

НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК АЗЕРБАЙДЖАНА  
ИНСТИТУТ НЕФТЕХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ  
ИМ. АКАДЕМИКА Ю.Г. МАМЕДАЛИЕВА

---

*На правах рукописи*

**СУЛЕЙМАНОВА СЕВИНДЖ САЛИМ КЫЗЫ**

Синтез диэтилоламидофосфатных комплексов на основе растительных масел и исследование их в качестве ингибиторов коррозии

Специальность: 2314.01-Нефтехимия

**АВТОРЕФЕРАТ**

на соискание ученой степени  
доктора философии по химическим наукам

Баку - 2018

**Работа выполнена в Институте нефтехимических процессов им.  
академика Ю.Г. Мамедалиева НАН Азербайджана**

**Научный руководитель:**

**д.т.н.**

Ельмар Шахмар оглы Абдуллаев

**Официальные оппоненты:**

**д.х.н, проф.**

Гасым Зульфали оглы Гусейнов

**д.х.н.**

Гусейн Намаз оглы Гурбанов

**Ведущая организация:**

НАНА Институт Химии Присадок  
им.академика А.М.Кулиева  
лаборатория “Ингибиторы коррозии”

Защита диссертации состоится «31» май 2018 год в 10<sup>00</sup> час на заседании Диссертационного Совета Д.01.031 при Институте нефтехимических процессов им.академика Ю.Г.Мамедалиева по адресу: 1025, Баку, пр. Ходжалы, 30

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Института нефтехимических процессов им.академика Ю.Г. Мамедалиева НАН Азербайджана

**Автореферат разослан «27» апрель 2018 г**

**Ученый секретар  
Диссертационного Совета,  
д.х.н., профессор**

Ибрагимова М.Д

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность работы:** В настоящее время одной из важнейших задач при разработке нефтегазовых месторождений и транспортировке углеводородного сырья является долговечность и надежность работы промышленного оборудования и трубопроводных систем.

Коррозия трубопроводов и оборудования в скважинах может нанести серьезный ущерб окружающей среде, что приводит к загрязнению, засолению почв и природных водоемов агрессивной пластовой водой, нефтью и нефтепродуктами. Решением проблемы является применение высокоэффективных ингибиторов коррозии для антикоррозионной защиты трубопроводов в нефтегазодобывающей промышленности. Применяя ингибиторы с различными противокоррозионными свойствами, можно добиться снижения скорости коррозии.

Данная диссертационная работа относится к научно-исследовательским работам по получению и исследованию ингибиторов коррозии на основе подсолнечного, соевого, кукурузного, рапсового, льняного и оливкового масла.

**Цель работы.** Целью данной работы является целенаправленный синтез этаноламинных и этиламинных солей на основе диэтилоламидофосфата на основе подсолнечного, соевого, кукурузного, рапсового, льняного и оливкового масла и испытание их в различных средах в качестве ингибиторов.

Изучены электропроводность, поверхностное натяжение и бактерицидные свойства комплексных солей. Диэтилоламидофосфаты и их комплексные соли исследованы как ингибиторы коррозии для двухфазных сред керосин-вода, насыщенных  $H_2S$ , для сред, содержащих  $CO_2$ , и как консервационные жидкости по жидкостному и смазочному методу в гидрокамере «Г-4», в морской воде и в 0.001%-ном растворе  $H_2SO_4$ .

Цель работы включает в себя также изучение их защитного действия по отношению к поверхности металла. Также изучена зависимость защитной эффективности синтезированных соединений от их химической структуры и от содержания полярных групп (амидной, гидроксильной, фосфорильной) в составе комплексных солей диэтилоламидофосфата на основе подсолнечного, соевого, кукурузного, рапсового, льняного и оливкового масла.

### **Научная новизна работы.**

– Синтезированы диэтилоламидофосфаты на основе различных растительных масел (подсолнечного, соевого, кукурузного, рапсового, льняного и оливкового). Изучены их физико-химические свойства, поверхностное натяжение, электропроводность. Они впервые исследованы в качестве ингибиторов коррозии в различных средах.

– Впервые исследован защитный эффект диэтилоламидофосфатов и их комплексных солей в среде, содержащей  $H_2S$ . Установлено, что при концентрации 100 мг/л высокий защитный эффект наблюдается у комплексных солей диэтилоламидофосфата на основе льняного масла (фосфат:этанолламин при мольном соотношении 1:2), которые обеспечивают высокий защитный эффект 99.8%.

– Исследован защитный эффект диэтилоламидофосфатов и их комплексных солей в среде содержащей  $CO_2$  и  $O_2$ . Самый высокий защитный эффект наблюдается у комплексных солей диэтилоламидофосфата на основе льняного масла при концентрации 50 мг/л (фосфат:этанолламин при мольном соотношении 1:2) эффект составляет 99.9%.

– Диэтилоламидофосфаты и комплексные соли испытаны как 3-10%-ные консервационные жидкости. Высокий защитный эффект наблюдается у комплексных солей диэтилоламидофосфата на основе льняного масла - в гидрокамере «Г-4» 309 дней, в морской воде - 165 дней, и в 0.001%-ном растворе  $H_2SO_4$  - 164 дня.

– Синтезированные соединения испытаны по смазочному и жидкостному методу в разных средах. Высокий защитный эффект наблюдается по смазочному методу у комплексных солей на основе льняного (3-10% растворы) масла - в гидрокамере «Г-4» 315 дней, в морской воде - 171 дней, и в 0.001%-ном растворе  $H_2SO_4$  - 168 дня при мольном соотношении фосфат:этанолламин 1:2

**Практическая значимость.** Исследования показывают, что эти соединения могут быть использованы как ингибиторы и в качестве консервационных жидкостей в нефте- и газодобывающих компаниях, а в сельском хозяйстве - для защиты оборудования и техники от атмосферной, сероводородной, углекислотной и микробиологической коррозии. Эти соединения предназначены для работы в агрессивных средах и обеспечивают защитный эффект не менее 95%, что отвечает предъявляемым требованиям.

**Апробация работы.** Основные результаты диссертационной работы представлены в нижеследующих конференциях:

VIII Республиканская научная конференция «Актуальные проблемы химии» докторантов, магистров и молодых исследователей, посвященная 91-летию со дня рождения общенационального лидера Гейдара Алиева, (Баку, 2014г), Республиканская научно-практической конференция, посвященная 100-летию академика С.Д.Мехтиева (Баку, 2014г), «III Международная научная конференция молодых исследователей», посвященная 92-летию Общенационального лидера Азербайджана Гейдара Алиева (Баку, 2015 г.), Республиканская научная конференция, посвященная 90-летию академика Тогрула Шахтагтинского (Баку, 2015г), «III Международная научная конференция молодых исследователей» (Баку, 2015г), IX Республиканская научная конференция «Актуальные проблемы химии» докторантов, магистров и молодых исследователей, посвященная 92-летию со дня рождения общенационального лидера Гейдара Алиева, (Баку, 2015г), “Актуальные вопросы естественных и математических наук в современных условиях развития страны”, Выпуск III (Санкт–Петербург, 2016г.) IX Бакинская международная Мамедалиевская конференция по нефтехимии (Баку, 2016г), Международная научно-технической конференции «Нефтехимический синтез и катализ в сложных конденсированных системах», посвященной 100-летию юбилею академика Б.К.Зейналова (Баку, 2017г), Международная научная конференция «Актуальные проблемы современных естественных наук» (Гянджа, 2017г)

**Опубликованные труды по диссертационной работе:** По результатам диссертационной работы опубликованы 17 трудов, из них 7 статей и 10 тезисов докладов.

**Объем диссертации:** Работа изложена на 176 страницах компьютерного текста, состоит из введения, пяти глав, выводов, списка литературы. Диссертация включает 56 таблицы, 20 рисунка, 183 библиографических ссылок.

Во введении обсуждается актуальность темы, показана цель работы, представлена научная новизна и практическая ценность.

В первой главе приводится литературный обзор по нижеследующим направлениям: разрушения, вызванные коррозией в нефтяных и газовых промышленности; атмосферная, сероводородная, углекислотная коррозия; промышленные ингибиторы коррозии; методы

синтеза диэтилоламидофосфатов, этаноламинных и этиламинных комплексов.

Во второй главе описывается экспериментальная часть. Изучены поверхностное натяжение, электропроводность синтезированных соединений.

В третьей главе показан анализ ингибиторной активности комплексных солей диэтилоламидофосфата на основе подсолнечного, соевого, кукурузного, льняного, оливкового и рапсового масла против сероводородной коррозии.

В четвёртой главе приводится анализ синтезированных солей в качестве ингибиторов против  $\text{CO}_2$  и  $\text{O}_2$  коррозии. Также представлены результаты исследований бактерицидных свойств некоторых комплексов.

В пятой главе приводятся результаты исследований (3-10%) растворов синтезированных соединений в качестве консервационных жидкостей по жидкостному и смазочному методу против атмосферной коррозии, в морской воде и 0.001%-ном растворе  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

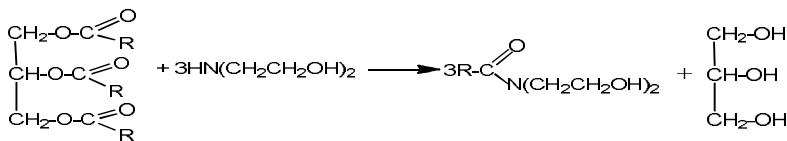
В выводах показаны обобщенные результаты проведенных работ.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ

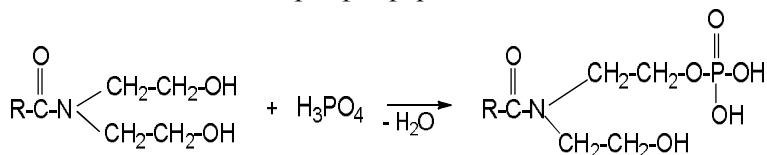
### 1. Синтез диэтилоламидофосфатов и комплексных солей кислотной фракции подсолнечного, соевого, кукурузного, льняного, оливкового и рапсового масла.

В данной работе взаимодействием триглицеридов подсолнечного, кукурузного, соевого, льняного, оливкового и рапсового масла с диэтаноломином (ДЭА) получен диэтилоламид. Затем, с участием ортофосфорной кислоты получены диэтилоламидофосфаты. Далее, реакцией диэтилоламидофосфата с моноэтаноламином (МЭА), ДЭА, триэтаноломином (ТЭА), диэтиламином (ДЭТА) и триэтиламином (ТЭТА) получены этаноламинные и этиламинные соли.

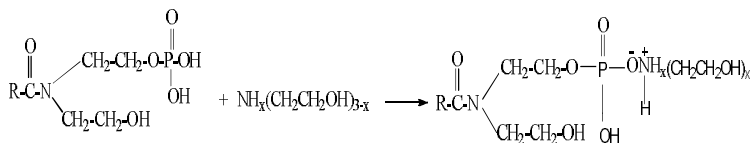
#### 1. Реакция триглицеридов растительных масел с ДЭА



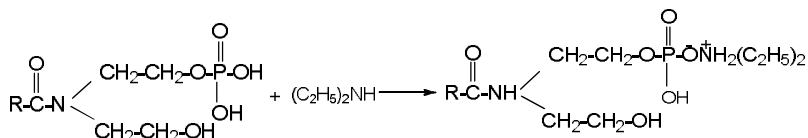
## 2. Реакция диэтилоламида с ортофосфорной кислотой



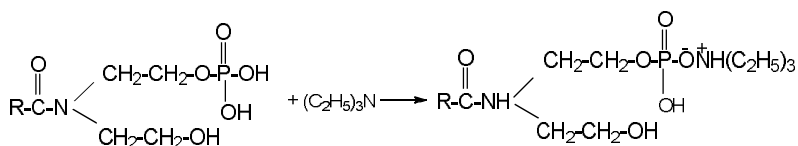
3. Взаимодействием диэтилоламинофосфата с МЭА-, ДЭА-, ТЭА-, ДЭТА- и ТЭТА при мольном соотношении 1:1 получены комплексные соли:



где  $x=0, 1$  или  $2$ .

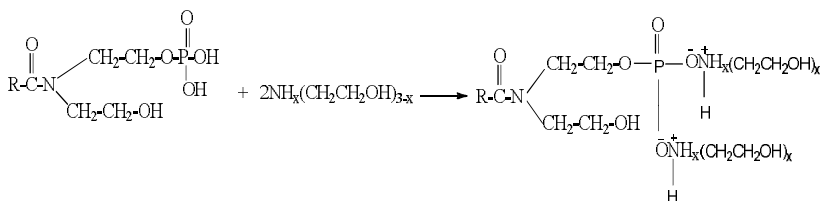


ДЭТА-ная соль

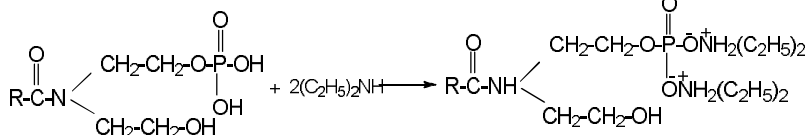


ТЭТА-ная соль

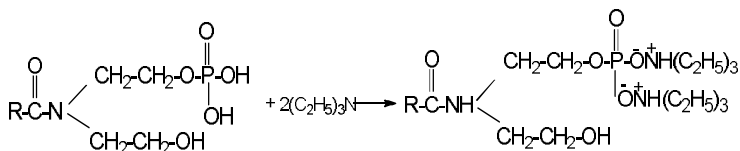
4. Взаимодействием диэтилоламинофосфата с МЭА, ДЭА, ТЭА, ДЭТА- и ТЭТА-ном при мольном соотношении 1:2 получены комплексные соли:



где  $x=0, 1$  или  $2$ .



ДЭтА-ная соль



ТЭтА-ная соль

Изучены физико-химические свойства этаноламинных и этиламинных солей на базе льняного масла (при мольном соотношении 1:1 и 1:2). Полученные комплексные соли плохо растворяются в воде, но хорошо растворяются в керосине и в изопропиловом спирте.

Состав комплексов:

1. МЭА-ная соль диэтилоламидофосфата на основе льняного масла
2. ДЭА-ная соль диэтилоламидофосфата на основе льняного масла
3. ТЭА-ная соль диэтилоламидофосфата на основе льняного масла
4. ДЭтА-ная соль диэтилоламидофосфата на основе льняного масла
5. ТЭтА-ная соль диэтилоламидофосфата на основе льняного масла



Таблица 1.

Физико-химические показатели комплексных солей на базе льняного масла

Кодовые номера	1	2	3	4	5
Кинематическая вязкость, мм <sup>2</sup> /сек, 20 <sup>0</sup> С	141.09	152.01	158.36	138.97	124.87
Динамическая вязкость, мПа сек, 20 <sup>0</sup> С	137.09	147.14	149.70	135.35	132.83
Плотность, г/см <sup>3</sup> , 20 <sup>0</sup> С	0.9008	0.9022	0.9012	0.9019	0.9036
T <sub>заст.</sub> , <sup>0</sup> С	-38	-35	-36	-38	-35
Коэффициент преломления, n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	1.4962	1.4962	1.4962	1.4937	1.4947

Из табл.1 видно, что физико-химические свойства комплексных солей на основе льняного масла отличаются незначительно.

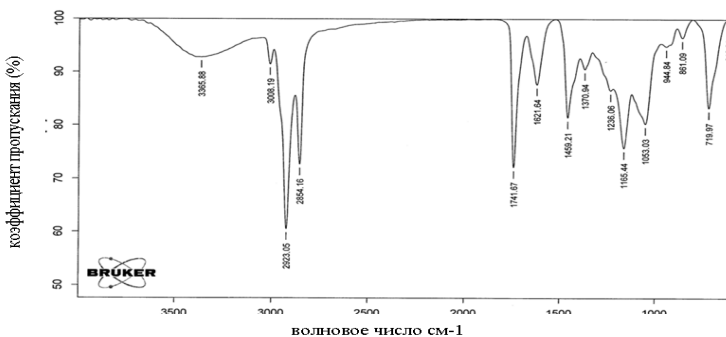


Рис.1. ИК-спектр ТЭА-ной соли диэтилоамидофосфата на основе подсолнечного масла

Из рис.1 видно, что в спектре ТЭА-ной соли диэтилоамидофосфата кислотной фракции подсолнечного масла наблюдаются следующие полосы поглощения:

- маятниковых (719 см<sup>-1</sup>) колебаний С-Н связи СН<sub>2</sub> групп;
- валентных (861, 944, 1053 и 1165 см<sup>-1</sup>) колебаний - С-Н

связи,

- деформационных ( $1459\text{ см}^{-1}$ ) колебаний С-Н связи  $\text{CH}_2$  групп, находящихся по соседству с  $=\text{N}-\text{C}=\text{O}$  группой,
- валентных ( $944\text{ см}^{-1}$ ) колебаний Р=О связи;
- валентных ( $1621\text{ см}^{-1}$ ) колебаний N-H связи;
- валентных ( $3008\text{ см}^{-1}$ ) колебаний С=С связи.

Изучены некоторые показатели комплексных солей для установления их ингибиторных свойств. Сперва определено поверхностное натяжение на границе раздела фаз вода-керосин в присутствии комплексных солей (рис.2)

По графику определены значения ККМ синтезированных комплексных солей (моль/л): МЭА-ная соль -  $4.1 \times 10^{-3}$ ; ДЭА-ная соль -  $4.7 \times 10^{-3}$ ; ТЭА-ная соль -  $3.4 \times 10^{-3}$ . Синтезированные соединения имеют более низкое значение поверхностного натяжения, при этом могут иметь более высокий защитный эффект

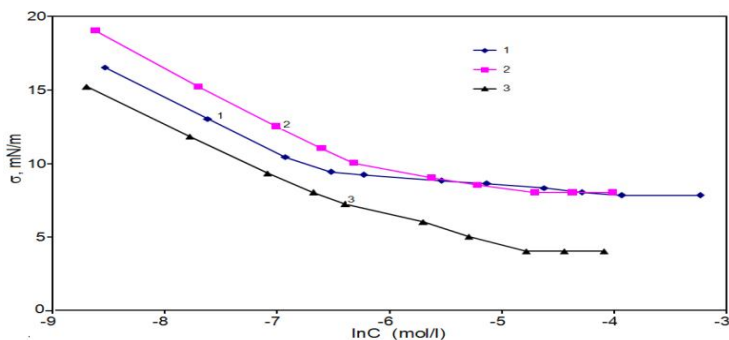


Рис.2. Изотермы поверхностного натяжения при температуре  $20^{\circ}\text{C}$  этаноламинных солей диэтилолаמידофосфата на основе льняного масла. 1-МЭА-ный комплекс, 2-ДЭА-ный комплекс, 3-ТЭА-ный комплекс.

- 1.МЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе подсолнечного масла
- 2.ДЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе подсолнечного масла
- 3.ТЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе подсолнечного масла
- 4.МЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе кукурузного масла

5. ДЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе кукурузного масла
6. ТЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе кукурузного масла
7. МЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе соевого масла
8. ДЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе соевого масла
9. ТЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе соевого масла
10. МЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе льняного масла
11. ДЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе льняного масла
12. ТЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе льняного масла
13. МЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе оливкового масла
14. ДЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе оливкового масла
15. ТЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе оливкового масла
16. МЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе рапсового масла
17. ДЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе рапсового масла
18. ТЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе рапсового масла

Также изучена удельная электропроводность комплексных солей. Исследования проведены на кондуктометре марки АНИОН-4120 (Российская Федерация).

Таблица 2.  
Результаты удельной электропроводности комплексов

Удельная электропроводность растворов, мкСм/см			
Комплекс	Показатели	Комплекс	Показатели
1	698.2	10	891.3
2	706.2	11	908.8
3	889.2	12	991.5
4	528.3	13	645.1
5	656.2	14	838.5
6	796.3	15	955.0
7	596.5	16	799.3
8	793.5	17	899.8
9	863.2	18	914.3

Из таблицы 2. видно, что электропроводности комплексных солей отличаются в зависимости от состава. Высокая удельная электропроводность наблюдается у комплексных солей на основе

льняного масла. На основании полученных результатов можно указать, что эти соединения могут адсорбироваться на поверхности металла, блокируя активные центры и уменьшая скорость коррозии. Ингибиторы взаимодействуют с ионами железа на поверхности через фосфорильные группы и аминогруппы за счет электронодонорной пары атома азота. Наиболее существенным фрагментом молекул, определяющим их защитные свойства, является длинноцепной углеводородный радикал, находящийся при донорных атомах азота аминогруппы или фосфора фосфорильной группы. Если длинноцепной заместитель находится со стороны донорного атома азота фосфора, то защитное действие ингибитора быстро увеличивается с увеличением длины цепи.

## **2. Исследование ингибирующих свойств комплексных солей в двухфазной $H_2S$ - содержащей среде керосин-вода**

Исследование защитного эффекта диэтилоламидофосфатов и комплексных солей проведено в двухфазной среде, содержащей 500 мг/л  $H_2S$ . В качестве контрольного образца была использована сталь-3. (табл.3).

В таблице 3 даны показатели этаноламинных солей диэтилоламидофосфатов при концентрациях 100 мг/л. Исследованы этаноламинные соли диэтилоламидофосфатов, полученные при мольном соотношении 1:1 которые при концентрации 100 мг/л показывают высокий защитный эффект (выше 90%).

Комплексные соли, полученные на основе льняного масла показывают приблизительно 98.5%-ный защитный эффект против  $H_2S$  - коррозии (табл.3). При снижении концентрации до 15 и 20 мг/л наблюдается низкий защитный эффект - до 70%. Этиламинные комплексные соли показывают сравнительно низкий защитный эффект (90% и ниже).

Последующие исследования проведены с участием на основе этаноламинных и этиламинных комплексных солей, полученных при мольном соотношении 1:2 (табл.4)

Таблица 3.

Результаты комплексов, полученных на основе различных растительных масел в качестве ингибитора (при концентрации 100 мг/л) (при мольном соотношении 1:1)

ТЭА-ный комплекс	Скорость коррозии- $\rho$ , г/(м <sup>2</sup> ·час)	Эффект защиты -Z, %
Без ингибитора	2.9	
Концентрация, мг/л	100	
на основе соевого масла	0.2436	91.6
на основе кукурузного масла	0.1798	93.8
на основе подсолнечного масла	0.1305	95.5
на основе льняного масла	0.0435	98.5
на основе оливкового масла	0.1798	93.8
на основе рапсового масла	0.3335	88.5

Как видно из таблицы 4 видно, что среди этаноламинных и этиламинных солей диэтилолаמידофосфатов высокий защитный эффект показывает ТЭА-ная соль диэтилолаמידофосфата на основе льняного масла, полученная при мольном соотношении 1:2. Защитный эффект при концентрации 100 мг/л составляет 99.8%.

Таблица 4

Показатели противокоррозионной активности ТЭА-ных солей диэтилолаמידофосфатов (при мольном соотношении 1:2) на основе различных растительных масел (при концентрации 100 мг/л)

ТЭА-ный комплекс	Скорость коррозии - $\rho$ , г/(м <sup>2</sup> ·час)		Эффект защиты -Z, %	
Без ингибитора	2.9			
концентрация, мг/л	50	100	50	100
на основе соевого масла	0.1943	2.6245	93.3	99.5
на основе кукурузного масла	0.2871	0.1682	90.1	94.2
на основе подсолнечного масла	0.2252	0.1305	91.2	95.5
на основе льняного масла	0.0319	2.6158	98.9	99.8
на основе оливкового масла	0.1885	0.0377	93.5	98.7
на основе рапсового масла	0.1218	0.0116	95.8	99.6

### 3. Исследование ингибирующих свойств комплексных солей в 1%-ном водном растворе NaCl, насыщенном CO<sub>2</sub>.

Диэтилоламинофосфаты и комплексные соли на основе различных растительных (подсолнечного, кукурузного, соевого, льняного, оливкового и рапсового) масел испытаны против CO<sub>2</sub>-коррозии в 1%-ном водном растворе NaCl, насыщенном CO<sub>2</sub>, для изучения антикоррозионного действия синтезированных реагентов в устройстве ACM GILL AC.

Исследования проведены при концентрациях 25, 50 и 100 мг/л в течение 20 часов при температуре 50<sup>0</sup>C. Процесс углекислотной коррозии проводится без ингибитора и скорость коррозии равна 3.43 мм/год.

Из табл.5 видно, что высокий защитный эффект наблюдается у этаноламинных солей на основе льняного масла (99.9%) Также можно отметить, что ингибиторная активность у этаноламинных солей выше, чем у этиламинных солей.

Защитный эффект диэтилоламинофосфата при концентрации 100 мг/л, составляет 70-80%. Этанолламинные комплексные соли диэтилоламинофосфатов, показывают более высокий защитный эффект (табл.5).

Таблица 5.

Результаты исследования коррозии углеродистой стали в CO<sub>2</sub>-насыщенной пластовой воде в присутствии ТЭА-ной соли (при концентрации 25 и 50 мг/л

ТЭА-ные комплексы	Скорость коррозии- ρ, г/(м <sup>2</sup> ·час)		Эффект защиты -Z, %	
	25	50	25	50
Без ингибитора	2.9			
Концентрации, мг/л	25	50	25	50
на основе подсолнечного масла	0.0480	0.0113	98.6	99.6
на основе соевого масла	0.0686	0.0548	98.0	98.4
на основе кукурузного масла	0.0343	0.0274	98.5	99.0
на основе льняного масла	0.0171	0.0034	99.5	99.9
на основе оливкового масла	0.0583	0.0480	98.3	98.6
на основе рапсового масла	0.0377	0.0068	98.9	99.8

На рис.3 дан график зависимости скорости коррозии от времени. Из рисунка видно, что при введении ингибитора с течением времени скорость коррозии убывает, а в без ингибиторной среде наоборот, скорость коррозии возрастает.

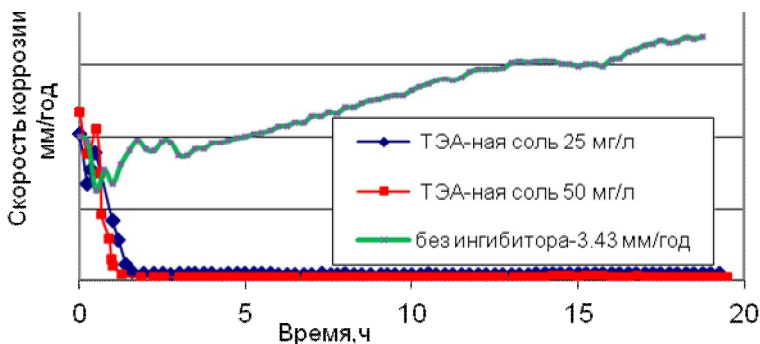


Рис.3. Зависимости скорости коррозии стали в 1%-ном водном растворе NaCl, насыщенном CO<sub>2</sub>, от времени в присутствии ТЭА-ной соли диэтилоламидосфата на основе льняного масла.

## 5. Исследование комплексных этаноламинных солей в качестве консервационных жидкостей по смазочно-жидкостному методу

Исследования проведены по ГОСТ-у 9054-75, который считается главным стандартом в нашей республики. Приготовлены 3, 7 и 10%-ные растворы комплексных солей диэтилоламидофосфатов и испытаны как консервационные жидкости в 3-х средах: в гидрокамере «Г-4», в морской воде, и в 0,001%-ном растворе H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> на металлических пластинках. Испытания проведены с участием комплексных солей (при мольном соотношении 1:2) в среде масла Т-30 (табл.6).

В качестве консервационной жидкости, высокий защитный эффект наблюдается у триэтаноламинной соли диэтилоламидофосфата на основе льняного масла. Эта соль, полученная при мольном соотношении 1:2, показывает защитный эффект в гидрокамере «Г-4» 309 дней, в морской воде – 165 дней, и в 0,001%-ном растворе H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> -

164 дней. Эти консервационные жидкости также исследованы по смазочному методу (результаты даны ниже в таблице 7). Из исследованных соединений самый высокий защитный эффект показывает триэтаноламинная соль на основе льняного масла.

Таблица 6

Результаты испытаний (при мольном соотношении 1:2) триэтаноламинных соли диэтилоламинофосфатов на основе различных растительных масел (10%) в качестве консервационных жидкостей

ТЭА-ные комплексы	в гидрокамере «Г-4»	в морской воде	в 0.001%-ном растворе $H_2SO_4$
на основе подсолнечного масла	198	121	120
на основе соевого масла	110	95	93
на основе кукурузного масла	163	114	113
на основе оливкового масла	219	108	106
на основе рапсового масла	239	139	138
на основе льняного масла	309	165	164

Таблица 7

Результаты испытаний (при мольном соотношении 1:2) триэтаноламинных солей диэтилоламинофосфатов на основе различных растительных масел (10%) как смазочные масла

ТЭА-ные комплексы	в гидрокамере «Г-4»	в морской воде	в 0.001%-ном растворе $H_2SO_4$
на основе подсолнечного масла	266	134	133
на основе соевого масла	222	109	110
на основе кукурузного масла	256	116	115
на основе оливкового масла	229	118	116
на основе рапсового масла	265	139	138
на основе льняного масла	315	171	168



Из таблицы 7 видно, что высокий защитный эффект у консервационных смазок выше, чем у консервационных жидкостей.

## ВЫВОДЫ

1. Впервые взаимодействием триглицеридов подсолнечного, кукурузного, соевого, оливкового, льняного и рапсового масла с ДЭА, затем реакцией с  $H_3PO_4$  получены диэтилолаמידофосфаты. Реакцией фосфатов с этаноламинами и этиламинами. получены их комплексные соли при мольном соотношении 1:1 и 1:2. Полученные соли исследованы в качестве ингибиторов, консервационных жидкостей и смазочных масел против  $H_2S$ -,  $CO_2$ - и  $O_2$ - коррозии и показано, что они обладают высоким защитным эффектом

2. Идентифицирована структура этаноламинных комплексных солей диэтилолаמידофосфатов методом ЯМР- и ИК-спектроскопии. Изучена их электропроводность, поверхностное натяжение. Установлено, что высокий защитный эффект наблюдается у триэтаноламинной соли диэтилолаמידофосфата на основе льняного масла. Эта соль как ПАВ уменьшает поверхностное натяжение от 46.5 до 3.4 мН/м, удельная электропроводность составляет 991.5 мК/См/см

3. Этаноламинные и этиламинные соли диэтилолаמידофосфатов испытаны как ингибиторы против сероводородной коррозии. Установлено, что высокая ингибиторная активность у триэтаноламинной соли диэтилолаמידофосфата на основе льняного масла, полученной при мольном соотношении 1:2, в двухфазной среде, содержащей 500 мг/л  $H_2S$ , при концентрации 100 мг/л составляет 99.8%.

4. Диэтилолаמידофосфаты, этаноламинные и этиламинные соли на их основе испытаны как ингибиторы в 1%-ном водном растворе NaCl, насыщенном  $CO_2$ , против углекислотной коррозии. Даже при малых концентрациях они показывают высокий защитный эффект. Этот показатель у триэтаноламинной соли на базе льняного масла при концентрации 50 мг/л составляет 99.9%.

5. Синтезированные диэтилолаמידофосфаты и полученные на их основе комплексные соли испытаны как консервационные жидкости в среде масла Т-30. Показано что, более высокий антикоррозионный эффект показывает 10%-ный раствор ТЭА-ной соли на базе льняного масла (309 дней).

6. Синтезированные комплексные соли диэтилоламидофосфатов испытаны по жидкостному и смазочному методу. Высокий защитный эффект наблюдается у консервационных масел. В случае 10%-ных растворов показано, что более высокий защитный эффект показывает ТЭА-ная соль на базе льняного масла (по жидкостному методу 310 дней, а по смазочному методу защитный эффект относительно высокий 315 дней).

7. Синтезированные соли в качестве ингибиторов коррозии имеют практическую значимость для защиты от коррозии оборудования и техники в химической промышленности и в сельском хозяйстве

### **Основное содержание диссертационной работы опубликовано в нижеприведенных статьях и тезисах:**

1. Abbasov V.M., Əsədov Z.H., Rəhimov R.A., Süleymanova S.S., Rzayeva S.Q., Səfərova Ş.Z. Bitki mənşəli turşuların etilolamidlərinin fosfat efiirlərinin duzlarının sintezi // Akademik S.C.Mehdiyevin 100 illik yubileyinə həsr olunmuş respublika elmi-praktiki konfransının məruzələrinin tezisləri (I cild), 2-3 dekabr, 2014. s.156-157.

2. Rəhimov R.A., Sevinc S.S., Səfərova Ş.Z. Bitki mənşəli turşuların fosfat törəmələrinin sintezi və CO<sub>2</sub> korroziyasına qarşı inhibitor kimi tədqiqi / Ümummilli Lideri Heydər Əliyevin anadan olmasının 91-ci il dönümünə həsr edilmişdir doktorant, magistr və gənc tədqiqatçıların “Kimyanın Aktual problemləri” VIII Respublika Elmi Konfransının materialları Bakı, 2014, s. 154-155

3. Abbasov V.M., Əsədov Z.H., Süleymanova S.S., Rəhimov R.A. Soya yağının turşu fraksiyasının etilolamidofosfatının duzlarının sintezi və H<sub>2</sub>S korroziyasına təsirinin tədqiqi / Qafqaz universiteti, Gənc tədqiqatçıların III beynəlxalq elmi konfransı”, Bakı, 2015, s.232-234

4. Аббасов В.М., Асадов З.Г., Сулейманова С.С., Абдуллаев Е.Ш., Р.А.Рагимов. Синтез этаноламинных солей этилоламидофосфата на основе триглицеридов льняного масла и исследование их антикоррозионных свойств в сероводородной среде / Bakı Dövlət Universiteti, Ümummilli Lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 92-ci ildönümünə həsr olunmuş doktorant, maqistr və gənc tədqiqatçıların “Kimyanın aktual problemləri” IX Respublika Elmi Konfransının materialları, Bakı, 2015, s.142-143

5. Abbasov V.M., Əsədov Z.H., Süleymanova S.S., E.Ş. Abdulla-yev., Rəhimov R.A. Günəbaxan yağının triqliseridləri, etanolaminlər və ortofosfat turşusu əsasında kompleks duzların sintezi və H<sub>2</sub>S korroziyasına qarşı inhibitor kimi tədqiqi / Akademik M.Nağiyev adına Kataliz və Qeyri-Üzvi Kimya İnstitutu, Akademik Toğrul Şahtaxtinskının 90 illik yubileyinə həsr olunmuş Respublika Elmi Konfransı, Bakı, 2015, s.145
6. Abbasov V.M., Əsədov Z.H., Süleymanova S.S., Rahimov R.R. Soya yağının turşu fraksiyasının etilolamidofosfatının duzlarının sintezi və H<sub>2</sub>S korroziyasına təsirinin tədqiqi / III International scientific conference of young researchers, Dedicated to the 92nd Anniversary of the National leader of Azerbaijan, H.Aliyev, 2015, pp. 232-233.
7. Abbasov V.M., Əsədov Z.H., Süleymanova S.S., E.Ş. Abdullayev., Rəhimov R.A. Soya yağı turşu fraksiyası etilolamidofosfatının duzlarının sintezi və H<sub>2</sub>S korroziyasına qarşı inhibitor kimi tədqiqi // Kimya problemləri, 2015, №1, s.44-48
8. Abbasov V.M., Asadov Z.H., Suleymanova S.S., E.Sh. Abdullayev., Rahimov R.R. Synthesis of ethanolamine salts of diethylamidophosphate surfactant based on the flaxseed oil and their corrosion inhibitor properties // Journal of Advances in Chemistry, 2015, №1, pp. 3903-3909
9. Сулейманова С.С. Синтез комплексных этаноламинных солей на основе диэтиламинофосфата кислотной фракции оливкового масла и их антикоррозионная активность / Актуальные вопросы естественных и математических наук в современных условиях развития страны ВЫПУСК III Сборник научных трудов по итогам международной научно-практической конференции, Санкт-Петербург, 2016, с.34-37
10. Аббасов В.М., Асадов З.Г., Сулейманова С.С., Абдуллаев Е.Ш., Рагимов Р.А. Комплексные соли на основе диэтиламинофосфата кислотной фракции подсолнечного масла и их антикоррозионные свойства // Мир нефтепродуктов, Москва, Россия, 2016, №2, с.10-15
11. Сулейманова С.С. Антикоррозионные свойства этаноламинных солей этилоламинофосфата на основе триглицеридов оливкового масла в сероводородной среде / IX Бакинская Международная Мамедалиевская конференция о нефтехимии, Баку, 2016 с.193
12. Аббасов В.М., Асадов З.Г., Сулейманова С.С., Абдуллаев Е.Ш., Рагимов Р.А. Ингибирование коррозии стали комплексными солями на основе триглицеридов рапсового масла // Kimya problemləri, 2016, №4, с.415-419

13. Abbasov V.M., Asadov Z.H., Suleymanova S.S., E.Sh. Abdullayev., Rahimov R.R., Mammadova M.M. Synthesis of ethanolamine complex salts of diethylolamidophosphate of corn oil acid fraction and their inhibitor properties regarding carbon-dioxide corrosion // Process of petrochemistry and oil refining, 2017, №1, pp.29-34
14. Асадов З.Г., Сулейманова С.С., Абдуллаев Е.Ш., Рагимов Р.А., Азизбейли Э.И., Кулиева Г.М. Синтез ингибиторов коррозии на основе фосфатпроизводного кукурузного масла // Известия высших технических наук учебных заведений Азербайджана, 2017, №5, с.35-39
15. Сулейманова С.С. Исследование антикоррозионных свойств ингибиторов, синтезированных на основе триглицеридов оливкового масла, в сероводородной и углекислотной средах // Нефтяное хозяйство, 2017, №5, с.62-63
16. Аббасов В.М., Асадов З.Г., Сулейманова С.С., Рагимов Р.А., Абдуллаев Е.Ш. Защита от коррозии углеродистой стали в CO<sub>2</sub>-насыщенной воде фосфатпроизводными ингибиторами/ Международная научно-технической конференции «Нефтехимический синтез и катализ в сложных конденсированных системах», посвященной 100-летию юбилею академика Б.К.Зейналова ИНХП, 2017, с.96
17. Аббасов В.М., Асадов З.Г., Сулейманова С.С., Абдуллаев Е.Ш., Р.А.Рагимов. Универсальность действия ряда ингибиторов на основе триглицеридов льняного масла в условиях углекислотной коррозии // Beynəlxalq elmi konfrans “ Műasir təbiət elmlərinin aktual problemləri” Gəncə, 2017, s.323

**Sevinc Səlim qızı Süleymanova**

**Bitki yağları əsasında dietilolamidofosfat komplekslərinin sintezi  
və korroziya inhibitoru kimi tədqiqi.**

**XÜLASƏ**

Neft-qaz çıxarma və emalı sənayələrində ən vacib işlərdən biri avadanlıqların korroziyadan qorunmasıdır. Bu problemi aradan qaldırmaq üçün yeni yüksək səmərəli və ekoloji cəhətdən zərərsiz korroziya inhibitorları almaq vacibdir. Bu işdə bitki mənşəli yağların (günəbaxan, soya, qarğıdalı, raps, kətan və zeytun) əsasında dietilolamidlər, sonra ona ortofosfat turşusu təsiri ilə dietilolamidofosfatlar sintez edilmişdir. Dietilolamidofosfatlar mono-, di-, trietanolaminlərlə və di-, trietilaminlərlə təsir etməklə kompleks duzlar alınmışdır. Onların fiziki – kimyəvi xassələri, səthi gərilməsi və elektrik keçiriliyi öyrənilmiş korroziya inhibitoru xassəsinə malik olmaları müəyyən edilmişdir.

Sintez olunmuş maddələr müxtəlif mühitlərdə ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{S}$  və  $\text{O}_2$ ) korroziya inhibitoru və konservasiya mayeləri kimi tədqiq edilmişdir.  $\text{H}_2\text{S}$  mühitində sınaqdan keçirilmiş kətan yağı əsasında alınmış dietilolamidofosfatın trietanolamin kompleks duzları (1:2 mol nisbətində) korroziya inhibitoru kimi yüksək müdafiə effekti göstərmişdir (100 mq/l məsrəflə 99.8%).  $\text{CO}_2$  mühitində isə hətta 50 mq/l məsrəflə 99.9% effekt əldə edilmişdir.

Bu birləşmələr konservasiya mayeləri və sürtküləri kimi də sınaqdan keçirilmiş (hidrokamerada, dəniz suyunda və turş mühiddə) və yüksək nəticələr əldə edilmişdir. Kətan yağı trietanolamin kompleksi hidrokamerada 315 gün, dəniz suyunda 171 gün, turş mühiddə isə 168 gün müdafiə effekti göstərmişdir (tələb >90 gündür)

**Sevinj Səlim gyzy Süleymanova**

**Synthesis of diethylolamidophosphate complexes on the basis of vegetable oils and study as corrosion inhibitor**

**ABSTRACT**

Protection of equipment from corrosion is one of the most important problems in petroleum and gas production and refining industries. In order to obtain new, highly effective and ecologically harmless corrosion inhibitors, in the present work, on the basis of oils of vegetable origin (sunflower, soya-bean, corn, rape, linseed and olive oils) diethylolamides were synthesized and then, by their interaction with orthophosphoric acid, diethylolamidjphosphates were obtained. Through reactions of diethylolamides with mono-, di- and triethanolamine as well as with di- and triethylamine complex salts were synthesized.

Their physico-chemical properties, surface tension and electroconductivity have been studied. Their corrosion inhibiting property has been established.

The synthesized substances have been studied as corrosion inhibitor and conservation liquids in various media ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{S}$  and  $\text{O}_2$ ). Triethanolamine - based complex salts of linseed oil-origin diethylolamidophosphate (at 1:2 molar ratio) showed a high protection effect as corrosion inhibitor in  $\text{H}_2\text{S}$  medium (99.8% at the expenditure 100 mg/l). In  $\text{CO}_2$  medium, 99.9% effect has been attained even at 50 mg/l expenditure.

These compounds have also been tested as conservation liquids and lubricants (in hydrocamera, the sea water and acid medium) with high results. Triethanolamine complex of linseed oil acid fraction diethylolamidophosphate have shown a protection effect durin 315 days in hydrocamera, 171 days in the sea water and 168 days in acid medium (the requirement is  $> 90$  days).

AZƏRBAYCAN MİLLİ ELMLƏR AKADEMİYASI  
AKADEMİK Y.H.MƏMMƏDƏLİYEV ADINA  
NEFT-KİMYA PROSESLƏRİ İNSTİTUTU

---

*Əlyazması hüququnda*

**SEVİNC SƏLİM QIZI SÜLEYMANOVA**

Bitki yağları əsasında dietilolamidofosfat komplekslərinin sintezi  
və korroziya inhibitoru kimi tədqiqi

İxtisas: 2314.01-Neft kimyası

Kimya üzrə fəlsəfə doktoru elmi dərəcəsi almaq üçün təqdim edilmiş  
dissertasiyanın

**AVTOREFERATI**

Bakı-2018