



(19) ES	(11) NUMERO 454969	(10) A 1
(21)	(22) FECHA DE PRESENTACION 4 2 1977	

**PATENTE DE INVENCION**

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO Ser. 648.170	(32) FECHA 12 de Enero de 1.976	(33) PAIS Norteamerica.
--	------------------------------------	----------------------------

(37) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C10L	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
--------------------------	--	--

(64) TITULO DE LA INVENCION Procedimiento para mejorar carbones tipo lignito.
--

(71) SOLICITANTE (S) EDWARD KOPPELMAN, de nacionalidad norteamericana.
---

DOMICILIO DEL SOLICITANTE residente en 4424 Bergamo Drive, Encino, California 91316, EE.UU. de A.
--

(72) INVENTOR (ES) EDWARD KOPPELMAN.
---

(73) TITULAR (ES)
-------------------

(74) REPRESENTANTE D. Jaime Gomez-Acebo y Modet.
---

La presente invención describe un procedimiento para mejorar carbón de tipo lignítico incluyendo los carbones bituminosos de lignito y subbituminosos, para hacerlo más idóneo como combustible sólido que se caracteriza porque el carbón húmedo de tipo lignítico en estado según se extrae de la mina se somete a un tratamiento de autoclave a temperatura elevada controlada y a presión elevada durante un periodo de tiempo para convertir la humedad y una parte de los componentes orgánicos volátiles contenidos en el mismo en una clase gaseosa y efectuar una reestructuración térmica controlada en su estructura química, Según una práctica preferible el producto carbonáceo mejorado tratado en autoclave, durante el enfriamiento o después del mismo, se pone en contacto con la fase gaseosa para efectuar una deposición de por lo menos una parte de sus componentes orgánicos condensables. El producto carbonáceo mejorado es estable y resistente a la acción de la intemperie y es de mayor valor calorífico que se aproxima al del carbón butiminoso.

El término "carbón de tipo legnítico", según se emplea en la presente memoria y según se expone en las reivindicaciones adjuntas, comprende en general una serie de materiales carbonáceos de grado o calidad relativamente bajos, o carbones minerales incluyendo los carbones ligníticos, que comprende los carbones de lignito, así como los carbones subbitaminosos, tradicionalmente clasificados como categoría A,B y C en el orden de sus valores caloríficos. El carbón lignítico comprende un carbón mineral carbonáceo de grado inferior que no ha experimentado una metamorfosis geológica suficiente para convertirse en un carbón duro de grado superior, como el butiminoso o antracita. El carbón lignítico comprende en general una gama de materiales carbonáceos que se extiende entre la turba y el carbón subbituminoso, siendo el

llamado el carbón pardo una forma de lignito relacionado íntima-  
mente con la turba. Desde el punto de vista técnico, el lignito  
se ha clasificado como aquellos materiales carbonáceos hallados  
en depósitos similares al carbón de hulla en los cuales la rela-  
5. ción de carbono-hidrógeno varía aproximadamente entre 11,2:1 a  
9,3:1. Los carbones subbituminosos son de un grado de carbonifi-  
cación superior al de los carbones ligníticos y se clasifican de  
acuerdo con un sistema de clasificación expuesto en el boletín  
nº 492 de United States Bureau of Mines, de 1951, titulado "Método-  
10. dos para Analizar la Hulla y el Coque" como categoría A que tie-  
ne un valor calorífico en húmedo de 2.772 kilo calorías o más,  
pero menor que 3.276 kilo calorías; teniendo la clasificación B  
un valor calorífico en húmedo de 2.394 kilo-calorías o más, pero  
menor que 2.772 kilo-calorías; y teniendo la clasificación C un  
15. valor calorífico en húmedo de 2.091 kilo-calorías o más, pero me-  
nor que 2.394 kilo-calorías.

En los EE.UU, se encuentra vastos depósitos de carbón  
lignítico en los Estados Centrales del Norte, principalmente en  
Dakota del Norte y Dakota del Sur y Wyoming, y el menor grado en  
20. los Estados Septentrionales, incluyendo Texas mientras que los car-  
bones subbituminosos se encuentran principalmente en Washigton  
Wyoming y Colorado. Estos vastos depósitos representan una solu-  
ción en potencia a la actual crisis de la energía y la falta de  
combustible. Desgraciadamente, el carbón del tipo lignítico se-  
25. gún se extrae de la mina, suele contener desde aproximadamente  
un 20% hasta aproximadamente un 40% de humedad, que se debe eli-  
minar al menos en parte para que pueda ser idóneo como combusti-  
ble. Una deshidratación parcial o completa de los carbones húme-  
dos del tipo lignítico da por resultado una desintegración de los  
30. mismos en partículas de tamaño fino y polvo, lo cual no solamen-

te da lugar a graves problemas debido a combustión espontánea, si no que aumenta también la dificultad de su manejo durante el transporte y la combustión en un horno. La desintegración del combustible cuando se carga en horno hace que caigan partes del mismo a través de las parrillas del horno, e igualmente las taponan, con lo que perjudican la eficacia de la operación de combustión y suponen un desperdicio muy sensible del valor calorífico en potencia de los mismos.

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Con anterioridad a este invento se ha empleado una cierta variedad de movimientos, o se han propuesto, para el tratamiento de carbón del tipo lignítico con el fin de que sea más apropiado como combustible sólido. Dichos procedimientos de la tecnología anterior comprenden en general una deshidratación o secado parcial del carbón del tipo lignítico en el estado en que se extrae de la mina para reducir su contenido de humedad, aglomerando el material o formando britecas para que sea más resistente a la acción de la intemperie y a la desintegración durante el transporte, almacenamiento y empleo final. Como procedimientos típicos de la tecnología anterior para el tratamiento del carbón del tipo lignítico se citan los que se describen en las patentes EE.UU. nº 838.281; 1.205.007; 1.219.155; 1.386.472; 1.477.642; 1.508.617; 1.556.036; 1.577.902; 1.600.065; 1.698.345; 1.860.890; 1.871.862; 2.627.497; 2.903.400 y 3.723.079. La gran inversión que hay que realizar en el equipo para la formación de briquetas, así como la gran cantidad de mano de obra exigida en la operación de formación de la briquetas y el coste relativamente elevado de los agentes aglutinantes y/o de recubrimiento empleados, han supuesto un perjuicio para un empleo a escala comercial más profuso de dichos procedimientos y ha impedido la utilización de los vastos depósitos nacionales de carbón de tipo lignítico para reducir la actual

crisis energética.

5. El procedimiento del presente invento resuelve mucho de los problemas e inconvenientes asociados con las técnicas de la tecnología anterior y se caracteriza porque los carbones de tipo lignítico se mejoran en su estructura física y valor calorífico, haciendolo más estables y resistentes a la desintegración por acción de la intemperie, manejo, almacenamiento y transporte, e idóneos para utilizarse como combustible sólido por sí solo o mezclado con carbones de grado superior, como el carbón butiminoso.

10. Los beneficios y ventajas del presente invento se consiguen por un procedimiento que se caracteriza porque los carbones de tipo lignítico en el estado prácticamente en que se extraen de la misma, que contienen aproximadamente del 20% al 40% de humedad, se cargan en un autoclave y se calientan a temperaturas elevada de por lo menos de aproximadamente 398°C y una presión de por lo menos aproximadamente 70 kg/cm<sup>2</sup>, durante un periodo de tiempo controlado, para efectuar una restructuración térmica controlada de su estructura química y para efectuar una conversión de la humedad y una parte de los componentes orgánicos volátiles a una fase gaseosa. Al final de la fase de tratamiento en autoclave, el carbón de tipo lignítico se enfría, preferiblemente en contacto con la fase gaseosa, para efectuar una deposición del componente orgánico condensable sobre sus superficies con el fin de dar una mayor estabilización al producto de carbón mejorado, haciendo que

15. no sea hidroscópico y que sea más resistente a la acción de la intemperie y la oxidación durante el transporte y almacenamiento. La fase gaseosa condensable se recupera y se puede emplear convenientemente como combustible en el proceso de calentamiento del autoclave o para venta comercial.

30. El producto de carbón mejorado obtenido es generalmente

- de una apariencia brillante negra y dura, con una estructura interna que visiblemente se ha transformado del carbón de tipo lignítico original y que suelen poseer los valores caloríficos superiores de una magnitud generalmente del orden de aproximadamente 6.660 kilo-calorías por kilogramo hasta aproximadamente 7.492 kilocalorías por kg. Por el contrario, el carbón lignítico consolidado en el estado en que sale de la mina tiene un valor calorífico de aproximadamente 3.885 kilo-calorías/kg, mientras que sobre una base exenta de humedad, tiene un valor calorífico del orden de aproximadamente 5.716 hasta aproximadamente 6.604 kilo-calorías/kg.
- 5.
- 10.

- Utros beneficios y ventajas adicionales del presente invento resultarán evidentes en el transcurso de la descripción de sus modalidades de preferencia conjuntamente con los ejemplos específicos expuestos en la memoria.
- 15.

- El procedimiento del presente invento tiene aplicación a la mejora de carbones de tipo lignítico según la definición expuesta anteriormente, incluyendo el carbón pardo, carbones de lignito y subbituminosos del tipo que oscila ampliamente entre los carbones de turba y los bituminosos que se encuentran en depósitos similares a los carbones de grados superiores. Dichos carbones de tipo lignítico según se extraen de la mina, contienen en general aproximadamente del 20% hasta el 40% de humedad y se pueden emplear directamente sin tratamiento preliminar, a no ser una operación de criba, como carga en un autoclave. Suele ser preferible efectuar una criba y/o triturado del carbón del tipo lignítico según se extrae de la mina para eliminar los grandes aglomerados y facilitar el manejo de la carga y mejorar sus características de empaquetamiento en el autoclave. El tamaño y configuración de las partículas de carbón del tipo lignítico no son un factor crítico
- 20.
- 25.
- 30.

para conseguir los beneficios del procedimiento del presente invento.

5. Se puede producir una cierta reducción del contenido de humedad del carbón de tipo lignítico, como resultado de la acción de la intemperie durante el almacenamiento antes de cargarlo en el autoclave. El invento contempla también que se pueda lavar el carbón de tipo lignítico y eliminarse el exceso de humedad antes de someterlo a la acción de la autoclave. Normalmente, el carbón de tipo lignítico cargado en el autoclave se encontrará prácticamente con un contenido de humedad según se extrae de la mina. El autoclave empleado puede comprender cualquiera de los tipos conocidos en esta rama de la industria capaces de resistir las temperaturas y presiones requeridas por lo que, a pesar de que la descripción presente está dirigida particularmente a autoclaves de tipo discontinuo se comprenderá que se pueden emplear también autoclaves continuos para poner en prácticas el procedimiento del invento. El carbón de tipo lignítico se carga en el autoclave, que después se cierra herméticamente y se calienta a una temperatura elevada de por lo menos aproximadamente 399°C y a una presión superior a 70 kg/cm<sup>2</sup>, y preferiblemente superior a 140 kg/cm<sup>2</sup>, durante un periodo de tiempo para efectuar una evaporación del contenido de humedad y una volatilización de parte de los componentes orgánicos que se encuentran en el carbón de tipo lignítico formando una fase gaseosa. Un grado controlado de reestructuración térmica y/o descomposición de la estructura química se produce también acompañado por la generación de componentes gaseosos adicionales que entran también en la fase gaseosa. Se ha observado que en las condiciones de temperatura y presión elevadas empleadas se produce una reacción de desplazamiento gaseoso entre las moléculas del agua y los hidrocarburos gaseosos y/o material de carbón del tipo lignítico sólido, formando gases hidrocarburos

10.

15.

20.

25.

30.

adicionales que tienen utilidad como combustible.

- A pesar de que son convenientes las temperaturas de por lo menos  $399^{\circ}\text{C}$  durante la operación de tratamiento en autoclave, son preferibles las temperaturas de aproximadamente  $538^{\circ}\text{C}$  debido al mayor régimen de volatilización y mayor reestructuración térmica a un valor de carbón fijo superior, con lo que se precisan períodos reducidos de permanencia en el autoclave y mayor eficacia de la operación. La temperatura de la operación del autoclave puede llegar a alcanzar hasta  $663^{\circ}\text{C}$ , pero las temperaturas por encima de este nivel suelen ser indeseables debido a la relación excesivamente elevada de gases no condensables a producto mejorado sólido. Se han obtenido resultados particularmente satisfactorios empleando temperaturas del orden de aproximadamente  $538^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $649^{\circ}\text{C}$  con presiones del orden de aproximadamente  $140\text{ kg/cm}^2$  a  $210\text{ kg/cm}^2$ . La presión máxima utilizable puede llegar a alcanzar hasta  $232\text{ kg/cm}^2$ . Las presiones en general superiores a  $232\text{ kg/cm}^2$  son indeseables debido a los mayores costos de fabricación de los recipientes de presión capaces de resistir presiones de esta magnitud y también a que no se consiguen beneficios sensibles a dichas presiones elevadas por encima de los que se obtienen a presiones menores de aproximadamente  $210\text{ kg/cm}^2$ . El tipo de permanencia de la carga de carbón de tipo lignítico en el autoclave variará dependiendo de la relación específica de temperatura -presión-tiempo que se controla dentro de los parámetros expuestos anteriormente, para efectuar una evaporación prácticamente completa del contenido de humedad y volatilización de parte de los componentes orgánicos volátiles y una reestructuración térmica controlada de carbón de tipo lignítico.

- La reestructuración térmica no se comprende completamente, pero se cree que consiste en dos o más reacciones químicas

simultáneas que ocurren entre los productos de pirólisis y los gases presentes dentro de la estructura celular del material de tipo lignítico. El efecto neto de estas reacciones de reestructuración es: 1) cambios en las características físicas resultantes en partículas que son más resistentes a la absorción de humedad y la decrepitación, y 2) cambios en las características químicas que dan por resultado un aumento en la relación de carbono-hidrógeno y una reducción en el contenido de azufre y oxígeno según mediciones realizadas en análisis finales del carbón.

5. El tiempo de permanencia necesario se reduce a medida que se aumenta la presión y la temperatura en el autoclave; por el contrario, se necesitan tiempos de permanencia mayores cuando se emplean temperaturas y presiones de menor magnitud. Normalmente, son satisfactorios los periodos de permanencia del orden de aproximadamente 15 minutos hasta aproximadamente una hora a temperaturas del orden de aproximadamente  $482^{\circ}\text{C}$  a aproximadamente  $649^{\circ}\text{C}$ , con presiones del orden de aproximadamente  $140\text{ kg/cm}^2$  a aproximadamente  $210\text{ kg/cm}^2$ .

10. La compresión del interior del autoclave se puede realizar convenientemente controlando la cantidad de carbón de tipo lignítico cargado con relación al volúmen interior del autoclave, teniendo en consideración el contenido de humedad de la carga de modo que, al calentarla a la temperatura elevada, la formación de la fase gaseosa compuesta por vapor de agua supercalentado y materia orgánica volátil efectúe una compresión del autoclave dentro la gama de presiones deseadas. Se puede conseguir una compresión suplementaria del autoclave, si así se desea, introduciendo gases comprimidos antioxidantes o reductores en el autoclave.

15. Al final de la fase de tratamiento en autoclave, según una modalidad del presente invento, se deja que se enfríe el auto

clave, bien por enfriamiento por aire o mediante el empleo de un fluido refrigerante, por ejemplo agua refrigerante a una temperatura por debajo de la temperatura a la que el producto carbonáceo mejora en el autoclave se pueda exponer al aire sin efectos perjudiciales. Normalmente, el enfriamiento del autoclave a temperaturas por debajo de 149°C es adecuado. Un enfriamiento del autoclave a temperaturas que se aproximen a los 100°C o inferiores es en general indeseable debido a la que la condensación de la fase acuosa gaseosa humedece el producto carbonáceo mejorado aumentando su contenido de humedad y reduciendo correspondientemente su valor calorífico. Durante la operación de enfriamiento, los componentes orgánicos volatilizables, incluyendo fracciones de hidrocarburos relativamente pesadas y alquitranes, se condensan primero durante el ciclo de enfriamiento gradual y se depositan sobre las superficies y en el interior de los poros de la estructura de carbón de tipo lignítico produciendo un recubrimiento que es conveniente para que el producto carbonáceo mejorado sea más resistente a la acción de la intemperie y la desintegración y a la absorción de humedad al quedar expuesto a atmósfera ambientes húmedas. Al alcanzarse la temperatura de enfriamiento deseada, se suelta la fase gaseosa residual del autoclave y se recupera como gas combustible de su producto apropiado para utilizarse en el proceso de elaboración o para venta.

El producto carbonáceo mejorado tiene en general una apariencia negra brillante, evidenciando además una transformación térmica interna a partir de la estructura de carbón de tipo lignítico original del material de alimentación. El contenido de humedad residual en el producto carbonáceo mejorado será en general del orden de aproximadamente 1% hasta el 5% en peso.

Se comprenderá también, según otra modalidad del proce

- dimiento del invento, que al final de la operación de tratamiento en autoclave, se puede saltar la presión elevada del interior del autoclave a la temperatura de funcionamiento del autoclave y recuperarse los componentes hidrocarburos por condensación y recuperarse los componentes gaseoso orgánicos no condensables como gas combustible de su producto. En esta última situación, se efectúa solamente un pequeño grado de deposición de los componentes orgánicos volatilizados sobre el producto carbonáceo mejorado. El producto carbonáceo producido de este modo se caracteriza a pesar de todo, por tener una estructura térmicamente transformada que es de valor calorífico mejorado y de gran resistencia a la acción de la intemperie y a la desintegración.

- Se comprenderá también que se puede realizar una operación en dos etapas de tratamiento en autoclave y recubrimiento que se caracteriza porque la fase gaseosa soltada del autoclave, mientras se encuentra todavía a temperatura elevada, se traslada a una segunda cámara de enfriamiento en la cual se ha trasladado un producto carbonáceo mejorado procedente de una fase de tratamiento en autoclave anterior para enfriamiento y la fase gaseosa se introduce en contacto con la carga enfriada. Normalmente se permite que la carga enfriada se enfríe a una temperatura inferior a aproximadamente  $260^{\circ}\text{C}$ , y normalmente a temperaturas de aproximadamente  $149^{\circ}\text{C}$  o ligeramente mejores. La fase gaseosa caliente al poner en contacto con la carga enfriada efectúa una condensación de sus componentes orgánicos condensables que, como anteriormente, efectúa un recubrimiento e impregnación del producto carbonáceo mejorado. La fase gaseosa residual sin condensar se recupera como gas combustible de subproducto. El enfriamiento de la carga mejorada se realiza en condiciones antioxidantes y se puede conseguir convenientemente por una transferencia directa

de la carga desde el autoclave a una cámara de enfriamiento cerrada herméticamente y puesta en comunicación con la misma a través de un dispositivo de válvula apropiado.

5. Para ilustrar de un modo adicional el procedimiento del presente invento, se expone a continuación ejemplos específicos. Se comprenderá que los ejemplos se exponen a título ilustrativo de variaciones utilizables relativas a tiempo, temperatura y presión empleadas en el proceso de elaboración, pero no han de interpretarse en sentido de delimitación del alcance del invento, según se describe en la presente memoria y según se exponen en las reivindicaciones adjuntas.

#### Ejemplo 1

15. Un carbón lignítico derivado de una mina en Zap, North Dakota, que tenía un promedio de contenido de humedad de aproximadamente el 30% en peso y era de color pizarra, se cribó para obtener una carga particulada de un tamaño de partícula inferior a 12,7 mm. Una cantidad medida que comprendía 6,64 gramos se colocó en un recipiente de presión de acero inoxidable que tenía una cámara interna de 76 mm de longitud y una configuración circular en sección transversal de 15,88 mm de diámetro y un espesor de pared de aproximadamente 6,35 mm. Los extremos se taparon con racores del tipo de rosca para cerrar la carga dentro de la cámara.
20. El recipiente de presión o autoclave se colocó en la cámara de un horno calentado a 537°C, y después de un periodo de precalentamiento de 5 minutos, se mantuvo a dicha temperatura durante un periodo de permanencia de 30 minutos. Al final de la operación de autoclave, se secó el recipiente de presión y se enfrió con un chorro de agua a la temperatura del ambiente, después de lo cual se quitó la tapa para soltar la presión residual y la carga.
30. se sacó y se sometió a una operación moderada de secado para eli

5. minar el agua superficial por secado al aire. El producto de lignito mejorado pesaba 4,98 gramos, evidenciando una pérdida del 25% y tenía un valor calorífico por término medio de 6.964 Kilo-calorías por Kg. El producto carbonáceo mejorado era de color oscuro y de apariencia brillante.

Ejemplo 2

10. Se repitió el procedimiento descrito en el ejemplo 1 empleando una carga de carbón lignítico de 4,81 gramos, que se calentó durante un periodo de tiempo total de 60 minutos a una temperatura de 399°C. Al final de la fase de autoclave, el recipiente de presión se sacó y se dejó enfriar al aire hasta la temperatura del ambiente, después de lo cual se quitó la tapa para soltar la presión gaseosa residual y el producto resultante tenía un valor calorífico de 6.289 kilo-calorías por Kg. El producto carbonáceo mejorado recuperado pesaba 3,5 gramos, evidenciando una pérdida del 27,3% en peso.

Ejemplo 3

20. Se repitió el procedimiento experimental descrito en el ejemplo 1 empleando una carga lignítica de 5,91 gramos, que se calentó durante un periodo total de 60 minutos en un horno a una temperatura de 468°C. El recipiente de presión resultante se enfrió con agua del grifo hasta alcanzar la temperatura ambiente y se abrió para soltar la presión gaseosa residual. Se recuperó un producto carbonáceo mejorado que pesaba 4,1 gramos, evidenciando una pérdida de aproximadamente el 30%, que tenía un valor calorífico de 6.518 Kilo-calorías/Kg.

Ejemplo 4

30. Se repitió el procedimiento experimental del ejemplo 1 empleando una carga lignítica que pesaba 5,1 gramos que, al cabo de 5 minutos de precalentamiento, se mantuvo a una temperatura de

399°C durante un periodo de 30 minutos. Al final de la fase de tratamiento en autoclave, se sacó el recipiente de presión y se enfrió por refrigeración forzada con agua del grifo hasta alcanzar la temperatura del ambiente y se quitó la tapa para soltar la presión gaseosa residual. Se recuperó un total de 4,52 gramos de producto mejorado, lo cual representaba una pérdida de 11,3% en peso y el producto tenía un valor calorífico de 5.515 Kilo-calorías/Kg.

#### Ejemplo 5

Se repitió el procedimiento experimental descrito en el ejemplo 1 empleando una carga lignítica de 5,67 gramos, que se calentó durante un periodo total de 60 minutos en un horno mantenido a 538°C, después de lo cual se enfrió con agua del grifo a la temperatura ambiente y se quitó la tapa para soltar la presión gaseosa residual, Se recuperó un total de 3,58 gramos de producto mejorado lo cual representaba una pérdida del 36,8% en peso, y tenía un valor calorífico de 7.089 Kilo-calorías/Kg.

#### Ejemplo 6

Se repitió el procedimiento experimental descrito en el ejemplo 1 empleando una carga lignítica de 5,58 gramos que, después de un periodo de precalentamiento de 5 minutos, se mantuvo a 538°C durante un periodo de 30 minutos, después de lo cual se sacó el recipiente de presión y se enfrió con agua del grifo hasta alcanzar la temperatura del ambiente. Se quitó la tapa para soltar la presión gaseosa residual y se recuperó un producto carbonáceo mejorado que comprendía 3,39 gramos. El producto representa una pérdida del 39% en peso de la carga y tenía un valor calorífico de 6.671 Kilo-calorías/Kg.

#### Ejemplo 7

Se repitió el procedimiento experimental descrito en el

- ejemplo 1 empleando una carga lignítica de 5,67 gramos que, después de un periodo de precalentamiento en 5 minutos, se mantuvo a una temperatura de 538°C durante un periodo de 30 minutos. El recipiente de presión se sacó del horno y se enfrió con agua del grifo hasta alcanzar la temperatura del ambiente, después de lo cual se quitó la tapa para soltar la presión gaseosa residual y se recuperó un producto de lignito mejorado que comprendía 3,71 gramos. Esto representa una pérdida del 34,5% del peso del material de la carga, y el producto tenía un valor calorífico medido de 7.011 Kilo-calorías/Kg.

#### Ejemplo 8

- Se repitió el procedimiento experimental descrito en el ejemplo 1, empleando una carga lignítica de 5,23 gramos que, después de un precalentamiento preliminar de 5 minutos, se mantuvo a 538°C durante un periodo de 30 minutos. Se sacó el recipiente de presión caliente, y mientras se mantenía todavía a una temperatura de aproximadamente 538°C, se quitó la tapa para soltar la presión gaseosa interna. El producto carbonáceo mejorado resultante comprendía 2,9 gramos lo cual representaba una pérdida del 44% de la carga. El producto tenía un valor calorífico de 6.558 Kilocalorías/ Kg.

#### Ejemplo 9

- Se repitió el procedimiento experimental descrito en el ejemplo 1, pero el material de la carga lignítica se sometió primero a una operación de secado por aire preliminar para reducir su contenido de humedad a aproximadamente el 14%. El recipiente de presión lleno y cerrado herméticamente, después de un periodo de precalentamiento de 5 minutos, se mantuvo a 538°C durante un periodo de 30 minutos, después de lo cual se enfrió con agua del grifo hasta alcanzar aproximadamente la temperatura del ambiente.

De los 5,75 gramos del material de la carga, se obtuvieron 4,2 gramos de producto carbonáceo mejorado, lo cual representaba una pérdida de aproximadamente el 27%. El producto tenía un valor calorífico medido de 6.289 kilocalorias/Kg.

5.

Ejemplo 10

Se repitió el procedimiento descrito en el ejemplo 9 empleando una carga de lignito previamente deshidratada que contenía aproximadamente 14% de humedad y comprendía un total de 5,97 gramos que, después de calentarse durante 30 minutos a 538°C, después de un periodo de precalentamiento de 5 minutos, se sacó y se dejó enfriar al aire. Cuando el recipiente de presión había alcanzado una temperatura de aproximadamente 176°C, se quitó la tapa para soltar la presión gaseosa residual. Se recuperó un producto que comprendía 4,1 gramos, lo cual representaba una pérdida del 31% de la carga. El producto carbonáceo mejorado tenía un valor calorífico de 6.880 kilo-calorías/ Kg.

10.

15.

Ejemplo 11

Se repitió el procedimiento experimental descrito en el ejemplo 1 empleando un material de carga lignítica que contenía aproximadamente el 30% de humedad que, después de un periodo de precalentamiento de 5 minutos, se mantuvo a 538°C durante un periodo de 30 minutos. Se empleó un total de 5,64 gramos de material de carga y al final de la fase de tratamiento en autoclave, se sacó el recipiente de presión y se dejó enfriar al aire como en el ejemplo 10 a una temperatura de aproximadamente 176°C, después de lo cual se quitó la tapa para soltar el gas residual. Se recuperó un producto carbonáceo mejorado que comprendía 3,33 gramos, lo cual representaba una pérdida de aproximadamente el 40% y tenía un valor calorífico medido de 7.202 Kilo-calorías/ Kg.

20.

25.

30.

Ejemplo 12

5. Se repitió el procedimiento experimental descrito en el ejemplo 1 empleando 5,4 gramos de una carga lignítica que, después de un periodo de precalentamiento de 5 minutos, se mantuvo a 538°C durante un periodo de 15 minutos. Se sacó el recipiente de presión y se dejó enfriar al aire hasta alcanzar una temperatura de aproximadamente 176°C, después de lo cual se quitó la tapa para soltar la presión gaseosa residual. Se recuperó un producto carbonáceo mejorado que comprendía 3,52 gramos, lo cual representaba una pérdida de 34,8 % y tenía un valor calorífico de 6,952 kilo-calorías/ Kg.

10. En todos los ejemplos descritos anteriormente, a excepción de los ejemplos 9 y 10, la presión en el interior del autoclave o recipiente de presión durante la fase de tratamiento, se calculó en el orden de 140 a 190 Kg/cm<sup>2</sup>. En los ejemplos 9 y 10, empleando un material de alimentación parcialmente deshidratado, la presión calculada durante la fase de autoclave era del orden de aproximadamente 70 a aproximadamente 98 Kg/cm<sup>2</sup>.

15. Las relaciones de tiempo, temperatura y presión empleadas en los ejemplos 1-12 evidencian un efecto sobre el valor calorífico expresado en términos de kilocalorías/Kg de producto carbonáceo mejorado en función a estas variables, que también en cierto grado se correlacionan con la pérdida del peso del producto recuperado con relación a la carga inicial. Estos datos evidencian claramente la interrelación de tiempo, temperatura, y presión para efectuar una restructuración térmica del material de la carga y un desprendimiento del contenido de humedad y componentes orgánicos volátiles para proporcionar un producto combustible sólido mejorado con valores caloríficos que se aproximan a los del carbón bituminoso.

20.

25.

30.

Los productos carbonáceos mejorados derivados de las pruebas descritas en los ejemplos 1-12 se someten también a una prueba de humedad para determinar su naturaleza igroscópica que es indicativa de su resistencia a la acción de la intemperie al estar expuestos durante un periodo de tiempo prolongado a condiciones atmosféricas ambiente. En cada caso, cuando la carga se enfría de una forma forzada, el producto carbonáceo mejorado se seca al aire en presencia de aire calentado para eliminar el agua superficial residual, se pesa y después se coloca en una cámara de humedad mantenida a una temperatura del orden de aproximadamente 25°C a aproximadamente 30°C, y con una humedad relativa de aproximadamente 90%.

Los resultados de algunas de estas pruebas de humedad que indican la duración de tiempo en la cámara de humedad y el porcentaje de ganancia o pérdida en peso, se exponen en la tabla 1.

TABLA 1  
Resultados de las Pruebas de Humedad

Ejemplo	Tiempo Total, Horas	Porcentaje de ganancia/ pérdida en peso
1	262	0
3	221	-4%
8	221	+3%
9	77	+1%
12	42	+3%

Es evidente por los datos de las pruebas expuestas en la tabla 1, que el producto carbonáceo mejorado no solamente en términos de su valor calorífico por término medio, sino que además es relativamente estable y no hidrocópico, evidenciando un alto grado de resistencia a la absorción de humedad a pesar del

contenido de humedad relativamente bajo de una magnitud generalmente del orden de aproximadamente 1% a aproximadamente 5% del producto mejorado.

Ejemplo 13.

5- Se repitió el procedimiento experimental descrito en el ejemplo II empleando una carga de 6,71 gramos de carbon subituminoso Colstrip, que se calentó durante un periodo total de 30 minutos a 538°C, después de haber alcanzado dicha temperatura en 5 minutos. Al final de la fase del tratamiento en autoclave,

10. el recipiente se dejó enfriar a 149°C, después de lo cual se desenroscó latapa y se soltó la presión residual. Se recuperó un producto que comprendía 3,99 gramos lo cual representaba una pérdida del 40,9% en peso de la carga. El producto de carbón mejorado tenía un valor calorifico de 7.174 kilocalorias/kg. Este

15. producto se comparó con una muestra testigo de carbón subituminoso Colstrip sin tratar en ambas formas, según se había recibido y exento de humedad, y los datos comparativos expuestos en la tabla 2 ilustran el aumento en valor calorifico y la reducción en azufre y contenido de oxígeno conseguidos en el tratamiento

20. con autoclave

TABLA 2

Datos Comparativos  
Carbón Subituminosos de Colstrip,  
Montana

	<u>Muestra de Control</u>		<u>Muestra Tratada</u>	
	<u>Según se recibe</u>	<u>Exento de Humedad</u>	<u>Según se Recibe</u>	<u>Exento de humedad</u>
Humedad. (% en peso)	16,8	0	1,9	0
Valor calorifico (Kilo-calorias/ Kg )	5.349	6.429	7.174	7.313
Análisis Final				
30. C	56,3	67,7	77,2	78,7
H	2,90	3,49	2,95	3,01

S	1,30	1,56	1,38	1,41
N	0,78	0,94	1,06	1,08
O	28,9	14,5	5,3	3,5
Ceniza	9,78	11,8	12,1	12,3

5. Aunque los datos de la tabla 2 ilustran las calidades mejoradas del carbón sometido al tratamiento sobre el carbón original, no ponen de relieve la reducción de azufre conseguida. Este dato se puede demostrar siguiendo un balance de azufre por el tratamiento. Una cantidad de 45,30 Kg de carbón subituminoso según se extrae contiene 0,588 Kg de azufre. Se convierte en 26,77 Kg de producto mejorado que contiene 1,38% en peso de azufre, o 0,371 Kg de azufre. Esto demuestra que se elimina en el tratamiento 0,200 Kg, o el 37% en peso, del azufre contenido en 45,30 Kg de carbón según se extrae de la mina.

15.

Ejemplo 14

- Se repitió el procedimiento experimental descrito en el ejemplo 11 empleando una carga 5,90 gramos de lignito procedente de Buleah, North Dakota, que se calentó por espacio de 30 minutos en total a 538°C después de alcanzar dicha temperatura en unos 10 minutos. Al final de la fase de tratamiento en autoclave, se dejó que se enfriara el recipiente hasta 149°C, después de lo cual se desenroscó la tapa y se soltó la presión residual. Se recuperó un producto que comprendía 3,25 gramos de lignito tratado lo cual representaba una pérdida del 44,9% del peso de la carga. El producto de lignito mejorado tenía un valor calorífico de 7.241 kilocalorías/ Kg. Este producto se comparó con una muestra testigo de lignito de Buleah sin tratar, en ambas formas: en el estado en que se extrae de la mina y en estado exento de humedad, en la tabla 3, para ilustrar el análisis final mejorado.
- 20.
- 25.
- 30.

Ejemplo 3

Datos Comparativos

Lignito de Bulesh, North, Dakota

	<u>Muestras de Control</u>		<u>Muestra Tratada</u>	
	<u>Según se Recibe</u>	<u>Exento de Humedad</u>	<u>Según se Recibe</u>	<u>Exento de Humedad</u>
5. Humedad(% en peso)	24,25	0	2,85	0
Valor Calorifico (kilo calorías/ Kg)	4677	6174	7241	7453
Análisis Final				
10. C	49,7	65,6	76,5	78,7
H	2,76	3,64	3,14	3,23
S	1,21	1,6	0,77	0,79
N	0,58	0,77		
O	34,8	19,3	10,6*	8,6*
15. Ceniza	6,91	9,12	9,03	9,27

\* O - N expuesto como O

20. A pesar de que se evidente que el invento según se ha descrito se ha calculado perfectamente para conseguir los beneficios y ventajas expuestos anteriormente, se comprenderá que el invento es susceptible de modificaciones, variaciones y cambios sin desviarse de su espíritu.

25. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

5. 1.- Procedimiento para mejorar carbones del tipo lignítico, caracterizado porque comprende las etapas de cargar un carbón tipo lignítico húmedo en un autoclave; calentar el carbón tipo lignítico a una temperatura elevada de por lo menos aproximadamente entre 399°C y 677°C y a una presión de por lo menos aproximadamente 70 Kg/cm<sup>2</sup>, durante un periodo de tiempo suficiente para convertir la humedad y parte de los componentes orgánicos volátiles contenidos en el carbón en una fase gaseosa y efectuar una reestructuración térmica parcial de su estructura química y un cambio en su composición química; y enfriar después la carga de carbon tipo lignítico y recuperar el producto de carbón mejorado.
10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende la etapa adicional de poner en contacto la carga de carbon tipolignítico con la etapa gaseosa durante la etapa de enfriamiento para efectuar una deposición de los componentes orgánicos condensables sobre la superficie de dicho producto de carbón mejorado.
15. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa de calentar el carbon tipo lignítico se efectua a una temperatura de por lo menos aproximadamente entre 482°C y 677°C.
20. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa de calentar el carbon tipo lignítico se efectua a una temperatura de por lo menos aproximadamente entre 538°C y 649°C.
25. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa de calentar el carbon tipo lignítico se
- 30.

lleva a cabo a una presión elevada de por lo menos aproximadamente  $70 \text{ Kg/cm}^2$  hasta aproximadamente  $232 \text{ kg/cm}^2$ .

5. 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa de calentar el carbon tipo lignitico a una temperatura elevada se efectua a una presión de por lo menos a aproximadamente  $140 \text{ Kg/cm}^2$  hasta aproximadamente  $210 \text{ kg/cm}^2$ .

10. 7.-Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa de calentar el carbon tipo lignitico a temperatura elevada y a alta presión se lleva a cabo durante un periodo de tiempo de por lo menos 15 minutos aproximadamente.

15. 8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa de calentar el carbon tipo lignitico a temperatura y presión elevadas se efectua en un periodo de tiempo de por lo menos 30 minutos aproximadamente.

20. 9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las etapas de calentar y enfriar el carbón tipo lignitico se realiza en dichoautoclave que se conserva en estado cerrado de una forma prácticamente hermética, por lo que elprorudcot de carbon mejorado se conserva en contacto con dicha fase gaseosa para que se efectue una deposición de por lo menos una parte de los componentes orgánicos condensables contenidos en la misma sobre las superficies delproducto del carbon mejorado.

25. 10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende la etapa adicional de soltar la presión del autoclave al final del citado periodo de tiempo y extraer la fase gaseosa; trasladar la carga de carbon tipo lignitico caliente a una cámara de enfriamiento provista de una

30.

atmosfera prácticamente antioxidante; enfriar la carga de carbón tipo lignítico trasladada a una temperatura reducida y después poner en contacto la carga de carbón tipo lignítico con la fase gaseosa extraída del autoclave.

5. 11.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende la etapa adicional de controlar la cantidad de carbon tipo lignítico cargado en el autoclave con relación al volumen interior del mismo de modo que al calentar a dicha temperatura elevada la fase gaseosa ponga a presión el interior del autoclave a la presión elevada deseada.

10. 12.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa de calentar el carbon tipo lignítico a una temperatura y presión elevadas se realiza de manera que se reduzca el contenido de oxígeno del producto del carbon mejorado como resultado de la reestructuración térmica parcial de su estructura química y un cambio en su composición química.

15. 13.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa de calentar el carbon tipo lignítico a una presión y temperatura elevadas durante un periodo de tiempo se realiza de manera que se produzca una reducción en el contenido de azufre del producto del carbon mejorado.

20. 14.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa de calentar el carbon tipo lignítico a temperatura y presión elevadas durante un cierto periodo de tiempo se realiza de forma que el producto de carbon mejorado sobre una base exenta de humedad tenga un valor calorífico mayor que el valor calorífico del carbón del tipo lignítico original cargado en el autoclave sobre una base exenta de humedad.

25. 15.- Procedimiento para mejorar carbones tipo lignítico, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente me  
30.

mpria y en los dibujos adjuntos.

Esta Memoria consta de veinticuatro hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 12 ENE 1977

EDWARD KOPPELMAN,

L. GOMEZ ACEBO Y MOJER  
P. P. Firmado: L. Gómez Fernández

