

فاز تولید نمونه آزمایشگاهی

تولید ماده ضد خوردگی محلول در آب

پژوهشکده / واحد تکنولوژی تولید جهاد دانشگاهی خوزستان

گروه پژوهشی شیمی



پژوهشکده توسعه منابع انسانی

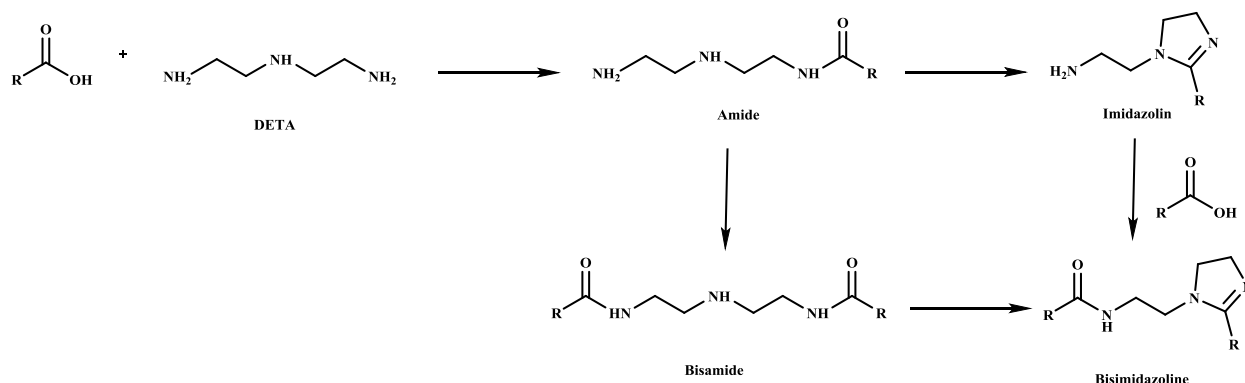


جمهوری اسلامی ایران

فاز تولید نمونه آزمایشگاهی

۱-۲- سنتز ایمیدازولین ها

بهترین روش و معمولترین روش برای سنتز ایمیدازولین ها واکنش یک اسید چرب (از جمله اولئیک اسید، استئاریک اسید، پالمیک اسید، لوریک اسید و ...) با ترکیب های اتیلن دی آمین، تری آمینی و یا تترا آمینی می باشد (شکل ۱-۲). در اثر واکنش اولئیک اسید با دی اتیلن تری آمین در شرایط مختلف دمایی و همچنین در محیط خنثی و با نسبت های مختلف اسید به آمین ترکیبات، بیس آمید و بیس ایمیدازولین به عنوان محصول جانبی واکنش می تواند تشکیل گردد که براساس محیط و شرایط مختلف ترکیب درصد مواد سنتزی متغیر می باشد (جدول ۱-۲) [۳۵-۴۰].



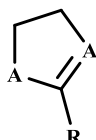
شکل ۱-۲- سنتز ترکیبات ایمیدازولینی و مشتقات دیگر

جدول ۱-۲- شرایط سنتز برخی ترکیبات ایمیدازولینی

نمونه	نسبت OA:DETA	شرایط واکنش
۱	۱:۱/۵	۲۶۰ درجه سانتیگراد برای ۵ ساعت خالص سازی با نیتروژن برای ۴ ساعت
۲	۱:۱/۳	۱۶۰ درجه سانتیگراد برای ۳ ساعت ۲۴۰ درجه سانتیگراد برای ۳ ساعت خالص سازی با نیتروژن برای ۴ ساعت
۳	۱/۲:۱	۱۷۵ درجه سانتیگراد برای ۲ ساعت
۴	۱:۱	۱۶۵ درجه سانتیگراد برای ۲ ساعت خالص سازی با نیتروژن برای ۴ ساعت
۵	۲:۱	۱۷۰ درجه سانتیگراد برای ۵ ساعت

با استفاده از تکنیک LC-MS مخلوط سنتزی و میزان محصولات جانبی که احتمال تشکیل دارند مورد بررسی قرار گرفت. با توجه به نتایج بدست آمده از آنالیز LC-MS می توان گفت بهترین نسبت اسید به آمین نسبت ۱:۱/۵ می باشد، که بیشترین

درصد ایمیدازولین و کمترین درصد محصولات جانبی را دارد، با افزایش نسبت اسید از ۱ به ۲ بیس ایمیدازولین تشکیل شده نیز بیشتر می شود جدول (۲-۲). یکی از محصولات جانبی که می تواند تشکیل گردد، تجزیه و جدا شدن گروه جانبی روی حلقه می باشد [۳۵].



Imidazoline Degradation Byproduct

شکل ۲-۲- کاهش ایمیدازولین

جدول ۲-۲- محصولات جانبی و درصد آنها در سنتز مشتقات ایمیدازولینی

HPLC Area (%)					
نمونه	ایمیدازولین (FW ۳۶۷)	آمید (FW ۳۶۷)	ایمیدازولین* (FW ۳۰۶)	بیس ایمیدازولین (FW ۶۱۲)	بیس ایمیدازولین (FW ۶۳۱)
۱	۷۹	۰	۷	۱۴	۰
۲	۵۳	۰	۰	۴۷	۰
۳	۲۰	۴۶	۰	۱۵	۱۸
۴	۵۷	۱۱	۹	۱۷	۵
۵	۱۱	۰	۸	۷۴	۷

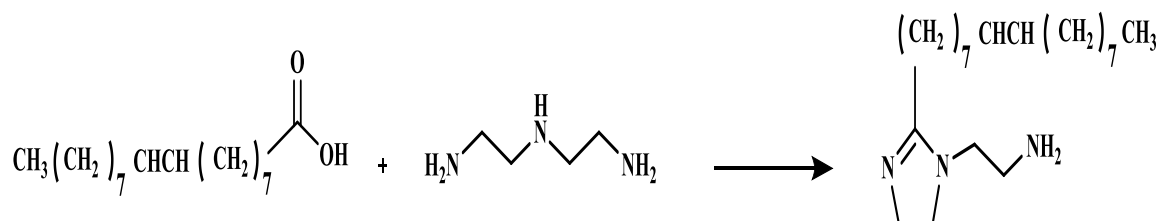
* ایمیدازولین بدست آمده از واکنش تخریب

۲-۲- بخش تجربی

۲-۲-۱- سنتز اولئیک ایمیدازولین (OI)

بازدارنده OI با استفاده از واکنش دی اتیلن تری آمین و اولئیک اسید آزمایشگاهی تهیه شد. ۱ مول اولئیک اسید در یک بالن ۱۰۰ ml سه دهانه مجهز به ترموکوپل، همزن مغناطیسی، قیف قطره چکان و تله ی دین استارک افزوده شد. محلول تا دمای ۶۰ °C گرم شد و سپس ۱/۵ مول از دی اتیلن تری آمین به آن افزوده شد. پس از آن مخلوط تا دمای ۱۶۰ °C گرم شد و به مدت ۴ ساعت در این دما باقی ماند تا آب به وجود آمده از واکنش در دین استارک جمع شود. در این مرحله رنگ ترکیب از زرد روشن به قرمز تیره تغییر یافت. سپس دما به ۲۴۰ °C افزایش یافته و به مدت ۱ ساعت مخلوط در این دما قرار گرفت در طی این مدت جریان نیتروژن بر روی محلول قرار گرفت و سرعت چرخش همزن مغناطیسی هم بیشتر شد تا به

راحتی آب تولید شده در ادامه‌ی واکنش همراه گاز نیتروژن خارج شود. در مرحله بعد به مدت ۲ ساعت دیگر دمای محلول در 240°C ثابت نگه داشته شد و پس از آن تا دمای آزمایشگاه سرد شد و با آب و کلروفرم خالص سازی شد. بازده اولئیک ایمیدازولین سنتز شده حدود ۸۰ درصد می باشد. آب جمع شده در دین استراک حدود ۳,۵ میلی لیتر می باشد [۳۶].



شکل ۲-۳- واکنش سنتز اولئیک ایمیدازولین (OI)



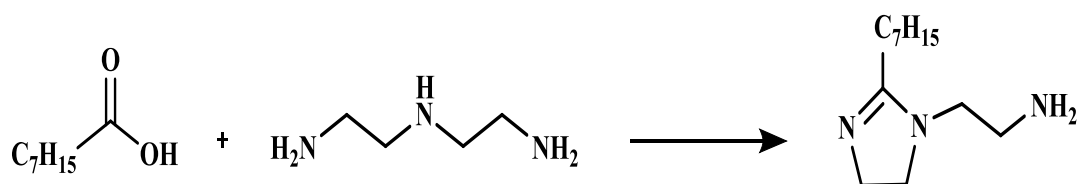
شکل ۲-۴- مراحل سنتز اولئیک ایمیدازولین

جدول ۲-۳- شرایط مختلف سنتز اولئیک ایمیدازولین

شرایط واکنش			نسبت OA:DETA	نمونه
بدون حضور گاز نیتروژن	۳ h	160°C	۱:۲	۱
	۲ h	220°C		
	۲۴ h ۴ h	160°C 220°C	۱:۲	۲
در حضور گاز نیتروژن	۲۴ h	160°C	۱:۲	۳
	۵ h	220°C		
در حضور گاز نیتروژن	h ^۵	160°C	۱:۱/۵	۴
	h ^۴	220°C		
بدون حضور گاز نیتروژن	۲h	170°C	۲:۱	۵

۲-۲-۲- سنتز کاپریلیک ایمیدازولین (CI)

بازدارنده CI با استفاده از واکنش دی اتیلن تری آمین و کاپریلیک اسید آزمایشگاهی تهیه شد. ۱ مول کاپریلیک اسید در یک بالن ۱۰۰ ml سه دهانه مجهز به ترموکوپل، همزن مغناطیسی، قیف قطره چکان و تله‌ی دین استارک افزوده شد. محلول تا دمای 60°C گرم شد و سپس ۱/۵ مول از دی اتیلن تری آمین به آن افزوده شد. پس از آن مخلوط تا دمای 160°C گرم شد و به مدت ۴ ساعت در این دما باقی ماند تا آب به وجود آمده از واکنش در دین استارک جمع شود. سپس دما به 225°C افزایش یافته و به مدت ۱ ساعت مخلوط در این دما قرار گرفت در طی این مدت جریان نیتروژن بر روی محلول قرار گرفت و سرعت چرخش همزن مغناطیسی هم بیشتر شد تا به راحتی آب تولید شده در ادامه‌ی واکنش همراه گاز نیتروژن خارج شود. در مرحله بعد به مدت ۲ ساعت دیگر دمای محلول در 225°C ثابت نگه داشته شد و پس از آن تا دمای آزمایشگاه سرد شد و با آب و کلروفرم خالص سازی شد. بازده کاپریلیک ایمیدازولین سنتز شده باید حدود ۸۰ درصد باشد [۳۷].



شکل ۲-۵- واکنش سنتز کاپریلیک ایمیدازولین (CI)

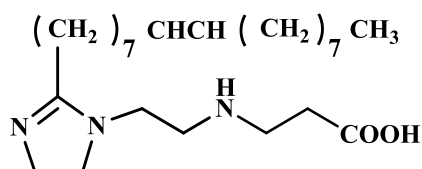
جدول ۲-۴- شرایط مختلف سنتز کاپریلیک ایمیدازولین

نمونه	نسبت مولی CA: DETA	شرایط واکنش	
۱	۱:۱/۵	160°C	۳ h
		220°C	۲ h
۲	۲:۱	170°C	۲ h

۲-۲-۳- سنتز اولئیک ایمیدازولین - اکریلات

بازدارنده OI با استفاده از واکنش دی اتیلن تری آمین و اولئیک اسید آزمایشگاهی تهیه شد ۱ مول اولئیک اسید در یک بالن ۱۰۰ ml سه دهانه مجهز به ترموکوپل، همزن مغناطیسی، قیف قطره چکان و تله‌ی دین استارک افزوده شد. محلول تا دمای 60°C گرم شد و سپس ۱/۵ مول از دی اتیلن تری آمین به آن افزوده شد. پس از آن مخلوط تا دمای 160°C گرم شد

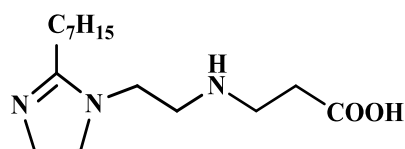
و به مدت ۴ ساعت در این دما باقی ماند تا آب به وجود آمده از واکنش در دین استارک جمع شود. در این مرحله رنگ ترکیب از زرد روشن به قرمز تیره تغییر یافت. سپس دما به 225°C افزایش یافته و به مدت ۱ ساعت مخلوط در این دما قرار گرفت در طی این مدت جریان نیتروژن بر روی محلول قرار گرفت و سرعت چرخش همزن مغناطیسی هم بیشتر شد تا به راحتی آب تولید شده در ادامه ی واکنش همراه گاز نیتروژن خارج شود. در مرحله بعد به مدت ۲ ساعت دیگر دمای محلول در 225°C ثابت نگه داشته شد. سپس محلول تا دمای 60°C سرد شد و به آرامی به صورت قطره قطره طی مدت نیم ساعت ۱ مول اکریلیک اسید به سیستم افزوده شد. و دمای واکنش تا 120°C افزایش یافت و به مدت یک ساعت در این دما قرار گرفت. و پس از آن تا دمای آزمایشگاه سرد شد و با آب و کلروفرم خالص سازی شد [۳۸].



شکل ۲-۶- ساختار شیمیایی اولئیک ایمیدازولین - اکریلات

۲-۲-۴- سنتز کاپر بلیک ایمدازولین-اگر بلات

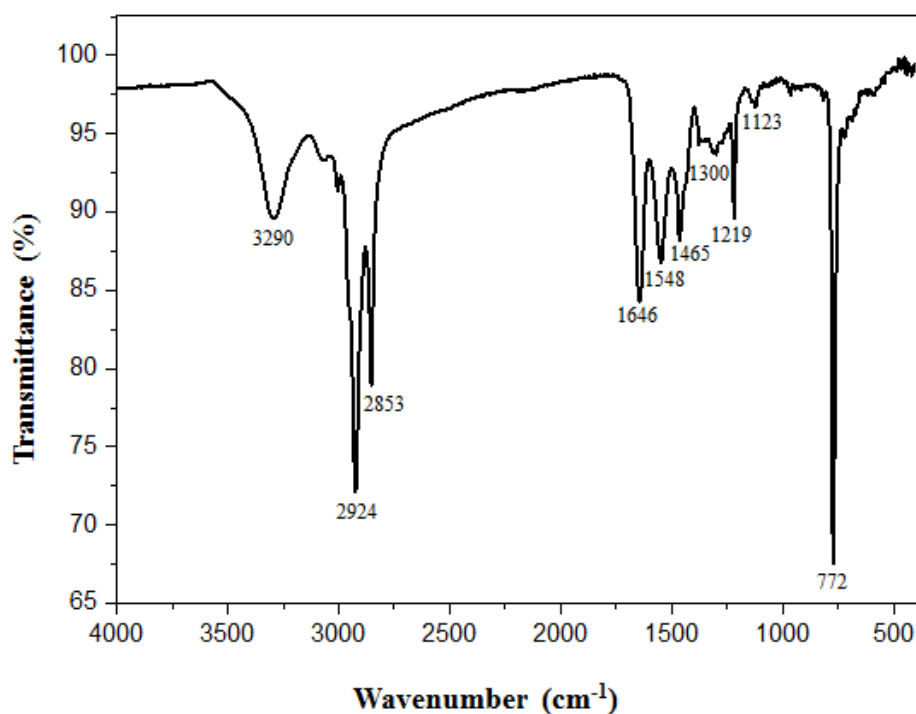
بازدارنده CI با استفاده از واکنش دی اتیلن تری آمین و کاپریلیک اسید آزمایشگاهی تهیه شد. ۱ مول کاپریلیک اسید در یک بالن ۱۰۰ ml سه دهانه مجهز به ترموکوپل، همزن مغناطیسی، قیف قطره چکان و تله‌ی دین استارک افزوده شد. محلول تا دمای 60°C گرم شد و سپس ۱/۵ مول از دی اتیلن تری آمین به آن افزوده شد. پس از آن مخلوط تا دمای 160°C گرم شد و به مدت ۴ ساعت در این دما باقی ماند تا آب به وجود آمده از واکنش در دین استارک جمع شود. سپس دما به 225°C افزایش یافته و به مدت ۱ ساعت مخلوط در این دما قرار گرفت در طی این مدت جریان نیتروژن بر روی محلول قرار گرفت و سرعت چرخش همزن مغناطیسی هم بیشتر شد تا به راحتی آب تولید شده در ادامه ی واکنش همراه گاز نیتروژن خارج شود. در مرحله بعد به مدت ۲ ساعت دیگر دمای محلول در 225°C ثابت نگه داشته شد. سپس محلول تا دمای 60°C سرد شد و به آرامی به صورت قطره قطره طی مدت نیم ساعت ۱ مول اکریلیک اسید به سیستم افزوده شد. و دمای واکنش تا 120°C افزایش یافت و به مدت یک ساعت در این دما قرار گرفت و پس از آن تا دمای آزمایشگاه سرد شد و با آب و کلروفرم خالص سازی شد [۳۸].



شکل ۲-۷- ساختار شیمیایی کاپرلیک ایمیدازولین-اکریلات

۲-۳- بررسی ساختاری ترکیبات سنتز شده

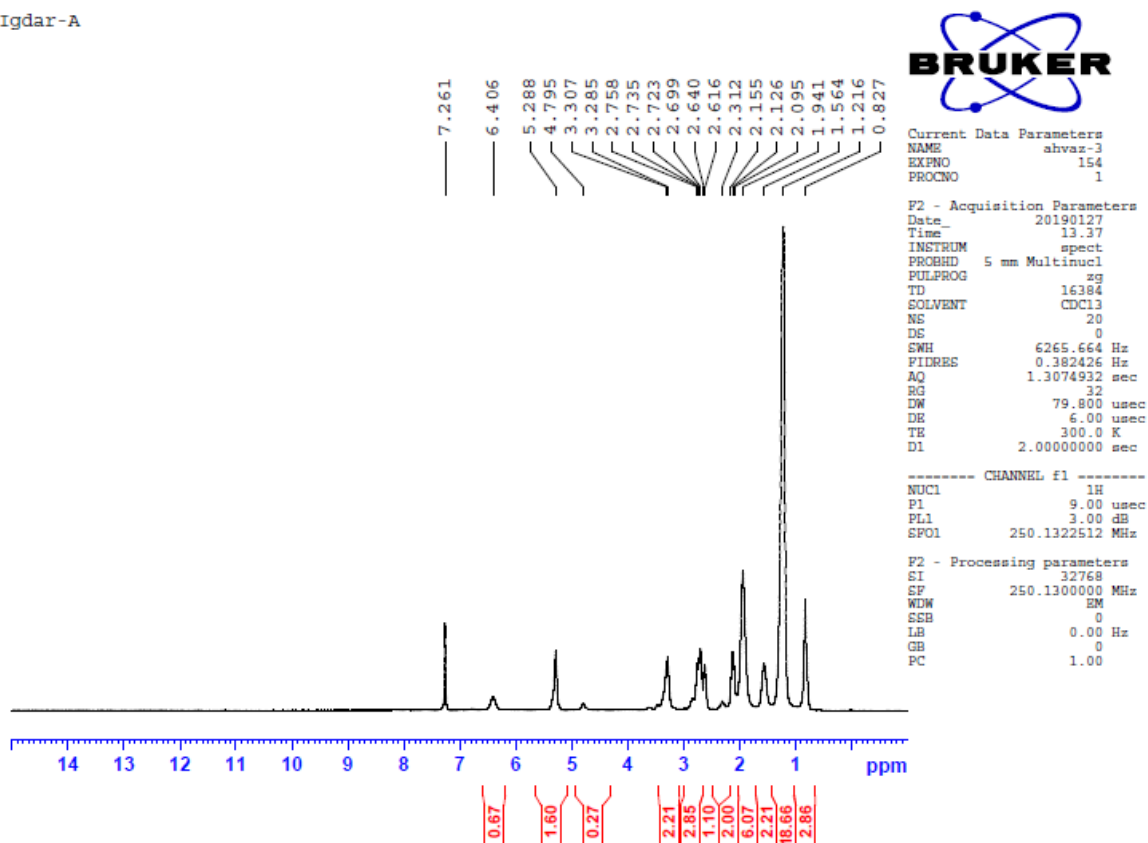
به منظور تایید ساختار بازدارنده اولئیک ایمیدازولین سنتز شده از طیف سنجی ^1H NMR و FT-IR استفاده شد. شکل (۲-۸) طیف IR و شکل (۲-۹) طیف ^1H NMR بازدارنده اولئیک ایمیدازولین را نشان می دهد. به منظور تایید ساختار بازدارنده کاپرلیک ایمیدازولین از طیف سنجی FT-IR استفاده شد. شکل (۲-۱۷) طیف IR بازدارنده کاپرلیک ایمیدازولین را نشان می دهد. پیک ظاهر شده در ۱۶۴۶ مربوط به ارتعاش کششی C=N است. پیک های دوگانه ظاهر شده در ۲۸۵۳ و ۲۹۲۴ مربوط به ارتعاشات کششی هیدروژن های آلیفاتیک در پیوند با کربن است. و پیک پهن ظاهر شده در ۳۲۸۶ مربوط به ارتعاش کششی پیوند N-H است.



شکل ۲-۸- طیف IR نمونه سنتز شده اولئیک ایمیدازولین با نسبت ۱ مول اولئیک اسید و ۱/۵ مول دی اتیلن تری آمین در

دمای ۲۴۰ °C

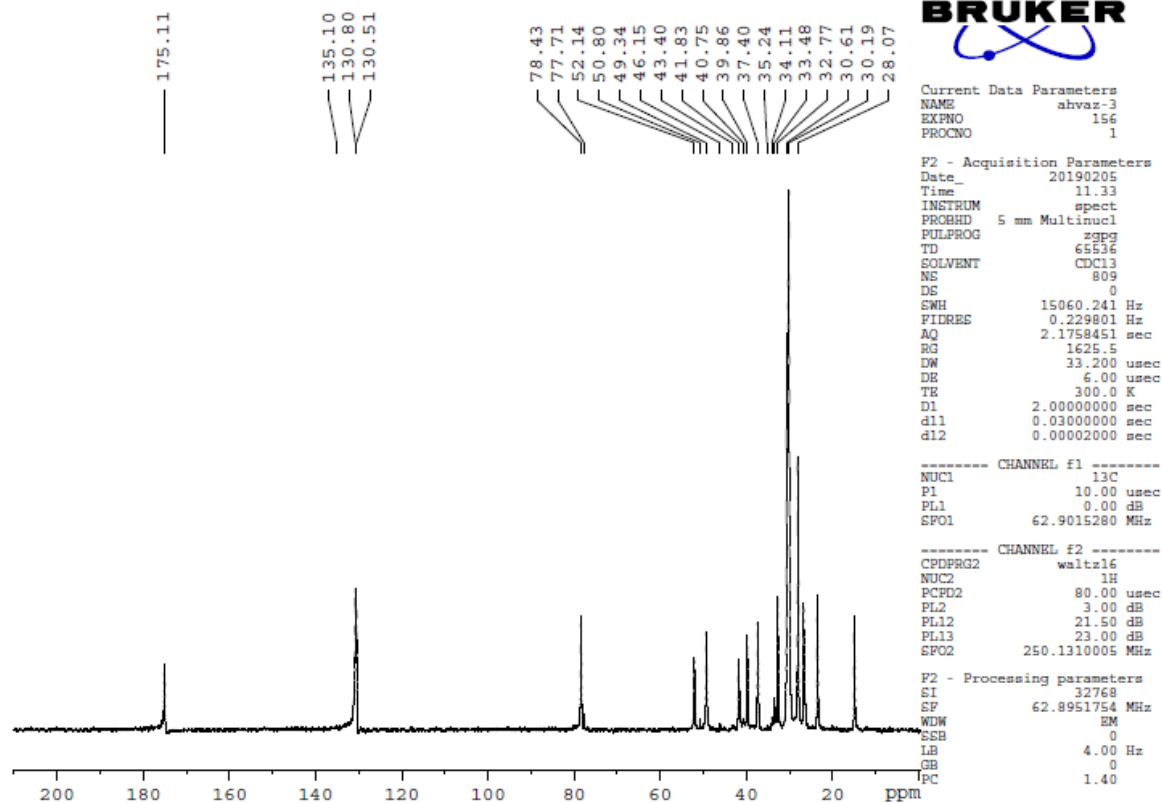
Igdar-A



شکل ۲-۹- طیف ¹H NMR نمونه سنتز شده اولئیک ایمیدازولین با نسبت ۱ مول اولئیک اسید و ۱/۵ مول دی اتیلن تری آمین در

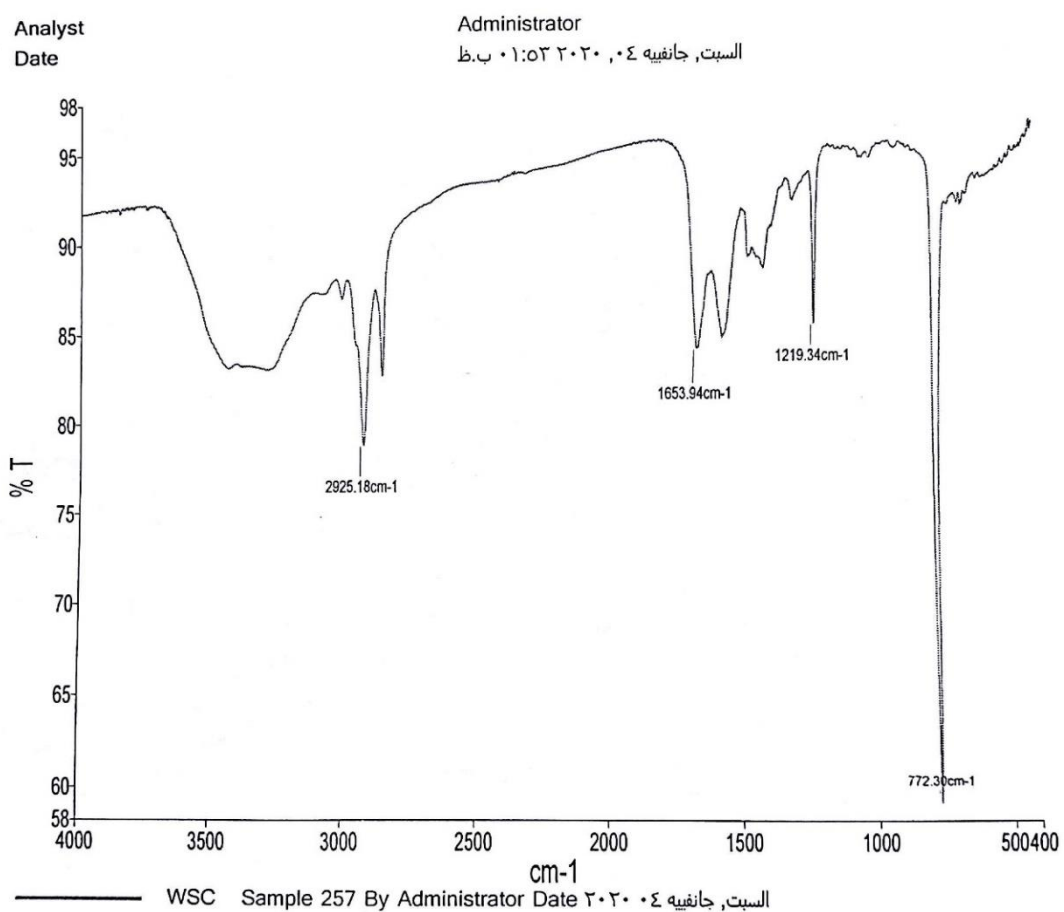
آمین در دمای ۲۴۰ °C

Igder-A

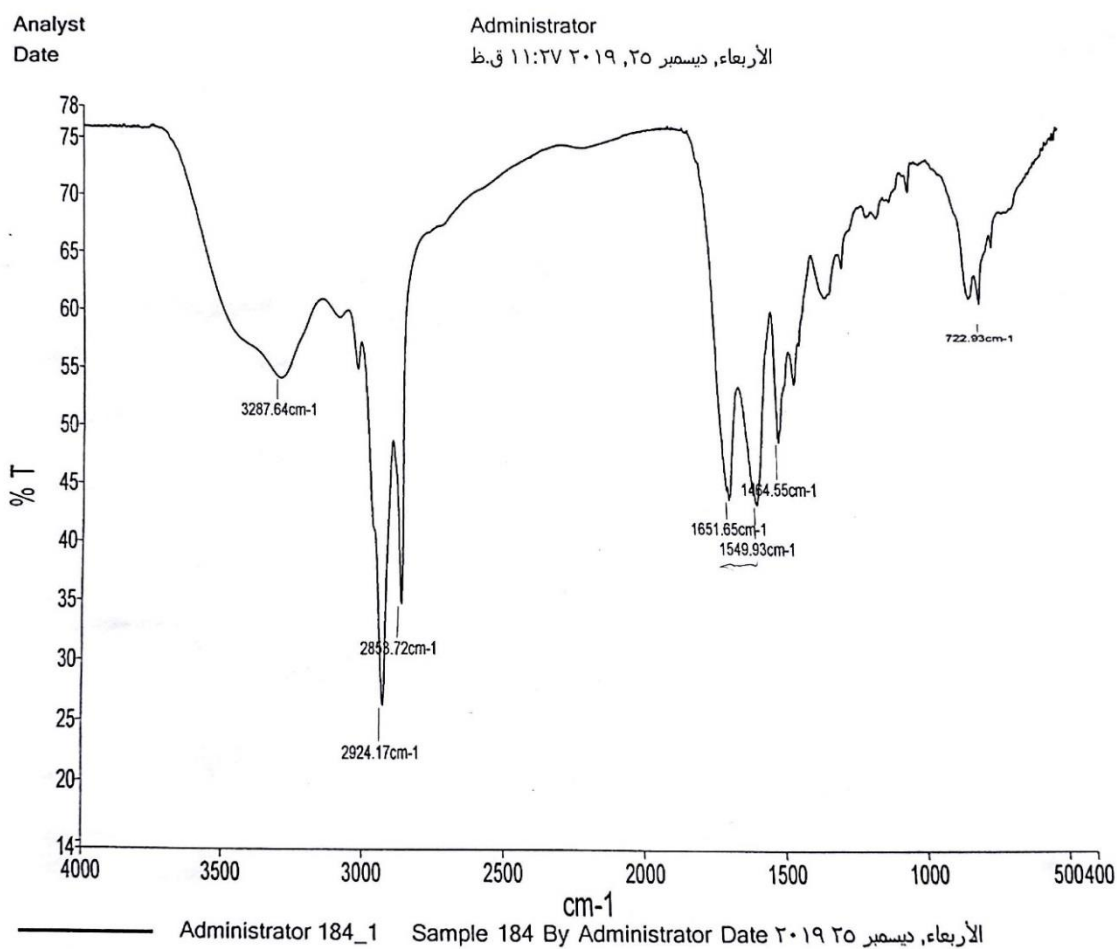


شکل ۲-۱۰- طیف ^{13}C -NMR نمونه سنتز شده شده اولئیک ایمیدازولین با نسبت ۱ مول اولئیک اسید و ۱/۵ مول دی اتیلن

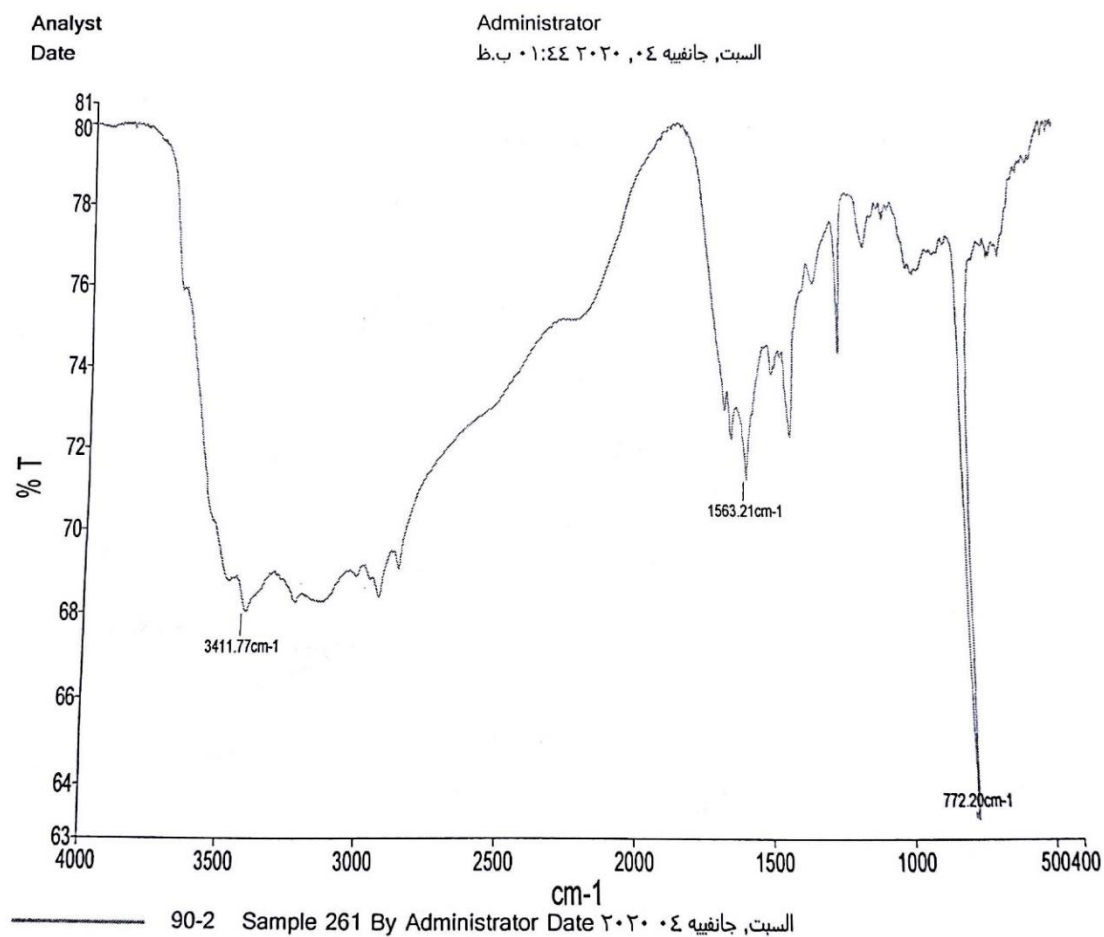
تری آمین در دمای 240°C



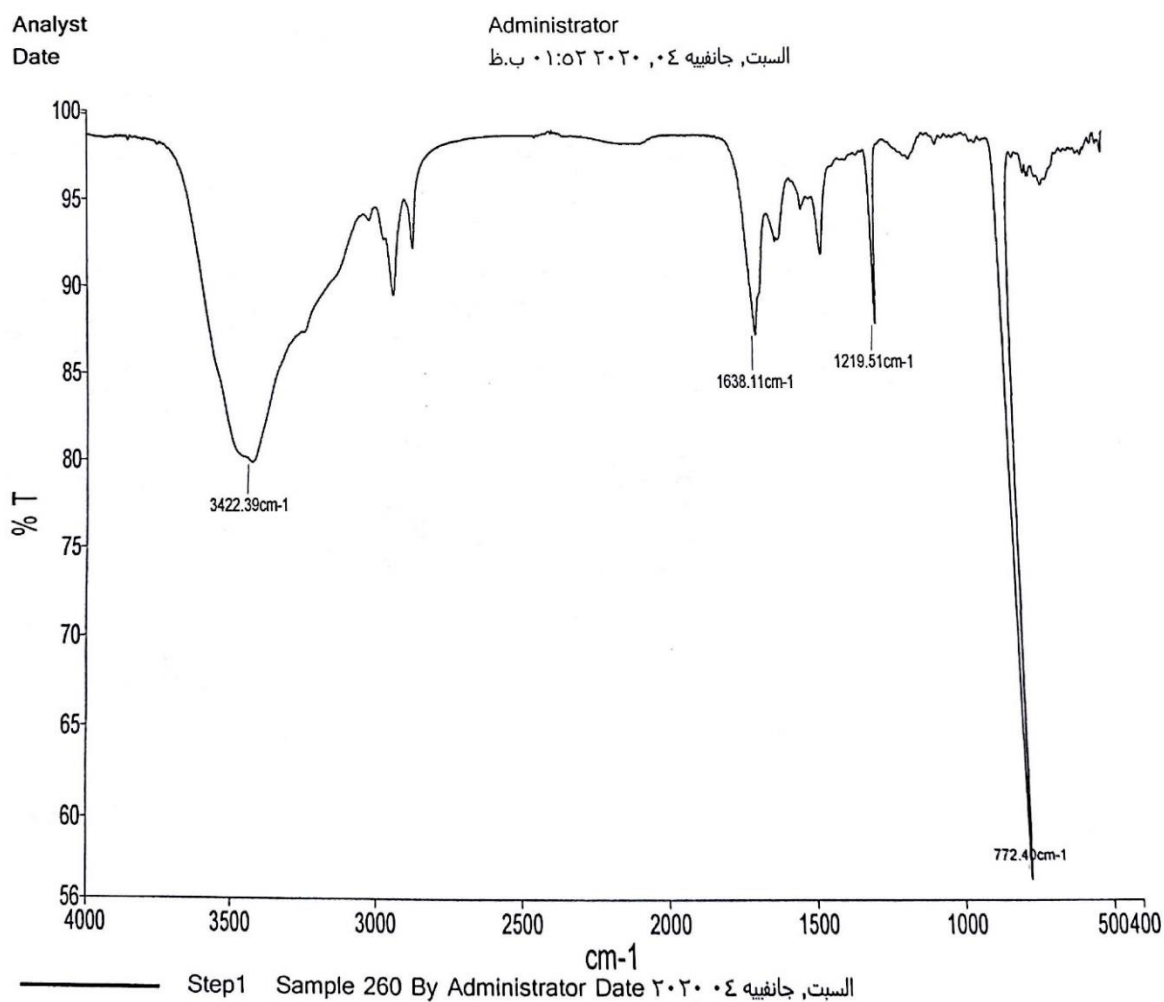
شکل ۱۱-۲- طیف IR نمونه بازدارنده خوردگی محلول در آب (صنعتی)



شکل ١٢-٢- طيف IR نمونه سنتز شده اولئيك ايميدازولين در عدم حضور گاز نيترون



شکل ۲-۱۳- طیف IR نمک آمین



شکل ۲-۱۴- طیف IR مرحله اول واکنش سنتز اولئیک ایمیدازولین با نسبت ۱ مول اولئیک اسید و ۱/۵ مول دی اتیلن تری آمین در

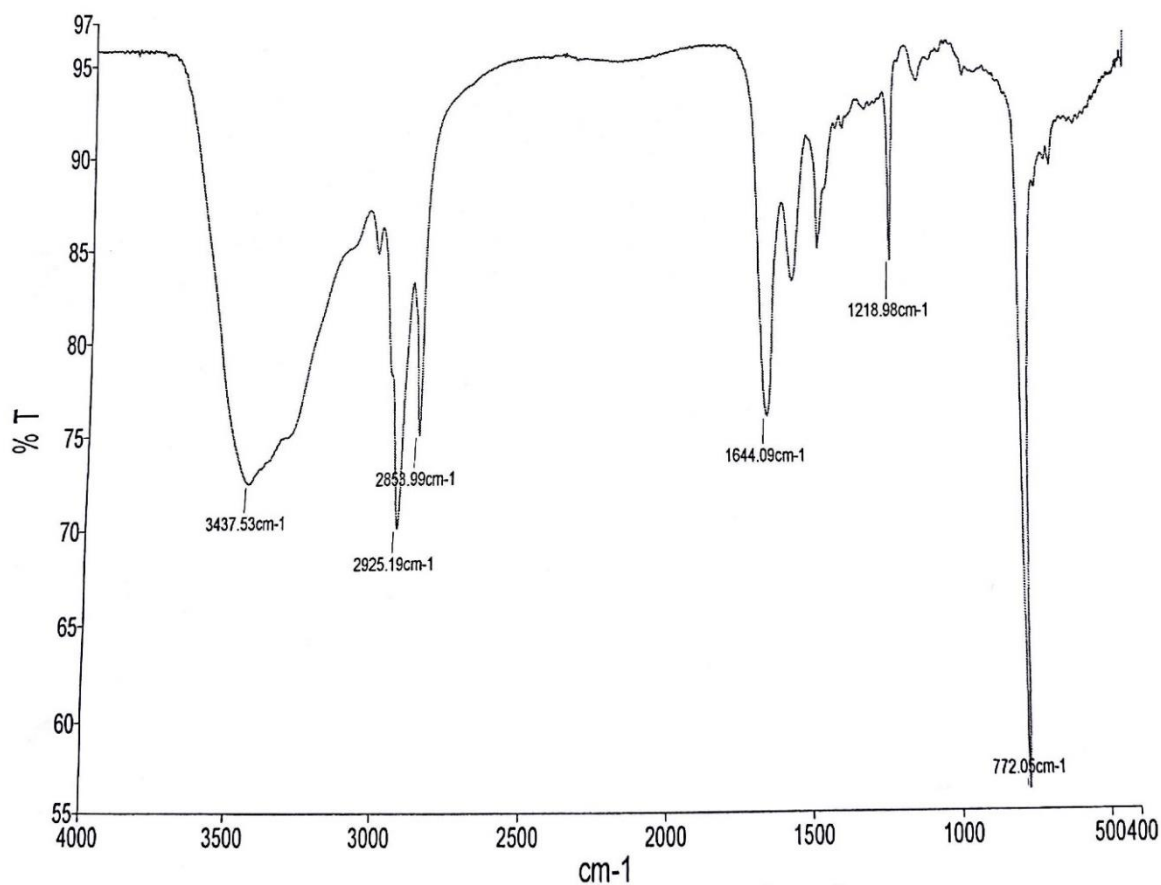
دمای ۱۶۰°C به مدت ۵ ساعت



Analyst
Date

Administrator

السبت، جانفیه ۰۴، ۲۰۲۰ ۱:۵۲ ب.ظ



step2 Sample 259 By Administrator Date ۲۰۲۰ ۰۴، جانفیه

شکل ۲-۱۵- طیف IR مرحله دوم واکنش سنتز اولئیک ایمیدازولین با نسبت ۱ مول اولئیک اسید و ۱/۵ مول دی اتیلن تری

آمین در دمای 240°C



پژوهشگاه توسعه صنایع شیمیایی



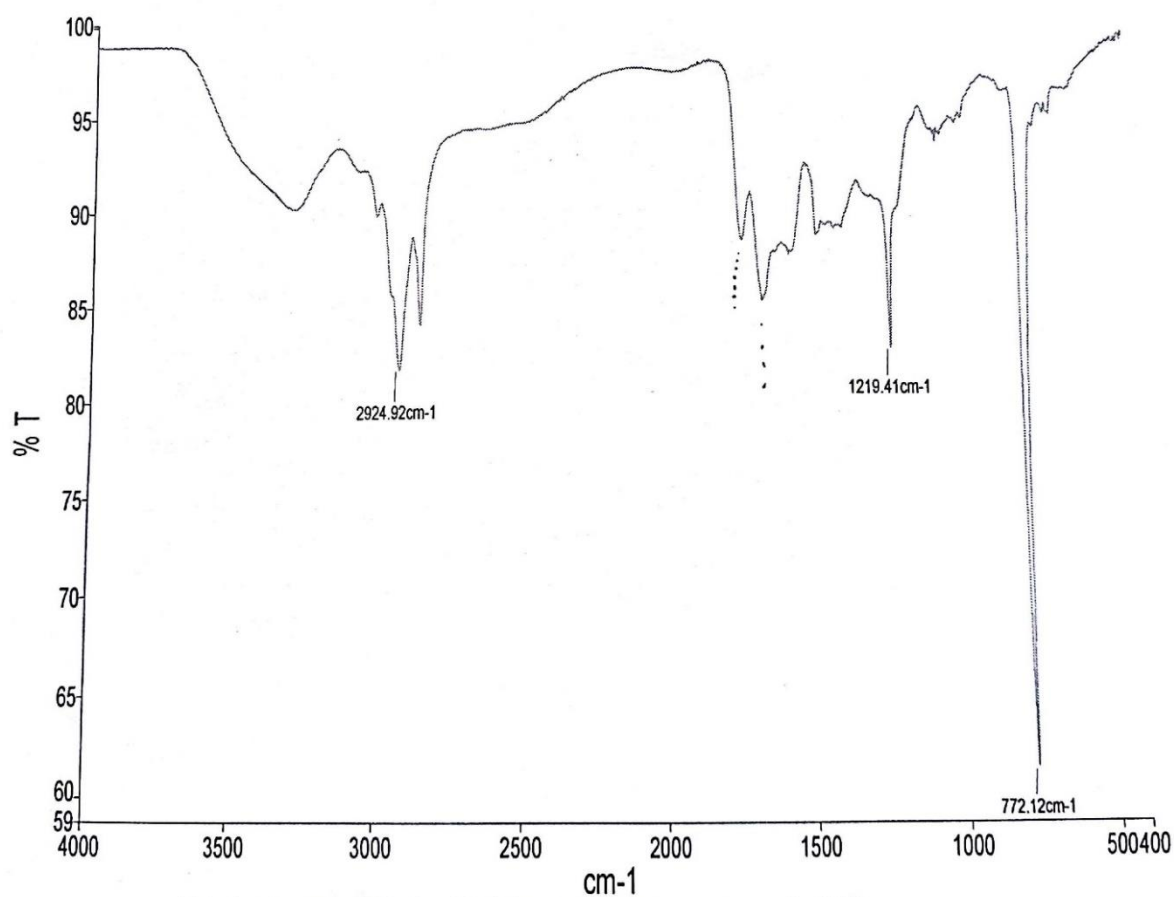
جمهوری اسلامی ایران

Analyst

Date

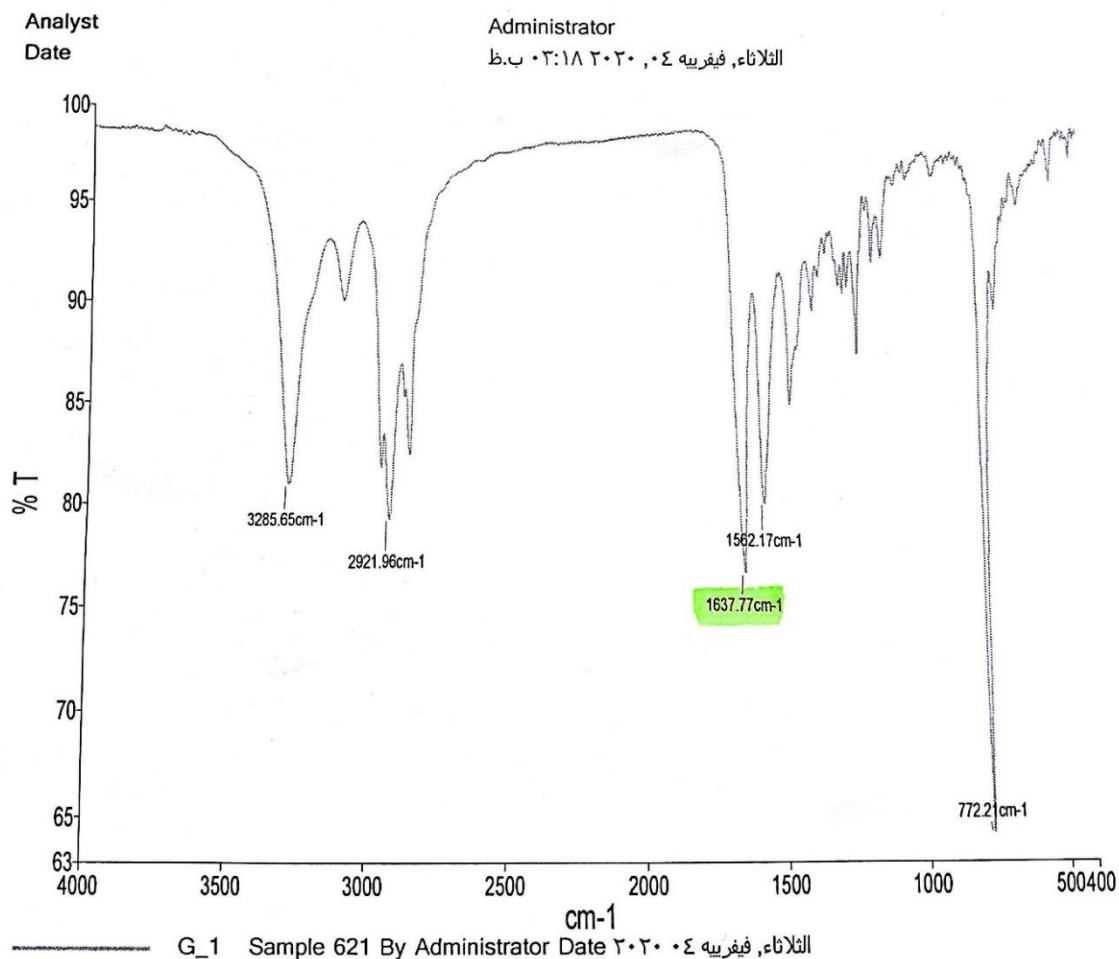
Administrator

الثلاثاء، فیریه ۰۴، ۲۰۲۰ ۱۸:۰۳ ب.ظ

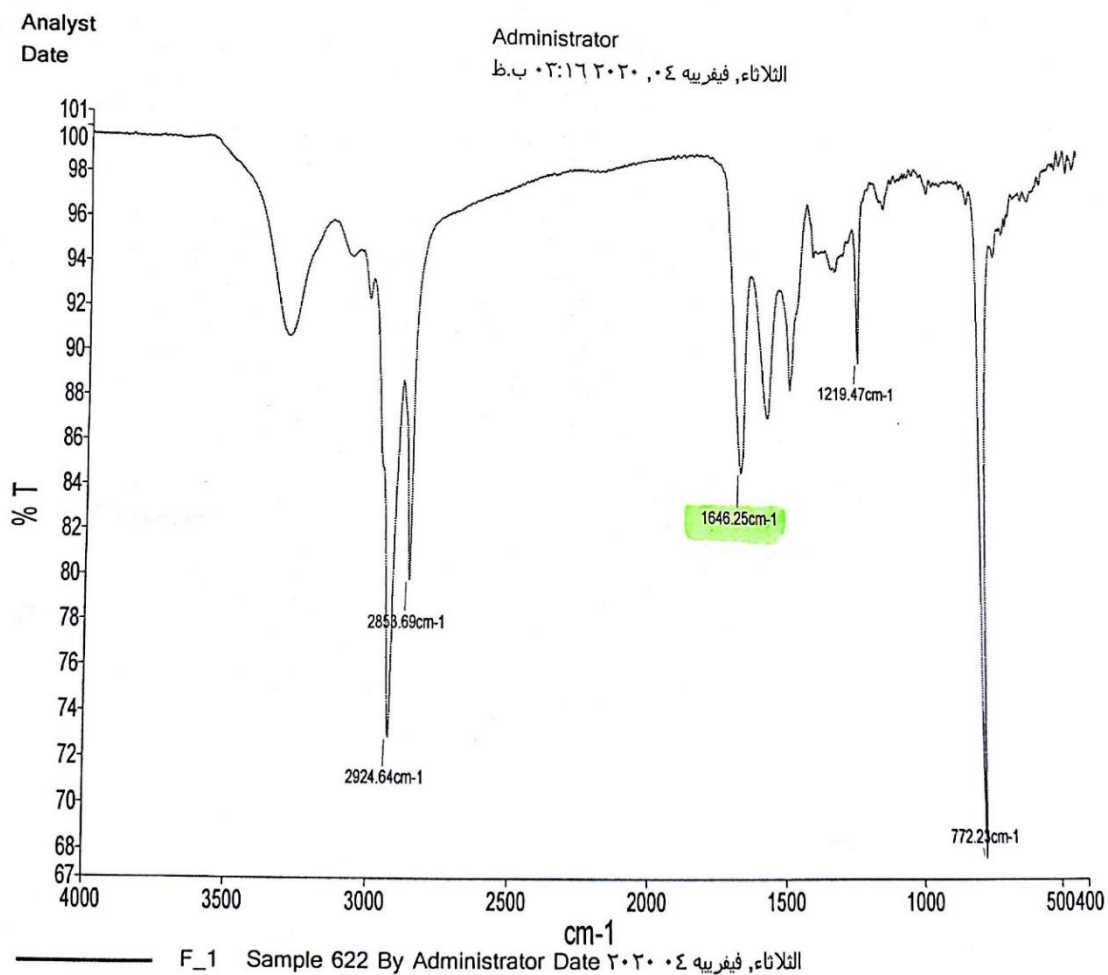


F-A_1 Sample 620 By Administrator Date ۲۰۲۰ ۰۴ فیریه الثلاثاء

شکل ۱۶-۲- طیف IR نمونه سنتز شده اولئیک ایمیدازولین-اکریلات



شکل ۲-۱۷- طیف IR نمونه سنتز شده کاپریلیک ایمیدازولین



شکل ۲-۱۸- طیف IR نمونه سنتز شده اولئیک ایمیدازولین با نسبت ۱ مول اولئیک اسید و ۲ مول دی اتیلن تری آمین در

دمای ۲۴۰ °C



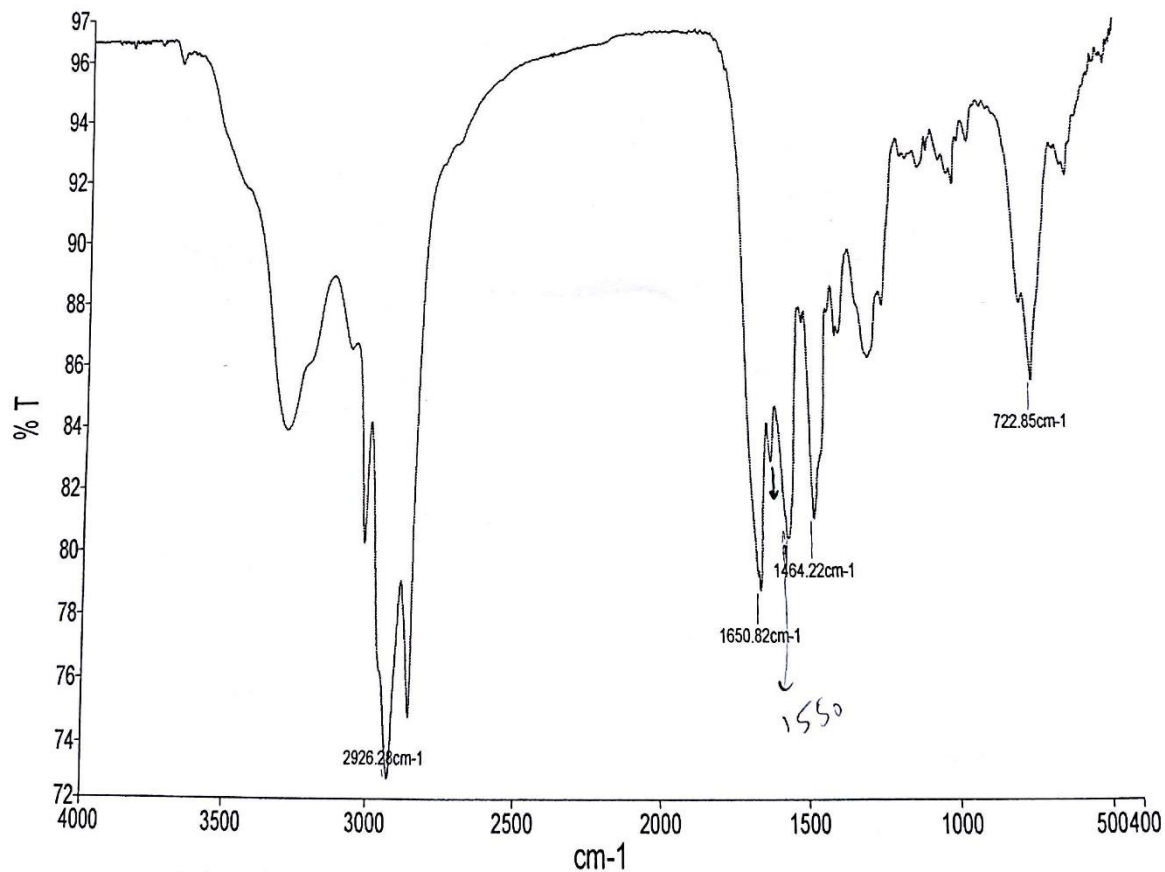
پژوهشگاه توسعه صنایع شیمیایی



جمهوری اسلامی ایران

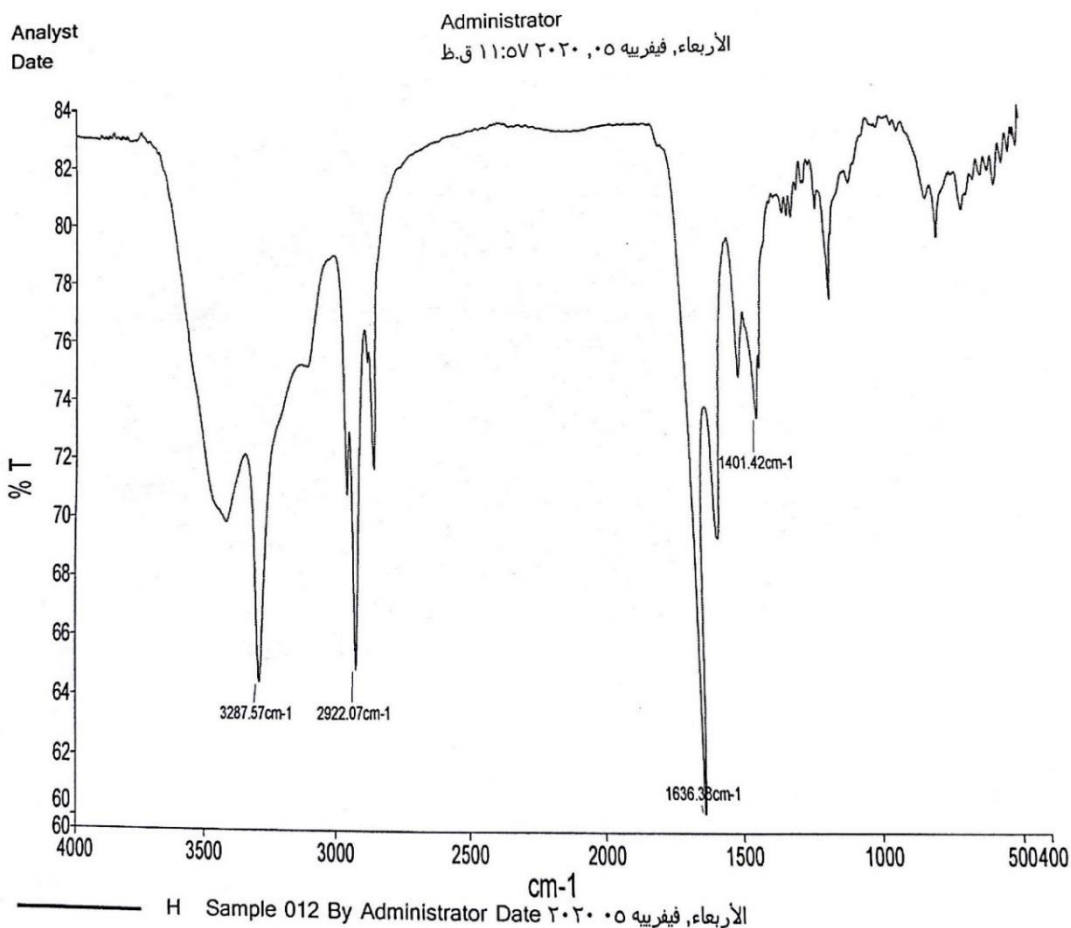
Analyst
Date

Administrator
السبت، جانفیه ۰۴، ۲۰۲۰ ۱:۵۲ پ.ظ



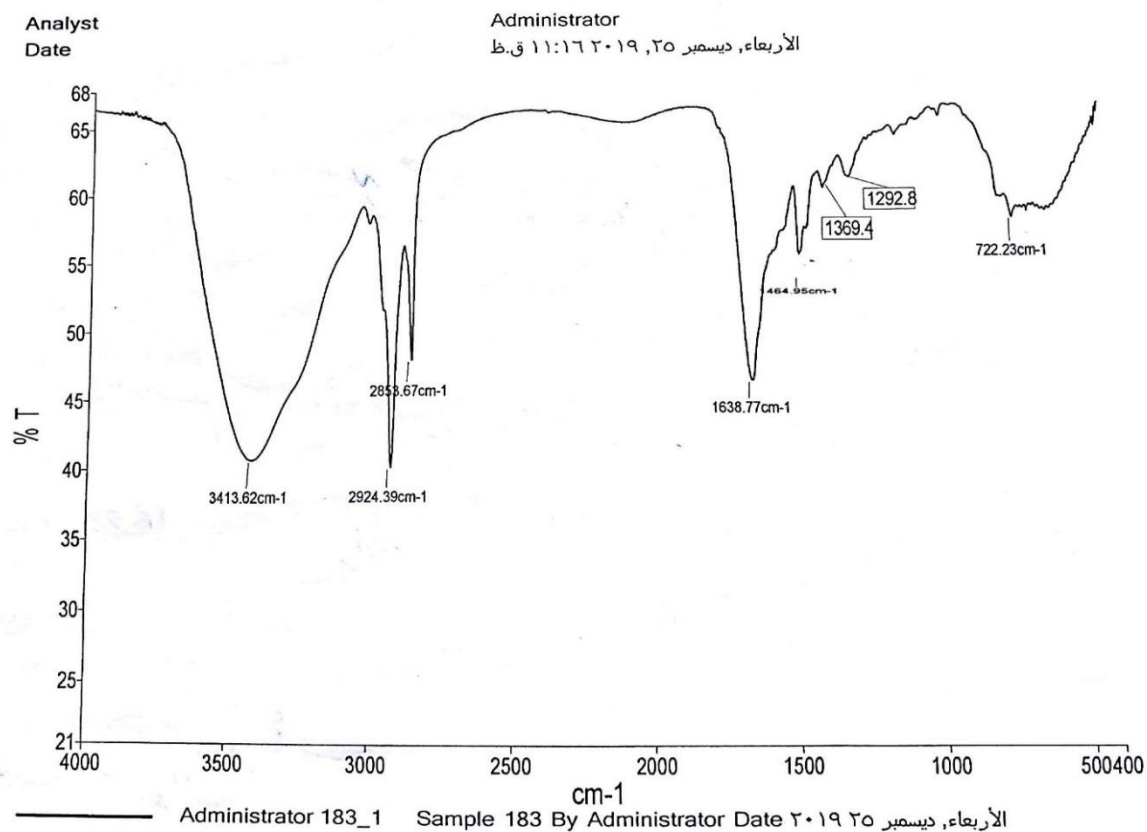
Imidazolin Sample 258 By Administrator Date ۲۰۲۰ ۰۴، جانفیه

شکل ۲-۱۹- طیف IR ایمیدازولین صنعتی



شکل ٢-٢٠- طیف IR نمونه سنتز شده بیس ایمیدازولین با نسبت ٢ مول از اولئیک اسید و ١ مول از دی اتیلن

تری آمین



شکل ۲-۲۱- طیف IR نمونه سنتز شده اولئیک ایمیدازولین با نسبت ۱ مول اولئیک اسید و ۱/۵ مول دی اتیلن تری آمین در دمای 160°C به مدت ۲۴ ساعت

۲-۴- تهیه فرمولاسیون بازدارنده اولئیک ایمیدازولین به عنوان بازدارنده خوردگی محلول در آب

در فرمولاسیون بازدارنده اولئیک ایمیدازولین درصدهای متفاوتی از اولئیک ایمیدازولین سنتز شده، بنزالکونیوم کلراید، پلی اتیلن گلیکول ۴۰۰، متانول، ایزوپروپانول، آب و اسید استیک استفاده شد. در جدول ۲ فرمولاسیون‌های مختلف با ترکیب درصد متفاوت از مواد آورده شده است.

جدول ۲-۵- فرمولاسیون‌های مختلف بازدارنده محلول در آب

شماره نمونه	OI-OI(AC) %	بنز آلکونیوم کلراید %	پارا تولوئن سولفونیک اسید %	ایزوپرو پانول %	متانول %	استیک اسید /- اسید کلریدریک %	پلی اتیلن گلیکول ۴۰۰ %	آب %	تست حلالیت در آب
۱	OI(AC)۲۰	۱۰	۲	۱۰	۱۰	-	۱۰	۳۸	محلول
۲	OI(AC)۲۰	۵	۲	۱۵	۱۵	HCL۵	۵	۳۳	محلول
۳	OI۲۰	۵	۲	۱۵	۱۵	HCL۵	۵	۳۳	محلول
۴	OI۲۰	۱۰	۲	۱۰	۱۰	HCL۵	۵	۳۸	محلول
۵	OI(AC)۲۰	۱۰	۲	۱۰	۱۰	-	SLS ۱۰	۳۸	نامحلول
۶	OI(AC)۲۰	۳	۲	۱۵	۱۵	HCL۵	۵	۳۵	محلول
۷	OI(AC)۲۰	-	۵	۵	۵	۲۰ HCL	۱۵	۳۰	محلول
۸	OI۱۵	-	۵	۱۰	۱۰	۱۵ HCL	۱۰	۳۵	محلول
۹	OI۲۰	-	۵	۵	۵	۲۰ HCL	۱۵	۳۰	محلول
۱۰	۲۰ کاپریلیک ایمیدازولین (جداسازی نشده)	۵	۲	۱۵	۱۵	HCL۵	۵	۳۳	محلول
۱۱	۲۰ کاپریلیک ایمیدازولین (جداسازی شده)	۵	۲	۱۵	۱۵	HCL۵	۵	۳۳	نامحلول
۱۲	OI۲۰ (تری اتیلن	۵	۲	۱۵	۱۵	HCL۵	۵	۳۳	محلول

								تترا آمین)	
محلول	۲۸	۵	HCL۵	۱۵	۱۵	۲	۵	OI(AC)۳۰	۱۳
محلول	۲۳	۵	HCL۵	۱۰	۱۰	۲	۵	OI(AC)۴۰	۱۴
محلول	۲۳	۵	HCL۵	۱۰	۱۰	۲	۵	OI(AC)۴۰	۱۵
محلول	۳۵	۱۰	۱۰ HCL	۱۰	۱۰	۵	۵	OI۱۵	۱۶
محلول	۳۳	۵	۵استیک اسید	۱۵	۱۵	۲	۵	OI۲۰	۱۷
محلول	۳۳	۹	۱۰استیک اسید	۱۵	۱۵	۲	۵	OI(AC)۲۰	۱۸
محلول	۳۸	۵	۱۵استیک اسید	۱۵	-	۲	۵	OI(AC)۲۰	۱۹
محلول	۳۳	۵	۵استیک اسید	۱۵	۱۵	۲	۵	OI(AC)۲۰	۲۰
محلول	۳۳	۵	۵استیک اسید	۱۵	۱۵	۲	۵	OI۲۰	۲۱
محلول	۳۵	۵	۵استیک اسید	۱۰	۱۰	-	۵	OI(AC)۳۰	۲۲
محلول	۳۲	۸	۱۰استیک اسید	۱۰	۱۰	-	-	OI(AC)۴۰	۲۳
محلول	۳۰	۵	۱۵استیک اسید	۵	۵	-	-	OI(AC)۴۰	۲۴
محلول	۳۳	۵	۱۵استیک اسید	۵	۵	۲	۵	OI(AC)۳۰	۲۵
محلول	۳۳	۵	۱۰استیک اسید	۷/۵	۷/۵	۲	۵	OI(AC)۳۰	۲۶
محلول	۳۳	۵	۵استیک اسید	۷/۵	۷/۵	۲	۱۰	OI(AC)۳۰	۲۷
محلول	۱۵	۵	۱۰استیک اسید	۷/۵	۷/۵	-	۵	OI(AC)۵۰	۲۸
نامحلول	۱۰	۵	۱۰استیک اسید	۵	۵	-	۵	OI(AC)۶۰	۲۹
محلول	-	-	-	-	-	-	-	WS-۸۶-۱	۳۰

۳۱	CI-۹۸-۱۶۳	-	-	-	-	-	-	-	محلول
۳۲	بنزالکونیوم کلراید	-	-	-	-	-	-	-	محلول
۳۳	آب شهر	-	-	-	-	-	-	-	-

۲-۵- تهیه محلول ppm ۵۰ و ppm ۲۰ بازدارنده خوردگی ایمیدازولین در آب شور

برای تهیه محلول ppm ۵۰، ۰/۰۵ گرم از فرمولاسیون‌های مختلف بازدارنده خوردگی و برای تهیه محلول ppm ۲۰،

۰/۰۲ گرم در یک کیلوگرم آب شهر حل شد، سپس ۴/۴۷ گرم نمک کلسیم کلراید و ۱۰۶/۵۷ گرم نمک سدیم کلراید به آن

اضافه شد [۲۹].

جدول ۲-۶- عامل‌های بدست آمده از تست پلاریزاسیون خطی برای فولاد کربنی در آب شور

نمونه	نرخ خوردگی (mpy) دانشگاه آزاد	نرخ خوردگی (mpy) آزمایشگاه رازی	نرخ خوردگی (mpy) آزمایشگاه کرج
۱	۲/۰۴ ۸۰ ۰/۴۹ ۱۹/۲۹	۵/۵۵	۳/۵۵
۲	۱/۱ ۴۳	۸/۲۲	۵/۳۸
۳	۰/۲۷۶ ۱۰/۸	-	۴/۸۲
۴	۰/۵۲۲ ۲۱/۷	-	۹/۴۸
۶	۰/۲۳۳ ۱۲/۷	-	۴/۶۱
۷	۸/۷ * ۶-۱۰ ۰/۰۰۳۰ ۰/۰۸۸ ۳/۴	۱۳	۵/۵۶
۸	۰/۲۳۰ ۹/۰۵	-	۸/۲۵
۹	۲/۰۰۷۱ ۷۹	-	۱۰/۵
۱۰	۰/۱۸۸ ۰/۷۴۰	-	۳/۳۶

۹/۴۸	-		۱۱
-	-	۰/۳۵۰ ۱۳/۷۷	۱۲
-	-	۱/۳۷ ۵۳/۹۳	۱۳
-	-	۰/۲۱۴ ۸/۴۲	۱۵
-	۴/۹۳	-	۲۶
-	۵/۷۷	-	۲۷
۵/۱	۶/۲۷	-	۳۰
۵/۹۶		-	۳۱
۶/۴۴			۳۲

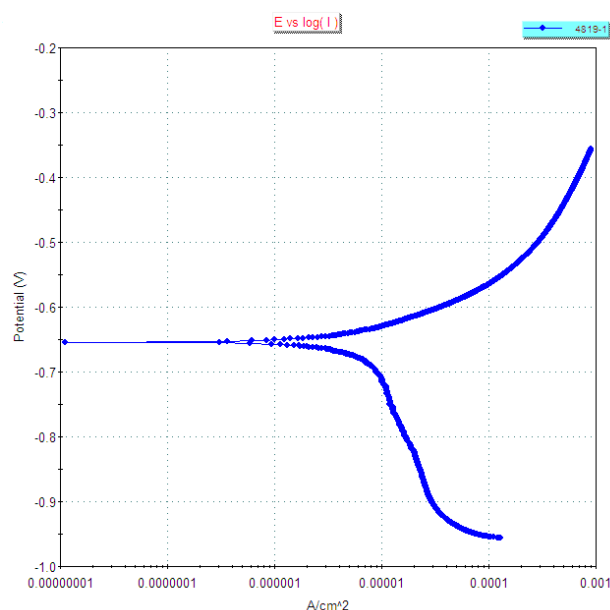
جدول ۷-۲- مقایسه میزان اسیدیته نمونه بازدارنده خوردگی سنتز شده با نمونه های صنعتی

pH	نمونه بازدارنده خوردگی
۴/۴۸	تهران
۵/۷	آزادگان
۳/۹۹	۱۶۳-۹۸
۴/۹	WS-۸۶
۴/۷	بازدارنده خوردگی تهیه شده با اسید کلریدریک
۵/۶	بازدارنده خوردگی تهیه شده با اسید استیک

۲-۶- تست نمونه های سنتز شده

یکی از روش های مرسوم برای بررسی اثر بازدارندگی خوردگی و کارایی آنها تست پلاریزاسیون خطی می باشد. با توجه به استانداردهای موجود و پیشنهاد شده نمونه های ppm ۲۰ آماده و برای تست به آزمایشگاه رازی ارسال گردید. نمونه

ردیف ۱۰ جدول ۷ به همراه نمونه شاهد WS-۸۶ که از واحد نمک زدایی شرکت مارون گرفته شد جهت تست ارسال گردید.
نتایج این نمونه ها به صورت زیر می باشد.



ASTM G1-03 (Re.17) & ASTM G3-14 استاندارد مرجع آزمون:

شرایط آزمون

- Reference Electrode: Ag/AgCl (KCl-sat.)
- Working Electrode: Plain carbon steel (API 5L-X60)
- Testing Area: 1 cm²
- Counter Electrode: Graphite
- Scan Rate: 1 mVs⁻¹
- Solution: Sent by the customer
- Temperature: 27±2°C

نتیجه آزمون

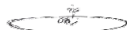
- نتیجه آزمون به شرح جدول زیر می باشد:

پتانسیل خوردگی E_{corr} (mV)	پتانسیل کاتدی β_c (mV/dec)	پتانسیل آنودی β_a (mV/dec)	دانشیه جریان خوردگی i_{corr} ($\mu A/cm^2$)	نرخ خوردگی mpy (mm/year)
-651.411	214.101	65.621	5.481	2.51 (6.36E-2)

توضیحات

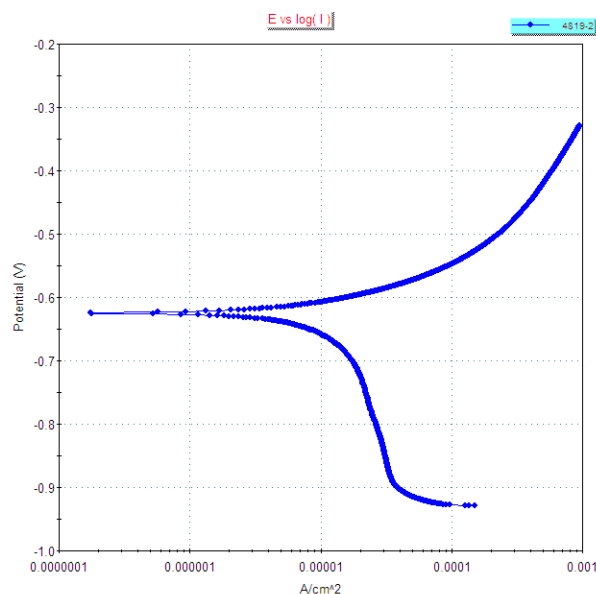
- قبل از انجام آزمون نمونه به مدت 30 دقیقه در محلول آزمون غوطه ور شد.
- منحنی پلاریزاسیون و اطلاعات رسم آن ضمیمه می باشد.

Sh. Rajabi



صرفاً جهت اطلاع

شکل ۲-۲۲- نتایج تست پلاریزاسیون نمونه WS-۸۶



استاندارد مرجع آزمون: ASTM G1-03 (Re.17) & ASTM G3-14

شرایط آزمون

- Reference Electrode: Ag/AgCl (KCl-sat.)
- Working Electrode: Plain carbon steel (API 5L-X60)
- Testing Area: 1 cm²
- Counter Electrode: Graphite
- Scan Rate: 1 mVs⁻¹
- Solution: Sent by the customer
- Temperature: 27±2°C

نتیجه آزمون

- نتیجه آزمون به شرح جدول زیر می باشد:

تراش خوردگی mpa (mm/year)	دانشگاه چرخ خوردگی (mm/year)	پتانسیل خوردگی mV	پتانسیل خوردگی B _p (mV/dec)	پتانسیل خوردگی B _a (mV/dec)
3.50 (8.89E-2)	7.659	-629.375	177.226	70.455

Sh. Rojati



صرفاً جهت اطلاع

توضیحات

- کلی از انجام آزمون نمونه به مدت 30 دقیقه در محلول آزمون نمونه و شد.
- منحنی پلاریزاسیون و اطلاعات رسم آن ششیمه می باشد.

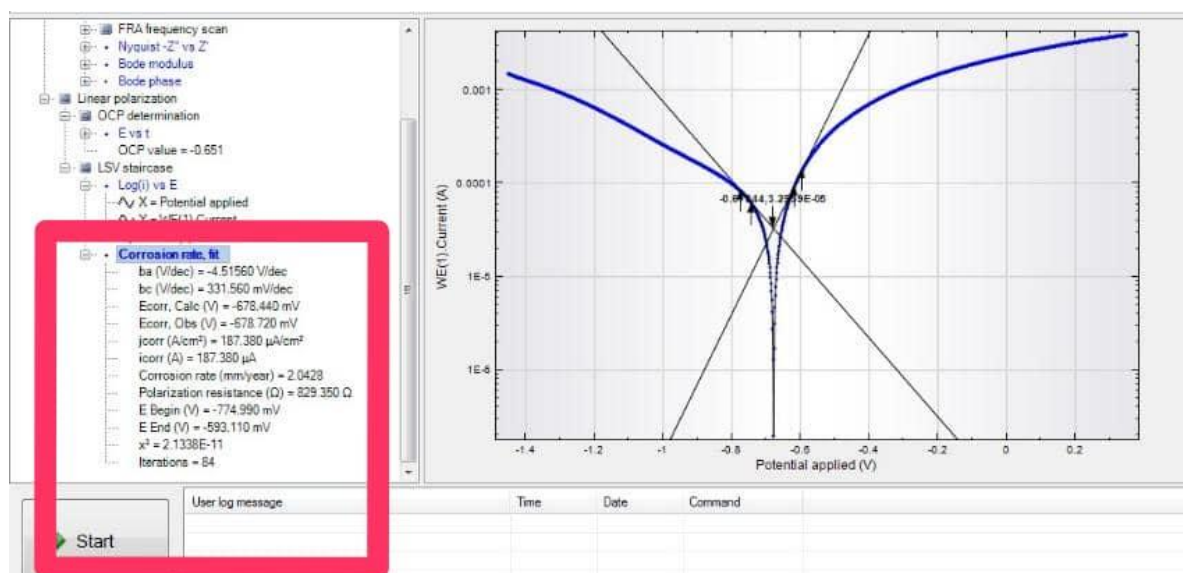
شکل ۲-۲۳- نتایج تست پلاریزاسیون نمونه

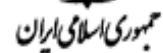
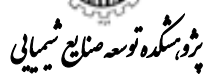
نتیجه اثر بازدارندگی نمونه ارسالی در مقایسه با نمونه شاهد مقداری ضعیف تر است و خوردگی بیشتری اتفاق افتاد. با این نتیجه تصمیم گرفته شد جهت تست های بیشتر و کاهش هزینه های تست با توجه به استانداردهای موجود کوپن های تست آماده و با استفاده از دستگاه موجود در دانشگاه آزاد واحد اهواز تست نمونه ها صورت گیرد. نمونه ای از فلز مورد استفاده در لوله های انتقال نفت از شرکت فولاد اکسین درخواست و تهیه گردید. نمونه مورد نظر بوسیله دستگاه برش مخصوص و تراشکاری ماهر در ابعاد استاندارد برش و آماده سازی گردید. نمونه های سنتز شده در جدول شماره ۷ برای انجام تست ضد خوردگی محلول ۲۰ ppm آن ها تهیه گردید و اثر بازدارندگی خوردگی آنها مورد بررسی قرار گرفت. با توجه به بررسی نتایج و میزان خوردگی مشخص شد که اثر بازدارنده

خوردگی فرمولاسیون‌های حاوی ماده موثر اولئیک ایمیدازولین اکریلات بیشتر از فرمولاسیون‌های حاوی ماده موثر اولئیک ایمیدازولین می باشد. همچنین فرمولاسیون‌های حاوی بنزالکونیوم کلراید به عنوان نمک آمین نوع چهارم نیز تاثیر بهتری را نشان می دهند.

نتایج این بررسی ها به صورت زیر می باشد:

نمونه ۱:





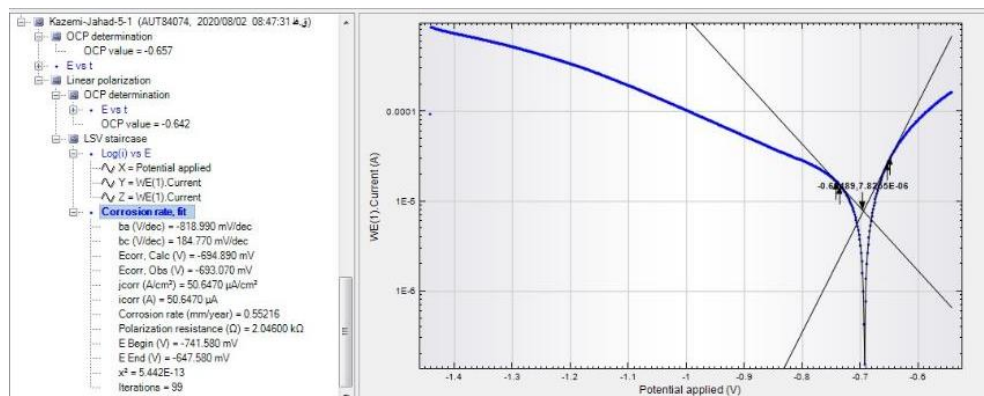
The screenshot displays the ZSimpWin software interface. On the left, the 'Project Tree' shows the hierarchy of the experiment, with 'Corrosion rate, fit' selected. The 'Results' pane on the right shows the following data:

- ba (V/dec) = -1.79350 V/dec
- bc (V/dec) = 300.100 mV/dec
- Ecorr, Calc (V) = -700.410 mV
- Ecorr, Obs (V) = -701.350 mV
- jcorr (A/cm²) = 101.170 µA/cm²
- icorr (A) = 101.170 µA
- Corrosion rate (mm/year) = 1.103
- Polarization resistance (Ω) = 1.54710 kΩ
- E Begin (V) = -776.980 mV
- E End (V) = -625.610 mV
- x² = 1.7014E-12
- Iterations = 108

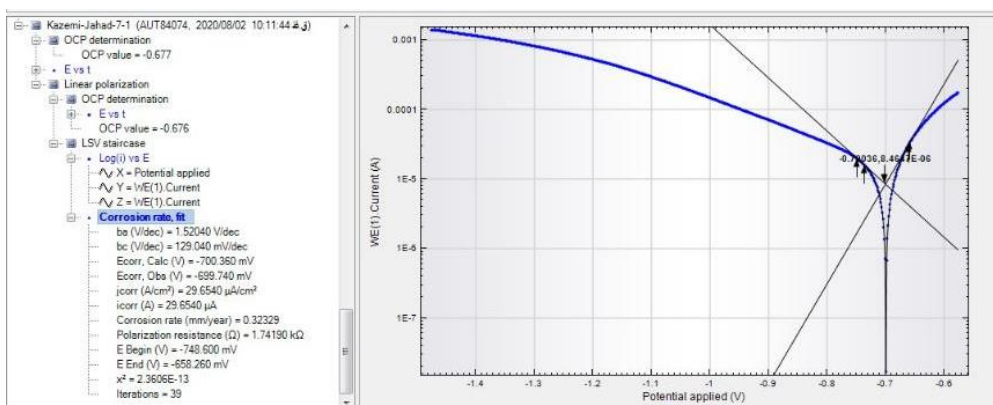
The main plot area shows a Nyquist plot with the y-axis labeled 'WE(1).Current (A)' on a logarithmic scale from 1E-7 to 0.001, and the x-axis labeled 'Potential applied (V)' from -1.4 to 0.2. The plot features a blue curve representing the experimental data and a black line representing the fit. A data point is highlighted at approximately (-0.70, 1.5E-05).

At the bottom, there is a 'Start' button and a table for logging messages, time, date, and commands.

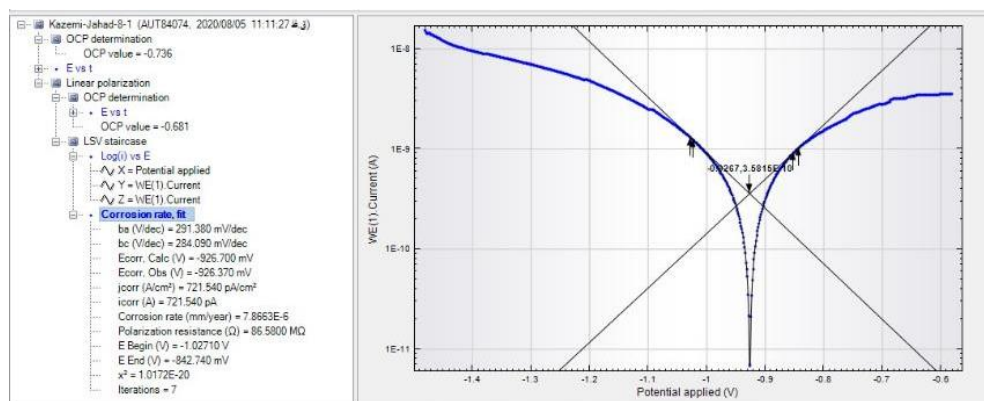
نمونه ۵:



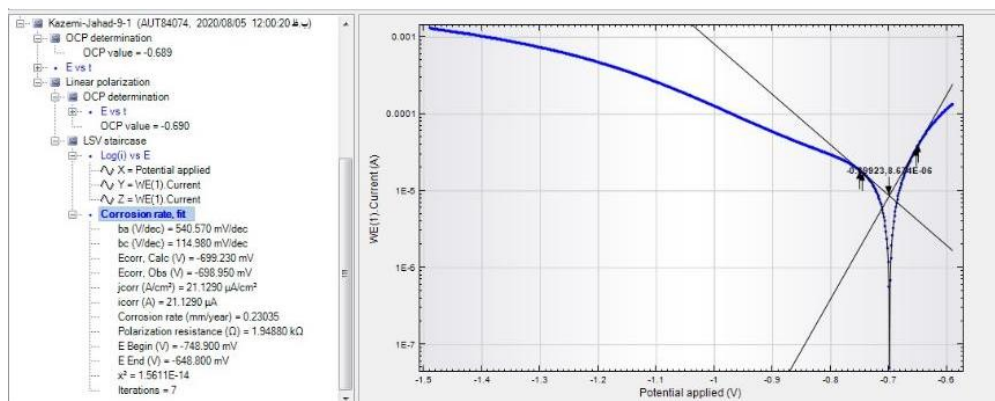
نمونه ۷:



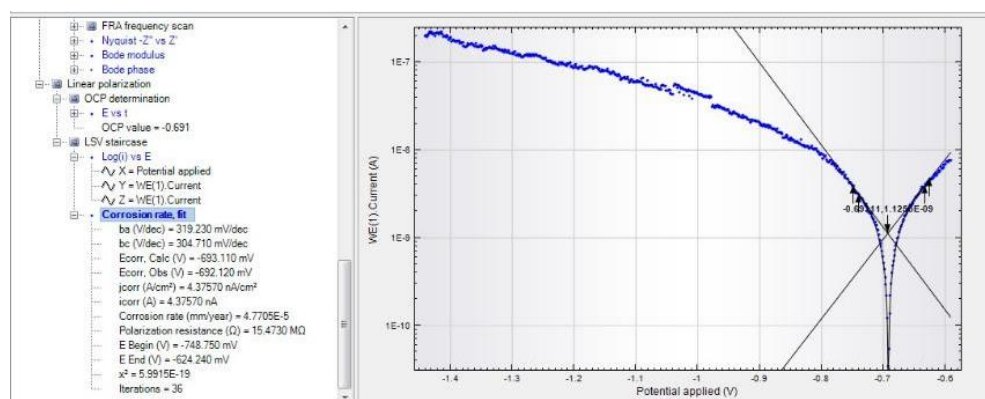
نمونه ۸:



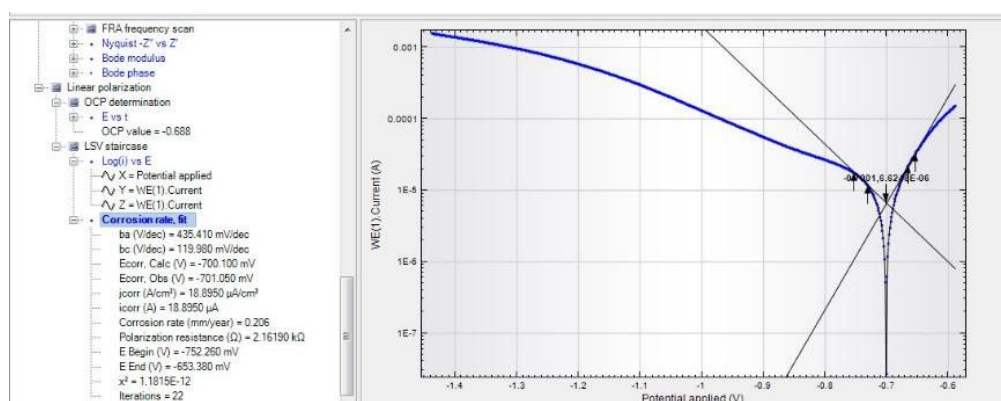
نمونه ۹:



نمونه ۱۷:



نمونه ۱۸:



نمونه ۱۹:



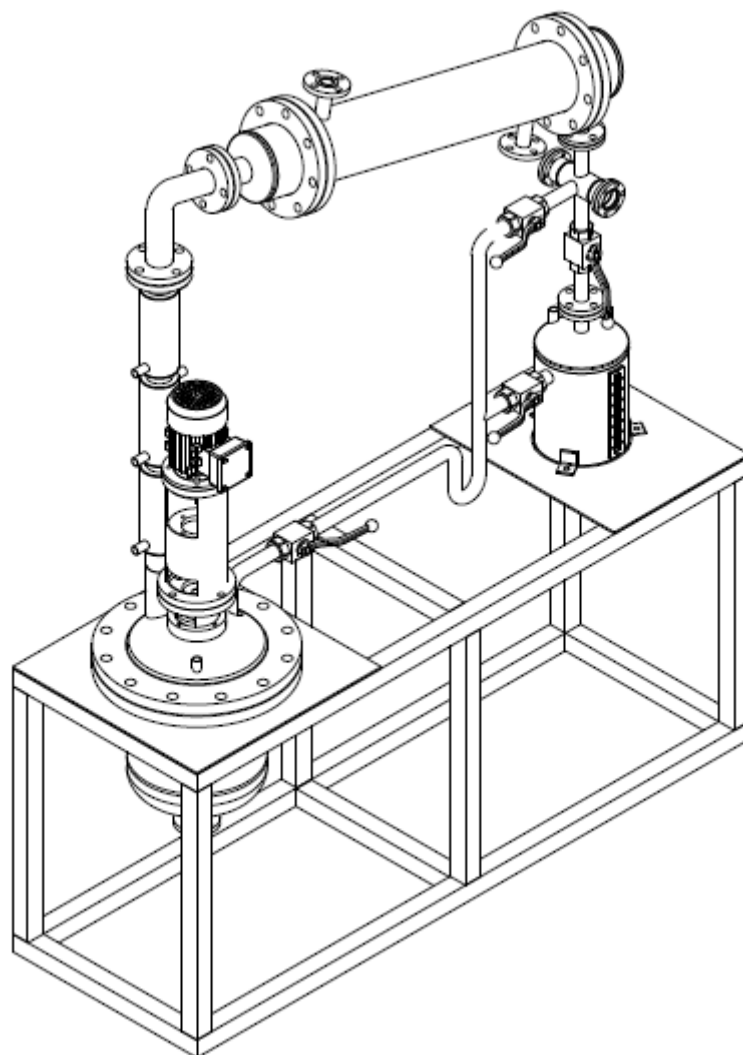

 جمهوری اسلامی ایران
 شرکت ملی مناطق نفتخیز جنوب
 مدیریت امور فنی
 مدیریت عملیات شیمیایی و آزمایشگاههای کنترل کیفیت

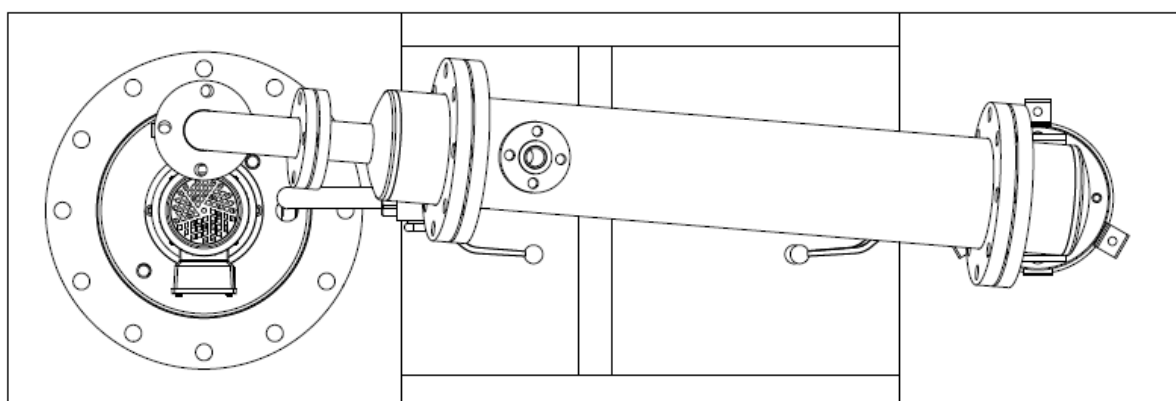
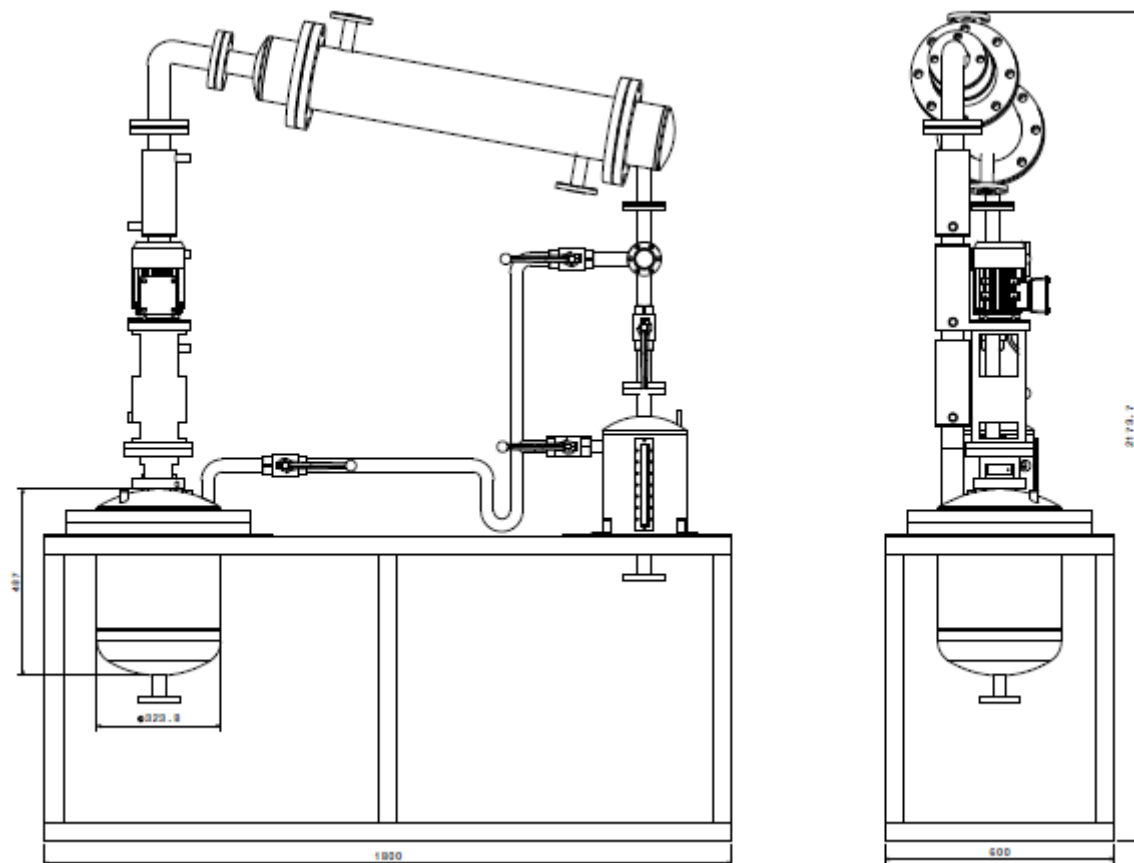
Sample Code: CI-116		Sample Receipt Date: 1399/09/22		Report Date: 1399/10/06	
Test Conditions					
Pressure: Atmospheric		Temperature: 60 °C		Test Duration: 24 hr	
Concentration of H ₂ S: 500 ppm Concentration of Corrosion Inhibitor: 50 ppm					
Run	Trade Mark	Protective g(%)	Solubility	Comment	
1	Jalad	94	Water		
Remarks:					
Analyzed By		Reported By		Approved By	
Chamranoo Zahedi-Veyzi		Chamranpoor		Hassanzadeh	

شکل ۲۰- نتایج میزان حفاظت نمونه بازدارنده خوردگی

۷-۲- طراحی فرایند تولید در مقیاس بنچ

با توجه به شرایط بدست آمده برای سنتز مواد موثره فرمولاسیون محلول مورد نظر، اقدام به طراحی راکتور مناسب گردید. سنتز مواد موثره در چند مرحله انجام می شود که در برخی از آنها نیاز به اعمال فشار و دما می باشد. به همین علت راکتور مورد نظر باید توانایی ایجاد فشار و دمای بالا را داشته باشد و همچنین به دلیل اینکه در یکی از مراحل انجام واکنش محصول جانبی آب است، برای افزایش بازده واکنش باید در حین انجام واکنش آب خارج گردد. در انتهای سیستم یک جمع کننده حلال قرار گرفته که در انتهای آن یک شیر برای جداسازی آب و همچنین یک مسیر برگشت برای برگرداندن حلال ها و مواد اضافی به درون سیستم اصلی واکنش قرار دارد. در برخی از لحظات انجام واکنش نیز استفاده از گاز نیتروژن برای ایجاد اتمسفر خنثی و جلوگیری از اکسیداسیون مواد واکنش ضروری است، که در سیستم مورد نظر پرژر نیتروژن تعبیه شده است.





شکل ۲-۲۴- نقشه های راکتور مد نظر برای سنتز مواد موثره مورد نظر

جدول ۲-۸- مشخصات فنی راکتور مورد نظر

ردیف	عنوان	توضیحات
۱	حجم	۲۰ لیتری
۲	فشار کاری	۵ بار
۳	فشار طراحی	۸ بار
۴	دمای کاربری	۲۷۰ درجه سانتی گراد
۵	نوع پره میکسر	پره Anchor
۶	دور همزن	۲۰۰ الی ۴۰۰ دور بر دقیقه
۷	نوع گرمایش	المنت حرارتی
۸	نوع سازه مورد نیاز	سه پایه نگه دارنده
۹	نوع تابلو برق	دیجیتالی، اینورتر دار با رمپ دمایی
۱۰	جنس بدنه	استنلس استیل ۳۱۶
۱۱	سایت گلس	۲ عدد
۱۲	ورودی و خروجی	جهت استفاده برای کوئل سرمایشی
۱۳	لوله بالا برنده	۲" دارد
۱۴	کندانسور	دارد
۱۵	رسیور	دارد
۱۶	خروجی از کف	۱" دارد

منابع

- [۱] ISO ۸۰۴۴:۲۰۱۵.
- [۲] S. Ghareba, S. Omanovic, Corros. Sci. ۵۲ (۲۰۱۰) ۲۱۰۴-۲۱۱۳.
- [۳] E. Barmatov, J. Geddes, T. Hughes, M. Nagl, NACE, ۲۰۱۲, pp. C۲۰۱۲-۰۰۰۱۵۷۳.
- [۴] P.C. Okafor, X. Liu, Y.G. Zheng, Corros. Sci. ۵۱ (۲۰۰۹) ۷۶۱-۷۶۸.
- [۵] G. Zhang, C. Chen, M. Lu, C. Chai, Y. Wu, Mater. Chem. Phys. ۱۰۵ (۲۰۰۷) ۳۳۱-۳۴۰.
- [۶] M.A. Quraishi, R. Sardar, Corrosion ۵۸ (۲۰۰۲) ۱۰۳-۱۰۷.
- Corrosion Science ۸۶ (۲۰۱۴) ۱۷-۴۱. Jackson. Finšgar, J.[۷] M
- [۸] Z. S. Smialowska, G. Wieczorek, Corros. Sci., ۱۱, ۸۴۳ (۱۹۷۱).
- [۹] S. Trasatti, J. Electroanal. Chem., ۵۳, ۳۳۵ (۱۹۷۴).
- [۱۰] J. O. M. Bockris and D. A. J. Swinkels, J. Electrochem. Soc., Ill, ۷۳۶ (۱۹۶۴).
- [۱۱] I. Langmuir, J. Am. Chem. Soc., ۳۹, ۱۸۴۸ (۱۹۱۷).
- [۱۲] R. G. Pearson, J. Am. Chem. Soc., ۸۵, ۳۵۳۳ (۱۹۶۳); Science, ۱۵۱, ۱۷۲ (۱۹۶۶).
- [۱۳] LL. Rosenfeld, V. P. Persiantseva, and P. B. Terentief, Corrosion, ۲۰, ۲۲۲t (۱۹۶۴).
- [۱۴] D.A. Williams, et al, US Patent ۵۲۰۰۰۹۶,
- [۱۵] S. Ali, et al, US Patent ۲۰۱۰/۰۰۵۶۴۰۵ A۱.
- [۱۶] D.G. Hill, H. Romijn, Corrosion (۲۰۰۰). Paper No. ۰۰۳۴۲.
- [۱۷] H. A. Nasr-El-Din, A. M. Al-Othman, K. C. Taylor, A.H. Al-Ghamdi, J. Petrol. Sci. Eng. ۴۳ (۲۰۰۴) ۵۷-۷۳.
- [۱۸] M. A. Malik, M. A. Hashim, F. Nabi, S. A. AL-Thabaiti, Int. J. Electrochem. Sci. ۶ (۲۰۱۱) ۱۹۲۷-۱۹۴۸.
- [۱۹] M. D. Coffey, et al, US Patent ۴۴۹۳۷۷۵.
- [۲۰] N. Fourth North Sea Minister's Conference', Esbjerg, June ۸-۹, ۱۹۹۵.
- [۲۱] D.A. Williams, et al, US Patent ۵۱۳۰۰۳۴.
- [۲۲] T. Cox, et al, US Patent ۲۰۰۳۰۰۵۱۳۹۵.

- [۲۳] D.G. Hill, A. Jones, Corrosion (۲۰۰۳). Paper No. ۰۳۱۲۱.
- [۲۴] R.J. Jasinski, et al, US Patent ۵۱۲۰۴۷۱
- [۲۵] M.M. Brezinski, SPE ۵۲۷۰۷. Presented at the SPE/EPA Exploration and Production Environmental Conference, Austin, TX, February ۲۸-March ۳, ۱۹۹۹.
- [۲۶] M.A. Deyab, Corros. Sci. ۴۹ (۲۰۰۷) ۲۳۱۵-۲۳۲۸.
- [۲۷] S. Ali, et al, US patent ۲۰۱۰۰۰۵۶۴۰۵.
- [۲۸] NACE ۱D۱۸۲
- [۲۹] NACE ۱D۱۹۶
- [۳۰] ASTM D۹۷
- [۳۱] ASTM G۱۷۰
- [۳۲] ASTM E۱۸۶۸
- [۳۳] NACE-RP۰۲۷۳
- [۳۴] ASTM D۴۴۵
- [۳۵] Sung Baek, Kerry Moore, Chao Yang, Philip Philipose, Randi Schilter, Philip Watson, Stephen W. Almond, Frank Kero, Victor Vandell, Elena Gairloch MeadWestvaco; Biotage, ۱۱۰ (۲۰۱۴).
- [۳۶] Vaqif Maherram Abbasov, Tarana Aslan Mammadova, Khayam Rahim Veliyev, Khayala Hamlet Kasamanli, Synthesis Theory and Applications, ۴ (۲۰۱۵) ۳۳-۳۹.
- [۳۷] Divya Bajpai, v.k.Tyagi, Journal of oleo science, ۵۵ (۲۰۰۶) ۳۱۹-۳۲۶.
- [۳۸] Jasbir S, Gill, Peter E. Reed, Santanu Banerjee, Harbindu, Shahjahanpur, US ۹,۵۳۴,۳۰۰ B2 (۲۰۱۷).
- [۳۹] A. Edwards, C. Osborne, S. Webster, D. Klenerman, M. Joseph, P. Ostovar, M. Doyle, Corrosion Science, ۳۶, (۱۹۹۴) ۳۱۵-۳۲۵.
- [۴۰] S. Papavinasam, Corrosion Inhibitors, John Wiley & Sons, Inc. Ottawa, Canada, ۲۰۰۰.