

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 674 374**

51 Int. Cl.:

**C10C 1/16** (2006.01)

**C10C 1/19** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.03.2009 PCT/US2009/037748**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.11.2009 WO09142807**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.03.2009 E 09751037 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.05.2018 EP 2285936**

54 Título: **Alquitrán para coquización de alto valor**

30 Prioridad:

**22.05.2008 US 154430**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**29.06.2018**

73 Titular/es:

**GRAFTECH INTERNATIONAL HOLDINGS INC.  
(100.0%)  
6100 Oak Tree Boulevard  
Independence, Ohio 44131, US**

72 Inventor/es:

**MILLER, DOUGLAS, J.;  
LEWIS, IRWIN, C.;  
CHANG, CHING-FENG y  
LEWIS, RICHARD, T.**

74 Agente/Representante:

**SALVA FERRER, Joan**

ES 2 674 374 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Alquitrán para coquización de alto valor

## ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo técnico

- 5 La presente invención se relaciona con un proceso para producir alquitrán a partir de un destilado de alquitrán de hulla como un aglutinante o impregnante en la producción de artículos de carbono y grafito. Más particularmente, la presente invención se relaciona con un alquitrán con un valor de Carbono Conradson Modificado (MCC) a la vez que está sustancialmente libre de insolubles de quinoleína. La invención también incluye el alquitrán derivado de destilado de alquitrán de hulla.
- 10 Los cuerpos de carbono y grafito son porosos y muchos productos fabricados a partir de carbono o grafito requieren que se impregnen las existencias de carbono o grafito con un impregnante adecuado como una resina o un alquitrán polimérico para disminuir su porosidad y aumentar su resistencia. Las resinas están sujetas a algunas desventajas inherentes en que muchas tienen viscosidades altas, bajos rendimientos de carbono, alta reactividad y tienden a encogerse en forma excesiva durante la carbonización y formar un carbono no grafitizante vítreo. Para los electrodos carbonosos, es más común utilizar un alquitrán como el impregnante. El alquitrán es una mezcla compleja de aromáticos polinucleares que derivan generalmente del tratamiento térmico de alquitrán de hulla o alquitrán de petróleo. A temperatura ambiente, el alquitrán parece sólido, pero es realmente un material tipo vidrio que se ablanda gradualmente a un estado líquido con mayor temperatura.
- 20 En general, el alquitrán de hulla se crea a través de la destilación destructiva del carbón en coque, en donde el alquitrán de hulla se considera un producto derivado del proceso. Una vez que se obtiene alquitrán de hulla a través de la destilación destructiva del carbón en coque, el alquitrán de hulla se puede separar en múltiples fracciones mediante destilación. El residuo del proceso de destilación es un alquitrán comercialmente útil que se puede utilizar como alquitrán impregnante o aglutinante.
- 25 Durante la operación de coquización del carbón, se generan sólidos infusibles de partículas de carbón, carbono pirolítico y ceniza inorgánica y se introducen en el alquitrán de hulla. Más específicamente, el alquitrán de hulla que se obtiene como el producto general a partir de la destilación destructiva del carbón contiene sólidos carbonosos infusibles que se forman mediante la carbonización en fase gaseosa o como resultado del remanente de carbón. Estos materiales, conocidos como insolubles de quinoleína (QI), se concentran en la destilación de brea en alquitrán. Los sólidos de QI evitan la penetración del alquitrán fundido en los poros del cuerpo de carbono durante la impregnación.
- 30 También se utilizan para inhibir el desarrollo de alquitrán de mesofase de gran dominio durante la carbonización del alquitrán, degradando así las propiedades del producto de grafito final.
- 35 Para uso como impregnantes, el contenido de QI del alquitrán debería ser bajo, típicamente menor que un 2% y preferentemente menor que un 1%. Para ser prácticamente útiles como impregnantes los puntos de ablandamiento del alquitrán se mantienen entre 90 y 120°C. Los alquitranes con punto de ablandamiento más alto requieren temperaturas excesivas para la impregnación y tienen aplicación limitada como alquitrán impregnante.
- Los alquitranes comerciales de avanzada con estas propiedades tienen rendimientos de carbono entre un 40 y un 50%. Se desea maximizar el rendimiento de carbono para un almidón impregnante, pero esto se puede lograr únicamente aumentando el punto de ablandamiento a niveles excesivos.
- 40 Como se muestra en "Industrial Aromatic Chemistry," de H. G. Franck y J.W. Stadelhefer, editado por Springer Verlag, (1987), p. 379, un alquitrán de impregnación con alquitrán de hulla típico para electrodos de grafito tiene un contenido de QI del 2% y un Carbono Conradson Modificado (MCC) del 38%.
- 45 Como se muestra (patente de los Estados Unidos No. 6,827,841) a M.D. Riser et al., los alquitranes de petróleo para impregnación con puntos de ablandamiento de 118 a 124°C tienen valores de MCC de aproximadamente un 49%. Alquitranes con QI bajo con puntos de ablandamiento de 112°C también fueron preparados por L.R. Rudnick et al. (Am. Chem. Sec. Div. of Fuel Chem. 2006, 51) y tuvieron rendimientos de carbono del 47 al 51%.
- 50 Para alquitranes aglutinantes, el rendimiento del carbono puede aumentar mediante la incorporación de más QI en el alquitrán. Por ejemplo, como se muestra en la Química aromática industrial, las propiedades típicas de un alquitrán aglutinante para electrodos son un 10% de QI y un 56% de rendimiento de carbono. Sin embargo, como se indicó anteriormente, el alto nivel de QI reduce la grafitabilidad del carbono derivado de alquitrán y aumentaría la resistencia eléctrica del electrodo de grafito.
- 55 En general, los alquitranes impregnantes tienen valores de coquización no mayores que un 40 a un 50% sobre la base del ensayo de MCC. Típicamente, los alquitranes impregnantes son sólidos a temperatura ambiente y deben precalentarse a una temperatura alta para transformarse en un líquido de viscosidad baja adecuado para la impregnación. Para ser comercialmente útil como un impregnante para electrodos de carbono y grafito típicos, el alquitrán debería tener un punto de ablandamiento no mayor que 140°C. Es común precalentar las existencias de

electrodo de carbono o grafito a una temperatura elevada antes de agregar impregnante de alquitrán. El electrodo se enfría posteriormente para solidificar el impregnante en el electrodo de grafito. Después de la impregnación del alquitrán en el cuerpo de carbono o grafito, se suele retostar para carbonizar el impregnante.

5 Se utiliza una variedad de características para describir los distintos tipos de alquitranes disponibles para la impregnación de un artículo de grafito o carbono. Estas características incluyen un valor de coquización del alquitrán medido por el método de MCC, su porcentaje de material insoluble en quinoleína, así como el punto de ablandamiento de brea de alquitrán. Notoriamente, el punto de ablandamiento se mide mediante el método D3104 del estándar ASTM y se define generalmente como la temperatura a la que la brea de alquitrán particular comienza a ablandarse en condiciones de ensayo específicas. El valor de MCC se determina utilizando el procedimiento estándar ASTM D-2416 y el contenido de QI se mide mediante el método ASTM D-2318.

10 Se ha desarrollado una variedad de procesos diferentes para crear alquitranes con diferentes características para distintas aplicaciones. Por ejemplo, en Haywood et al., la patente de los Estados Unidos No. 4,096,056, se divulga un proceso para convertir petróleo en alquitrán donde se crea alquitrán con un punto de ablandamiento de aproximadamente 135°C. Adicionalmente la patente terminada en 056 incluye una divulgación de un tratamiento de oxígeno.

Kiser et al. (Patente de los Estados Unidos No. 6,827,841) utiliza material de biodiesel como un componente de mezcla para producir alquitrán.

20 En la patente de los Estados Unidos No. 4,931,162, Romine describió la preparación de un alquitrán limpio adecuado para la fabricación de artefactos de carbono obtenidos mediante destilación de materia prima aromática de un material destilado libre de resinas formadoras en mesofase. El destilado se calienta para obtener un destilado impregnado con calor libre de mesofase pero que contiene resinas que se forman en mesofase. El destilado impregnado con calor se calienta posteriormente con gas inerte lavado para convertirse en alquitrán en mesofase adecuado para fabricar fibras de carbono.

25 En la publicación de solicitud de patente de los Estados Unidos No. 20040232041, Kiser et al. describen el uso de hidrotrotamiento para producir un alquitrán de azufre bajo con un punto de ablandamiento de 121°C y un rendimiento de Carbono Conradson Modificado del 51%.

Lewis (patente de los Estados Unidos No. 5,501,729) reivindica un impregnante a base alquitrán para un cuerpo de carbono o grafito y un método de impregnación. Específicamente, la patente terminada en 729 describe la mezcla de un alquitrán con un líquido polimerizable que es termoestable a una temperatura relativamente baja.

30 En Saver et al., patente de los Estados Unidos No. 7,033,485, se describe un método de uso de destilación evaporativa para producir una brea de alquitrán con un punto de ablandamiento alto que es sustancialmente libre de insolubles de quinoleína. El método reivindica el uso de brea de alquitrán, alquitrán de petróleo o una combinación para uso como materia prima para la destilación evaporativa. EP 0 247 565 divulga un proceso para preparar alquitrán en mesofase.

35 Desafortunadamente, las breas de alquitrán producidas mediante los procesos de la técnica anterior no tienen una buena combinación de propiedades para impregnar electrodos de carbono y grafito. Los alquitranes no tienen, generalmente, un rendimiento de carbono suficiente y tampoco tienen un punto de ablandamiento lo suficientemente bajo a la vez que son sustancialmente libres de quinoleína. Asimismo, el uso de petróleo para crear alquitrán es cada vez más desventajoso dado que el precio del petróleo sigue en aumento.

40 Por lo tanto, se desea un alquitrán de valor de coquización alto de alquitrán de hulla que sea sustancialmente libre de insolubles de quinoleína a la vez que posea un punto de ablandamiento suficientemente bajo. Se ha descubierto que es necesaria una combinación de características que incluyen un valor de coquización mayor que el contemplado en la técnica anterior, así como un punto de ablandamiento suficientemente bajo para el uso de un alquitrán derivado de alquitrán de hulla para impregnar un artículo de grafito o carbono. También se desea un proceso para crear dicho material de alquitrán.

#### 45 DESCRIPCIÓN BREVE

En la presente se divulga un alquitrán derivado de destilado de alquitrán de hulla con la única combinación de características que lo hacen útil para impregnar artículos de grafito o carbono. El alquitrán divulgado exhibe una combinación de contenido de insolubles de quinoleína, un punto de ablandamiento y características de rendimiento de carbono no vistas aquí. Asimismo, el proceso específico para producir el alquitrán de mesofase a partir de materia prima de destilado de alquitrán de hulla utiliza condiciones únicas de proceso y por ende brinda un alquitrán isotrópico con un punto de ablandamiento no mayor que aproximadamente 90 a aproximadamente 140°C.

55 Más particularmente, el alquitrán de carbono de la invención tiene un rendimiento de carbono medido mediante el método de MCC de entre aproximadamente un 55% y aproximadamente un 70%. Cuando se compara con otros alquitranes sustancialmente libres de insolubles de quinoleína, este es un valor de MCC relativo alto, y por ende, es aún más adecuado para uso en la impregnación de artículos de grafito y carbono. Comparativamente, el alquitrán de petróleo probablemente tenga valores de MCC de entre aproximadamente un 40% y aproximadamente un 55% en un

punto de ablandamiento similar entre aproximadamente 90 y 140°C. Además, los valores de coquización altos obtenidos con el proceso divulgado de producción de alquitrán son más comparables a los alquitranes aglutinantes de alquitrán de hulla insoluble en quinoleína, aunque notoriamente es sustancialmente libre de insoluble de quinoleína.

5 En una realización, el alquitrán se crea convirtiendo un destilado de alquitrán de hulla en un intervalo de ebullición alto en un alquitrán isotrópico con un punto de ablandamiento de entre aproximadamente 90°C y aproximadamente 140°C. El procedimiento para la conversión del destilado de alquitrán de hulla en alquitrán incluye un tratamiento de calor (a una temperatura de al menos aproximadamente 350°C (en una realización, el tratamiento con calor se realiza a una temperatura de al menos 350°C a menos de 440°C)) del destilado de alquitrán de hulla bajo presión de aproximadamente 50psi (0,345 MPa(gg)) y aproximadamente 120 psig (0,83 MPa(g)) para producir brea. El  
10 tratamiento con calor puede, en al menos una realización de la invención, polimerizar los componentes de peso molecular relativamente bajo en el destilado de ebullición alto en moléculas más grandes del tipo encontrado en alquitranes. La presión empleada es suficiente para mantener el grueso del destilado en un estado líquido durante el tratamiento con calor y evitar la volatilización de los componentes del destilado. Posteriormente, el alquitrán resultante del tratamiento con calor presurizado se destila utilizando riego al vacío o de gas inerte para alcanzar un alquitrán libre de sólidos con un punto de ablandamiento adecuado y propiedades de rendimiento de coquización relativamente alto.  
15

Ventajosamente, para producir el nuevo alquitrán, el destilado de alquitrán de hulla en un intervalo de ebullición alto se convierte en brea con el uso de un tratamiento con calor de al menos 400°C bajo presión de entre aproximadamente 50 psig (0,345 MPa(g)) y aproximadamente 120 psig (0,83 MPa(g)). Esto es seguido por una destilación para producir un alquitrán con un valor de coquización de entre aproximadamente un 55% y aproximadamente un 70% y un punto de ablandamiento de entre aproximadamente 90°C y aproximadamente 140°C.  
20

Un objeto de la invención es, por lo tanto, un alquitrán derivado de destilado de alquitrán de hulla que posee un punto de ablandamiento entre aproximadamente 90°C y aproximadamente 140°C y un rendimiento de coquización entre aproximadamente un 55% y aproximadamente un 70%.

25 Otro objeto de la invención es un alquitrán que tiene características que permiten que sea empleado para impregnar artículos de grafito o de carbono.

Otro objeto de la invención es un proceso para crear un alquitrán beneficioso que tiene una combinación de características que permiten su uso como alquitrán aglutinante para producir artículos de grafito o carbono. Por ejemplo, en una realización, el alquitrán de la invención tiene menos que aproximadamente un 15% en peso de insolubles de quinoleína. En otra realización más preferida, la concentración de insolubles de quinoleína en el alquitrán  
30 comprende menos que aproximadamente un 5%. En otra realización, el alquitrán tiene una concentración de insolubles de quinoleína que comprende menos que aproximadamente un 2%.

Otro objeto de la invención es un proceso para crear un alquitrán nuevo que incluye la conversión de un destilado de alquitrán de hulla con alta ebullición en un alquitrán en una etapa de tratamiento con calor y de presurización.

35 Estos aspectos y otros que serán evidentes para un entendido al momento de revisar la siguiente descripción se pueden lograr proporcionando un destilado de alquitrán de hulla en un intervalo de ebullición alto y convirtiendo el destilado de alquitrán de hulla en un alquitrán en un procedimiento que incluye un tratamiento con calor del destilado de alquitrán de hulla bajo presión de entre aproximadamente 50 psig (0,345 MPa(g)) y aproximadamente 120 psig (0,83 MPa(g)) seguido por una destilación del alquitrán resultante. En una realización preferida, el alquitrán resultante tiene un rendimiento de carbono de MCC de aproximadamente un 55% y aproximadamente un 70% y un punto de ablandamiento entre 90°C y aproximadamente 140°C, preferentemente entre 110°C y 130°C.  
40

El alquitrán único es sustancialmente libre de insolubles de quinoleína, pero posee un valor de MCC similar al valor asociado con una brea aglutinante de alquitrán de hulla que contiene insoluble de quinoleína que tiene un punto de ablandamiento similar. Ventajosamente, el nuevo alquitrán es sustancialmente libre de insoluble de quinoleína y por ende no contiene residuos sólidos sustanciales que podrían afectar negativamente la conducta del alquitrán derivado de destilado de alquitrán de hulla.  
45

Se debe entender que tanto la descripción general como la descripción detallada brindan realizaciones de la invención y se pretende que brinden un panorama general o marco de entendimiento respecto de la naturaleza y el carácter de la invención como se reivindica.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA REALIZACIÓN PREFERIDA

50 El destilado de alquitrán de hulla utilizado como material de inicio para la creación de alquitrán libre de sólidos y con alto valor de coquización a través del proceso divulgado se obtiene a través de la destilación de alquitrán de hulla. El alquitrán de hulla deriva del proceso de coquización utilizado para producir coque metalúrgico a partir de carbón. Además, la producción de alquitrán de hulla a partir de carbón es un proceso de destilación destructiva a alta temperatura mediante la cual el carbón bituminoso se transforma en coque y alquitrán de hulla.

55 El alquitrán de hulla que se obtiene como el producto general a partir de la destilación destructiva del carbón contiene sólidos carbonosos infusibles que se forman mediante la carbonización en fase gaseosa o como resultado del

remanente de carbón. Además, en destilaciones posteriores, donde el alquitrán de hulla se somete a destilación, se pueden agregar materiales alcalinos en el alquitrán de hulla para evitar la corrosión.

5 En la destilación de los alquitranes de hulla, el alquitrán de hulla se separa en al menos dos productos, el producto residual pesado es el residuo de brea de alquitrán y el producto general es el destilado de alquitrán de hulla. En una realización de la destilación del alquitrán de hulla, se utilizan múltiples columnas de destilación para la separación del alquitrán de hulla en brea de alquitrán y varios destilados de alquitrán de hulla con diferentes intervalos de ebullición.

10 El residuo de brea de alquitrán resultante y los destilados de alquitrán de hulla pueden tener varias características del intervalo de ebullición que dependen del proceso de destilación, las condiciones del proceso, así como el material de alquitrán de hulla de inicio. El intervalo de ebullición del destilado de alquitrán de hulla se relaciona con la composición de peso molecular con las fracciones más altas del destilado de ebullición que contiene un porcentaje mayor de componentes de peso molecular.

15 De manera similar a los residuos aromáticos creados a través del craqueo de una materia prima de petróleo, los destilados de alquitrán de hulla derivados de la destilación de alquitrán de hulla contienen una proporción alta de aromáticos policondensados. Específicamente, el destilado de alquitrán de hulla tiene un porcentaje en peso de carbono elemental entre aproximadamente un 85% y aproximadamente un 95% y un porcentaje en peso de hidrógeno elemental entre aproximadamente un 3% y aproximadamente un 8%. Otros componentes elementales del destilado de alquitrán de hulla incluyen, a modo no taxativo, nitrógeno, oxígeno y azufre.

20 La primera etapa en la producción del alquitrán divulgado es la selección de un destilado de alquitrán de hulla con un intervalo de ebullición relativamente alto. Los destilados de alquitrán de hulla con un intervalo de ebullición de alta temperatura podrían incluir materiales como aceite de creosota liviano, con un intervalo de ebullición que comienza típicamente a 270°C y 315°C, aceite de creosota medio, con un intervalo de ebullición que comienza, típicamente, entre aproximadamente 315°C y 355°C y aceite de creosota pesado, con un intervalo de ebullición que comienza, típicamente a aproximadamente 355°C. El intervalo de ebullición a presión atmosférica del destilado de alquitrán de hulla con un intervalo de ebullición alto debería comenzar en al menos aproximadamente 270°C, preferentemente desde aproximadamente 315°C y más preferentemente desde aproximadamente 355°C.

30 El destilado de alquitrán de hulla con un intervalo de ebullición alto seleccionado debería estar sustancialmente libre de insolubles de quinoleína que pueden limitar su utilidad como impregnante así como inhibir el desarrollo de mesofase de gran dominio. Como se conoce en la técnica, los insolubles de quinoleína se definen, típicamente, como partículas sólidas que existen en alquitrán de hulla durante el proceso de carbonización o coquización y pueden impartir calidades indeseables en el rendimiento de alquitranes que contienen estas partículas. Los insolubles pueden incluir partículas de carbón, sólidos carbonosos finos de menos de aproximadamente 1 micrón en diámetro y ceniza inorgánica. Como tal, el destilado de alquitrán de hulla que no contiene sustancialmente insolubles de quinoleína se puede utilizar opcionalmente para el proceso divulgado y el destilado de alquitrán de hulla debería contener menos de aproximadamente un 0,5% en peso de insolubles de quinoleína, preferentemente, menos de un 0,1% en peso.

35 Después de seleccionar un destilado de alquitrán de hulla con un intervalo de ebullición relativamente alto (por ejemplo, un intervalo de ebullición que comienza en al menos 270°C, en algunas instancias, en aproximadamente 315°C, o aún que comienza a 355°C) sin sustancialmente insolubles de quinoleína, el destilado de alquitrán de hulla pasa por una etapa de conversión en donde se aplican presión y temperatura. En un ejemplo, el destilado es un aceite de creosota pesado con un intervalo de ebullición inicial que comienza en más de 355°C. Los materiales del destilado se mantienen a una temperatura entre aproximadamente 400°C y aproximadamente 525°C, preferentemente aproximadamente 410°C y aproximadamente 475°C con la temperatura más preferentemente alrededor de 420°C y aproximadamente 440°C. Una vez que se alcanza la temperatura del material del destilado mencionado, el destilado del alquitrán de hulla se mantiene a la temperatura durante aproximadamente 1 hora y aproximadamente 7 horas, preferentemente aproximadamente 3 horas y aproximadamente 7 horas, y más preferentemente 5 horas. Adicionalmente, durante este tratamiento con calor del material de destilado de alquitrán de hulla, el proceso incluye una presión del sistema relativamente alta que oscila entre aproximadamente 50 psig (0,345 MPa(g)) y aproximadamente 120 psig (0,83 MPa(g)). Preferentemente, la presión del sistema se mantiene a aproximadamente 70 psig (0,48 MPa(g)) y aproximadamente 100 psig (0,69 MPa(g)). El calentamiento no se limita a un intervalo particular, aunque un intervalo efectivo es un intervalo de aumento de la temperatura entre aproximadamente 1°C por hora y aproximadamente 10°C por hora.

55 Alternativamente, el proceso de la presente invención se puede llevar a cabo como un proceso continuo, a través del cual el destilado de alquitrán de hulla se procesa a través de un aparato de flujo y se somete a temperaturas más altas (en el orden de al menos aproximadamente 400°C y más preferentemente aproximadamente 450°C y aproximadamente 525°C o más) y presiones más altas constantes con los requisitos necesarios para polimerizar el destilado en una brea.

Este tratamiento con calor del destilado de alquitrán de hulla a presión relativamente alta es seguido por la destilación del material resultante utilizando rociado al vacío o de gas inerte. El residuo de destilación consiste de alquitrán isotrópico adecuado para uso como impregnante o aglutinante. El producto de destilación liviano consiste de hidrocarburos de peso molecular más liviano que se pueden recolectar y utilizar para una variedad de otras

aplicaciones.

5 El alquitrán resultante tiene una combinación única de un punto de ablandamiento relativamente bajo, adecuado para uso como un impregnante o aglutinante comercial en la producción de artículos de carbono y grafito, y un rendimiento de carbono alto. El punto de ablandamiento o la temperatura de ablandamiento de un alquitrán se relacionan con su constitución de peso molecular; la presencia de una gran cantidad de componentes de alto peso molecular tiende, generalmente, a elevar la temperatura de ablandamiento. Es práctica común en la técnica caracterizar en parte un alquitrán por su punto de ablandamiento.

En general, existen varios métodos para determinar la temperatura de ablandamiento y las temperaturas medidas mediante estos métodos diferentes varían de alguna manera entre sí.

10 El procedimiento de punto de ablandamiento de Mettler está ampliamente aceptado como estándar para evaluar alquitranes. Específicamente, el procedimiento del punto de ablandamiento de Mettler incluye tomar pequeñas muestras del alquitrán y cargar las muestras en tazas que se colocan en el aparato de Punto de Ablandamiento de Mettler. Las muestras se calientan a aproximadamente 2°C por minuto hasta que se obtiene una viscosidad de muestra de aproximadamente 10.000 poise. El procedimiento se describe en ASTM D-3461.

15 En general, como se conoce en la técnica, el valor de coquización se mide mediante el método de MCC que mide el porcentaje en peso del coque derivado del alquitrán después de someterse a un tratamiento con calor de carbonización a alta temperatura. Un valor de coquización alto es ventajoso en la formación de impregnantes para artículos de carbono y grafito así como para el uso como aglutinante en la creación de los artículos de carbono y grafito. Un valor de coquización más alto corresponde a una cantidad mayor de coque presente en el electrodo de grafito o carbono.  
20 Esta mayor cantidad de coque en los artículos de carbono finales es una ventaja al igual que en el caso de crear un electrodo de grafito, dado que resulta en una densidad y una resistencia más altas del producto. Un rendimiento de carbono más alto también es una ventaja desde el punto de vista del procesamiento, dado que puede reducir el número de ciclos utilizados durante el proceso de impregnación. El valor de MCC de un alquitrán se mide utilizando el procedimiento estándar ASTM D-2416.

25 El alquitrán creado a través del proceso anteriormente mencionado debería tener un punto de ablandamiento entre aproximadamente 90°C y 140°C y un valor de MCC entre aproximadamente un 55% y aproximadamente un 70%.

El siguiente ejemplo servirá para ilustrar la invención pero no pretende limitar el alcance de la invención de forma alguna.

#### EJEMPLO

30 Un destilado de alquitrán de hulla con un intervalo de ebullición alto (conocido como aceite de creosota pesado) con un intervalo de ebullición que comienza en más de 355°C se trata con calor a una temperatura entre 430°C y 435°C durante cinco horas en un reactor presurizado con un gas no oxidante a una presión de aproximadamente 100 psig (0,69 MPa(g)). La brea resultante se recolecta del reactor y se destila posteriormente con un rociado de gas inerte para crear un alquitrán isotrópico. El punto de ablandamiento del alquitrán se determina en aproximadamente 128°C.  
35 El método de MCC mide un valor de coquización de aproximadamente un 61,4% para el alquitrán. A los efectos comparativos, un alquitrán de petróleo Ashland que no contiene sustancialmente insolubles de quinoleína probablemente tenga un valor de MCC entre aproximadamente un 52% y aproximadamente un 54% a un punto de ablandamiento similar de aproximadamente 128°C.

40 El alquitrán derivado del destilado de alquitrán de hulla con un intervalo de ebullición alto probablemente sea un candidato excelente como impregnante o posiblemente como aglutinante para la producción general de carbono y grafito. Como se describió anteriormente, el tratamiento con calor presurizado y el proceso de destilación que utiliza un precursor de destilado de alquitrán de hulla con un intervalo de ebullición alto produce una composición de alquitrán con peso molecular único que posee una buena combinación de propiedades de punto de ablandamiento y rendimiento de carbono no visto en la técnica anterior. Por lo tanto, con la práctica del proceso divulgado, se prepara un alquitrán  
45 que tiene características no reconocidas. Estos alquitranes exhiben características excepcionalmente favorables de un valor de coquización alto, así como un punto de ablandamiento bajo a la vez que no contienen, sustancialmente, insolubles de quinoleína. Además, la presente invención incluye el método de convertir destilado de alquitrán de hulla con un intervalo de ebullición alto en un alquitrán que tiene características de punto de ablandamiento bajo y rendimiento de carbono alto a la vez que posee menos que aproximadamente un 0,5% de insolubles de quinoleína en peso. Las divulgaciones de todas las patentes y publicaciones citadas referidas en esta solicitud se incorporan a la presente a modo de referencia en su totalidad. La descripción anterior pretende permitirle al entendido en la técnica practicar la invención. No se pretende detallar todas las variaciones y modificaciones posibles que serán evidentes para el entendido en la técnica al leer la descripción. Sin embargo, se pretende que todas las modificaciones y variaciones sean incluidas dentro del alcance de la invención que se define mediante las siguientes reivindicaciones.

55 Las reivindicaciones pretenden cubrir los elementos y las etapas indicadas en cualquier orden o secuencia que sea efectiva para cumplir con los objetivos de la invención, salvo que el contexto específicamente indique lo contrario.

**Reivindicaciones**

1. Un método para crear un alquitrán, que comprende:

5 a ) calentar un destilado de alquitrán de hulla que tiene un intervalo de ebullición que comienza en al menos 315°C hasta una temperatura entre 400°C y 525°C bajo presión de entre 0,345 MPa(g) y 0,83 MPa(g) para obtener una brea;

b ) destilar la brea para crear un alquitrán que tiene un valor de coquización entre un 55% y un 70% como se mide mediante el método de MCC utilizando el procedimiento estándar ASTM D-2416 y un punto de ablandamiento entre 90 y 140°C, donde el alquitrán tiene menos que un 0,5% en peso de insolubles de quinoleína.

10 2. Un método para crear un alquitrán de conformidad con la reivindicación 1, donde el método se realiza como un método continuo; donde el destilado de alquitrán de hulla se calienta a una temperatura de al menos 450°C y donde la etapa a) se realiza mientras que el destilado de alquitrán de hulla fluye a través de un reactor.