



**República Federativa do Brasil**  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(11) PI 0718808-0 B1**

**(22) Data do Depósito:** 17/10/2007

**(45) Data de Concessão:** 01/12/2015

**(RPI 2343)**



---

**(54) Título:** MÉTODO PARA PREPARAR COMPOSTO DE OXAZOLIDÍNIO

**(51) Int.Cl.:** C07D 265/28

**(30) Prioridade Unionista:** 17/11/2006 US 60/866,253, 16/10/2007 US 11/872,887

**(73) Titular(es):** BAKER HUGHES INCORPORATED

**(72) Inventor(es):** GORDON T. RIVERS, JUN TIAN, JAMES A. HACKEROTT

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**MÉTODO PARA PREPARAR COMPOSTO DE OXAZOLIDÍNIO**".

Campo Técnico

5 A presente invenção refere-se a compostos de oxazolidínio e métodos para produzir os mesmos, e mais particularmente, refere-se, em uma modalidade não-limitativa, a compostos de oxazolidínio úteis para inibir a formação de hidratos de hidrocarbonetos durante a produção de petróleo e gás, e a métodos diretos para produzir tais compostos de oxazolidínio.

Antecedentes

10 Sabe-se que vários hidrocarbonetos, especialmente hidrocarbonetos leves de baixo ponto de ebulição, em fluidos de formação ou gás natural formam hidratos junto com a água presente no sistema em várias condições - particularmente na combinação de temperatura mais baixa e pressão mais alta. Os hidratos normalmente existem em formas sólidas que são essencialmente insolúveis no próprio fluido. Como resultado, todos os sólidos em um fluido de formação ou gás natural são no mínimo um inconveniente para a produção, o manuseio e o transporte desses fluidos. Não é raro que os sólidos (ou cristais) de hidratos provoquem entupimento e/ou obstrução de tubulações ou linhas de transferência ou outros condutos, válvulas e/ou  
15 dispositivos de segurança e/ou outro equipamento, resultando em paralisação, perda de produção e risco de explosão ou liberação indesejada de hidrocarbonetos no meio ambiente seja na costa ou em alto mar. Por conseguinte, hidratos de hidrocarbonetos são de interesse significativo assim como de grande preocupação para muitas indústrias, particularmente as indústrias de petróleo e de gás natural.  
20  
25

Hidratos de hidrocarbonetos são clatratos, que também são chamados de compostos de inclusão. Clatratos são estruturas de gaiola formadas entre uma molécula hospedeira e uma molécula visitante. Um hidrato de hidrocarboneto geralmente é composto de cristais formados por moléculas de água hospedeiras circundando as moléculas de hidrocarboneto visitantes. As moléculas de hidrocarboneto menores ou de ponto de ebulição mais baixo, particularmente C<sub>1</sub> (metano) a C<sub>4</sub> hidrocarbonetos e suas mistu-

30

ras, são as mais problemáticas porque se acredita que seus cristais de hidrato ou clatrato são mais fáceis de formar. Por exemplo, é possível que o etano forme hidratos a uma temperatura de tanto quanto 4°C a uma pressão de cerca de 1 MPa. Se a pressão for de cerca de 3 MPa, hidratos de etano podem ser formar a uma temperatura de tanto quanto 14°C. Sabe-se que mesmo alguns não-hidrocarbonetos tais como dióxido de carbono, sulfeto de nitrogênio e hidrogênio formam hidratos em certas condições.

Existem duas técnicas principais para resolver ou controlar os problemas dos hidratos de hidrocarbonetos, a saber termodinâmica e cinética. Para a abordagem termodinâmica, existem diversos métodos relatados ou experimentados, que incluem remoção da água, aumento da temperatura, redução da pressão, adição de "anticongelante" ao fluido e/ou uma combinação destes. A abordagem cinética geralmente tenta (a) impedir que os cristais de hidratos de hidrocarbonetos menores se aglomerem formando cristais maiores (conhecidos na indústria como antiaglomerado e abreviado AA) e/ou (b) inibir e/ou retardar a nucleação dos cristais de hidratos de hidrocarbonetos iniciais; e/ou o crescimento de cristais (conhecido na indústria como inibidor de hidratos cinético e abreviado KHI). Os métodos termodinâmico e cinético de controle de hidratos podem ser usados juntos.

Os esforços cinéticos para controlar hidratos incluíam o uso de diferentes materiais como inibidores. Por exemplo, ônio-compostos com pelo menos quatro substituintes de carbono são usados para inibir a obstrução de condutos por hidratos de gás. Aditivos tais como polímeros com anéis lactama também foram empregados para controlar hidratos de clatrato em sistemas fluidos. Estes inibidores cinéticos são comumente denominados inibidores de hidratos de baixa dosagem (LDHI) na literatura. Os KHIs e mesmo os LDHIs são materiais relativamente onerosos, e é sempre vantajoso determinar maneiras de diminuir os níveis de utilização desses inibidores de hidratos e ao mesmo tempo manter uma inibição eficaz de hidratos.

Portanto, é desejável que sejam descobertos novos inibidores de hidratos de gás que produzam resultados equiparáveis ou aprimorados em relação aos inibidores de hidratos de gás conhecidos, e também é desejável

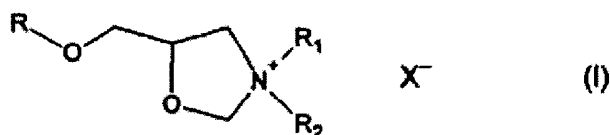
encontrar novas maneiras de formar inibidores de hidratos de gás.

Compostos de oxazolidínio são de um modo geral conhecidos na literatura. Sabe-se que eles são formados por expansão de anel de compostos de aziridínio (N. J. Leonard, et al., Journal of Organic Chemistry, Vol. 28, pág. 2850+ (1963)), e também pela alquilação de oxazolidinas pré-formadas (Patentes US N<sup>os</sup> 5.427.774 concedida a R. K. Chaudhuri, et al. e 5.132.377 concedida a S. Nakano, et al.). Métodos mais diretos para formar compostos de oxazolidínio ainda não são conhecidos.

### Sumário

10 A presente invenção refere-se, em uma forma, a um método para preparar um composto de oxazolidínio que envolve reagir um aldeído e/ou uma cetona com uma amina secundária e uma halodrina e/ou um epóxido em condições reacionais para produzir um composto de oxazolidínio.

15 Em uma outra modalidade não-limitativa, a invenção refere-se a um composto de oxazolidínio preparado por um método que envolve reagir um aldeído e/ou uma cetona com uma amina secundária e uma halodrina e/ou um epóxido, em condições reacionais para produzir um composto de oxazolidínio. O composto de oxazolidínio pode ter a estrutura:



20 onde R é um substituinte do tipo hidrocarboneto contendo de 1 a 20 átomos de carbono, e pode ser opcionalmente substituído por heteroátomos tais como oxigênio, nitrogênio, fósforo e combinações dos mesmos. R<sub>1</sub> e R<sub>2</sub> cada um independentemente têm 1 a 20 átomos de carbono, podem ser lineares, ramificados ou cíclicos e podem ser opcionalmente substituídos por grupos alquila, grupos arila, grupos alquilarila, e grupos arila substituídos por grupos alcóxi. X é cloro, flúor, bromo e/ou iodo.

25 Em uma outra modalidade não-limitativa diferente, a invenção refere-se a um método para inibir a formação de hidratos de hidrocarbonetos que envolve contatar um fluido contendo uma mistura de água e moléculas

visitantes formadoras de hidratos em condições formadoras de hidratos de gás com uma quantidade de um composto oxazolidínio eficaz para inibir a formação de hidratos de hidrocarbonetos nessas condições. O composto de oxazolidínio é preparado por um método que envolve reagir um aldeído e/ou  
5 uma cetona com uma amina secundária e um reagente que é uma halodrina e/ou um epóxido, em condições reacionais para produzir um composto de oxazolidínio. Alternativamente ou adicionalmente, o composto de oxazolidínio pode ter a estrutura (I) acima.

#### Descrição Detalhada

10 Na presente invenção estão incluídos métodos e composições usados para inibir, retardar, mitigar, reduzir, controlar e/ou atrasar a formação de hidratos de hidrocarbonetos ou aglomerados de hidratos em fluidos usados em operações de recuperação de hidrocarbonetos. O método pode ser aplicado para prevenir ou reduzir ou mitigar o entupimento de espaços  
15 anulares, canos, linhas de transferência, válvulas, e outros lugares ou furos verticais do equipamento onde podem se formar sólidos de hidratos de hidrocarbonetos em condições que conduzem a sua formação ou aglomeração.

O termo "inibir" é usado neste relatório em um sentido amplo e  
20 geral para indicar qualquer melhora na prevenção, controle, retardamento, diminuição, redução ou mitigação na formação, no crescimento e/ou na aglomeração de hidratos de hidrocarbonetos, particularmente hidratos de gás de hidrocarbonetos leves de qualquer maneira, incluindo, porém sem limitação, mecanismos cinéticos, mecanismos termodinâmicos, por dissolução,  
25 por fracionamento, por outros mecanismos antiaglomeração, ou qualquer combinação dos mesmos. Embora não se pretenda que o termo "inibir" seja restrito à cessação completa da formação de hidratos de gás, ele pode incluir a possibilidade de que a formação de qualquer hidratos de gás seja totalmente prevenida.

30 Os termos "formação" ou "formar" em relação a hidratos são usados neste relatório de maneira ampla e geral para incluir, porém sem limitação, qualquer formação de sólidos de hidratos a partir de água e hidrocar-

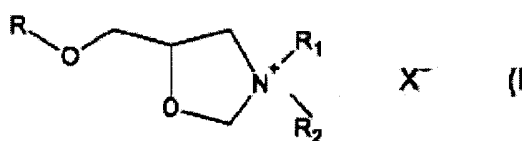
bonetos ou gases de hidrocarbonetos ou não-hidrocarbonetos, o crescimento de sólidos de hidratos, a aglomeração de hidratos, o acúmulo de hidratos nas superfícies, qualquer deterioração de sólidos de hidratos obstruindo um sistema ou outros problemas em um sistema e combinações dos mesmos.

5 O presente método é útil para inibir a formação de hidratos para muitos hidrocarbonetos particularmente incluindo misturas de hidrocarbonetos e não-hidrocarbonetos. O método é particularmente útil para gases de C<sub>1</sub> - C<sub>5</sub> hidrocarbonetos mais leves ou de baixo ponto de ebulição, gases de não-hidrocarbonetos ou misturas de gases em condições ambientes. Exem-  
10 plos de tais gases incluem, mas não estão necessariamente limitados a, metano, etano, etileno, acetileno, propano, propileno, metilacetileno, n-butano, isobutano, 1-buteno, trans-2-buteno, cis-2-buteno, isobuteno, misturas de buteno, isopentano, pentenos, gás natural, dióxido de carbono, sulfeto de hidrogênio, nitrogênio, oxigênio, argônio, criptônio, xenônio, e misturas dos  
15 mesmos. Estas moléculas também são chamadas moléculas visitantes formadoras de hidratos neste relatório. Outros exemplos incluem várias misturas de gás natural que estão presentes em muitas formações de gás e/ou petróleo e líquidos de gás natural (NGL). Os hidratos de todos esses hidrocarbonetos de baixo ponto de ebulição também são chamados hidratos de  
20 gás. Os hidrocarbonetos também podem compreender outros compostos que incluem, porém sem limitação, CO, CO<sub>2</sub>, COS, hidrogênio, sulfeto de hidrogênio (H<sub>2</sub>S), e outros compostos comumente encontrados em formações de gás/petróleo ou usinas de processamento, seja naturais ou usados na recuperação/processamento de hidrocarbonetos da formação ou ambos,  
25 e misturas dos mesmos.

Mais especificamente, os compostos de oxazolidínio desta invenção são inibidores de hidratos úteis em muitos fluidos envolvidos em operações de recuperação de hidrocarboneto que incluem, porém sem limitação, líquidos de perfuração, líquidos "drill-in", líquidos de condicionamento,  
30 líquidos de acabamento entre outros. Sais adequados para a formação de salmouras desses líquidos incluem, mas não estão necessariamente limitados a, cloreto de sódio, cloreto de cálcio, cloreto de zinco, cloreto de potás-

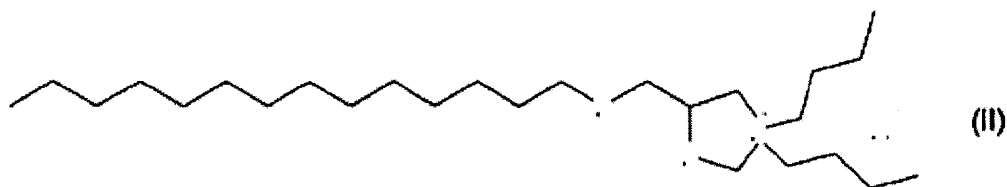
sio, brometo de potássio, brometo de sódio, brometo de cálcio, brometo de zinco, formiato de sódio, formiato de potássio, formiato de amônio, formiato de céσιο, e misturas dos mesmos.

Inibidores de hidratos de gás adequados para uso nos métodos e composições líquidas desta invenção podem incluir, mas não estão necessariamente limitados a, alguns compostos de oxazolidínio. Os compostos de oxazolidínio podem ter a estrutura:



onde R é um substituinte do tipo hidrocarboneto contendo de 1 a 20 átomos de carbono, e pode ser opcionalmente substituído por heteroátomos selecionados do grupo que consiste em oxigênio, nitrogênio, fósforo e combinações dos mesmos; R<sub>1</sub> e R<sub>2</sub> cada um independentemente têm 1 a 20 átomos de carbono, e podem ser lineares, ramificados ou cíclicos e podem ser opcionalmente substituídos por grupos alquila, grupos arila, grupos alquilarila, e grupos arila substituídos por grupos alcóxi. X pode ser cloro, flúor, bromo ou iodo e combinações dos mesmos. Acredita-se que estes compostos de oxazolidínio são composições novas.

Um composto de oxazolidínio particularmente útil se enquadra na definição da estrutura (I) acima, que por sua vez tem a estrutura:



onde R é um C<sub>14</sub> alquil linear (ou pode ser C<sub>12</sub> ou uma mistura dos dois), R<sub>1</sub> e R<sub>2</sub> são cada um substituintes n-butila, e X é cloro.

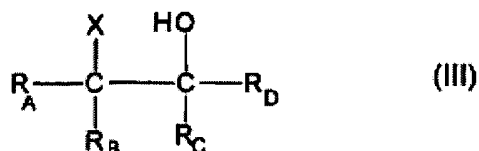
Geralmente, os compostos de oxazolidínio são preparados por reação de um aldeído e/ou uma cetona com uma amina secundária e uma haloidrina e/ou um epóxido, em condições reacionais para produzir um composto de oxazolidínio. Condições reacionais adequadas incluem uma tempe-

ratura variando de cerca da temperatura a cerca de 120°C, inclusive, e uma pressão variando cerca da pressão ambiente à pressão necessária para manter os reagentes e os solventes na fase líquida, inclusive. Em uma modalidade alternativa e não-limitativa, a temperatura reacional pode variar entre a temperatura ambiente e cerca de 90°C. Os compostos de oxazolidínio são formados diretamente e não requerem a reação de uma oxazolidina pré-formada com um agente alquilante como ocorre em alguns métodos de preparação anteriores.

Em relação às proporções dos reagentes, em alguns casos, até 10 equivalentes molares de um ou dois reagentes podem ser usados. Em outros casos, até 2 equivalentes molares de um ou dois reagentes podem ser usados. No entanto, as proporções ideais dos reagentes frequentemente são de um equivalente molar de halodrina (ou epóxido) com um equivalente molar de aldeído (ou cetona) com um equivalente molar de de amina secundária.

Em uma modalidade não-limitativa, um reagente do tipo aldeído adequado é formaldeído. Alternativamente, o aldeído pode ter um aldeído com 1 a 20 átomos de carbono e a cetona pode ser uma cetona com 3 a 20 átomos de carbono. Aldeídos específicos adequados podem incluir, mas não estão necessariamente limitados a, formaldeído, pivaldeído (trimetilacetaldéido) e/ou benzaldeído, entre outros. Cetonas específicas adequadas podem incluir, mas não estão necessariamente limitados a, acetona, butanona e/ou acetofenona, entre outras.

Halodrinhas adequadas para uso nesta invenção podem ter a fórmula geral:



onde X é cloro, flúor, bromo ou iodo; e onde R<sub>A</sub>, R<sub>B</sub>, R<sub>C</sub> e R<sub>D</sub> são cada um independentemente selecionados do grupo que consiste em hidrogênio, substituintes do tipo hidrocarboneto contendo de 1 a 20 átomos de carbono,

e heteroátomos selecionados do grupo que consiste em oxigênio, nitrogênio, fósforo e combinações dos mesmos. Se  $R_A$ ,  $R_B$ ,  $R_C$  e  $R_D$  forem heteroátomos, suas valências restantes podem ser ocupadas com átomos de H.

5        Epóxidos adequados para uso nos métodos e nas composições desta invenção incluem, mas não estão necessariamente limitados a, éter glicidílico, éter fenil glicidílico, éter diglicidílico de bisfenol A, éteres alquil glicidílicos com 1 a 20 átomos de carbono, epóxidos de alfa olefinas contendo 2 a 20 átomos de carbono, entre outros.

10        Aminas secundárias adequadas para formar os compostos de oxazolidínio desta invenção incluem aqueles com 2 a 20 átomos de carbono, e podem ser lineares, ramificadas ou cíclicas e podem ser substituídas por grupos alquila, tais como dietanolamina, grupos aril tais como furfuril ou fenila, grupos alquilaril tais como benzila, e/ou grupos arila substituídos por grupos alcóxi tais como parametoxifenila. Aminas secundárias cíclicas adequadas incluem, mas não estão necessariamente limitadas a compostos tais como pirrolidina ou morfolina entre outros.

20        O contato dos inibidores de hidratos de gás de oxazolidínio desta invenção com a mistura de hidrocarboneto, água e moléculas visitantes formadoras de hidratos pode ser obtido de diversas maneiras ou técnicas, que incluem, porém sem limitação, misturação, combinação com um equipamento ou dispositivos de misturação mecânica, estrutura ou equipamento de misturação estacionária, misturação magnética ou outros métodos adequados, outros equipamentos e meios conhecidos pelo versado na técnica e combinações dos mesmos para produzir o contato e/ou a dispersão adequados da composição na mistura. O contato pode ser feito em linha ou fora de linha ou ambos. Os vários componentes da composição podem ser misturados antes ou durante o contato, ou ambos. O inibidor de hidratos de gás de oxazolidínio deve ser preparado ou formado antes da adição à mistura ou líquido que tem potencial para formar hidratos. Se necessário ou desejado, o composto de oxazolidínio pode ser opcionalmente removido ou separado mecanicamente, quimicamente, ou por outros métodos conhecidos pelo versado na técnica, ou por uma combinação desses métodos depois que as

condições de formação de hidratos e/ou espécies formadoras de hidratos não estiverem mais presentes.

Como as presentes composições e métodos são particularmente adequados para inibir a formação de hidratos por hidrocarbonetos de baixo ponto de ebulição ou gases de hidrocarbonetos ou de não-hidrocarbonetos em condições ambientes com não mais que cinco átomos de carbono, a pressão da condição formadora de hidratos geralmente é maior ou igual à pressão atmosférica (isto é, maior ou igual a cerca de 101 kPa), em uma modalidade não-limitativa maior que cerca de 1 MPa, e em uma versão alternativa maior que cerca de 5 MPa. A pressão em certas formações ou usinas ou unidades de processamento pode ser muito mais alta, ou seja, maior que cerca de 20 MPa. Não há um limite específico para a pressão alta. O presente método pode ser usado à qualquer pressão que permita a formação de hidratos de gás de hidrocarbonetos.

A temperatura da condição para o contato geralmente está abaixo, ou é igual, ou não muito mais alta que a temperatura ambiente ou normal. Temperaturas mais baixas tendem a favorecer a formação de hidratos, requerendo assim o tratamento com as presentes composições. A temperaturas muito mais altas, no entanto, é possível que não se formem hidratos de hidrocarbonetos, dessa forma eliminando a necessidade de realizar qualquer tratamento.

Será observado que pode ser difícil prever as proporções de inibidores de hidratos de gás de oxazolidínio eficazes para inibir as formações de hidratos de hidrocarbonetos em um fluido particular em qualquer situação dada. Existem inúmeros fatores inter-relacionados e complexos que devem ser levados em consideração na determinação da dosagem ou proporção eficaz, que incluem, mas não estão necessariamente limitados a, a proporção de água no fluido, a natureza do hidrocarboneto, a natureza das moléculas visitantes formadoras de hidratos, as condições de temperatura e pressão a que a mistura de hidrocarbonetos e água está sujeita, o inibidor de hidratos de hidrocarbonetos particular empregado etc. Experimentação com um conjunto particular de condições ou em um sistema específico pode

constituir uma maneira adequada para determinar a faixa de dosagens ótima. Deve-se tomar cuidado para evitar a formação de quantidades problemáticas de massas irreversíveis de hidratos nocivos. Não obstante, com o propósito de tentar oferecer um guia mais genérico de proporções eficazes, em relação à fase aquosa, a quantidade do inibidor de hidratos é de cerca de 10% em volume ou menos, alternativamente 8% em volume ou menos, e em uma outra modalidade não-limitativa é menor que 6% em volume. Em uma modalidade não-limitativa o limite inferior é independentemente cerca de 0,01 % em volume, e alternativamente é cerca de 0,1% em volume e possivelmente cerca de 0,5% em volume.

Além do inibidor de hidratos de gás desta invenção, a composição de inibidor de hidrocarbonetos e o fluido sendo tratado podem compreender ainda outros componentes adicionais, que incluem, porém sem limitação, diferentes químicas de controle, tais como inibidores de corrosão, inibidores de cera, inibidores de incrustação, inibidores de asfalto e outros inibidor de hidratos de gás e/ou solventes. Solventes adequados para os inibidores de hidratos de gás desta invenção podem incluir, porém sem limitação, água; pelo menos um composto oxigenado selecionado de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> álcoois, C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> glicóis, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> éteres monoalifáticos, em uma modalidade não-limitativa monoalquil éteres, de C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> glicol, glicerina, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> éteres monoalifáticos, adequadamente monoalquil éteres de glicerina, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> éteres dialifáticos, particularmente dialquil éteres de glicerina, ésteres de glicerina de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> carboxilato; N-metilpirrolidona; sulfolano; C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub> cetonas, e misturas dos mesmos. Exemplos de solventes aceitáveis em uma modalidade não-limitativa incluem água e materiais oxigenados líquidos tais como metanol, etanol, propanol, glicóis como etileno glicol, 1,2-propileno glicol, 1,3-propileno glicol, glicerina, ésteres e éteres de glicerina, CELLOSOLVE® (2-etoxietanol), derivados de CELLOSOLVE, 2-propoxietanol, 2-isopropoxietanol, 2-butoxietanol, 2-isobutoxietanol, 2-metoxietanol, propileno glicóis etoxilados, cetonas tais como ciclohexanona e diisobutilcetona, e misturas dos mesmos. O solvente está presente na composição total inibitória de hidratos de hidrocarbonetos na faixa de 0% em peso a cerca de 85%

em peso, alternativamente de cerca de 0% em peso a cerca de 65% em peso, da composição total, com base no volume. CELLOSOLVE é uma marca registrada da Union Carbide Corporation.

5 Como alguns dos inibidores de hidratos de gás de oxazolidínio descritos nesta invenção serão sólidos ou materiais orgânicos amorfos similares à goma em condições ambientes, geralmente é útil usar um solvente adequado como descrito acima na composição. Isto permite a formação de uma solução, suspensão, emulsão homogênea ou uma combinação destas, de todos os componentes para misturação ou distribuição ou dispersão mais  
10 fácil da composição no fluido ou sistema hidrocarboneto/água a ser tratado. Como resultado, é possível efetuar um contato mais eficiente e/ou favorável da composição com a mistura compreendendo água e as moléculas visitantes formadoras de hidratos.

A presente invenção também pode ser usada em combinação  
15 com outros métodos ou processos, que são conhecidos pelos versados na técnica como discutido nos fundamentos para ajudar a inibir a formação de hidratos. As composições e métodos serão agora ilustrados com referência a Exemplos específicos que se destinam a esclarecer melhor a invenção sem contudo limitá-la.

#### 20 Exemplo de Preparação 1

Em um frasco de 0,12 litro (4 onças) foram colocados 9,01 g de uma cloridrina derivada de epiclорidrina e ALFOL 1214 (nome comercial para uma mistura de álcoois dodecílico e tetradecílico), 3,99 g de di-n-butilamina, 2,51 g de formaldeído aquoso 37 e 4,00 g de metanol como sol-  
25 vente. O frasco foi tampado frouxamente com uma folha de alumínio, lacrado em um vaso de pressão de aço inoxidável, e pressurizado até 1,03 MPa (150 psig) com nitrogênio. O vaso de pressão foi colocado em um forno a 120°C por 20 horas. O vaso de pressão foi deixado esfriar à temperatura ambiente e descarregado. O frasco continha um líquido âmbar solúvel em  
30 água e límpido. Análise por NMR confirmou a conversão dos materiais de partida em um composto de oxazolidínio.

#### Exemplos de Inibição de Hidratos 2-5

Os componentes a seguir foram testados quanto à eficácia na inibição de hidratos de gás: RE4394 - um produto inibidor de hidratos comercial em uso atualmente, e Composição A - uma diluição do composto de oxazolidínio inventivo do exemplo 1.

5                   As várias composições foram testadas nas condições mostradas na tabela I. O hidrocarboneto líquido usado era de uma área particular e conhecida por problemas de formação de hidratos nas condições de teste. As seguintes observações podem ser feitas:

10                   com sub-resfriamento de 2,2°C (36°F), não foi observado controle da morfologia de hidratos para RE 4394 e para a Composição A.

                    Com sub-resfriamento de -3,9°C (25°F), todos os três mostraram controle de hidratos no corte de água baixo.

15                   As classificações são feitas em um sistema de A a F onde A é o melhor e F é o pior. LDHI refere-se a inibidores de hidratos de baixa dosagem; LH refere-se à "altura do líquido".

Tabela I - Teste com Inibidores de Hidratos de Gás

Objetivos: testar RE 4394 e a Composição A

Arvo: 8,96 MPa (1300 psig) a 9,4°C (40°F)

Cella	2	3	4	5
LHDI	RE 4394 @ 2,5 vol%	Comp. A @ 2,5 vol%	RE 4394 1,5 vol%	Comp. A @ 1,5 vol%
fase hidrocarboneto líquido	50 vol%	50 vol%	75 vol%	75 vol%
fase gasosa	15/85 propano/metano	15/85 propano/metano	15/85 propano/metano	15/85 propano/metano
salmoura	água desionizada, 6 mL	água desionizada, 6 mL	água desionizada, 3 mL	água desionizada, 3 mL
Observações antes do resfriamento	o condensado é ligeiramente turvo, ficando transparente ao contato com salmoura, poucos cristais pequenos observados na parede mesmo a temperatura ambiente por um tempo curto	o condensado é ligeiramente turvo, incapaz de determinar a clareza da salmoura, mas apenas ligeiramente turvo no pior dos casos, camada esbranquiçada fina na interface do líquido	o condensado é ligeiramente turvo, incapaz de determinar a clareza da salmoura, mas apenas ligeiramente turvo no pior dos casos, camada esbranquiçada fina na interface do líquido	o condensado é ligeiramente turvo, incapaz de determinar a clareza da salmoura, mas apenas ligeiramente turvo no pior dos casos, camada esbranquiçada fina na interface do líquido
LH (mm)	>32	>32	>32	>32

Cont. tabela 1

Temperatura do resfriador 1,5°C – temperatura do banho 2,8°C (37°F)				
observações em 16,00 h	grande quantidade de hidratos aderindo ao interior da célula, e impedem o deslocamento da esfera, poucos condensados observados	grande quantidade de hidratos aderindo ao interior da célula, e impedem o deslocamento da esfera, poucos condensados observados	grande quantidade de hidratos aderindo ao interior da célula, e impedem o deslocamento da esfera, poucos condensados observados	grande quantidade de hidratos aderindo ao interior da célula, e impedem o deslocamento da esfera, poucos condensados observados
LH (mm)	n/a	n/a	n/a	n/a
Classificação	F	F	F	F
Temperatura do resfriador 5°C – temperatura do banho 5,6°C (42°F)				
Observações em 40 horas	grande quantidade de hidratos aderindo ao interior da célula, e impedem o deslocamento da esfera, poucos condensados observados	grande quantidade de hidratos aderindo ao interior da célula, e impedem o deslocamento da esfera, poucos condensados observados	grande quantidade de hidratos aderindo ao interior da célula, e impedem o deslocamento da esfera, poucos condensados observados	grande quantidade de hidratos aderindo ao interior da célula, e impedem o deslocamento da esfera, poucos condensados observados
LH (mm)	n/a	n/a	n/a	n/a
Classificação	F	F	F	F

Cont. tabela 1

Temperatura do resfriador 5°C – temperatura do banho 8,9°C 48°F				
Observações em 48 horas	grande quantidade de hidratos aderindo ao interior da célula, e impedem o deslocamento da esfera, poucos condensados observados	dispersão de hidratos diminutos no condensado e na água, ambas as esferas balançam com facilidade, observadas duas fases límpidas	dispersão de hidratos diminutos no condensado e na água, ambas as esferas balançam com facilidade, observadas duas fases límpidas	dispersão de hidratos diminutos no condensado e na água, ambas as esferas balançam com facilidade, observadas duas fases límpidas
LH (mm)	n/a	n/a	n/a	n/a
Classificação	F	B	A	A

### Exemplo de Preparação 6

Os compostos de oxazolidínio da invenção podem ser feitos a partir de um epóxido por um procedimento tal como a seguir. Em uma garrafa de 0,06 litros (2 onças) foram colocados 3,95 g de Heloxy<sup>®</sup> 8 (nome comercial para um C12/C14 glicidil éter de aproximadamente 85% de pureza), 10,6 g de formaldeído aquoso a 37%, 1,69 g de di-n-butilamina, 1,29 g de ácido clorídrico aquoso a 37%, e 2,00 g de metanol. A garrafa foi tampada e colocada em um forno a 60°C por 18 horas. A garrafa foi resfriada para a temperatura ambiente e continha um líquido âmbar solúvel em água e limpo. Análise por NMR confirmou a conversão dos materiais de partida no mesmo composto de oxazolidínio que aquele feito no exemplo 1.

### Exemplo de Preparação 6

O exemplo 1 foi repetido a uma temperatura do forno de 90°C por 14 horas com uma conversão semelhante no mesmo composto de oxazolidínio.

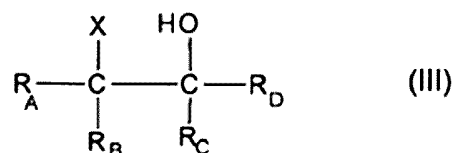
Muitas modificações podem ser feitas nas composições e nos métodos desta invenção sem se afastar de seu escopo que está definido somente nas reivindicações em anexo. Por exemplo, os compostos de oxazolidínio exatos podem ser diferentes daqueles explicitamente mencionados neste relatório. Também se espera que várias combinações de inibidores de hidratos de gás isolados ou junto outros diferentes daqueles descritos nesta invenção sejam úteis. Além disso, também se espera que compostos de oxazolidínio usados isolados ou junto com misturas de água, hidrocarbonetos e moléculas visitantes formadoras de hidratos diferentes daquelas exemplificadas neste relatório tenham êxito no contexto desta invenção. Adicionalmente, métodos de preparação diferentes daqueles exemplificados neste relatório com referência aos reagentes e condições reacionais mas que não obstante estão dentro dos limites do método da invenção também estão incluídos. Por exemplo, aldeídos, cetonas, amina secundárias, haloidrinas e epóxidos diferentes daqueles explicitamente mencionados neste relatório podem ser usados, e ainda, também se espera que condições reacionais diferentes daquelas exemplificadas e especificamente mencionadas também sejam úteis.

## REIVINDICAÇÕES

1. Método para preparar um composto de oxazolidínio, caracterizado pelo fato de que compreende reagir um aldeído e/ou uma cetona com uma amina secundária e um reagente selecionado do grupo que consiste em uma halodrina e um epóxido, em condições reacionais para produzir um composto de oxazolidínio.

2. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o aldeído tem de 1 a 20 átomos de carbono e a cetona tem de 3 a 20 átomos de carbono.

3. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a halodrina tem a fórmula geral

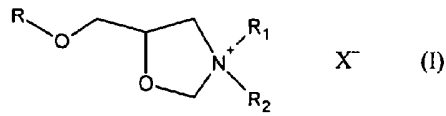


onde X é selecionado do grupo que consiste em cloro, flúor, bromo ou iodo; e onde R<sub>A</sub>, R<sub>B</sub>, R<sub>C</sub> e R<sub>D</sub> são cada um independentemente selecionados do grupo que consiste em hidrogênio, substituintes do tipo hidrocarboneto contendo de 1 a 20 átomos de carbono, e heteroátomos selecionados do grupo que consiste em oxigênio, nitrogênio, fósforo e combinações dos mesmos.

4. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a amina secundária tem de 1 a 20 átomos de carbono, pode ser linear, ramificada ou cíclica e pode ser substituída por grupos alquila, grupos arila, grupos alquilarila, e grupos arila substituídos por grupos alcóxi.

5. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que as condições reacionais compreendem uma temperatura variando da temperatura ambiente a 120°C, e uma pressão variando da pressão ambiente àquela necessária para manter os reagentes e os solventes na fase líquida.

6. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que o composto de oxazolidínio tem a estrutura:



onde R é um substituinte do tipo hidrocarboneto contendo de 1 a 20 átomos de carbono, um substituinte do tipo hidrocarboneto contendo de 1 a 20 átomos de carbono substituído por um heteroátomo selecionado do grupo que consiste em oxigênio, nitrogênio, fósforo e combinações dos mesmos; R<sub>1</sub> e

5 R<sub>2</sub> cada um independentemente têm 1 a 20 átomos de carbono, podem ser lineares, ramificados ou cíclicos; grupos lineares, ramificados ou cíclicos tendo 1 a 20 átomos de carbono substituídos por grupos alquila, grupos arila, grupos alquilarila, e grupos arila substituídos por grupos alcóxi, e X é selecionado do grupo que consiste em cloro, flúor, bromo ou iodo.

10 7. Método de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que R é um C14 alquil linear ou C12 alquil linear, R<sub>1</sub> e R<sub>2</sub> são cada um n-butila e X é cloro.

## RESUMO

Patente de Invenção: **"MÉTODO PARA PREPARAR COMPOSTO DE OXAZOLIDÍNIO"**.

5 A presente invenção refere-se a compostos de oxazolidínio são formados pela reação de uma haloidrina ou um epóxido com uma amina secundária e um aldeído ou uma cetona. Os compostos de oxazolidínio são formados diretamente e não requerem a reação de uma oxazolidina previamente formada com um agente alquilante. Os compostos são úteis como inibidores de hidratos de gás na produção e no transporte de petróleo e gás.