

## RECHERCHES SUR LA CARBONISATION D'AGGLOMERES DANS UN FOUR EXPERIMENTAL A LIT DE SABLE FLUIDISE

P. LEDENT,

Directeur de la Section des Recherches  
de l'Institut National de l'Industrie Charbonnière.

## OPZOEKINGEN OVER DE CARBONISATIE VAN AGGLOMERATEN IN EEN PROEFOVEN MET BEWEGEND ZANDBED

P. LEDENT,

Directeur van de Sectie Navorsingen  
van het Instituut Nationaal voor de Steenkolenrijverheid.

### RESUME

*Les recherches réalisées à la station d'essai d'Inichar ont permis de développer une nouvelle technique de traitement thermique des agglomérés en lit de sable fluidisé par intermittence. Cette technique a déjà fait l'objet d'applications industrielles pour le défumage oxydant d'agglomérés au brai. Un premier four expérimental de carbonisation d'une capacité maximum de 500 kg/h est en service à la station d'essai d'Inichar depuis avril 1963.*

*La méthode de carbonisation en lit de sable peut évoluer vers deux types de traitements.*

*Le traitement de carbonisation rapide, d'une durée totale de 20 à 30 minutes, peut s'appliquer aux agglomérés produits à partir de mélanges de charbon gras et de semi-coke. Pour les agglomérés au lignosulfite, la proportion minimum de semi-coke varie de 20 à 40 %; pour les agglomérés au brai, elle varie de 40 à 60 %. Les doses minimales de semi-coke sont atteintes moyennant l'utilisation d'additifs chimiques (1 à 2 % de soufre).*

*Le traitement de carbonisation progressive peut s'appliquer à des agglomérés au lignosulfite produits à partir de 100 % de charbon gras.*

*Pour des agglomérés d'un poids initial de 20 à 25 g, la durée de ce traitement est de l'ordre de 90 minutes; elle peut être ramenée à 60 minutes pour des agglomérés de 10 à 12 g, et à 40 ou 45 minutes pour des agglomérés de 5 g.*

*Suivant le type de traitement adopté, et suivant la composition des mélanges, la densité des agglomérés peut varier entre 0,85 et 1,00. Leur résistance à l'écrasement se situe habituellement entre 100 et 150 kg et leur indice de matières volatiles au voisinage de 10 %.*

### SAMENVATTING

*De opzoekingen uitgevoerd door het proefstation van Inichar hebben geleid tot de ontwikkeling van een nieuwe techniek voor de thermische behandeling van agglomeraten in een bij tussenpozen bewegend zandbed. Deze techniek werd reeds op industriële schaal aangewend voor de oxyderende ontgassing van agglomeraten op basis van pek. Een eerste experimentele carbonisatieoven met een maximale capaciteit van 500 kg/h is in het proefstation van Inichar in werking sinds april 1963.*

*De methode van het carboniseren in zandbed kan in twee richtingen evolueren.*

*De snelle carbonisatie, die niet langer duurt dan 20 tot 30 minuten, kan toegepast worden op agglomeraten vervaardigd uit mengsels van vette kolen en halfcokes. Voor de agglomeraten met lignosulfiet varieert de minimale hoeveelheid halfcokes van 20 tot 40 %, voor de agglomeraten met pek van 40 tot 60 %. Wanneer men zo weinig mogelijk cokes wil gebruiken, voegt men scheikundige stoffen aan het mengsel toe (1 tot 2 % zwavel).*

*De geleidelijke carbonisatie kan toegepast worden op agglomeraten vervaardigd met lignosulfiet uit 100 % vette kolen.*

*Voor agglomeraten met een rauw gewicht van 20 tot 25 g is de duur van de behandeling van de orde van grootte van 90 minuten; hij kan verminderd worden tot 60 minuten voor agglomeraten van 10 tot 12 g, en tot 40 of 45 minuten voor agglomeraten van 5 g.*

*Volgens het type van toegepaste behandeling en volgens de samenstelling der mengsels kan de dichtheid der agglomeraten schommelen tussen 0,85 en 1,00. Hun weerstand ligt gewoonlijk tussen 100 en 150 kg en hun index voor vluchtige bestanddelen rond de 10 %.*

## INHALTSANGABE

Die bei der Versuchsstation von Inichar durchgeführten Forschungen haben zu einer neuen Technik der thermischen Aufbereitung von Briquets im intermittierend verwirbelten Sandbett geführt. Dieses Verfahren war bereits Gegenstand industrieller Anwendungen für die oxydierende Nachbehandlung von Pechbriquets. Ein erster Versuchsofen zur Schwelung mit einem grössten Durchsatzvermögen von 500 kg/h ist bei der Versuchsstation von Inichar seit April 1963 in Betrieb.

Die Schwelungsmethode im Sandbett lässt sich nach zwei Aufbereitungstypen unterscheiden.

Die Schnellverschmelzung mit einer Gesamtdauer von 20 bis 30 Minuten kann für briquetierte Mischungen von Fettkohle und Schwelkoks Anwendung finden. Für Lignosulfitbriquets schwankt der Mindestanteil an Schwelkoks von 20 bis 40 %, für Pechbriquets von 40 bis 60 %. Die geringsten Zugaben von Schwelkoks werden erreicht mit Hilfe von chemischen Additiven (1 bis 2 % Schwefel).

Die progressive Schwelung wird angewandt auf Lignosulfitbriquets aus 100 %iger Fettkohle.

Für Briquets mit einem Anfangsgewicht von 20 bis 25 Gramm beansprucht diese Behandlungsdauer etwa 90 Minuten; sie lässt sich auf 60 Minuten vermindern bei Briquets von 10 bis 12 Gramm und auf 40 bis 45 Minuten bei solchen von 5 Gramm.

Je nach der gewählten Aufbereitungsart und der Zusammensetzung der Mischungen liegt die Dichte der Briquets zwischen 0,85 und 1,00. Ihre Punktfestigkeit stellt sich im Allgemeinen zwischen 100 und 150 kg und ihr Index an fl. Bestandteilen etwa auf 10 %.

## 1. GENERALITES

Les techniques classiques de carbonisation, destinées à produire des combustibles solides en morceaux ou sous forme d'agglomérés, ont comme caractéristique commune d'exiger un temps de traitement assez long. De ce fait, la capacité unitaire des fours reste faible et leur coût de construction relativement élevé.

Dans l'état actuel de la technique, les investissements nécessaires pour produire un combustible solide par carbonisation à basse température sont souvent plus importants que ceux qu'il faut consentir pour produire du coke métallurgique; la charge financière qui en résulte constitue généralement le principal poste du prix de revient de la transformation.

Les recherches qui se sont poursuivies au cours des six dernières années, à la station d'essai d'Inichar, ont eu pour principal objectif de développer

## SUMMARY

The research carried out at Inichar's experimental station has enabled us to develop a new technique of thermic treatment of briquets in an intermittently fluidized sand bed. This technique has already been employed industrially for the oxidizing de-smoking of pitch briquets. A first experimental carbonization oven, with a maximum capacity of 500 kgs/h has been in service at the Inichar experimental station since April 1963.

The method of carbonization in a sand bed may tend towards two types of treatments.

The rapid carbonization treatment, of a total duration of 20 to 30 minutes, may be applied to briquets produced from mixtures of high volatile bituminous coal and semi-coke. For the lignosulphite briquets, the minimum proportion of semi-coke varies between 20 and 40 %; for pitch briquets, it varies between 40 and 60 %. The minimum quantities of semi-coke are reached by the use of chemical additives (1 to 2 % sulphur).

The carbonization treatment may be applied to ligno-sulphite briquets produced from 100 % high volatile bituminous coal.

For briquets with an initial weight of 20 to 25 g, the duration of this treatment is about 90 minutes; it may be reduced to 60 minutes for briquets of 10 to 12 g, and to 40 or 45 minutes for briquets of 5 g.

According to the type of treatment adopted, and the composition of the mixtures, the density of the briquets may vary between 0.85 and 1.00. Their crushing strength is usually between 100 and 150 kg and the proportion of volatile matter is about 10 %.

## 1. ALGEMEENHEDEN

Al de klassieke carbonisatietechnieken, aangevend om vaste brandstoffen onder vorm van stuk-kool of van agglomeraten voort te brengen, vereisen een behandeling van tamelijk lange duur. Daardoor blijft de uurcapaciteit van de ovens laag en hun oprichtingskosten relatief hoog.

In het huidige stadium van de techniek liggen de investeringen voor de vervaardiging van een vaste brandstof door carbonisatie op lage temperatuur vaak hoger dan deze nodig voor de productie van metallurgische cokes; de financiële lasten die er uit volgen maken meestal het belangrijkste deel uit van de kostprijs der transformatie.

De opzoekingen die gedurende de laatste zes jaar gedaan werden in het proefstation van Inichar beoogden vooral de ontwikkeling van een nieuwe vorm van thermische behandeling der kolenagglomeraten, in bewegend zandbed.

un nouveau mode de traitement thermique des agglomérés de houille, en lit de sable fluidisé.

Quatre types de traitements peuvent être réalisés par cette méthode :

- le séchage des agglomérés produits au moyen de liants solubles,
- la polymérisation des agglomérés à base de liants thermodurcissables,
- le défumage oxydant des agglomérés au brai,
- la carbonisation à basse ou à moyenne température d'agglomérés produits à partir de charbons gras.

Cette nouvelle technique permet de réduire considérablement la durée des traitements et d'envisager la réalisation d'installations continues de grandes capacités unitaires susceptibles d'un maximum d'automatisation. L'économie de temps est cependant très différente suivant le type de traitement envisagé. On peut s'en rendre compte par les chiffres du tableau I.

Deze methode leent zich tot vier typen van behandeling :

- het drogen van de agglomeraten met oplosbare bindmiddelen,
- de polymerisatie van de agglomeraten op basis van thermisch hardende bindmiddelen,
- het oxyderend ontgassen van de agglomeraten met pek,
- de carbonisatie op lage of gemiddelde temperatuur van agglomeraten vervaardigd uit vette kolen.

Met deze nieuwe technieken kan de duur der behandeling gevoelig verminderd worden en kan men denken aan de oprichting van continu installaties met grote uurcapaciteit en een ver doorgevoerde automatisering. De tijdwinst is nochtans zeer verschillend naargelang het beoogde type van thermische behandeling. Dit blijkt uit de cijfers van tabel I.

TABLEAU I — TABEL I  
Comparaison des durées de traitement.  
Vergelijking van de behandelingsduur.

Type de traitement Type der behandeling	Four à sable fluidisé Oven met bewegend zandbed	Autres types de four Andere oventypen	Rapport des durées Vergelijking van de duur
Séchage - Drogen	5 à/tot 10 min	40 à/tot 50 min	4 à/tot 10
Polymérisation - Polymeriseren	10 à/tot 15 min	50 à/tot 60 min	3 à/tot 6
Défumage oxydant - Oxyderend ont- roken	60 à/tot 90 min	2 à/tot 4 h	1 ½ à/tot 4
Carbonisation - Carboniseren	20 à/tot 60 min	4 à/tot 16 h	4 à/tot 50

C'est dans le domaine du défumage oxydant que l'économie est la moins importante, la durée de traitement étant imposée par la lenteur relative du phénomène d'oxydation. Cependant, assez paradoxalement, c'est dans ce domaine que la méthode connaît ses premières applications industrielles. Ceci permet de bien augurer du développement des deux techniques où le traitement en lit de sable fluidisé présente un maximum d'avantages : le séchage et la carbonisation.

Nos recherches sur la carbonisation en lit de sable fluidisé ont débuté en 1959 par des traitements discontinus à l'échelle de quelques kilos.

Les résultats encourageants de ces premiers essais nous ont conduits à construire une installation pilote capable de fonctionner en continu avec un débit de 300 à 500 kg/h. Mise en service en avril 1963, cette installation a fonctionné de façon intermittente durant les douze derniers mois et nous a permis de réaliser une centaine de carbonisations sur des agglomérés produits à partir de mélanges très divers.

In het domein van het oxyderend ontgassen is de winst het kleinst, omdat de duur der behandeling samenhangt met het relatief trage verloop van het verschijnsel der oxydatie. Toch is het, eigenaardig genoeg, juist hier dat de methode haar eerste industriële toepassing heeft gekend. Dit laat in elk geval het beste verhoppen voor de verdere ontwikkeling van de twee technieken waar de behandeling in bewegend zandbed de meeste voordelen biedt : het drogen en de carbonisatie.

Onze opzoekingen in verband met de carbonisatie in bewegend zandbed zijn begonnen in 1959 met de discontinu behandeling van enkele kilogrammen.

De resultaten waren zodanig bemoedigend dat wij besloten tot de oprichting van een proefinstallatie voor continu werking met een debiet van 300 tot 500 kg/h. Ze werd in gebruik genomen in april 1963 en werkte gedurende de laatste twaalf maanden met regelmatige tussenpozen; wij voerden op die manier een honderdtal carbonisaties uit op agglomeraten voortkomend uit zeer verschillende mengsels.



## 2. PRINCIPE DE LA METHODE DE CARBONISATION EN LIT DE SABLE FLUIDISE

Le principe de la méthode de carbonisation en lit de sable fluidisé est illustré par le schéma figure 1.

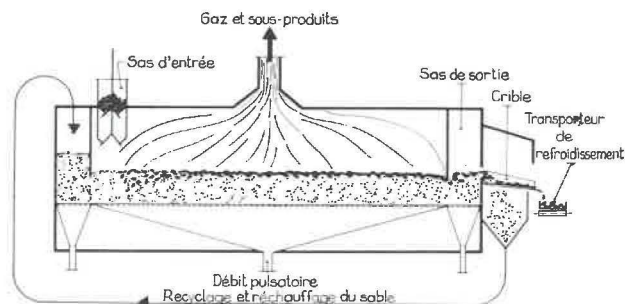


Fig. 1.

Schéma de principe d'un four de carbonisation à lit de sable fluidisé.

## 2. PRINCIEP VAN DE METHODE DER CARBONISATIE IN BEWEGEND ZANDBED

Het principie van de methode der carbonisatie in bewegend zandbed wordt toegelicht in het schema van fig. 1.

Fig. 1.

Principieschema van een carbonisatieoven met bewegend zandbed.

Recyclage et réchauffage du sable : herwinning en opwarming van het zand — Débit pulsatoire : pulserende gasstroming — Sas d'entrée : laadsas — Gaz et sous-produits : gassen en nevenproducten — Sas de sortie : ontladingssas — Crible : zeef — Transporteur de refroidissement : afkoeling op transporteur.

Le traitement est réalisé dans une enceinte fermée dont la paroi inférieure est constituée par des grilles ou par des plaques céramiques de porosité appropriée. Ces diffuseurs supportent un lit de sable dont l'épaisseur peut atteindre 50 à 60 cm et qui est fluidisé de façon intermittente par insufflation de gaz ou de vapeur. Le dispositif est complété par un crible destiné à séparer le sable et les boulets par un circuit de recyclage et de réchauffage du sable et par des sas d'entrée et de sortie des agglomérés.

Après que le sable ait été préchauffé à la température voulue, on commence à alimenter les agglomérés crus. A chaque période de fluidisation, les agglomérés se mélangent au sable et ce mélange avance par gravité du point d'alimentation vers le point de débordement situé à l'autre extrémité du chenal. Entre deux périodes de fluidisation, le processus de distillation se poursuit en lit de sable fixe.

L'agent fluidisant peut être de la vapeur d'eau, du gaz recyclé ou des fumées neutres. Le cycle opératoire comporte habituellement 4 ou 5 secondes de fluidisation pour 80 à 90 secondes de lit fixe; de ce fait, le volume des gaz de fluidisation reste faible en comparaison du volume des produits de distillation.

L'utilisation du lit de sable fluidisé comme moyen de transport des agglomérés implique une circulation à courants parallèles du thermophile et des produits à traiter. Dès lors, il est permis de se demander si le traitement thermique peut

De behandeling vindt plaats in een afgesloten ruimte waarvan de onderkant bestaat uit roosters of ceramiekplaten met een aangepaste porositeit. Deze schermen dragen een laag zand met een dikte van 50 tot 60 cm dat met regelmatige tussenpozen wordt in beweging gebracht door het inblazen van gas of stoom. Verder bestaat het toestel uit een zeef waarop de agglomeraten van het zand worden gescheiden, een kringloop voor het herwinnen en opwarmen van het zand, en de sassen waarlangs de agglomeraten binnenkomen en buitengaan.

Nadat het zand op de gewenste temperatuur voorverwarmd is, wordt begonnen met het laden van de rauwe agglomeraten. Zo dikwijls het zand wordt in beweging gebracht mengen de agglomeraten zich onder het zand en schuift dit mengsel door de zwaartekracht vooruit van het voedingspunt naar het overlooppunt aan het andere uiteinde van het kanaal. Tussen twee bewegingen in wordt het destillatieproces in het onbeweeglijk zand voortgezet.

Om de beweging van het zand te veroorzaken kan men gebruik maken van waterdamp, herwonnen gas of neutrale rookgassen. De operatiecyclus beslaat gewoonlijk een beweging van 4 tot 5 seconden gevolgd van een rustperiode van 80 tot 90 seconden; hieruit volgt dat het benodigde gas slechts een klein volume vertegenwoordigt ten opzichte van het volume der destillatieproducten.

Het gebruik van het bewegend zandbed voor het verplaatsen van de agglomeraten veronderstelt de stroming in dezelfde richting van de warmte-

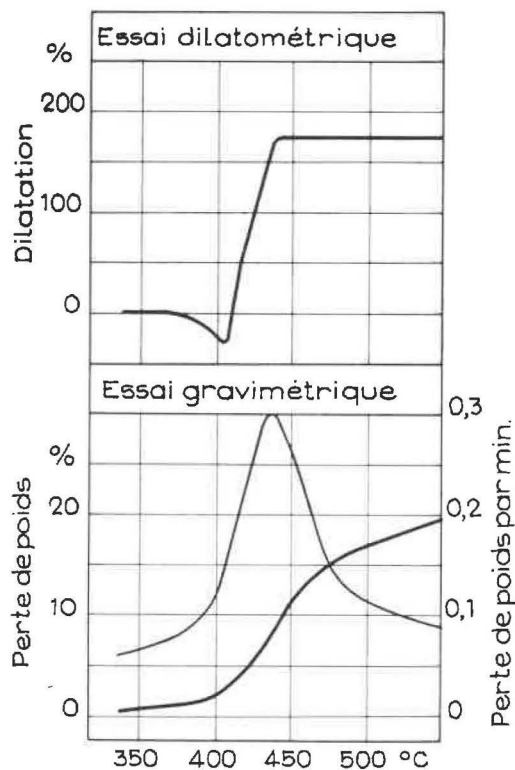


avoir une progressivité suffisante et si le choc thermique initial ne risque pas de détruire les agglomérés.

La réponse à ces questions est d'ordre expérimental, mais avant d'aborder l'exposé du résultat de nos essais, nous croyons qu'il est utile de rappeler quelques données fondamentales au sujet de la pyrolyse des houilles et de la transmission de la chaleur. Nous constituerons ainsi l'embryon d'une théorie qui nous permettra de mieux relier entre eux les résultats et d'en faciliter l'interprétation.

### 3. DONNEES FONDAMENTALES SUR LA PYROLYSE

La pyrolyse des houilles a fait l'objet d'innombrables études et je me bornerai à rappeler très brièvement l'ordre de déroulement des phénomènes



dragende stof en de behandelde produkten. Men kan zich dan ook de vraag stellen of de thermische behandeling wel met de nodige geleidelijkheid gebeurt en of de plotse temperatuursovergang bij de aanvang ervan geen schadelijke gevolgen heeft voor de agglomeraten.

Het antwoord op deze vraag kan alleen proef-ondervindelijk blijken; vooraleer echter over te gaan tot de bespreking der resultaten van onze proeven, zouden wij liever enkele fundamentele gegevens omtrent de pyrolyse der kolen en de voortplanting van de warmte in herinnering brengen.

### 3. FUNDAMENTELE GEGEVENS OMTRENT DE PYROLYSE

De pyrolyse der kolen werd behandeld in een ontelbaar aantal studies; ik wil er mij toe beperken in het kort de verschijnselen op te sommen

Fig. 2.  
Courbes de fusion passagère d'un charbon gras B.  
(M.V. = 29,6 %)  
Krommen van tijdelijke smelting van een vetkool B.  
(V.B. = 29,6 %)  
Essai dilatométrique : uitzettingsproef  
Dilatation : uitzetting  
Essai gravimétrique : gravimetrische proef  
Perte de poids : gewichtsverlies  
Perte de poids par minute : gewichtsverlies per minuut

nes que l'on peut observer lors de la fusion passagère d'un charbon gras B dont l'indice de matières volatiles se situe au voisinage de 30 %.

Les valeurs numériques reportées à la figure 2 sont extraites d'une étude réalisée au laboratoire d'Inichar (1); elles sont relatives à une vitesse d'échauffement de 1°/min.

(1) Inichar: Bulletin Technique « Houille et Dérivés » n° 12, novembre 1957. Mise au point d'un ensemble de méthodes d'analyse et d'essai des houilles - cinquième communication.

die men waarneemt wanneer vette kool met ongeveer 30 % vluchtige bestanddelen door zijn smeltpunt gaat.

De numerieke waarden voorgesteld in fig. 2 komen voort van een in de laboratoria van Inichar uitgevoerde studie (1); ze hebben betrekking op een verwarmingssnelheid van 1°/min.

(1) Inichar: Technische Mededeling « Kolen en Afgeleiden » n° 12, november 1957. De uitwerking van een geheel van methoden voor de analyse en beproeving der kolen - vijfde mededeling.

Jusqu'au voisinage de 380°, les grains de charbon ne subissent aucun ramollissement et la perte de poids par distillation de matières volatiles n'excède pas 2 à 3 %. La fusion des grains apparaît de façon nette à une température de l'ordre de 400° qui correspond à peu près au point de rebroussement de la courbe dilatométrique. Entre 400 et 437°, se situe une phase de perte de poids de plus en plus rapide, accompagnée d'une fusion en masse et d'une imperméabilisation de la charge sous l'effet de l'accolement des grains; dans l'essai dilatométrique, cette période correspond à la période de boursoufflement de la charge sous l'effet des bulles de gaz qui s'y trouvent emprisonnées.

Le point nodal, qui marque la vitesse maximum de dégagement des matières volatiles, correspond à peu de chose près au point de gonflement maximum de l'essai dilatométrique; à ce stade, la charge évolue rapidement par départ de gaz et durcissement progressif de la masse résiduelle, mais l'achèvement du durcissement ne se produira qu'à une température plus élevée qui correspond très sensiblement au second point d'inflexion de la courbe des vitesses de dégagement des matières volatiles. A la phase de durcissement succède une phase de consolidation du semi-coke formé et de ralentissement progressif du rythme de perte de poids; cette phase s'achève vers 500° par un retour à une valeur relativement faible de la vitesse de dégagement des matières volatiles.

Pour un charbon à 25 % de matières volatiles, le déroulement de la pyrolyse est pratiquement le même, mais la température correspondant au point nodal passe de 437 à 450° et la température finale de durcissement de 458 à 470°.

\* \* \*

La modification des phénomènes de pyrolyse, sous l'effet d'une augmentation de la vitesse de chauffe, a été étudiée par différents expérimentateurs, notamment Ferrero et Brown (2) (3); les résultats de ces études peuvent se traduire par les courbes de la figure 3.

Quelle que soit la vitesse de chauffe, le début des phénomènes de pyrolyse apparaît à une température voisine de 380°; par contre, le point de rebroussement de la courbe dilatométrique, le point de dilatation maximum et le point nodal se déplacent vers les températures croissantes à mesure que l'on augmente la vitesse de chauffe. La position du

Tot nabij de 380° verliezen de korrels niets van hun hardheid en belooft het verlies van gewicht tengevolge van de destillatie der vluchtige bestanddelen niet meer dan 2 of 3 %. Het smelten van de korrels is duidelijk waarneembaar bij een temperatuur van de orde van grootte van 400° hetgeen ongeveer overeenkomt met het dieptepunt van de uitzettingskromme. Tussen 400° en 437° gaat het gewichtsverlies in stijgende lijn; er treedt een massale smelting op en de lading wordt ondoordringbaar tengevolge van het kleven der korrels op elkaar; in de uitzettingsproef komt deze periode overeen met het opzwellen der lading onder invloed van de gasbellen die erin opgesloten zitten.

Het keerpunt overeenkomend met de grootste uitwijkingssnelheid van de vluchtige bestanddelen sluit op weinig na aan bij het punt waar in de uitzettingsproef de zwelling haar maximum bereikt; in dat stadium verandert de lading snel van uitzicht door de ontsnapping van het gas en het hard worden, doch de harding wordt pas volledig op een hogere temperatuur die klaarblijkelijk overeenkomt met een tweede buigpunt in de kromme van de uitwijkingssnelheid der vluchtige bestanddelen. Op de fase van de harding volgt een fase van versteviging van de gevormde halfcokes en van een geleidelijke vertraging in het rythme van het gewichtsverlies; deze fase eindigt bij de 500° met een terugkeer naar een betrekkelijk zwakke uitwijkingssnelheid der vluchtige bestanddelen.

Met kolen met 25 % vluchtige bestanddelen verloopt de pyrolyse praktisch op dezelfde wijze; alleen ligt de temperatuur overeenkomend met het keerpunt niet meer op 437° doch op 450° en die bij het einde van het harden niet op 458° doch op 470°.

\* \* \*

De wijzigingen die zich in het fenomeen der pyrolyse voordoen onder invloed van de vermeerdering der verwarmingssnelheid werden door verschillende waarnemers bestudeerd, onder meer door Ferrero en Brown (2) (3); de resultaten van hun studies worden samengevat in de fig. 3.

Voor eender welke verwarmingssnelheid beginnen de pyrolyseverschijnselen rond de 380°; daarentegen schuiven het dieptepunt van de dilatométrische kromme, het punt van de maximale uitzetting en het keerpunt op in de richting van de hogere temperaturen wanneer men de verwarmingssnelheid opdrijft. De ligging van het

(2) P. FERRERO: Schweiz Ver. Gas und Wasserfach. Monatsbulletin. Vol. 30, pp. 275-286 (1950).

(3) H.R. BROWN: Journal of the Institute of Fuel. Vol. 30, pp. 137-159 (1957).

(2) P. FERRERO: Schweiz Ver. Gas und Wasserfach. Monatsbulletin. Vol. 30, pp. 275-286 (1950).

(3) H.R. BROWN: Journal of the Institute of Fuel. Vol. 30, pp. 137-159 (1957).



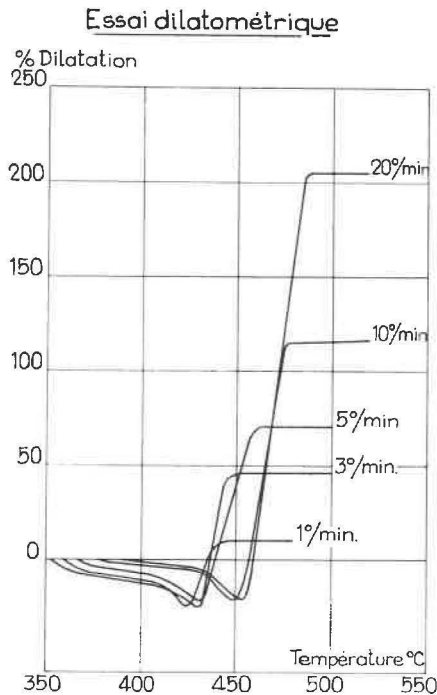


Fig. 3.

Modification des phénomènes de fusion passagère en fonction de la vitesse de chauffe.

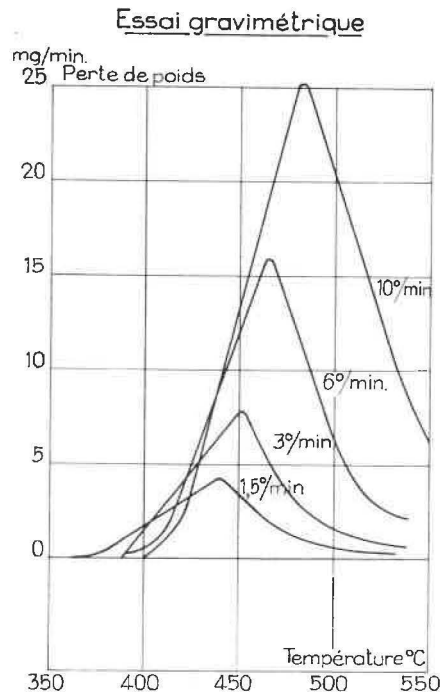


Fig. 3.

Wijziging van de verschijnselen der tijdelijke smelting in functie van de verwarmingssnelheid.

point de resolidification évolue dans le même sens et, suivant une étude de Boyer, le déplacement du point de resolidification, lorsque la vitesse de chauffe passe de 2 à 3°/min, atteindrait déjà 12 à 20°.

La figure 4 constitue une transposition de la figure 3 sur un canevas : température - temps, dont l'origine coïncide avec la température de 380°C.

stollingspunt verplaatst zich in dezelfde richting, en naar een studie van Boyer vermeldt zou de verplaatsing hiervan, wanneer men de verwarmingssnelheid opdrijft van 2 tot 3°/min, reeds 12 tot 20° bereiken.

In fig. 4 wordt de fig. 3 weergegeven op een ander assenkruis, namelijk dat van temperatuur en tijd, met de temperatuur van 380° als oorsprong.

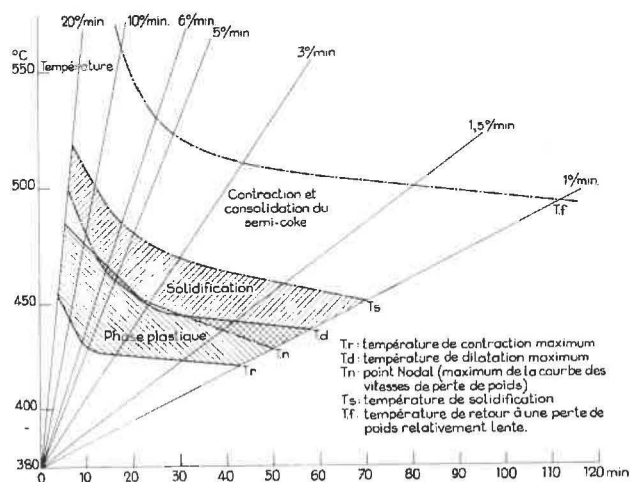


Fig. 4.

Modification des phénomènes de fusion passagère en fonction de la vitesse de chauffe.

Fig. 4.

Wijziging van de verschijnselen der tijdelijke smelting in functie van de verwarmingssnelheid.

Phase plastique : plastische fase — Solidification : stolling — Contraction et consolidation du semi-coke : krimp en versteviging van de halfcokes — T.r. : température de contraction maximum ; T.r. : temperatuur van maximale samentrekking — T.d. : température de dilatation maximum ; T.d. : temperatuur van maximale uitzetting — T.n. : point Nodal ( maximum de la courbe des vitesses de perte de poids ) ; T.n. : keerpunt ( maximum van de kromme der snelheid van het gewichtsverlies ) — T.s. : température de solidification ; T.s. : stollingstemperatuur — T.f. : température de retour à une perte de poids relativement lente ; T.f. : temperatuur van terugkeer naar een betrekkelijk traag gewichtsverlies.

Les diverses vitesses de chauffe y sont figurées par des droites d'inclinaisons variées et, sur ces droites, sont reportées les positions du point de rebroussement, du point de dilatation maximum, du point nodal et du point de retour à une faible vitesse de dégagement des matières volatiles.

Bien que les charbons utilisés par Brown et par Ferrero soient de provenances très différentes, il existe une grande similitude entre les résultats des deux études et l'on peut admettre que les courbes ainsi obtenues peuvent s'appliquer sans grande erreur à la plupart des charbons gras B.

Pour des charbons à indice de matières volatiles de l'ordre de 25 %, l'intervalle total dans lequel se déroulent les phénomènes de pyrolyse resterait pratiquement le même, mais les courbes relatives au point de dilatation maximum, au point nodal et au point de resolidification devraient être décalées vers des températures 10 à 15° plus élevées.

#### 4. ETUDE DE L'ÉCHAUFFEMENT D'UN AGGLOMÈRE SPHERIQUE IMMERGE DANS UN LIT DE SABLE FLUIDISE

L'étude théorique de l'échauffement d'une sphère homogène plongée dans un milieu conducteur de la chaleur a été faite depuis longtemps et sa solution est donnée sous forme d'abaques ou de graphiques, dans différents traités spécialisés.

Les courbes d'échauffement dépendent de quatre paramètres :

- $d$  = diamètre de la sphère,
- $a$  = coefficient de diffusivité thermique du matériau qui la constitue,
- $\lambda$  = coefficient de conductibilité thermique du matériau,
- $\alpha$  = coefficient de transfert de chaleur à la surface de contact entre la sphère et le milieu extérieur.

Pour la détermination des courbes d'échauffement d'un aggloméré, nous avons utilisé les valeurs numériques suivantes :

- $d = 0,032$  m (ce qui correspond au diamètre moyen d'un boulet de 20 g de densité 1,2),
- $a = 0,5 \cdot 10^{-3}$  m<sup>2</sup>/h,
- $\lambda = 0,18$  kcal/mh °C,
- $\alpha = 42$  kcal/m<sup>2</sup>h °C pour un lit de sable fluidisé par intermittence.

Ces valeurs numériques sont d'un ordre de grandeur plausible, compte tenu des données publiées au sujet des houilles et des lits de sable, mais il est certain que ces valeurs ne constituent qu'une première approximation et qu'un gros travail d'expérimentation resterait à faire en vue d'une déter-

De verschillende verwarmingssnelheden komen er op voor als rechten met verschillende hellingen, waarop de ligging wordt aangeduid van het dieptepunt en het maximum in de uitzettingskromme, het keerpunt en het buigpunt bij de vertraging van de uitwijkingssnelheid der vluchtige bestanddelen.

Alhoewel de kolen door Ferrero en Brown gebruikt van zeer verschillende oorsprong waren bestaat er een opvallende overeenkomst tussen de uitslagen der twee studies en men mag dan ook besluiten dat de bekomen krommen met goede benadering geldig zijn voor het merendeel der vette kolen B.

Indien de index der vluchtige bestanddelen der kolen 25 % bedraagt zouden de pyrolyseverschijnselen zich binnen een gelijkaardig interval voordoen, maar de krommen betreffende de maximale uitzetting, het keerpunt en het stollingspunt zouden ongeveer 10° opwaarts moeten verschoven worden.

#### 4. STUDIE VAN DE VERWARMING VAN EEN BOLVORMIG AGGLOMERAAT ONDERGEDOMPELD IN EEN BEWEGEND ZANDBED

De verwarming van een homogene bol in een warmtegeleidend midden werd reeds lang bestudeerd op theoretische wijze en de oplossing van deze studies wordt in meerdere gespecialiseerde uitgaven gevonden onder de vorm van krommen of grafieken.

De verwarmingskrommen hangen van vier parameters af :

- $d$  = doormeter van de bol,
- $a$  = thermische verspreidingscoëfficiënt van de stof waaruit hij is samengesteld,
- $\lambda$  = thermische geleidbaarheidscoëfficiënt van het materiaal,
- $\alpha$  = voortplantingscoëfficiënt van de warmte aan het contactoppervlak tussen sfeer en omringend midden.

Om de verwarmingskrommen van een agglomeraat op te maken hebben wij gebruik gemaakt van de volgende numerieke waarden :

- $d = 0,032$  m (gemiddelde doormeter van een eitje van 20 g met een dichtheid 1,2),
- $a = 0,5 \cdot 10^{-3}$  m<sup>2</sup>/h,
- $\lambda = 0,18$  kcal/mh °C,
- $\alpha = 42$  kcal/m<sup>2</sup>h °C voor een bij tussenpozen bewegend zandbed.

Als men de literatuur omtrent kolen en zandbedden naslaat, komt men tot het besluit dat deze waarden weker aanvaardbaar zijn maar dat verandert niets aan het feit dat ze slechts een eerste benadering daarstellen en dat er nog veel experimenteel werk te doen blijft vooraleer de fysieke



mination plus précise des constantes physiques applicables à des agglomérés dans la gamme des températures où se situe la pyrolyse.

Les courbes reproduites à la figure 5 donnent le résultat du calcul de l'échauffement d'un aggloméré de 20 g, plongé dans un lit de sable fluidisé par intermittence et maintenu à température constante de 550°. En reportant sur le même canevas les courbes de pyrolyse définies à la figure 4, nous disposons de toutes les données théoriques nécessaires pour suivre le déroulement d'un essai de carbonisation rapide en lit de sable fluidisé\*.

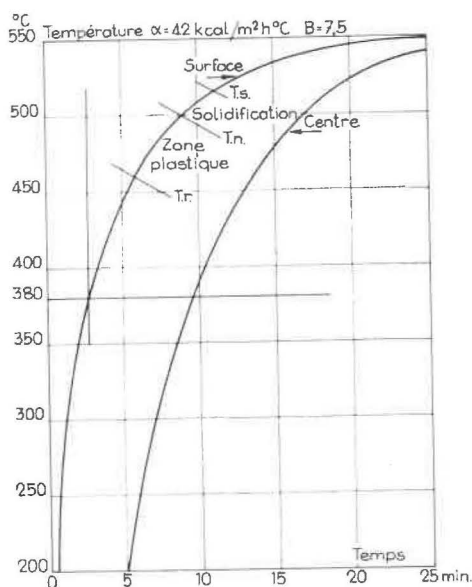


Fig. 5.

Echauffement d'un aggloméré de 20 g dans un lit de sable à 550° C, fluidisé par intermittence.

Verwarming van een agglomeraat van 20 g in een bij tussenpozen bewegend zandbed op een temperatuur van 550°C.

Surface : oppervlakte  
Centre : kern  
Zone plastique : plastische zone  
Solidification : stolling  
Temps : tijd

\* En toute rigueur, les courbes de la figure 4 ne sont applicables qu'à des essais réalisés avec des vitesses d'échauffement constantes. Nous ne les utiliserons pour l'interprétation de nos essais que moyennant deux hypothèses :

- 1) Nous admettrons que le déroulement de la pyrolyse n'est pas affecté par les vitesses de chauffe réalisées à des températures inférieures à 380° C.
- 2) Nous admettrons que la position du point de rebroussement, du point nodal et du point de resolidification ne dépend que de la vitesse moyenne de chauffe réalisée entre 380° et le point considéré. Moyennant ces approximations, la position des courbes de pyrolyse est fixée une fois pour toutes sur le canevas Température-Temps, qui a pour origine le point 0 min - 380° C.

constanten die toepasselijk zijn op agglomeraten in de temperatuurgamma der pyrolyse meer precies kunnen bepaald worden.

De krommen van fig. 5 geven het resultaat van de berekening der verwarming van een agglomeraat van 20 g ondergedompeld in een bij tussenpozen bewegend zandbed dat op een constante temperatuur van 550° gehouden wordt. Indien wij de pyrolysekrommen, bepaald in fig. 4, op hetzelfde assenkruis overbrengen, hebben we al de nodige theoretische gegevens om het verloop van een versnelde carbonisatieproef in zandbed te volgen\*.

## 5. PROEFMATERIAAL

Fig. 6 geeft een foto van de experimentele oven voor carbonisatie in zandbed van het proefstation van Inichar; fig. 7 stelt hem schematisch voor. Hij bevat een met vuurvaste stenen beklede afgesloten ruimte waarin zich operatiekanalen in roestvrij staal bevinden, wier bodem bestaat uit doorlatende roosters.

Het zand volgt een gesloten kringloop in het binnenste van de oven; in de kanalen voor de voorverwarming en de carbonisatie wordt het door zwaartekracht verplaatst; het wordt opgehesen door middel van een air-lift gevoed met hete gassen voortkomend van een gasbrander op hoge druk.

Zolang de oven in opwarming is wordt het zand in de kanalen voortdurend in beweging gehouden door het inblazen van lucht; eens de carbonisatieproef in gang gebeurt de beweging bij tussenpozen, door middel van stoom.

Men kan de oven op drie manieren verwarmen :

- uitwendig door middel van de rookgassen van een brander op lage druk, die binnen in de vuurvaste gesloten ruimte geleid worden;
- rechtstreeks door middel van de rookgassen van de brander op hoge druk, die voor het ophijzen van het zand gebruikt worden;

\* Strikt genomen zijn de krommen van fig. 4 slechts toepasselijk wanneer tijdens de proeven de verwarmingssnelheid constant is. Wij zullen ze bij de bespreking van onze proeven enkel gebruiken onder de volgende veronderstellingen :

- 1) Wij veronderstellen dat de pyrolyse beneden de 380° niet door de verwarmingssnelheid beïnvloed wordt.
- 2) Wij veronderstellen dat de ligging van het dieptepunt, van het keerpunt en van het stollingspunt enkel afhankelijk is van de gemiddelde verwarmingssnelheid tussen 380° en het beschouwde punt. Rekening houdend met deze benaderingen, is de ligging van de pyrolysekrommen voor alle gevallen bepaald op het assenkruis Temperatuur-Tijd, dat zijn oorsprong heeft in 0 min - 380° C.

## 5. MATERIEL EXPERIMENTAL

Le four expérimental de carbonisation en lit de sable fluidisé de la station d'essai d'Inichar est photographié à la figure 6 et schématisé à la figure 7. Il comporte une enceinte garnie de briques réfractaires dans laquelle sont installés des chenaux de traitement en acier inoxydable dont le fond est constitué par des diffuseurs.

Le sable tourne en circuit fermé à l'intérieur du four; il s'écoule par gravité dans les chenaux de préchauffage et de carbonisation; son relevage est assuré par un air-lift alimenté par les fumées chaudes provenant d'un brûleur à gaz à haute pression.

Pendant la période d'échauffement du four, les chenaux de traitement sont fluidisés de façon continue, par insufflation d'air; au cours des essais de carbonisation, ils sont fluidisés par intermittence, au moyen de vapeur.

Le four comporte trois moyens de chauffage :

- un chauffage externe par les fumées d'un brûleur à basse pression, qui sont distribuées à l'intérieur de l'enceinte calorifugée;
- un chauffage direct par les fumées du brûleur à haute pression, qui servent au relevage du sable;
- un chauffage direct par combustion de charbon fin que l'on mélange au sable lors de l'échauffement du four en vue d'accélérer sa mise en régime de température.

Dans ce premier four expérimental, on n'a pas cherché à étudier les sous-produits de la distillation; les gaz qui s'échappent de l'enceinte de traitement sont constitués par un mélange de fumées, de vapeur d'eau, de gaz de distillation et de goudrons. Ce mélange passe dans une chambre de combustion, avant d'être rejeté à l'atmosphère.

Tel quel, le four se prête à des opérations de carbonisation continue avec des durées de séjour qui peuvent s'échelonner entre 15 et 60 minutes.

Je n'entrerai pas dans le détail des modes opératoires qui sont décrits dans notre dernier Bulletin Technique (4) et j'aborderai immédiatement l'exposé des résultats les plus caractéristiques obtenus au cours de différentes séries d'essais.

(4) Inichar: Bulletin Technique « Houille et Dérivés » n° 30, avril 1964. Etude de la carbonisation, en lit de sable fluidisé, d'agglomérés à base de charbon gras et de semi-coke.

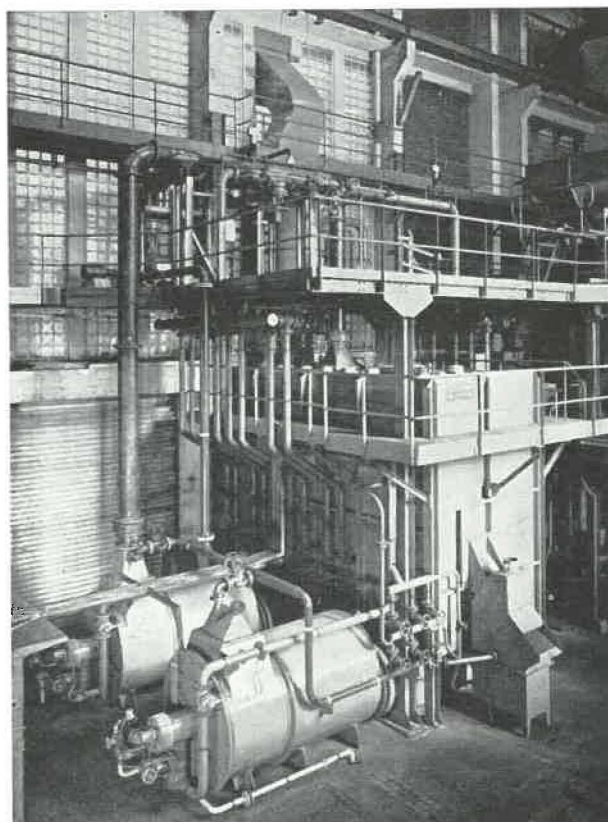


Fig. 6.

Four expérimental de carbonisation de la station d'essai d'Inichar.

Experimentele carbonisatieoven van het proefstation van Inichar.

- rechtstreeks door middel van fijnkool die men mengt met het zand tijdens de periode van het opwarmen, ten einde spoediger de regiemtemperatuur te bekomen.

In deze eerste experimentele oven werden geen pogingen aangewend om de nevenprodukten van de destillatie te ontleden; de gassen die uit de operatieruimte ontsnappen bestaan uit een mengsel van rookgassen, waterdamp, destillatiegas en teer. Het mengsel gaat eerst door een verbrandingskamer en wordt dan in de vrije lucht geloosd.

Als zodanig is de oven geschikt voor carbonisaties van doorlopende aard, met een verblijfsduur gaande van 15 tot 60 minuten.

Ik zal hier niet ingaan op al de bijzonderheden van de bewerking, die ten andere beschreven zijn in onze laatste Technische Mededeling (4) en zal onmiddellijk overgaan tot de bespreking van de meest karakteristieke resultaten der verschillende reeksen proeven.

(4) Inichar: Technische Mededeling « Kolen en Afgeleiden » n° 30, april 1964. Studie van de carbonisatie in bewegend zandbed van agglomeraten op basis van vette kolen en halfcokes.



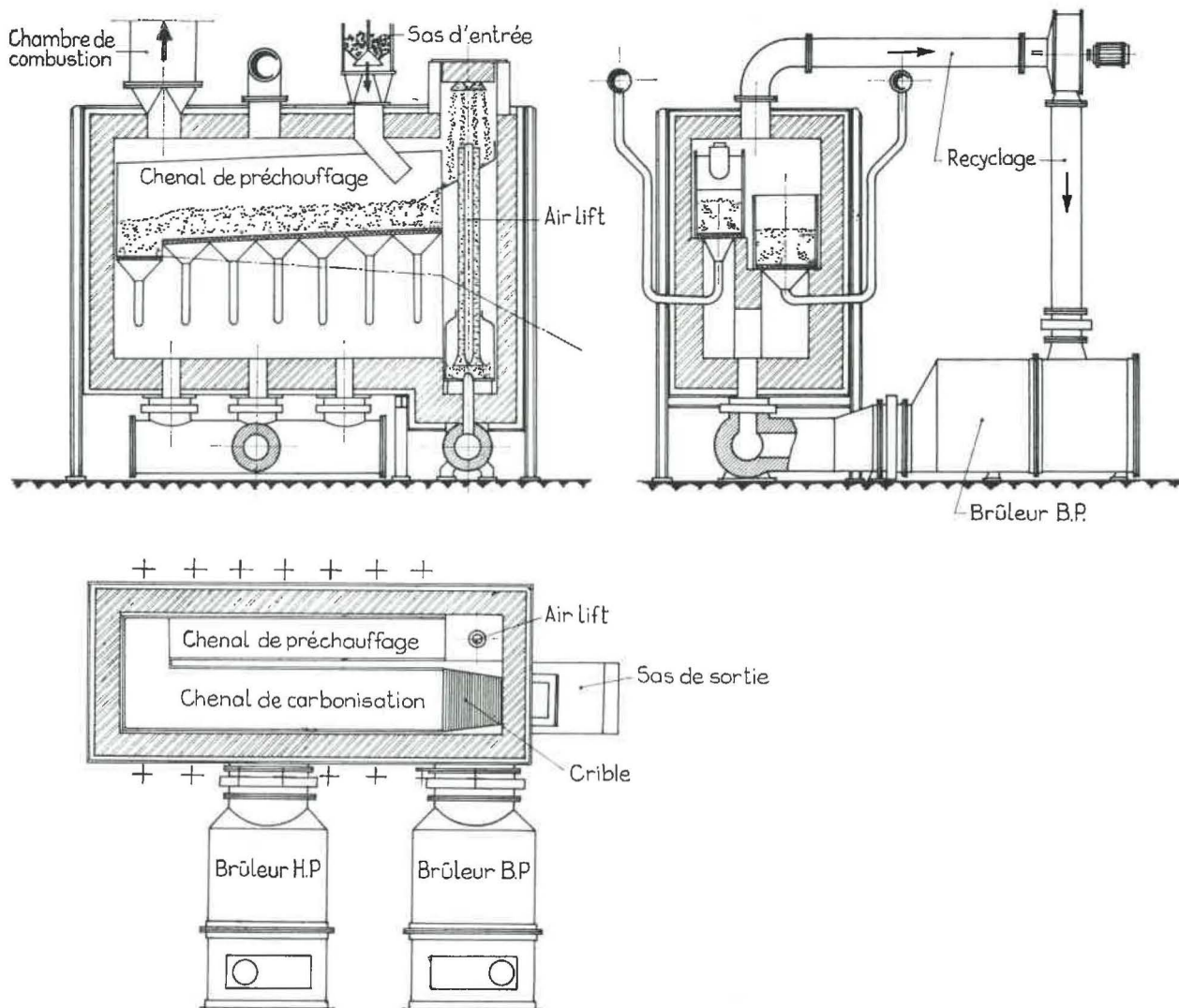


Fig. 7.

Schéma du four expérimental de carbonisation de la station d'essai d'Inchar.

Fig. 7.

Schema van de experimentele carbonisatieoven van het proefstation van Inchar.

Chambre de combustion: verbrandingskamer — Sas d'entrée: laadsas — Chenal de préchauffage: kanaal van de voorverwarming — Recyclage: herwinning — Brûleur BP: lage-drukbrander — Chenal de carbonisation: carbonisatiekanaal — Sas de sortie: ontladingsass — Crible: zeef — Brûleur HP: hoge-drukbrander.

## 6. CARBONISATION RAPIDE D'AGGLOMERES AU LIGNOSULFITE PRODUITS A PARTIR DE MELANGES DE CHARBON GRAS A ET DE SEMI-COKE

Nos premiers essais de carbonisation rapide ont été réalisés sur des boulets au lignosulfite, produits à partir d'un mélange de charbon gras A et de semi-coke de granulométrie 0-1 mm.

Le tableau II résume les caractéristiques de ces deux constituants et celles d'un charbon gras B utilisé lors d'une seconde série d'essais. Nous avons utilisé du lignosulfite en poudre additionné à raison de 5 % du poids du mélange charbon + semi-coke. Dans quelques pâtes à haute teneur en charbon gras, du soufre en poudre a été additionné à

## 6. SNELLE CARBONISATIE VAN AGGLOMERATEN VERVAARDIGD MET LIGNOSULFIET UIT EEN MENGSEL VAN VETKOOL A EN HALFCOKES

Onze eerste proeven met snelle carbonisatie werden uitgevoerd op eitjes met lignosulfiet, gemaakt van mengsels van vetkool A en halfcokes met een korrelgrootte van 0 tot 1 mm.

Tabel II geeft de karakteristieken van deze twee componenten alsmede van vetkool B die gebruikt werd bij een tweede reeks proeven. Lignosulfiet werd gebruikt in poedervorm naar rato van 5 % van het gewicht van het mengsel kolen-halfcokes. In enkele mengsels met een hoog gehalte aan vette kool werd poedervormige zwavel toegevoegd naar

TABLEAU II — TABEL II

Caractéristiques des charbons et du semi-coke.  
Karakteristieken van de kolen en de halfcokes.

	Gras A Vette A	Gras B Vette B	Semi-coke Halfcokes
Humidité - Vochtigheid	1,3	1,5	3,9
Cendres (s/sec) (%) - Asgehalte (%)	3,3	5,4	7,6
M.V <sup>1</sup> . (s/sec) (%) - Vl. Bestandd <sup>1</sup> . (%)	24,4	29,6	10,3
M.V <sup>2</sup> . (s/sec ss Cs) (%) - Vl. Bestandd <sup>2</sup> . (%)	25,3	31,3	11,1
Indice d'agglutination (Norme BSS n° 705) - Kleefindex (Norm BSS n° 705)	22,6	20,4	—
Indice de gonflement - Zwellingsindex	7,5	7,0	—
N° de classement - Rangnummer in het klasement	435	534	—
<b>Granulométrie - Korrelgrootte</b>			
< 1,25 mm	97,0	100,0	98,7
< 0,5 mm	86,3	85,8	80,7
< 0,2 mm	69,4	52,3	58,4
< 0,08 mm	39,2	19,4	30,9

raison de 1 ou 2 % comme modificateur des propriétés cokéfiantes. Les pâtes ont été préparées à froid, au malaxeur turbulent « Lödige ». Après briquetage à la presse rotative (750 kg/h), les agglomérés crus passent au four de séchage à lit de sable fluidisé où ils subissent un traitement de 10 min à une température voisine de 250°. Les agglomérés ainsi obtenus sont refroidis à l'air et entreposés durant quelques jours avant de subir le traitement de carbonisation.

Les carbonisations ont été réalisées avec une température finale de lit de sable de l'ordre de 550°.

Les figures 8 et 9 montrent l'évolution des propriétés des agglomérés carbonisés en fonction de la durée de traitement pour des mélanges contenant respectivement 40 et 70 % de charbon gras.

Pour les agglomérés à 40 % de charbon gras, la carbonisation est pratiquement terminée au bout de 20 minutes et la prolongation de la durée de traitement n'entraîne qu'une modification insignifiante du poids spécifique, de la résistance et de l'indice de matières volatiles des agglomérés.

Par contre, la prolongation du traitement accentue la diminution de volume et la perte de poids qui résultent de l'érosion superficielle. Cette érosion est liée à l'oxydation que subissent les agglomérés; elle augmente très notablement lorsque l'on admet un léger soufflage d'air comme moyen complémentaire de chauffage du four, mais elle est encore sensible en l'absence de tout soufflage,

rato van 1 tot 2 % om een betere cokesvorming te bekomen. Het deeg werd koud gereedgemaakt in een mengmolen « Lödige ». Na de vormgeving in een rotatiepers (750 kg/h) gaan de rauwe agglomeraten naar een droogoven waar ze in bewegend zandbed gedurende 10 minuten behandeld worden aan een temperatuur van nabij de 250°. Deze agglomeraten worden nadien aan de lucht afgekoeld en enkele dagen bewaard vooraleer de carbonisatie te ondergaan.

De carbonisaties werden doorgevoerd met een eindtemperatuur van het zandbed van de grootteorde van 550°.

Op de figuren 8 en 9 ziet men hoe de eigenschappen der gecarboniseerde agglomeraten evolueren in functie van de duur der behandeling voor mengsels die respectievelijk 40 en 70 % vetkool bevatten.

Voor agglomeraten met 40 % vetkool is de carbonisatie praktisch voleind na 20 minuten en het langer rekken van de behandeling veroorzaakt slechts een lichte wijziging van het soortelijk gewicht, de weerstand en het gehalte aan vluchtige bestanddelen.

Daarentegen geeft de voortzetting van de behandeling aanleiding tot een volumevermindering en een gewichtsverlies als gevolg van de oppervlakteerosie. Deze erosie houdt ook verband met de oxydatie die de agglomeraten ondergaan; zij neemt zeer sterk toe wanneer men om de verwarming van de oven te bevorderen een kleine luchtcirculatie toelaat, maar blijft nog voelbaar bij afwezigheid van alle luchtcirculatie, enkel wegens de aan-



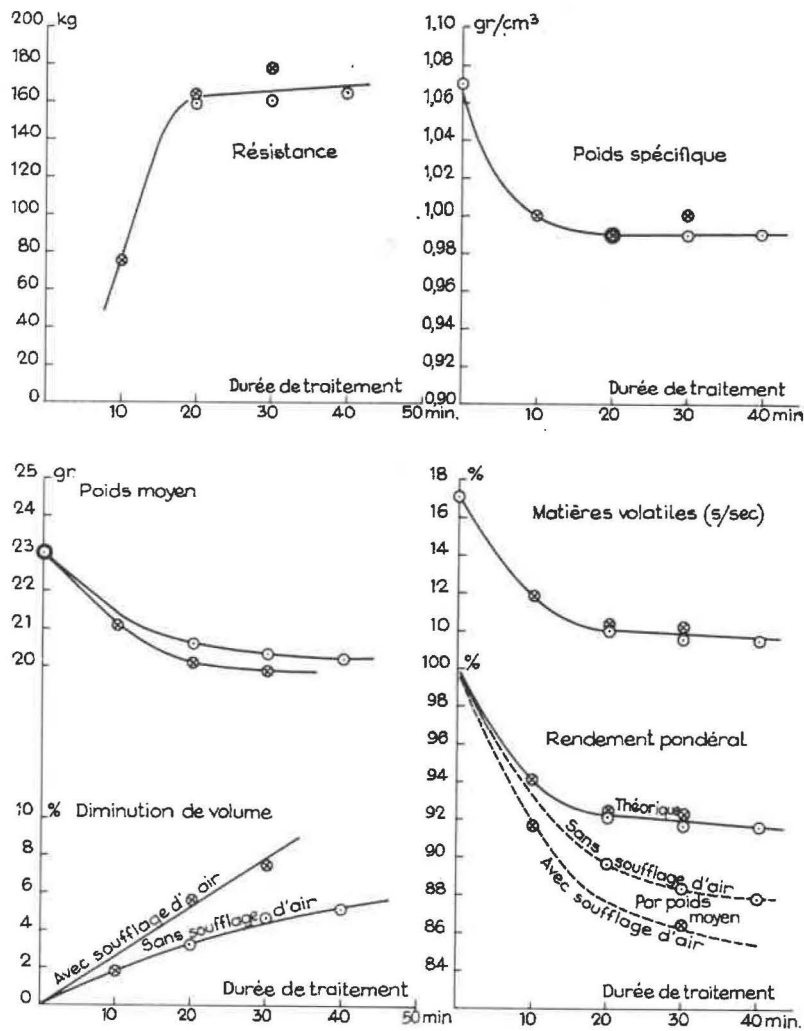


Fig. 8. Carbonisation d'agglomérés au lignosulfite (40 % gras A, 60 % s.c.). Influence de la durée de traitement.

Fig. 8. Carbonisatie van agglomeraten met lignosulfiet (40 % vette kool en 60 % halfcokes). Invloed van de duur der behandeling.

Résistance : weerstand — Durée de traitement : duur van de behandeling — Poids spécifique : soortelijk gewicht — Poids moyen : gemiddeld gewicht — Diminution de volume : vermindering van volume — avec/sans soufflage d'air : met/zonder inblazen van lucht — Matières volatiles : vluchtige bestanddelen (s/sec) — Rendement pondéral : gewichtsrendement — Par poids moyen : per gemiddeld gewicht.

du seul fait de la présence dans le four des fumées oxydantes provenant des deux brûleurs.

Dans un four industriel, les circuits gazeux seraient entièrement séparés et toute l'opération de carbonisation se déroulerait en atmosphère réductrice. De ce fait, la perte par abrasion pourrait être très notablement diminuée.

Pour les agglomérés à plus forte teneur en charbon gras, l'augmentation de la résistance des agglomérés traités est un peu moins rapide; néanmoins pour tous les essais réalisés par immersion dans du sable à température égale ou supérieure à 600°, on peut admettre que le traitement de carbonisation est pratiquement terminé au bout de 25 à 30 minutes.

wezigheid in de oven van de oxyderende rookgassen van beide branders.

In een industriële oven zouden de verschillende gasstromen volledig van elkander gescheiden zijn en heel de carbonisatiebewerking zou zich in een reducerend midden voltrekken. In dat geval zou het verlies door schuren merkkelijk kunnen verminderd worden.

Voor de agglomeraten met een hoger gehalte aan vette kool verloopt de stijging van de weerstand niet zo snel, maar toch kan men voor al de proeven waarbij zand werd gebruikt op een temperatuur van 600° of meer aannemen dat de carbonisatiebewerking praktisch beëindigd is na 25 tot 30 minuten.

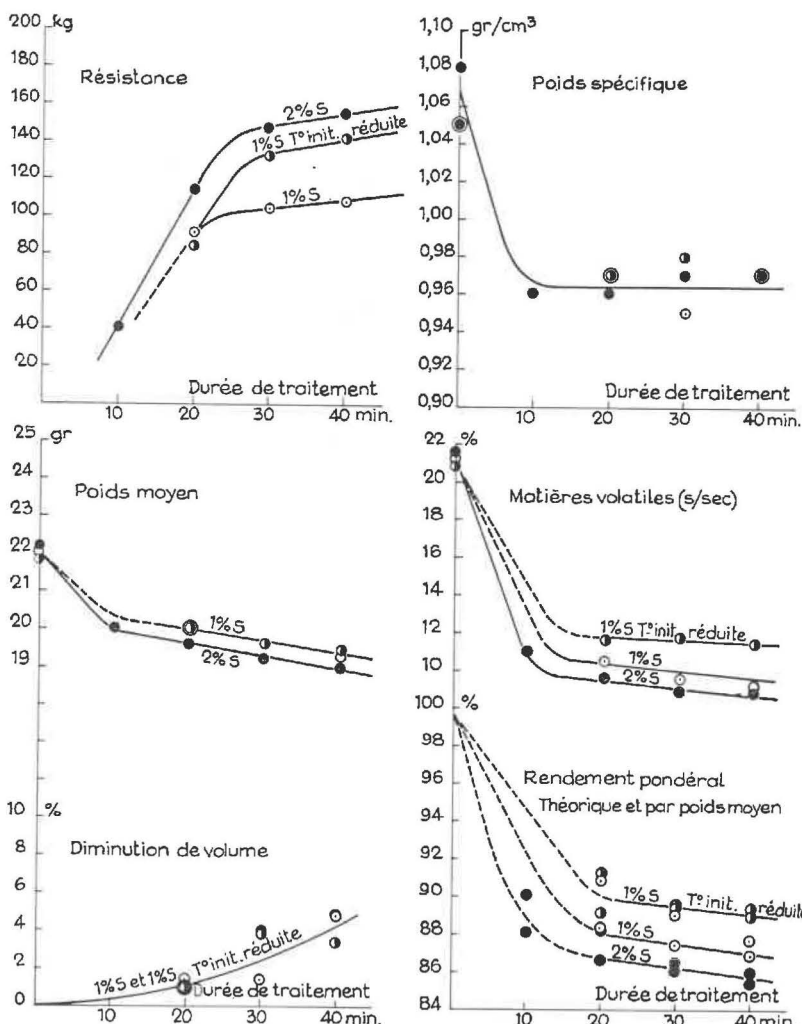


Fig. 9.

Carbonisation d'agglomérés au lignosulfite (70 % gras A, 30 % s.c.). Influence de la durée de traitement.

Fig. 9.

Carbonisatie van agglomeraten met lignosulfiet (70 % vette kool en 30 % halfcokes). Invloed van de duur der behandeling.

T° init. réduite : beperkte begintemperatuur.

On notera également que, pour les agglomérés à forte teneur en charbon gras, traités sans soufflage d'air dans les chenaux de traitement, l'écart entre le rendement pondéral théorique calculé à partir des indices de matières volatiles des boulets crus et des boulets traités, et le rendement obtenu par pesée est généralement négligeable.

Le tableau III constitue une récapitulation de tous les résultats obtenus pour une durée de carbonisation de 30 min et une température finale de sable comprise entre 545 et 560°.

A quelques exceptions près, les résultats sont d'une grande homogénéité, les fluctuations étant généralement limitées aux intervalles suivants :

- Résistance : 130 à 170 kg
- Cohésion Micum : 70 à 90 %
- Poids spécifique : 0,95 à 1,00
- Matières volatiles : 8,9 à 10,2 %.

Men dient ook te noteren dat voor agglomeraten met een hoog gehalte aan vetkool, die behandeld worden zonder luchttoevoer in de operatiekanalen, de afwijking tussen het theoretisch gewichtsrendement, berekend op basis van de gehalten aan vluchtige bestanddelen van de rauwe eitjes en de behandelde, en hetzelfde rendement, bekomen door weging, te verwaarlozen is.

Tabel III geeft de recapitulatie van al de resultaten die men bekomen heeft met een carbonisatie gedurende 30 minuten en een eindtemperatuur in het zand begrepen tussen 545 en 560°.

Op enkele uitzonderingen na vertonen de uitslagen een zeer grote homogeniteit; de schommelingen liggen in het algemeen binnen de volgende grenzen :

- Weerstand : 130 tot 170 kg
- Cohesie Micum : 70 tot 90 %
- Soortelijk gewicht : 0,95 tot 1,00
- Vluchtige bestanddelen : 8,9 tot 10,2 %.



TABLEAU III — TABEL III  
*Carbonisation rapide de boulets au lignosulfite.*  
*Snelle carbonisatie van eierkolen met lignosulfiet.*

N° d'ordre — Volgnummer	1	5	7	9	13
Gras A (%) - Vette A (%)	30	40	50	60	70
Semi-coke (%) - Halfcokes (%)	70	60	50	40	30
Lignosulfite (%) - Lignosulfiet (%)	5	5	5	5	5
Soufre (%) - Zwavel (%)	—	—	—	1	2
Température finale (°C) - Eindtemperatuur (°C)	555	550	560	545	555
<i>Boulets carbonisés 30 min - Eierkolen gedurende 30 min gecarboniseerd</i>					
Poids spécifique (g/cm <sup>3</sup> ) - Soortelijk gewicht (g/cm <sup>3</sup> )	0,99	1,00	0,98	0,96	0,97
Résistance (kg) - Weerstand (kg)	150	177	154	157	147
<i>Essai Micum (50 tours) - Micum-proef (50 omwentelingen)</i>					
Entiers (%) - Gehele eitjes (%)	76,0	72,7	36,7	85,4	21,9
Cohésion (%) - Cohesie (%)	84,5	87,4	69,0	91,4	81,3
Abrasion (%) - Slijtage (%)	12,8	8,1	8,3	5,9	5,6
<i>Analyse immédiate - Onmiddellijke analyse</i>					
Cendres s/sec (%) - Asgehalte s/sec (%)	7,3	7,2	6,5	6,6	6,9
M.V. s/sec (%) - Vl. bestandd. s/sec (%)	9,5	10,2	9,7	9,6	8,9
Collage de sable (%) - Aanklevend zand (%)	0,1	0,2	0,3	1,1	0,2

On notera cependant que, pour les mélanges qui ne comportent aucune addition de soufre, les résultats ne restent satisfaisants que pour des teneurs en charbon gras égales ou inférieures à 50 %; cette limite peut être reculée à 60 % moyennant l'addition de 1 % de soufre et à 70 % si l'on incorpore 2 % de soufre.

#### 7. CARBONISATION RAPIDE D'AGGLOMERES AU LIGNOSULFITE A BASE DE CHARBON GRAS B ET DE SEMI-COKE

Les résultats qui figurent au tableau IV et qui sont relatifs à des mélanges de gras B et de semi-coke ont été obtenus dans des conditions légèrement différentes.

En plus des 5 % de lignosulfite en poudre utilisés pour l'agglomération, on a additionné à la pâte 1 % de bentonite pour améliorer la qualité des boulets crus sortant de presse.

Par ailleurs, le traitement de carbonisation a été un peu plus progressif, la température du sable étant sensiblement la même aux deux extrémités du four.

Les résultats sont assez comparables à ceux que nous avons déjà signalés pour les gras A; toutefois, la densité et la résistance à l'écrasement des agglomé-

Men dient nochtans op te merken dat bij afwezigheid van zwavel in de lading de resultaten enkel dan goed zijn wanneer het mengsel 50 % of minder vetkoolbevat; door toevoeging van 1 % zwavel wordt deze grens verschoven tot 60 %, en door toevoeging van 2 % zwavel tot 70 %.

#### 7. SNELLE CARBONISATIE VAN AGGLOMERATEN MET LIGNOSULFIET OP BASIS VAN VETKOOL B EN HALFCOKES

De resultaten van de tabel IV die betrekking hebben op mengsels van vetkolen B en halfcokes werden in enigszins andere voorwaarden bekomen.

Behalve de 5 % poedervormig lignosulfiet voor de vormgeving werd aan het deeg 1 % bentoniet toegevoegd om de hoedanigheid van de eitjes aan de uitgang van de pers te verbeteren.

Voor het overige is de carbonisatiebewerking meer geleidelijk verlopen, terwijl de temperatuur van het zand op weinig na dezelfde was aan beide uiteinden van de oven.

De uitslagen zijn tamelijk goed te vergelijken met die welke wij hoger voor de vetkolen A hebben aangegeven; de dichtheid en de weerstand van de agglomeraten is echter een weinig lager en hun

TABLEAU IV — TABEL IV  
 Carbonisation rapide de boulets au lignosulfite.  
 Snelle carbonisatie van eierkolen met lignosulfiet.

N° d'ordre — Volnummer	2	3	5	6	7	8
Gras B (%) - Vette B (%)	50	60	60	70	70	80
Semi-coke (%) - Halfcokes (%)	50	40	40	30	30	20
Lignosulfite (%) - Lignosulfiet (%)	5	5	5	5	5	5
Bentonite (%) - Bentoniet (%)	1	1	1	1	1	1
Soufre (%) - Zwavel (%)	—	—	1	1	2	2
Température finale (°C) - Eindtemperatuur (°C)	545	550	555	530	575	540
<i>Boulets carbonisés 30 min - Eierkolen gedurende 30 min gecarboniseerd</i>						
Poids spécifique (g/cm <sup>3</sup> ) - Soortelijk gewicht (g/cm <sup>3</sup> )	0,89	0,90	0,94	0,89	0,93	0,88
Résistance (kg) - Weerstand (kg)	96	130	117	68	99	102
<i>Essai Micum (50 tours) - Micum-proef (50 omentelingen)</i>						
Entiers (%) - Gehele eitjes (%)	81,8	76,2	69,4	49,4	54,7	45,4
Cohésion (%) - Cohesie (%)	88,3	89,7	90,7	70,1	87,0	80,2
Abrasion (%) - Slijtage (%)	10,8	8,9	6,8	9,4	8,6	6,5
<i>Analyse immédiate - Onmiddellijke analyse</i>						
Cendres s/sec (%) - Asgehalte s/sec (%)	8,2	8,2	8,4	7,7	8,1	7,8
M.V. s/sec (%) - Vl. bestandd. s/sec (%)	12,7	12,2	11,8	14,0	9,9	12,0
Collage de sable (%) - Aanklevend zand (%)	0,2	0,2	0,5	0,1	0,2	0,2

mérés carbonisés sont généralement plus faibles et leur indice de matières volatiles un peu plus élevé.

La résistance assez faible obtenue lors de l'essai n° 6 résulte d'une température de traitement anormalement basse (530°).

Au cours de ces essais, l'incorporation de charbon cru a pu être augmentée de 10 % par rapport aux essais précédents; les doses limites expérimentées avec succès atteignent :

- 60 % sans soufre,
- 70 % avec 1 % de soufre et
- 80 % avec 2 % de soufre.

#### 8. CARBONISATION RAPIDE D'AGGLOMERES AU BRAI A BASE DE CHARBON GRAS A ET DE SEMI-COKE

La carbonisation rapide en lit de sable fluidisé par intermittence peut également s'appliquer à des boulets de charbon gras et de semi-coke agglomérés au brai.

gehalte aan vluchtige bestanddelen een weinig hoger.

De betrekkelijk lage weerstand gevonden tijdens de proef nr 6 is het gevolg van een abnormaal lage temperatuur (530°).

Tijdens deze proeven heeft men de hoeveelheid kolen in het rauwe mengsel met 10 % kunnen verhogen tegenover de vorige proeven; men heeft gunstige resultaten bekomen met de volgende gehalten :

- 60 % zonder zwavel
- 70 % met 1 % zwavel en
- 80 % met 2 % zwavel.

#### 8. SNELLE CARBONISATIE VAN AGGLOMERATEN MET PEK OP BASIS VAN VETKOLEN A EN HALFCOKES

De snelle carbonisatie in bij tussenpozen bewegend zandbed kan ook toegepast worden op eierkolen vervaardigd uit vetkolen en halfcokes samengekit met pek.



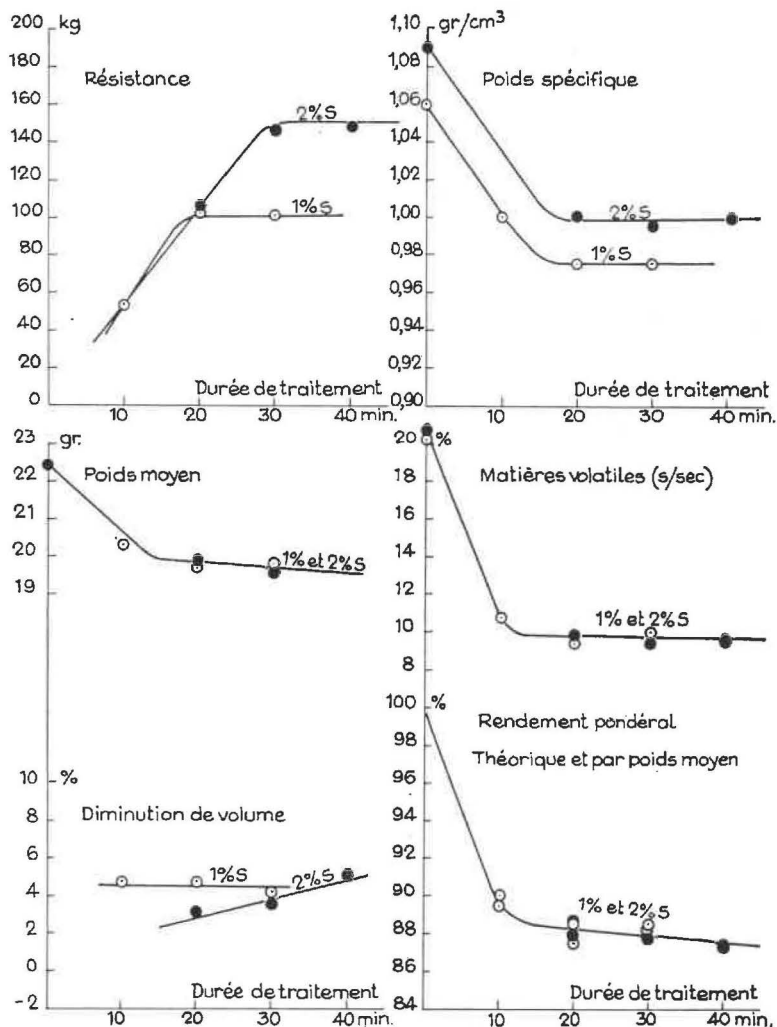


Fig. 10.  
Carbonisation d'agglomérés au brai (50 % gras A,  
50 % s.c.). Influence de la durée de traitement.

Fig. 10.  
Carbonisatie van agglomeraten met pek (50% vette kool  
en 50 % halfcokes). Invloed van de duur der behandeling.

Le déroulement de la carbonisation reste pratiquement le même que pour des agglomérés au lignosulfite mais, du fait de la fusibilité du brai, la dose d'amaigrissant doit être renforcée, et la dose de charbon gras reste limitée aux valeurs suivantes :

- 40 % sans soufre
- 50 % avec 1 % de soufre
- 60 % avec 2 % de soufre.

La figure 10 met en évidence l'influence de la durée de traitement sur les caractéristiques des agglomérés carbonisés produits à partir d'un mélange de 50 % de charbon gras A et de 50 % de semi-coke, additionné de 1 ou de 2 % de soufre et le tableau V résume les résultats obtenus avec des incorporations de charbon gras variant de 10 à 60 %.

De carbonisatie verloopt ongeveer op dezelfde manier als voor de agglomeraten met lignosulfiet, maar wegens de smeltbaarheid van het pek moet men een grotere dosis vermageringsmiddel toevoegen, zodat de hoeveelheid kolen beperkt blijft tot het volgende :

- 40 % zonder zwavel
- 50 % met 1 % zwavel
- 60 % met 2 % zwavel.

Figuur 10 verduidelijkt de invloed van de duur der behandeling op de karakteristieken van agglomeraten bekomen met een mengsel bestaande uit 50 % vetkool A en 50 % halfcokes, vermeerderd met 1 of 2 % zwavel; de tabel 5 geeft de resultaten die men bekomt met hoeveelheden vette kolen gaande van 10 tot 60 %.

**TABLEAU V — TABEL V**  
*Carbonisation rapide de boulets au brai.*  
*Snelle carbonisatie van eierkolen met pek.*

N° d'ordre — Volgnummer	1	2	3	4	5	6	8
Gras A (%) - Vette A (%)	10	20	30	40	50	50	60
Semi-coke (%) - Halfcokes (%)	90	80	70	60	50	50	40
Brai (%) - Pek (%)	8	8	8	8	8	8	8
Huile anthracénique (%) - antraceni- sche olie (%)	1	1	1	1	1	1	1
Soufre (%) - Zwavel (%)	—	—	—	—	1	2	2
Température finale (°C) - Eindtem- peratuur (°C)	545	555	555	565	560	555	560
<i>Boulets carbonisés 30 min - Eierkolen gedurende 30 min gecarboniseerd</i>							
Poids spécifique (g/cm <sup>3</sup> ) - Soortelijk gewicht (g/cm <sup>3</sup> )	0,98	0,995	0,99	0,91	0,975	0,995	1,00
Résistance (kg) - Weerstand (kg)	110	140	111	61	101	146	101
<i>Essai Micum (50 tours) - Micum-proef (50 omwentelingen)</i>							
Entiers (%) - Gehele eitjes (%)	33,5	65,7	44,2	93,8	75,4	76,0	75,0
Cohésion (%) - Cohesie (%)	45,5	93,6	70,5	96,9	97,5	95,2	94,8
Abrasion (%) - Slijtage (%)	18,0	5,7	10,4	2,5	8,5	4,8	4,3
<i>Analyse immédiate - Onmiddellijke analyse</i>							
Cendres s/sec (%) - Asgehalte s/sec (%)	7,3	6,8	6,4	6,5	6,3	6,0	6,4
M.V. s/sec (%) - Vl. bestandd. s/sec (%)	8,1	8,65	8,3	8,7	9,9	9,6	8,7
Collage de sable (%) - Aanklevend zand (%)	0,3	0,1	0,4	0,2	0,3	0,1	0,9

**9. RETOUR A LA THEORIE**

La nécessité de recourir à l'addition de semi-coke en quantité relativement importante constitue un handicap lorsque l'on a pour objectif de convertir des charbons gras en agglomérés domestiques non fumeux et l'on peut se demander si une adaptation convenable du procédé ne permettrait pas d'augmenter la dose de charbon cru. Ceci va nous donner l'occasion d'un retour à la théorie pour l'interprétation des résultats obtenus et la recherche de solutions nouvelles.

A la figure 11 se trouvent reportées les courbes d'échauffement d'un boulet de 20 g plongé dans un lit de sable pulsé maintenu à 550°, ainsi que la position du point de rebroussement de la courbe dilatométrique, du point nodal et du point de durcissement tels qu'ils résultent des données théoriques que nous avons exposées précédemment.

**9. TERUG NAAR DE THEORIE**

Het feit dat men steeds een betrekkelijk grote hoeveelheid halfcokes moet gebruiken betekent een nadeel wanneer het er om gaat vette kolen om te zetten in rookloze huishoudkolen; het is de vraag of men het procédé niet zo kan wijzigen dat de dosis vette kolen mag vermeerderd worden. Zo komen wij terug tot de theorie die ons de waargenomen verschijnselen moet verklaren en ons moet toelaten een oplossing te vinden.

Op figuur 11 vindt men de verwarmingskrommen van een eitje van 20 g in een bewegend zandbed op een temperatuur van 550°, evenals de ligging van het dieptepunt in de uitzettingskromme, het keerpunt en het stollingspunt zoals deze bepaald werden door middel van de theoretische gegevens waarvan hoger sprake.



Ces courbes mettent en évidence une caractéristique essentielle de la méthode de carbonisation rapide en lit de sable pulsé : la traversée de la zone de plasticité, qui se situe entre le point de rebroussement et le point nodal, s'effectue avec une vitesse suffisamment grande pour que la plastification n'apparaisse que par couches successives, la première couche superficielle ayant déjà franchi le point nodal lorsqu'une couche située à quelques millimètres de profondeur aborde la zone de plasticité.

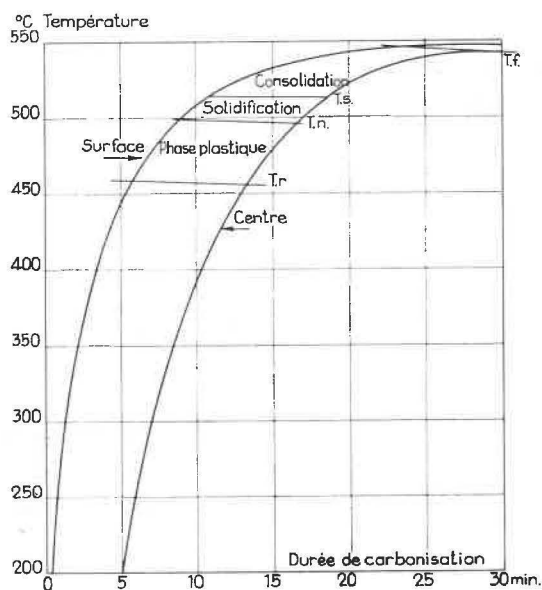


Fig. 11.

Carbonisation rapide d'un aggloméré de 20 g dans un lit de sable à 550° fluidisé par intermittence.

Snelle carbonisatie van een agglomeraat van 20 g in een bij tussenpozen bewegend zandbed op een temperatuur van 550°.

Surface : oppervlakte

Centre : kern

Phase plastique : plastische fase

Solidification : stolling

Consolidation : versteviging

Durée de carbonisation : duur van de carbonisatie.

On comprend, dès lors, comment l'aggloméré peut conserver sa forme initiale et subir de très grandes vitesses de chauffe sans donner lieu à un boursoufflement en masse. En fait, la première coquille superficielle se forme et se consolide autour d'un noyau encore solide et, lorsque le cœur du boulet aborde la fusion passagère, il constitue une sorte de bain fondu, à l'intérieur d'une coquille résistante.

Pendant cette phase de consolidation, les grains de semi-coke incorporés dans le mélange constituant l'aggloméré, jouent le rôle d'un squelette poreux et infusible autour duquel s'amorce la solidification du charbon en fusion. Grâce à cette action, la coquille garde une porosité convenable et l'aggloméré se consolide progressivement en une masse homogène à structure poreuse relativement élastique.

Deze krommen leggen de nadruk op een essentiële eigenschap van de snelle carbonisatie in bewegend zandbed : de zone van plasticiteit, die gelegen is tussen het dieptepunt en het keerpunt, wordt voldoende snel doorlopen opdat de vervloeiing op ieder ogenblik slechts op een laag zou betrekking hebben, zodat de buitenlaag reeds voorbij het keerpunt is wanneer een laag gelegen op enkele millimeters diepte pas aan de plasticiteit toe is.

Men begrijpt nu ook dat het agglomeraat zijn eigen vorm kan behouden en een zeer snelle verwarming kan doorstaan zonder massief op te zwellen. In werkelijkheid bestaat er reeds een harde buitenlaag die stolt rondom een nog vloeibare kern; wanneer het binnenste van het eitje tijdelijk vloeibaar wordt, is dit niet meer dan een smeltbad in het inwendige van een weerstandbiedende schelp.

Gedurende deze fase van het stollen spelen de korrels halfcokes die in het samenstellend mengsel aanwezig zijn, de rol van een poreus en steeds vast blijvend skelet, waaromheen de gesmolten kool zijn stolling aanvangt. Aan deze invloed is het te danken dat de schelp voldoende poreus blijft en dat het agglomeraat geleidelijk stolt tot een homogene massa met een tamelijk elastische structuur.

Wanneer men geen halfcokes gebruikt staat men voor gans andere verschijnselen : er vormt zich een zeer compacte schelp omheen een borrelende kern; deze schelp heeft een vitrietachtige structuur en is zeer broos; dikwijls breekt ze in verschillende stukken wegens de inwendige spanningen die het gevolg zijn van de afkoeling.

Indien men de halfcokes helemaal zou willen weglaten zou men tevens het principieel van de snelle carbonisatie volgens concentrische zones moeten opgeven, en terugkeren tot een geleidelijke carbonisatie met betrekkelijk lage verwarming.

Figuur 12 toont aan dat dit resultaat kan bekomen worden wanneer men de temperatuur van het zand vermindert tot 470°; in dat geval zal zich inderdaad de ganse massa van het agglomeraat in de plastische zone bevinden op het ogenblik dat de stolling begint, en deze stolling verloopt langzaam, vermits de temperatuur tijdens deze periode niet vlugger stijgt dan met 1 of 2° per minuut. Indien men de behandeling op dat punt moest stopzetten zou men slechts een agglomeraat met kleine weerstand bekomen, maar niets belet ons om, op het ogenblik dat de stolling gaat eindigen, het bad te verwarmen door geleidelijk warm zand toe te voegen; op deze manier evolueert men naar

En l'absence de semi-coke, les phénomènes sont très différents et l'on assiste à la formation d'une coquille très compacte entourant une zone centrale, bulleuse; cette coquille, à structure vitreuse, est d'une grande fragilité et souvent elle éclate en plusieurs morceaux par suite des tensions internes qui s'y développent en cours de refroidissement.

La suppression totale du semi-coke ne peut être envisagée que si l'on renonce au principe de la carbonisation rapide, en zones concentriques, pour revenir à une carbonisation progressive à vitesse de chauffe relativement faible.

La figure 12 montre que ce résultat peut être atteint si la température du bain de sable est abaissée au voisinage de 470°; en effet, en pareil cas, toute la masse de l'aggloméré a atteint la phase plastique au moment où débute la solidification et cette solidification se produit à vitesse très lente, la montée de la température au cours de cette période ne dépassant pas 1 à 2° par minute.

Si le traitement s'achevait là, on n'obtiendrait qu'un aggloméré de faible résistance, mais rien n'empêche, lorsque la solidification est en voie d'achèvement, de réchauffer le bain par une addition progressive de sable chaud et d'évoluer ainsi vers une méthode de carbonisation progressive dont la durée totale serait de l'ordre de 50 à 60 minutes.

#### 10. CARBONISATION PROGRESSIVE D'AGGLOMERES AU LIGNOSULFITE A BASE DE CHARBONS GRAS

Compte tenu de la longueur réduite de notre four expérimental et des moyens disponibles pour le réchauffage du lit de sable, il n'a pas été possible de réaliser un traitement de carbonisation progressive avec écoulement continu de la charge. L'étude a été réalisée en discontinu, en supprimant la grille utilisée pour la séparation du sable et des agglomérés et en immergeant un panier métallique contenant 30 à 40 kg d'agglomérés dans le puisard situé sous cette grille.

La température du sable contenu dans ce puisard est réglée en ajoutant du sable chaud provenant des chenaux de traitement et en soutirant le sable partiellement refroidi.

Ce mode opératoire présente quelques difficultés; en effet, nous ne disposons d'aucun moyen de mesure du débit de sable ajouté et, de ce fait, les courbes d'échauffement que nous avons réalisées n'ont pas toujours eu la progressivité voulue (fig. 13).

Il faut également signaler le manque de mobilité des boulets contenus dans le panier en treillis, qui a pour corollaire un traitement assez irrégulier avec une tendance à la surchauffe des boulets périphériques.

een methode van geleidelijke carbonisatie met een totale duur van 50 tot 60 minuten.

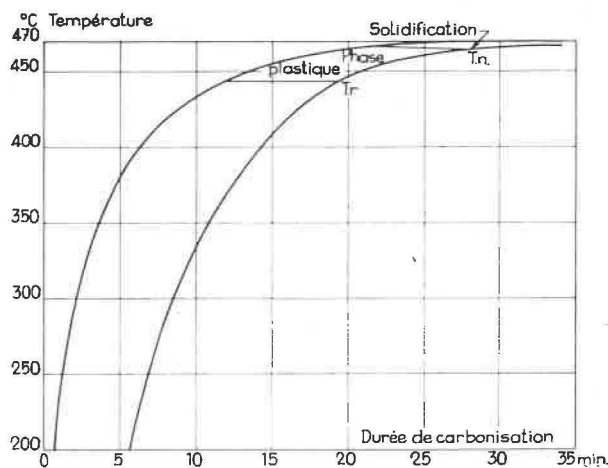


Fig. 12.

Carbonisation progressive d'un aggloméré de 20 g dans un lit de sable à 470° fluidisé par intermittence.

Geleidelijke carbonisatie van een agglomeraat van 20 g in een bij tussenpozen bewegend zandbed op een temperatuur van 470°.

#### 10. GELEIDELIJKE CARBONISATIE VAN AGGLOMERATEN MET LIGNOSULFIET OP BASIS VAN VETTE KOLEN

Wegens de lengte van onze experimentele oven en de beschikbare verwarmingsinstallatie is het niet mogelijk geweest een geleidelijke carbonisatie met continu verlading uit te voeren. Men heeft de proef op discontinue wijze gemaakt, door het rooster waarop kolen en zand moeten gescheiden worden weg te nemen en een metalen korf met 30 tot 40 kg agglomeraten neer te laten in een put onder het rooster.

De temperatuur van het zand in deze put wordt op peil gehouden door middel van vers zand komend van de operatiekanalen en door het wegtrekken van het gedeeltelijk afgekoeld zand.

Deze werkwijze vertoont enkele moeilijkheden: in werkelijkheid beschikken we over geen enkel middel om het debiet van het verse zand te meten en daarom zijn de bekomen verwarmingskrommen niet altijd zo vloeiend als men zou gewent hebben (figuur 13).

Ook moet vermeld worden dat de eitjes in de korf uit vlechtwerk niet voldoende beweeglijk waren, hetgeen aanleiding geeft tot een tamelijk onregelmatige behandeling en een neiging tot oververhitting van de eitjes gelegen aan de omtrek.



Le tableau VI résume quelques-uns des résultats que nous avons obtenus par cette méthode avec des doses de charbon gras comprises entre 80 et 100 % et une addition de soufre limitée à 1 %.

Les résultats relatifs aux boulets à 100 % de charbon gras ne sont pas entièrement satisfaisants, cependant nous avons pu obtenir un lot d'agglomérés carbonisés d'un poids spécifique de 0,88 d'une résistance moyenne de 117 kg et d'une cohésion voisine de 80 %; ces boulets présentent quelques défauts superficiels et une certaine fragilité due à des tensions internes, mais on pourrait vraisemblablement y remédier en portant la durée de traitement de 60 à 90 minutes.

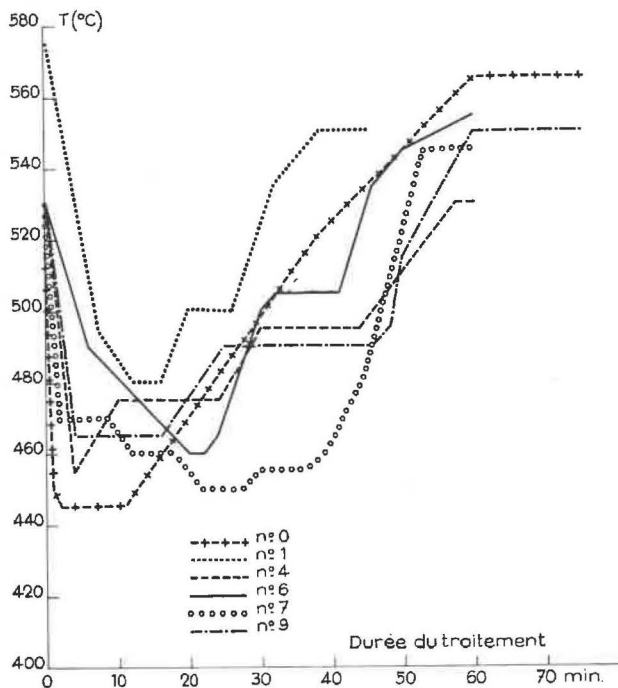


Fig. 13.

Evolution de la température du sable au cours des essais de carbonisation progressive des agglomérés de 20 g.

Evolutie van de temperatuur van het zand in de loop van een geleidelijke carbonisatieproef op agglomeraten van 20 g.

Durée de traitement : durée van de behandeling.

On notera le résultat assez remarquable obtenu avec un mélange de 80 % de charbon gras et une durée de traitement de 75 minutes. Lors de cet essai, le charbon avait été tamisé en-dessous de 0,5 mm et l'amélioration de densité que l'on constate résulte vraisemblablement de l'effet superposé de ce tamisage, de la présence de 20 % de semi-coke, de la durée de traitement assez longue et de la température finale plus élevée.

De tabel VI geeft enkele resultaten, bekomen met deze methode, en met gehalten aan vette kolen begrepen tussen 80 en 100 %, aangevuld met niet meer dan 1 % zwavel.

Met 100 % vette kool werden geen volledig bevredigende resultaten verkregen, maar toch heeft men in een bepaald geval gecarboniseerde agglomeraten bekomen met een dichtheid van 0,88, een gemiddelde weerstand van 117 kg en een cohesie van ongeveer 80 %; deze eitjes vertonen oppervlaktegebreken en een zekere broosheid wegens inwendige spanningen, maar daaraan zou men waarschijnlijk kunnen verhelpen door de duur van de behandeling te brengen van 60 op 90 minuten.

Er werd een merkwaardig resultaat bekomen met een mengsel met 80 % vette kool en een behandelingsduur van 75 minuten. Bij deze proef was de kool gezeefd geworden zodat alleen korrels van minder dan 0,5 mm werden gebruikt; indien men een hogere dichtheid heeft verkregen is dat waarschijnlijk te wijten aan de gezamenlijke invloed van het zeven, de 20 % halfcokes, de tamelijk lange duur van de operatie en de hogere eindtemperatuur.

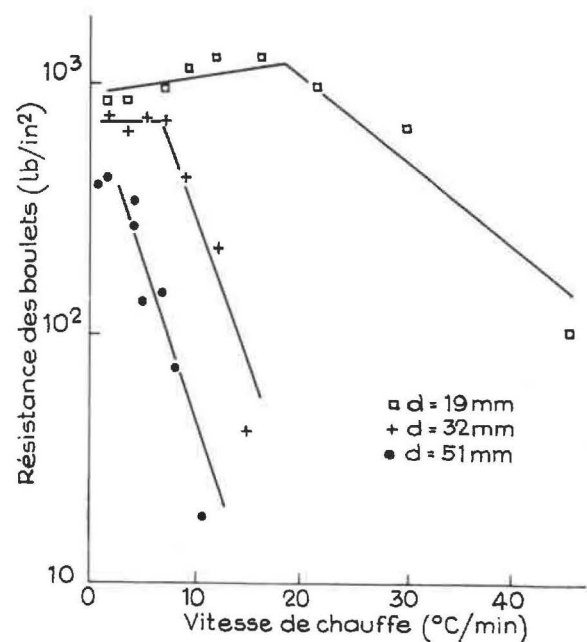


Fig. 14.

Influence du diamètre des agglomérés sur les vitesses de chauffe admissibles.

Invloed van de doormeter van de agglomeraten op de toelaatbare verwarmingsnelheid.

Résistance des boulets (lb/in<sup>2</sup>) :  
weerstand van de eitjes (lb/in<sup>2</sup>)  
Vitesse de chauffe : verwarmingsnelheid

TABLEAU VI — TABEL VI

Carbonisation progressive de boulets au lignosulfite.  
Geleidelijke carbonisatie van eierkolen met lignosulfiet.

N° d'ordre — Volgnummer	0	1	4	6	7	9
Gras A (%) - Vette A (%)	80*	80	100	—	—	—
Gras B (%) - Vette B (%)	—	—	—	80	90	100
Semi-coke (%) - Halfcokes (%)	20	20	—	20	10	—
Lignosulfite (%) - Lignosulfiet (%)	6	5	5	5	5	5
Bentonite (%) - Bentoniet (%)	—	1	1	1	1	1
Soufre (%) - Zwavel (%)	1	—	1	1	1	—
Température finale (°C) - Eindtemperatuur (°C)	565	550	530	550	545	550
Durée totale (min) - Totale duur (min)	75	45	60	60	60	75
Poids spécifique (g/cm <sup>3</sup> ) - Soortelijk gewicht (g/cm <sup>3</sup> )	1,025	0,84	0,88	0,87	0,87	0,81
Résistance (kg) - Weerstand (kg)	167	87	117	133	76	82
Essai Micum (50 tours) - Micum-proef (50 omtrentelingen)						
Entiers (%) - Gehele eitjes (%)	68,4	85,7	37,5	50,0	39,9	44,0
Cohésion (%) - Cohesie (%)	91,2	91,1	79,4	82,0	79,8	81,5
Abrasion (%) - Slijtage (%)	6,1	6,7	2,3	7,7	6,7	4,9
Analyse immédiate - Onmiddellijke analyse						
Cendres s/sec (%) - Asgehalte s/sec (%)	6,7	7,6	7,1	8,5	8,2	9,5
M.V. s/sec (%) - Vl. bestandd. s/sec (%)	7,7	9,3	10,1	8,1	9,1	9,1
Collage de sable (%) - Aanklevend zand (%)	0,2	0,5	0,6	0,0	0,0	0,7

\* tamisé < 0,5 mm — gezeefd < 0,5 mm

11. INFLUENCE DU DIAMETRE  
DES AGGLOMERES

Une étude de Dainton et Philips (5) a mis en évidence la très grande influence de la dimension des agglomérés sur la vitesse de chauffe qu'ils peuvent subir sans dommage au cours de leur carbonisation.

La figure 14 résume les résultats de leurs recherches. On peut en déduire que la vitesse maximum de carbonisation tolérable pour un aggloméré de composition donnée est sensiblement proportionnelle à l'inverse du carré de son diamètre.

A partir de ces données, il nous a paru intéressant d'expérimenter le traitement de carbonisation

11. INVLOED VAN DE DOORMETER  
VAN DE AGGLOMERATEN

Uit een studie van Dainton en Philips (5) blijkt dat de afmetingen van de agglomeraten een zeer grote invloed hebben op de verwarmingssnelheid die ze kunnen verdragen zonder er nadelige gevolgen van te ondervinden.

Figuur 14 geeft een samenvatting van hun zoekingen. Men ziet dat de maximum toelaatbare carbonisatiesnelheid voor een agglomeraat van gegeven samenstelling klaarblijkelijk omgekeerd evenredig is met het vierkant van zijn doormeter.

Ons baserende op deze gegevens, hebben wij het de moeite waard gevonden proeven te doen

(5) DAINTON A.D. et PHILIPS J.W.: Proc. Residential Conference on Science in the Use of Coal, Inst. of Fuel, London 1958, pp. C 40-3.

(5) DAINTON A.D. en PHILIPS J.W.: Proc. Residential Conference on Science in the Use of Coal, Inst. of Fuel, London 1958, pp. C 40-3.

progressive en lit de sable sur des agglomérés de très petit calibre. Le Dr. Müschenborn, qui dirige la station d'essais d'agglomération du Bergwerksverband, a bien voulu nous prêter son concours pour la fabrication de quelques charges expérimentales d'agglomérés au lignosulfite d'un poids de l'ordre de 5 à 6 g qui ont été produits à partir d'un charbon gras B d'origine belge et de deux charbons flambants allemands.

Ces agglomérés ont été soumis à des traitements de carbonisation en sable chaud. L'évolution de la température du sable est indiquée à la figure 15 et les résultats obtenus sont groupés au tableau VII.

met het carboniseren van zeer kleine kalibers in zand. Dr. Müschenborn, hoofd van het proefstation voor agglomeraten van het Bergwerksverband, heeft ons bereidwillig geholpen om enkele ladingen te vervaardigen, van agglomeraten met lignosulfiet met een gewicht van rond de 5 tot 6 g, bestaande uit vette kolen B van Belgische herkomst en twee soorten vlamkolen van Duitse herkomst.

Deze agglomeraten werden gecarboniseerd in heet zand; het verloop van de temperatuur van het zand wordt weergegeven in figuur 15; de bekomen resultaten vindt men in tabel VII.

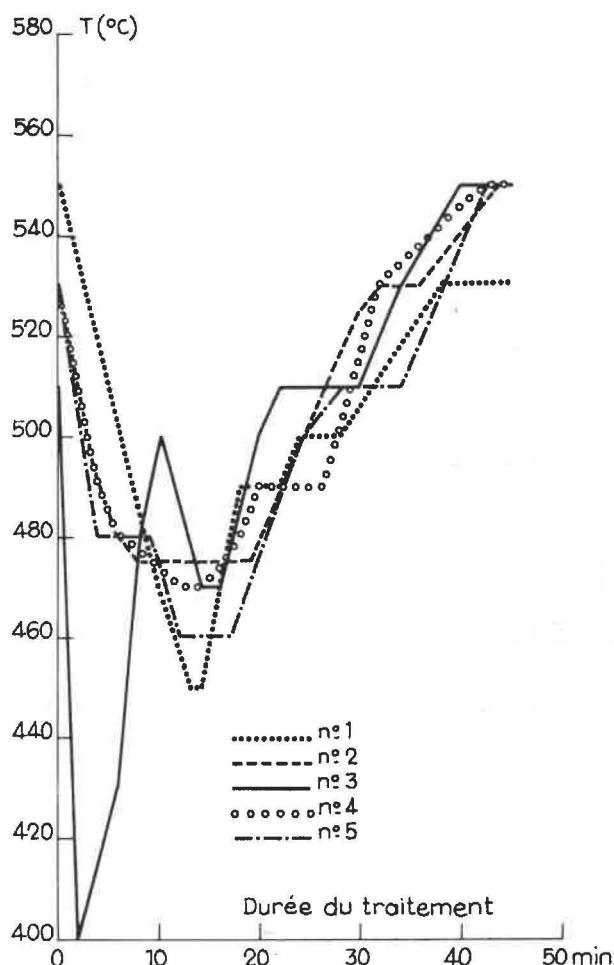


Fig. 15.

Evolution de la température du sable au cours des essais de carbonisation progressive des agglomérés de 5 à 6 g.

Fig. 15.

Evolutie van de temperatuur van het zand in de loop van een geleidelijke carbonisatieproef met agglomeraten van 5 tot 6 g.

La résistance des boulets séchés était de l'ordre de 20 kg; après carbonisation elle passe au voisinage de 100 kg, ce qui est tout à fait remarquable, si l'on tient compte de la très petite taille des agglomérés.

Les agglomérés carbonisés ont un poids spécifique de l'ordre de 0,80 à 0,85 et un indice de matières volatiles voisin de 10.

Gedroogd hadden deze eitjes een weerstand van 20 kg; na carbonisatie is dat 100 kg geworden, een zeer merkwaardig resultaat rekening gehouden met de zeer kleine afmetingen van deze agglomeraten.

De gecarboniseerde agglomeraten hebben een soortelijk gewicht van de orde van 0,80 tot 0,85 en bevatten rond de 10 % vluchtige bestanddelen.



TABLEAU VII — TABEL VII

*Carbonisation de petits boulets au lignosulfite.*

Poids moyen : boulets crus 5,6 g

Boulets carbonisés : 3,8 à 4,4 g

*Carbonisatie van kleine eierkolen met lignosulfiet.*

Gemiddeld gewicht der rauwe eitjes : 5,6 g

Gecarboniseerde eitjes : 3,8 tot 4,4 g

N° d'ordre — Volgnummer	1	2	3	4	5
Gras B (%) - Vette B (%)	80	90	100	—	—
Flambant (%) - Vlamkolen (%)	—	—	—	100	100
Semi-coke (%) - Halfcokes (%)	20	10	—	—	—
Lignosulfite (%) - Lignosulfiet (%)	5	5	5	5	5
Bentonite (%) - Bentoniet (%)	1	1	1	—	—
Soufre (%) - Zwavel (%)	—	—	1	—	—
Température finale (°C) - Eindtemperatuur (°C)	530	550	550	550	550
Durée totale (min) - Totale duur (min)	45	45	45	45	45
Poids spécifique (g/cm <sup>3</sup> ) - Soortelijk gewicht (g/cm <sup>3</sup> )	0,85	0,84	0,75	0,80	0,85
Résistance (kg) - Weerstand (kg)	103	88	67	92	101
<i>Essai Micum (50 tours) - Micum-proef (50 omwentelingen)</i>					
Entiers (%) - Gehele eitjes (%)	92,0	89,2	91,7	87,1	90,0
> 10 mm (%)	96,2	94,7	96,7	93,6	95,2
Abrasion (%) - Slijtage (%)	3,8	5,3	3,3	6,4	4,8
<i>Analyse immédiate - Onmiddellijke analyse</i>					
Cendres s/sec (%) - Asgehalte s/sec (%)	8,3	8,7	8,2	8,5	9,5
M.V. s/sec (%) - Vl. bestandd. s/sec (%)	10,7	9,1	11,0	9,0	9,8
Collage de sable (%) - Aanklevend zand (%)	0,2	0,7	0,8	0,0	0,0

Le seul résultat un peu moins favorable correspond à l'essai réalisé avec addition d'un pourcent de soufre et ceci semble indiquer que, pour des boulets d'aussi petit calibre et pour les vitesses de chauffe adoptées, l'utilisation d'additifs chimiques est totalement superflue.

On notera encore l'excellent résultat de l'essai Micum, la proportion d'entiers après 50 rotations étant systématiquement voisine de 90 %.

Ces résultats montrent que la réduction du calibre des agglomérés peut très heureusement conjuguer ses effets avec ceux de la technique de carbonisation progressive, lorsqu'on a pour objectif de traiter des boulets à 100 % de charbon gras. Compte tenu des chiffres cités ci-dessus, les durées de traitement prévisibles sont de l'ordre de grandeur suivant :

- 40 à 45 minutes pour des boulets de 5 à 6 g,
- 60 minutes pour des boulets de 10 à 12 g,
- 90 minutes pour des boulets de 20 à 25 g.

Het enige minder goede resultaat werd bekomen door het toevoegen van 1 % zwavel; men kan hier uit af leiden dat het gebruik van scheikundige bijproducten voor deze kleine agglomeraten en voor deze verwarmingssnelheden totaal overbodig is.

Merkwaardig is ook het resultaat van de Micum-proef, vermits de verhouding der hele eitjes na 50 omwentelingen steeds rond de 90 % lag.

Uit hetgeen vooraf gaat blijkt dat het gebruik van een kleiner kaliber de kansen op succes van de geleidelijke carbonisatie zeker verhoogt, wanneer het er om gaat eitjes met 100 % vette kolen te behandelen. Rekening houdend met de hierboven aangehaalde cijfers, schijnt men te moeten komen tot een behandelingsduur van de volgende orde van grootte :

- 40 tot 45 minuten voor eitjes van 5 tot 6 g,
- 60 minuten voor eitjes van 10 tot 12 g,
- 90 minuten voor eitjes van 20 tot 25 g.

**12. DISPOSITION GENERALE  
D'UNE INSTALLATION DE SECHAGE  
ET DE CARBONISATION PROGRESSIVE  
D'AGGLOMERES AU LIGNOSULFITE**

Nous avons reporté à la figure 16 le schéma de principe de la distribution du sable et de la répartition des températures dans un four continu à lit de sable fluidisé destiné à réaliser un traitement de carbonisation progressive. La courbe température-temps correspondant aux conditions optimales de traitement serait obtenue par un réglage des débits de sable chaud admis à l'entrée du four et dans la zone intermédiaire de réchauffage.

**12. ALGEMEEN OPSTELLINGSSCHEMA  
VOOR EEN INSTALLATIE VOOR HET  
DROGEN EN GELEIDELIJK CARBONISEREN  
VAN AGGLOMERATEN MET LIGNOSULFIET**

In figuur 16 geven wij het prinsiepschema weer betreffende de verspreiding van het zand en de verdeling van de temperatuur in een continu oven met bewegend zandbed voor geleidelijke carbonisatie. De temperatuur-tijd-kromme die de beste werkingsvoorwaarden waarborgt moet verkregen worden door regeling van de hoeveelheid heet zand aan de ingang van de oven en in de tussen-gelegen opwarmingszone.

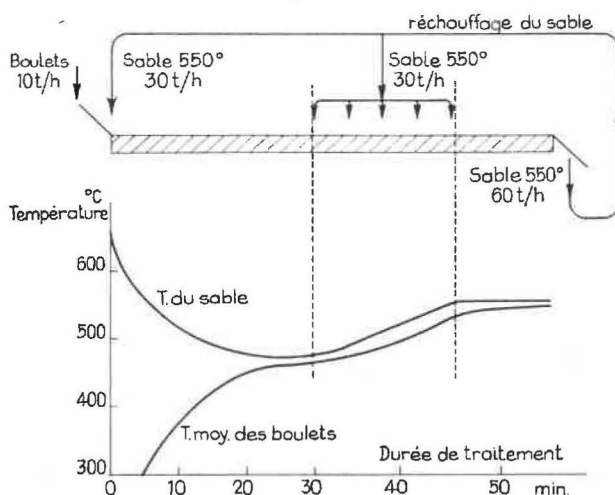


Fig. 16.

Distribution du sable et répartition des températures dans un four continu de carbonisation progressive.

Fig. 16.

Verspreiding van het zand en verdeling van de temperatuur in een continu oven voor geleidelijke carbonisatie.

Boulets : eities — Sable : zand — Réchauffage du sable : opwarming van het zand — Durée de traitement : duur van de behandeling — T. du sable : température van het zand — T. moy. des boulets : gemiddelde température van de eities.

La figure 17 montre la disposition générale qui pourrait être adoptée pour une installation de séchage et de carbonisation d'agglomérés au lignosulfite.

Figuur 17 toont een mogelijkheid voor het plaatsen van een volledige inrichting voor het drogen en carboniseren van agglomeraten met lignosulfiet.

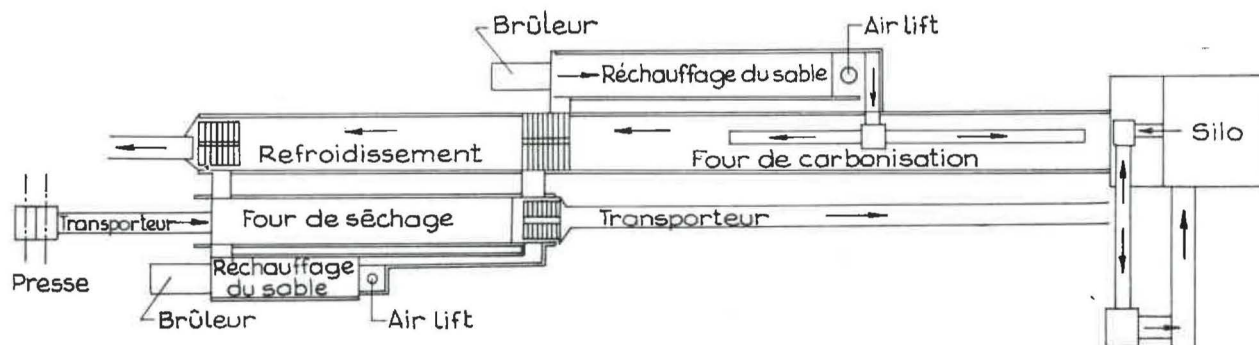


Fig. 17.

Disposition générale d'une installation de séchage et de carbonisation d'agglomérés au lignosulfite.

Fig. 17.

Het plaatsen van een volledige inrichting voor het drogen en carboniseren van agglomeraten met lignosulfiet.

Presse : pers — Brûleur : brander — Réchauffage du sable : opwarming van het zand — Four de séchage : droogoven — Refroidissement : afkoeling — Silo : bunker — Four de carbonisation : carbonisatieoven



On notera qu'un silo intercalaire permet d'assurer l'indépendance de fonctionnement du séchage et de la carbonisation; en marche normale, ce silo peut être by-passé. Les liaisons prévues entre les deux installations assurent une récupération maximum de la chaleur de refroidissement des agglomérés carbonisés, qui est utilisée pour le séchage des agglomérés crus.

### 13. CONCLUSIONS

Je m'en voudrais d'abuser de votre temps et de votre attention et le moment me paraît venu de conclure.

Après des centaines d'essais réalisés à la station expérimentale d'Inichar, nous avons conscience de n'avoir encore qu'effleuré le sujet de la carbonisation en lit de sable fluidisé.

Le chapitre des agents chimiques susceptibles de modifier la pyrolyse est, à lui seul, un domaine infiniment vaste; la littérature spécialisée fait état des résultats intéressants qui ont pu être obtenus par l'addition d'oxyde de fer, de charbon actif, de silicate de soude, de chlorures de fer, de zinc ou d'aluminium, d'acide borique, d'acide phosphorique, de soufre et d'oxydants divers, mais cette liste n'est nullement limitative et il est certain que les conditions de température et de cracking moléculaire, qui sont réalisées au cours de la fusion passagère des houilles, mettent le charbon dans un état de réactivité exceptionnel, qui peut lui permettre de réagir avec une très grande variété d'aditifs chimiques.

Cependant, si nos essais ne nous ont pas permis d'épuiser le sujet, il nous ont conduits à une conviction profonde: c'est l'extraordinaire intérêt que peut présenter le développement de la technique du lit de sable fluidisé en tant que procédé rapide et aisément contrôlable de carbonisation des agglomérés.

La méthode de carbonisation en lit de sable fluidisé par intermittence présente, en effet, un ensemble d'avantages exceptionnels.

Elle a les avantages des procédés de traitement thermique par fluidisation, notamment la très grande uniformité de température, à l'intérieur du lit, qui évite la formation de « points chauds » et permet un contrôle précis des températures de traitement, ce qui est essentiel si l'on veut développer au maximum les vitesses de chauffe; mais, du fait qu'elle se déroule dans un chenal d'assez grande longueur, elle permet également de faire varier la température du lit fluidisé, en vue d'ob-

Er dient opgemerkt te worden dat men door tussen beide een bunker te plaatsen de werking van de droging en de carbonisatie onafhankelijk van elkander kan maken; bij normale gang kan deze silo voorbijgegaan worden en zal men zelfs dank zij de verbindingen tussen beide installaties een zo groot mogelijk deel recupereren van de warmte der gecarboniseerde agglomeraten, door de calorische vrijkomend bij het afkoelen daarvan te gebruiken voor het drogen der rauwe agglomeraten.

### 13. BESLUITEN

Ik wil geen misbruik maken van uw tijd en uw aandacht en acht dan ook het ogenblik gekomen om over te gaan tot de besluiten.

Ondanks de honderden proeven die wij in het proefstation van Inichar hebben uitgevoerd, zijn wij er ons van bewust dat we nog maar pas zijn doorgedrongen in het probleem van de carbonisatie in bewegend zandbed.

Alleen reeds de kwestie van scheikundige reagentia, die een invloed uitoefenen op de pyrolyse beslaat een ruim terrein; de gespecialiseerde vakliteratuur maakt gewag van de gunstige resultaten die bekomen werden met: ijzeroxyde, actieve kool, natriumsilicaat, ijzer-, zink- of aluminiumchloride, boorzuur, fosfoorzuur, zwavel en verschillende oxyderende stoffen; de lijst is echter niet beperkend, en zeker is dat de omstandigheden in verband met de temperatuur en de kinking van de moleculen tijdens de voorbijgaande smelting van de kolen deze laatsten tot een buitengewone reactiviteit brengen, waardoor ze in staat zijn verbindingen aan te gaan met scheikundige stoffen van een grote verscheidenheid.

Waar het dus zo is dat onze proeven ons niet toegelaten hebben het onderwerp volledig uit te putten hebben ze ons toch een vaste overtuiging bijgebracht: het buitengewoon belang dat kan verbonden zijn aan de ontwikkeling van de techniek van het bewegend zandbed als procédé om snel en met een goede controle de carbonisatie van agglomeraten te bekomen.

De methode van de carbonisatie in bij tussenpozen bewegend zandbed vertoont inderdaad een reeks bijzondere voordelen:

Zij heeft de voordelen van al de procédés van thermische behandeling in een fluidum, namelijk een zeer gelijkvormige temperatuur in het inwendige van het bed, waardoor de vorming van « hete punten » wordt vermeden en een nauwkeurige controle van de temperatuur wordt mogelijk gemaakt, iets wat van bijzonder belang is als men wil komen tot de hoogst mogelijke verwarmingssnelheden; maar terzelfdertijd vindt de behandeling plaats in een kanaal met een zekere lengte, zodat de



tenir la loi de chauffe la mieux appropriée. De plus, à l'opposé de ce qui se passe dans les carboniseurs de charbon fin, le rendement en produit solide n'est pas diminué par des phénomènes secondaires de gazéification et les entraînements de poussières sont si réduits qu'aucune difficulté n'est à craindre, lors du traitement ultérieur des goudrons.

Elle a les avantages des procédés de carbonisation basés sur l'utilisation d'un thermophile solide, qui permet, tout à la fois, d'éviter les transferts de chaleur par conduction à travers les parois des fours et d'éviter de diluer les sous-produits de distillation, comme cela se fait lorsqu'on utilise un thermophile gazeux. Ceci permet d'escompter un maximum d'économie, tant en ce qui concerne la construction des fours qu'en ce qui concerne l'usine de traitement des sous-produits.

Elle a les avantages des méthodes de carbonisation continue, qui permettent d'économiser la main-d'œuvre et de réduire au minimum les dégagements de fumées à l'enfournement et au défournement; mais, contrairement aux autres méthodes de carbonisation continue, elle ne requiert aucun organe mécanique à l'intérieur des fours et elle ne soumet les boulets à aucun effort, chaque boulet flottant librement dans le sable fluidisé, sans subir aucune action d'écrasement sous le poids de la charge.

Du point de vue de la réduction des durées de traitement, elle est unique en son genre et elle permet d'escompter la création de fours de très grande capacité unitaire, capables de fonctionner avec un maximum d'économie d'investissement, d'énergie et de personnel. A titre d'exemple, on peut envisager la création de fours de capacités unitaires de 20 à 25 tonnes par heure; le volume de ces fours ne dépasserait guère celui des fours industriels actuellement utilisés pour le défumage des boulets au brai et deux fours de ce genre pourraient assurer une production équivalente à celle d'une cokerie.

Enfin, du point de vue thermique, on peut escompter des conditions de fonctionnement particulièrement avantageuses, du fait de la réduction des durées de traitement et de la possibilité de récupérer une partie de la chaleur sensible des produits traités.

Dans l'état actuel de la technique, la méthode de carbonisation en lit de sable nous paraît susceptible de se développer suivant deux directions.

Dans les pays neufs, qui manquent de charbons à coke, la carbonisation en lit de sable pourrait constituer un moyen de consolidation et de durcissement des agglomérés métallurgiques produits à partir d'une faible proportion de charbon gras et d'une grande masse de semi-coke.

mogelijkheid bestaat om de temperatuur van het bed te laten variëren met het oog op een verwarming volgens de meest geschikte wet. Bovendien wordt het rendement in vaste produkten niet, zoals bij het carboniseren van fijne kool, bedreigd door nevenverschijnselen, met name vergassing, en er wordt zo weinig stof meegeeslept dat men later bij het behandelen van de teer geen enkele moeilijkheid hoeft te vrezen.

Zij heeft de voordelen van de carbonisatieprocedures die gebruik maken van vaste warmtedragende elementen, waardoor men het overbrengen van warmte door geleiding doorheen de wanden van de ovens vermijdt alsook de verdunning van de nevenprodukten der destillatie, hetgeen het geval is met gasvormige warmtedragers. Men mag dan ook met recht verwachten dat het procédé zeer economisch zal uitvallen zowel wat de bouw van de ovens betreft als de fabriek voor de behandeling van de nevenprodukten.

Zij heeft ook de voordelen van de continu carbonisatie, namelijk een besparing op de handarbeid en een minimale rookontwikkeling bij het laden en ontladen van de oven; maar in tegenstelling met de andere continu carbonisatiemethoden vereist ze geen enkel mechanisch orgaan in het inwendige van de oven en wordt er geen enkele spanning op de eitjes uitgeoefend, vermits deze vrij in het bewegend zand meedrijven, zonder enigermate door de lading geplet te worden.

Waar het er om gaat de duur van de behandeling in te krimpen is ze enig in haar soort en wettigt zij de hoop dat men in staat zal zijn ovens te bouwen met een zeer grote capaciteit, die functioneren met een maximaal gebruik van geïnvesteerd kapitaal, energie en personeel. Men zou bij voorbeeld kunnen denken aan de bouw van ovens met een eenheids capaciteit van 20 tot 25 ton per uur; deze ovens zouden niet omvangrijker zijn dan de huidige industriële ovens voor het rookloos maken van eierkolen met pek en twee dergelijke ovens zouden dezelfde produktie leveren als een cokesbatterij.

Uit thermisch oogpunt kan men tenslotte rekenen op zeer gunstige werkingsvoorwaarden, vermits de behandeling zeer kort is en een deel van het warmteoverschot der produkten kan gerecupereerd worden.

Rekening gehouden met de huidige staat van de techniek komt het ons voor dat de methode van de carbonisatie in zand zich in twee richtingen kan ontwikkelen :

In de ontwikkelingslanden waar geen cokeskolen voorhanden zijn kan de carbonisatie in zandbed aangewend worden voor het verstijven en harden van metallurgische agglomeraten vervaardigd uit een kleine hoeveelheid vette kolen en een grote massa halfcokes.

En pareil cas, le brai ou le lignosulfite pourraient indifféremment être utilisés comme liant, en attendant la mise au point définitive des techniques d'agglomération sans liant, qui sont en cours d'expérimentation dans différents pays.

Dans le cas particulier de la Belgique, le développement de cette technique aurait des conséquences importantes sur les perspectives d'utilisation future des charbons flambants, qui existent en grandes quantités dans le nord du bassin campinois et dont l'exploitation est différée par manque de débouchés.

L'autre voie est celle de la production d'agglomérés domestiques non fumeux à base de charbons gras. Nous avons montré, au cours de cet exposé, que la carbonisation en lit de sable pouvait se transformer en une méthode progressive susceptible d'être appliquée à des boulets produits avec 100 % de charbon gras. La durée de ce traitement est encore remarquablement brève du fait que l'aggloméré peut être préchauffé très rapidement jusqu'au seuil de pyrolyse, la loi de chauffe relativement lente n'étant utilisée qu'au passage de la « zone critique » où s'effectue la fusion passagère des houilles. Dans l'état actuel de nos recherches, ce traitement n'est applicable qu'aux boulets agglomérés au lignosulfite, mais nous nous proposons de poursuivre cette étude en vue de préciser les conditions qui devraient être remplies pour que la carbonisation des agglomérés au brai puisse être envisagée.

\* \* \*

A l'heure actuelle, toutes les données sont réunies pour qu'un premier four de capacité industrielle puisse être construit, avec un maximum de chances de succès. Nous formulons le vœu que cette première application puisse être tentée, sans tarder, sous la forme d'un four de caractère expérimental, destiné à parfaire la mise au point technologique du procédé et à réunir tous les éléments nécessaires au calcul d'un prix de revient industriel et à l'étude de la valorisation des sous-produits.

In dat geval kan men zowel pek als lignosulfiet gebruiken als bindmiddel, in afwachting dat de opzoekingen om agglomeraten te maken zonder bindmiddel, die in verschillende landen bezig zijn, resultaten hebben opgeleverd.

Wat meer bepaald België betreft zou de ontwikkeling van deze techniek zeer belangrijke gevolgen hebben voor de aanwending in de toekomst van de vlamkolen, waarvan grote hoeveelheden aanwezig zijn in het noordelijk gedeelte van het Kempens Bekken, en die tot nu toe niet werden ontgonnen bij gebrek aan afzetmogelijkheden.

De andere richting waarin men kan gaan is deze van de produktie van rookvrije agglomeraten voor huishoudelijk gebruik uitgaande van vette kolen. Wij hebben in de loop van deze uiteenzetting aangetoond dat de carbonisatie in zandbed kan omgewerkt worden in een geleidelijke methode die mogelijk kan toegepast worden op 100 % vette kolen. De duur van deze behandeling is nog altijd zeer kort omdat het agglomeraat zeer snel kan voorverwarmd worden tot op de drempel van de pyrolyse, terwijl de trage verwarming wordt voorbehouden voor het doortrekken van de « kritische zone » waarin de kolen een tijdelijke smelting ondergaan. In de huidige stand van zaken is deze methode nog maar alleen toepasselijk op eitjes vervaardigd met lignosulfiet maar wij zetten deze studie voort ten einde te weten te komen in welke omstandigheden de carbonisatie van eitjes met pek een kans maakt.

\* \* \*

Op het huidig ogenblik beschikt men over alle nodige gegevens om met een maximum kans op succes een eerste oven van industriële afmetingen te bouwen. Wij drukken de hoop uit dat een dergelijke poging zou gewaagd worden, en wel zonder verwijl, door het oprichten van een oven voor experimentele doeleinden, waarin men de technologische kant van het procédé verder kan tot ontwikkeling brengen en waarin men al de elementen zal vinden voor het berekenen van een industriële kostprijs en de studie van de valorisatie van de nevenprodukten.