

A NEW METHOD, CAPABLE OF AUTOMATION, FOR THE RAPID CLASSIFICATION OF COALS
BASED ON THE RELATION OF TOTAL REFLECTANCE POWER TO COKE QUALITY

R. Busso and B. Alpern

CERCHAR, B.P. 27, Creil, France

Abstract

The new method of rapid and automatic classification of coals consists in measuring the total reflectance power (P.R.G.) of the surface of a series of "n" pellets formed under strong pressure and without a binder.

Statistically, the total reflectance power varies linearly, increasing with the volatile matter index between 40 and 20 percent, then decreasing between 20 and 13 percent. The thickness of the pellets is least around V.M. = 25 percent.

The ratio P.R.G. V.M. = 20% reaches 7; the limit of confidence of the P.R.G. V.M. = 40% mean P.R.G., at 95 percent, is about \pm one percent for n = 30 pellets.

A satisfactory correlation between the total reflectance power of coal and the quality of coke has been established from some pilot-plant tests. In standardized conditions of preparation and coking, there is a correlation by type of blend.

INTRODUCTION

The relation between the petrographic composition of coals and their coking properties has received our attention for a decade, first for the Lorraine field from which only coal having a volatile matter index higher than 35 percent was mined, then in the North field where the modern tendency is to limit mining to a small number of pits.

The need for automation of the operation of the mine and for control of the washeries and coking plants led us to seek a rapid, precise and automatic method for classification of coals. Thus, after having rejected the traditional destructive methods based on the behavior of the coal during pyrolysis, we experimented with a non-destructive procedure which consists in measuring the total reflectance power (P.R.G.) of a suitably prepared sample.

I. Brief Description of the Method (1) (2)

The need to arrive at an automatic process made it necessary to abandon the polishing and the selection of fields of vision of the vitrinite usually encountered in the course of measurement of reflectance power (P.R.) with a microscope.

The experimental method consisted in making, under pressure, a series of pellets on which the total reflectance power of the surface was measured with a photometer. A simple visual examination of the pellets thus prepared showed that an important range of intensities of reflectance is available between flaming coals, type 711, and coals called "complement" (d'appoint), type 334, - see Figure 1.

A brief description of the laboratory equipment and of the different steps of the method follows:

- After drying in air, the coal is ground and passed through a screen < 0.5mm.

- A press forms pellets with a diameter of 25mm. A pressure of 4,000 atmospheres is necessary to assure good cohesion without a binder. The pistons and counter-pistons are equipped with tungsten carbide pellets to greatly reduce the rate of wear. The surface of the upper piston must be carefully polished.

- The photometer used functions in the following manner: the light source is a bulb -6V, 5A- which has a stable power source. The light beam is directed vertically towards the surface of the pellet through the use of a semi-transparent plate. The intensity of the reflected light is measured in the same direction by means of a photomultiplier stabilized at 1,400V.

- The intensity of reflection is indicated by a micro-ammeter. Provisionally, micro-amperes have been adopted as the arbitrary unit.

- Two systematic standardizations assure the calibration of total reflectance power in absolute values; a standard substance which can be a relatively stable coal, serves to measure the drift due to wear of the piston and to detect a possible change of the compression force, while a series of glass standards controls the stability of total functioning of the photometer.

The results discussed in the present paper are expressed in the form of a mean total reflectance power in arbitrary units, average of n pellets made at one time from the same sample -- n = 5, 10, 30, or 50, as the case may be -- and of a limit of confidence of the mean at 95 percent may be $\pm \sum = \frac{2\sigma}{n}$ since the dispersion follows a normal law. When n = 30 pellets the relative total precision of measurement of mean total reflectance power is of the order of 1 to 1.5 percent. An analysis of variability has shown that a major part of this is due to the preparation of the sample, the formation of the pellets, and the length of time between the completion of the formation of the pellets and the beginning of the photometric measurement. The dispersion of this latter is very small.

II. Factors Influencing the Total Reflectance Power

The principle of the method foresees that the state of the surface of the pellet will depend on the preparation of the sample and on the formation of the pellets, this dependence varying with the physical and chemical properties of the coals.

1. Preparation of the Sample

a. Drying

Experience has shown that when the moisture in the coal increases the total reflectance power increases, at first quite rapidly, then more slowly as the moisture approaches that of saturation.

b. Grinding

The results obtained with three different degrees of fineness 100 percent < 1 , < 0.5 and $< 0.2\text{mm}$ indicate that the total reflectance power increases up to 100 percent < 0.5 and that there is no advantage to grinding more finely; the selectivity of the method will not be increased for the porosity of the surface is not lessened any more. In addition, this degree of fineness guarantees that the surface distribution of the macerals will vary very little from one pellet to another.

c. Homogenization of the ground sample is obviously indispensable to assure the stability of the surface structure of all the pellets.

Being given the importance of these three factors, it is necessary to adopt a reproducible method of preparation.

2. Formation of the Pellets

a. Dimensions of the pellet

The diameter must be chosen as a function of the desired precision of measurement and for a given fineness of grinding. We have selected 25mm. The thickness determines the mechanical resistance of the pellet, which is sufficient at 4mm. By giving the compression cavity of the matrix a conical shape the removal of the pellet is made easier and peripheral tearing is avoided. Two other secondary considerations enter into play: The force of the press must increase as the square of the diameter, while the quantity of sample prepared is proportional to the thickness.

b. Pressure

When the force of compression is increased, the total reflectance power increases at first rapidly then holding asymptotically towards a maximum value. Above 4,000 atmospheres the total reflectance power does not vary appreciably. The stability of this pressure can be controlled with the help of an appropriate device.

c. The degree of polishing has an important effect on the value of the total reflectance power. The tungsten carbide surface of the piston is polished with some billiard cloth impregnated with a diamond paste of which the increasing fineness reaches 0.25. Changes in polishing should be evaluated periodically, either indirectly by determining the total reflectance power of a standard material, or directly with an optical device.

3. Photometric Measurement

a. The emission spectral zone of the source

After having sought the existence of absorption bands in the reflected beam from 0.25 to 25μ without success, we have, for reasons of momentary convenience, adopted a lamp with a "punctual" filament which is commonly used in microscopy. This choice is obviously linked to that of the photosensitive detector.

b. The light detector must be very sensitive since the percentage of reflected light remains below one percent. Our laboratory was equipped with some very satisfactory photomultipliers which we have continued to work with. Their spectral sensitivity extends from $3,000 \text{ \AA}$ to $6,500 \text{ \AA}$ with a maximum at $4,200 \text{ \AA}$.

c. The time interval between formation of the pellets and their photometric measurement must be constant. The total reflectance power of the surface of the pellets falls rapidly during the first two hours and then becomes stable. The explanation of this drop is the object of research. This condition would be easily taken into account with an automatic device.

4. The Physical and Chemical Properties of Coals

a. The tendency to agglomerate without a binder

From about 40 to 20 percent volatile matter, the total reflectance power increases with rank. (Figure 2, Curve 1) This increase is due, on the one hand to the increase of reflectance power of all the macerals, on the other hand to the tendency of coals to orient perpendicularly to the compression, which increases from 40 to 20 percent volatile matter while the porosity of the surface of the pellets (measured with a microscope) decreases from 25 to 10 percent in the same interval. Below 20 percent volatile matter the total reflectance power decreases, in spite of the continued increase in the reflectance power of the macerals, due to the rapid decrease in the capacity to form pellets which disappears completely around 13 percent volatile matter. The minimum thickness of the pellets (Figure 2, Curve 2) corresponds to the maximum capacity to form pellets. This minimum appears to be slightly displaced (25 percent volatile matter) in relation to the maximum total reflectance power (21 percent volatile matter).

b. Pressure coupled with rotation retards the decrease in total reflectance power below 20 percent volatile matter but does not eliminate it. After tests, this technique does not appear to be advantageous to us since the wear of the polished surface of the piston is greatly accelerated.

c. The proportion of mineral matter, characterized by the amount of ash, will have a variable effect on the total reflectance power of the coals depending on the respective levels of the pure coals and that of the mineral matter. Some systematic experiments have shown that in the case of shales or middlings, for which the total reflectance power is little different from coals of low rank, the total reflectance power varies little. Moreover, the amount of ash of most French coals after washing remains constant within about one to two percent. Thus, for low coalification coals

and even for coals whose volatile matter index is close to 20 percent, the normal fluctuations in amount of ash will not noticeably influence the total reflectance power. We have been able to verify this several times.

5. Variations in the Maceral Composition

These will affect the total reflectance power to the extent that the reflectance power of the macerals are very different and there is certainly the possibility of interference with the classification, which it will be proper to examine with care, but we do not yet have enough results to discuss this point.

Still, on the basis of petrographic knowledge accumulated both at Cerchar (4) and in other countries - particularly in Germany, Belgium, and Holland - it is possible to foresee the direction of modifications of the total reflectance power.

a. Above a carbon content of 90-92 percent - corresponding to 22-23 percent volatile matter - the three principle macerals cannot be distinguished by their total reflectance power. It is therefore principally in the case of coals of low rank that the maceral composition could have an influence. In fact, even for a coal with 40 percent volatile matter the reflectance power in air of vitrinite is only slightly greater than that of exinite.

The reflectance power of inertinite on the contrary is already very high. Some important fluctuations in the proportion of inertinite could play an appreciable role. An increase in proportion would be interpreted as an elevation in rank and the coal would act without doubt as if it were lean.

This is valid in fact only for true fusinite, always in low abundance in our coals, in comparison with semi-fusinite which, of variable reflectance power, is the principle constituent of the inertinite group.

b. The ratios $\frac{E}{V}$ and $\frac{I}{V}$ generally vary little with rank. When the coal is sampled as it leaves a washery which treats a mixture of many veins situated at different levels, the variations are considerably diminished. This will probably no longer be true if the sampling applies to a single vein.

III. Relation Between the Total Reflectance Power and the Volatile Matter Index of Coals

Experiments with the method on several series of coals of different origins, taken for the most part from cars arriving at a cokery have provided data for the curve in Figure 3 which covers the entire range of rank of coals used in coking.

It is verified that the total reflectance power goes from 1 to 7 when the volatile matter index is reduced by half, that is, between 40 and 20 percent. Below 20 percent the total reflectance power decreases rapidly

for the reasons already presented in paragraph II., 4b., and can no longer be determined below 13 percent. The thickness of the pellets varies in the opposite direction. The dispersion of data is due in part to the fact that at the time of making the measurements, already some time ago, the causes of dispersion had not all been eliminated. The enlargement of the spread of the total reflectance power in comparison to that much more limited spread of the reflectance power of vitrinite - which in the same range varies only from 0.65 to 1.5 - results on the one hand from the summation extended to all the macerals and on the other hand from the important variation in the tendency to agglomerate under pressure, in other words, the hardness of the coals.

The total reflectance power therefore permits the classification of recently washed coals according to an order of classification very near to that which the volatile matter index furnishes.

IV. Relation Between the Total Reflectance Power and Coking Properties of Coals and of Blends

This method of classification has been tried principally with the intention of classifying different coals considered individually according to their coking properties. This objective could appear to be utopian since all of the attempts made till now have only led to the development of methods indicated below (*) and which measure specifically one or the other of two complementary aspects of these properties. The order of the methods of enumeration corresponds to a decreasing tendency to present evidence of these aspects:

<u>Agglutinating Properties</u>	<u>Tendency to Intrinsic Cracking</u>
Swelling in the dilatometer - Gray-King Test	Temperature of resolidification in the plastometer at variable torque
Roga Index or Agglutination Indices	
Crucible Swelling Index	Coefficient of contraction at the temperature of resolidification
Fluidity Index in the plastometers	
	Volatile Matter Index

*Most of these are used in the International Classification Project which permits definition of the type of coal. (5)

The following remarks should be noted:

- A statistical relation exists between the volatile matter index or rank and the agglutinating properties, which are zero below 13 percent, increase and pass through a maximum around 28 percent, then decrease and become zero

above 40 percent. The maximum is explained by the rapid increase in O_2 content which, above five percent at about 28 percent volatile matter, becomes sufficiently abundant to cause an easier degradation of the agglutinating properties.

- Since the total reflectance power is due chiefly to the vitrinite, which generally makes up 60 to 80 percent of coals, any variation in the chemical composition of this will have an effect on the total reflectance power. In particular, since this maceral contains the major part of the oxygen in coal, an increasing oxygen content will accompany a lowering of the reflectance power. (**)

(**) The oxygen of combustion or exothermic oxidation will certainly not have the same effect on the total reflectance power.

In that which concerns the relation between the coking properties of blends tested by different methods, of which our method is the total reflectance power, and the principal characteristics of the cokes* resulting from these blends, we believe that no general correlation exists; it will be necessary to establish the relation for each type of blend. This prediction follows from the following experimental observations (6):

*Independent of the chemical properties of the coke, of the bulk volume and of the grain distribution, the two characteristics used by the siderurgic user are: the M40 index which measures the resistance to cracking and the M10 index which measures the tendency towards degradation by abrasion.

- For a given type of blend - for example, coals 334 and 632 - a relation between the M40 and M10 indices and the proportion of 334 coal exists. As a result, a relation between the quality of the coke and most of the coking properties of these blends can be established. Let us note, however, that the coking properties of the constituent coals are not additive since the quality of the coke improves rapidly at the beginning when the proportion of coal 334 increases, then more slowly around 30 percent and it nearly stabilizes above 50 to 60 percent.

- The logical rule that predicts that the cracking of the coke diminishes when the volatile matter index of the coal is lowered is only verified for the types of mixtures of coals whose swelling in the dilatometer remains sufficient to assure a good agglutination and therefore a good cohesion. When this is reduced below a certain threshold, cracking can increase; the M40 index decreases then because cracking and degradation by abrasion are increased. For the same reasons two blends having the same volatile matter index can result in two cokes of very different quality.

- The presence in the blend of inert substances - mineral matter - or anticracking constituents - coke dust - will affect the characteristics of

the cokes very differently according to their degree of dispersion and their proportion. It is thus that the optimum concentration of coke powder ground < 0.5mm is not the same depending on whether the M₄₀ or the M₁₀ index is considered. In certain cases this concentration can be five percent for the M₁₀ and ten to fifteen percent for the M₄₀.

These lengthy general considerations give an insight into the importance and the number of factors which intervene to alter the relations between the qualities of coals, blends, and cokes.

Fortunately, the complexity of the studies are often reduced when the objective of the classification is limited to the coking problems inherent in one coal seam or one coking plant.

The application of this method for predicting coking properties has not yet been extended very far. We will only mention some systematic laboratory or pilot plant tests whose results are very encouraging.

1. Verification of the additivity of the total reflectance power and a correlation with some other methods of classification (Laboratory)

Two series of blends were prepared in the laboratory. The first was prepared with a base of coal 622 to which coal 333 was added in increasing proportions; the second contained the same base, coal 622, to which coal 434 was added. As predicted, the total reflectance power of the mixture varied linearly with the proportion of coal of increased rank and also with the volatile matter index of the coals, at least up to 75 percent (Figure 5.) Above that the lack of precision of the curve is due to the small number of pellets measured and to the fact that this experiment was carried out at the beginning of testing of the method when the causes of deviation were not all known.

At the same time a good relation was found between total reflectance power and swelling in the dilatometer (Figure 5). It was noted that in the range of low percentages of high rank coal where the deviation of the determination of swelling is quite high, the total reflectance power could be measured with satisfactory precision. Now, taking into account the progress obtained in the application of this method, it is possible to distinguish two blends whose proportions differ by only two percent.

2. Relation between the total reflectance power and the quality of cokes obtained with different blends. First pilot plant test.

Tests of the suitability of the method have been carried out in establishing the relations between the quality of the cokes and the total reflectance power of the blends in collaboration with the Experimental Station for Coking at Marienau. Table 2 on the following page indicates the composition of the blends studied.

Table 2.

Blends	Type and Proportion of Constituent Coals			
	333	434	635	622
Binary	30		70	
	25		75	
	20		80	
	10		90	
Ternary	13	27		60
	12	23		65
	10	20		70
	6	17		75

These blends ground methodically to 100 percent < 3mm, have been oven dried, $H_2O = 2\%$, in the 400 kg oven. For each blend two charges were coked under normal conditions. Total reflectance power was determined on ten pellets of each of the constituents of each blend. The total reflectance power has been calculated starting from that of the constituents, thus permitting the demonstration of additivity.

Examination of the curves in Figure 6 shows that the calculated total reflectance power, therefore the volatile matter index of the blend, is related to the resistance to cracking of the coke, measured by the M40 index, on a single curve although for the abrasion capacity, given by the M10 index, there is a curve by type of blend. The M10 index, well related to the dilatometer swelling, is poorly predicted by the Crucible Swelling Index which has no sensitivity in the zone of volatile matter index between 20 and 33 percent.

The coke quality is located for the most part in the range of French metallurgical cookes for which the M40 index must be above 78 and the M10 index below 8 - 8.5.

The lower level of cohesion of cookes obtained beginning with the binary blends is easily explained by the excess tendency to agglutinate of this type of blend: the cookes contain increasing proportions of froth when the percentage of coal 634 increases.

3. Search for a relationship between the total reflectance power of several coals of the Lorraine field and the quality of the cookes.
Second pilot plant test.

After the encouraging results reported above it was proper to verify that the method permitted the evaluation of coking properties of

coals of different origins. The Lorraine field can furnish to steel mill and mine coke plants, four different types of coals: 722, 623, 633, 634/635 listed in increasing order of agglutinating properties. The classification of these coals with the help of total reflectance power has been tested in the case of a moist mixture ($H_2O = 10\%$), placed in an oven after "tamping" and which contained:

Lorraine coal (634 to 722)	72%
Coal	434
Anticracking coke breeze	8%

The coals were ground to 90 percent $< 2\text{mm}$, the coke breeze to 100 percent $< 0.5\text{mm}$. For each type of coal four charges were placed in the 400kg oven. The mean bulk volume of charging was 970kg/m^3 . The coking conditions corresponded to those of the Lorraine mining coke plants. The cokes were removed from the furnace after thermal stabilization was nearly complete, that is, when the middle plane of the charge reached $1,110^\circ\text{C}$.

The best correlations with the different methods of classification tests are assembled in Figure 7.

It is noted that most of the coals fall along a regular curve for $M40$ and $M10$ when the abscissa is the measured total reflectance power of Lorraine coal. The cohesion of the coke "10" is also related to the dilatometer swelling and to the index of agglutination.

Although these results may be again very satisfactory we feel that a more rigorous verification covering a much wider range of quality and a very much larger number of samples is necessary before passing a definitive judgement on the value of the method.

A third series of pilot plant experiments now underway will permit statistical comparison of the different methods of classification which we also consider as valid but for which automation would be more difficult.

V. Conclusions

The interest of this method will result from the balance, not yet definitively established, between its possibilities and its limitations compared with the performance of other methods of classification used in coking and which are based either on the behavior of the coal in the course of pyrolysis, or on the petrographic determination of rank and maceral composition.

In summary, the principle merits of the method can be enumerated according to a scale of rank given by the volatile matter indices:

- a. Between 20 and 40 percent volatile matter, the total reflectance power varies statistically in a linear manner.

b. The ratio $\frac{P.R.C. 29\%}{P.R.C. 40\%}$ reaches 7.

c. The classification takes into account at the same time the nature and proportions of the macerals, and thus provides a sort of synthesis of coking properties.

d. The precision of the classification can be very great for two reasons: the summation of reflectance power rests on several tens of thousands of particles which in large measure eliminates the sampling error; and through the possibility of automation it is easy to increase the number of pellets measured. Against these advantages, one must note the limits and the weaknesses of the method.

e. Below 13 percent volatile matter the method is no longer applicable without modification which would consist of adding a binder.

f. From 20 to 13 percent the rapid decrease in tendency to agglomerate causes a lowering of the total reflectance power. This results in an ambiguity -- at a single total reflectance power there are two different volatile matter indices. This confusion can be overcome by measuring either the thickness of the pellets or the compression force of the press.

g. Although the method is generally insensitive to the proportion of mineral matter of washed coals, the nature of the mineral matter could in certain cases cause a slight shift in classification.

h. The coal sample subjected to this method must be prepared in a very reproducible way, however this also applies to all other methods of classification.

i. Finally, the classification by quality with the help of total reflectance power could be disturbed in the case where the sampling was practiced in an odd zone of the vein in which the maceral composition differed very much from the mean composition especially as relates to fusinite.

In conclusion: Although this method may be, as the majority of other methods are, susceptible to problems in some particular cases, we think that it will be applicable to classification of coals used in the coking plant after some improvements which will accompany its transfer from the laboratory to industrial scale.

Table 1. Characteristics of Coals Represented in Figure 3.

	Percent Ash	Percent V.M./Ash- Free	Percent V.M./Dry	Swelling Index (Afnor)	Swelling in the dilat- ometer Percent	Composition on Ash-Free And Dry Basis				
						C	H	O	N	S
Saint-Rémy	6.5	14.6	13.7	1.25	0	500	91	4.2	2.1	1.3
Carolus Magnus	○	6	18.7	17.5	7.5	9	89.7	4.4	2.7	1.6
Haunibal	●	4.9	20.7	19.6	8.5	56	89.5	4.7	2.7	0.8
Bruay-Fauquereuil	△	4.7	22.3	21.4	8.65	74	498	90.5	4.8	3.2
Blumenthal	⊖	6.3	23.4	21.9	8.5	83	498	89.0	4.9	3.4
Gavant	✗	4.5	24.4	23.4	8.5	75	497	88.7	4.9	3.8
Sewel	●	5.2	25.5	24.1	8.5	122	499	86.9	5.1	3.6
Courrières	◎	6.5	28.2	26.3	9	318	499	86.9	5.1	3.3
Carmaux	△	8.3	30	27.5	8	105				
Camphausen	▲	8.1	36.1	35.6	8	148				
Wendel III	⊖	4.3	34.9	33.4	8.25	98				
St.-Charles	▽	5.5	36.1	34.1	7.5	20	484	86.2	5.5	7.1
Site-Fontaine	•	6.8	37.4	34.9	6.25	3	475	83.5	5.3	3.7
Freyminvillier	+	6.6	37.3	35.2	3.75	6	470	84	5.6	9
Floumoux	▼	7	37.2	34.6	2.25	0				
Verlebach	⊕	5.7	39.1	36.9	3.5	45				
Lia Tronve	⊖	7.4	39.1	36.6	1	0				

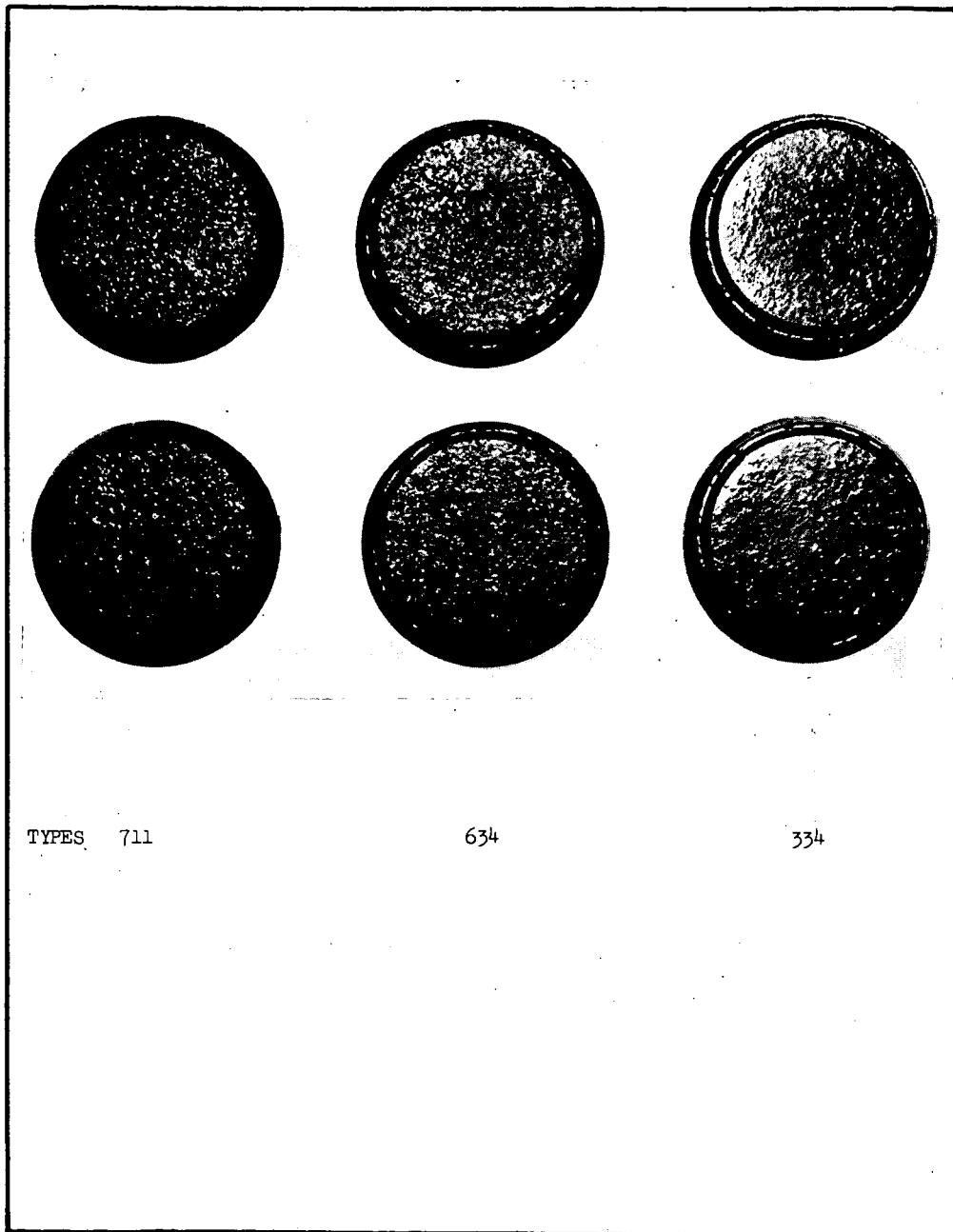


Figure 1. Appearance of Coal Pellets of Different Ranks

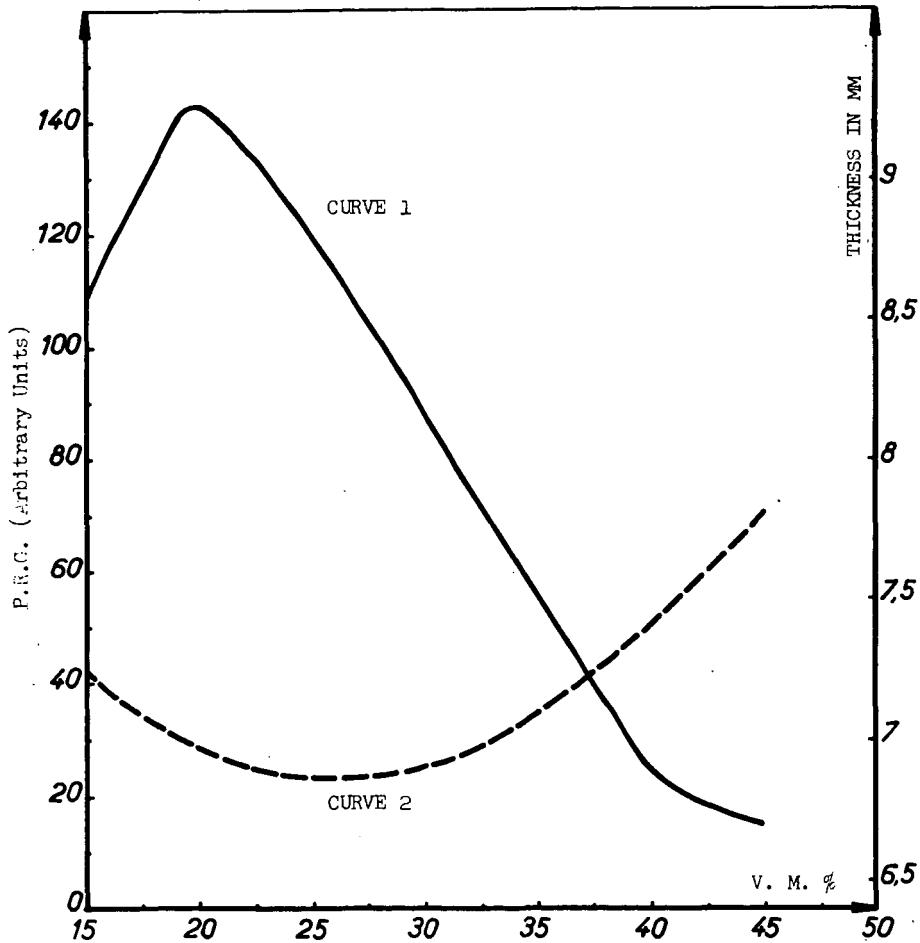


Figure 2. Relation Between P.R.G. (Curve 1), Thickness of Pellets (Curve 2) and Rank

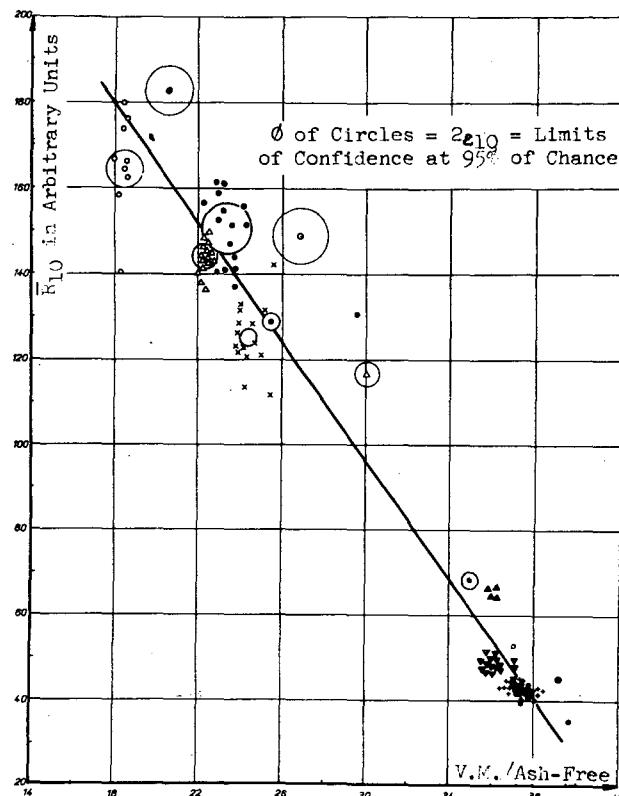


Figure 3. Classification and Quality Variation of Some Coals Used in Coking (See Table 1 for Characteristics of Coals)

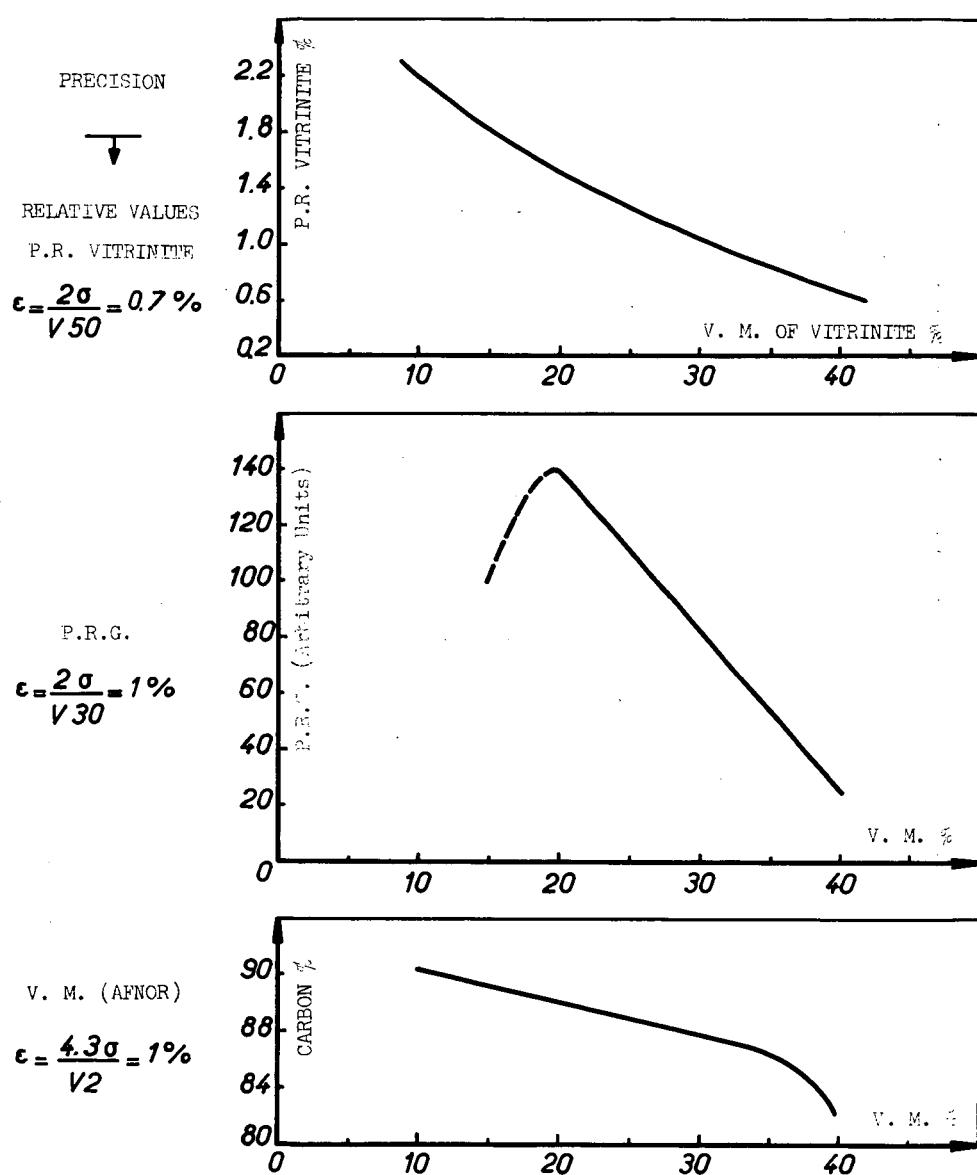


Figure 4a. Comparison of Different Methods of Classification

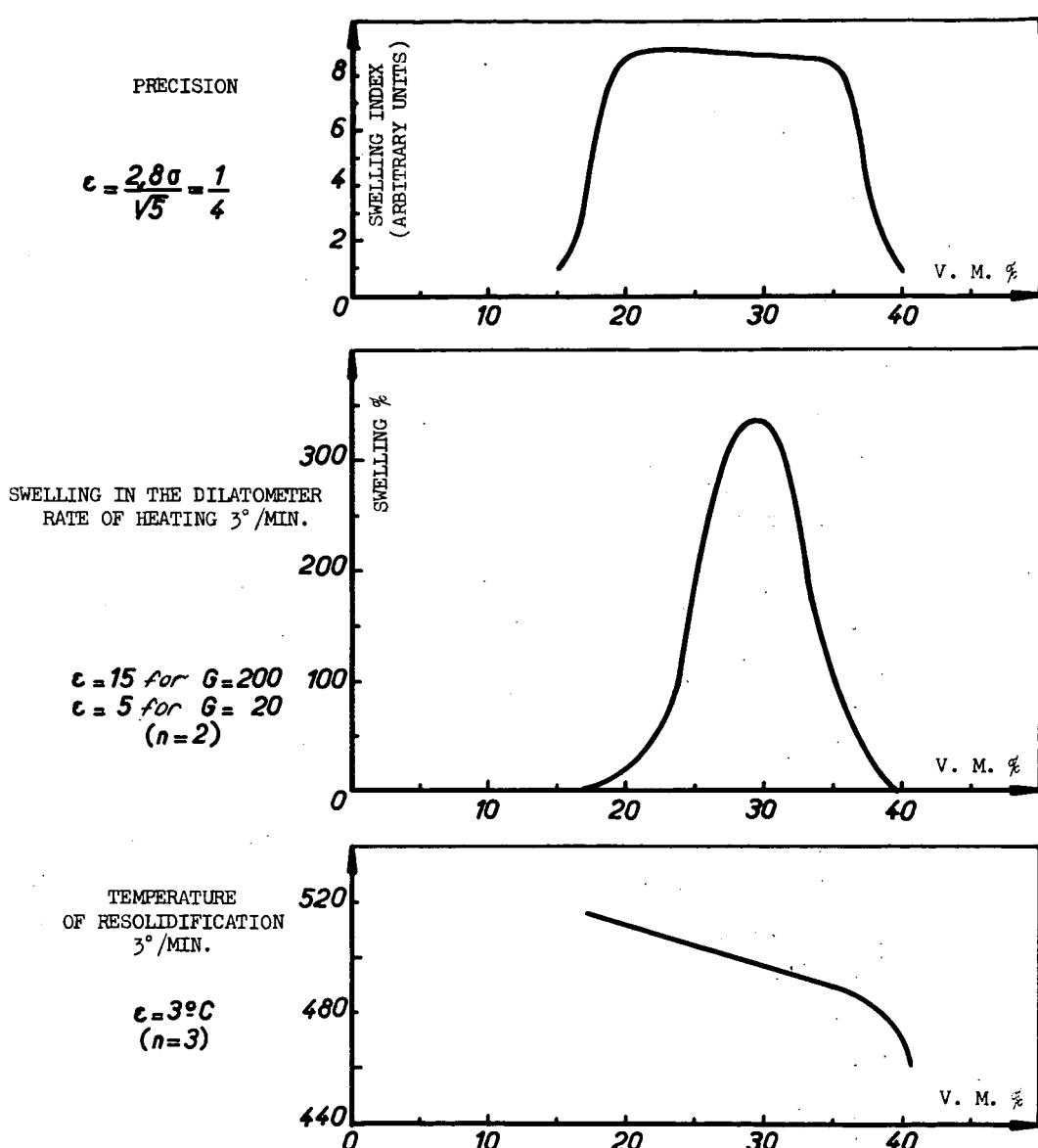


Figure 4b. Comparison of Different Methods of Classification

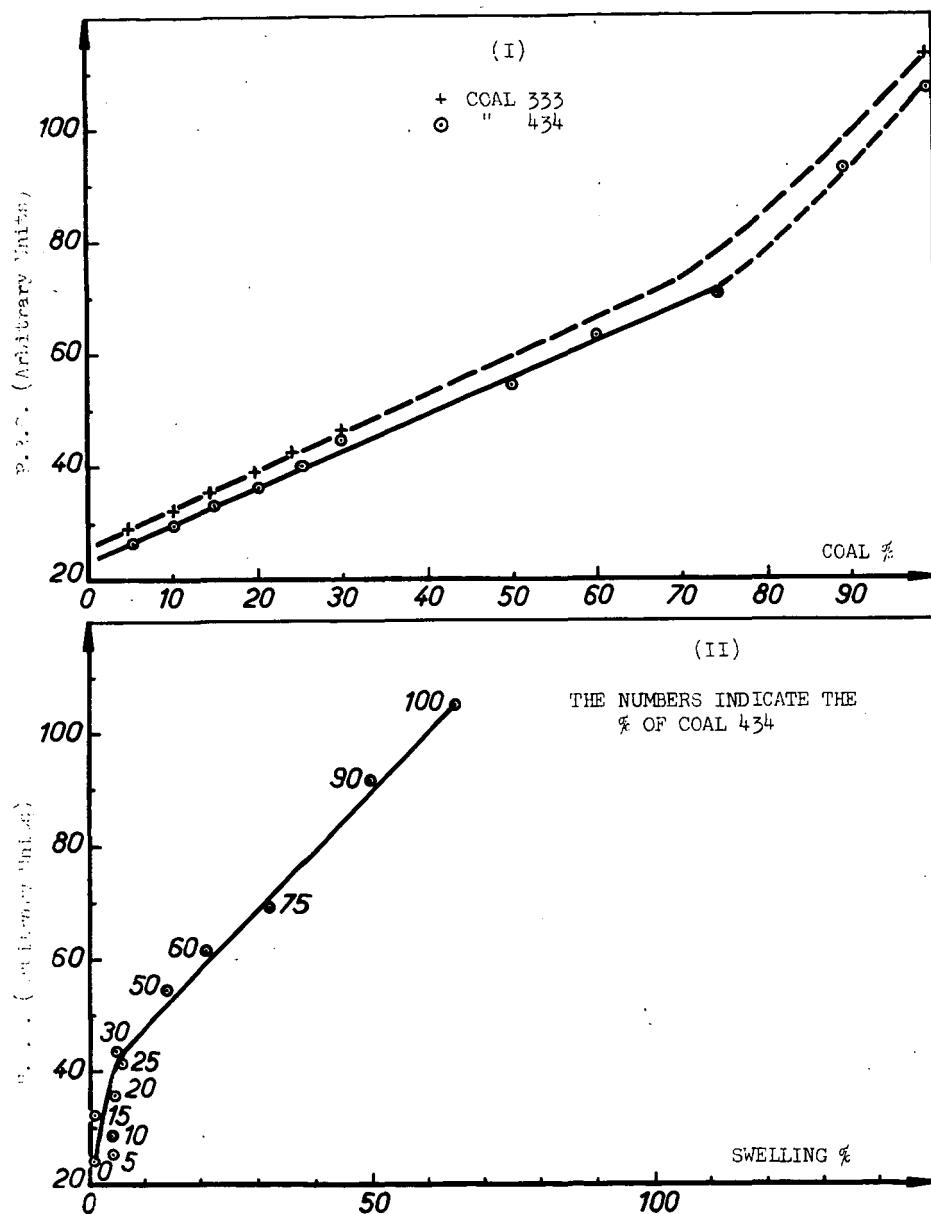


Figure 1. Relation Between P.R.C. and the Composition of Blends (I) and the Swelling in the Dilatometer of the Blend (II)

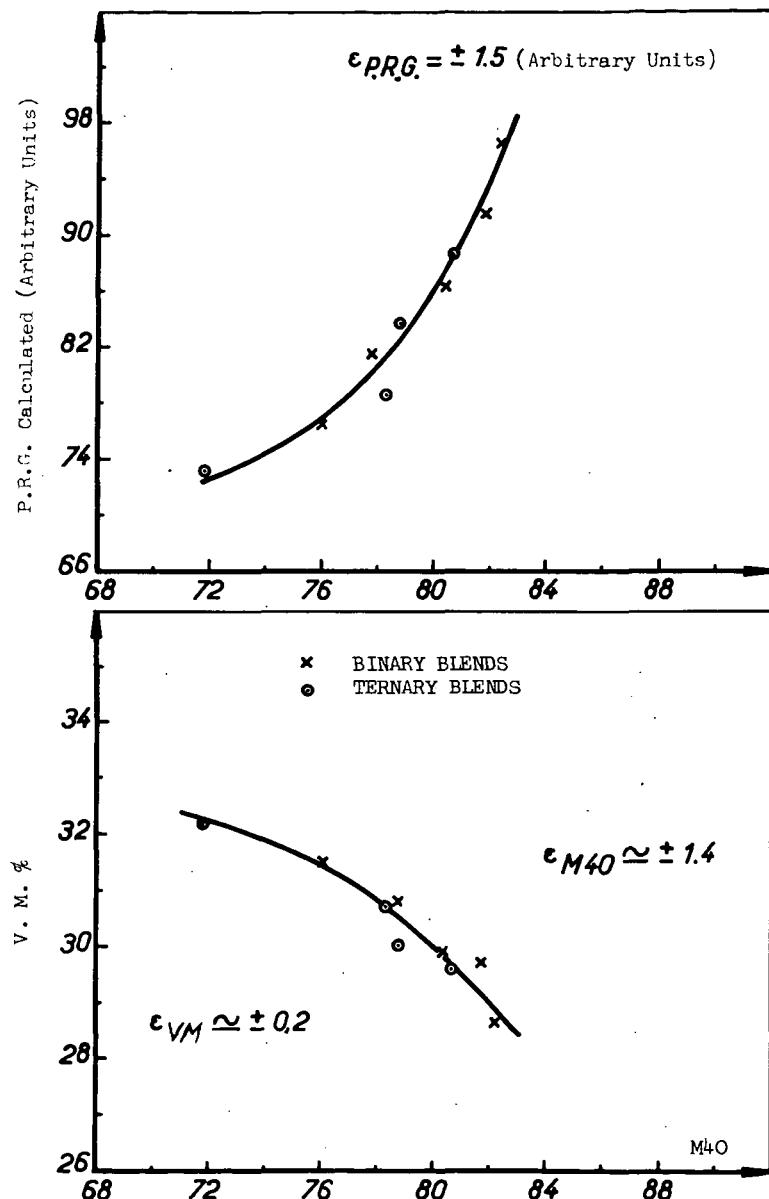


Figure 6a. Relation Between the Tendency of Blends to Crack and the M₄₀ Quality of Cokes

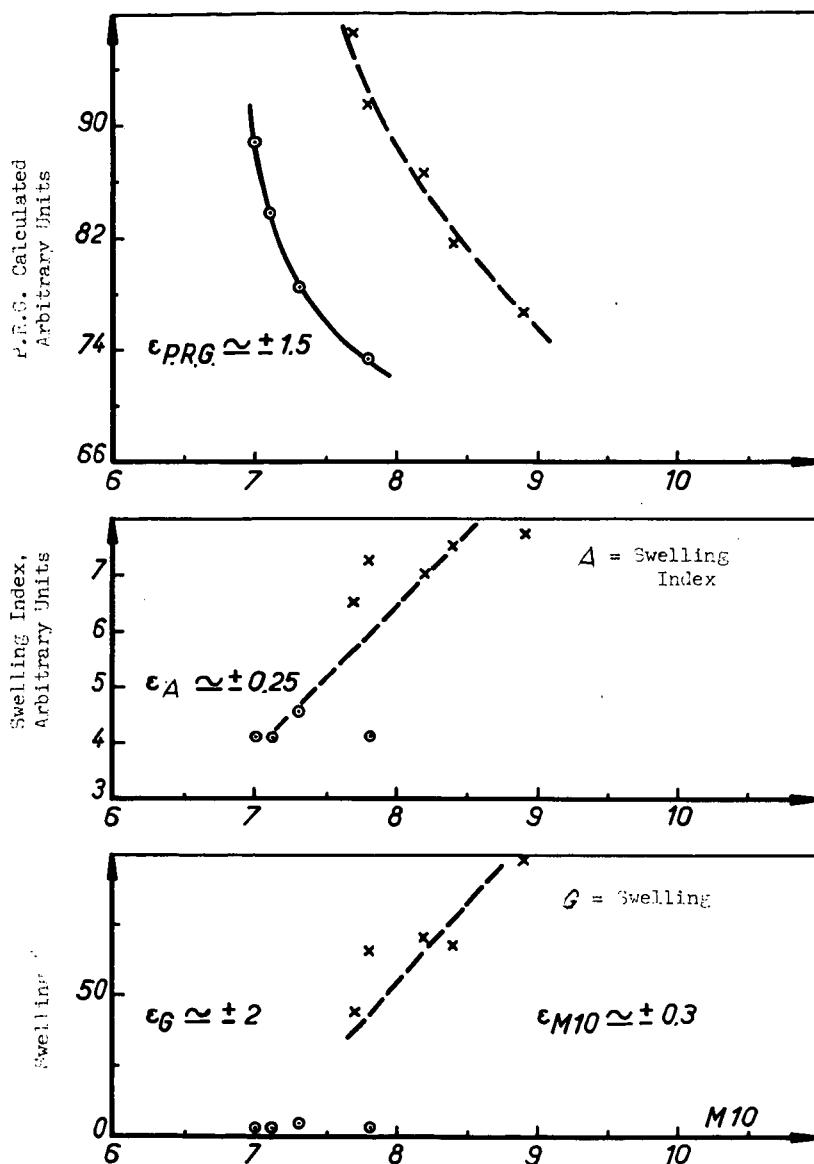


Figure 6b. Relation Between the Tendency of Blends to Agglutinate and the M10 Quality of Cokes

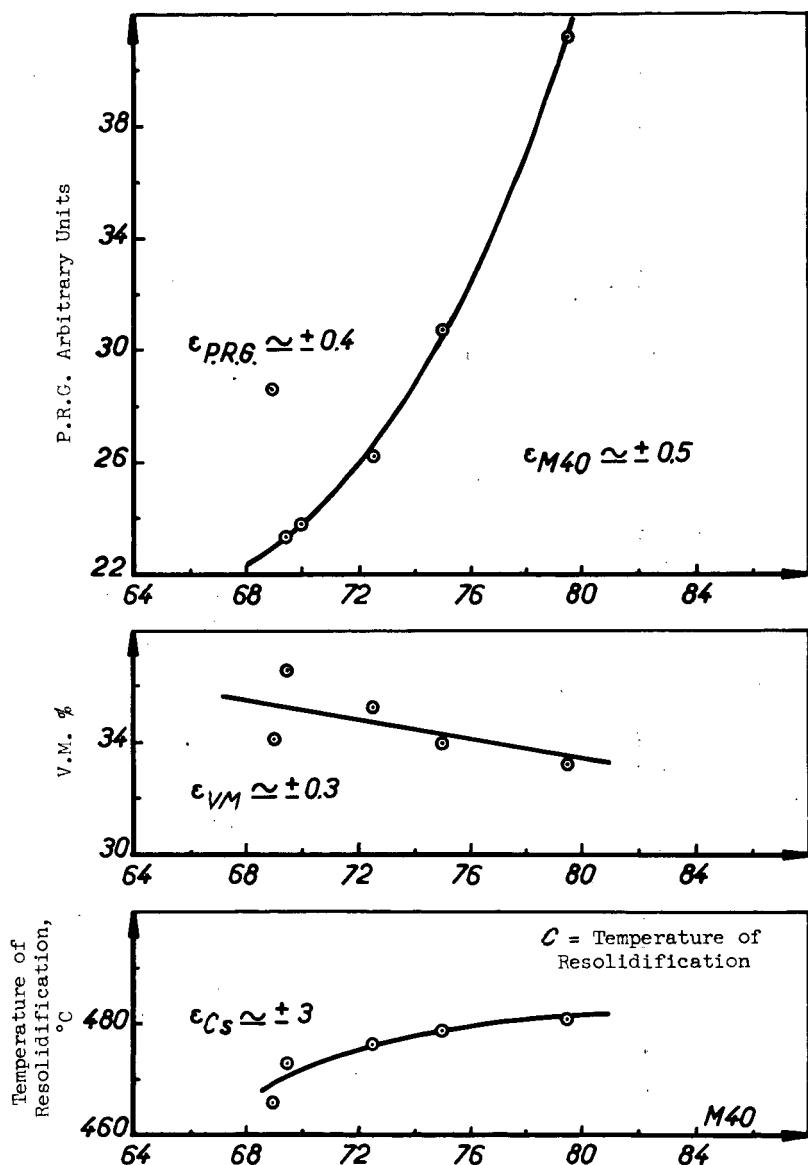


Figure 7a. Relation Between the Tendency of Constituents of Lorraine Coals to Crack and the M₄₀ Quality of Cokes

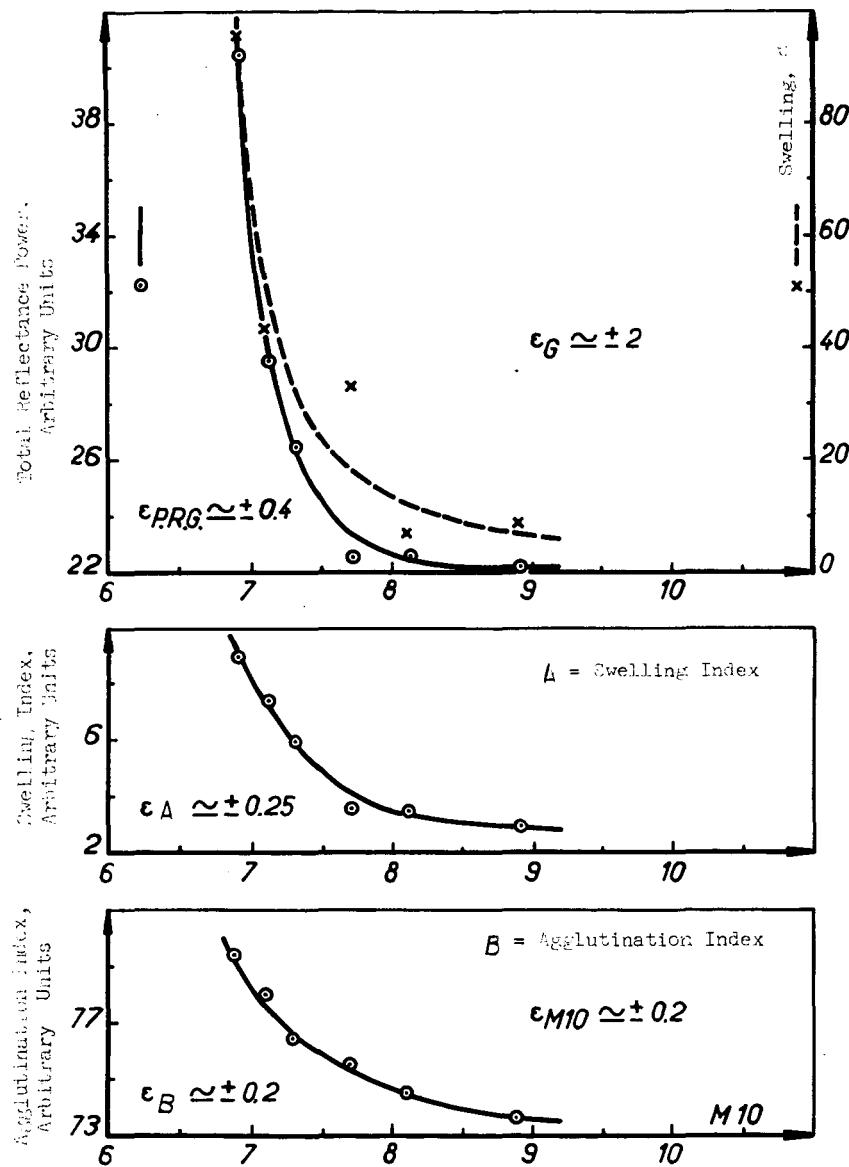


Figure 7b. Relation Between the Tendency of Constituents of Lorraine Coals to Agglutinate and the M10 Quality of Cokes

NOUVELLE MÉTHODE DE QUALIFICATION RAPIDE ET AUTOMATISABLE
DES CHARBONS BASEE SUR LEUR POUVOIR RÉFLECTEUR GLOBAL

RELATION AVEC LA QUALITÉ DU COKE.

par R. FUSCO et B. ALFERN

Résumé.

La nouvelle méthode de qualification, rapide et automatisable, des charbons consiste à mesurer le pouvoir réflecteur global (PRG) de la surface d'une série de n pastilles agglomérées sous forte pression et sans liant.

Statistiquement le PRG varie d'une façon linéaire, croissante, avec l'indice de matières volatiles (MV) entre 40 et 20 %, puis décroît entre 20 et 13 %. La méthode n'est plus applicable sans modification au dessous de MV = 13 %. L'épaisseur des pastilles est minimum vers MV = 25 %.

Le rapport $\frac{\text{PRG}_{\text{HV}} = 20 \%}{\text{PRG}_{\text{HV}} = 40 \%}$ atteint 7; la limite de confiance du PRG moyen, à 95 %, est de $\pm 1 \%$ pour $n = 30$ pastilles.

Une corrélation satisfaisante entre le PRG du charbon et la qualité du coke a été établie à partir d'essais semi industriels. Dans des conditions normalisées de préparation et de cokéfaction il y a une corrélation par catégorie de mélange.

Introduction.

La relation entre la composition pétrographique des charbons et leurs propriétés cokéifiantes a retenu notre attention depuis une dizaine d'années, d'abord dans le cas du bassin lorrain où l'on n'extrait que des charbons dont l'indice des matières volatiles (MV) dépasse 35 %, puis, plus récemment, dans celui du bassin du Nord où se développe la tendance à la concentration de l'extraction en un petit nombre de gisements.

La nécessité de l'automatisation de l'exploitation et du contrôle des lavoirs et des cokeries nous a conduits à rechercher une méthode de qualification des charbons, rapide, précise et automatisable. C'est ainsi qu'après avoir rejeté les méthodes traditionnelles et destructrices basées sur le comportement du charbon en cours de pyrolyse, nous avons expérimenté un procédé de contrôle non destructeur qui consiste à mesurer le pouvoir réflecteur global (PRG) d'un échantillon convenablement préparé.

.../...

I - DESCRIPTION SOMMAIRE DE LA MÉTHODE (1) (2)

Le souci d'aboutir à un procédé automatisable obligeait à abandonner le polissage et la sélection des plages de vitrinite habituellement pratiqués au cours du mesurage du pouvoir réflecteur (PR) au microscope.

La méthode expérimentée consiste à fabriquer, sous une forte pression, une série de pastilles dont on mesure le PRG de la surface à l'aide d'un photomètre. Un simple examen visuel des pastilles ainsi préparées, montre qu'un éventail important d'intensités de réflexion est disponible entre les charbons flamboyants, type 711, et les charbons dits "d'appoint", type 334, - voir la fig. 1.

Voici une description succincte du matériel de laboratoire et des différentes phases de la méthode :

- Après séchage à l'air le charbon est broyé et tamisé < 0,5 mm.
- Une machine à comprimer fournit des pastilles dont le diamètre est de 25 mm. Une pression de 4000 bars est nécessaire pour assurer sans liant une bonne cohésion. Les pistons et contre-pistons sont munis de pastilles en carbure de tungstène pour réduire fortement la vitesse d'usure. La surface du piston supérieur doit être soigneusement polie.

- le photomètre employé fonctionne de la manière suivante : la lumière issue d'une ampoule - 6V, 5A - dont l'alimentation est stabilisée, est dirigée verticalement vers la surface de la pastille à l'aide d'une lame semi-transparente. On mesure l'intensité de la lumière réfléchie dans la même direction au moyen d'un photomultiplicateur dont l'alimentation sous 1400 V est stabilisée au 1/10 000 ème.

- L'intensité de la réflexion est indiquée par un micro-ampèremètre. Provisoirement les micro-ampères ont été adoptés comme unité arbitraire.

- deux étalonnages systématiques assurent les repérages du PRG en valeur absolue : une substance étalon, qui peut être du charbon peu altérable, sert à mesurer la dérive due à l'usure du piston et à déceler un éventuel changement de la force de compression, tandis qu'une série d'étalons en verre contrôle la stabilité de fonctionnement global du photomètre.

.../...

Les résultats mentionnés dans la présente communication sont exprimés sous la forme d'un PRG moyen en unités arbitraires, moyenne de n pastilles fabriquées à partir d'un même échantillon, - $n = 5, 10, 30$ ou 50 selon les cas -, et d'une limite de confiance de la moyenne à 95% soit $\pm \frac{2,57}{\sqrt{n}}$ puisque la dispersion suit une loi normale. Lorsque $n = 30$ pastilles la précision relative globale de la mesure du PRG moyen ξ est de l'ordre ± 1 à $1,5\%$. Une analyse de variance a montré que la majeure partie de celle-ci est due à la préparation de l'échantillon, à la fabrication des pastilles et à des décalages chronologiques entre la fin de la fabrication des pastilles et le début du mesurage photométrique. La dispersion de ce dernier est très petite.

II - FACTEURS INFLUENCANT LE PRG.

Le principe de la méthode fait prévoir que l'état de surface des pastilles dépendra de la préparation de l'échantillon et de la fabrication des pastilles, cette dépendance variant avec les propriétés physiques et chimiques des charbons.

1^o) Préparation de l'échantillon.

a) Le séchage.

Une expérience a montré que lorsque l'humidité du charbon croît le PRG augmente d'abord très rapidement jusqu'à une humidité voisine de celle de rétention, puis plus lentement.

b) Le broyage.

Les résultats obtenus avec trois degrés différents de finesse $100\% < 1$, $< 0,5$ et $< 0,2$ mm indiquent que le PRG augmente jusqu'à $100\% < 0,5$ mm et qu'il n'est pas avantageux de broyer plus finement, la sélectivité de la méthode n'en serait pas accrue car la porosité de la surface ne diminue plus. En outre ce degré de finesse garantit que la distribution superficielle des macéraux variera assez peu d'une pastille à l'autre.

c) L'homogénéisation de l'échantillon broyé est évidemment indispensable pour assurer la stabilité de la structure superficielle de toutes les pastilles.

Etant donné l'importance de ces trois facteurs il est nécessaire d'adopter un mode de préparation très reproductible.

.../...

2^e) Fabrication des pastilles.a) Les dimensions de la pastille.

Le diamètre doit être choisi en fonction de la précision de mesurage désirée et pour une finesse de broyage donnée. Nous avons adopté 25 mm. L'épaisseur détermine la résistance mécanique de la pastille, celle-ci est encore très suffisante pour 4 mm. En conférant à la cavité de compression de la matrice une forme conique, on facilite l'expulsion de la pastille et on évite les arrachements périphériques. Deux autres considérations secondaires entrent en jeu : la force de la machine à comprimer doit croître comme le carré du diamètre tandis que la quantité de l'échantillon à préparer est proportionnelle à l'épaisseur.

b) La pression.

Lorsque la force de compression augmente le PRG croît d'abord rapidement puis tend asymptotiquement vers une valeur maximum. Au dessus de 4000 bars le PRG ne varie plus d'une façon appréciable. La stabilité de cette pression doit être contrôlée à l'aide d'un dispositif approprié.

c) Le degré de polissage a une influence importante sur la valeur du PRG. La surface en carbure de tungstène du piston est polie avec du drap de billard imprégné de pâtes de diamant dont la finesse croissante atteint $0,25 \mu$. L'altération du poli s'apprécie périodiquement soit indirectement à l'aide d'une substance étalon dont on détermine le PRG, soit directement en utilisant un dispositif optique.

3^e) Mesurage photométrique.a) La zone spectrale d'émission de la source.

Après avoir sans succès cherché l'existence de bandes d'absorption dans le faisceau réfléchi depuis $0,25 \mu$ jusqu'à 25μ , nous avons, pour des raisons de convenance momentanée, adopté une lampe à filament "ponctuel" couramment employée en microscopie. Ce choix est évidemment lié à celui du détecteur photosensible.

b) Le détecteur de lumière doit être très sensible puisque le pourcentage de lumière réfléchie reste inférieur à 1 %. Notre laboratoire étant équipé avec des photomultiplicateurs très satisfaisants, nous avons continué à travailler avec ceux-ci. Leur sensibilité spectrale s'étend de 3000 \AA à 6500 \AA avec un maximum à 4200 \AA .

c) L'intervalle de temps qui sépare la fabrication des pastilles de leur mesurage photométrique, doit être constant, en effet le PRG de la surface des pas-

.../...

tilles diminue rapidement pendant les deux premières heures puis se stabilise ensuite. L'explication de cette dérive fait l'objet de recherches. De toute manière cette condition serait aisément remplie avec un dispositif automatique.

4^o) Les propriétés physiques et chimiques des charbons.

a) L'aptitude à l'agglomération sans liant.

De 40 à 20 % de MV environ, le PRG augmente avec le rang (fig. 2, courbe 1). Cette augmentation est due, d'une part à l'augmentation du PR de tous les macéraux, d'autre part à l'aptitude des charbons à s'orienter perpendiculairement à la compression, qui augmente elle aussi de 40 à 20 % MV tandis que la porosité de la surface des pastilles (mesurée au microscope) s'abaisse de 25 à 10 % dans le même intervalle. Au dessous de 20 % de MV le PRG baisse malgré l'augmentation continue du PR des macéraux, ceci étant dû à la décroissance rapide de l'aptitude au pastillage, laquelle disparaît totalement vers 13 % MV. Au maximum de l'aptitude au pastillage correspond le minimum d'épaisseur des pastilles (fig. 2, courbe 2), ce minimum paraissant être légèrement décalé (25 % MV) par rapport au maximum de PRG (21 % MV).

b) La compression couplée à une rotation ralentit la baisse du PRG au-dessous de 20 % de MV mais ne la supprime pas. Après essais cette technique ne nous a pas paru avantageuse car l'usure du poli du piston est très accélérée.

c) La proportion des matières minérales, caractérisée par le taux de cendres, influencera différemment le PRG des charbons selon les niveaux respectifs du PRG des charbons purs et celui des matières minérales. Des expériences systématiques ont montré que, dans le cas des schistes ou des mixtes pour lesquels le PRG est peu différent des charbons de bas rang, le PRG varie peu. De plus le taux de cendres de la plupart des charbons français après lavage, reste constant à ± 1 à 2 % près. Ainsi pour les charbons peu houillifiés et même pour les charbons dont l'indice de MV est voisin de 20 % les fluctuations courantes du taux de cendres n'influenceront pas notablement le PRG. C'est ce que nous avons pu vérifier plusieurs fois.

5^o) Les variations de la composition macréale.

Elles affecteront le PRG dans la mesure où les PR des macéraux seront très différents et c'est certainement une possibilité de perturbation de la qualification qu'il conviendra d'examiner avec soin, mais nous ne possédons pas encore suffisamment de résultats pour discuter ce point.

.../...

Cependant sur la base des connaissances pétrographiques accumulées tant au Cerchar (4) qu'à l'étranger, - et en particulier en Allemagne, en Belgique, en Hollande -, il est possible de prévoir le sens des modifications du PRG.

a) Au dessus d'une teneur en carbone de 90-92 % - correspondant à 22-23 % de MV - les trois principaux macéraux ne se distinguent plus par leur PRG. C'est donc surtout dans le cas des charbons de rang faible que la composition macérale pourrait avoir une influence. En fait même pour un charbon à 40 % de MV le PR dans l'air de la vitrinite n'est que légèrement plus grand que celui de l'exinite.

Le PR de l'inertinite est au contraire déjà très élevé. Des fluctuations importantes de la proportion d'inertinite pourraient jouer un rôle appréciable. Une augmentation de la proportion serait interprétée comme une élévation du rang et pratiquement le charbon se comportera sans doute comme s'il était amaigri.

Ceci n'est valable en fait que pour la fusinite vraie toujours très peu abondante dans nos charbons par rapport à la semifusinite, celle-ci de PR très variable, est le constituant principal du groupe de l'inertinite.

b) Les rapports $\frac{E}{V}$ et $\frac{I}{V}$ varient généralement peu avec le rang. Lorsque le charbon est prélevé à la sortie d'un lavoir qui traite un mélange de plusieurs veines situées à différents étages les variations sont bien amorties. Ceci ne serait probablement plus vrai si l'échantillonnage portait sur une veine singulière.

III - RELATION ENTRE LE PRG ET L'INDICE DES MV DES CHARBONS.

L'expérimentation de la méthode sur plusieurs séries de charbons d'origines différentes, prélevées pour la plupart dans les wagons à l'arrivée en cokerie a permis de tracer la courbe de la fig. (3) qui s'étend sur tout le domaine de rang des charbons employés en cokéfaction.

On constate que le PRG passe de 1 à 7 lorsque l'indice de MV diminue de moitié, soit entre 40 % et 20 %. Au dessous de 20 % le PRG décroît rapidement pour les raisons déjà exposées au paragraphe II 4 b, et ne peut plus être déterminé au dessous de 13 %. L'épaisseur des pastilles varie en sens opposé. La dispersion des données est due en partie à ce qu'à l'époque déjà ancienne de ces mesures toutes les causes de dispersion n'étaient pas éliminées. L'élargissement de l'éventail du PRG par rapport à celui beaucoup plus restreint du PR de la vitrinite, - qui dans le même domaine ne varie que de 0,65 à 1,5 -, résulte d'une part de la sommation étendue à

.../...

tous les macéraux et d'autre part de la variation importante de l'aptitude à l'agglomération sous compression autrement dit : de la dureté des charbons.

Le PRG permet donc de classer les charbons livrés récemment selon un ordre de qualification très proche de celui que fournit l'indice de MV.

IV - RELATION ENTRE LE PRG ET LES PROPRIÉTÉS COKEFIANTES DES CHARBONS ET DES MÉLANGES.

Cette méthode de qualification a été expérimentée principalement en vue de classer les divers charbons considérés isolément selon leurs propriétés cokéifiantes. Cet objectif pouvait paraître utopique puisque toutes les tentatives faites jusqu'à maintenant n'ont conduit qu'au développement des méthodes indiquées ci dessous (*) et qui mesurent spécifiquement l'un ou l'autre des deux aspects complémentaires de ces propriétés. L'ordre des méthodes d'énumération correspond à une aptitude décroissante à la mise en évidence de ces aspects :

<u>Propriétés agglutinantes</u>	<u>Aptitude à la fissuration intrinsèque</u>
Gonflement au dilatomètre - Essai Gray-King	Température de resolidification au plastomètre à couple variable
Indice Roga ou indices d'agglutination	Coefficient de contraction à la température de resolidification
Indice de gonflement au creuset	Indice de matières volatiles
Indices de fluidité aux plastomètres	

En fait il convient de tenir compte des remarques suivantes :

- Il existe une relation statistique entre l'indice des MV ou le rang et les propriétés agglutinantes, celles-ci nulles au dessous de 13 % augmentent et passent par un maximum vers 28 %, puis décroissent et s'annulent au delà de 40 %. Le maximum s'expliquerait par l'accroissement rapide de la teneur en O_2 qui au dessus de 5 % environ pour 28 % de MV devient assez abondant pour provoquer une dégradation de plus en plus efficace des propriétés agglutinantes.

- Le PRG étant dû principalement à la vitrinite, qui constitue généralement 60 à 80 % des charbons, toute variation de la composition chimique de celle-ci aura une influence sur le PRG. En particulier ce macéal contenant la majeure partie de l'oxygène du charbon une teneur croissante en oxygène de constitution s'accompagnera d'une baisse du PR (*).

.../...

(*) La plupart d'entr'elles sont utilisées dans le projet de classification internationale qui permet de définir le type du charbon. (5)

(*) L'oxygène de combustion ou d'oxydation exothermique n'aura sans doute pas le même effet sur le PRG.

En ce qui concerne la relation entre les propriétés cokéfiantes des mélanges évaluées par différentes méthodes, dont notre méthode du PRG, et les caractéristiques principales des cokes (*) issus de ces mélanges, nous pensons qu'il n'existe pas de corrélation générale; il faudra établir la relation pour chaque catégorie de mélange. Cette prévision découle des constatations expérimentales suivantes (6) :

- pour une catégorie donnée de mélanges, - par exemple charbons 334 + 632 -, il existe une relation entre les indices M 40 et M 10 et la proportion de charbon 334. En conséquence on peut établir une relation entre la qualité des cokes et la plupart des propriétés cokéfiantes de ces mélanges. Notons cependant que les propriétés cokéfiantes des charbons constituants ne sont pas additives car la qualité du coke s'améliore rapidement au début lorsque la proportion de charbon 334 augmente, puis plus lentement vers 30 % et elle se stabilise presque au delà de 50 à 60 %.

- La règle logique qui prévoit que la fissuration du coke diminue lorsque l'indice de MV du mélange baisse n'est vérifiée que pour les catégories de mélanges de charbons dont le gonflement au dilatomètre reste suffisant pour assurer une bonne agglutination donc une bonne cohésion. Lorsque celle-ci s'abaisse au dessous d'un certain seuil la fissuration peut croître; l'indice M 40 diminue alors parce que la fissuration et la dégradation par abrasion sont accrues. Pour les mêmes raisons deux mélanges ayant le même indice de MV peuvent fournir deux cokes de qualités très différentes.

- La présence dans le mélange de substances inertes, - matières minérales -, ou de constituants antifissurants, - poussier de coke -, affectera très différemment les ca-

.../...

(*) Indépendamment des propriétés chimiques des cokes, de leur masse volumique et de la distribution granulométrique, les deux caractéristiques utiles pour l'utilisateur sidérurgiste sont : l'indice M 40 qui repère la résistance à la fissuration et l'indice M 10 qui mesure l'aptitude à la dégradation par abrasion.

ractéristiques des cokes suivant leur degré de dispersion et leur proportion. C'est ainsi que la concentration optimum en poussier de coke broyé < 0,5 mm n'est pas la même si l'on considère l'indice M 40 ou l'indice M 10. Dans certains cas cette concentration peut être 5 % pour le M 10 et 10 à 15 % pour le M 40.

Ces longues considérations générales donnent un aperçu de l'importance et du nombre des facteurs qui interviennent pour diversifier les relations entre les qualités des charbons, des mélanges et des cokes.

Heureusement la complexité des études se trouve souvent réduite lorsque l'objectif de la qualification est restreint aux problèmes de cokéfaction inhérents à un bassin houiller ou à une cokerie.

L'application de cette méthode à la prévision des propriétés cokéfiantes n'étant pas encore très étendue nous ne mentionnerons que quelques expérimentations systématiques de laboratoire ou semi industrielles dont les résultats sont très encourageants.

1°) Vérification de l'additivité du PRG et corrélation avec d'autres méthodes de qualification (en laboratoire).

Au laboratoire on a préparé deux séries de mélanges binaires, l'un à base de charbon 622 auquel on a ajouté une proportion croissante de charbon 333, et l'autre à base du même charbon 622 auquel on additionnait du charbon 43%. Comme prévu le PRG du mélange varie linéairement avec la proportion de charbon de rang élevé et aussi avec l'indice des matières volatiles, au moins jusqu'à 75 % (fig. 5). Au delà l'imprécision de la courbe est due au petit nombre de pastilles mesurées et au fait que cette expérience a été faite tout au début de l'expérimentation de la méthode; à cette période les causes de dispersion n'étaient pas toutes connues.

Corrélativement on trouve aussi une bonne relation entre le PRG et le gonflement au dilatomètre (fig. 5), on remarque que dans le domaine des faibles pourcentages de charbon de rang élevé où la dispersion de détermination du gonflement est assez grande, le PRG peut être mesuré avec une précision très satisfaisante.

Maintenant, en tenant compte des progrès obtenus dans l'application de cette méthode il est possible de distinguer deux mélanges dont les proportions d'ap-point diffèrent seulement de 2 %.

2°) Relation entre le PRG et la qualité des cokes obtenus avec différents mélanges. Premier essai semi industriel .

Les essais de convenance de la méthode ont été poursuivis en établissant

.../...

les relations entre la qualité des cokes et le PRG des mélanges - en collaboration avec la Station Expérimentale de cokéfaction de Marienau. Le tableau ci dessous indique la composition des 8 mélanges étudiés.

Mélanges	Type et proportion des charbons constituants				
	333	434	635	622	
	:	:	:	:	:
binaires	30		70		
	25		75		
	20		80		
	10		90		
ternaires	13	27		60	
	12	23		65	
	10	20		70	
	8	17		75	
	:	:	:	:	:

Ces mélanges broyés méthodiquement 100 % < 3 mm, ont été enfournés secs, $H_2O = 2 \%$, dans des fours de 400 kg. Pour chaque mélange on a cokéfié deux charges dans des conditions normalisées. Le PRG a été déterminé, pour chacun des charbons constituants de chaque mélange, sur 10 pastilles. Le PRG du mélange a été calculé à partir de celui des constituants puisque la démonstration d'additivité le permettait.

A l'examen des courbes de la figure 6 on remarque que le PRG calculé, ainsi que l'indice de MV du mélange, est relié à la résistance à la fissuration des cokes, mesurée par l'indice M 40 par une courbe unique, alors que pour l'aptitude à l'abrasion, donnée par l'indice M 10, il existe une courbe par catégorie de mélange. Le M 10, bien relié au gonflement au dilatomètre est mal prévu par l'indice de gonflement au creuset qui n'a aucune sensibilité dans la zone d'indice de MV située entre 20 et 33 %.

La qualité des cokes se situe, pour la plupart, dans le domaine des cokes métallurgiques français pour lesquels l'indice M 40 doit être supérieur à 78 et l'indice M 10 inférieur à 8 - 8,5.

Le niveau plus bas de cohésion des cokes obtenus à partir des mélanges binaires s'explique bien par l'excès d'aptitude à l'agglutination de cette catégorie de mélange : les cokes contiennent des proportions croissantes de mousses lorsque le pourcentage de charbon 634 augmente.

.../...

3^e) Recherche d'une relation entre le PRG de plusieurs charbons du bassin lorrain et la qualité des cokes. Deuxième essai semi-industriel.

Après les résultats encourageants rapportés ci dessus il convient de vérifier que la méthode permettait d'évaluer les propriétés cokifiantes des charbons d'origines diverses. Le bassin lorrain peut fournir aux cokeries sidérurgiques et minières quatre types différents de charbons : 722 - 623 - 633 et 634/635 énoncés par ordre croissant des propriétés agglutinantes. La qualification de ces charbons à l'aide du PRG a été expérimentée dans le cas d'un mélange humide ($H_2O = 10\%$) enfourné après pilonnage et qui contenait :

charbon lorrain (634 à 722)	72 %
charbon d'appoint 434	20 %
poussier de coke antifissurant	8 %

Les charbons étaient broyés $90\% < 2 \text{ mm}$, le poussier de coke $100\% < \underline{\underline{0,5 \text{ mm}}}$.

Pour chaque catégorie de charbon on a enfourné 4 charges en fours 400 kg. La masse volumique de chargement moyenne était 970 kg/m^3 . Les conditions de cokéfaction correspondaient à celles des cokeries minières lorraines. On défournait les cokes après stabilisation thermique presque complète, c'est à dire lorsque la température dans le plan médian du saumon atteignait 1110°C .

Les meilleures corrélations avec les différentes méthodes de qualification essayées sont rassemblées dans la figure 7.

On remarque que la plupart des charbons se classent selon une courbe régulière en M 40 et M 10 lorsqu'on porte en abscisse le PRG mesuré du charbon lorrain. La cohésion du coke M 10 est aussi bien reliée au gonflement au dilatomètre, à l'indice d'agglutination.

Bien que ces résultats soient à nouveau très satisfaisants nous estimons qu'une vérification plus rigoureuse portant sur un domaine de qualité plus vaste et sur un nombre d'échantillons beaucoup plus grand est nécessaire avant de porter un jugement définitif sur la valeur de la méthode.

Une troisième série d'expériences semi industrielles, en cours d'exécution permettra de comparer statistiquement les différentes méthodes de qualification que nous considérons aussi comme valables mais pour lesquelles l'automatisation serait plus difficile.

V - CONCLUSIONS.

L'intérêt de cette méthode résultera de la balance, pas encore définitivement établie, entre ses possibilités et ses limites comparativement aux performances

.../...

des autres méthodes de qualification employées en cokéfaction et qui sont basées soit sur les comportements de la houille en cours de pyrolyse, soit sur les déterminations pétrographiques du rang et de composition macérale.

En résumé on peut énumérer les principaux mérites de la méthode évalués par rapport à une échelle de rang donnée par les indices de MV :

- a) - Entre 20 et 40 % de MV le PRG varie statistiquement d'une manière linéaire;
- b) - le rapport $\frac{\text{PRG } 20 \%}{\text{PRG } 40 \%}$ atteint 7;
- c) - la qualification tient compte à la fois de la nature des macéraux et de leurs proportions, ce qui fait une sorte de synthèse des propriétés cokéifiantes;
- d) - la précision de qualification peut être très grande pour deux raisons : la sommation des PR porte sur plusieurs dizaines de milliers de particules ce qui élimine en grande partie l'erreur d'échantillonnage, de plus par la possibilité d'automatisation il est aisément de multiplier le nombre de pastilles mesurées.

En regard de ces mérites, il convient de préciser les limites et les susceptibilités de la méthode :

- e) au dessous de 13 % de MV la méthode n'est plus applicable sans une adaptation nouvelle qui pourrait consister à ajouter un liant;
- f) de 20 à 13 % de MV la diminution rapide de l'aptitude à l'agglomération entraîne une baisse du PRG. Il en résulte une ambiguïté, à un même PRG il correspond deux indices de MV différents. Cette confusion peut être supprimée en mesurant soit l'épaisseur des pastilles, soit la force de compression de la machine à comprimer du type mécanique;
- g) bien que la méthode soit généralement peu sensible à la proportion de matières minérales des charbons lavés, la nature de celles-ci pourrait dans certains cas particuliers provoquer un léger déclassement.
- h) l'échantillon de charbon soumis à la méthode doit être préparé d'une façon très reproductible, mais cela est aussi indispensable pour toutes les autres méthodes de qualification.
- i) Enfin le classement par qualité à l'aide du PRG pourrait être perturbé dans le cas où l'échantillonnage aurait été pratiqué sur une zone singulière du gisement dans laquelle la composition macérale s'écarteraît beaucoup de la composition moyenne notamment en ce qui concerne la fusinite.

En conclusion : bien que cette méthode soit, comme la majorité des autres méthodes, susceptible d'être infirmée dans quelques cas particuliers, nous pensons qu'elle sera applicable au classement des charbons utilisés dans les cokeries après quelques perfectionnements qui accompagneront son transfert du laboratoire dans la

.../...

pratique industrielle.

Nous exprimons notre reconnaissance et nos remerciements à Monsieur le Président W. Berry qui a accepté de présenter à notre place cette communication.

B I B L I O G R A P H I E

- 1 - ALPERN (B.) et BUSSO (R.H.) - Identification rapide et automatisable du rang des charbons par mesurage de leur réflectance globale.
Document Intérieur du Cerchar n° 1315 - 1963 (février)
- 2 - Brevet n° 1 270 704 G OI n demandé le 22 juillet 1960
Procédé d'identification et éventuellement d'analyse de matières ou de matériaux agglomérables ou susceptibles d'être agglomérés.
- 3 - GREGORY (H.R.) - Un nouveau procédé d'agglomération du charbon sans liant
J. of Institute of Fuel XXXIII (1960), n°236 (septembre), 447-61
- 4 - ALPERN (B.) - Propriétés physico-chimiques et cokéantes des macéraux de quelques charbons en fonction de leur degré de houillification.
Revue Industrie Minérale, Vol. XXXVIII, (1956), n°638, p.170-181
- 5 - Classification internationale des houilles par nature
O.N.U. Genève, Août 1956
- 6 - FOCH (F.), BUSSO (R.H.) - Choix des mélanges de charbons dans les cokeries sidérurgiques lorraines
Revue Industrie Minérale 1958, n°9 (septembre)
LOISON (R.) et FOCH (F.) - Rapport sur l'activité de la Station Expérimentale de Marignac en 1960
Note technique 3/61 des Charbonnages de France
Revue Industrie Minérale 43, (1961), n°9 (septembre), 593-618