

19



Bureau voor de  
Industriële Eigendom  
Nederland

11 1019208

12 A INSCHRIJVING

21 Aanvraag om octrooi: 1019208

51 Int.Cl.<sup>7</sup>  
C10C3/00, C10C3/06, C10C1/16

22 Ingediend: 22.10.2001

30 Voorrang:  
11.05.2001 US 09/853372

41 Ingeschreven:  
12.11.2002

45 Uitgegeven:  
02.06.2003 I.E. 2003/06

71 Aanvrager(s):  
Koppers Industries of Delaware, Inc. te  
Pittsburgh, Pennsylvania, Verenigde Staten van  
Amerika (US).

72 Uitvinder(s):  
William E. Saver te Pittsburgh, Pennsylvania  
(US)  
E. Ronald McHenry te Berea, Ohio (US)

74 Gemachtigde:  
Drs. A. Kupecz c.s. te 1000 HB Amsterdam

54 **Werkwijze voor de productie van pekmengsels uit koolteer en koolwaterstoffen, met gebruikmaking van een hoogefficiënte verdampende distillatiewerkwijze.**

57 De onderhavige uitvinding heeft betrekking op werkwijzen welke gebruik maken van hoog efficiënte verdampende distillatie, teneinde een koolteerpek met een hoog verwekingspunt, een Qi-vrije en asvrije koolteerpek met een gewenst verwekingspunt, alsmede een mesofasekoolteerpek te vervaardigen. Elk van de werkwijzen maakt gebruik van een toegevoerde koolteerpek met een verwekingspunt in het traject van 70 tot 160 °C. De werkwijzen kunnen worden uitgevoerd met gebruikmaking van de gebruikelijke en geschikte distillatie-installaties, een gestreken filmverdamer of een dunne filmverdamer.

NL A 1019208

De inhoud van dit octrooi komt overeen met de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekeningen.

Werkwijze voor de productie van pekmengsels uit koolteer en koolwaterstoffen, met gebruikmaking van een hoog efficiënte verdampende distillatiewerkwijze

De onderhavige uitvinding heeft betrekking op de distillatie van koolteerpek of andere uit kool verkregen stromen voor de productie van pekmengsels van koolteer en koolwaterstoffen en andere bijproducten en in het bijzonder  
5 op de productie van distillaten en residuen van mengsels uit koolteerkoolwaterstoffen met gebruikmaking van een hoog efficiënte verdampende distillatiewerkwijze.

Koolteer is een primair bijproduct dat wordt verkregen bij de destructieve distillatie of carbonisatie van  
10 kool in cokes. Hoewel het cokes wordt gebruikt als brandstof en als reagens in de staalindustrie, wordt het koolteer gedistilleerd in een serie fracties, welke elk commercieel geschikte producten zijn in verschillende gebieden van de techniek. Een belangrijk deel van de gedistilleerde koolteer  
15 is het pekresidu. Dit materiaal wordt gebruikt bij de productie van anoden voor aluminium smelten en tevens als elektroden voor elektrische lichtboogovens welke in de staalindustrie worden gebruikt. Bij het beoordelen van de kwalitatieve kenmerken van het pek materiaal heeft men in de  
20 techniek tot nu toe in hoofdzaak gekeken naar de mogelijkheid van het koolteerpek materiaal om een geschikt bindmiddel te verschaffen dat wordt gebruikt bij anode- en elektrodevervaardigingsprocessen. Verschillende kenmerken zoals verwekingspunt, specifieke dichtheid, percentage  
25 materiaal dat niet-oplosbaar is in chinoline (ook wel bekend als QI, "quinoline insolubility"), en cokeswaarde hebben alle gediend om kenmerken te verschaffen van koolteerpek voor toepasbaarheid bij deze verschillende vervaardigingsprocessen en deze verschillende industrieën.

30 De bepaling van het verwekingspunt is de basisbepaling die wordt gebruikt bij het bepalen van het eindpunt van de distillatiewerkwijze bij de productie van

koolteerpek en om de meng-, vorm- of  
impregneringstemperaturen te bepalen bij de vervaardiging van  
koolproducten. Alle verwerkingspunten die hierin worden  
genoemd verwijzen naar de Mettlermethode of de ASTM Standaard  
5 D3104. Extra kenmerken die hier worden beschreven omvatten de  
QI, welke wordt gebruikt om de hoeveelheid vaste stof en hoog  
moleculaire gewichtsmateriaal in de pek te bepalen. Naar QI  
kan ook worden verwezen als  $\alpha$ -hars en de standaardtestmethode  
gebruikt om de QI te bepalen als gewichtspercentage omvat  
10 ofwel ASTM Standaard D4746 of ASTM Standaard D2318. Het  
percentage materiaal dat niet-oplosbaar is in toluen of te  
wel de TI, zal hier ook worden gebruikt en wordt bepaald door  
ASTM Standaard D4072 of D4312.

Mirtchi en Noël, in een publicatie die werd voorgesteld  
15 bij Carbon '94 in Granada, Spanje, getiteld "Polycyclic  
Aromatic Hydrocarbons in Pitches Used in the Aluminum  
Industry", beschreef en categoriseerde het PAH-gehalte van  
koolteerpek. Deze materialen werden geclassificeerd op hun  
carcinogene of mutagene effecten op levende organismes. De  
20 publicatie duidde 14 PAH-materialen aan welke door de United  
States Environmental Protection Agency werden aangeduid als  
potentieel schadelijk voor de gezondheid. Elk van de 14  
materialen is een relatieve beoordeling gegeven van de  
carcinogene potentie welke is gebaseerd op een standaard  
25 willekeurige beoordeling van een factor 1 behorende bij  
benzo(a)pyreen of B(a)P. Beoordelingen van de potentiële  
toxiciteit van een pek materiaal kunnen worden gemaakt door  
het totale PAH-gehalte om te zetten in B(a)P-equivalenten,  
waardoor de noodzaak wordt weggenomen om elk van de 14  
30 materialen afzonderlijk te noemen, en waardoor een bruikbare  
beknoptere vorm voor de beoordeling van de toxiciteit van een  
materiaal wordt verkregen.

Een kenmerkende koolteerbindmiddelpek wordt  
gekenmerkt zoals getoond in tabel I.

TABEL I	
Verwekingspunt, °C	111,3
Tolueen niet-oplosbaar, gew.%	28,1
Chinoline niet-oplosbaar, gew.%	11,9
Cokeswaarde, "Modified Conradson", gew.%	55,7
As, gew.%	0,21
Specifieke dichtheid, 25/25°C	1,33
Zwavel, gew.%	0,6
B(a)P equivalent, dpm	27.500

Twee tekortkomingen met betrekking tot het gebruik van koolteerpek in het algemeen en meer in het bijzonder voor de aluminiumindustrie, zijn onlangs bekend geworden. De eerste is een verhoogde sensitiviteit voor de omgeving van dit materiaal en toepassing bij aluminium smeltanoden. De andere is een afnemende toevoer van ruwe koolteer van de cokes vervaardigingswerkwijze. Belangrijke verminderingen in de cokesconsumptie, gebaseerd op een verscheidenheid aan factoren, heeft de verkrijgbaarheid van ruwe koolteer ook verminderd. Deze vermindering bij de productie van deze ruwe materialen zal in de nabije toekomst waarschijnlijk escaleren en alternatieve bronnen met vervangende producten zijn reeds enige tijd gezocht. Echter, tot nu toe, zijn geen commercieel aantrekkelijke substituten voor koolteerpek in de aluminiumindustrie ontwikkeld.

Er zijn twee gebruikelijke methoden voor het distilleren van koolteer, een continue wijze en een batchwijze. Continue distillatie omvat een constante toevoer van een materiaal dat gedistilleerd moet worden, d.w.z. het koolteer, alsmede de constante verwijdering van de producten of het residu, d.w.z. het koolteerpek. Traditionele continue distillaties worden kenmerkend uitgevoerd bij drukken van tussen 45 mm kwik en 60 mm kwik en bij temperaturen tussen 390°C en 400°C, waarbij gewoonlijk een koolteerpek wordt geproduceerd met een maximum verwekingspunt van ongeveer 140°C. De batchdistillatie kan worden beschouwd als een in een kroes plaatsvindende werkwijze, ongeveer zoals het koken

van water. Grote hitteniveaus worden ontwikkeld ten gevolge van de langere verblijftijd van de koolteer in de kroes. Hoewel hogere verwekingspunten van tot aan 180°C kunnen worden bereikt met gebruikmaking van de batchdistillatie, kan de combinatie van grote warmte en langere verblijftijd vaak leiden tot ontleding van de koolteerpek en de vorming van ongewenste mesofasepek. Bewerkingstijden voor de distillatie van koolteer met gebruikmaking van deze bekende continue en batchdistillatie variëren van enkele minuten tot verscheidene uren, afhankelijk van de koolteerpek die moet worden verkregen.

Hoog efficiënte verdampende distillatiewerkwijzen zijn bekend, waarbij een materiaal wordt onderworpen aan een verhoogde temperatuur, in het algemeen in het traject van 300 tot 600°C en aan verminderde drukken, in het algemeen in het traject van 5 Torr of minder, in een distillatievat, waardoor lager moleculaire, meer vluchtige componenten vrij komen en worden afgescheiden van hoog moleculaire, minder vluchtige componenten. Een dergelijke hoog efficiënte verdampende distillatiewerkwijze kan worden uitgevoerd met gebruikmaking van conventionele distillatie-installaties met een verbeterde vacuüm mogelijkheid om in de hiervoor genoemde temperatuur- en druktrajecten te werken. Bovendien kunnen hoog efficiënte verdampende distillatiewerkwijzen worden uitgevoerd in een installatie welke bekend staat als een "wiped film evaporator", of te wel WFE (filmverdamer met afstrijking, of gestreken filmverdamer), en een dergelijke werkwijze wordt in het algemeen aangeduid als WFE-processen. Overeenkomstig kunnen hoog efficiënte verdampende distillatiewerkwijzen worden uitgevoerd in een inrichting welke bekend staat als een dunne filmverdamer en dergelijke processen worden algemeen aangeduid als dunne filmverdampingswerkwijzen. WFE en dunne filmverdampingswerkwijzen worden vaak gebruikt als efficiënte, relatief snelle manieren om een materiaal op continue wijze te distilleren. In het algemeen omvatten WFE en dunne filmverdampingswerkwijzen het vormen van een dunne laag van een materiaal op een verhit oppervlak, gewoonlijk de binnenwand van een vat of een kamer, gewoonlijk in het

traject van 300 tot 600°C, terwijl gelijktijdig een verminderde druk wordt aangelegd, gewoonlijk in het traject van 5 Torr of minder. Bij een WFE-proces wordt de dunne laag van het materiaal gevormd door een rotor, welke dicht bij de binnenwand van het vat staat. In tegenstelling daartoe, wordt bij een dunne filmverdampingswerkwijze de dunne filmverdampers gewoonlijk uitgevoerd als een spinnerconfiguratie, zodanig dat de dunne laag materiaal wordt gevormd op de binnenwand van het vat, tengevolge van de centrifugale kracht. WFE en dunne filmverdampingswerkwijzen zijn continue werkwijzen omdat zij de continue toevoer van voedingsmateriaal en de uitvoer van uitvoermateriaal omvatten. Zowel de WFE-installaties als de dunne filmverdampers zijn in de techniek bekend.

15                   Één bekende WFE-installatie wordt beschreven in Baird, in het Amerikaanse octrooi US nr. 4.093.479. De installatie, zoals beschreven door Baird, omvat een cilindrische proceskamer of een vat. De proceskamer wordt omgeven door een op temperatuur geregelde mantel, welke 20 geschikt is om een hitte-uitwisselingsfluidum op te nemen. De proceskamer omvat een voedingsinvoer aan één uiteinde en een productuitvoer aan het andere uiteinde.

De proceskamer van de installatie zoals beschreven door Baird, omvat een dampkamer met een dampuitvoer. Een 25 condensor en een vacuüm middel kunnen worden geplaatst in communicatie met de dampuitlaat om condensatie van de gevormde damp onder subatmosfere omstandigheden mogelijk te maken. Zich uitstrekkend van één uiteinde van de proceskamer naar het andere uiteinde, is een buisachtige door een motor 30 aangedreven rotor. Zich axiaal uitstrekkend, naar buiten toe gezien vanaf de rotoras, zijn een veelvoud van radiale rotorbladen welke niet-symmetrisch verdraaid zijn aangebracht om zich radiaal uit te strekken vanuit één uiteinde van de kamer naar het andere tussen de voedingsinlaat en de 35 productuitlaat. De rotorbladen strekken zich in een smalle, maar in het algemeen uniforme, dicht op elkaar gepakte dunne filmverhouding met betrekking tot de binnenwand van de proceskamer uit, zodat, wanneer de rotor ronddraait, de

rotorbladen een dunne, uitgestreken of turbulente film van het procesmateriaal op de binnenwand van de proceskamer verschaffen.

Tijdens de werking wordt een materiaal, dat  
5 verwerkt moet worden, toegevoerd in de voedingsinlaat door een pomp of door de zwaartekracht. Het materiaal wordt naar beneden toe verplaatst en wordt als een dunne film op de binnenwand van de proceskamer verdeeld door middel van de ronddraaiende rotorbladen. Een warmte-uitwisselend fluïdum,  
10 zoals stoom, wordt in de op temperatuur geregelde mantel gevoerd, zodat de binnenwand van de proceskamer is verhit op een constante, van te voren gekozen temperatuur, waardoor de geregelde verdamping van de relatief vluchtige componenten van het te bewerken materiaal wordt verkregen. Een relatief  
15 niet-vluchtig materiaal wordt onttrokken uit de productuitlaat en het verdampte vluchtige materiaal wordt aan de dampkamer door de dampuitvoer onttrokken.

De onderhavige uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het vervaardigen van een koolteerpek met een  
20 hoog verwekingspunt met gebruikmaking van zeer efficiënte verdampende distillatie. Volgens deze werkwijze wordt een koolteerpek als voeding met een verwekingspunt in het traject van 70 tot 160°C in een procesvat gevoerd, waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van  
25 300 tot 600°C en waarbij een druk in het procesvat wordt aangehouden in het traject van 5 Torr of minder. Een koolteerpek wordt als uitvoer onttrokken uit het procesvat. Het koolteerpek dat als uitvoer wordt onttrokken, heeft een verwekingspunt in het traject van 140 tot 300°C en heeft  
30 minder dan 5% mesofase. Een mesofasegehalte van meer dan 5% in de uitgevoerde koolteerpek zal de toepasbaarheid als bindmiddel voor koolstof-koolstofcomposieten en frictiematerialen verminderen, alsmede de werking bij de productie van grafietelektroden en anoden gebruikt bij de  
35 aluminiumproductie. Voorkeurstrajecten voor de uitgevoerde koolteerpek omvatten een verwekingspunt in het traject van 150 tot 250°C en minder dan 1% mesofase. Ook heeft de

uitgevoerde koolteerpek bij voorkeur een B(a)P equivalent van minder dan of gelijk aan 500 dpm. De toegevoerde koolteerpek kan bij voorkeur een verwekingspunt in het traject van 110 tot 140°C hebben en het procesvat kan bij voorkeur zijn

5 verhit tot een temperatuur in het traject van 350 tot 500°C. De uitgevoerde koolteerpek kan ook zijn gecombineerd met een verwekingsmiddel zoals een koolteer met een lage viscositeit, bij voorkeur tussen 2 en 5 centistokes bij 210°F, een laag B(a)P equivalent, bij voorkeur niet meer dan 500 dpm B(a)P,

10 of een dergelijke koolteer kan worden gecombineerd met een petroleumolie, waarbij de petroleumolie 30 tot 60% van het mengsel uitmaakt.

De onderhavige uitvinding heeft ook betrekking op een werkwijze voor het maken van een koolteerpek, welke geen

15 in chinoline niet-oplosbaar gehalte en geen as bezit, maar met een gewenst verwekingspunt. Volgens de werkwijze wordt een toegevoerde koolteerpek met een verwekingspunt in het traject van 70 tot 160°C toegevoerd aan een procesvat, waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het

20 traject van 300 tot 600°C en waarbij een druk in het procesvat ligt in het traject van 5 Torr of minder. Een distillaat dat geen niet in chinoline oplosbare stoffen en geen as bezit, met een verwekingspunt in het traject van 25 tot 60°C wordt uit het procesvat verkregen. Het distillaat

25 wordt met warmte behandeld bij een temperatuur in het traject van 350 tot 595°C gedurende vijf minuten tot veertig uren. Het met hitte behandelde distillaat kan vervolgens worden gedistilleerd om een pek te verkrijgen met het gewenste verwekingspunt.

30 De onderhavige uitvinding heeft ook betrekking op een werkwijze voor het vervaardigen van een mesofase koolteerpek met 70 tot 100% mesofase. Volgens deze methode wordt een toegevoerde koolteerpek met een verwekingspunt in het traject van 70 tot 160°C toegevoerd aan een procesvat,

35 waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 300 tot 600°C en waarbij een druk in het procesvat ligt in het traject van 5 Torr of minder. Een distillaat met geen in chinoline niet-oplosbaar materiaal en



geen as, en met een verwekingspunt in het traject van 25 tot 60°C wordt verkregen uit het procesvat. Het distillaat wordt met hitte behandeld bij een temperatuur in het traject van 370 tot 595°C gedurende drie tot veertig uren.

5 De onderhavige uitvinding heeft ook betrekking op een werkwijze voor het vervaardigen van een koolteerpek welke geen in chinoline niet-oplosbaar materiaal en geen as bezit. De werkwijze omvat stappen van het toevoeren van een toegevoerde koolteerpek met een verwekingspunt in het traject  
10 van 70 tot 160°C in een eerste procesvat, waarbij het eerste procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 300 tot 600°C en waarbij een druk in het procesvat ligt in het traject van 5 Torr of minder, het verkrijgen van een distillaat dat vrij is aan niet in chinoline oplosbare  
15 stoffen en vrij is aan as, met een verwekingspunt in het traject van 25 tot 60°C uit het eerste procesvat, het met hitte behandelen van het distillaat bij een temperatuur in het traject van 350 tot 595°C gedurende vijf minuten tot veertig uren, het distilleren van het met hitte behandelde  
20 distillaat onder verkrijging van een pek met een gewenst verwekingspunt, het toevoeren van de pek met een gewenst verwekingspunt aan een tweede procesvat, waarbij het tweede procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 300 tot 600°C, en het onttrekken van een uit te voeren  
25 koolteerpek uit het tweede procesvat. Het eerste en het tweede procesvat kunnen hetzelfde vat zijn of kunnen verschillende vaten zijn.

Eventueel kan een koolwaterstofmengsel, zoals een mengsel van koolteerpek en petroleumpek, worden gebruikt als  
30 een toevoermateriaal in plaats van de toe te voeren koolteerpek in elk van de werkwijzen volgens de onderhavige uitvinding. Het koolwaterstofmengsel heeft bij voorkeur een koolteerpekgehalte van ten minste 50%.

Elk van de methoden van de onderhavige uitvinding  
35 kan worden uitgevoerd met gebruikmaking van de conventionele distillatie-installaties met de mogelijkheid om te werken bij specifieke temperaturen en drukken, een gestreken filmverdamper (WFE) of een dunne filmverdamper.

Volgens de onderhavige uitvinding wordt een koolteerpek met een hoog verwekingspunt en een lage vluchtigheid vervaardigd door het bewerken van een voedingskoolteerpek met een verwekingspunt in het traject van 5 70 tot 160°C en bij voorkeur in het traject van 110 tot 140°C, met gebruikmaking van een hoog effectieve verdampende distillatiewerkwijze welke wordt uitgevoerd in een procesvat welke werkt bij temperaturen van 300 tot 600°C en drukken van 5 Torr of minder. Dit temperatuurstraject is belangrijk omdat 10 het werken onder de bodemtemperatuur niet het gewenste verwekingspunt in het uitgevoerde materiaal zal opleveren en het werken bij een temperatuur hoger dan de boventemperatuur zal resulteren in thermisch kraken en thermische degradatie van het uitvoermateriaal. Overeenkomstig is het druktraject 15 belangrijk omdat, indien de druk hoger is dan het gespecificeerde hoogste druktraject, hogere bewerkingstemperaturen nodig zullen zijn om het gewenste verwekingspunt te verkrijgen, welke hogere temperaturen zullen resulteren in thermisch kraken en thermische 20 degradatie van het uitvoermateriaal.

Volgens de onderhavige uitvinding kan de bewerking worden uitgevoerd met gebruikmaking van een WFE-installatie en voor doeleinden van illustratie en niet ter beperking, zal de onderhavige uitvinding worden beschreven met verwijzing 25 naar een bewerking welke gebruik maakt van een WFE-installatie. Het zal echter worden begrepen dat de gebruikelijke distillatie-installaties en de gebruikelijke dunne filmverdamper kunnen worden gebruikt zo lang dergelijke installaties en verdamper kunnen werken bij de 30 temperaturen en drukken zoals hier beschreven. In de gevallen waar een dunne filmverdamper wordt gebruikt, zal de dunne filmverdamper bij voorkeur een film vormen op de inwendige wand daarvan met een minimale dikte welke niet kleiner is dan de dikte van de grootste QI-deeltjes welke zich in het 35 voedingsmateriaal bevinden.

Elke bekende WFE-installatie kan worden gebruikt zo lang deze geschikt is om te werken bij temperaturen van 300

tot 600°C en drukken van 5 Torr of minder. Bij voorkeur dient de WFE-installatie geschikt te zijn om een minimale filmdikte van 1 millimeter te kunnen bewerken en een afstrijksnelheid van 200 tot 3.000 toeren per minuut toe te passen. De

5 proceskamer of de vatwand van de WFE wordt verwarmd tot een temperatuur van tussen 300 en 600°C, en bij voorkeur tussen 350 en 500°C. De geschikte voedingssnelheid van de voedingskoolteerpek in de WFE-installatie zal afhangen van het beschikbare bewerkoppervlak van het vat. De

10 voedingssnelheid dient te liggen tussen 10 en 100 pond per vierkante voet aan oppervlak per uur, en bij voorkeur tussen 35 en 50 pond per vierkante voet oppervlak per uur. Indien de voedingskoolteerpek wordt gevoerd in de WFE-installatie bij een snelheid tussen 10 en 100 pond per vierkante voet

15 oppervlak per uur, zal de verblijftijd van de voedingskoolteerpek in de WFE-installatie ongeveer 1 tot 60 seconden bedragen. Indien de voedingskoolteerpek wordt toegevoerd bij de voorkeurssnelheid tussen 35 en 50 pond per vierkante voet per uur, zal de verblijftijd van de

20 voedingskoolteerpek in de WFE-installatie ongeveer 5 tot 30 seconden bedragen. Het residu van de WFE zal een uitvoerkoolteerpek zijn met een verwekingspunt in het traject van 140 tot 300°C, bij voorkeur van 150 tot 250°C, en met een minimale vorming van mesofase van 0 tot 5%, bij voorkeur 0

25 tot 1%. In het geval waarbij de gebruikelijke distillatie-installatie wordt aangepast om te werken bij de gespecificeerde temperaturen en drukken, zal de uitvoerkoolteerpek een verwekingspunt hebben dat ligt in het traject van 140 tot 180°C. Teneinde verwekingspunten te

30 verkrijgen in de uit te voeren koolteerpek, welke hoger liggen dan 180°C volgens de onderhavige uitvinding, is het noodzakelijk om een WFE of een dunne filmverdampers te gebruiken, omdat de verblijftijd die nodig is om verwekingspunten te verkrijgen van de uitvoerkoolteerpek van

35 hoger dan 180°C met gebruikmaking van een conventionele distillatie-installatie, ongewenste resultaten zal opleveren zoals de productie van overmaat aan mesofase. Ook het gebruik van een hoog efficiënte verdampende distillatiewerkwijze

zoals een WFE-werkwijze, maakt de verwijdering van PAH's, in het bijzonder benzo(a)pyreen, met hoge kookpunten uit de toe te voeren koolteerpek mogelijk, wat resulteert in een uit te voeren koolteerpek met een B(a)P equivalent van niet meer dan 500 dpm. De opbrengst van de uit te voeren koolteerpek bij een bepaalde vattertemperatuur hangt af van het verwekingspunt van de toe te voeren koolteerpek.

### VOORBEELDEN

10

Verdere details van de onderhavige uitvinding worden getoond in de volgende voorbeelden:

#### **Voorbeeld 1**

Een toe te voeren koolteerpek met een verwekingspunt van 109°C wordt in een WFE-installatie gevoerd met een vat van 1,4 vierkante voet en welke werkt bij een temperatuur van 335°C en een voedingssnelheid van 77 pond per vierkante voet oppervlak per uur. De uit te voeren koolteerpek van de WFE-installatie heeft een pekopbrengst van 85%. Een laboratoriumanalyse van de uitgevoerde koolteerpek wordt samengevat in de volgende tabel II:

<b>TABEL II</b>	
Verwekingspunt, °C	140,6
Tolueen niet-oplosbaar, gew.%	32,9
Chinoline niet-oplosbaar, gew.%	15,1
Cokeswaarde, "Modified Conradson", gew.%	64,9
As, gew.%	0,20
Specifieke dichtheid, 25/25°C	1,35
Betahars, gew.%	17,8

25

#### **Voorbeeld 2**

Een voedingskoolteerpek met een verwekingspunt van 109°C wordt in een WFE-installatie gevoerd met een vat van 1,4 vierkante voet welke werkt bij een temperatuur van 335°C

bij een voedingssnelheid van 95 pond per vierkante voet per uur. De uitgevoerde koolteerpek van de WFE-installatie heeft een pekopbrengst van 73%.

Een laboratoriumanalyse van de uitgevoerde  
5 koolteerpek wordt samengevat in de volgende tabel III:

<b>TABEL III</b>	
Verwekingspunt, °C	163,0
Tolueen niet-oplosbaar, gew.%	37,7
Chinoline niet-oplosbaar, gew.%	17,0
Cokeswaarde, "Modified Conradson", gew.%	71,6
As, gew.%	0,22
Specifieke dichtheid, 25/25°C	1,36
Betahars, gew.%	20,7

10

**Voorbeeld 3**

Een voedingskoolteerpek met een verwekingspunt van 109°C wordt toegevoerd aan een WFE-installatie met een vat van 1,4 vierkante voet welke werkt bij een temperatuur van 350°C bij een voedingssnelheid van 65 pond per vierkante voet  
15 per uur. De uitgevoerde koolteerpek van de WFE-installatie heeft een pekopbrengst van 74,2%. Een laboratoriumanalyse van de uitgevoerde koolteerpek wordt samengevat in de volgende tabel IV:

20

<b>TABEL IV</b>	
Verwekingspunt, °C	200,0
Tolueen niet-oplosbaar, gew.%	42,2
Chinoline niet-oplosbaar, gew.%	18,2
Cokeswaarde, "Modified Conradson", gew.%	76,5
As, gew.%	0,27
Specifieke dichtheid, 25/25°C	1,378
Betahars, gew.%	24,1

**Voorbeeld 4**

Een voedingskoolteerpek met een verwekingspunt van 109°C wordt toegevoerd aan een WFE-installatie met een vat van 1,4 vierkante voet welke werkt bij een temperatuur van 365°C bij een voedingssnelheid van 67 pond per vierkante voet per uur. De uitgevoerde koolteerpek van de WFE-installatie heeft een pekopbrengst van 67%. Een laboratoriumanalyse van de uitgevoerde koolteerpek wordt samengevat in de volgende tabel V:

10

<b>TABEL V</b>	
Verwekingspunt, °C	225
Tolueen niet-oplosbaar, gew.%	48,9
Chinoline niet-oplosbaar, gew.%	23,3
Cokeswaarde, "Modified Conradson", gew.%	81,2
As, gew.%	0,24
Specifieke dichtheid, 25/25°C	1,365
Betahars, gew.%	25,7

De uitgevoerde koolteerpek heeft een verwekingspunt in het traject van 140 tot 300°C en bij voorkeur in het traject van 150 tot 250°C en dit kan worden gebruikt als een bindmiddel voor koolstof-koolstofcomposieten en frictiematerialen, alsmede bij de productie van grafietelektroden en anoden gebruikt voor de aluminiumproductie. Bovendien kan de uitgevoerde koolteerpek met een verwekingspunt in het traject van 140 tot 300°C, en bij voorkeur in het traject van 150 tot 250°C, worden gecombineerd met een weekmaker onder oplevering van een pek met een verwekingspunt van 110°C, geschikt voor gebruik bij de productie van aluminiumanoden, inclusief Söderberg bindmiddelpek, en elke andere industriële toepassing waar zeer lage PAH-gehaltenes nodig zijn. De weekmaker kan een koolteer zijn met een lage viscositeit, bij voorkeur tussen 2 en 5 centistokes bij 210°F, een lage B(a)P equivalent, bij

voorkeur niet meer dan 500 dpm B(a)B, of een dergelijke koolteer in combinatie met een petroleumolie, waarbij het petroleumolie 30 tot 60% van het mengsel uitmaakt. Een geschikte weekmaker is het koolteerpekmengsel, beschreven  
5 door McHenry et al., in het Amerikaanse octrooi US 5.746.906, waarvan de inhoud hierbij door middel van referentie in de beschrijving is opgenomen.

Eventueel, volgens een alternatieve uitvoeringsvorm van de onderhavige uitvinding, kan een koolwaterstofmengsel,  
10 zoals een mengsel van koolteerpek en petroleumpek, worden gebruikt als een voedingsmateriaal in plaats van het toegevoerde koolteerpek. Het koolwaterstofmengsel in deze uitvoeringsvorm heeft bij voorkeur een koolteerpekgehalte van ten minste 50%. Het distillaat dat wordt verkregen bij  
15 gebruikmaking van een koolwaterstofmengsel als voedingsmateriaal kan dan worden gebruikt in de hierna te beschrijven methoden.

Het distillaat dat vrij komt bij de bewerking van de toegevoerde koolteerpek in de WFE-installatie, zal vrij  
20 zijn van niet in chinoline oplosbare materialen, wat, zoals hier gebruikt, betekent dat het een QI heeft in het traject van 0 tot 0,5%, alsmede asvrij zijn, wat, zoals hier gebruikt, betekent dat het een asgehalte in het traject van 0 tot 0,1% heeft. Een distillaat dat QI-vrij is, alsmede vrij  
25 is aan as, is gewenst voor ten minste twee redenen. Ten eerste kan het distillaat worden gebruikt om materialen te vormen, welke gebruikt zullen worden als impregnerende pek om porositeit in koolstofstructuren op te vullen en het is bekend dat QI en as de mogelijkheid, om een dergelijke  
30 porositeit op te vullen, verhinderen. Ten tweede kan het distillaat worden gebruikt om mesofasepek te vormen, en QI staat bekend als materiaal dat de coalescentie van de mesofasebolletjes hindert. Het distillaat zal een pek omvatten met een verwekingspunt in het traject van 25 to  
35 60°C.

Het distillaat kan worden gebruikt om een QI-vrij en asvrij pek met een gewenst hoog verwekingspunt te produceren door eerst een warmtebehandeling uit te voeren van het

distillaat bij temperaturen tussen 350 en 595°C gedurende  
 tussen 5 minuten en 40 uren. De warmtebehandelingsstap kan  
 bijvoorbeeld worden uitgevoerd door een distillaat in een  
 kolf te plaatsen welke een korte distillatiekolom bevat en  
 5 het verhitten en het roeren van het distillaat daarin onder  
 een licht vacuüm van niet meer dan 600 mm kwik absoluut. De  
 stap van de warmtebehandeling van het distillaat zal leiden  
 tot een pek met een verwekingspunt in het traject van 60 tot  
 110°C. Het met hitte behandelde distillaat kan vervolgens  
 10 worden gedistilleerd op de gebruikelijke manier en met de  
 gebruikelijke middelen om een pekresidu te verkrijgen met een  
 gewenst verwekingspunt. De resulterende pek kan worden  
 gebruikt bij de productie van koolstofvezels en  
 brandstofcellen. Als alternatief kan een QI-vrije pek met een  
 15 smal kooktraject worden verkregen door verdere verwerking van  
 de QI-vrije en asvrije pek zoals deze is verkregen door de  
 warmtebehandeling en distillatie met gebruikmaking van een  
 hoog efficiënt verdampende distillatiewerkwijze, zoals een  
 WFE of een dunne filmverdampingswerkwijze bij temperaturen in  
 20 het traject van 300 tot 600°C en drukken van niet groter dan  
 5 Torr, waarbij het pek met een smal kooktraject het residu  
 van een dergelijke bewerking is.

#### VOORBEELD

25 Verdere details van de onderhavige uitvinding worden  
 in het volgende voorbeeld getoond:

#### **Voorbeeld 1**

Een distillaat met een verwekingspunt van 25 tot  
 30 30°C, verkregen uit een voedingskoolteerpek met een  
 verwekingspunt van 110°C wordt aan warmtebehandeling bij 360°C  
 onderworpen gedurende ongeveer 8 uren om een pek te  
 verkrijgen met een verwekingspunt van 60°C. Het pek met een  
 verwekingspunt van 60°C wordt gedistilleerd in een  
 35 batch/potdistillatie bij een "overhead" temperatuur van 400°C  
 om een pek te verkrijgen met een verwekingspunt van 98,9°C  
 bij een 70% opbrengst. Een laboratoriumanalyse van de  
 resulterende pek wordt samengevat in de volgende tabel VI:



TABEL VI	
Tolueen niet-oplosbaar, gew.%	18,3
Chinoline niet-oplosbaar, gew.%	0,5
Cokeswaarde, "Modified Conradson", gew.%	46
As, gew.%	0,04
Specifieke dichtheid, 25/25°C	1,29
Betahars, gew.%	17,8

Eventueel kan een mesofasepek met een mesofasegehalte in het traject van 70 tot 100%, en bij voorkeur in het traject van 75 tot 85%, worden vervaardigd uit het distillaat door warmtebehandeling van het distillaat bij temperaturen tussen 370 en 595°C gedurende tussen 3 en 40 uren. De opbrengst van de mesofasepek ligt in het algemeen in het traject van 70 tot 100%. De mesofasepek kan worden gebruikt bij koolstofvezels, lithiumbatterijen en grafietschuim. Indien het mesofasegehalte lager ligt dan 70%, zal het verkregen product, geproduceerd uit de mesofasepek, niet de noodzakelijke planaire structuur hebben, wat leidt tot een afgewerkt product met onaanvaardbare lage sterkte.

De termen en de uitdrukking welke hier zijn gebruikt, zijn slechts gebruikt als beschrijving en niet als beperking, en er is geen bedoeling om, met het gebruik van deze termen en uitdrukkingen, overeenkomstige equivalenten van eigenschappen zoals getoond en beschreven of delen daarvan, uit te sluiten, en waarbij moet worden opgemerkt dat verschillende aanpassingen mogelijk zijn binnen het bereik van de uitvinding. Hoewel verschillende bepaalde uitvoeringen van de onderhavige uitvinding zijn weergegeven in de hiervoorgaande gedetailleerde beschrijving, moet verder worden begrepen dat de onderhavige uitvinding niet beperkt is tot slechts deze beschreven uitvoeringsvormen, maar dat er onnoemelijk veel wijzigingen, modificaties en vervangingen mogelijk zijn.

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het vervaardigen van een koolteerpek met een hoog verwekingspunt door gebruikmaking van hoog efficiënte verdampende distillatie, omvattende de stappen van:

5            het voeden van een voedingskoolteerpek met een verwekingspunt in het traject van 70 tot 160°C in een procesvat, waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 300 tot 600°C en waarbij een druk in het procesvat 5 Torr of minder bedraagt; en

10           het onttrekken van een uitvoerkoolteerpek uit het procesvat, waarbij de uitvoerkoolteerpek een verwekingspunt heeft in het traject van 140 tot 300°C en een mesofasegehalte van minder dan 5%.

2. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij de  
15 uitvoerkoolteerpek een verwekingspunt in het traject van 150 tot 250°C heeft.

3. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij de uitvoerkoolteerpek minder dan 1% mesofasegehalte heeft.

4. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij de  
20 voedingskoolteerpek een verwekingspunt in het traject van 110 tot 140°C heeft.

5. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 350 tot 500°C.

25           6. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij de uitvoerkoolteerpek een B(a)P equivalent van minder dan of gelijk aan 500 dpm heeft.

7. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolteerpek  
30 in een gestreken filmverdamer, welke gestreken filmverdamer het procesvat omvat.

8. Werkwijze volgens conclusie 7, waarbij een voedingssnelheid van de voedingskoolteerpek in de gestreken filmverdamer ligt in het traject van 10 tot 100 pond per  
35 vierkante voet oppervlak per uur.

9. Werkwijze volgens conclusie 7, waarbij een voedingssnelheid van de voedingskoolteerpek in de gestreken filmverdamer ligt in het traject van 35 tot 50 pond per vierkante voet oppervlak per uur.

5 10. Werkwijze volgens conclusie 8, waarbij een verblijftijd van de voedingskoolteerpek in het procesvat ligt in het traject van 1 tot 60 seconden.

10 11. Werkwijze volgens conclusie 9, waarbij een verblijftijd van de voedingskoolteerpek in het procesvat ligt in het traject van 5 tot 30 seconden.

12. Werkwijze volgens conclusie 7, waarbij de gestreken filmverdamer een film van de voedingskoolteerpek op een binnenwand van het procesvat vormt, welke film een minimale dikte van 1 millimeter heeft.

15 13. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolteerpek in een dunne filmverdamer, waarbij de dunne filmverdamer het procesvat omvat.

20 14. Werkwijze volgens conclusie 13, waarbij een voedingssnelheid van de voedingskoolteerpek in de dunne filmverdamer ligt in het traject van 10 tot 100 pond per vierkante voet oppervlak per uur.

25 15. Werkwijze volgens conclusie 13, waarbij een voedingssnelheid van de voedingskoolteerpek in de dunne filmverdamer ligt in het traject van 35 tot 50 pond per vierkante voet oppervlak per uur.

16. Werkwijze volgens conclusie 14, waarbij een verblijftijd van de voedingskoolteerpek in het procesvat ligt in het traject van 1 tot 60 seconden.

30 17. Werkwijze volgens conclusie 15, waarbij een verblijftijd van de voedingskoolteerpek in het procesvat ligt in het traject van 5 tot 30 seconden.

35 18. Werkwijze volgens conclusie 13, waarbij de dunne filmverdamer een film van de voedingskoolteerpek op een binnenwand van het procesvat vormt, waarbij de voedingskoolteerpek een veelvoud van QI-deeltjes omvat, welke film een minimale dikte heeft die niet kleiner is dan de dikte van een grootste QI-deeltje.

19. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij de voedingsstap het toevoeren van de voedingskoolteerpek in een gebruikelijke distillatie-installatie omvat, welke gebruikelijke distillatie-installatie het procesvat omvat, 5 waarbij de uitvoerkoolteerpek een verwekingspunt heeft in het traject van 140 tot 180°C.

20. Werkwijze voor het vervaardigen van een pek met gebruikmaking van hoog efficiënte verdampende distillatie, omvattende de stappen van :

10           het voeden van een voedingskoolteerpek met een verwekingspunt in het traject van 70 tot 160°C in een procesvat, waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 300 tot 600°C en waarbij een 15 druk in het procesvat 5 Torr of minder bedraagt;

          het onttrekken van een uitvoerkoolteerpek uit het procesvat, welke uitvoerkoolteerpek een verwekingspunt in het traject van 140 tot 300°C heeft en minder dan 5% mesofasegehalte heeft; en

          het combineren van de uitvoerkoolteerpek met een 20 weekmaker.

21. Werkwijze volgens conclusie 20, waarbij de weekmaker een koolteer omvat met een viscositeit in het traject van 2 tot 5 centistokes bij 210°F en een B(a)P equivalent van niet meer dan 500 dpm B(a)P.

22. Werkwijze volgens conclusie 21, waarbij de weekmaker 25 een mengsel omvat van de koolteer en een petroleumolie, welke petroleumolie 30 tot 60% van het mengsel uitmaakt.

23. Werkwijze volgens conclusie 20, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de koolteerpek in een 30 gestreken filmverdamer, welke gestreken filmverdamer het procesvat omvat.

24. Werkwijze volgens conclusie 20, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de koolteerpek in een 35 dunne filmverdamer, welke dunne filmverdamer het procesvat omvat.

25. Werkwijze volgens conclusie 20, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolteerpek in een gebruikelijke distillatie-installatie, welke

gebruikelijke distillatie-installatie het procesvat omvat, waarbij de uitvoerkoolteerpek een verwekingspunt heeft in het traject van 140 tot 180°C.

26. Werkwijze volgens conclusie 20, waarbij de  
5 uitvoerkoolteerpek een verwekingspunt in het traject van 150 tot 250°C heeft.

27. Werkwijze volgens conclusie 20, waarbij de voedingskoolteerpek een verwekingspunt in het traject van 110 tot 140°C heeft.

10 28. Werkwijze volgens conclusie 20, waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 350 tot 500°C.

29. Werkwijze voor het maken van een QI-vrije en asvrije koolteerpek met een gewenst verwekingspunt, omvattende de  
15 stappen van:

het toevoeren van een voedingskoolteerpek met een oorspronkelijk verwekingspunt in het traject van 70 tot 160°C in een procesvat, waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 300 tot 600°C en waarbij een  
20 druk in het procesvat 5 Torr of minder bedraagt;

het verkrijgen van een distillaat uit het procesvat, welk distillaat een verwekingspunt in het traject van 25 tot 60°C heeft en QI-vrij en asvrij is;

het warmtebehandelen van het distillaat bij een  
25 temperatuur in het traject van 350 tot 595°C gedurende tussen vijf minuten en veertig uren; en

het distilleren van het warmtebehandelde distillaat onder verkrijging van een pek met het gewenste  
verwekingspunt.

30 30. Werkwijze volgens conclusie 29, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolteerpek in een gestreken filmverdamer, welke gestreken filmverdamer het procesvat omvat.

31. Werkwijze volgens conclusie 29, waarbij de  
35 voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolteerpek in een dunne filmverdamer, welke dunne filmverdamer het procesvat omvat.

32. Werkwijze volgens conclusie 29, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolteerpek in een gebruikelijke distillatie-installatie, welke gebruikelijke distillatie-installatie het procesvat omvat.

5 33. Werkwijze volgens conclusie 29, waarbij het warmtebehandelde distillaat een verwekingspunt in het traject van 60 tot 110°C heeft.

34. Werkwijze voor het vervaardigen van een mesofasekoolteerpek, omvattende de stappen van:

10 het toevoeren van een voedingskoolteerpek met een verwekingspunt in het traject van 70 tot 160°C in een procesvat, waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 300 tot 600°C en waarbij een druk in het procesvat 5 Torr of minder bedraagt;

15 het verkrijgen van een distillaat uit het procesvat, welk distillaat een verwekingspunt heeft in het traject van 25 tot 60°C en QI-vrij en asvrij is; en

het warmtebehandelen van het distillaat bij een temperatuur in het traject van 370 tot 595°C gedurende tussen drie en veertig uren.

20 35. Werkwijze volgens conclusie 34, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolteerpek in een gestreken filmverdamer, welke gestreken filmverdamer het procesvat omvat.

25 36. Werkwijze volgens conclusie 34, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolteerpek in een dunne filmverdamer, welke dunne filmverdamer het procesvat omvat.

30 37. Werkwijze volgens conclusie 34, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolteerpek in een gebruikelijke distillatie-installatie, welke gebruikelijke distillatie-installatie het procesvat omvat.

38. Werkwijze voor het vervaardigen van een QI-vrije en asvrije koolteerpek, omvattende de stappen van:

35 het toevoeren van een voedingskoolteerpek met een verwekingspunt in het traject van 70 tot 160°C in een eerste procesvat, waarbij het eerste procesvat wordt verhit tot een

temperatuur in het traject van 300 tot 600°C en waarbij een druk in het eerste procesvat 5 Torr of minder bedraagt;

het verkrijgen van een distillaat uit het eerste procesvat, welk distillaat een verwekingspunt in het traject  
5 van 25 tot 60°C heeft en QI-vrij en asvrij is;

het warmtebehandelen van het distillaat bij een temperatuur in het traject van 350 tot 595°C gedurende tussen vijf minuten en veertig uren;

10 het distilleren van het warmtebehandelde distillaat onder verkrijging van een pek met een gewenst verwekingspunt;

het toevoeren van de pek met een gewenst verwekingspunt in een tweede procesvat, waarbij het tweede procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 300 tot 600°C; en

15 het onttrekken van een uitvoerkoolteerpek uit het tweede procesvat.

39. Werkwijze volgens conclusie 38, waarbij het eerste procesvat en het tweede procesvat hetzelfde vat zijn.

20 40. Werkwijze volgens conclusie 39, waarbij het eerste en tweede procesvat een gestreken filmverdamer zijn.

41. Werkwijze volgens conclusie 38, waarbij het eerste procesvat een gestreken filmverdamer omvat.

42. Werkwijze volgens conclusie 38, waarbij het tweede procesvat een gestreken filmverdamer omvat.

25 43. Werkwijze volgens conclusie 39, waarbij het eerste en tweede procesvat een dunne filmverdamer zijn.

44. Werkwijze volgens conclusie 38, waarbij het eerste procesvat een dunne filmverdamer omvat.

30 45. Werkwijze volgens conclusie 38, waarbij het tweede procesvat een dunne filmverdamer omvat.

46. Werkwijze volgens conclusie 39, waarbij het eerste en tweede procesvat een gebruikelijke distillatie-installatie omvatten.

35 47. Werkwijze volgens conclusie 38, waarbij het eerste procesvat verder een gebruikelijke distillatie-installatie omvat.

48. Werkwijze volgens conclusie 38, waarbij het tweede procesvat verder een gebruikelijke distillatie-installatie omvat.

49. Werkwijze voor het vervaardigen van een  
5 koolwaterstofmengselpek met een hoog verwekingspunt onder gebruikmaking van een hoog efficiënte verdampende distillatie, omvattende de stappen van:

het toevoeren van een  
voedingskoolwaterstofmengselpek met een verwekingspunt in het  
10 traject van 70 tot 160°C aan een procesvat waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 300 tot 600°C en waarbij een druk in het procesvat 5 Torr of minder bedraagt; en

het onttrekken van een  
15 uitvoerkoolwaterstofmengselpek uit het procesvat, waarbij de uitvoerkoolwaterstofmengselpek een verwekingspunt heeft in het traject van 140 tot 300°C en minder dan 5% mesofasegehalte heeft.

50. Werkwijze volgens conclusie 49, waarbij de  
20 uitvoerkoolwaterstofmengselpek een verwekingspunt in het traject van 150 tot 250°C bezit.

51. Werkwijze volgens conclusie 49, waarbij de uitvoerkoolwaterstofmengselpek minder dan 1% mesofasegehalte heeft.

25 52. Werkwijze volgens conclusie 49, waarbij de voedingskoolwaterstofmengselpek een verwekingspunt in het traject van 110 tot 140°C heeft.

53. Werkwijze volgens conclusie 49, waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van  
30 350 tot 500°C.

54. Werkwijze volgens conclusie 49, waarbij de uitvoerkoolwaterstofmengselpek een B(a)P equivalent van minder dan of gelijk aan 500 dpm heeft.

55. Werkwijze volgens conclusie 49, waarbij de  
35 voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan een gestreken filmverdamer, welke gestreken filmverdamer het procesvat omvat.



56. Werkwijze volgens conclusie 55, waarbij een voedingssnelheid van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan de gestreken filmverdamer ligt in het traject van 10 tot 100 pond per vierkante voet oppervlak per uur.

5 57. Werkwijze volgens conclusie 55, waarbij een voedingssnelheid van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan de gestreken filmverdamer ligt in het traject van 35 tot 50 pond per vierkante voet oppervlak per uur.

10 58. Werkwijze volgens conclusie 56, waarbij een verblijftijd van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan het procesvat ligt in het traject van 1 tot 60 seconden.

59. Werkwijze volgens conclusie 57, waarbij een verblijftijd van de voedingskoolwaterstofmengselpek in het procesvat ligt in het traject van 5 tot 30 seconden.

15 60. Werkwijze volgens conclusie 55, waarbij de gestreken filmverdamer een film van de voedingskoolwaterstofmengselpek op een binnenwand van het procesvat vormt, welke film een minimale dikte van 1 millimeter heeft.

20 61. Werkwijze volgens conclusie 49, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan een dunne filmverdamer, welke dunne filmverdamer het procesvat omvat.

25 62. Werkwijze volgens conclusie 61, waarbij een voedingssnelheid van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan de dunne filmverdamer ligt in het traject van 10 tot 100 pond per vierkante voet oppervlak per uur.

30 63. Werkwijze volgens conclusie 61, waarbij een voedingssnelheid van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan de dunne filmverdamer ligt in het traject van 35 tot 50 pond per vierkante voet oppervlak per uur.

64. Werkwijze volgens conclusie 62, waarbij een verblijftijd van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan het procesvat ligt in het traject van 1 tot 60 seconden.

35 65. Werkwijze volgens conclusie 63, waarbij een verblijftijd van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan het procesvat ligt in het traject van 5 tot 30 seconden.

66. Werkwijze volgens conclusie 5461, waarbij de dunne filmverdamer een film van de voedingskoolwaterstofmengselpek

op een binnenwand van het procesvat vormt, waarbij de voedingskoolwaterstofmengselpek een veelvoud van QI-deeltjes omvat, welke film een minimale dikte heeft die niet kleiner is dan een dikte van een grootste QI-deeltje.

5 67. Werkwijze volgens conclusie 49, waarbij de toevoerstap omvat het toevoeren van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan een gebruikelijke distillatie-installatie, welke gebruikelijke distillatie-installatie het procesvat omvat.

10 68. Werkwijze volgens conclusie 49, waarbij de voedingskoolwaterstofmengselpek een mengsel van koolteerpek en petroleumpek omvat.

69. Werkwijze volgens conclusie 68, waarbij de voedingskoolwaterstofmengselpek ten minste 50% koolteerpek  
15 omvat.

70. Werkwijze voor het vervaardigen van een pek met gebruikmaking van hoog efficiënte verdampende distillatie, omvattende de stappen van:

het toevoeren van een  
20 voedingskoolwaterstofmengselpek met een verwekingspunt in het traject van 70 tot 160°C aan een procesvat, waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 300 tot 600°C en waarbij een druk in het procesvat 5 Torr of minder bedraagt;

25 het onttrekken van een uitvoerkoolwaterstofmengselpek uit het procesvat, welke uitvoerkoolwaterstofmengselpek een verwekingspunt in het traject van 140 tot 300°C heeft en minder dan 5% mesofasegehalte bevat; en

30 het combineren van de uitvoerkoolwaterstofmengselpek met een weekmaker.

71. Werkwijze volgens conclusie 70, waarbij de weekmaker omvat een koolteer met een viscositeit in het traject van 2 tot 5 centistokes bij 210°C en een B(a)P equivalent van niet  
35 meer dan 500 dpm B(a)P.

72. Werkwijze volgens conclusie 71, waarbij de weekmaker omvat een mengsel van het koolteer en een petroleumolie, welke petroleumolie 30 tot 60% van het mengsel uitmaakt.

73. Werkwijze volgens conclusie 70, waarbij de toevoerstep omvat het toevoeren van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan een gestreken filmverdamer, welke gestreken filmverdamer het procesvat  
5 omvat.

74. Werkwijze volgens conclusie 70, waarbij de toevoerstep omvat het toevoeren van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan een dunne filmverdamer, welke dunne filmverdamer het procesvat omvat.

10 75. Werkwijze volgens conclusie 70, waarbij de toevoerstep omvat het toevoeren van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan een gebruikelijke distillatie-installatie, welke gebruikelijke distillatie-installatie het procesvat omvat.

15 76. Werkwijze volgens conclusie 70, waarbij de uitvoerkoolwaterstofmengselpek een verwekingspunt in het traject van 150 tot 250°C heeft.

77. Werkwijze volgens conclusie 70, waarbij de voedingskoolwaterstofmengselpek een verwekingspunt in het  
20 traject van 110 tot 140°C heeft.

78. Werkwijze volgens conclusie 70, waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 350 en 500 °C.

79. Werkwijze volgens conclusie 70, waarbij de  
25 voedingskoolwaterstofmengselpek een mengsel van koolteerpek en petroleumpek omvat.

80. Werkwijze volgens conclusie 79, waarbij de voedingskoolwaterstofmengselpek ten minste 50% koolteerpek omvat.

30 81. Werkwijze voor het vervaardigen van een QI-vrije en asvrije koolwaterstofmengselpek met een gewenst verwekingspunt, omvattende de stappen van:

het toevoeren van een voedingskoolwaterstofmengselpek met een initieel  
35 verwekingspunt in het traject van 70 tot 160°C aan een procesvat, waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 300 tot 600°C en waarbij een druk in het procesvat 5 Torr of minder bedraagt;

het verkrijgen van een distillaat uit het procesvat, welk distillaat een verwekingspunt in het traject van 25 tot 60°C heeft en QI-vrij en asvrij is;

5 het met hitte behandelen van het distillaat bij een temperatuur in het traject van 350 tot 595°C gedurende tussen vijf minuten en veertig uren; en

het distilleren van het met hitte behandelde distillaat onder verkrijging van een pek met het gewenste verwekingspunt.

10 82. Werkwijze volgens conclusie 81, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan een gestreken filmverdamer, welke gestreken filmverdamer het procesvat omvat.

15 83. Werkwijze volgens conclusie 81, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan een dunne filmverdamer, welke dunne filmverdamer het procesvat omvat.

20 84. Werkwijze volgens conclusie 81, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan een gebruikelijke distillatie-installatie, welke gebruikelijke distillatie-installatie het procesvat omvat.

25 85. Werkwijze volgens conclusie 81, waarbij het met hitte behandelde distillaat een verwekingspunt in het traject van 60 tot 110°C heeft.

86. Werkwijze volgens conclusie 81, waarbij de voedingskoolwaterstofmengselpek een mengsel van koolteerpek en petroleumpek omvat.

30 87. Werkwijze volgens conclusie 86, waarbij de voedingskoolwaterstofmengselpek ten minste 50% koolteerpek omvat.

35 88. Werkwijze voor het maken van een mesofasekoolwaterstofmengselpek, omvattende de stappen van: het toevoeren van een voedingskoolwaterstofmengselpek met een verwekingspunt in het traject van 70 tot 160°C aan een procesvat, waarbij het procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van

300 tot 600°C en waarbij een druk in het procesvat 5 Torr of minder bedraagt;

het verkrijgen van een distillaat uit het procesvat, welk distillaat een verwekingspunt in het traject van 25 tot 60°C heeft en QI-vrij en asvrij is; en

het met hitte behandelen van het distillaat bij een temperatuur in het traject van 370 tot 595°C gedurende tussen drie en veertig uren.

89. Werkwijze volgens conclusie 88, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan een gestreken filmverdamer, welke gestreken filmverdamer het procesvat omvat.

90. Werkwijze volgens conclusie 88, waarbij de voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan een dunne filmverdamer, welke dunne filmverdamer het procesvat omvat.

91. Werkwijze volgens conclusie 88, welke voedingsstap omvat het toevoeren van de voedingskoolwaterstofmengselpek aan een gebruikelijke distillatie-installatie, welke gebruikelijke distillatie-installatie het procesvat omvat.

92. Werkwijze volgens conclusie 88, waarbij de voedingskoolwaterstofmengselpek een mengsel van koolteerpek en petroleumpek omvat.

93. Werkwijze volgens conclusie 92, waarbij de voedingskoolwaterstofmengselpek ten minste 50% koolteerpek omvat.

94. Werkwijze voor het maken van een QI-vrije en asvrije koolwaterstofmengselpek, omvattende de stappen van:

het toevoeren van een voedingskoolwaterstofmengselpek met een verwekingspunt in het traject van 70 tot 160°C aan een eerste procesvat, waarbij het eerste procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van 300 tot 600°C en waarbij een druk in het eerste procesvat 5 Torr of minder bedraagt;

het verkrijgen van een distillaat uit het eerste procesvat, welk distillaat een verwekingspunt in het traject van 25 tot 60°C heeft en QI-vrij is en asvrij is;

het met hitte behandelen van het distillaat bij een temperatuur in het traject van 350 tot 595°C gedurende tussen vijf minuten en veertig uren;

5 het distilleren van het met hitte behandelde distillaat onder verkrijging van een pek met een gewenst verwekingspunt;

het toevoeren van de pek met een gewenst verwekingspunt aan een tweede procesvat, waarbij het tweede procesvat wordt verhit tot een temperatuur in het traject van  
10 300 tot 600°C; en

het onttrekken van een uitvoerkoolwaterstofmengselpek uit het tweede procesvat.

95. Werkwijze volgens conclusie 94, waarbij het eerste procesvat en het tweede procesvat hetzelfde vat zijn.

15 96. Werkwijze volgens conclusie 95, waarbij het eerste en het tweede procesvat een gestreken filmverdamer zijn.

97. Werkwijze volgens conclusie 94, waarbij het eerste procesvat een gestreken filmverdamer omvat.

20 98. Werkwijze volgens conclusie 94, waarbij het tweede procesvat een gestreken filmverdamer omvat.

99. Werkwijze volgens conclusie 95, waarbij het eerste en het tweede procesvat een dunne filmverdamer zijn.

100. Werkwijze volgens conclusie 94, waarbij het eerste procesvat een dunne filmverdamer omvat.

25 101. Werkwijze volgens conclusie 94, waarbij het tweede procesvat een dunne filmverdamer omvat.

102. Werkwijze volgens conclusie 95, waarbij het eerste en het tweede procesvat een gebruikelijke distillatie-installatie omvatten.

30 103. Werkwijze volgens conclusie 94, waarbij het eerste procesvat verder een gebruikelijke distillatie-installatie omvat.

104. Werkwijze volgens conclusie 94, waarbij het tweede procesvat verder een gebruikelijke distillatie-installatie  
35 omvat.

105. Werkwijze volgens conclusie 94, waarbij de voedingskoolwaterstofmengselpek een mengsel van koolteerpek en petroleumpek omvat.

106. Werkwijze volgens conclusie 105, waarbij de voedingskoolwaterstofmengelpek ten minste 50% koolteerpek omvat.