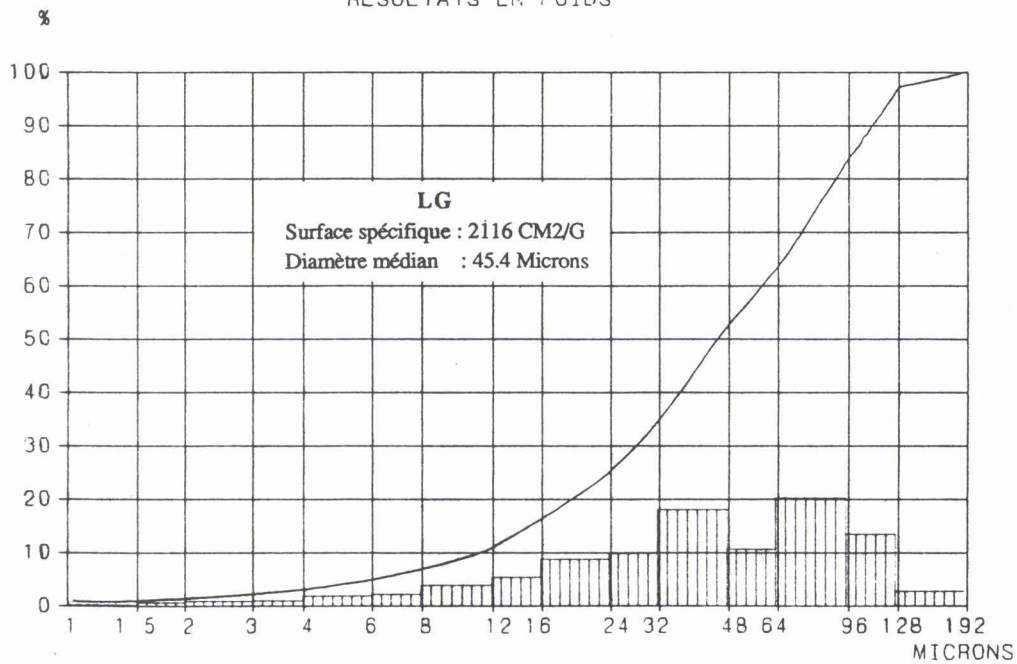
192	100.0 %
128	097.9 %
96	085.2 %
64	065.4 %
48	055.1 %
32	036.9 %
24	026.6 %
16	016.7 %
12	010.7 %
8	006.8 %
6	004.7 %
4	002.7 %
3	001.7 %
2	000.9 %
1.5	000.6 %
1	000.5 %

**A1:** Histogrammes et Courbes cumulatives des échantillons du bassin de Blanzay (MC 1, MC 7).

RESULTATS EN POIDS



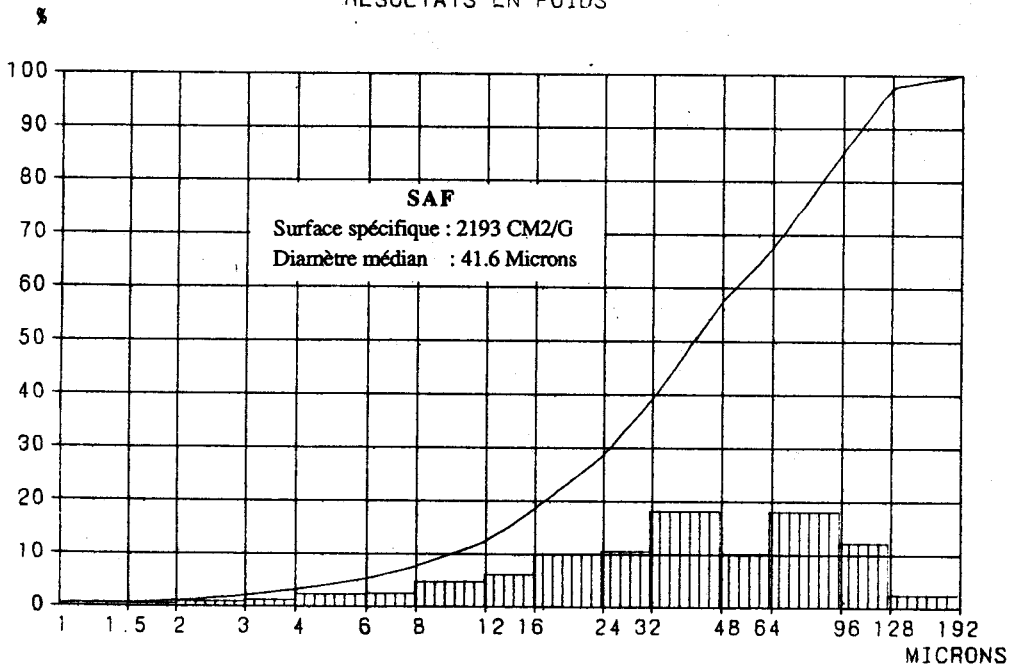
RESULTATS EN POIDS



**AII:** Histogrammes et Courbes cumulatives des échantillons des bassins du Nord Pas-de Calais (NPC), et de Gardanne (LG).

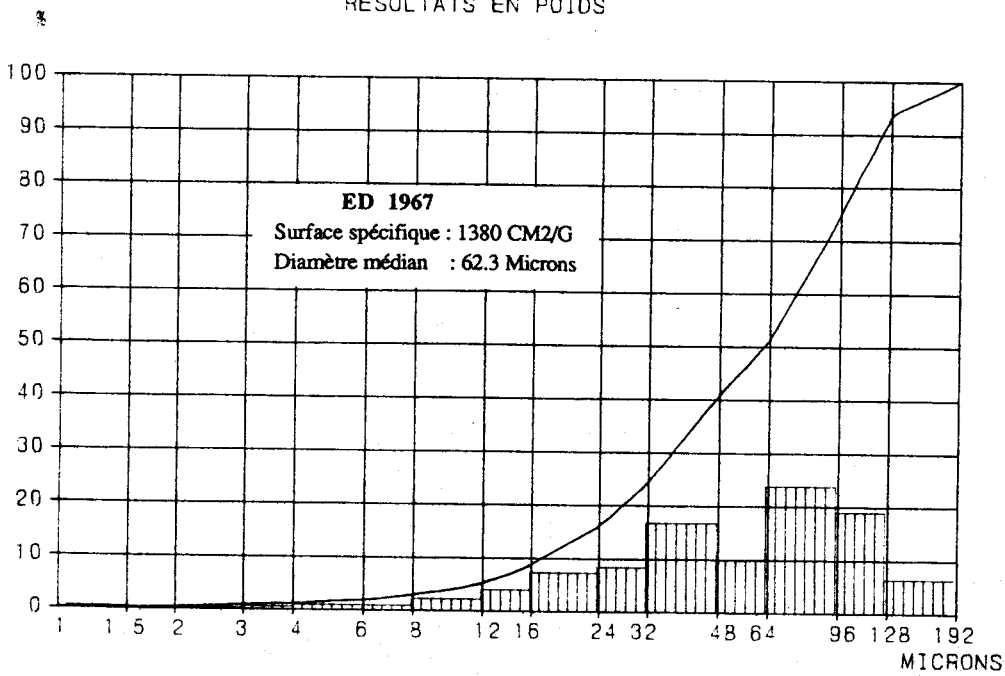


RESULTATS EN POIDS



192	100,0 %
128	097,6 %
96	085,4 %
64	067,4 %
48	057,3 %
32	039,1 %
24	028,5 %
16	018,4 %
12	012,3 %
8	007,6 %
6	005,2 %
4	003,0 %
3	001,9 %
2	001,0 %
1,5	000,6 %
1	000,5 %

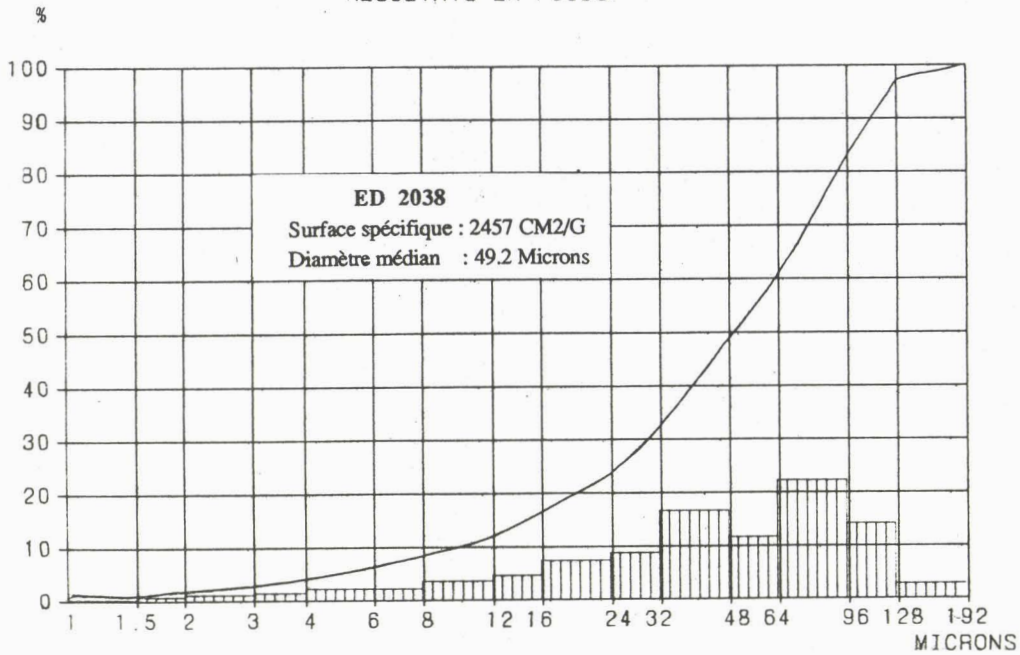
RESULTATS EN POIDS



192	100,0 %
128	093,6 %
96	074,7 %
64	051,0 %
48	041,2 %
32	024,4 %
24	016,1 %
16	008,8 %
12	004,9 %
8	002,7 %
6	001,8 %
4	001,0 %
3	000,6 %
2	000,3 %
1,5	000,2 %
1	000,2 %

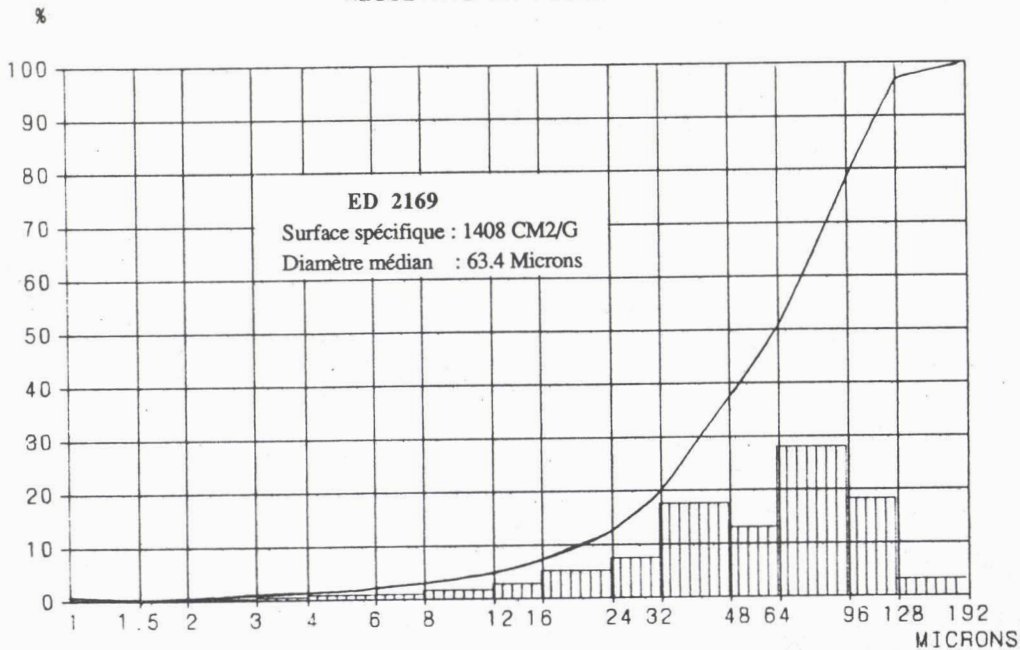
A III: Histogrammes et Courbes cumulatives des échantillons sud-africain (SAF), et allemand (ED 1967).

RESULTATS EN POIDS



192	100,0 %
128	097,2 %
96	083,0 %
64	060,7 %
48	049,1 %
32	032,5 %
24	023,7 %
16	016,4 %
12	011,8 %
8	008,3 %
6	006,1 %
4	003,9 %
3	002,6 %
2	001,6 %
1,5	000,9 %
1	000,7 %

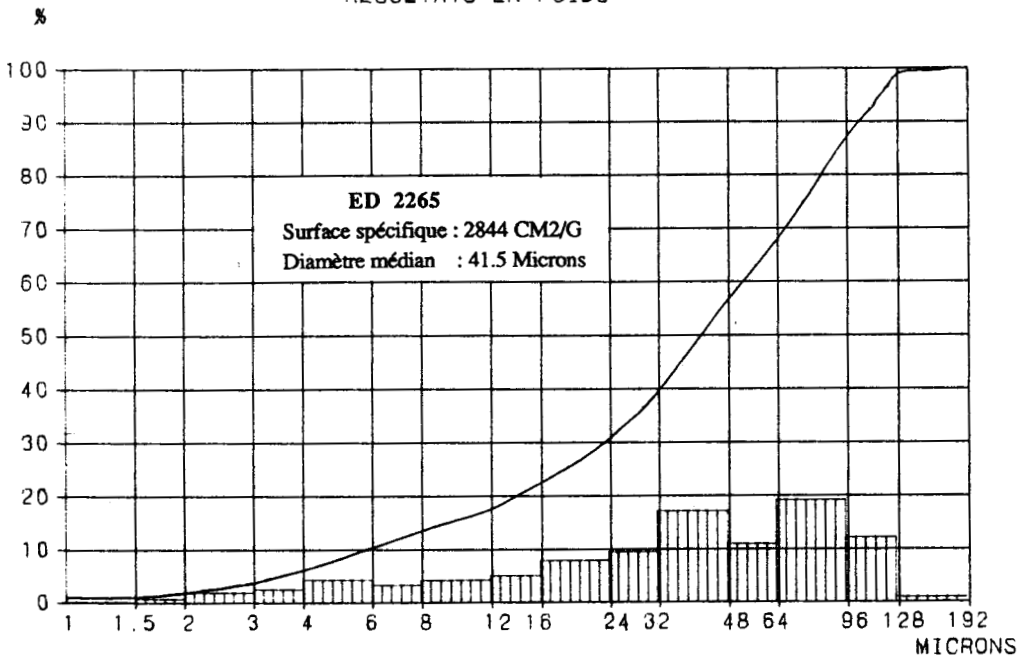
RESULTATS EN POIDS



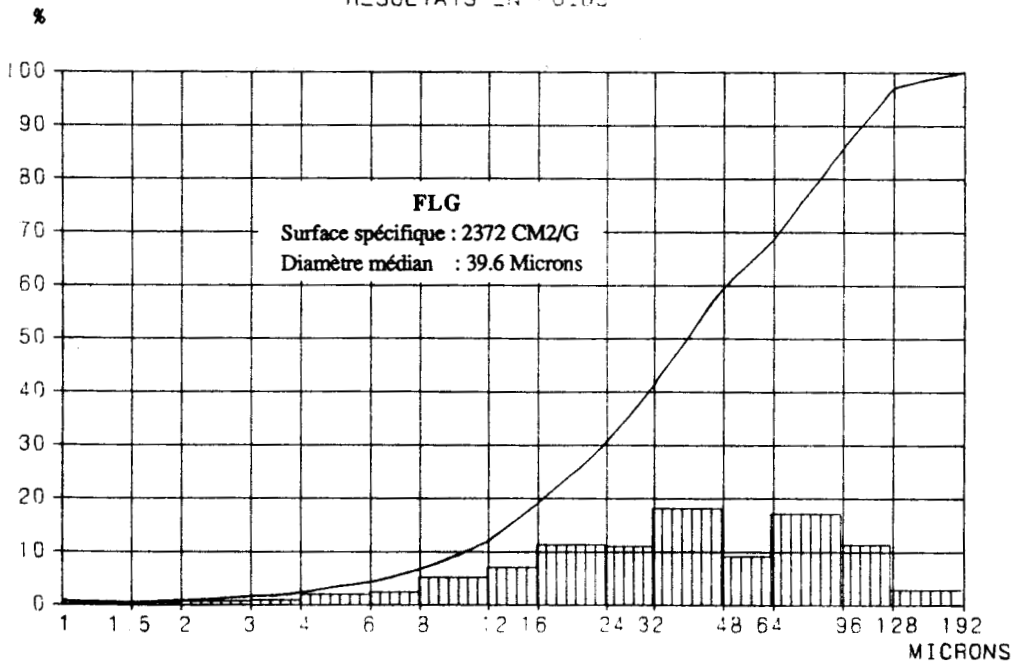
192	100,0 %
128	096,8 %
96	078,5 %
64	050,5 %
48	037,4 %
32	019,9 %
24	012,4 %
16	007,3 %
12	004,6 %
8	002,9 %
6	002,0 %
4	001,2 %
3	000,7 %
2	000,5 %
1,5	000,3 %
1	000,2 %

**A IV** : Histogrammes et Courbes cumulatives du lignite espagnol (ED 2038), et du flambant de Maryport (ED 2169).

RESULTATS EN POIDS

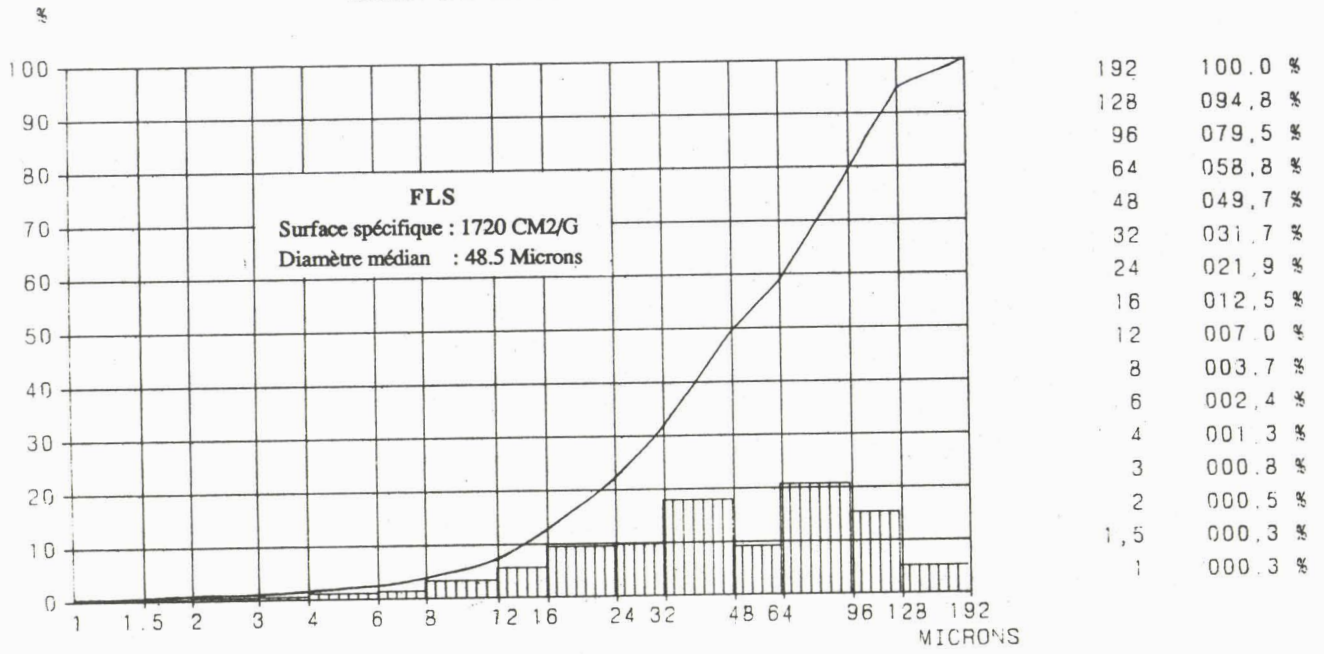


RESULTATS EN POIDS



**AV:** Histogrammes et Courbes cumulatives du flambant slater (ED 2265), et du flambant de Lorraine (FLG).

RESULTATS EN POIDS



**A VI:** Histogramme et Courbe cumulative du flambant de Lorraine (FLS).

<b>ED 2169</b>	<b>co</b>	<b>te</b>	<b>sp</b>	<b>cu</b>	<b>re</b>	<b>mi</b>	<b>ma</b>	<b>sf</b>	<b>fu</b>	<b>sc</b>	<b>id</b>	<b>mm</b>
<b>MOY</b>	58,6	0	15,6	0,2	6,2	2,6	0,8	7,6	1,2	0,2	4	3
<b>630</b>	62,2	0	15,2	0	5,4	2,8	0,8	6,6	0,8	0	3,4	2,8
<b>400</b>	69,2	0	10,6	0,2	5,2	2,4	0,4	5,4	1,2	0,2	2,8	2,4
<b>250</b>	74,6	0	8,8	0,2	4,8	1,8	0,2	4,8	0,8	0	2,2	1,8
<b>160</b>	76,4	0	9,2	0,2	2,8	1,6	0,4	5,4	0,8	0	1,4	1,8
<b>100</b>	78,6	0	6,4	0	2,6	1,6	0,2	6,2	0,4	0	1,6	2,4

<b>ED 1967</b>	<b>co</b>	<b>te</b>	<b>sp</b>	<b>cu</b>	<b>re</b>	<b>mi</b>	<b>ma</b>	<b>sf</b>	<b>fu</b>	<b>sc</b>	<b>id</b>	<b>mm</b>
<b>MOY</b>	80,4	0	0	0	0	1,2	0,4	9,8	1	0	3	4,2
<b>630</b>	84,4	0	0	0	0	2,4	0,6	7,4	0,6	0	2,8	1,8
<b>400</b>	83,8	0	0	0	0	1,8	0,6	8,6	0,6	0	2,4	2,2
<b>250</b>	82	0	0	0	0	2,2	0,6	9	0,4	0	3,6	2,2
<b>160</b>	85,2	0	0	0	0	1,2	0,6	6,2	0,4	0	2,4	4
<b>100</b>	84,8	0	0	0	0	1,2	0,2	5,4	0,2	0	2,6	5,6

<b>ED 2038</b>	<b>co</b>	<b>te</b>	<b>sp</b>	<b>cu</b>	<b>re</b>	<b>mi</b>	<b>ma</b>	<b>sf</b>	<b>fu</b>	<b>sc</b>	<b>id</b>	<b>mm</b>
<b>MOY</b>	56,4	0,4	3,6	0	1,2	0,8	0	19,8	2	0,2	11,4	4,2
<b>630</b>	57,6	0	3	0	0,8	0,6	0	21,6	1,2	0	11,6	3,6
<b>400</b>	59,4	0,2	2	0	0,8	0,6	0	21,4	1,6	0,2	10,4	3,4
<b>250</b>	58,6	0	2,2	0	0,6	1,2	0	20,8	1,8	0	11,2	3,6
<b>160</b>	59	0	2,6	0	1	0,8	0	22,8	1	0	10,6	2,2
<b>100</b>	59,6	0	2,2	0	0,6	0,6	0	23,2	0,8	0	10,6	2,4

<b>ED 2265</b>	<b>co</b>	<b>te</b>	<b>sp</b>	<b>cu</b>	<b>re</b>	<b>mi</b>	<b>ma</b>	<b>sf</b>	<b>fu</b>	<b>sc</b>	<b>id</b>	<b>mm</b>
<b>MOY</b>	61,8	0	0	0	0	1,6	0,8	15,2	0,6	0,2	5,6	14,2
<b>630</b>	59,4	0	0	0	0	1,2	1,4	15	0,4	0	7	15,6
<b>400</b>	57,8	0	0	0	0	0,8	0,6	19,6	0,4	0	6,4	14,4
<b>250</b>	59	0	0	0	0	1	0,6	19,4	0,4	0,2	5,8	13,6
<b>160</b>	59,6	0	0	0	0	0,8	0,2	15	0,4	0	6,8	17,2
<b>100</b>	64	0	0	0	0	0,4	0	15,8	0,2	0,2	4,2	15,2

<b>FLG</b>	<b>co</b>	<b>te</b>	<b>sp</b>	<b>cu</b>	<b>re</b>	<b>mi</b>	<b>ma</b>	<b>sf</b>	<b>fu</b>	<b>sc</b>	<b>id</b>	<b>mm</b>
<b>MOY</b>	68,6	0	10,8	0,2	2,8	2,2	1	5,4	2	0	3,6	3,4
<b>630</b>	62,8	0	13,2	0,4	3	4,2	0,4	7,4	2	0	3,8	2,8
<b>400</b>	63,4	0	12,4	0,2	2,6	4,2	0,8	7,8	1,4	0	4	3,2
<b>250</b>	65,2	0	12,6	0,2	2,8	3,6	0,8	8,4	1	0	3,2	2,2
<b>160</b>	69,6	0	9	0	2,6	3,4	0,4	7,8	0,6	0	3,4	3,2
<b>100</b>	72,8	0	8,8	0	3	2,2	0,4	6,4	0,8	0	3,2	2,4

<b>FLS</b>	<b>co</b>	<b>te</b>	<b>sp</b>	<b>cu</b>	<b>re</b>	<b>mi</b>	<b>ma</b>	<b>sf</b>	<b>fu</b>	<b>sc</b>	<b>id</b>	<b>mm</b>
<b>MOY</b>	68,2	0	7,6	0,4	4,4	2,2	0,6	6	1,8	0	4,6	4,2
<b>630</b>	72,4	0	6,8	0	3,6	2,8	0,8	4,6	1,2	0	3,8	4
<b>400</b>	73	0	6,4	0	3,2	3,2	0,4	4,6	0,8	0	3	5,4
<b>250</b>	72,2	0	5,6	0,2	4,4	3,8	0,2	4,8	1	0	3,6	4,2
<b>160</b>	75,2	0	4,4	0	3,2	3,2	0,4	4,2	0,4	0	4,4	4,6
<b>100</b>	75,4	0	6	0,2	3,6	2,4	0,4	4,4	0,4	0	4,8	3,8

**A1:** Résultats des analyses pétrographiques des échantillons ED 2169, ED 1967, ED 2038, ED 2265, FLG, et FLS.

<b>MC 1</b>	<b>co</b>	<b>te</b>	<b>vd</b>	<b>sp</b>	<b>cu</b>	<b>re</b>	<b>mi</b>	<b>ma</b>	<b>sf</b>	<b>fu</b>	<b>sc</b>	<b>id</b>	<b>mm</b>
<b>MOY</b>	53,6	0	2,8	0	0	0	0,4	0	3,6	0,4	0	2,2	37
<b>630</b>	54,4	0	2,2	0	0	0	0,2	0	6,4	0,8	0	1,8	34,2
<b>400</b>	53	0	2,2	0	0	0	0,4	0	3,4	0,6	0	1,6	38,8
<b>250</b>	55,4	0	1,6	0	0	0	0,6	0	4,4	0,4	0	2,2	35,4
<b>160</b>	55,2	0	2	0	0	0	0,2	0	5,4	0,4	0	2,6	34,2
<b>100</b>	57,8	0	1,2	0	0	0	0	0	3	0	0	3	35

<b>MC 7</b>	<b>co</b>	<b>te</b>	<b>vd</b>	<b>sp</b>	<b>cu</b>	<b>re</b>	<b>mi</b>	<b>ma</b>	<b>sf</b>	<b>fu</b>	<b>sc</b>	<b>id</b>	<b>mm</b>
<b>MOY</b>	68,6	0	3,4	0	0	0	0,2	0	3,6	0,6	0,2	2,6	20,8
<b>630</b>	71,4	0	2,6	0	0	0	0,2	0	3,6	1,2	0	1,4	19,6
<b>400</b>	68,8	0	3	0	0	0	0,4	0	4	0,8	0	2	21
<b>250</b>	69,4	0	2,8	0	0	0	0,2	0	3,2	0,8	0	1,8	21,8
<b>160</b>	71,8	0	2,4	0	0	0	0	0	2,8	1	0	1,2	20,8
<b>100</b>	65,8	0	3,2	0	0	0	0	0	3	0,6	0	2,2	25,2

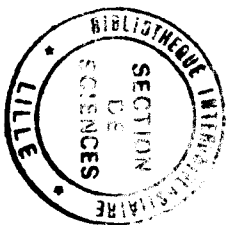
<b>LG</b>	<b>co</b>	<b>te</b>	<b>sp</b>	<b>cu</b>	<b>re</b>	<b>mi</b>	<b>ma</b>	<b>sf</b>	<b>fu</b>	<b>sc</b>	<b>id</b>	<b>mm</b>
<b>MOY</b>	59,2	0	2	0,4	10,2	1,4	1	11,4	2,8	0,2	2,4	9
<b>630</b>	57,6	0	2,8	0	10,8	2,4	1	10,6	2,2	0	3	9,6
<b>400</b>	58,4	0	2,8	0,2	11,6	1,6	1	10,8	2,2	0	2,4	8,8
<b>250</b>	61,6	0	1,8	0,2	8,4	1,4	1,4	12,4	2,2	0	2,8	7,8
<b>160</b>	63,6	0	1,8	0	6,4	0,8	1,8	10,4	0,8	0,2	3	11,2
<b>100</b>	67,6	0	0,6	0	7,8	1,2	1,2	10	0,6	0	2,8	8,2

<b>NPC</b>	<b>co</b>	<b>te</b>	<b>sp</b>	<b>cu</b>	<b>re</b>	<b>mi</b>	<b>ma</b>	<b>sf</b>	<b>fu</b>	<b>sc</b>	<b>id</b>	<b>mm</b>
<b>MOY</b>	68,2	0	0	0	0	0,8	0,4	21,4	0,4	0	3,8	5
<b>630</b>	75,2	0	0	0	0	1,2	0,8	16,2	0,6	0	2,8	3,2
<b>400</b>	73,4	0	0	0	0	0,6	0,4	18,2	0,4	0	2,8	4,2
<b>250</b>	69,6	0	0	0	0	1	0,2	21	0,4	0	1,8	6
<b>160</b>	69,4	0	0	0	0	0,6	0,6	20,4	0,2	0	3,8	5
<b>100</b>	70,6	0	0	0	0	0,8	0,4	19,6	0,2	0	3,6	4,8

<b>SAF</b>	<b>co</b>	<b>te</b>	<b>sp</b>	<b>cu</b>	<b>re</b>	<b>mi</b>	<b>ma</b>	<b>sf</b>	<b>fu</b>	<b>sc</b>	<b>id</b>	<b>mm</b>
<b>MOY</b>	37,4	0,8	2,8	0,4	1,6	0,8	2,4	42,2	1,8	0,2	2,4	7,2
<b>630</b>	41,4	1	2,6	0,2	0,8	0,6	1,2	41,2	2,6	0,4	3,6	4,4
<b>400</b>	39,8	1,6	1	0	1,6	0,4	1,6	43,6	1,4	0	3,6	5,4
<b>250</b>	40,2	1,8	1,8	0,2	1,8	0,4	2	41,6	1,6	0	3,8	4,8
<b>160</b>	42,8	0,8	2	0,2	0,8	0,4	1,6	41,2	1	0,2	2,2	6,8
<b>100</b>	44,2	0,6	2	0	0,6	0,2	0,8	39,6	0,8	0	2,6	8,6

**A2:** Résultats des analyses pétrographiques des échantillons MC1, MC7, LG, NPC et SAF.

	FF			FP			LAM			RI			UL		
	t=0	t=5 sec	t=10 sec	t=0	t=5 sec	t=10 sec	t=0	t=5 sec	t=10 sec	t=0	t=5 sec	t=10 sec	t=0	t=5 sec	t=10 sec
PR max	0.79	0.97	1.19	0.46	0.56	0.69	4.24	4.37	4.46	0.82	1.02	1.19	0.68	0.81	0.97
Ecart-type ( $\sigma$ )	0.08	0.28	0.47	0.08	0.2	0.26	0.05	0.15	0.22	0.18	0.32	0.41	0.09	0.23	0.34
Variance (V)	0.007	0.080	0.220	0.006	0.040	0.069	0.003	0.022	0.051	0.033	0.108	0.174	0.008	0.054	0.120



**A3** : Résultats des mesures de pouvoir réflecteur au temps initial ( $t = 0$ ) et après cinq et dix secondes de réaction, des charbons étudiés pour la combustion.

	MC 1	MC 7	LG	NPC	FLS	FLG	ED 1967	ED 2038	ED 2169	ED 2265	SAF
PR max	2.34	1.64	0.40	1.90	0.68	0.69	2.87	0.34	0.80	1.58	0.81
Ecart-type ( $\sigma$ )	0.06	0.05	0.06	0.06	0.05	0.05	0.06	0.05	0.08	0.06	0.13
Variance (V)	0.003	0.002	0.003	0.003	0.003	0.003	0.004	0.002	0.005	0.004	0.019

**A4**: Résultats des mesures de pouvoir réflecteur des charbons.

## RESUME

L'usage du charbon dans les domaines industriels dépend de ses propriétés physico-chimiques, de sa composition pétrographique et de son rang.

Au cours de ce travail, divers paramètres ont été étudiés au moyen des techniques appropriées. L'étude de la broyabilité a été approfondie grâce aux analyses granulométriques et pétrographiques des diverses fractions et des mesures du pouvoir réflecteur, permettant ainsi de distinguer les divers macéraux par leur aptitude plus ou moins grande à la fragmentation. Cette dernière est également influencée par la nature de la matière minérale et son mode de distribution au sein des macéraux.

La combustion dans les conditions proches de celles rencontrées dans un lit fluidisé et la pyrolyse des charbons durant les premières étapes de la réaction, a permis d'étudier le gonflement et la fragmentation des particules et de différencier les macéraux par leur comportement à la cokéfaction. L'étude de la fragmentation des particules a été suivie par celle de la fissuration produite lors de l'élévation de température.

Comme le montre l'ensemble des expériences, les macéraux du groupe de la vitrinite se montrent comme les moins résistants au broyage par leur concentration dans les fractions fines et sont les plus propices au développement des fissures lors de l'échauffement conduisant ainsi à une nouvelle fragmentation.

**Mot clés:** Charbon, broyabilité, fragmentation, granulométrie, macéral, rang, combustion, pyrolyse, gonflement.

## ABSTRACT

The industrial utilization of coal depend on its physical and chemical properties, its petrographic composition and its rank.

In this work several parameters have been studied by suitable techniques. Grindability was examined thoroughly by granulometric and petrographic studies of the diverse fractions and by reflectance measurements. This enables the diverse macerals to be distinguished according to their fragmentation ability. The latter is also influenced by the nature of the mineral substance and by its distribution mode inside the macerals.

Combustion under conditions near those found in a fluidized bed, and pyrolysis of coals during the first stage of the reaction allowed the swelling and the fragmentation of the particules to be studied and also the macerals to be differentiated according to their behaviour during cokefaction. The fragmentation of particules was studied by examining the fissuration developed on increasing the temperature.

As shown by the whole of the experiments, macerals belonging to the vitrinite group appear to be the least resistant to grinding owing to their concentration in the fine fractions, and the more able to develop fissures on heating, inducing thus additional fragmentation.

**Key words:** Coal, grindability, fragmentation, granulometry, maceral, rank, combustion, pyrolysis, swelling.