



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2016 00018**

(22) Data de depozit: **08/01/2016**

(41) Data publicării cererii:
28/07/2017 BOPI nr. **7/2017**

(71) Solicitant:

• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
INGINERIE ELECTRICĂ ICPE-CA,
SPLAIUL UNIRII NR.313, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:

• LINGVAY IOSIF, BD.CHIȘINĂU NR.19,
BL.A 5, SC.1, ET.10, AP.41, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO;
• CĂPĂȚANĂ MITROIU NICOLAE,
STR. CAMELIEI NR. 13A, BL. 65, SC. A,
ET.5, AP. 24, PLOIEȘTI, PH, RO;

• MOSCALIUC HERMINA GABRIELA,
BD. BUCUREȘTI NR. 13, BL. 9G, SC. A,
ET. 7, AP. 27, BUCUREȘTI, B, RO;
• OPRINA GABRIELA,
STR.NICOLAE BĂLCESCU NR.40 A,
CÂMPINA, PH, RO;
• RADU LĂCRĂMIOARA-ELENA,
ALEEA CRICOVUL DULCE NR. 5, BL. 16,
SC. 2, ET. 4, AP. 39, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;
• VOINA ANDREEA,
STR. CETATEA DE BALĂ NR. 139-143,
BL. 6, SC. C, ET. 4, AP. 45, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) **AGENT ECOLOGIC SOLID CU DUBLU EFECT, SPUMANT
ȘI INHIBITOR DE COROZIUNE, PENTRU SONDELE
DE EXTRACȚIE, ȘI PROCEDEU DE OBȚINERE**

(57) Rezumat:

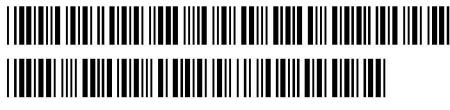
Invenția se referă la un agent ecologic de tratare a apelor de sondă, și la un procedeu de obținere a acestuia. Agentul conform inventiei este un solid netoxic, sub formă de batoane având o densitate de 0,95...1,15 g/cm³, ușor biodegradabil, cu solubilizare controlată și cu dublu efect, respectiv, capacitate mare de spumare în domeniul de salinitate de 1...200 g/l, pH de 2...11,5 și temperatură apelor de tratat de 30...70°C, și o eficiență de inhibare de peste 80% a oțelului carbon. Procedeul conform inventiei constă în extracția unui amestec de semințe de floarea-soarelui, frunze de

fag, semințe de castan sălbatic, rădăcini de sfecă de zahăr și săpunărită, într-un amestec de glicerină reziduală, extractul filtrat se tratează cu cenușă de lemn, se filtrează la temperatură de 70...75°C, filtratul este amestecat cu ceară de albine, după care se separă faza solidă, care se prelucrează în forme tubulare, iar reziduurile sunt valorificate ca furaje sau fertilizant.

Revendicări: 2

Figuri: 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



Agent ecologic solid, cu dublu efect, spumant și inhibitor de coroziune, pentru sondele de extracție și procedeu de obținere

Invenția se referă la un agent ecologic, solid și cu dublu efect – spumant și inhibitor de coroziune – destinat îndepărțării apelor de sondă și, simultan, protecției anticorozive a tubulaturilor și a instalațiilor de separare metalice de la suprafață și la procedeul de realizare a acestuia.

Este cunoscut faptul că pentru eliminarea apelor și/sau a heterofazei gaze/țiței acumulate (de obicei cu conținut ridicat de săruri minerale) din gaura sondelor de extracție gaze, în special în cazul sondelor din straturile productive deplete, la care creează o barieră hidrostatică, care conduce la scăderea drastică a fluxului de fluide spre capul sondei, se utilizează agenți spumanți care dă spume abundente, și care, odată ajunși în instalațiile de separare de la suprafață, se sparg ușor. De asemenea, este cunoscut faptul că apele de sondă, din cauza salinității lor ridicate, prezintă o corozivitate ridicată, ceea ce, pentru protecția anticorozivă a tubulaturilor și a instalațiilor metalice, impune utilizarea de inhibitori de coroziune adecvați condițiilor de exploatare.

Sunt cunoscuți agenți spumanți solizi pe bază de produse chimice sintetice cum ar fi: nonilfenil-etoximeri, alchilamin-etoximeri, caprolactamă, alchilfenoli etoxilați, alcooli grași polietoxilați, amide etoxilate, săruri cuaternare de amoniu ale amidelor superioare, acizi grași polietoxilați, alchilbenzensulfonat de sodiu, polietilenglicol etc. De asemenea, sunt cunoscuți inhibitorii de coroziune utilizati în industria de petrol și gaze, având ca substanță activă produse chimice sintetice cum ar fi acizi grași, amine, dioli etc.

Principalul dezavantaj al acestor produse sintetice constă în faptul că se obțin prin procese industriale complexe, de obicei energofage, din materii prime neregenerabile, procese din care rezultă produse secundare greu valorificabile și care au un impact negativ asupra mediului. Pe de altă parte, aceste produse sintetice pot fi toxice și prezintă o biodegradabilitate naturală redusă, ceea ce face ca utilizarea lor să afecteze mediul, în special solul și apele de suprafață.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea, exclusiv din produse naturale și regenerabile, a unui agent de tratare a apelor de sondă solid, netoxic și ușor biodegradabil, cu solubilizare controlată și cu dublu efect, respectiv: pe de o parte, agent cu capacitate ridicată de spumare într-o plajă largă a salinității ($1 \div 200\text{g/l}$), a pH-ului ($2 \div 11,5$) și a temperaturii ($30 \div 70^\circ\text{C}$) apelor de tratat, iar pe de altă parte inhibitor de coroziune cu eficiență de inhibare a coroziunii a oțelurilor carbon, ușual folosite la realizarea tubulaturilor și a instalațiilor de separare, de peste 80% în aceste ape.

Agentul ecologic solid cu dublu efect, spumant și inhibitor de coroziune, pentru sondele de extracție și procedeul de realizare conform invenției înălțătură dezavantajele menționate anterior, prin aceea că se prepară exclusiv din produse naturale, respectiv din semințe de floarea soarelui (*Helianthus annuus*), frunze de fag (*Fagus sylvatica*), semințe de castan sălbatic (*Aesculus hippocastanum*), rădăcini de sfeclă de zahăr (*Beta vulgaris saccharifera*) și săpunăriță (*Saponaria officinalis*), prin extracție într-un amestec de glicerină reziduală rezultată la obținerea biodiselului din semințe de rapiță și alcool etilic de fermentație. Extractului filtrat i se adaugă cenușă (preferabil din lemn de fag și/sau salcâm) și se fierbe sub presiune, după care se filtrează la temperatura de $70 \div 75^\circ\text{C}$. Filtratului i se adaugă ceară de albine, apoi se încalzește sub barbotare continuă cu bule fine, după care prin răcire se separă fază solida de fază lichidă. Faza solidă se retopește și se toarnă în forme tubulare potrivite, în care, după răcire, se solidifică obținând batoane (sticks-uri) cu densitatea cuprinsă între 0,95 și $1,15\text{g/cm}^3$, care prin tehnici uzuale se pot introduce în gaura sondei. Reziduurile rezultate de la extracție (faza solidă) sunt utilizate la furajarea bovinelor și/sau a porcinelor, iar cele de la filtrarea de după tratamentul cu cenușă, la fertilizarea solurilor – în special a celor acide și neutre.

Agentul ecologic solid cu dublu efect, spumant și inhibitor de coroziune, pentru activarea sondelor de extracție și procedeul de realizare conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- în contact cu apa de sondă caldă ($40 \div 70^{\circ}\text{C}$) barbotată de hidrocarburi gazoase se dizolvă și formează o spumă abundantă, care se sparge ușor în instalația de separare la temperaturi de sub 30°C ;
- componentele dizolvate asigură inhibarea coroziunii oțelurilor carbon în contact cu apele de sondă cu o eficiență de peste 80%, chiar și în medii heterofazice și la temperaturi de până la 90°C ;
- are densitate mai mică decât apele de sondă, ceea ce face ca la introducerea în gaura sondei să se poziționeze la suprafața fazei lichide, unde se dizolvă controlat (între 1 și $5\text{g/dm}^2/\text{oră}$ suprafață de contact cu faza lichidă);
- prin spuma formată reduce presiunea hidrostatică a coloanei de fluide din gaura sondei, ceea ce stimulează productivitatea sondelor de gaze, în special a celor aflate într-un stadiu avansat de epuizare (depletate);
- se obține exclusiv din produse naturale, regenerabile, este biodegradabil, nu conține produse toxice și/sau xenobiotice, poate fi reinjectat în sol fără riscul poluării acestuia și/sau a apelor;
- se prepară ușor, fără dotări speciale, reziduurile rezultante din procesul de preparare fiind integral și ecologic valorificabile.

În continuare se prezintă un exemplu de realizare a invenției în legătură și cu **Figura 1**, care prezintă fluxul de obținere a agentului ecologic solid cu dublu efect, spumant și inhibitor de coroziune, pentru sondele de extracție gaze și/sau gaze și hidrocarburi lichide.

Pentru obținerea agentului spumant și inhibitor de coroziune, conform invenției, prezentată în Figura 1, se pornește de la materii prime vegetale, respectiv:

- $10 \div 12$ unități masice de semințe de floarea soarelui, cu umiditatea mai mică de 25%;
- $0,3 \div 0,4$ unități masice de frunze de fag uscate (umiditate mai mică de 10%);
- $0,7 \div 0,8$ unități masice rădăcini de sfeclă de zahăr spălate;
- $0,5 \div 0,6$ unități masice de semințe de castan sălbatic, cu umiditatea mai mică de 25%;
- $0,4 \div 0,5$ unități masice de rădăcini și tulpini de săpunăriță colectate în perioada august-noiembrie, spălate și uscate,

toate mărunțite în tocătorul 1, astfel reglat încât particulele rezultate să fie mai mici de 2,5 mm. Tocătura vegetală rezultată se introduce în reactorul 2 (recipient sub presiune prevăzut cu agitator mecanic și manta de încălzire), se adaugă $2,9 \div 3,1$ unități masice de glicerina reziduală rezultată de la obținerea biodieselului din semințe de rapiță și $5 \div 7$ unități masice de alcool etilic de fermentație $50 \pm 5^{\circ}$. Amestecul se încălzește sub presiune, cu un gradient de $0,8 \div 1,5^{\circ}\text{C}/\text{minut}$ până la $120 \pm 5^{\circ}\text{C}$, sub agitație continuă ($20 \div 40$ rotații/minut), unde se menține constant timp de 1,5 – 2 ore, după care se oprește încălzirea și, sub agitare, se lasă amestecul să se răcească liber până la $65 \div 70^{\circ}\text{C}$.

Masa astfel obținută se filtrează la cald (peste 60°C) în filtrul presă 3 la presiunea de $15 \div 20$ bar, reziduurile solide (turta) separate putând fi valorificate la furajarea bovinelor și/sau a porcinelor.

Faza lichidă uleioasă filtrată se introduce în reactorul 4 (construcție identică cu reactorul 2) și se adaugă $3,5 \div 4,0$ unități masice de cenușă (rezultată la arderea lemnului de foc din fag sau salcâm – a nu se folosi cenușa rezultată în urma arderii de deșeuri lemnoase cu diverse impurități cum ar fi vopsele, mase plastice, ciment/beton, resturi metalice-cuie etc.). Sub agitare continuă ($20 \div 30$ rotații/minut), se încălzește sub presiune, la $125 \pm 5^{\circ}\text{C}$, unde se menține timp de 4 ore, după care se lasă să se răcească liber până la $70 \div 75^{\circ}\text{C}$ și se filtrează în filtrul presă 5 (construcție identică cu 3) la presiunea de $15 \div 20$ bar, reziduurile separate (turta) putând fi utilizate la fertilizarea solurilor. Masa lichidă filtrată se introduce într-un reactor cu manta de încălzire 6 prevăzut cu sistem de barbotare cu bule fine 7 și un condensator 8. Se adaugă $0,7 \div 0,9$ unități masice de ceară de albine (preferabil sort cu indice de saponificare mai mare de 4) și sub barbotare continuă cu bule fine de aer, având diametre cuprinse între

0,3 și 1,5 mm, emise în regim de generare omogen, la debite de aer de maxim $1,25 \text{ dm}^3/\text{h/orificiu}$ de emitere și care asigură un număr de bule cuprins între 800 și 1500 bule/ dm^3 , respectiv o fracție de goluri de minim 0,15%, se încălzește cu un gradient de $0,2\div0,3^\circ\text{C}/\text{minut}$ până la temperatura de $80\pm5^\circ\text{C}$, unde se menține constant timp de 2 ore, după care se încălzește cu $0,1\div0,15^\circ\text{C}/\text{minut}$ până la $120\pm5^\circ\text{C}$ – condensatul obținut fiind reintrodus în flux, reducând corespunzător cantitatea de alcool de fermentație introdus în reactorul 2. Masa fierbinte din reactorul 6 se golește într-un vas de separare 9 unde după răcire la sub 30°C se separă faza solidă de faza lichidă (glicerinoasă), care se reintroduce în flux, reducând corespunzător cantitatea de glicerină reziduală introdusă în reactorul 2. Faza solidă se încălzește până la topire, după care se toarnă în 10 în forme tubulare potrivite, în care după răcire se solidifică, obținând batoane (sticks-uri) cu densitatea cuprinsă între $0,95$ și $1,15\text{g/cm}^3$, care prin tehnici uzuale se pot introduce în gaura sondei.

A cluster of handwritten signatures and initials, likely belonging to the personnel involved in the process described in the document. The signatures are cursive and vary in style, with some appearing to be initials and others full names.

Revendicări:

1. Agent solid cu dublu efect, spumant și inhibitor de coroziune cu eficiență de peste 80% a oțelurilor carbon în ape saline cu temperaturi de până la 90°C , pentru eliminarea apei din sondele de extracție a gazelor și a hidrocarburilor lichide și protecția anticorozivă a instalațiilor de extracție/prelucrare, pe bază de produși naturali biodegradabili, **caracterizat prin aceea că** este realizat integral din produse naturale, regenerabile și este constituit dintr-un extract de semințe de floarea soarelui (*Helianthus annuus*), frunze de fag (*Fagus sylvatica*), semințe de castan sălbatic (*Aesculus hippocastanum*), rădăcini de sfeclă de zahăr (*Beta vulgaris saccharifera*) și săpunăriță (*Saponaria officinalis*), saponificat prin tratament cu cenușă de lemn de foc (preferabil fag sau salcâm).
2. Procedeu de obținere a agentului solid dublu efect conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** se realizează prin încălzirea treptată cu $0,8 \div 1,5^{\circ}\text{C}/\text{minut}$ până la $120 \pm 5^{\circ}\text{C}$ unde se menține timp de $1,5 \div 2$ ore, într-un reactor 2 sub amestecare continuă cu $20 \div 40$ rotații/minut, a unui amestec de fracții vegetale mărunțite în tocătorul 1 cu particule mai mici de 2,5mm de: 10 \div 12 unități masice de semințe de floarea soarelui, cu umiditatea mai mică de 25%, $0,3 \div 0,4$ unități masice de frunze de fag uscate cu umiditate mai mică de 10%, $0,7 \div 0,8$ unități masice rădăcini de sfeclă de zahăr spălate, $0,5 \div 0,6$ unități masice de semințe de castan sălbatic, cu umiditatea mai mică de 25%, $0,4 \div 0,5$ unități masice de rădăcini și tulpini de săpunăriță colectate în perioada august-noiembrie, spălate și uscate, cu umiditate mai mică de 15%, în $2,9 \div 3,1$ unități masice glicerină reziduală rezultată la obținerea biodiselului din semințe de rapiță, $5 \div 7$ unități masice de alcool etilic de fermentație $50 \pm 5^{\circ}$, fieritura este filtrată la cald $60 \div 70^{\circ}\text{C}$ într-un filtru presă 3, faza lichidă rezultată se saponifică în reactorul 4 sub amestecare continuă cu $20 \div 30$ rotații/minut cu un adaos de $3,5 \div 4,0$ unități masice de cenușă rezultată la arderea lemnului de foc din fag sau salcâm și încălzire sub presiune la $125 \pm 5^{\circ}\text{C}$ timp de 4 ore, după care resturile solide din cenușă se elimină prin filtrare la $70 \div 75^{\circ}\text{C}$ în filtrul presă 5, filtratului se adaugă $0,7 \div 0,9$ unități masice de ceară de albine și într-un reactor 6 prevăzut cu sistem de agitare prin barbotare cu bule fine 7 și condensator 8, sub barbotare continuă cu bule fine de aer, având diametre cuprinse între 0,3 și 1,5 mm la un debit care asigură un număr de bule cuprins între 800 și 1500 bule/ dm^3 volum barbotat, se încălzește cu un gradient de $0,2 \div 0,3^{\circ}\text{C}/\text{minut}$ până la temperatura de $80 \pm 5^{\circ}\text{C}$, unde se menține constant timp de 2 ore, după care se încălzește cu $0,1 \div 0,15^{\circ}\text{C}/\text{minut}$ până la $120 \pm 5^{\circ}\text{C}$, condensatul obținut fiind reintrodus în flux, reducând corespunzător cantitatea de alcool de fermentație introdus în reactorul 2, iar produsul este transferat într-un vas de separare 9 unde în timpul răciri se separă faza lichidă care se reintroduce în flux reducând corespunzător cantitatea de glicerină recuperată introdus în reactorul 2, iar faza solidă se topește prin încălzire și se toarnă 10 în forme cilindrice potrivite pentru obținerea de batoane (sticks-uri) utilizate la reactivarea sondelor de gaz deplete.

The image shows several handwritten signatures and initials, likely belonging to the inventors and witnesses mentioned in the document. The signatures are in black ink and vary in style. Some are more formal, while others are more cursive. They are positioned at the bottom right of the page, overlapping each other.

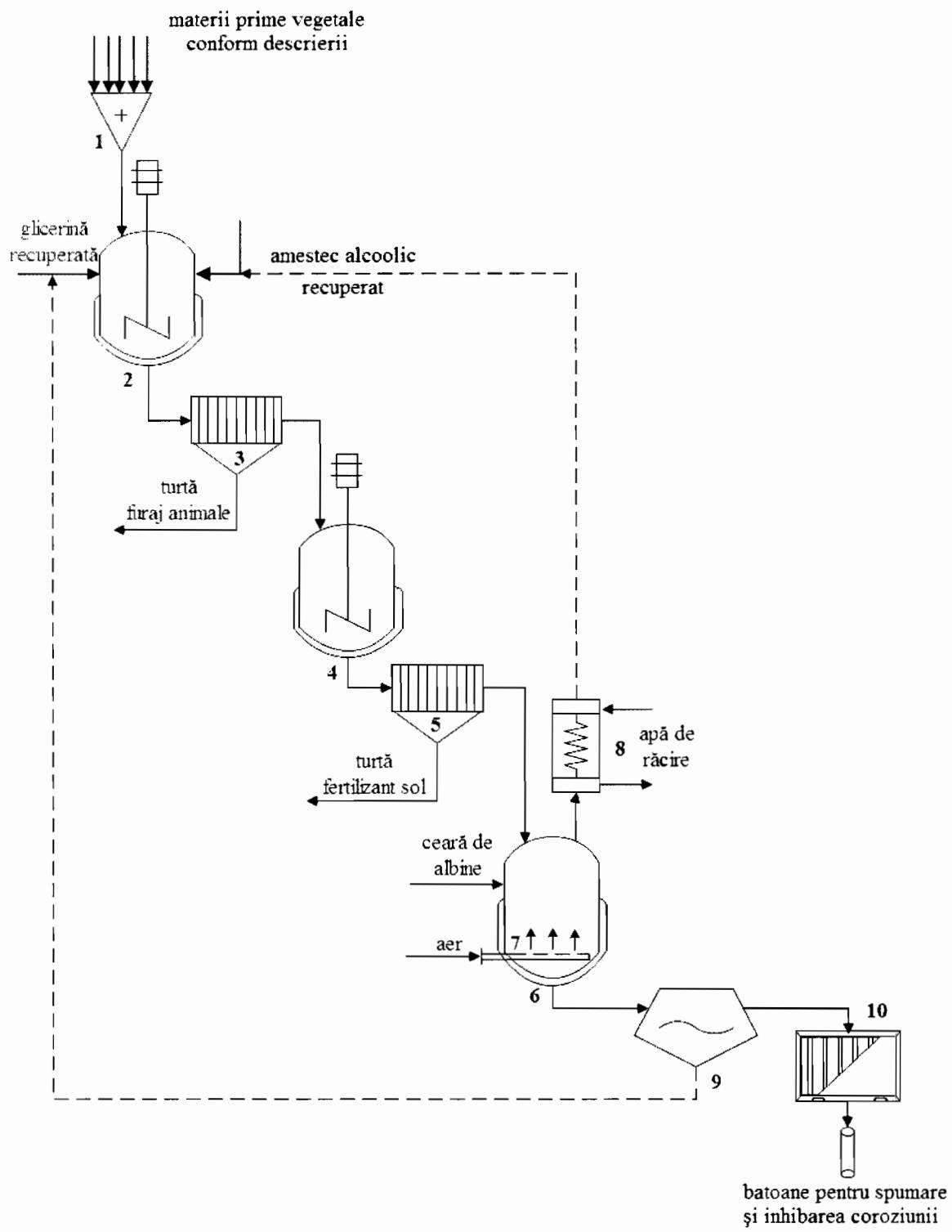


Figura 1.

Bibliografie:

- 1) RO 123474 B1;
- 2) RO 127108 A0;
- 3) RO 127517 A0;
- 4) RO 127754 A2;
- 5) RO 125997-B1

*J. Irimie
M. M. Cîrtojan
R. E. O.*

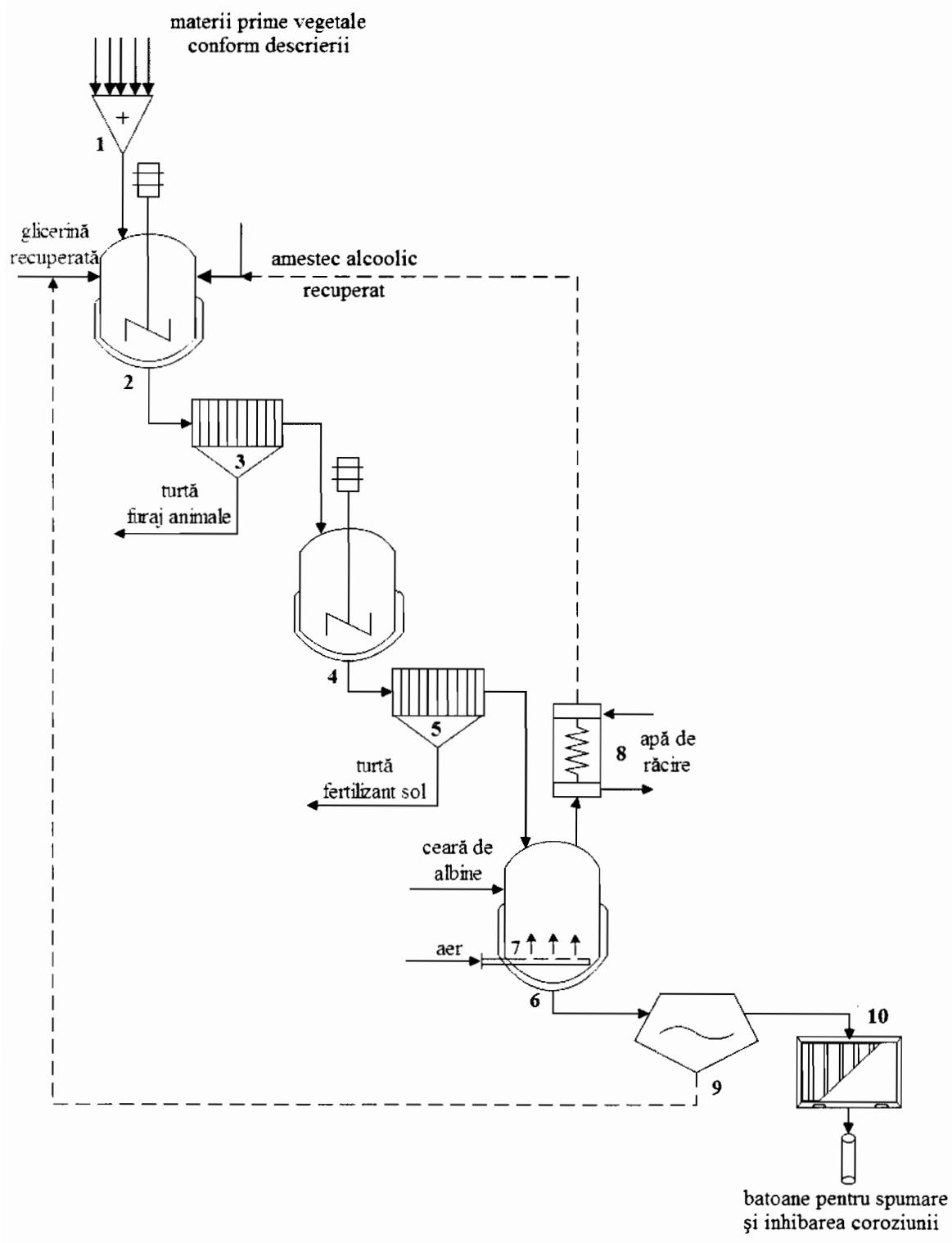


Figura 1.