

377439

377439

377439



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>B 01</u>
SUBCLASE <u>F</u>

PATENTE DE INVENCIÓN

por 20 años

por "Procedimiento para la obtención de productos emulsionantes aplicables a la preparación de lodos emulsionados inversos" - - - - -

a favor de: SOCIETE ANONYME CARBONISATION ET CHARBONS ACTIFS-C E C A, de nacionalidad francesa, domiciliada en rue Murillo, 24, París, 8° - 75 (Francia).-

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevos emulsionantes y sus aplicaciones, en particular para la preparación de lodos emulsionados inversos.

Es sabido que, por pirogenación de la madera, es posible,  
5 por condensación a partir de los humos por ejemplo, obtener una  
mezcla compleja denominada alquitranes de pirogenación de la  
madera. Estos alquitranes, que pueden contener sustancias lige-  
ras como alcohol metílico, acetona y ácido acético, están gene-  
ralmente constituidos de sustancias pesadas cuyo punto de ebu-  
10 llición es superior a aproximadamente, 120° C.

Se ha encontrado, según la invención que estos alquitra-

377439



- 2 -

nes de pirogenación de la madera adquieren,, cuando son tratados por a lo menos un derivado básico tal como las bases alcalino-térreas y las aminas, las propiedades de un emulsionante.

Asimismo, se ha encontrado que los alquitranes de pirogenación de la celulosa, de la lignina y de la hulla, o las fracciones de estos alquitranes, tienen, cuando son tratados por a lo menos un derivado básico tal como las bases alcalino-térreas y las aminas, unas propiedades emulsionantes.

La invención está relacionada pues, tanto con los agentes emulsionantes primarios, como con los productos obtenidos por el tratamiento con ayuda de un derivado básico elegido entre las bases alcalino-térreas, de preferencia la cal, y las aminas de un alquitrán elegido entre los alquitranes de la madera, alquitranes de la celulosa, alquitranes de la lignina, alquitranes de la hulla, las fracciones de estos alquitranes y sus mezclas.

Las cantidades de derivado básico utilizables deben ser suficientes para salificar a lo menos parcialmente, las funciones salificables presentes en el alquitrán.

Se ha encontrado igualmente que se pueden mejorar las propiedades emulsionantes de los alquitranes tratados según la invención cuando se añade a los alquitranes un ácido graso cuyo número de átomos de carbono es superior a 12 aproximadamente y, o, un fosfátido; en este caso, según la invención, la cantidad de productos básico a utilizar deberá ser suficiente para salificar a lo menos parcialmente no solamente las funciones salificables del alquitrán utilizado sino todavía aquellas del ácido graso añadido y, o, del fosfátido.



Finalmente, se ha encontrado que los nuevos productos emulsionantes obtenidos son, solos o mezclados con los productos citados, más especialmente interesantes para la preparación de lodos emulsionados inversos, en presencia o no de un provocador de pesadez y de un agente de suspensión de éste que de preferencia es una arcilla hidrófoba y oleófila no gelificante a la cual puede estar añadida un amianto. Es sabido en efecto que es posible utilizar con vistas a mejorar la perforación de los pozos, los lodos emulsionados que pueden presentarse bajo forma de emulsiones inversas, es decir de emulsión de tipo agua en aceite. La preparación de tales emulsiones necesita evidentemente la utilización de a lo menos un emulsionante y, para este uso, los nuevos emulsionantes obtenidos por el procedimiento de la presente invención han encontrado un poder de aplicación muy interesante. Es por eso por lo que a continuación se dan unos ejemplos, no limitativos, sujetos más especialmente a la utilización de los emulsionantes o mezclas, emulsionantes obtenidos según el procedimiento de la invención a la preparación de los lodos emulsionados inversos para la perforación.

Según el procedimiento añadiendo de 0,1 a 2 partes de una base alcalino-térrea a 1 parte de alquitrán se obtienen productos que tienen unas propiedades emulsionantes interesantes.

Pero es preferible que los alquitranes tratados por una base alcalino-térrea contengan igualmente sales procedentes

377439



- 4 -

de aminas primarias, secundarias o terciarias.

Estas sales de bases orgánicas y particularmente estas sales de aminas primarias secundarias o terciarias pueden obtenerse sea por reacción de aminas con los radicales reactivos contenidos en él o los alquitranes utilizados como producto de partida, sea por reacción de aminas con los ácidos o mezcla de ácidos grasos, sea simultáneamente o independientemente o sucesivamente por los dos tipos de reacciones.

Así, cuando se utiliza como producto de partida un alquitrán "ácido" es posible hacer reaccionar simultáneamente en este alquitrán, de una parte, una base alcalina o alcalino-térrea y, de otra parte, una o varias aminas. Es también posible neutralizar casi completamente dicho alquitrán con la base alcalino-térrea después de añadir la amina; en este caso es a veces interesante añadir un exceso de amina después de hacer reaccionar este exceso con un ácido graso tal como el ácido oleico por ejemplo.

Entre las diferentes aminas utilizadas en el procedimiento de la invención aquellas que han conducido a la obtención de compuestos que han dado los mejores resultados son las aminas terciarias que comprenden cadenas oxietiladas. Entre estos productos preferidos citaremos:

- los obtenidos por reacción de óxido de etileno en una monoamina primaria y que tiene como fórmula química



377439



- 6 -

- la tensión eléctrica (en voltios) de la emulsión en el momento en que, por aplicación de corriente eléctrica, hay destrucción de la emulsión que cambia bruscamente de conductibilidad.

5           Por otra parte, la mayoría de estas medidas son "standards".

Ejemplo 1 - Emulsionante obtenido a partir de alquitrán de la madera, ácido graso y cal.

10           El emulsionante de base se obtiene por tratamiento, por la cal, de una mezcla de un alquitrán de la madera y un ácido graso. El producto obtenido es seguidamente secado y molido. El alquitrán utilizado en este ejemplo es la fracción soluble en agua del producto de carbonización de la madera resinsosa que puede contener 50% de agua; se le añade un ácido  
15           graso tal como el ácido oleico en la proporción aproximada de 1 parte por 3 partes de alquitrán en peso y se añade igualmente 1 parte de cal. Estas proporciones pueden no obstante ser modificadas según el objeto deseado o en función de las  
20           características del alquitrán. Se efectúa una malaxación hacia los 100°C hasta la evaporación completa (o casi completa) del agua. Se muele luego el producto enfriado.

          Para una composición media de fase líquida (2 partes en volumen de fueloil por 1 parte de agua o de salmuera)  
25           los rendimientos del aditivo base han sido apreciados como sigue:

          En la tabla 1, se ha examinado la influencia de la con-

377439

3



- 7 -

centración en aditivo (de 80 a 60 g/l de fase líquida), del calentamiento previo del lodo a 200°C (24 horas), las filtraciones han sido efectuadas asimismo a 200°C y bajo una presión diferencial de 35 bars. Todas estas condiciones son muy severas y han sido elegidas voluntariamente. Si las filtraciones se efectuasen a temperaturas menores se podría reducir la concentración en aditivo por debajo de los 50 g/l. Es necesario insistir en el hecho que los lodos recientemente preparados tienen tendencia a tener más bien malas características, las cuales se mejoran con el empleo.

TABLA I- RENDIMIENTOS DEL PRODUCTO DE BASE

- (emulsionante-reductor de filtrado alta temperatura)-

Factor: Concentración, duración de calentamiento, temperatura de filtración.

Aditivo de base: Alquitrán soluble en el agua con adición de ácido oleico y tratado a la cal.

- Composición de los lodos

fueloil cm<sup>3</sup>: 666

aditivo g : x (agitación Hamilton Beach: 10 minutos)

agua (con CaCl<sub>2</sub> 90 g/l) cm<sup>3</sup> : 334 (agitación Hamilton Beach : 10 minutos).

- Filtración a 200°C los lodos no calentados o calentados a 200°C durante 24 horas.



Aditivo g/l		80		75		70		60	
Calentamiento	(°C	200		200		200		200	
	(horas	0	24	0	24	0	24	0	24
Fann	(VK cPo	28	38	28	35	27	32	27	30
	(VP cPo	22	30	22	30	22	28	24	26
	(YP mg/cm <sup>2</sup>	60	80	60	50	50	40	25	44
	(Gel 0 mg/cm <sup>2</sup>	5	15	5	10	15	5	0	5
	(Gel 10mg/cm <sup>2</sup>	15	20	15	15	15	10	10	10
Filtrado HT, HP									
35 cm <sup>3</sup>	(7 1/2 min	2,0	1,0	2,0	1,0	2,0	1,0	3,0	1,6
	(30 min	3,5	1,6	3,6	1,7	3,6	1,8	5,0	2,7
	(corregido	3,0	1,2	3,2	1,4	3,2	1,6	4,0	2,2
Tensión eléctrica, voltios									
		250	440 <sup>†</sup>	260	440 <sup>†</sup>	260	440 <sup>†</sup>	260	340

En la tabla 2, se ha examinado la influencia de las condiciones de agitación. No se ha efectuado un calentamiento previo del lodo.

Contrariamente a otros, se ha comprobado que este lodo es poco sensible a la influencia (desventajosa) de una agitación débil, lo que es una ventaja importante.

TABLA 2 - Influencia de las condiciones de agitación.

Composición de los lodos

fueloil	cm <sup>3</sup>	666
aditivo	g	45
agua (con CaCl <sub>2</sub> , 90 g/l	cm <sup>3</sup>	334

condiciones de agitación

377439



- 9 -

<u>Condición</u>	<u>Agitador</u>	<u>Velocidad</u> (r/mn)	<u>Duración Total</u> (minutos)
(1)	Hamilton Beach	18.000	10 + 10
	Turmix	velocidad <sup>3</sup>	3
(2)	Hamilton Beach	18.000	10 + 10
(3)	Rayneri	2.000	10 + 10
(4)	Rayneri	1.000	10 + 10

\* Filtración a 90°C, en lados recién preparados

<u>Agitación</u>	(1)	(2)	(3)	(4)
(VA cPo	23	23	23	23
(VP cP <sub>02</sub>	21	21	21	21
FANN (YP mg/cm <sup>2</sup>	20	20	20	20
(gel 0 mg/cm <sup>2</sup>	0	0	0	0
(gel 10 mg/cm <sup>2</sup>	10	5	5	0
Filtrado HT HP				
(7 1/2 mm	1,0	1,0	1,2	1,8
cm <sup>3</sup> (30 mm	1,4	1,4	1,7	2,5
(corregido	0,8	0,8	1,0	1,4
Tensión eléctrica, voltios	280	280	260	260



- 10 -

377439

Ejemplo 2 - Emulsionante obtenido a partir de alquitrán de resinosos, ácido graso y cal.

En este caso, el alquitrán de base es el alquitrán bruto de pirogenación de resinosos. Todas las otras condiciones son idénticas a las del ejemplo 1 (y comprende la adición de ácido graso a dicho alquitrán).

El ensayo (2) de la tabla 3 muestra que, con relación al ensayo (1) tomado como referencia, los resultados son mucho mejores.

TABLA 3 - Ensayos de distintas materias primas de base  
Las mismas condiciones de la tabla 1 a 75 g/l

<u>Materia prima</u>	<u>Ejemplos N°</u>
(1) alquitrán de la madera, fracción soluble al agua	1
(2) alquitrán de la madera bruto	2
(3) alquitrán de la madera duro	3
(4) alquitrán de hulla	4



Condiciones		(1)	(2)	(3)	(4)
(VA	cPo	28	30	26	26
(VP	cPo <sub>2</sub>	22	25	22	22
Fann(YP	mg/cm <sup>2</sup>	60	50	40	40
(Gel 0	mg/cm <sup>2</sup>	10	10	5	5
(Gel 10	mg/cm <sup>2</sup>	15	15	10	10
Filtrado HT.HP					
	(7 1/2 min	2,0	2,0	4,4	4,0
cm <sup>3</sup>	(30 min	3,6	3,5	7,8	7,0
	(corregido	3,2	3,0	6,8	6,0
Tensión eléctrica, voltios		260.	320	240	380

En esta misma tabla 3, se han reunido los resultados de los ensayos efectuados utilizando las mezclas de iguales cantidades relativas de una parte de un ácido graso y de otra parte, de un alquitrán de la madera duro o de un alquitrán de hulla. Las condiciones experimentales son las mismas que las descritas en el ejemplo 1.

Se obtendrán en consecuencia resultados sensiblemente análogos reemplazando en los ejemplos precedentes, el ácido graso por un fosfátido o el ácido graso utilizado precedentemente por una mezcla de ácidos grasos tales como los, por ejemplos, originados de extractos de granos oleaginosos.



EJEMPLO 3 - En este ejemplo, se utiliza en los lodos emul-  
sionados inversos además de los agentes emulsionantes según  
el procedimiento de la invención, un agente provocador de pe-  
5 sadez, tal como la baritina por ejemplo, en asociación con  
un agente de suspensión conveniente cuyo objeto es evitar una  
sedimentación del agente provocador de pesadez.

Este agente de suspensión está constituido de preferencia  
10 por una arcilla hidrofoba y oleofila no (o muy poco) gelifi-  
cante, a la cual se puede, eventualmente añadir el amianto  
en fibras. La arcilla utilizada puede ser un kaolin, una ha-  
lloysita, una palygorskita (attapulgita) o una sepiolita.  
La palygorskita y la sepiolita conducen a los resultados mejo-  
15 res; la arcilla puede por otra parte hacerse hidrofoba por im-  
pregnación con una sal insoluble de un ácido graso de largas  
cadenas. Las fibras de amianto tienen, de preferencia, unas  
longitudes del orden de 1 a 2 mm aproximadamente.

Así utilizando una attapulgita (1 parte) hecha hidrofoba  
20 y oleofila por incorporación de una parte de ácido oleico y  
una lechada de cal (1 parte de cal viva), malaxando ésta mez-  
cla que se lleva a sequedad por evaporación del agua y añadien-  
do al producto obtenido 1 parte de fibras de amianto por 2 par-  
tes de dicho producto, se han podido obtener lodos emulsiona-  
25 dos cuyas propiedades están indicadas en la tabla 4.



TABLA 4 - Rendimientos del agente de suspensión del provocador de pesadez.

- Composición de los lodos

	fueloil	cm <sup>3</sup>	=	666
	aditivo	g	=	90
5	agua sin CaCl <sub>2</sub>	cm <sup>3</sup>	=	334
	agente de suspensión	g	=	x
	barytina	g	=	900 (por densidad 1,50)

La densidad 1,50 ha sido elegida porque el problema es más difícil que con densidad superior (efecto de masa insuficiente).

Modo de operar;

Calentamiento de los lodos a 200°C en una cámara de desecación con rodillos (1 hora con rodadura, 1 hora de posición vertical de las células al reposo, para dejar sedimentar el provocador de pesadez).

Enfriamiento

- Medida de la densidad del lodo en la mitad superior (densidad alta) y en la mitad inferior (densidad baja) de las células.

- Criterio: la disminución de la diferencia (densidad alta - densidad baja) traduce la eficacia del agente de suspensión al laboratorio.

- Observación: la experiencia muestra que el problema es mucho menos severo en el obrador que en los ensayos de laboratorio.



Agente de suspensión g/l	0	10	15	20	25					
Calentamiento a 200°C (horas)	0	2	0	2	0	2	0	2	0	2
Densidad (Alta)	1,26	1,35	1,38	1,42	1,48					
(baja)	1,72	1,68	1,62	1,58	1,52					
(VA cPo)		68	72	70	80	76	84	82	90	
(VP cPo)		56	60	58	65	62	69	67	75	
Fann (20°C)		120	70	120	150	140	150	150	15	
(gel) mg/cm <sup>2</sup>		30	30	30	30	25	30	30	30	
(gello) mg/cm <sup>2</sup>		50	50	50	50	15	95	95	50	

EJEMPLO 4<sup>o</sup>

La fabricación del emulsionante-reductor de filtrado alta temperatura se hace como se ha indicado en el ejemplo 1 con las proporciones siguientes: alquitrán (1000kg) + ácido oleico bruto (200 kg) + cal viva (400 kg).

51 Al final de la saponificación se incorpora la mezcla líquida (preparada previamente) constituida por 70 kg de ácido oleico y 30 kg de amina terciaria poseyendo de 2 a 5 moléculas de óxido de etileno condensadas en la amina de base.

10 Al final de la operación, la pasta endurecida puede algunas veces ser triturada en el malaxador mismo si éste es lo suficiente robusto y potente. El producto enfriado es seguidamente pulverizado.

15 Un producto tal presenta unas mejoras con relación al mismo producto sin contener la sal amina (pero conteniendo 100 kg de ácido oleico en su lugar): buena estabilidad, sin aditivo de corrección, a temperaturas elevadas y a concentraciones



más elevadas en electrolitos disueltos en la fase acuosa; tolerancia superior a las cargas en sólidos (provocador de pesadez, arcillas).

5 La mejora de los rendimientos del producto de base permite utilizar éste sin agente estabilizador de corrección en un gran número de casos, lo que es un factor de simplificación y de seguridad.

El producto así mejorado tiende a dar, con todo igual, además, unos lodos más fluidos y se dispersa más fácilmente en el aceite de base.

EJEMPLO 5.

Este ejemplo se refiere al caso en que la sal de amina según el procedimiento de la invención está constituida por la asociación de  $x\%$  de amina y de  $(100-x)\%$  de ácido oleico, los porcentajes están expresados en volumen. Los resultados están indicados en la tabla 5.

20 Se muestra ante todo la influencia de la relación amina/ácido oleico sobre las características de un lodo de base cuya fase líquida está constituida de dos partes de fueloil y de una parte de salmuera (con 600 g/l de  $\text{CaCl}_2$ ) y que comprende 75 g/l de emulsionante primario-reductor de filtrado alta temperatura. Se añaden a este lodo de base 10 cm<sup>3</sup>/l del agente aminado citado.

25 Se han considerado 3 aminas terciarias A, B, y C con 2,5 y 11 moléculas de óxido de etileno.

Se indican las variaciones de las características de los



- 16 - 377439

lodos tratados, como acaba de ser indicado en función de parámetro x (% de amina en el agente estabilizante). Las características reológicas de los lodos siendo prácticamente independientes de x no están indicadas. Se indica solamente; la tensión eléctrica (en voltios), provocando la ruptura de la emulsión en las condiciones normalizadas y que es tanto más fuerte cuanto la estabilidad del lodo mejor es, y el volumen de filtrado corregido medido en 30 mm. a 200°C bajo una presión diferencial de 35 bars en un filtro-prensa BAROID normalizado.

T A B L A 5

Amina	Característica medida	Resultados en función del grado de amina, x%									
A	Tipo de amina, x%	72,5	57	40	30	20	115	10	8	5	
	Tensión eléctrica V	200	200	220	240	300	320	320	300	320	
	Filtrado a 200°C, cm <sup>3</sup>	10,0	8,0	6,0	6,0	4,0	1,6	1,0	2,0	3,0	
B	Tipo de amina, x%	64						15	10	8	
	Tensión eléctrica, V	200						340	340	300	
	Filtrado a 200°C, cm <sup>3</sup>	8,0						1,0	0,2	1,6	
C	Tipo de amina, x%	73						15	10	8	
	Tensión eléctrica V	200						300	340	300	
	Filtrado a 200°C, cm <sup>3</sup>	16,0						3,0	0,2	2,0	



Se notará que en ausencia de derivado aminado el filtrado tendría un valor del orden de 20.

Se ha comprobado que, si el grado de aminas (en el derivado de aminado) tiende hacia cero, el filtrado tiende hacia 4 aproximadamente. El valor mínimo del filtrado se obtiene cuando este grado de amina es del orden de 10 a 13%.

Las sales de aminas obtenidas por el procedimiento de la invención juegan igualmente la función de humectante de los sólidos con el aceite, estos sólidos pudiendo ser ya sea el provocador de pesadez (baritina u otro) incorporado al lodo para aumentar su densidad, ya sea los desmontes arcillosos originados de terrenos perforados. Tanto en un caso como en el otro se ha comprobado un aumento de la estabilidad del lodo frente al efecto generalmente contaminante de estos sólidos, lo que se traduce tanto por una tolerancia acrecentada a la carga en sólidos, tanto por un efecto fluidificante con carga igual. Estos fenómenos serán demostrados en los ejemplos siguientes.

EJEMPLO 6

En este ejemplo, como en los siguientes, la materia saponificable es (salvo mención contraria) un alquitrán de la madera (fracción soluble en el agua del producto de carbonización de la madera y de resinosos que puede contener 50% de agua). Este alquitrán es primero neutralizado a pH 7 aproximadamente por la sosa cáustica. Se mezclan entonces (por medio de un agitador) dos partes de este alquitrán neutralizado y



una parte de amina (la amina preferida es la amina denominada A en el ejemplo 5: se trata de una amina terciaria con 2 moléculas de óxido de etileno). La mezcla obtenida es estable y tiene una buena colabilidad. No es útil ni deseable eliminar el agua.

El lodo de base tiene la misma composición de fase líquida que en el ejemplo precedente; contiene 85 g/l del producto de base (descrito en el ejemplo 4).

Se añade la cantidad de baritina ( $BaSO_4$ ) suficiente para llevar la densidad a 2,30. Se trata este lodo de base con unas concentraciones crecientes en agente aminado teniendo la composición antes citada. Los resultados de la tabla 6 muestran que la mayor fluidificación se obtiene con 30  $cm^3/l$  de este agente aminado y que las características del lodo no se modifican por calentamiento (éste no es el caso cuando la concentración en agente aminado es insuficiente). Entre 0 y 30  $cm^3/l$  de agente aminado, las características reológicas disminuyen progresivamente, de suerte que un ajuste de estas características será fácil.



T A B L A 6

Agente aminado, cm <sup>3</sup> /l		0	5	10	15	20	25	30	40		
Calentamiento a 200°C, (h)		0	0	0	0	2	0	0	2		
FANV 250	(VA cPo	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>	1135	110	110	110
	(VP cPo	-	-	-	-	-	-	120	100	100	100
	(YP lbs/100	-	-	-	-	-	-	30	20	20	20
	(gel 0 pies <sup>2</sup>	-	-	-	-	-	-	30	20	20	20
	(gel 0 lbs/100	220	200	150	60	110	28	10	6	6	6
	(gel 10 pies <sup>2</sup>	290	260	200	100	140	32	15	9	9	9
Filtrado a 90°C											
-35 bars											
(7 l/ mm		3,0				1,5			1,0	1,0	
cm <sup>3</sup> /lvs											
(30 mm		7,8				3,0			1,5	1,5	
(corregido		9,6				3,0			1,0	1,0	

En el ejemplo actual, el agente aminado no juega solamente como agente humectante fluidificante, reduce también el filtrado inicialmente elevado debido a la fuerte concentración (60 g/l) en CaCl<sub>2</sub> en la fase acuosa.

EJEMPLO 7

Este ejemplo muestra el efecto del agente aminado utilizado para tratar un lodo contaminado por una carga arcillosa (en estos ensayos, éste está representado por una bentonita comercializada). La composición de este agente está indicada en el ejemplo 6.

Los datos que siguen muestran ante todo el efecto fluidifican-



377439

te del agente aminado en función de su concentración. El lodo de base tiene una fase líquida idéntica a la de los lodos citados antes; el contiene 65 g/l de producto de base (ejemplo 4) y 600 g/l de bentonita. Es tratado con  $x \text{ cm}^3/\text{l}$  de agente aminado adicionado después de la bentonita. Nos limitamos a indicar los valores de  $V_A$  y del gel O FANN a  $25^\circ\text{C}$ :

agente aminado, $x \text{ cm}^3/\text{l}$	0	5	10	15	20	25
$V_A$ , cPo	150†	150†	150†	150†	120	98
gel O, lbs/100 pies <sup>2</sup>	300†	166	40	18	8	4

Se ha buscado igualmente cual era la concentración en agente aminado a incorporar antes de la bentonita para poder incorporar 1.200 g/l de bentonita todo ello obteniendo las características reológicas más débiles. Se han considerado dos casos, según que la concentración en  $\text{CaCl}_2$  es de 600 y 300 g/l de agua. Estas concentraciones lo mismo en bentonita como en  $\text{CaCl}_2$  son muy inhabituales y muy superiores a las concentraciones que usualmente se consideran; se las ha sin embargo considerado para mostrar la eficacia considerable de este tipo de lodo emulsionado inverso y el margen extremadamente amplio de seguridad que da.

Ensayos con 600 g/l de  $\text{CaCl}_2$  y 1200 g/l de bentonita (adicionada después del agente aminado y por fracción de 600+200+200-200 g/l a intervalos de tiempo de 5 mn y agitando en el Hamilton Beach).

377439



Agente aminado, cm <sup>3</sup> /l	40	50	60	75	100
V <sub>A</sub> , cPo	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>
Gel O, lbs/100 pies <sup>2</sup>	80	28	27	40	84

Ensayos con 300 g/l de CaCl<sub>2</sub> y 1200 g/l de bentonita

5 (adicionado) después del agente aminado);

Agente aminado, cm <sup>3</sup> /l	40	50	60	75	100
V <sub>A</sub> , cPo	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>
Gel O, lbs/100 pies <sup>2</sup>	50	28	28	32	45

10 De los ensayos precedentes se pueden pues obtener las conclusiones siguientes:

- el lodo absorbe rápidamente 600 g/l de bentonita si es pretratado con el agente aminado o bien puede ser restaurado fácilmente por este producto, las dosis necesarias pueden alcanzar 25 cm<sup>3</sup>/l;

15 - puede absorber hasta 1200 g/l de bentonita si es pretratado con aproximadamente 50 cm<sup>3</sup>/l de agente aminado;

20 - una concentración en CaCl<sub>2</sub> de 300 g/l para 1200 g/l de bentonita puede bastar, a lo menos para el control recológico (hay que ver cual es la dosis óptima para un buen control del filtrado).

Es interesante dar las características completas de los lodos aportando las cargas arcillosas antes indicadas y tratadas con las dosis óptimas de agente aminado; se considera también el lodo sin carga arcillosa y recibiendo un



tratamiento análogo (para mostrar que tiene igualmente un efecto benéfico). Las filtraciones son efectuadas en las condiciones más severas que autoriza el filtro-prensa (sea así 200°C-35 bars). El lodo de base contiene 85 g/l de producto de base (ejemplo 4) y la fase líquida está compuesta de dos partes de fueloil por 1 parte de salmuera. Los resultados se dan en la tabla 7.

377439

3



- 28 -

T A B L A 7

Agente aminado, cm <sup>3</sup> /l	25	225	60	60			
Orden de adición del agente aminado con relación a la bentonita		después	antes	antes			
CaCl <sub>2</sub> g/l de fase acuosa	600	600	600	600			
Bentonita g/l	0	600	1200	1200			
Calentamiento del lodo							
(°C	0	250	250	250	250		
(h	0	2	2	2	2		
Tensión eléctrica voltios	380	400 <sup>+</sup>	360	400 <sup>+</sup>	300	340	380
(VA, cPo	24	24	120	125	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>	150 <sup>+</sup>
FANN (VP, cPo	20	20	110	110	-	-	-
25° (YF, lbs/100 pies	8 <sub>3</sub>	8	20	30	-	-	-
(gel 0, *	2	2	7	8	27	28	10
(gel 10, *	3	3	10	12	34	34	
Calentamiento del lodo							
(°C	0	250	250	250	250	250	250
(h	0	2	2	2	2	2	2
Filtrado 200°C-35 bars							
(7 1/2 mn	0,4	0	0,6	0,6	3,0	5,0	
cm <sup>3</sup> /l 30 mn	0,9	0,3	1,3	1,1	7,3	12,0	
(corregido	1,0	0,6	1,4	1,0	8,6	14	



Se ha comprobado que una cantidad más elevada en  $\text{CaCl}_2$  (ensayos con 1200 g/l de bentonita) tiende a dar un filtrado más débil pero provoca un fuerte espesamiento del lodo calentado.

EJEMPLO 8

5 Se efectúan unos ensayos idénticos a los de los ejemplos 6 y 7, pero considerando otras materias saponificables. Las materias saponificables comparadas en este ejemplo son las siguientes:

- 10 (1)- alquitrán de la madera, fracción soluble en el agua (neutralizado a pH 7 por NaOH);
- (2)- alquitrán de la madera, fracción insoluble en el agua (alquitrán ligero);
- (3)- alquitrán de la madera duro;
- (4)- alquitrán de hulla;
- 15 (5)- lecitina de soja (fosfátido)

En estos ensayos, el agente aminado comprende 1 parte de materia saponificable (en lugar de 2 partes) y 1 parte de amina A (ver el ejemplo 2).

20 El lodo de base contiene (85 g/l de producto de base y 25 cm<sup>3</sup>/l de agente aminado; se le añaden 600 g/l de bentonita.

Se han obtenido los siguientes resultados;



	1	2	3	4	5
Materia saponificable					
Tensión eléctrica, V	340	320	320	340	340
(VA, cPo	104	140	150 <sup>†</sup>	110	115
(VP, cPo	94	130	-	100	105
5 Fann(YP, lbs/100 pies <sup>2</sup>	20	20	-	20	20
(25 <sup>o</sup> )(gel 0, lbs/100 pies <sup>2</sup>	6	8	11	6	6
(gel 10, lbs/100 pies <sup>2</sup>	-	-	-	-	-
Filtrado 200 <sup>o</sup> , 35 bars					
(7 1/2 mm	0,2	3,0	3,0	0,2	2,0
10 cm <sup>3</sup> /lus( 30 mm	0,6	5,2	5,0	0,6	3,2
(corregido	0,8	4,4	4,0	0,8	2,4

De consiguiente, las materias saponificables (1) y (4) dan los mejores rendimientos.

15 EJEMPLO 9

Una parte de una parte soluble al agua de un alquitrán originado de la carbonización de la madera ha sido tratada con dos partes de una amina terciaria obtenida por tratamiento de una amina primaria con dos moles de óxido de etileno por mol de amina. Se obtiene al final del tratamiento un producto que tiene un pH de 7,2.

Tal producto ha mostrado unas propiedades emulsionantes, es particularmente interesante para la obtención de lodos emulsionados inversos del tipo agua en aceite según técnicas análogas a las descritas en los ejemplos precedentes.



- 26 - 377439

Se ha observado que la preparación de un producto tal con propiedades emulsionantes obtenido por el tratamiento de un alquitrán por una amina es especialmente interesante cuando se utiliza como producto de base un alquitrán sin acidez mineral.

5

## N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la explotación exclusiva de:

1.- Procedimiento para la obtención de productos emulsionantes aplicables a la preparación de lodos emulsionados inversos, caracterizado por el hecho que consiste en tratar por medio de un compuesto básico elegido entre las bases alcalinotérreas y las aminas, un alquitrán elegido entre los alquitranes de la madera, de la celulosa, de la lignina, de la hulla y las fracciones o mezclas de dichos alquitranes, estando las cantidades de tal compuesto básico empleado en proporción de 0,1 a 2 por cien partes en peso con relación al del alquitrán empleado en su utilización en el tratamiento.

2.- Procedimiento tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de emplear, además por lo menos un producto elegido entre los ácidos grasos que contienen al menos 12 átomos de carbono y un fosfátido.

3.- Procedimiento tal como el especificado en 2, caracterizado por el hecho de emplear un agente emulsionante primario obtenido por tratamientos de un alquitrán o fracción de alquitrán con 0,1 a 2 partes en peso, por corte de alquitrán al menos una base alcalinotérrica y al menos una sal de una amina que contiene de preferencia cadenas oxietiladas.

4.- Procedimiento tal como el especificado en una de las rei-



vindicaciones 1 a 2, caracterizado por el hecho de tratar un alquitrán con ayuda de al menos un compuesto básico.

5 5.- Procedimiento tal como el especificado en 4, caracterizado por el hecho de tratar un alquitrán con ayuda de al menos una base alcalinotérrica y de añadir un producto obtenido de una sal de una amina, de preferencia, una sal de una amina y de un ácido graso.

10 6.- Procedimiento para la obtención de lodos emulsionantes inversos, del tipo de agua en aceite, caracterizado por el hecho de utilizar al menos un agente emulsionante según al menos una de las reivindicaciones precedentes.

15 7.- Procedimiento tal como el especificado en 6, caracterizado por el hecho de emplear, además, un agente provocador de pesadez y un agente de suspensión de dicho primer agente constituido por una arcilla hidrófoba y oleófila no o poco gelificante a la que se añade, eventualmente, un amianto fibroso.

9.- "Procedimiento para la obtención de productos emulsionantes aplicables a la preparación de lodos emulsionados inversos".

Consta la presente memoria descriptiva de veintisiete hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 3 de Marzo de 1970.