

ROYAUME DE BELGIQUE

BREVET D'INVENTION



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

NUMERO DE PUBLICATION : 1001021A5

NUMERO DE DEPOT : 8800086

Classif. Internat.: C10L

Date de délivrance : 13 Juin 1989

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d' invention, notamment l' article 22;

Vu l' arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d' invention, notamment l' article 28;

Vu le procès verbal dressé le 26 Janvier 1988 à 14h30 à l' Office de la Propriété Industrielle

ARRETE :

ARTICLE 1.- Il est délivré à : PETROFINA (U.K.) Limited
Petrofina House Ashley avenue Epsom 1, SURREY KT18 5AD(ROYAUME-UNI)

représenté(e)(s) par : DETRAIT Jean-Claude, LABOFINA S.A., Chaussée de
Vilvorde, 98 - 1120 BRUXELLES.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE DE FABRICATION DE BRIQUETTES DE COMBUSTIBLE DURCIES, PRODUISANT PEU DE FUMEE.

INVENTEUR(S) : McCrainor Peter Richard, Starbold Crescent 63, Knowle, Solihull, W. Midlands (GB);Caplin Peter Bewick, c/o Daylong Design, Shop 5, Birnam Court, Corlett Drive 100, Birnam 2196, Johannesburg, Transvaal (ZA);Middlemas James William, Highlands Avenue 10, Leatherland, Surrey KT22 8NN (GB);Rees Geraint, Morawell, Rehobot Road 54, Five Roads, Llanelli, Dyfed, Wales (GB);Angelini Mario, avenue des Coccinelles 95, 1050 Bruxelles (BE)

Priorité(s) 28.01.87 GB GBA 8701866

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l' invention, sans garantie du mérite de l' invention ou de l' exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeur(s).

Bruxelles, le 13 Juin 1989
PAR DELEGATION SPECIALE :

W. JYTS L
Directeur.

PROCEDE DE FABRICATION DE BRIQUETTES DE COMBUSTIBLE
DURCIES, PRODUISANT PEU DE FUMEE

La présente invention concerne un procédé de fabrication de briquettes de combustible durcies, produisant peu de fumée, à partir de particules de matière carbonée solide combustible, en particulier de 5 particules de charbon telles que fines, menues de criblage d'anhracite, etc.

De nombreux procédés sont connus pour agglomérer des particules de matière carbonée dans une presse à briquettes à l'aide de liants. Il est souvent nécessaire 10 de soumettre les agglomérés obtenus ou "briquettes vertes" à un traitement de durcissement destiné à améliorer leurs caractéristiques physiques et/ou chimiques, et/ou à un traitement anti-fumée destiné à réduire le dégagement de fumée lors de leur combustion. 15 Les briquettes produisant peu de fumée sont ici définies par référence à la norme britannique 3841.

La technologie d'agglomération courante pour la fabrication de briquettes de charbon est généralement basée sur l'utilisation de trois liants principaux, 20 employés séparément ou ensemble, bien que de nombreux autres liants soient connus dans la technique. Ces trois liants sont le bitume provenant du raffinage de pétrole brut; le brai ou asphalte artificiel; et le lignosulfonate d'ammonium ou lessive de sulfite usée, qui 25 est un sous-produit de l'industrie du papier. L'utilisation de bitume ou de brai comme liant est une technique bien au point, pratiquée par plusieurs

fabricants, qui est généralement associée à une opération de durcissement au four, où les briquettes vertes subissent le traitement anti-fumée à des températures modérées dans une atmosphère oxydante.

5 L'utilisation de lignosulfonate d'ammonium comme liant n'est pas aussi généralement appliquée aux briquettes à base d'antracite destinées au marché des combustibles sans fumée, mais on connaît dans la technique des procédés qui consistent à inclure un
10 traitement de durcissement au four dans une atmosphère dont la teneur en oxygène est voisine de la quantité stoechiométrique ou s'approchent des conditions de réduction. Une limitation de la teneur en oxygène était nécessaire pour contrôler ou limiter la possibilité
15 d'oxydation rapide et de réactions exothermiques qui conduiraient à une combustion incontrôlable des briquettes au cours du traitement et, en conséquence, à une perte et à un endommagement du produit et de l'installation. Toutefois, cette limitation nécessaire de
20 l'oxygène pendant le traitement de durcissement d'agglomérés dans lesquels le liant est un lignosulfonate entraîne plusieurs inconvénients. Lorsqu'on opère dans une atmosphère s'approchant des conditions de réduction, le soufre du lignosulfonate est transformé en mercaptans,
25 en acide sulfhydrique et en d'autres composés délétères et toxiques qui posent un problème de pollution.

Par contraste avec cela, le procédé de la présente invention a pour but de fabriquer des briquettes durcies préparées à partir de matière carbonée particulière et de
30 lignosulfonate servant de liant, qui présentent les caractéristiques physiques et de combustion de produits de haute qualité. La présente invention a aussi pour but de fournir un procédé pour la fabrication de briquettes caractérisées par une valeur calorifique élevée. Un autre
35 but de l'invention est de fournir un procédé qui évite la

formation de produits délétères pendant le traitement de durcissement.

D'après la présente invention, un procédé pour la production de briquettes de combustible durcies, formées
5 à partir de matière carbonée particulaire et de lignosulfonate servant de liant, consiste à durcir les briquettes vertes dans un four en présence de gaz circulants contenant un pourcentage élevé d'oxygène et de vapeur surchauffée, le soufre issu de ce liant étant
10 oxydé et hydrolysé exothermiquement à la température de durcissement, avec formation d'acide sulfurique qui est dissocié endothermiquement en cas d'élévation de la température, cette dissociation endothermique fournissant le moyen d'établir un équilibre thermique dans la zone de
15 durcissement, le faible excès de chaleur qui reste étant éliminé sous forme de chaleur sensible dans les gaz circulants.

De préférence, les briquettes vertes sont durcies dans un four en présence de gaz circulants ayant une
20 forte teneur en oxygène, conjointement avec de la vapeur surchauffée, donnant une température intérieure des briquettes qui se situe entre 210°C et 335°C.

D'après l'une des formes de réalisation de l'invention, les gaz circulants et la vapeur surchauffée
25 sont produits par traitement des effluents gazeux provenant du four de durcissement dans une unité de combustion à lit fluidisé.

Il a été découvert de façon inattendue que le durcissement de briquettes de combustible produites avec
30 un lignosulfonate servant de liant pouvait être réalisé en utilisant une atmosphère riche en oxygène pendant le durcissement, dans un four à température modérée, sans risque d'oxydation incontrôlée avec les dégâts résultants dus au feu, mais aussi en obtenant l'avantage décisif de
35 l'élimination de sous-produits gazeux délétères. En outre, les briquettes durcies présentent des

caractéristiques améliorées en ce qui concerne la résistance à l'eau, la résistance physique et la combustion.

L'agglomération de la matière carbonée particulaire, telle que le charbon et, plus précisément, des fines d'antracite, des menues de criblage d'antracite ou autres matières carbonées similaires, est effectuée en utilisant comme liant un lignosulfonate, plus précisément le lignosulfonate d'ammonium. Le lignosulfonate est un sous-produit du procédé au sulfite, appliqué pour la production de pâte à papier dans l'industrie du bois, par réaction de bisulfite sur le bois. La qualité du lignosulfonate dépend de la source de lignine, des conditions de traitement, ainsi que de la distribution résultante et de la valeur moyenne du poids moléculaire. En général, les briquettes de charbon sont fabriquées par utilisation de lignosulfonate d'ammonium dans une proportion de 4 à 10% sur la base du poids de fines de charbon, mis en oeuvre sous forme de dispersion dans l'eau. Le lignosulfonate d'ammonium est fourni ordinairement sous forme d'une dispersion dans l'eau à 50% en poids. Il est connu dans la technique que la quantité d'eau dans le mélange résultant ne doit pas être excessive au moment du pressage des briquettes.

Dans la forme de réalisation préférée, le charbon et le liant sont mélangés intimement, un éventuel excès d'eau est éliminé et le mélange est pressé à une température qui peut varier entre 40°C et 100°C, de préférence entre 60°C et 85°C.

Les briquettes obtenues ou briquettes vertes sont ensuite soumises à un traitement de durcissement. D'après la présente invention, les briquettes vertes sont durcies en présence de gaz circulants ayant une forte teneur en oxygène, conjointement avec de la vapeur surchauffée, ce qui améliore les caractéristiques des briquettes en ce qui concerne la résistance à l'eau, la résistance

physique et la combustion. Cette atmosphère de durcissement produit l'oxydation du soufre provenant du liant lignosulfonate, avec formation d'oxydes de soufre, principalement de SO_2 . Dans la forme de réalisation préférée de la présente invention, l'effluent gazeux du traitement de durcissement est envoyé dans une unité de combustion à lit fluidisé. De préférence, ce générateur de gaz chauds à lit fluidisé est chauffé au charbon et a une température de service d'environ $850^{\circ}C$. N'importe quels moyens appropriés pour éliminer les oxydes de soufre peuvent être utilisés dans cette unité de combustion. Par exemple, des substances finement divisées qui absorbent les dérivés du soufre peuvent être ajoutées au charbon dans l'unité à lit fluidisé. Ces additifs, par exemple la chaux vive ou un calcaire broyé, réagissent non seulement avec le SO_2 produit par la combustion du charbon, mais aussi avec le SO_3 entraîné par l'effluent gazeux de la zone de durcissement à travers le lit fluidisé, avec production de sulfate de calcium et de sulfite de calcium qui peuvent être extraits du lit. En conséquence, le procédé de la présente invention est en mesure de permettre une réduction importante de la quantité d'oxydes de soufre qui sont évacués par la cheminée de l'usine.

Une autre caractéristique du procédé préféré de la présente invention est que la vapeur surchauffée est produite dans l'unité à lit fluidisé à partir de la vapeur libérée des briquettes vertes chauffées qui sont introduites en continu dans le four de durcissement.

Dans l'exécution du procédé de la forme de réalisation préférée de la présente invention, l'effluent gazeux émanant du four de durcissement est recyclé dans l'unité à lit fluidisé chauffée au charbon, avec production de gaz chauds conjointement avec la vapeur surchauffée. Ces gaz chauds et la vapeur surchauffée sont renvoyés dans le four de durcissement qui est également

alimenté d'un excès d'air. L'atmosphère du four est généralement maintenue à un taux d'oxygène non inférieur à 14% en volume, de préférence non inférieur à 17% en volume. Une atmosphère aussi riche en oxygène accélère, 5 en combinaison avec la température de durcissement du four réactif, l'oxydation du soufre provenant du liant lignosulfonate, pour produire SO_3 . La réaction d'oxydation dans le four de durcissement est considérée comme catalysée. Le SO_3 est finalement hydrolysé par la 10 vapeur surchauffée. Tel qu'il est ici utilisé, le terme "hydrolyse" représente la réaction de SO_3 avec la vapeur surchauffée pour donner de l'acide sulfurique. Cette réaction d'hydrolyse est exothermique et la réaction de durcissement ne dépend pas totalement du transfert de 15 chaleur à partir des gaz chauds circulants.

Un avantage technique important du procédé de la présente invention est que le soufre provenant du liant lignosulfonate est oxydé en SO_3 , alors que les procédés connus jusqu'ici, utilisant une atmosphère se rapprochant 20 d'une atmosphère réductrice, produisent de l'acide sulfhydrique, des mercaptans, de l'oxysulfure de carbone et d'autres composés délétères.

Dans une forme de réalisation préférée, les oxydes de soufre sont éliminés de l'effluent final dirigé vers la 25 cheminée de l'usine par épuration des gaz par voie humide, accompagnée d'addition d'agents de neutralisation, par exemple d'hydroxyde de sodium, d'oxyde de calcium, de carbonate de sodium.

Un autre avantage technique du procédé préféré est 30 qu'un équilibre thermique est établi dans le four de durcissement. Sans vouloir pour autant s'attacher à une quelconque théorie, on peut considérer comme soutenable que cet équilibre résulte de réactions exothermiques et endothermiques. L'oxydation du soufre provenant du liant 35 des briquettes se produit à une température de 210°C à 240°C. Le SO_3 produit est ensuite hydrolysé par la vapeur

surchauffée, avec formation de H_2SO_4 , à des températures de 210°C à 290°C. Ces deux réactions exothermiques favorisent la réaction de durcissement dans le lit. A des températures dépassant une valeur de seuil de 290°C, il se produira une dissociation du H_2SO_4 et cet effet endothermique donne lieu à un équilibre thermique contrôlable, en opérant dans une gamme de température comprise entre 290°C et 335°C.

En mettant à profit cette hydrolyse de SO_3 et cette dissociation de H_2SO_4 respectivement exothermique et endothermique à température contrôlée, il est possible, dans le procédé préféré, d'établir essentiellement un exotherme à moins de 290°C pendant la plus grande part du durcissement, en fait 75% de la durée de durcissement. Pendant la période finale de durcissement, on laisse la température s'élever au-dessus de 290°C, sans dépasser 335°C, ce qui fait que l'exotherme et l'endotherme sont approximativement équilibrés et qu'on évite une forte montée de la température avec le danger d'incendie qui en résulte. Pendant le stade final, la température plus élevée assure un maximum d'oxydation du soufre qui reste dans les briquettes, ce qui donne une robuste matrice de carbone qui agglomère les fines des briquettes et conduit à une résistance mécanique élevée et à une forte résistance à l'eau.

L'excès d'air, qui donne lieu à une atmosphère d'oxydation totale dans le four de durcissement, constitue aussi, avec l'azote associé dans l'air d'alimentation, un véhicule de chaleur sensible très important et très efficace. En outre, il est possible de maîtriser une éventuelle élévation accidentelle de température pendant la période de durcissement en faisant varier le débit d'air. Du fait que l'atmosphère du four est généralement maintenue à un taux d'oxygène non inférieur à 14%, de préférence non inférieur à 17%, mais non supérieur à 20%, une addition variable d'air ne peut

pas influencer sur le taux d'oxydation, mais fournira le moyen d'évacuer de la chaleur du lit de briquettes.

Les exemples qui suivent illustrent le procédé de la présente invention, mais ne sont pas destinés à limiter
5 la portée de la présente invention.

Exemple 1

Des menues de criblage d'antracite ont été séchées de manière à réduire leur teneur en humidité à une valeur comprise entre 2% et 4%, et envoyées à travers un étage
10 de broyage et de tamisage, pour obtenir une granulométrie variable ne dépassant pas 3 mm de grosseur maximale des particules.

La matière séchée a été transportée à partir du séchoir à une température de 85°C à 100°C. Le liant de
15 lignosulfonate d'ammonium, sous forme de dispersion à 50% dans l'eau, a été injecté sous l'action de vapeur surchauffée, de manière à converger avec un rideau en chute libre de l'antracite calibré. La quantité de liant était de 5% sur la base du poids d'antracite. Puis le
20 mélange a été envoyé dans un agitateur mécanique chauffé à la vapeur, afin d'achever le mélange et de déshydrater partiellement le mélange dans la vis de transport vers la presse.

La teneur en eau du mélange à son entrée dans le
25 dispositif mélangeur était de 10% en poids, se composant de 4% d'eau fixée à l'antracite séché, plus 6% d'eau provenant de la dispersion de liant. La chaleur sensible provenant de l'antracite chaud, additionnée de la chaleur sensible provenant de la vapeur surchauffée
30 injectée dans le mélangeur, était suffisante pour éliminer l'eau en excès, de telle manière que la teneur en eau de la matière intimement mélangée, dirigée vers la presse, ne dépassât pas 8% en poids.

A la suite du pressage, la quantité de soufre
35 résiduel dans les briquettes non durcies était de 8% en poids.

Le durcissement au four a été effectué en trois étages, divisés en zones à des fins de contrôle.

Le premier étage était un étage de préchauffage, dans lequel les briquettes vertes étaient chauffées afin
5 d'évaporer l'humidité contenue après le pressage et afin d'élever la température des briquettes à la température de réaction pour l'oxydation du liant. Le préchauffage a élevé la température des briquettes vertes de 65°C à 210°C. L'étage était divisé en trois zones couplées,
10 recevant des gaz chauds à des températures variant progressivement d'environ 130°C dans la première zone à 170°C et à 210°C environ dans la troisième zone. L'effluent gazeux de ces zones, à 130°C environ, était envoyé dans l'étage ou zone de prérefroidissement, c'est-
15 à-dire le troisième étage du traitement.

Le deuxième étage ou étage de durcissement était divisé en quatre zones qui étaient réglées, par addition de gaz chauds, suivant un profil des températures variant typiquement de 250°C, 260°C, 250°C à 240°C. Mais en même
20 temps, de l'air supplémentaire était ajouté de façon à maintenir l'oxygène à un taux non inférieur à 17% dans toutes les zones de durcissement, mais aussi de façon à régler progressivement les températures des briquettes, typiquement de 220°C, 250°C, 275°C à 300°C. Dans les deux
25 zones finales de l'étage de durcissement, de l'air supplémentaire était injecté, de façon à fournir une quantité d'air supérieure à ce qui est nécessaire pour régler le taux d'oxygène à 17% au moins, eu égard au fait que l'exotherme obtenu exige une quantité supplémentaire
30 de gaz pour refroidir le lit de briquettes par élimination de chaleur sensible.

La source de gaz chauds, pour les zones de préchauffage et de durcissement, était disponible à des températures variant de 800°C à 950°C : ces gaz étaient
35 envoyés dans les zones du four pour s'y mélanger avec les

gaz en circuit fermé, de façon à régler aux niveaux indiqués la température des gaz à l'entrée des zones.

L'effluent gazeux mélangé des zones de durcissement, envoyé dans un collecteur commun, était à une température
5 de 230°C.

Le troisième étage ou étage de prérefroidissement, qui recevait l'effluent gazeux de l'étage de préchauffage à 130°C environ, rejetait un effluent gazeux dans le collecteur commun d'effluent gazeux à une température
10 variant entre 230°C et 260°C.

La température des briquettes à la sortie du troisième étage, ou étage de prérefroidissement, était abaissée de la température finale de durcissement (300°C) jusqu'à une température variant entre 240°C et 260°C.

15 Puis les briquettes ont été refroidies à 100°C par passage à travers l'étage de refroidissement par soufflage d'air, avant de poursuivre leur chemin vers l'installation transporteuse de distribution.

Les propriétés des briquettes traitées, mesurées une
20 semaine après le durcissement, sont indiquées dans le tableau qui suit. Le shattertest (résistance au bris par chute) et l'essai au tambour (résistance à l'abrasion) ont été menés conformément à la norme britannique 1016, partie 13. Les mesures de résistance à l'écrasement ont
25 été effectuées en plaçant une briquette en forme d'oreiller entre une plaque statique et une plaque mobile parallèle, la direction de la force de compression étant perpendiculaire aux plaques.

Tableau

	Poids (g)	40	
	Volume (ml)	34	
	Masse volumique apparente (g/ml)	1,17	
5	Teneur en eau (% en poids)	2,8	
	Résistance moyenne à l'écrasement (kg)	165	
	Ecart type (30 briquettes) (kg)	27,2	
	Résistance au bris par chute (% passant un tamis de 5 mm après)	% au-dessous de 5 mm	Briq. survivantes c.-à-d. intactes à 75%
10	1 x 6 ft (1,8 m)	1,5	83,5
	2 x 6 ft (1,8 m)	2,1	68,6
	3 x 6 ft (1,8 m)	2,4	60,5
	4 x 6 ft (1,8 m)	3,0	53,1
	Résistance à l'abrasion après	25 tours	50 tours
15	(% passant un tamis de 5 mm)	8,7%	17,2%
	Produits volatils (% en poids)	9,5%	(BS 1016 Part.3)
	Teneur en soufre (% en poids)	1,1	
	Masse volumique en vrac	43 lb/ft ³ (690 kg/m ³)	

20 L'air supplémentaire de dilution délivré au four de durcissement était refoulé séparément par un ventilateur et commandé par des valves individuelles adjointes à chaque zone du four dans la section de durcissement. Cela concerne en fait la dernière des zones de préchauffage, outre les quatre zones de durcissement.

25 L'effluent gazeux qui était recyclé à travers une unité de combustion à lit fluidisé était refoulé par ventilateur dans le lit fluidisé à une température de 240°C. Ces gaz étaient en outre complétés par de l'air comburant refoulé séparément par ventilateur dans l'unité
30 de combustion à lit fluidisé, où un dégagement supplémentaire de chaleur était obtenu par alimentation directe de l'unité de combustion en charbon.

D'après cette forme de réalisation de l'invention, le
35 procédé de durcissement consiste essentiellement à traiter l'effluent gazeux du four de durcissement dans

une unité de combustion à lit fluidisé, et à recycler dans le four de durcissement les gaz qui contiennent une forte proportion de vapeur surchauffée, à savoir plus de 12% en poids, mais pas plus de 20% en poids. Après
5 addition d'air de dilution à ces gaz circulants, il est formé une atmosphère fortement oxydante dans le four de durcissement. Cette atmosphère accélère l'oxydation en SO_2 du soufre contenu dans le liant lignosulfonate et l'hydrolyse de SO_2 en H_2SO_4 . Ces réactions exothermiques,
10 combinées à la dissociation endothermique de H_2SO_4 , permettent le contrôle de la température de durcissement.

Exemple 2

Des menues de criblage d'antracite lavées ont été séchées, afin de réduire leur teneur en humidité à moins
15 de 1%, puis ont été envoyées à travers un broyeur, afin d'obtenir une granulométrie variable, ne dépassant pas 3 mm.

La matière séchée et broyée a été envoyée dans un mélangeur, l'atteignant à une température d'environ
20 115°C. Le liant lignosulfonate d'ammonium, sous forme de dispersion à 50% dans l'eau, a été injectée sous pression à une température d'environ 70°C. La quantité d'émulsion de liant était de 13% sur la base du poids total du mélange.

25 Puis le mélange a été envoyé à travers un dispositif d'évaporation où la chaleur sensible provenant de l'antracite chaud a été utilisée pour éliminer l'excès d'eau, de telle sorte que la teneur en eau de la matière intimement mélangée, envoyés vers la presse, ne dépassât
30 pas 5,5% en poids.

Les briquettes vertes ont été transportées, à une température d'environ 75°C, dans un four de durcissement à trois étages, divisé en huit zones à des fins de contrôle.

35 Le premier étage était l'étage de préchauffage, dans lequel les briquettes vertes ont été chauffées pour

éliminer l'humidité qu'elles contenaient après le pressage, et pour élever la température des briquettes à la température convenant pour l'oxydation du liant. Le préchauffage a élevé la température des briquettes vertes de 75°C à 210°C. L'étage était divisé en trois zones recevant des gaz chauds à des températures moyennes croissant progressivement d'environ 130°C dans la première zone à environ 210°C dans la troisième zone. L'effluent gazeux des deux premières zones, à 130°C environ, était envoyé dans l'étage de prérefroidissement ou zone 8, c'est-à-dire dans le troisième étage de traitement.

Le deuxième étage ou étage de durcissement était divisé en quatre zones qui étaient réglées, par addition de gaz chauds, suivant un profil des températures moyennes des gaz variant typiquement de 230°C, 250°C, 250°C à 240°C. En même temps, de l'air supplémentaire était ajouté afin de maintenir l'oxygène à un taux d'environ 18% dans toutes les zones de durcissement. Dans les deux zones du milieu de l'étage de durcissement, de l'air supplémentaire était injecté, afin de donner une quantité d'air supérieure à ce qui est nécessaire pour régler le taux d'oxygène à 17% au moins, car l'exotherme obtenu nécessitait une quantité de gaz supplémentaire pour refroidir le lit de briquettes par enlèvement de chaleur sensible.

La source de gaz chauds, pour les zones de préchauffage et de durcissement, était disponible à des températures variant de 750°C à 850°C : ces gaz étaient envoyés dans les zones du four pour s'y mélanger avec les gaz en circuit fermé, de façon à régler aux niveaux indiqués la température des gaz à l'entrée des zones.

L'effluent gazeux mélangé des zones de durcissement, envoyé dans un collecteur commun, était à une température d'environ 230°C.

Le troisième étage ou étage de prérefroidissement, qui recevait l'effluent gazeux de l'étage de préchauffage à 130°C environ, rejetait un effluent gazeux dans le collecteur commun d'effluent gazeux à une température variant de 230°C à 260°C.

Puis les briquettes ont été refroidies à 100°C par passage à travers l'étage de refroidissement par soufflage d'air, avant de poursuivre leur chemin vers l'installation transporteuse de distribution.

Les propriétés des briquettes traitées, mesurées quelques semaines après le durcissement et un stockage à l'extérieur, sont indiquées ci-après.

	<u>Masse moyenne des briquettes</u> :	42 g à la réception
		39,3 g à l'état sec
15	<u>Masse volumique apparente</u> :	694 kg/m ³ à la réception
		648 kg/m ³ à l'état sec
	<u>Résistance moyenne à l'écrasement</u> :	177,8 kg
	<u>Ecart type</u> (20 briquettes) :	27,2 kg
	<u>Teneur en cendres</u> :	5,3 % en poids (à l'état sec)
20	<u>Produits volatils</u> :	9,5% en poids (à l'état sec)
	<u>Soufre</u> :	1,21% en poids (à l'état sec)
	<u>Essai au tambour</u> (résistance à l'abrasion) (% cumulé) (BS 1016, partie 13)	

		<u>25 tours</u>	<u>50 tours</u>
25	+ 30 mm	79,5	56,8
	+ 25 mm	84,7	61,1
	+ 20 mm	86,7	73,0
	+ 15 mm	90,0	77,8
	+ 10 mm	91,8	82,1
30	+ 5 mm	93,8	85,3
	- 5 mm	6,4	14,7

Shattertest (résistance au bris par chute) (BS 1016, partie 13)
(% cumulé)

		Survivantes (+ 40 mm)	Débris moyens	Débris de - de 5 mm
35	Chute 1	84,7	14,4	0,9
	Chute 2	77,5	21,0	1,5
	Chute 3	65,8	31,8	2,4
	Chute 4	60,7	35,5	3,8

Le procédé de la présente invention met à profit le liant lignosulfonate en tant que source de soufre pour les réactions d'oxydation et d'hydrolyse. En d'autres termes, le procédé utilise une phase de traitement qui
5 posait précédemment un problème concernant la décharge dans l'atmosphère, et cette phase devient un avantage pour produire des briquettes de haute qualité et réduire le problème d'environnement lié à la décharge dans l'atmosphère.

10 L'invention a été décrite à propos de formes de réalisation particulières, mais des modifications peuvent y être apportées par l'homme de l'art sans qu'il s'écarte pour autant de la portée que l'on doit donner à l'invention.

REVENDEICATIONS

1.- Procédé de fabrication de briquettes de combustible durcies, produisant peu de fumée, comprenant les étapes qui consistent :

- 5 (a) à former des briquettes vertes à partir d'une matière carbonée particulaire et d'un lignosulfonate qui est utilisé comme liant; et
- (b) à durcir les briquettes vertes dans un four en présence de gaz circulants contenant un fort pourcentage d'oxygène et de la vapeur surchauffée, le soufre qui
- 10 provient du liant étant oxydé et hydrolysé exothermiquement à la température de durcissement, avec formation d'acide sulfurique qui est dissocié exothermiquement dans le cas d'une élévation de
- 15 température au-dessus d'une valeur de seuil, cette dissociation endothermique produisant un équilibre thermique dans la zone de durcissement, un faible excès de chaleur qui subsiste éventuellement étant éliminé en tant que chaleur sensible dans les gaz circulants.

- 20 2.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel le durcissement des briquettes vertes est effectué dans un four en présence de gaz circulants qui présentent une forte teneur en oxygène, conjointement avec de la vapeur surchauffée, à une température intérieure des briquettes
- 25 de 210°C à 335°C.

3.- Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel les gaz circulants et la vapeur surchauffée sont

additionnés d'air et sont obtenus par traitement de l'effluent gazeux du four de durcissement dans une unité de combustion à lit fluidisé.

5 4.- Procédé selon la revendication 3, dans lequel l'unité de combustion à lit fluidisé contient des substances qui réagissent avec les oxydes de soufre.

10 5.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel l'effluent gazeux du four, qui contient une humidité émanant des briquettes vertes et des oxydes de soufre produits à partir du liant lignosulfonate dans le four, est introduit dans une unité de combustion à lit fluidisé chauffée au charbon, dans laquelle ladite humidité produit de la vapeur surchauffée, les gaz résultant de ce traitement dans le lit fluidisé étant recyclés dans le four de durcissement, four de durcissement qui est muni de moyens d'alimentation en gaz
15 contenant de l'oxygène.

6.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel la teneur en oxygène dans le four de durcissement est d'au moins 14% en volume.

20 7.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, dans lequel la teneur en oxygène dans le four de durcissement est comprise entre 17 et 20% en volume.

8.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel la teneur en vapeur surchauffée des gaz circulants est comprise entre 12% et 20% en poids.

25 9.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans lequel le lignosulfonate est du lignosulfonate d'ammonium.

30 10.- Briquettes de combustibles durcies, produisant peu de fumée, fabriquées par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BE 8800086

BO 840

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
X	FR-A-1 410 423 (OXY-FRANCE) * Résumé, points 1-4,6; page 2, colonne de gauche, lignes 4-8 *	1-9	C 10 L 5/28 C 10 L 5/20 C 10 L 9/06
A	FR-A-1 047 584 (HOUILLERES DU BASSIN DU NORD ET DU PAS-DE-CALAIS) * Résumé, points 1,2 *	1,9	
A	FR-A- 86 973 (HOUILLERES DU BASSIN DU NORD ET DU PAS-DE-CALAIS) * Résumé, point 1 *	1,9	
A	FR-A-1 294 529 (COAL INDUSTRY) * Résumé, points 1-7 *	1-9	
E	GB-A-2 196 643 (TRASTECH) * Revendications 1-3; page 4, lignes 33-34 *	1-9	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
			C 10 L
		Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
		30-11-1988	MEERTENS J.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 150 03.82 (P0448)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BE 8800086
BO 840

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 06/12/88
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR-A- 1410423		Aucun	
FR-A- 1047584		Aucun	
FR-A- 86973		Aucun	
FR-A- 1294529		Aucun	
GB-A- 2196643	05-05-88	Aucun	

EPO FORM P0663

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82