

**ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ
ХУЗУРИДАГИ ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ
DSc.03/30.12.2019.Т.04.01 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ**

ФАРҒОНА ПОЛИТЕХНИКА ИНСТИТУТИ

ДАВЛЯТОВА ЗУЛФИЯ МУРАТОВНА

**ИМИДОЗОЛИН ҲОСИЛАЛИ КОРРОЗИЯ ИНГИБИТОРЛАРИ
СИНТЕЗИ ВА ТЕХНОЛОГИЯСИ**

02.00.14 - Органик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

**ТЕХНИКА ФАНЛАРИ БЎЙИЧА ФАЛСАФА ДОКТОРИ (PhD)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент - 2023

**Техника фанлари бўйича фалсафа доктори (PhD) диссертацияси
автореферати мундарижаси**

**Оглавление автореферата диссертации
доктора философии (PhD) по техническим наукам**

**Contents of dissertation abstract of the doctor of philosophy (PhD)
on technical sciences**

Давлятова Зулфия Муратовна

Имидозолин ҳосилали коррозия ингибиторлари
синтези ва технологияси3

Давлятова Зулфия Муратовна

Синтез и технология ингибиторов
коррозии с производными имидозолинов21

Davlyatova Zulfia Muratovna

Synthesis and technology of inhibitors
corrosion with imidozoline derivatives39

Эълон қилинган ишлар рўйхати

Список опубликованных работ
List of published works42

ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ
ҲУЗУРИДАГИ ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ
DSc.03/30.12.2019.T.04.01 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ

ФАРҒОНА ПОЛИТЕХНИКА ИНСТИТУТИ

ДАВЛЯТОВА ЗУЛФИЯ МУРАТОВНА

ИМИДОЗОЛИН ҲОСИЛАЛИ КОРРОЗИЯ ИНГИБИТОРЛАРИ
СИНТЕЗИ ВА ТЕХНОЛОГИЯСИ

02.00.14 - Органик моддалар ва улар асосидаги материаллар технологияси

ТЕХНИКА ФАНЛАРИ БЎЙИЧА ФАЛСАФА ДОКТОРИ (PhD)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ

Тошкент -2023

Техника фанлари бўйича фалсафа доктори (PhD) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида В2022.4.PhD/Т3426 рақам билан рўйхатдан ўтказилган

Диссертация Фарғона политехника институти ва Тошкент кимё-технология институтларида бажарилган.

Диссертация автореферати икки тилда (ўзбек, рус) www.tkti.uz манзили бўйича веб-саҳифада ва www.ziyounet.uz манзили бўйича «ZiyoNET ахборот-таълим порталида жойлаштирилган.

Илмий раҳбарлар:

Кади́ров Хасан Иргашевич
техника фанлари доктори, профессор

Расмий оппонентлар:

Икрамов Абдувахоб
техника фанлари доктори, профессор

Эшметов Иззат Дусмбетович
техника фанлари доктори, профессор

Етакчи ташкилот:

Ислом Каримов номли
Тошкент Давлат техника университети

Диссертация ҳимояси Тошкент кимё-технология институти ҳузуридаги илмий даражалар берувчи бир марталик DSc.03/30.12.2019.Т.04.01 рақамли Илмий Кенгашининг «23» март 2023 йил соат 11⁰⁰ даги мажлисида бўлиб ўтади. (Манзил: 100011, Тошкент ш., Шайхонтохур тумани, А.Навоий кўчаси, 32-уй. Тел.: (99871)244-79-20, факс: (99871) 244-79-17, e-mail: tkti_info@edu.uz). Тошкент кимё-технология институти Маъмурий биноси, 2-қават, анжуманлар зали).

Диссертация билан Тошкент кимё-технология институти Ахборот-ресурс марказида танишиш мумкин (№ 509 рақам билан рўйхатга олинган). Манзил: (100011, Тошкент ш., Шайхонтохур тумани, А.Навоий кўч.32. Тел.: (99871) 244-79-20).

Диссертация автореферати 2023 йил « 3 » март куни тарқатилди.
(2023 йил « 3 » мартдаги № 298 рақамли реестр баённомаси).

С.М. Туробжонов

Илмий даражалар берувчи илмий
кенгаш раиси, т.ф.д., профессор

М.Ю. Юнусов

Илмий даражалар берувчи илмий
кенгаш котиблик қилувчи,
т.ф.д., профессор

Г. Рахмонбердиев

Илмий даражалар берувчи илмий
кенгаш қошидаги илмий семинар
раиси, к.ф.д., профессор

КИРИШ (фалсафа доктори (PhD) диссертацияси аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва зарурати. Бугунги кун замонавий нефт кимёси саноатининг муҳим муаммоларидан бири конструкцион пўлатлар учун янги коррозия ингибиторларини яратиш ва улардан фойдаланиш самарадорлигини оширишдир. Коррозия жараёнларининг тезлашуви натижасида металл йўқотишлари салмоғи жуда катта бўлиб, қувур ўтказмалари, саноат кимё-технологик ускуналар ва бошқаларда авариялар оқибатида сарф-харажатлар ҳажми ортиб бормоқда. Агрессив муҳитда материалларнинг парчаланишини олдини олиш фаоллигига эга бўлган полифункционал гетероциклик бирикмаларни кўп тоннали олефинлар, гликолар, аминлар асосида олиш муҳим аҳамиятга эга ҳисобланади.

Жаҳонда кимё ва нефт-газни қайта ишлаш саноатини жадал ривожлантириш даврида органик ингибиторларнинг асосий синфларини олиш усуллари ва тузилиши, коррозия жараёнларининг табиати ва углеводородларни ишлаб чиқариш ва қайта ишлаш жараёнларида конструкцион материалларни химоя қилиш бўйича илмий изланишлар олиб борилмоқда. Бу борада янги авлод органик коррозия ингибиторларини ишлаб чиқариш йўналишида маълум натижаларга эришилди, жумладан импорт ўрнини босувчи кимёвий маҳсулотлар билан таъминлашга алоҳида эътибор берилмоқда.

Республикамиздаги маҳаллий хом ашё ва иккиламчи моддий ресурслар асосида юқори самарали коррозия ингибиторларини яратиш ва ишлаб чиқариш соҳасида чора-тадбирлар амалга оширилиб, муайян натижаларга эришилмоқда. Янги Ўзбекистоннинг тараққиёт стратегиясида «тубдан янги турдаги маҳсулот ва технологиялар ишлаб чиқаришни ривожлантиришни ҳисобга олган ҳолда таркибий ўзгаришларни чуқурлаштириш, унинг етакчи тармоқларини, жумладан, кимё саноатини модернизация қилиш ва диверсификация қилиш орқали миллий иқтисодиётнинг рақобатбардошлигини ошириш»¹ бўйича муҳим вазифалар белгилаб берилган. Бу вазифаларни амалга ошириш, жумладан, маҳаллий хом ашё ва иккиламчи маҳсулотлар асосида ресурс тежамкор технологияларни ишлаб чиқиш, импорт ўрнини босувчи самарали коррозия ингибиторлари таркибини яратиш муҳим аҳамиятга эга ҳисобланади.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2022 йил 28 январдаги ПФ-60-сонли «2022-2026 йилларга мўлжалланган янги Ўзбекистон тараққиёт стратегияси тўғрисида» «Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича ҳаракатлар стратегияси тўғрисида»ги, 2018 йил 17 январдаги ПҚ-3479-сон «Мамлакат иқтисодиёти тармоқларининг талаб юқори бўлган маҳсулот ва хом ашё турлари билан барқарор таъминлаш чора-тадбирлари тўғрисида»ги, 2019 йил 4 октябрдаги ПҚ-4477-сон «2019-2030 йиллар даврида Ўзбекистон Республикасининг «Яшил» иқтисодиётга ўтиш стратегиясини тасдиқлаш тўғрисида»ги фармон ва қарорлари ҳамда мазкур фаолиятга тегишли бошқа меъёрий-ҳуқуқий ҳужжатларда белгиланган вазифаларни амалга оширишга ушбу диссертация тадқиқоти муайян даражада хизмат қилади.

¹Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2022 йил 28 январдаги ПФ-60 «2022-2026 йилларга мўлжалланган янги Ўзбекистон тараққиёт стратегияси тўғрисида» фармони

Тадқиқотнинг республика фан ва технологиялари ривожланиши- нинг устувор йўналишларига мослиги. Мазкур тадқиқот республика фан ва технологиялар ривожланишининг VII. «Кимёвий технологиялар ва нанотехнологиялар» устувор йўналишига мувофиқ бажарилган.

Муаммонинг ўрганилганлик даражаси. Углеводородларда эрийдиган юқори самарали ингибиторлар олиш уларнинг қўлланилиш соҳаларини аниқлаш бўйича П.К. Гогой, М.В. Ханченко, С. Раджендран, Р.М. Джоани, Р.А. Рахимкулов, R.-J. van Putten, Ричард Х. Триббл, Н.М. Дятлова, А.П. Ковальчук, Ф.Ф. Чеусов, В.Я. Темкин, Н.В. Циркульникова, Г.Ф. Ярошенко, Р.П. Ластовский, З. Виршпа, Я. Бженизинский, П.А. Дирай, С.А. Болезин, Л.И. Антропов, Н.В. Цирульникова, Б.Н. Дрикер, Ю.Н. Калимуллин, А.С. Михалев, В.К. Пинигин, Е.М. Уринович, Ф. Курбанов, А. Аловитдинов, А.Т. Джалилов, Д. Юсупов, В.П. Гуро, А. Икрамов, С.М. Турабджанов, Х.И. Акбаров, А.Ж. Холиков, Х.Э. Қодиров ва бошқалар илмий тадқиқот ишлари олиб боришган.

Улар томонидан ёғ кислоталари ва алкиламинларнинг конденсатланиш жараёнлари тадқиқ қилинган, металларнинг коррозиясини ингибирловчи бирикмалар олиниб, уларнинг эксплуатацион хусусиятлари аниқланган ва универсал ингибиторлар сифатида фойдаланиш таклиф этилган.

Шу билан бирга ёғ-мой саноатининг ёғ кислоталари мавжуд иккиламчи маҳсулотлари ҳамда госсипол смоласининг этилендиамин, диэтилентриамин, полиэтиленполиамин асосида имдозилин ҳосилалари олиш, улар асосида турли композициялар тайёрлаш, уларнинг физик-кимёвий ва технологик хоссаларини системали тадқиқ қилиш, юқори самарали углеводородларда эрийдиган синтергетик самарадор коррозия ингибиторлар ишлаб чиқаришнинг камбосқичли, энергиятежамкор технологияларини ишлаб чиқиш илмий аҳамиятга эга.

Тадқиқотнинг диссертация бажарилган илмий-тадқиқот муассасасининг илмий-тадқиқот ишлари режалари билан боғлиқлиги. Диссертация тадқиқоти Тошкент кимё-технология институти илмий тадқиқот ишлари режасининг ОТ-ФЗ-143 «d ва f электрон конфигурацияга эга металларни органик полидентат лигандлар билан тузилиши ва кимёвий боғланиш табиати, улар асосида янги белгиланган хусусиятга эга кимёвий бирикмаларни шакллантириш қонуниятларини ўрганиш» (2005-2009 йй.) ва ПЗ-20170930351 «Сув таъминоти учун коррозия, минерал тузларга қарши ва биоцидлик хусусиятли комплекс ингибиторлар синтези ва технологияси» (2017-2019 йй.) мавзуларидаги фундаментал ва амалий лойиҳалар доирасида бажарилган.

Тадқиқотнинг мақсади маҳаллий хом ашё ва саноатнинг иккиламчи маҳсулотлари асосида углеводородларда эрийдиган самарали коррозия ингибиторлари ишлаб чиқиш технологиясини яратишдан иборат.

Тадқиқотнинг вазифалари:

ёғ кислоталари ва этиленаминларнинг эритувчи муҳитида кислотали катализаторлар иштирокида конденсатланиш жараёнларини ўрганиш;

ёғ кислоталари аралашмаси асосида коррозия ингибиторлари олишнинг мақбул шароитларини аниқлаш;

ёғ кислоталари аралашмаси асосида коррозия ингибиторлари синтез қилиш учун янги эритувчилар олиш;

металларни коррозиядан ҳимояловчи ингибиторлар синтези жараёнларини тадқиқ қилиш;

коррозиядан ҳимоялашнинг гравометрик ва потенциометрик усулларини таққослаш;

маҳаллий хомашё ва саноатнинг иккиламчи маҳсулотлари асосида углеводородларда эрийдиган самарали коррозия ингибиторлари ишлаб чиқиш технологиясини яратиш.

Тадқиқотнинг объекти сифатида кимё ва нефт қазиб чиқариш ва қайта ишлаш саноати, ёғ ва кимёвий саноати иккиламчи маҳсулотлари, углеводородларда эрийдиган коррозия ингибиторлари олинган.

Тадқиқотнинг предмети маҳаллий хом ашёлар ва саноатнинг иккиламчи маҳсулотлар асосида коррозия ингибиторлари синтез қилиш, композициялар тайёрлаш, коррозияга қарши ингибиторлик ва ҳимоя хусусиятларини тадқиқ қилиш, углеводородларда эрийдиган коррозия ингибиторлар олиш технологияси ҳисобланади.

Тадқиқотнинг усуллари. Диссертация ишида ИҚ-, ПМР-, хром-масс-спектроскопик, электрон-микроскопик усуллар, элемент анализи, булардан ташқари физик-механик, технологик ва эксплуатацион хусусиятларини аниқлашда стандартлаштирилган синов услубларидан фойдаланилди.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагилардан иборат:

таркибида 13 турдаги ёғ кислоталари мавжуд ёғ-мой саноатининг иккиламчи маҳсулоти соапсток ва полиэтиленполиаминнинг паст ҳароратларда ароматик углеводородлар аралашмаси эритувчилигида кислотали катализатор иштирокида конденсатланиш билан имидозолин ҳосилалари ҳосил бўлиши исботланган;

«Uz-Kor Gas Chemical» ҚК МЧЖ иккиламчи маҳсулотлари нормал тузилишли C_{12} - C_{20} углеводородлар фракцияси - фойдаланилган иккиламчи суёқ гексан ва ТАР маҳсулот аралашмасини вакуумли ҳайдаш маҳсулоти ароматик углеводородлар бензол, толуол ва ксилоллардан иборат эритувчилар таркиби гетероцикллаш жараёнларининг самарали эритувчиси эканлиги асосланган;

соапсток ва полиэтиленполиаминнинг конденсатланишидан олинган «ИИК-Д1» сериядаги коррозия ингибиторлари СП1-УПН Шимолий Уртабулоқ нефт қудуғи шароитида қурилмаларни 90 % дан кам бўлмаган самара билан ҳимоялаши исботланган;

ёғ-мой саноатининг иккиламчи маҳсулоти соапсток ва полиэтиленполиамин асосида углеводородларда эрийдиган самарали коррозия ингибиторлари ишлаб чиқиш технологиясини яратилган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари қуйидагилардан иборат:

ёғ кислоталари ва этиленаминларнинг эритувчи муҳитида кислотали катализаторлар иштирокида конденсатланиш жараёнининг мақбул шароитлари аниқланган;

потенциометрик титрлашни қўллаш билан реакцион аралашма таркибидаги асослар сонини аниқлаш усули ишлаб чиқилган;

маҳаллий хомашё ва саноатнинг иккиламчи маҳсулотларидан имидазолин ҳосилалари асосли коррозия ингибиторларини ишлаб чиқаришнинг чиқиндисиз, экологик тоза, ресурстежамкор технология ишлаб чиқилган.

Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги таҳлилда замонавий физик-кимёвий тадқиқот услублари ва имидазолин фрагментли моддалар синтези, улар асосида композициялар тайёрлаш, коррозия ингибиторлар ишлаб чиқариш технологияларини саноатга жорий қилиниши билан тасдиқланган.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти:

Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти эритувчи ароматик углеводородлар аралашмаси иштирокида, кислотали катализаторларда ёғ кислоталари аралашмаси ва полиэтиленполиамин нисбатан паст ҳароратларда конденсатланиши орқали нефт саноати қурилмаларини коррозиядан ҳимоялаш ингибитори олиш илмий асосларини яратилганлиги билан изоҳланади.

Тадқиқот натижаларининг амалий аҳамияти маҳаллий хомашё ва саноатнинг иккиламчи маҳсулотлари асосида импорт ўрнини босадиган, имидазолин фрагментли коррозия ингибиторларнинг янги самарали таркибларини ва олиш технологиясини ишлаб чиқишга хизмат қилади.

Тадқиқот натижаларининг жорий қилиниши. Углеводородларда эрийдиган самарали коррозия ингибиторлари олиш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича олинган илмий натижалар асосида:

«ИИК-Д1» сериядаги коррозия ингибиторлари ишлаб чиқариш технологияси «Электрокимёзавад» ҚК-АЖнинг «2022-2025 йилларда амалиётга жорий этиш бўйича истиқболли ишланмалар рўйхати»га киритилган («Электрокимёзавад» ҚК-АЖнинг 2022 йил 23 февралдаги 01/3-568/А-сон маълумотномаси). Натижада, кислотали катализатор иштирокида тан нархи 1,5 - 1,8 мартга арзон бўлган коррозия ингибиторлари олишнинг энергия тежамкор технологиясини ишлаб чиқиш имконини берган;

ёғ-мой саноати иккиламчи маҳсулотлари асосида кислотали катализаторлар таъсирида «ИИК-Д1» сериядаги коррозия ингибиторлари ишлаб чиқариш технологияси «Электрокимёзавад» ҚК-АЖнинг «2022-2025 йилларда амалиётга жорий этиш бўйича истиқболли ишланмалар рўйхати»га киритилган («Электрокимёзавад» ҚК-АЖнинг 2022 йил 23 февралдаги 01/3-568/А-сон маълумотномаси). Натижада нефт қазиб чиқариш ва қайта ишлаш қурилмаларини ҳимоялаш даражаси 93 % бўлган имидазолин асосли углеводородларда эрийдаган коррозия ингибитори ишлаб чиқариш имконини берган;

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Тадқиқот натижалари 2 та халқаро ва 2 та республика илмий-амалий конференцияларида маъруза кўринишида баён этилган, ҳамда апробациядан ўтказилган.

Тадқиқот натижаларининг эълон қилинганлиги.

Диссертация мавзуси бўйича жами 20 та илмий иш чоп этилган, шулардан Ўзбекистон Республикаси Олий аттестация комиссиясининг докторлик

диссертациялари асосий илмий натижаларини чоп этиш тавсия этилган илмий нашрларда 6 та мақола, жумладан 4 таси республика ва 2 таси хорижий журналларда нашр этилган.

Диссертациянинг тузилиши ва ҳажми. Диссертация таркиби кириш қисми, тўртта боб, хулоса, фойдаланилган адабиётлар рўйхати ва иловалардан иборат. Диссертация ҳажми 115 бетни ташкил этади.

ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

Диссертациянинг кириш қисмида диссертация мавзусининг долзарблилиги, тадқиқотнинг мақсадлари ва вазифалари, объектлари ва предметлари шакллантирилган, тадқиқотнинг Ўзбекистон Республикасида фан ва технологиялар ривожланишининг устувор йўналишларига мувофиқлиги асослаб берилган. Тадқиқотнинг илмий янгилиги ва амалий натижалари баён қилинган, олинган натижаларнинг ҳаққонийлиги, назарий ва амалий аҳамияти баён қилинган, тадқиқот натижаларининг ишлаб чиқаришга жорий қилинганлиги ва синовдан ўтганлиги, эълон қилинганлиги ҳақидаги маълумотлар, диссертация тузилмаси ва ҳажми келтирилган.

Диссертациянинг **«Саноат ингибиторлари ишлаб чиқаришнинг замонавий ҳолати»** деб номланган биринчи бобида коррозиядан ҳимоялаш ва кимёвий реагентлар ҳамда иккиламчи хом ашё ресурслари асосида коррозия ингибиторларини олишга доир мавжуд усулларнинг ҳозирги ҳолати ҳамда эксплуатация шартларининг жорий ҳолати ва турли коррозия ингибиторларини қўллаш соҳаси шарҳлари тақдим этилган.

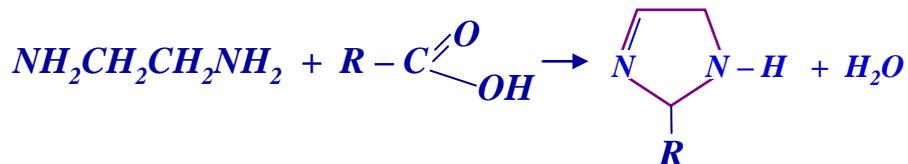
«Изланиш объектлари, олинган моддаларнинг физик-кимёвий хоссалари, олиниш ва тадқиқ қилиш усуллари» деб номланган иккинчи бобда маҳаллий хом ашё ва иккиламчи моддий ресурслар асосида янги ингибиторлар таркибларни ишлаб чиқишга, шунингдек уларни турли агрессив муҳитларда ҳимоя самарадорлигини аниқлаш йўли билан кўп мақсадли вазифаларга мўлжалланган коррозия ингибиторлари сифатида ўрганишга доир тадқиқотлар тақдим этилган. Жумладан, Имидозолин асосида коррозия ингибиторлари олиш реакцияларни ўрганиш учун диэтилендиамин, полиэтиленполиамин, олеин кислота, ёғ кислоталари аралашмаси, госсипол смоласи, эритувчилар соф бензол, ароматик углеводородлар аралашмаси (бензол, толуол ва ксилоллар)нинг айрим физик-кимёвий хоссалари келтирилган.

Ёғ кислоталари ва аминлар асосида, шу жумладан этилендиамин ва олеин кислотадан, ПЭПА ва госсипол смоласидан ҳамда этилендиамин ва ёғ кислоталари аралашмаси (соапсток)дан коррозия ингибиторлари олишнинг кислотали катализ усули баёни келтирилган.

Имидозолин ҳосилалари синтезида фойдаланиш имкониятини берувчи эритувчи таркиб, ароматик углеводородлар - бензол, толуол ва ксилоллар олишнинг янги манбалари тавсия этилган.

Олинган препаратларнинг коррозияни ингибиторлаш даражасини аниқлашнинг потенциометр ва гравиметрик усуллари таққосланган.

«Имидозолин ҳосилали коррозия ингибиторлари» деб номланган бобда имидозолин ҳосилали коррозия ингибиторлар синтез қилишнинг мақбул шароитлари аниқланган. Имидозолин ҳосилалари синтези ёғ кислоталари ва этилендиаминнинг турли нисбатларида амалга оширилади.



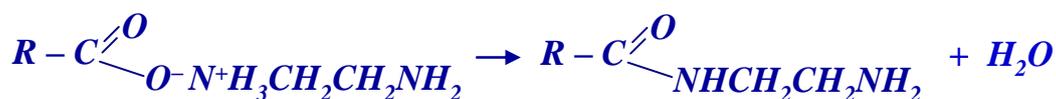
Имидазолин синтези чизиқли амидлар ҳосил бўлиш босқич орқали амалга ошиши исботланган. Реакция шароитидан келиб чиқиб, биринчи босқичда имидазолин халқасини ҳосил бўлишини таъминловчи ёғ кислоталарининг моноамид ва диамидлар ҳосил бўлади.

Юқорида айтиб ўтилганидек имидозолин ҳосилалари синтези кўп босқичли ва кўплаб оралик маҳсулотларнинг ҳосил бўлиши билан амалга ошади. Жараён кетма-кетлигини қуйидаги кимёвий реакция схемалари орқали кўрсатиш мумкин:

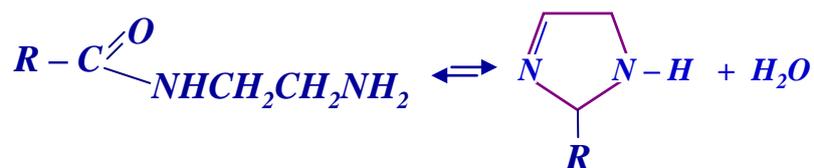
1-босқич. Ёғ кислоталарининг этилендиамин билан карбон кислота аммонийли тузлари ҳосил бўлиши:



2-босқич. Карбон кислота аммонийли тузларидан сувнинг ажралиши ва амидлар ҳосил бўлиши:

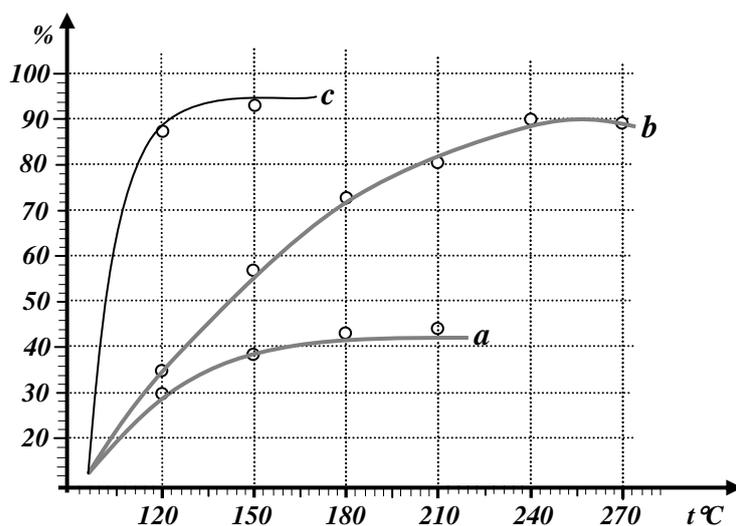


3-босқич. Карбон кислота амидларининг циклизацияси ва имидозолин ҳосилалари ҳосил бўлиши:



Ёғ кислоталари аралашмаси ва этилендиамин асосида имидазолин ҳосилалари синтез қилишнинг мақбул шароитларини аниқлаш мақсадида, ҳароратнинг таъсири 180 - 250 °С чегарасида ўрганилди, тадқиқотлар икки босқичларда кузатилди. Дастлабки реагентлар қолба – реакторга юклангандан сўнг ҳарорат 160 °С, реакциянинг 3 соат давомийлигида реакция сувнинг Дина-Старк насадкаларида йиғилиши билан амалга оширилиши диссертация ишининг 2-бобида келтирилган эди.

Сўнгра реакция 190 °С ҳароратда 8 соат давом этирилади. Синтезнинг бу босқичида ҳосил бўлган аддукт жигар рангли суюқлик бўлиб, 50 % гача кислота чизиқли амидларидан иборат бўлган оқ чўкмаси бўлади. Сувни ажратиш шунингдек 230 °С ҳарорат амалга оширилганда жигар рангдаги гомоген суюқлик ҳосил бўлади ва бунда чўкма қолмайди.



1-расм. Имидозолин ҳосил бўлиш унумининг ҳароратга боғлиқлиги: а) икки босқичли термик ишлов беришнинг биринчи босқичидан сўнг; б) икки босқичли термик ишлов беришнинг иккинчи босқичидан сўнг; в) кислотали катализатор иштирокида

Кейинги босқичда ажралувчи реакцион сувнинг миқдори аниқланиб, ҳисобланган миқдорлари билан таққослаб чиқилди (ҳисобланган миқдор имидозолиннинг тўлиқ конверсиясига нисбатан олинган).

1-жадвал

Имидозолин синтезида ажралувчи сув миқдори

Реакция шароити	Ажралган реакцион сув	Ажралиши ҳисобланган сув
икки босқичли термик ишлов беришнинг биринчи босқичидан сўнг	4.3	7.2
икки босқичли термик ишлов беришнинг иккинчи босқичидан сўнг	5.3	7.2
кислотали катализатор иштирокида	6.5	7.2

Реакцион ажралувчи ва ҳисобланган сув миқдорининг қиёсий нисбатлари (2-жадвал) дастлабки реагентларнинг мақсаддаги имидозолин бўйича юқори конверсия билан амалга ошишини тасдиқлайди.

2-жадвал

**Имидозолин синтезида ажралувчи сув миқдори
Ҳисобланган ажралувчи сув миқдори 7,2 КОН/г**

Реакция шароити	Кислота сони, КОН/г
икки босқичли термик ишлов беришнинг биринчи босқичидан сўнг	4.3
икки босқичли термик ишлов беришнинг иккинчи босқичидан сўнг	4.5
кислотали катализатор иштирокида	8.1

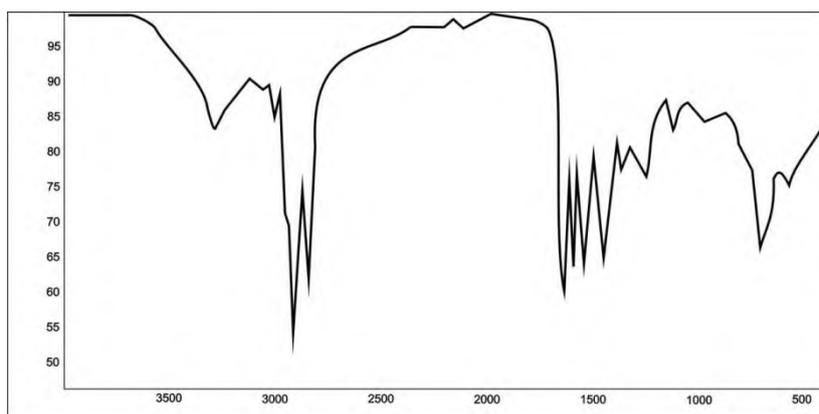
Термик ишлаб бериш 190 °С ҳароратда олиб борилганда нисбатлар катта бўлсада, 230 °С ҳароратда эса конверсиянинг кескин ортиши билан имидазолин ҳосил бўлиш унуми ортишига олиб келади.

Таҳлил натижалари шуни кўрсатдики, кислота сони 190 ва 230 °С да 4 – 5 мг КОН/г ни, катализатор иштирокида олинган маҳсулот учун эса КС = 8,1 КОН/г га тенг ва буни катализ жараёнининг кислотали хусусияти билан боғлиқ деб ҳисобладик.

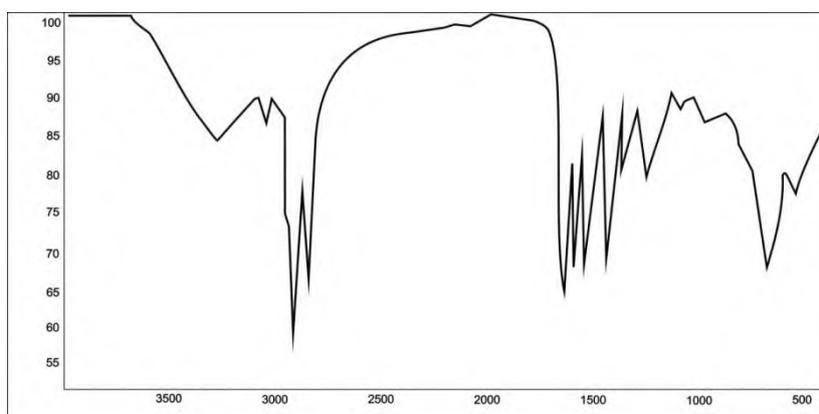
Реакция маҳсулотлари таркибини аниқлашнинг таҳлилларидан яна бири ИҚ-спектроскопиядан фойдаланишдир. 2 - 4-расмларда пахта мойи таркибига кирувчи ёғ кислоталари аралашмаси ва этилендиамин таъсирлашувидан олинган маҳсулотларнинг ИҚ-спектрлари келтирилган.

ИҚ-спектрлар «Agilent Technology FTIR-640» қурилмасида қуйидаги шароитларда олинган: қайд қилиш диапазони 4000-400 см⁻¹, стаканлари сони – 12.

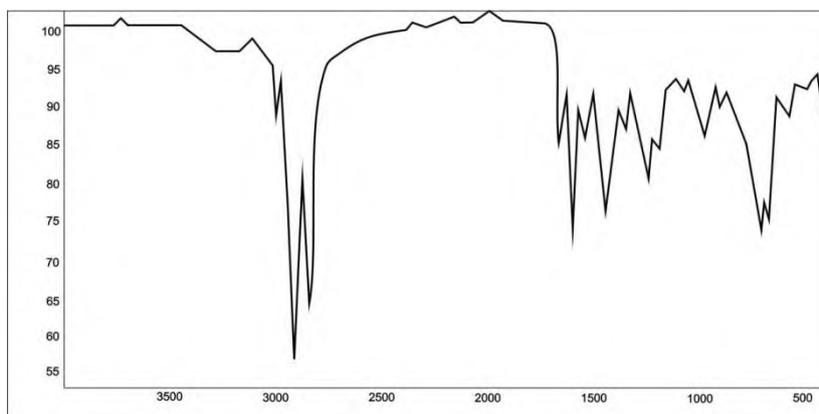
Синтезнинг аниқланаётган барча шароитларида ҳам чизикли амидаларга тегишли бўлган 1605 см⁻¹ С = N-боғга ҳос ютилиш чизиклари, 1650 ва 1550 см⁻¹ С = О-боғга ҳос ютилиш чизиклари кузатилди.



2-расм. 190 °С ҳароратда олинган намунанинг ИҚ-спектри



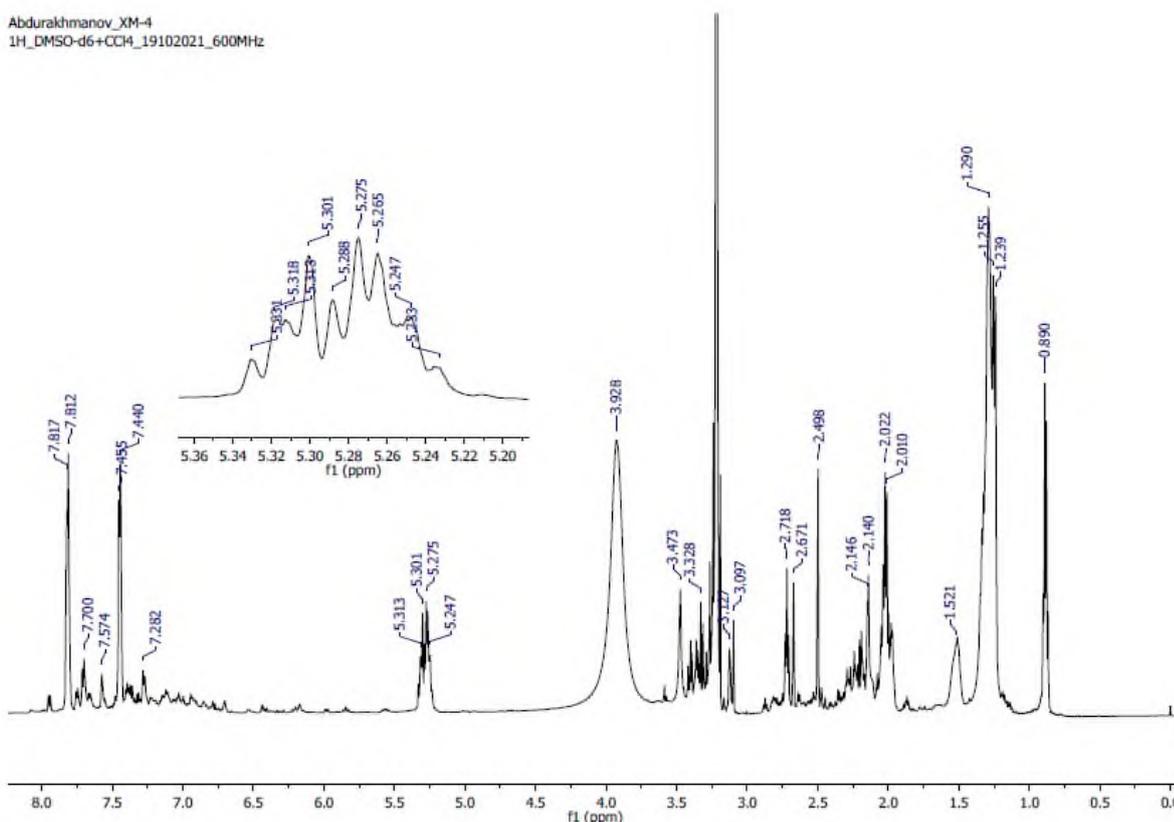
3-расм. 230 °С ҳароратда олинган намунанинг ИҚ-спектри



4-расм. Кислотали катализ орқали олинган намунанинг ИҚ-спектри

190 °С ҳароратда олинган намунанинг ИҚ-спектрида (2-расм), C=N-боғ учун хос ютилиш чизиқлари 230 °С ҳароратда ҳамда катализатор иштирокида олинган намуналарнинг ИҚ-спектридан (3- ва 4-расмлар) ҳам кузатилади. Имидазолин ҳалқаси учун хос C=N-боғ интенсив ютилиши кислотали катализ орқали олинган намунада кўпроқ. Бунда, C = N- ва C = O-боғлар учун ютилиш интенсивлиги ўзаро боғлиқлигини, бир боғнинг интенсивлиги ортиши билан иккинчисиники камайишини кўрамиз. Турли шароитлардаги тадқиқ қилинаётган намуналарнинг ИҚ-спектрлардаги C = N- боғ интенсивликларини таққослаш натижасида имидазолин ҳосилаларининг мавжудлигини исботлаш мумкин.

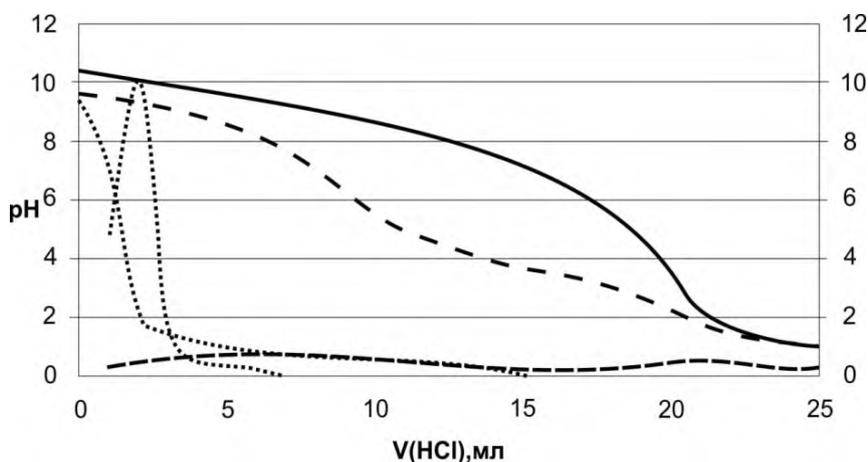
Шунингдек, ёғ кислоталари араламаси асосида олинган имидазолин ҳосилаларининг структураси ¹H ЯМР-спектроскопия усули ёрдамида ҳам ўрганилди (5-расм).



5-расм. Кислотали катализ орқали олинган намунанинг ¹H ЯМР-спектри

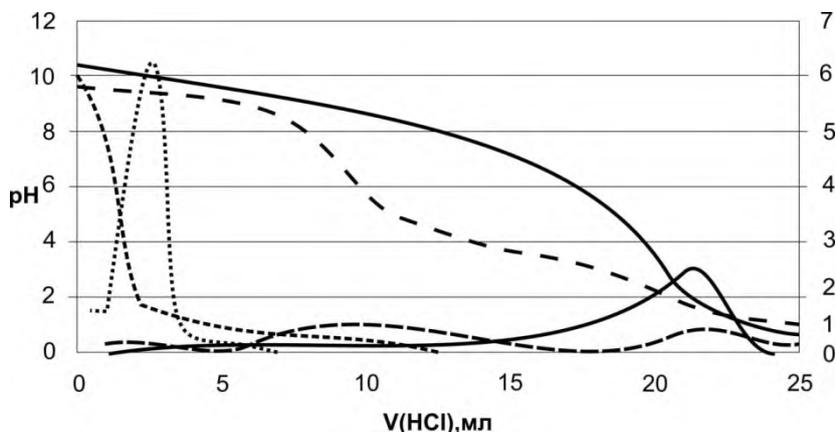
5-расмдаги ^1H ЯМР - спектрида карбокси гуруҳи билан бириккан N-H - гуруҳи протонининг кимёвий силжиши 1,45-1,92 м.у. соҳаларда синглет сигналлари кўринишида кузатилди. Имидозолин ҳалқасига хос протонларининг дублет сигналлари 7,09 - 7,22 м.у. соҳаларда кузатилди. Имидозолин метиленига тегишли протон сигналлари 4.42 - 4.47 м.у. соҳасида жойлашган. Карбокси гуруҳига тегишли метилен гуруҳи протонининг сигналлари 2,2 - 2,4 соҳаларда, карбон кислотага тегишли метилен протонларининг кимёвий силжиши эса триплет ҳолатида 5,34 м.у. соҳаларда кузатилди. Таҳлилда аниқланмаган кўплаб сигналлар кузатилиб, эритувчи аралашма таркибидаги моддаларга тегишли деб белгиланди.

Имидазолин ҳосилалари миқдорини аниқлаш учун потенциометрик титрлаш усулидан фойдаланилди. Бунинг учун ҳар бир модда потенциометрик титрлаш интеграл ва дифференциал эгрлари ясалиб, титрлаш эгрларида рН тебранишларининг ҳолати аниқланди (6 – 8-расмлар).

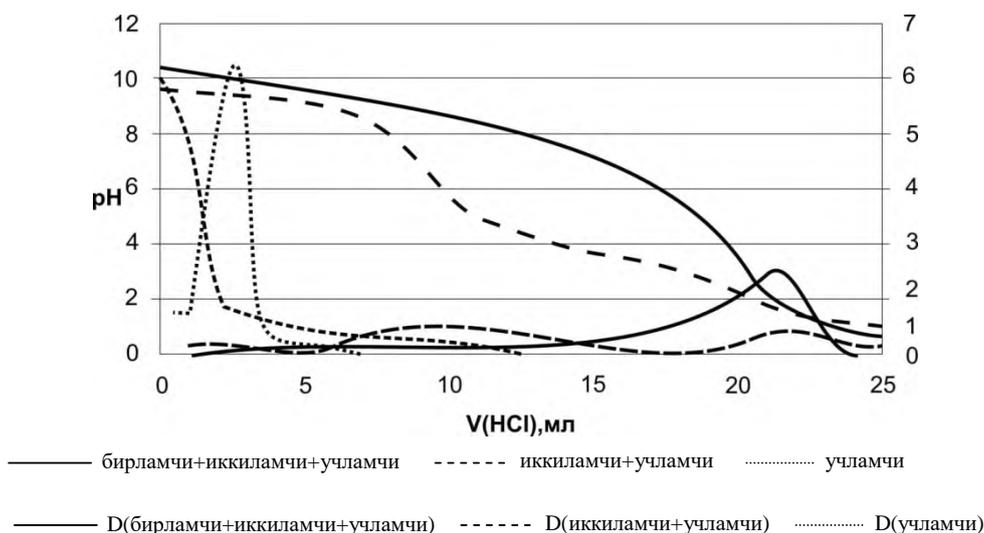


6-расм. 190 °Cда синтез қилинган реакция аралашмани титрлаш эгрлари

190 °Cда синтез қилинган маҳсулот учун учламчи аминлар учун хлорид кислота сарфи 3.2 мл, иккиламчи ва учламчи учун хлорид кислота сарфи 10.2 мл, барча аминлар учун хлорид кислота сарфи 20 мл бўлганда рН тебранишлари аниқланди.



7-расм. 230 °Cда синтез қилинган реакция аралашмани титрлаш эгрлари



8-расм. Кислотали катализ шароитида синтез қилинган реакция аралашмани титрлаш эгрилари

Ҳисоблашлар олиб борилгандан сўнг намуналардаги имидазолин ҳосилаларининг миқдори 190 °Сда олинганда 17 - 22 % ни ташкил этиши аниқланди. Айни ҳисоблашлар бошқа намуналар учун ҳам олиб борилди ва аралашмалардаги имидазолин ҳосилалари миқдори 230 °Сда ҳамда кислотали катализаторлар шароитидаги мос равишда 50 - 55 % ва 70 - 75 % эканлиги аниқланди.

Потенциометрик титрлаш усулида олинган натижалар ИҚ-спектр усулида олинган натижаларни тасдиқлайди: 230 °С ва кислотали катализаторлар иштирокида олинган намуналарнинг ИҚ-спектрдаги ютилиш чизилари интенсивлигининг ошиши, потенциометрик титрлаш орқали имидазолин ҳосилалари миқдорини ортиши билан мос келади.

Потенциометрик титрлаш усули орқали шунингдек олинган намуналар таркибидаги моддаларнинг тузилиши ҳақида хулосалар бериш мумкин. Олинган намуналардаги бирламчи аминлар миқдорининг кўп бўлиши, барча аралашмалар турли нисбатлардаги моноамид ва имидазолин ҳосилалари эканлигини исботлайди.

Шундай қилиб, имидазолин ҳосилалари синтез қилишнинг ҳароратга боғлиқлиги ва каталитик усули таққосланди. Аниқландики, пахта мой таркибига кирувчи ёғ кислоталари ва этилендиамин нисбатлари 1:1 бўлган шароитларда, синтез моноамидлар ва имидазолин ҳосилалари ҳосил бўлиши билан амалга ошади. Моноамидлар ва имидазолин ҳосилалари нисбати кўпроқ ҳароратга боғлиқ бўлади: имидазолин ҳосилалари нисбатан юқори ҳароратларда 230 °С ёки эритувчи қайнаш ҳароратлари шароитида 130 - 140 °С амалга оширилувчи кислота катализаторлигида юқори унум билан ҳосил бўлиши исботланган.

Имидазолин ҳосилалари асосидаги ингибиторлар шартли номлари: каталитик усулда олинган «ИИК-D1»; 190 °Сда синтез қилинган реакция аралашма «ИИК-D2» ва 230 °Сда синтез қилинган реакция аралашма «ИИК-D3»).

Имидозолин ҳосилалари асосидаги ингибиторларнинг коррозиядан ҳимоялаш даражасини аниқлаш. Имидозолин ҳосилалари асосидаги ингибиторлар (шартли номлари 190 °Cда синтез қилинган реакцион аралашма ИИК-D1)нинг коррозиядан ҳимоялаш даражасини аниқлаш Ст.20 маркали пўлат намуналарда гравометрик ва потенциометрик усулларда амалга оширилди. Ингибитор дозаси 20 - 40 мг/л чегараларида белгиланди. Таҷрибалар 24 соат давомида хона ҳароратида, газ конденсати-тузли сунъий эритма ҳамда нефт-тузли сунъий эритма икки фазали системаларда олиб борилди.

3-жадвал

Имидозолин ҳосилалари асосидаги ингибиторнинг Ст.20 маркали пўлатни коррозиядан ҳимоялаш даражасини аниқлаш натижалари*

Таҷрибалар муҳити	Массанинг йўқолиши, г	Коррозия тезлиги г/м ² ·соат	Ҳимоялаш даражаси, %
«ИИК- D1»			
Назорат	0,0255	0,0331	
H ₂ S тузли эритма + 70 мл газоконденсат	0,0004	0,00519	84,3
Назорат	0,0012	0,01557	-
H ₂ S тузли эритма + 70 мл нефт	0,0013	0,01428	91,6
Назорат	0,0107	0,1388889	-
H ₂ S + тузли эритма	0,00115	0,0149273	89
«ИИК-D2»			
Назорат	1,54235	0,4053	-
1:2 = сув : H ₂ S ли тузли эритма	0,3953	0,1020	74,8
Назорат	0,2985	7,8483	-
H ₂ S тузли эритма + 70 мл нефт	0,11565	2,738	65,1
Назорат	0,61865	7,5736	-
H ₂ S + тузли эритма	0,095	2,5067	66,9
«ИИК-D3»			
Назорат	0,00306	0,3952	-
1:2 = сув : H ₂ S ли тузли эритма	0,0053	0,00365	90,7
Назорат	0,0051	0,196	-
H ₂ S тузли эритма + 70 мл нефт	0,00215	0,02791	85,8
Назорат	0,001	0,01298	-
H ₂ S + тузли эритма	0,00015	0,00128	90,1

*Имидозолин ҳосилалари асосидаги ингибиторнинг ҳимоялаш даражаси «Geo Research and Development Company» МЧЖ мутахассислари томонидан амалга оширилган

Таҳлил қилинаётган муҳитлар 10 дақиқа давомида водород сульфитди билан бойитилди. Минераллашган тузли эритма таркиби KCl (163 г/л) + CaCl₂·2H₂O (34 г/л) MgSO₄ (0,14 г/л) дан иборат. Имидозолин ҳосилалари асосидаги ингибиторларнинг Ст.20 маркали пўлатни коррозиядан ҳимоялаш даражасини аниқлаш натижалари 3-жадвалга киритилган.

4-жадвал

Имидозолин ҳосилалари «ИИК-D1» асосидаги ингибиторнинг мустаҳкамлиги D маркали пўлатни углекислотали муҳитда (PCO₂=1,0 МПа), хона ҳароратида коррозиядан ҳимоялаш даражаси

Ингибитор концентрацияси, мг/л	Тажриба давомийлиги, соат	Коррозия тезлиги, г/м ² ·соат	Ҳимоялаш даражаси, %
Ингибиторсиз	20	3,7	-
20	20	0,137	96,29
Ингибиторсиз	40	3,8	-
20	40	0,172	96,46
Ингибиторсиз	60	3,5	-
20	60	0,138	96,0
Ингибиторсиз	80	3,4	-
20	80	0,135	95,94
И-1-А Эталон	80	0,3	41,17
40	80	0,2	94,12

5-жадвал

Имидозолин ҳосилалари асосидаги ингибиторнинг хлорид кислота муҳитида пўлатни коррозиядан ҳимоялаш даражасининг ҳароратга боғлиқлиги, ингибитор дозаси 20 мг/л

Хлорид кислота эритмаси	Коррозия тезлиги, г/м ² ·соат	Ҳимоялаш даражаси, %
t=30 °C; τ = 24 соат		
Ингибиторсиз	5,2	-
«ИИК-D1» ингибитори	1,3	75,0
t=40 °C; τ = 24 соат		
Ингибиторсиз	48	-
«ИИК-D1» ингибитори	0,6	99,0
t=60 °C; τ = 4 соат		
Ингибиторсиз	13	-
«ИИК-D1» ингибитори	2,0	98,0
t=80 °C; τ = 4 соат		
Ингибиторсиз	610	-
«ИИК-D1» ингибитори	2,0	99,6
t=100 °C; τ = 1 соат		
Ингибиторсиз	1020	-
«ИИК-D1» ингибитори	4,3	99,5

«ИИК-D1» серияли коррозия ингибиторлари ишлаб чиқариш технологияси» деб номланган тўртинчи бобда тадқиқотлар объекти сифатида танланган Шимолий Уртабулоқ тасарруфидаги нефт қудуқларидаги коррозия жароёнларни ўрганиш ва қурилмаларни ҳимоялаш бўйича тавсиялар ишлаб чиқилган.

Ўрганилаётган даврда СП1-УПН Шимолий Уртабулоқ нефт қудуғининг мониторинг бўйича коррозия тезлиги ўртача кўрсаткичлари йилига 0,0111 мм, руҳсат этилган меъёрлардан (ДСК йилига 0,1 мм) кўп эканлиги аниқланган. Назорат пунктидан олинган коррозия гувоҳ-пластина намунасида коррозия юза бўйича тенг қопланган. Лоқал коррозия таъсирларидан коррозия доғларни кузатиш мумкин.

Шимолий Уртабулоқ СП1-УПН, СП2-УПН ва СП3-УПН нефт қудуғлари марказий тизимларини коррозиядан ҳимоялаш учун даврий (бир ойда камида 7 сутка) равишда коррозия ингибитори юклаш (бир тонна нефтга 20 - 25 грамм миқдорида) тавсия этилади.

6-жадвал

Шимолий Уртабулоқ кони СП1-УПН объекти нефт қудуқлари қурилмаларини коррозия мониторинги натижалари (намуна платиналари 2021 йилнинг 25 апрелида жойлаштирилиб, 30 июнида олинган)

Мониторинг объекти номи	Намуна	Қун	Намуна жойлангунга қадар массаси, г	Намуна ечилгандан кейинги массаси, г	Масса йўқотилиши, г	Пластина юзаси, м ²	Коррозия ўртача тезлиги Мм/ст
СП1-УПН	№1	66	40.4340	40.4151	0.0189	0.003136	0.0045
СП2-УПН	№2	66	41.9184	40.98	0.9384	0.003129	0.3110
СП3-УПН	№3	66	40.0177	39.9794	0.0383	0.002530	0.0131

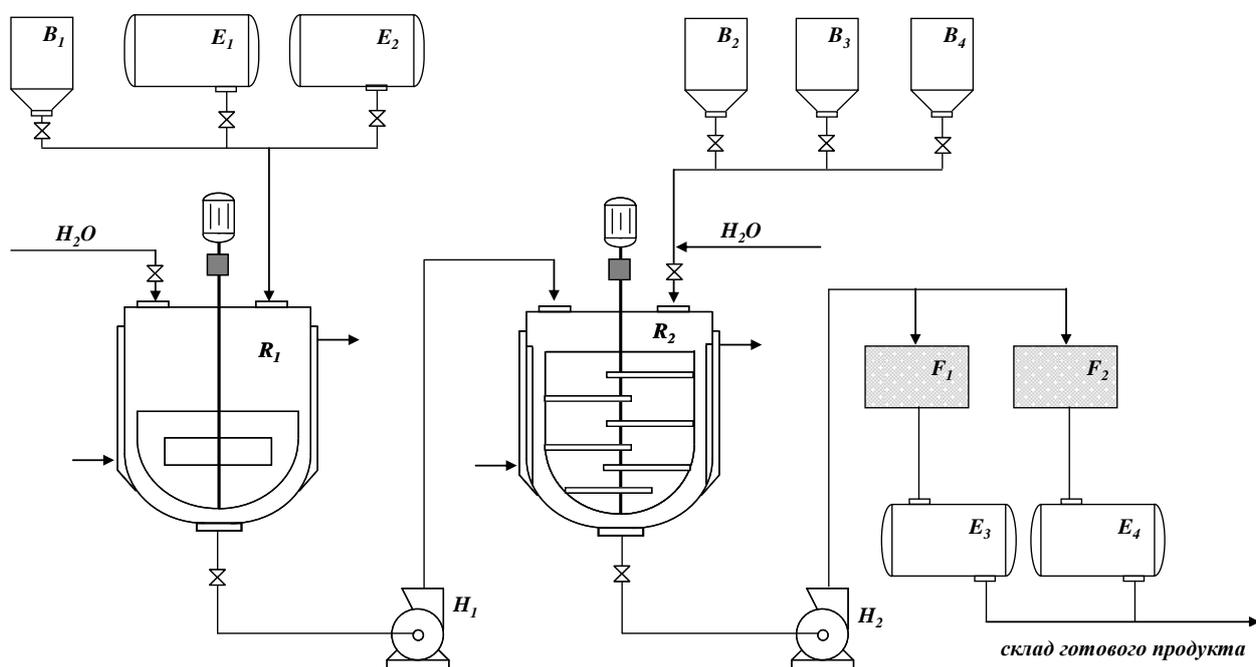
«ИИК-D1» сериядаги коррозия ингибиторлари, нефт газ саноати қурилмаларини водород сульфидли коррозиядан ҳимоялаш учун қўлланилади. «ИИК-D1» препарати, сульфат ва хлорид кислотани темир йўл цистерналарида ташиш, сақлаш учун ҳамда саноатнинг бошқа тармоқларида фойдаланилиши мумкин.

«ИИК-D1» сериядаги коррозия ингибитори ишлаб чиқариш технологик жароёни қуйидаги босқичларни қамраб олади (8-расм).

Яқорли аралаштиргич ва ташқи истиш ҳамда совитиш мосламаси билан жиҳозланган қурилма - реакторга ҳисобланган миқдорларда эритувчи ва ёғ кислоталари аралашмаси (ёки госсипол смоласи) юборилади. Интенсив аралаштириб турилган шароитда ёғ кислоталари аралашмаси ва эритувчи бир турли масса бўлгунга қадар аралаштирилади. Зарурат бўлган ҳолда реакторнинг иситиш мосламасига иссиқ сув юбориш орқали 40 °С ҳарорат кўтарилиши мумкин, бунда ёғ кислоталари аралашмаси тезроқ эрийди. Сўнгра реакторга кислотали катализатор юкланиб, ҳароратни 60 °С гача кўтарилади ва аралаштириш давом эттирилади. Бунда ёғ кислоталари тўлиқ эриши кузатилади. Сўнгра айна ҳароратда реакторга этилендиамин (диэтилентриамин ёки полиэтиленполиамин) юкланади ва ҳарорат аста секин 130 - 140 °С кўтарилиб

сув ажратилиши таъминланади. Реактордан чиқувчи ёғ кислоталари таркибидаги намлик, реакция натижасида ҳосил бўлувчи сув ҳамда сув-эритувчи азеотроп аралашма, реакторнинг юқори қисмига ўрнатилган совитгичда совутилиб, фаза ажратгич ёрдамида ажратлиб, сув қисми тозалашга, органик қисми - эритувчи (ароматик углеводородлар), этилендиамин мунтазам реакторга қайтарилиб турилади.

Бу жараён 6 - 8 соат давом эттирилиб, реакция тугаганлиги азот миқдори бўйича таҳлиллар орқали назорат қилинади. Тайёр маҳсулот таркибида органик ва ноорганик қўшимчалар, реакциянинг қаттиқ қўшимча маҳсулотлари қолишини олидини олиш учун, филтрдан («Бельтинг» матоли филтр) ўтказилади. Филтрат тайёр маҳсулот учун режалаштирилган сиғимларга жойланиб, тайёр маҳсулот омборига юборилади.



8-расм. «ИИК-Д1» сериядаги коррозия ингибитори ишлаб чиқариш технологияси

E_1 , E_2 - полиэтиленполиамин (диэтилентриамин ёки этилендиамин) учун сиғимлар; B_1 , B_2 , B_3 , B_4 - госсипол смоласи (эркин ёғ кислотаси ёки ёғ кислоталари) учун бункерлар; R^1 - аралаштиргич ва ташқи иситиш ёки совитиш мосламаси билан жиҳозланган реактор; H_1 - насос; F_1 и F_2 - филтрлар; E_3 и E_4 - тайёр маҳсулот учун сиғим

Ушбу тавсия этилаётган технология бўйича Тошкент кимё-технология институти ва «Geo Research and Development Company» ОАЖ билан ҳамкорликда тажриба синовлари «Электрокимёзаводи» ҚК-АЖда олиб борилиб, 500 кг миқдорида коррозия ингибитори ишлаб чиқарилган («Электрокимёзаводи» ҚК-АЖ маълумотномаси).

ХУЛОСАЛАР

1. Ёғ-мой саноатининг иккиламчи маҳсулоти соапсток ва полиэтилен-полиаминнинг паст ҳароратларда ароматик углеводородлар аралашмаси эритувчилигида кислотали катализатор иштирокида конденсатланиш билан имидазолин ҳосилалари синтез қилинган.

2. «Uz-Kor Gas Chemical» ҚК МЧЖ иккиламчи маҳсулотлари фойдаланилган иккиламчи суюқ гександа эритилган ТАР маҳсулот асосида вакуумли ҳайдаш билан ароматик углеводородлар бензол, толуол ва ксилоллардан иборат эритувчилар ишлаб чиқариш технологияси тавсия этилиб, гетероцикллаш жараёнларининг самарали эритувчиси сифатида қўлланилган.

3. Соапсток ва полиэтиленполиаминнинг конденсатланишидан олинган имидазолин ҳосилали коррозия ингибитори «ИИК- D1» СП1-УПН Шимолий Ўртабулоқ нефт қудуғи шароитида қурилмаларни ҳимоялаш даражаси 90 % кам эмаслиги аниқланган.

4. «ИИК-D1» сериядаги коррозия ингибиторлари ишлаб чиқариш технологиялари ишлаб чиқилган. Меъёрий-техник ҳужжатлар - техник кўрсатмалар, технологик регламентлар ва спецификациялар тайёрланган, тасдиқланган ва истеъмолчи билан келишилган.

5. «ИИК-D1» сериядаги коррозия ингибиторларининг 500 кг тажриба партияси Навоий шаҳридаги «Электрокимёзавод» АЖ-ҚҚда ишлаб чиқарилиб, шимолий Ўртабулоқ нефт қудуқда реал шароитларда синовдан ўтказилди. Ингибитор ўзининг физик-кимёвий, органолептик ва операцион хусусиятларига кўра хорижда сотиб олинган СНПХ сериядаги ингибиторларидан кам эмаслиги аниқланган. Тавсия этилган технология бўйича олинган ингибиторнинг нархи мавжудларидан 1,5-1,8 баробар арзон ва бунда корхонанинг иқтисодий самараси 2 млрд. сўм.

**НАУЧНЫЙ СОВЕТ DSc.03/30.12.2019.Т.04.01
ПО ПРИСУЖДЕНИЮ УЧЕНЫХ СТЕПЕНЕЙ ПРИ
ТАШКЕНТСКОМ ХИМИЧЕСКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМ ИНСТИТУТЕ
ФЕРГАНСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ**

ДАВЛЯТОВА ЗУЛЬФИЯ МУРАТОВНА

**СИНТЕЗ И ТЕХНОЛОГИЯ ИНГИБИТОРОВ КОРРОЗИИ
ПРОИЗВОДНЫХ ИМИДОЗОЛИНА**

02.00.14 - Технология органических веществ и материалов на их основе

**АВТОРЕФЕРАТ ДИССЕРТАЦИИ ДОКТОРА ФИЛОСОФИИ (PhD)
ПО ТЕХНИЧЕСКИМ НАУКАМ**

Ташкент - 2023

Тема диссертации доктора философии (PhD) по техническим наукам зарегистрирована под номером B2022.4.PhD/T3426 Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистана.

Диссертация выполнена в Ферганском политехническом и Ташкентском химико-технологическом институтах.

Автореферат диссертации на трёх языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещён на веб-странице Научного совета www.tkti.uz и Информационно-образовательном портале «ZiyoNet» по адресу (www.ziynet.uz).

Научные руководитель:

Кадиров Хасан Иргашевич
доктор технических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Икрамов Абдувахоб
доктор технических наук, профессор

Эшметов Иззат Дусмбетович
доктор технических наук, профессор

Ведущая организация:

Ташкентский государственный технический университет им. Ислама Каримова

Защита диссертации состоится «23» марта 2023 года в 11⁰⁰ часов на заседании разового Научного совета под номером DSc.03/30.12.2019.T.04.01 при Ташкентском химико-технологическом институте (Адрес: 100011, г.Ташкент, Шайхонтохурский район, улица А.Навои, 32. Тел.: (99871) 244-79-20, факс: (99871) 244-79-17, e-mail: tkti_info@edu.uz). Административный корпус Ташкентского химико-технологического института, 2 этаж, конференц-зал).

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-ресурсном центре Ташкентского химико-технологического института (зарегистрирован под номером №509). Адрес: (100011, г. Ташкент, Шайхонтохурский район, ул. А.Навои, 32. Тел.: (99871) 244-79-20).

Автореферат диссертации разослан « 3 » марта 2023 года.
(протокол рассылки №298 от « 3 » марта 2023 года).

С.М. Туробжанов
Председатель Научного совета
по присуждению учёной степени,
д.т.н., профессор

М.Ю. Юнусов
Учёный секретарь Научного совета
по присуждению учёной степени,
д.т.н., профессор

Г. Рахмонбердиев
Председатель Научного семинара при
Научном совете по присуждению учёной
степени, д.х.н., профессор, академик

ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации доктора философии (PhD))

Актуальность и востребованность темы диссертации. На сегодняшний день одной из важных задач современной нефтехимической промышленности является создание новых ингибиторов коррозии конструкционных сталей и повышение эффективности их использования. В результате ускорения коррозионных процессов потери металла очень велики, а объем затрат вследствие аварий на трубопроводах, промышленном химико-технологическом оборудовании и т.д. возрастает. Получение полифункциональных гетероциклических соединений на основе многотонных олефинов, гликолей, аминов, обладающих активностью по предотвращению разложения материалов в агрессивной среде считается актуальным.

В период бурного развития химической и нефтегазоперерабатывающей промышленности в мире ведутся научные исследования методов получения и состава основных классов органических ингибиторов, характера коррозионных процессов, защиты конструкционных материалов при добыче и переработке углеводородов. В связи с этим достигнуты определенные результаты в направлении производства органических ингибиторов коррозии нового поколения, а также уделяется отдельное внимание обеспечению импортозамещающей химической продукцией.

В нашей республике реализуются мероприятия в области создания и производства высокоэффективных ингибиторов коррозии на основе местного сырья и вторичных материальных ресурсов, и достигаются определенных результатов. В стратегии развития нового Узбекистана поставлены важные задачи по «повышению конкурентоспособности национальной экономики за счет углубления структурных преобразований с учетом освоения производства принципиально новых видов продукции и технологий, модернизации и диверсификации ее ведущих отраслей, в том числе химической промышленности»¹. Реализация этих задач, в том числе разработка ресурсосберегающих технологий на базе местного сырья и вторичных продуктов, создание эффективных ингибиторов коррозии, замещающих импорт, имеет важное значение.

Данное исследование в определенной степени служит выполнению задач, предусмотренных в Указе Президента Республики Узбекистан от 28.01.2022 года УП-60 «О новой стратегии развития Республики Узбекистан на 2022-2026 годы», «О стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан», Постановлении Президента Республики Узбекистан ПП- 3479 от 17.01.2018 года «О мерах по устойчивому обеспечению сырьём и продукцией высоко потребляемых отраслями экономики страны», ПП- 4477 от 04.10.2019 года «Об утверждении стратегии перехода к «Зеленой» экономике Республики Узбекистан в период 2019-2030 гг.», а также в других нормативно-правовых документах, принятых в данной сфере.

¹ Указ Президента Республики Узбекистан от 28 января 2022 года УП-60 «О стратегии развития нового Узбекистана на 2022-2026 годы»

Соответствие исследований приоритетным направлениям развития республиканской науки и техники. Данное исследование выполнено в соответствии с приоритетными направлениями развития науки и технологий республики VII. «Химические технологии и нанотехнологии».

Степень изученности проблемы. Научным исследованием по получению высокоэффективных углеводородорастворимых ингибиторов и выявлению областей их применения занимались П.К. Гогой, М.В. Ханченко, С. Раджендран, Р.М. Джоани, Р.А. Рахимкулов, R.-J. van Putten, Ричард Х. Триббл, Н.М. Дятлова, А.П. Ковальчук, Ф.Ф. Чеусов, В.Я. Темкин, Н.В. Цикульникова, Г.Ф. Ярошенко, Р.П. Ластовский, З. Виршпа, Я. Бженизинский, П.А. Дирай, С.А. Болезин, Л.И. Антропов, Н.В. Цирульникова, Б.Н. Дрикер, Ю.Н. Калимуллин, А.С. Михалев, В.К. Пинигин, Е.М. Уринович, Ф. Курбанов, А. Аловитдинов, А.Т. Джалилов, Д. Юсупов, В.П. Гуро, А. Икрамов, С.М. Турабджанов, Х.И. Акбаров, А.Ж. Холиков, Х.Е. Кадыров и другие.

Ими были изучены процессы конденсации жирных кислот и алкиламинов, получены соединения, тормозящие коррозию металлов, определены их эксплуатационные свойства и предложено их использование в качестве универсальных ингибиторов.

При этом получение производных имдозилина на основе вторичных продуктов масложировой промышленности, содержащих жирные кислоты и смолы госсипола этилендиамина, диэтилентриамина, полиэтиленполиамина, приготовление на их основе различных композиций, систематические исследования их физико-химических и технологических свойств, разработка молоступенчатых, энергосберегающих технологий производства синергетических эффективных ингибиторов коррозии, растворимых в высокоэффективных углеводородах имеет научное значение.

Связь диссертационного исследования с планами научно-исследовательских работ высшего образовательного учреждения, в котором выполнена диссертация. Диссертационное исследование выполнено в рамках плана научно-исследовательских работ по фундаментальным и прикладным проектам Ташкентского химико-технологического института ОТ-ФЗ-143 «Исследование строения и характера химической связи металлов с d- и f-электронной конфигурацией с органическими полидентатными лигандами, образование на их основе химических соединений с вновь определенными свойствами» (2005-2009) и ПЗ-20170930351 «Технология и синтез комплексных ингибиторов с антикоррозионными, антиминеральными солевыми и биоцидными свойствами» (2017-2019).

Цель исследования заключается в создании технологии производства эффективных углеводородорастворимых ингибиторов коррозии на основе местного сырья и вторичных продуктов промышленности.

Задачи исследования:

изучение процессов конденсации жирных кислот и этиленаминов в среде растворителей в присутствии кислотных катализаторов;

определение оптимальных условий получения ингибиторов коррозии на основе смеси жирных кислот;

получение новых растворителей для синтеза ингибиторов коррозии на основе смеси жирных кислот;

исследование процессов синтеза ингибиторов защиты металлов от коррозии;

сравнение гравиметрического и потенциометрического методов защиты от коррозии;

создание технологии производства эффективных углеводородо-растворимых ингибиторов коррозии на основе местного сырья и вторичных продуктов промышленности.

Объектом исследования являются вторичные продукты химической, нефтедобывающей, перерабатывающей и масложировой промышленности, а так же растворимые в углеводородах ингибиторы коррозии.

Предметом исследования является синтез ингибиторов коррозии на основе местного сырья и вторичных продуктов промышленности, приготовление композиций, исследование антикоррозионных и защитных свойств, получение растворимых в углеводородах ингибиторов коррозии.

Методы исследования. В диссертационной работе использованы ИК-, ПМР-, хром-масс-спектроскопический, электронно-микроскопический методы анализа, элементный анализ, кроме этого использованы стандартизированные методы испытаний для определения физико-механических, технологических и эксплуатационных характеристик.

Научная новизна исследования заключается в следующем:

доказано, что производные имидазолина образуются при конденсации соапстока, вторичного продукта нефтяной промышленности, содержащего 13 видов жирных кислот, и полиэтиленполиамина в растворителе смеси ароматических углеводородов при низких температурах в присутствии кислотного катализатора;

обосновано, что состав растворителей, состоящий из вторичных продуктов СП ООО «Uz-Kor Gas Chemical» углеводородной фракции C12 - C20 с нормальным строением - отработанного вторичного жидкого гексана и продуктов вакуумной перегонки смеси ТАР продуктов, ароматических углеводородов, бензола, толуола и ксилола является эффективным растворителем процессов гетероциклизации;

ингибиторы коррозии серии «ИИК-Д1», полученные при конденсации соапстока и полиэтиленполиамина СП1-УПН, зарекомендовали себя в условиях нефтяной скважины Северный Уртабулок с эффективностью не менее 90% для защиты оборудования;

создана технология получения эффективных углеводородо-растворимых ингибиторов коррозии на основе соапстока - вторичного продукта масложировой промышленности и полиэтиленполиамина.

Практические результаты исследования заключаются в следующем:

определены оптимальные условия протекания процесса конденсации в присутствии кислотных катализаторов в среде растворителей жирных кислот и этиленаминов;

разработан метод определения количества оснований в реакционной смеси с помощью потенциометрического титрования;

разработана безотходная, экологически чистая, ресурсосберегающая технология производства ингибиторов коррозии на основе производных имидазолина из местного сырья и вторичных продуктов промышленности.

Достоверность результатов исследования. Результаты анализов современных физико-химических методов исследования и синтеза веществ с фрагментами имидазолина, приготовления композиций на их основе подтверждены внедрением в промышленность технологий производства ингибиторов коррозии.

Научная и практическая значимость результатов исследований.

Научная значимость результатов исследований заключается в создании научных основ получения ингибитора для защиты от коррозии оборудования нефтяной промышленности путем конденсации смеси жирных кислот и полиэтиленполиамина при относительно низких температурах в присутствии растворителя-смеси ароматических углеводородов.

Практическая значимость результатов исследований заключается в разработке новых эффективных составов и технологии производства импортозамещающих имидазолиновых фрагментных ингибиторов коррозии на основе местного сырья и вторичных продуктов промышленности.

Внедрение результатов исследования. На основании научных результатов, полученных при разработке технологии получения эффективных ингибиторов коррозии, растворимых в углеводородах внедрены в практику следующие разработки:

технология производства ингибиторов коррозии серии «ИИК-D1» включено «в список перспективный проектов по внедрению на 2022-2025 года» на СП-АО «Электрохимзавод» (справка № 01/3-568/А СП-АО «Электрохимзавод» от 23.02.2022). В результате это позволило разработать энергосберегающую технологию получения ингибиторов коррозии с использованием кислотного катализатора, себестоимость которых в 1,5-1,8 раза меньше;

производство ингибиторов коррозии серии «ИИК-D1» на основе вторичных продуктов масложировой промышленности в присутствии кислотных катализаторов включено «в список перспективный проектов по внедрению на 2022-2025 года» на СП-АО «Электрохимзавод» (справка № 01/3-568/А СП-АО «Электрохимзавод» от 23 февраля 2022 г.). В результате удалось получить растворимый в углеводородах ингибитор коррозии на основе имидазолина со степенью защиты 93 % для объектов добычи и переработки нефти;

Апробация результатов исследования. Результаты данного исследования были представлены в виде доклада и обсуждены на 2 международных и 2 республиканских научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования. Всего по теме диссертации опубликовано 20 научных работ. Из них 6 научных статей в том числе 4 в республиканских и 2 в зарубежных журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Республики Узбекистан для публикации основных результатов докторских диссертаций.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованной литературы и приложений. Объем диссертации составляет 115 страниц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении сформулированы актуальность и востребованность проведенной диссертационной работы, цель, задачи, предмет и объекты исследований, а также обосновано соответствие исследований приоритетным направлениям развития науки и технологий Республики Узбекистан. Изложены научная новизна и практические результаты исследования, раскрыта научная и практическая значимость полученных результатов, представлены сведения о внедрении, апробации результатов исследования и структуре и объеме диссертации.

В первой главе диссертация **«Современное состояние производства промышленных ингибиторов»** приведен обзор современного состояния существующих способов и условий эксплуатации для защиты от коррозии и получения ингибиторов коррозии на основе химических реагентов и вторичного сырья, а также области применения различных ингибиторов коррозии.

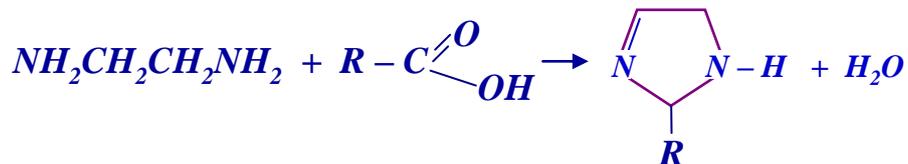
Во второй главе **«Объекты исследования, физико-химические свойства полученных веществ, методы получения и исследования»** представлены исследования по разработке новых ингибиторных композиций на основе местного сырья и вторичных материальных ресурсов, а также их изучение в качестве универсальных ингибиторов коррозии путем определения их защитной эффективности в различных агрессивных средах. В частности, для изучения реакций получения ингибиторов коррозии на основе имидозолина приведены некоторые физико-химические свойства диэтилендиамина, полиэтиленполиамина, олеиновой кислоты, смеси жирных кислот, госсиполовой смолы, растворителей чистого бензола, смеси ароматических углеводородов (бензола, толуола и ксилолов).

Представлено описание кислотно-каталитического метода получения ингибиторов коррозии на основе жирных кислот и аминов, в том числе этилендиамина и олеиновой кислоты, ПЭПА и госсиполовой смолы, а также смеси этилендиамина и жирных кислот (соапсток).

Рекомендованы новые источники получения композиции растворителей, ароматических углеводородов - бензола, толуола и ксилолов, позволяющие использовать их в синтезе производных имидозолина.

Сопоставлены электрохимический и гравиметрический методы определения уровня ингибирования коррозии полученных препаратов.

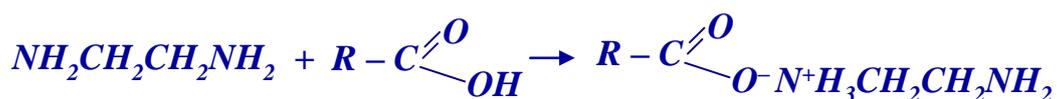
В главе под названием «Ингибиторы коррозии производных имидазолина» определены оптимальные условия синтеза ингибиторов коррозии производных имидазолина. Синтез производных имидазолина осуществляется в различных соотношениях жирных кислот и этилендиамина.



Доказано, что синтез имидазолина осуществляется через стадию образования линейных амидов. В зависимости от условий реакции на первой стадии образуются моноамиды и диамиды жирных кислот, обеспечивающие образование имидазолинового кольца.

Как указывалось выше, синтез производных имидазолина является многостадийным и протекает с образованием множества промежуточных продуктов. Последовательность процесса можно показать следующими схемами химических реакций:

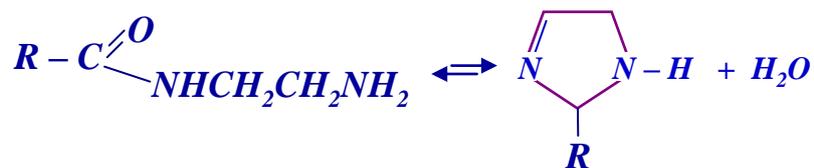
Стадия 1. Образование аммонийных солей жирных кислот с этилендиамином:



Стадия 2. Выделение воды из аммонийных солей угольной кислоты и образование амидов:



Стадия 3. Циклизация амидов карбоновых кислот и образование производных имидазолина:



С целью определения оптимальных условий синтеза производных имидазолина на основе смеси жирных кислот и этилендиамина было изучено влияние температуры в пределах 180 – 250 °С, исследования проводились в два этапа. Осуществление реакции со сбором реакционной воды в насадках Дина-Старка в течение 3 часов при температуре 160 °С после загрузки исходных реагентов в колбу-реактор представлено во второй главе диссертации.

Затем реакция была продолжена при температуре 190 °С в течение 8 часов. Аддукт, образующийся на этой стадии синтеза, представляет собой коричневую жидкость с белым осадком, состоящим до 50% из линейных амидов кислот. При

отделении воды при температуре 230 °С образуется однородная жидкость коричневого цвета и в ней не остается осадка.

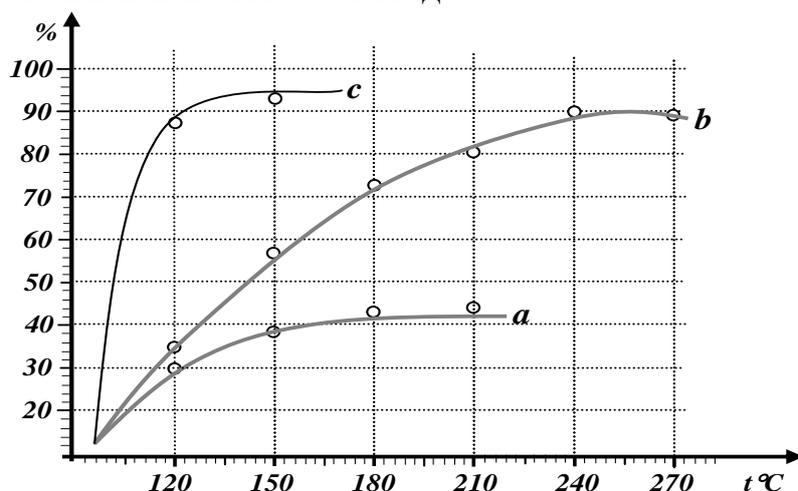


Рис. 1. Зависимость выхода образования имидозолина от температуры:

а) после первой стадии двухстадийной термообработки; б) после второй стадии двухстадийной термообработки; в) в присутствии кислотного катализатора.

На следующей стадии было определено количество отделенной реактивной воды и проведено сравнение с расчетным количеством (рассчитанное количество брали по отношению к полной конверсии имидозолина).

Таблица 1

Количество выделенной воды при синтезе имидозолина

Условия реакции	Количество воды, выделенной при реакции	Расчетное количество выделенной воды
после первой стадии двухстадийной термообработки	4.3	7.2
после второй стадии двухстадийной термообработки	5.3	7.2
в присутствии кислотного катализатора	6,5	7.2

Сравнительные соотношения выделенного при реакции и расчетного количества воды (табл. 2) подтверждают высокую конверсию исходных реагентов в целевой имидозолин. Хотя пропорции при проведении термического производства при 190 °С большие, проведение процесса при температуре 230 °С приводит к увеличению выхода образования имидозолина с резким увеличением конверсии.

Таблица 2

Количество выделяемой воды при синтезе имидозолина

Расчетное количество выделенной воды составляет 7,2 КОН/г.

Условия реакции	Кислотное число, КОН/г
после первой стадии двухстадийной термообработки	4.3

после второй стадии двухстадийной термообработки	4,5
в присутствии кислотного катализатора	8.1

Результаты анализа показали, что кислотное число при 190 – 230 °С составляет 4-5 мг КОН/г, а для продукта, полученного в присутствии катализатора КЧ = 8,1 КОН/г, было принято, что это связано с кислотными свойствами процесса катализа.

Другим анализом для определения состава продуктов реакции является использование ИК-спектроскопии. На рисунках 2-4 представлены ИК-спектры смеси жирных кислот, входящих в состав хлопкового масла, и продуктов реакции этилендиамина.

ИК спектры получены на приборе "Agilent Technology FTIR-640" при следующих условиях: диапазон регистрации 4000-400 см⁻¹, количество сканов - 12.

При всех определяющих условиях синтеза наблюдаются линии поглощения при 1605 см⁻¹ C = N-связи и линии поглощения при 1650 и 1550 см⁻¹ C = O-связи, соответствующие линейным амидам.

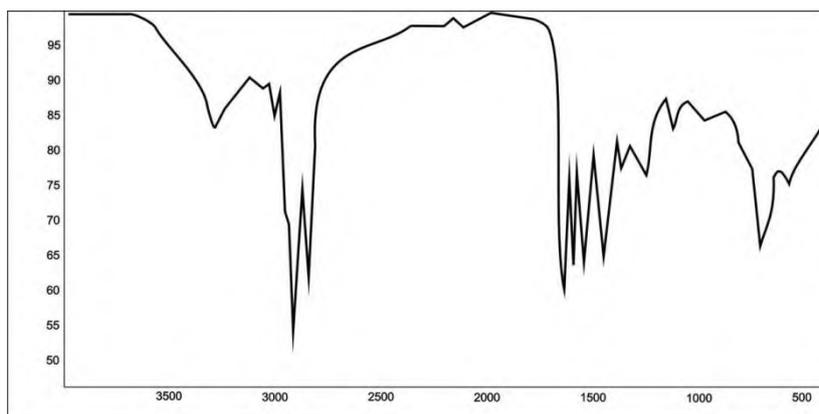


Рис. 2. ИК-спектр образца, снятый при температуре 190 °С

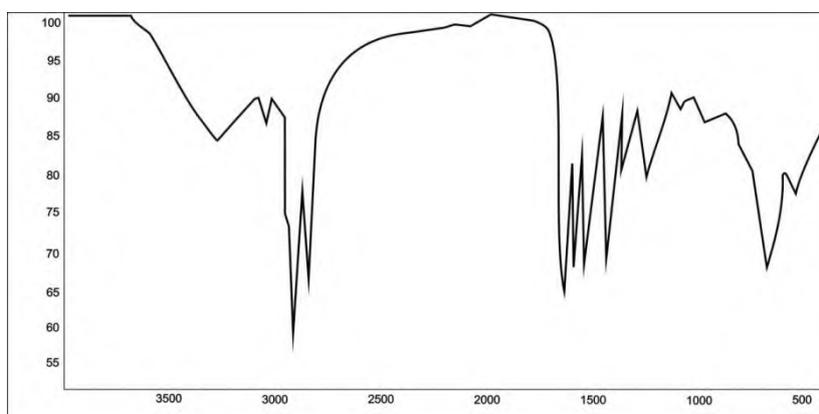


Рис.3. ИК-спектр образца, снятый при температуре 230 °С

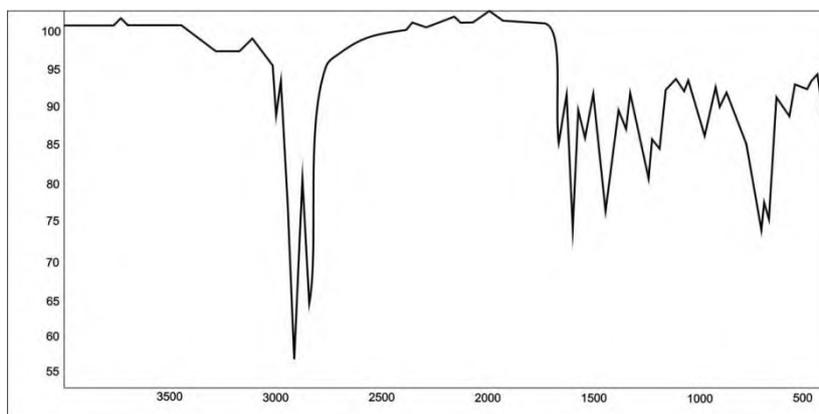


Рис. 4. ИК-спектр образца, полученного кислотным катализом.

Имеющиеся характерные линии поглощения для связи C=N в ИК-спектре образца, снятого при температуре 190 °С (рис. 2), также наблюдаются по ИК-спектру образцов, полученных при температуре 230 °С и в присутствии катализатора (рис. 3 и 4). Интенсивность поглощения C=N-связи, характерная для имидазолинового кольца, выше в образце, полученного при кислотном катализе. Здесь мы видим, что интенсивность поглощения для C=N- и C=O-связей взаимосвязана, при увеличении интенсивности одной связи интенсивность другой уменьшается. Доказать существование производных имидазолина можно путем сравнения интенсивностей связи C=N- в ИК-спектрах исследуемых образцов в разных условиях.

Также структура производных имидазолина, полученных на основе смеси жирных кислот также была изучена методом ¹H ЯМР-спектроскопии (рис. 5).

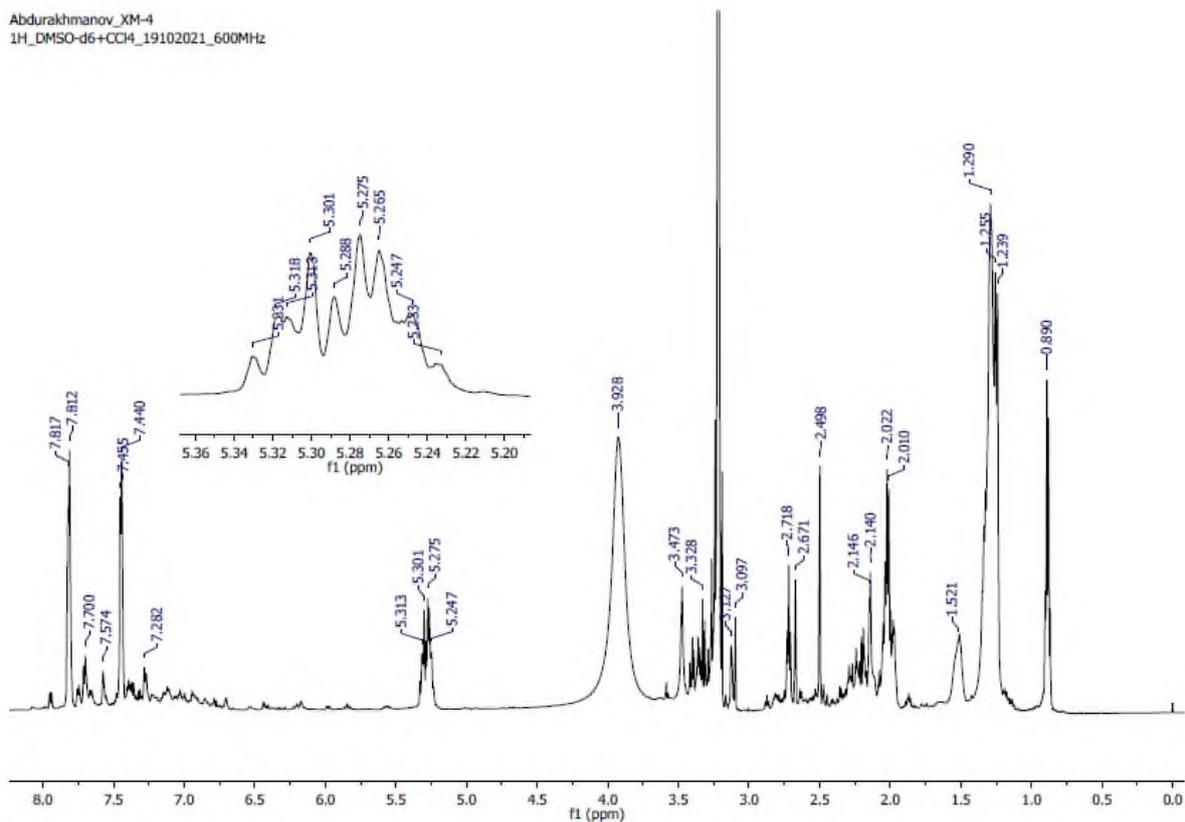


Рис. 5. ¹H ЯМР-спектр образца, полученного кислотным катализом

На спектре ^1H ЯМР на рисунке 5 химический сдвиг протона группы N-H, связанной с карбоксильной группой, наблюдаются в виде синглетных сигналов в зонах 1,45-1,92 м.е.д.. Дублетные сигналы протонов имидозолинового кольца составляют наблюдается в зонах 7,09-7,22 м.е.д.. Сигналы протонов, соответствующие метилену имидозолина, находятся в зоне 4,42-4,47 м.е.. Сигналы протона метиленовой группы, принадлежащего карбоксильной группе, находятся в зонах 2,2-2,4, а химический сдвиг протонов метиленовой группы, принадлежащих карбоновой кислоте, наблюдается в зоне 5,34 м.е.. При анализе наблюдалось много необнаруженных сигналов, которые были отнесены к веществам, содержащимся в смеси растворителей.

Для определения количества производных имидазолина использовали метод потенциометрического титрования. Для этого были построены интегральные и дифференциальные кривые потенциометрического титрования каждого вещества и были определены положение колебаний рН на кривых титрования (рис. 6-8).

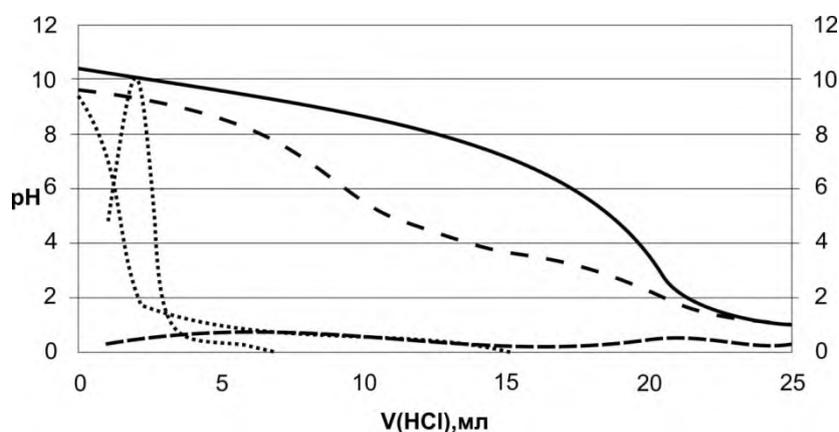


Рис. 6. Кривые титрования реакционной смеси, синтезированной при 190 °С

Были определены колебания для продукта, синтезированного при 190 °С, когда расход соляной кислоты на третичные амины составил 3,2 мл, расход соляной кислоты на вторичные и третичные 10,2 мл, расход соляной кислоты на все амины 20 мл.

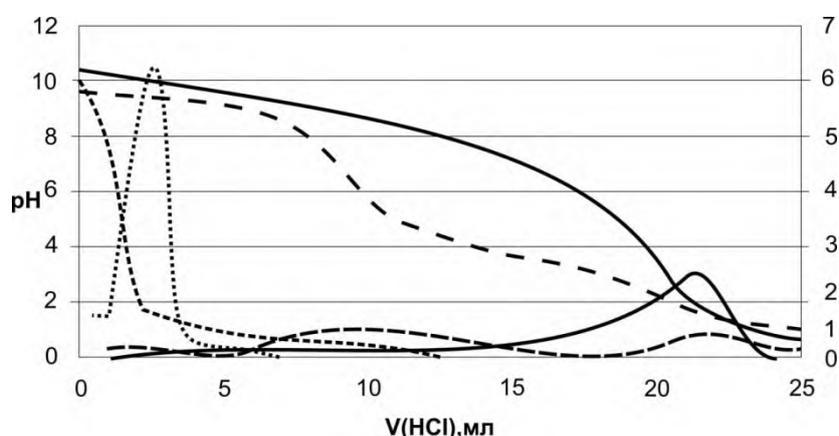


Рис. 7. Кривые титрования реакционной смеси, синтезированной при 240 °С

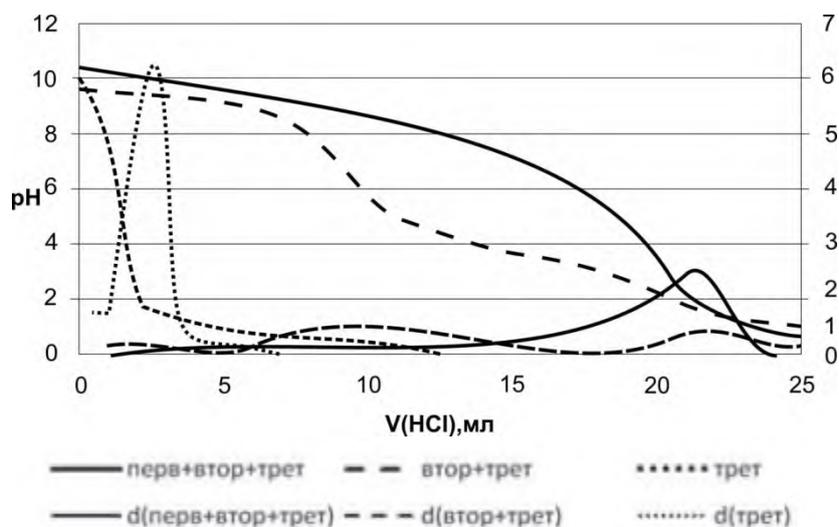


Рис. 8. Кривые титрования реакционной смеси, синтезированной в условиях кислотного катализа

После расчетов было определено, что количество производных имидозолина в образцах, полученного при 190 °С составляет 17-22 %. Такие же расчеты были проведены и для других образцов и установлено, что количество производных имидозолина в смесях, полученных при 230 °С и кислотном катализе составило, 50 - 55 % и 70 - 75 % соответственно.

Результаты, полученные методом потенциометрического титрования, подтверждают результаты, полученные методом ИК-спектра: увеличение интенсивности линий поглощения в ИК спектре образцов, полученных при 230°С и в присутствии кислотных катализаторов, согласуется с увеличением количества производных имидозолина при потенциометрическом титровании.

При помощи потенциометрического метода титрования также можно делать выводы о составе веществ в пробах. Высокое содержание первичных аминов в полученных образцах свидетельствует о том, что все соединения являются производными моноамида и имидозолина в разных соотношениях.

Таким образом, было проведено сравнение зависимости от температуры и каталитического метода синтеза производных имидозолина. Установлено, что синтез моноамидов и производных имидозолина происходит в условиях соотношения 1:1 жирных кислот и этилендиамина, входящих в состав хлопкового масла. Соотношение моноамидов и производных имидозолина в большинстве зависит от температуры: доказано, что производные имидозолина могут образовываться с высокой производительностью при относительно высоких температурах 230°С или при условиях температуры кипения растворителя 130 – 140 °С на кислотных катализаторах.

Условные названия ингибиторов на основе производных имидозолина: «ИИК-D1», полученный каталитическим методом; Реакционная смесь, синтезированная при 190 °С «ИИК-D2» и Реакционная смесь, синтезированная при 230 °С «ИИК-D3»).

Определение степени защиты от коррозии ингибиторов на основе производных имидозолина. Определение степени защиты ингибиторов на основе

производных имидазолина (условные названия реакционная смесь ИИК-D1, полученная при 190 °С) проводили гравиметрическим и потенциометрическим методами на образцах из стали Ст.20. Дозу ингибитора устанавливали в пределах 20-40 мг/л. Опыты проводились в течение суток при комнатной температуре в двухфазных системах газоконденсат-солевой искусственный раствор и нефте-солевой искусственный раствор.

Таблица 3

Результаты определения степени защиты от коррозии стали марки Ст.20 ингибитора на основе производных имидазолина*

Среда экспериментов	Потеря массы, г	Скорость коррозии г/м ² ·ч	Степень защиты, %
«ИИК- D1»			
Контроль	0,0255	0,0331	
Солевой раствор H ₂ S + 70 мл газового конденсата	0,0004	0,00519	84,3
Контроль	0,0012	0,01557	-
Солевой раствор H ₂ S + 70 мл нефти	0,0013	0,01428	91,6
Контроль	0,0107	0,1388889	-
H ₂ S + солевой раствор	0,00115	0,0149273	89
«ИИК- D2»			
Контроль	1.54235	0,4053	-
1:2 = вода: солевой раствор с H ₂ S	0,3953	0,1020	74,8
Контроль	0,2985	7,8483	-
Солевой раствор H ₂ S + 70 мл нефти	0,11565	2738	65,1
Контроль	0,61865	7,5736	-
H ₂ S + солевой раствор	0,095	2,5067	66,9
«ИИК- D3»			
Контроль	0,00306	0,3952	-
1:2 = вода: солевой раствор с H ₂ S	0,0053	0,00365	90,7
Контроль	0,0051	0,196	-
Солевой раствор H ₂ S + 70 мл нефти	0,00215	0,02791	85,8
Контроль	0,001	0,01298	-
H ₂ S + солевой раствор	0,00015	0,00128	90,1

*Определение степени защиты ингибитора на основе производных имидазолина было выполнено специалистами ООО «Geo Research and Development Company».

Анализируемые среды обогащали сероводородом в течение 10 минут. В состав минерализованного солевого раствора входят KCl (163 г/л) + CaCl₂·2H₂O (34 г/л) MgSO₄ (0,14 г/л). В табл. 3 представлены результаты определения

степени коррозионной защиты стали марки Ст.20 ингибиторами на основе производных имидазолина.

Таблица 4

Степень защиты ингибитора на основе производных имидазолина «ИИК-D1» на стали марки Д в углеродистой среде ($PCO_2=1,0$ МПа) при комнатной температуре

Концентрация ингибитора, мг/л	Продолжительность эксперимента, часов	Скорость коррозии, г/м ² ·ч	Степень защиты, %
Без ингибитора	20	3,7	-
20	20	0,137	96,29
Без ингибитора	40	3,8	-
20	40	0,172	96,46
Без ингибитора	60	3,5	-
20	60	0,138	96,0
Без ингибитора	80	3,4	-
20	80	0,135	95,94
И-1-А Стандарт	80	0,3	41,17
40	80	0,2	94,12

Таблица 5

Зависимость степени защиты от коррозии стали в среде соляной кислоты от температуры, доза ингибитора 20 мг/л

Раствор соляной кислоты	Скорость коррозии, г/м ² ·ч	Степень защиты, %
t=30°C; t = 24 часа		
Без ингибитора	5.2	-
Ингибитор «ИИК-D1»	1,3	75,0
t=40°C; t = 24 часа		
Без ингибитора	48	-
Ингибитор «ИИК-D1»	0,6	99,0
t=60°C; t = 4 часа		
Без ингибитора	13	-
Ингибитор «ИИК-D1»	2.0	98,0
t=80°C; t = 4 часа		
Без ингибитора	610	-
Ингибитор «ИИК-D1»	2.0	99,6
t=100°C; t = 1 час		
Без ингибитора	1020	-
Ингибитор «ИИК-D1»	4.3	99,5

В четвертой главе «Технология производства ингибиторов коррозии серии «ИИК-D1»» разработаны рекомендации по изучению коррозионных

процессов и по защите устройств в нефтяных скважинах Северо-Уртабулакского района, выбранных в качестве объекта исследований.

За исследуемый период было определено, что средние показатели скорости коррозии нефтяной скважины СП1-УПН Северный Уртабулок составляют на 0,0111 мм в год больше допустимых норм (0,1 мм в год). Коррозия равномерно распределена на поверхности образца, испытываемой пластины, взятой из контрольного пункта. Наблюдаются пятна коррозии в результате локальных коррозионных воздействий.

Для защиты центральных систем нефтяных скважин Северного Уртабулака СП1-УПН, СП2-УПН и СП3-УПН от коррозии рекомендуется периодически (не реже 7 дней в месяц) загружать ингибитор коррозии (в количестве 20 - 25 грамм на тонну нефти).

Таблица 6

Результаты коррозионного контроля оборудования нефтяных скважин объекта СП1-УПН рудника Северного Уртабулака (образцы пластин размещены 25 апреля 2021 г. и получены 30 июня)

название объекта монитора	Образец	Дней	Масса образца до помещения, г	Масса образца после удаления, г	Потеря массы, г	Площадь пластины, м ²	Средняя скорость коррозии
СП1-УПН	#1	66	40.4340	40.4151	0,0189	0,003136	0,0045
СП2-УПН	#2	66	41,9184	40,98	0,9384	0,003129	0,3110
СП3-УПН	#3	66	40.0177	39,9794	0,0383	0,002530	0,0131

Ингибиторы коррозии серии «ИИК-D1» применяются для защиты оборудования нефтяной и газовой промышленности от сероводородной коррозии. Препарат «ИИК-D1» может быть использован для перевозки и хранения серной и соляной кислоты в железнодорожных цистернах и в других отраслях производства.

Технологический процесс производства ингибитора коррозии серии «ИИК-D1» включает следующие стадии (рис. 8):

В аппарат-реактор, снабженный якорной мешалкой и внешним нагревательно-охлаждающим устройством в расчетных количествах поступает смесь растворителя и жирных кислот (или госсиполовая смола). Смесь жирных кислот и растворителя перемешивают при интенсивном перемешивании до получения однородной массы. Путем подачи горячей воды при температуре 40°C в нагреватель реактора по мере необходимости может повышаться температура, при которой смесь жирных кислот растворяется быстрее. Затем в реактор загружают кислотный катализатор и повышают температуру до 60°C продолжается перемешивание. При этом полностью растворяются жирные кислоты. Затем при той же температуре в реактор загружают этилендиамин (диэтилентриамин или полиэтиленполиамин) и постепенно повышают температуру до 130 - 140°C и обеспечивается отделение воды. Влага жирных кислот, выходящих из реактора, образующаяся в результате реакции вода и азеотропная смесь вода-растворитель охлаждаются в холодильнике,

установленном в верхней части реактора, разделяются с помощью фазового сепаратора, а водная часть возвращают на очистку, органическую часть - растворитель (ароматические углеводороды), этилендиамин возвращают в реактор.

Этот процесс продолжают в течение 6 - 8 часов, а завершение реакции контролируют по количеству азота. Для того, чтобы органические и неорганические добавки, твердые побочные продукты реакции не оставались в готовом продукте, пропускается через фильтр (тканевый фильтр "Белтинг"). Фильтрат помещается в емкость для готовой продукции и отправляется на склад готовой продукции.

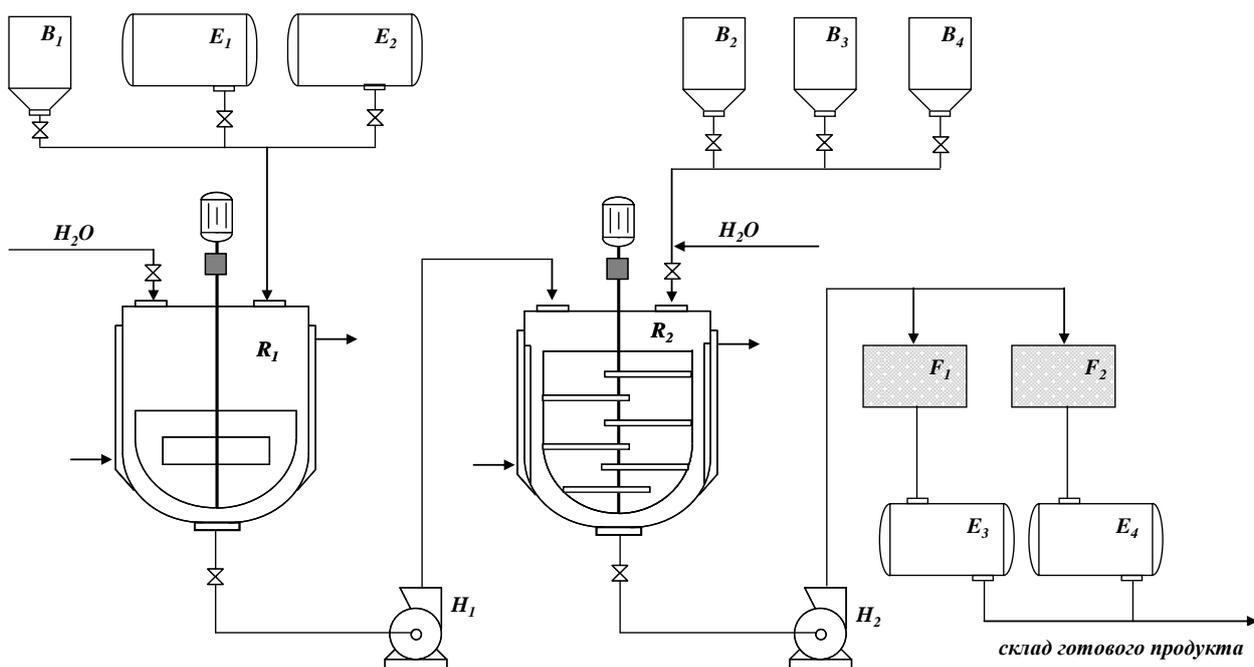


Рис. 8. Технология производства ингибиторов коррозии серии ИИК-D1:

E1, E2- емкости для полиэтиленполиамина (диэтилентриамина или этилендиамина); B1, B2, B3, B4 - бункеры для госсиполовой смолы (свободная жирная кислота или жирные кислоты); R1 - реактор, снабженный мешалкой и внешним нагревательным или охлаждающим устройством; H1 - насос; F1 и F2 - фильтры; E3 и E4 - емкость для готового продукта.

Совместно с Ташкентским химико-технологическим институтом и ОАО «Geo Research and Development Company» по данной предлагаемой технологии проведены опытно-промышленные испытания на АО СП «Электрохимзавод» и произведено 500 кг ингибитора коррозии.

ВЫВОДЫ

1. Синтезированы производные имидозолина путём конденсации соапстока и полиэтиленполиамина, побочного продукта нефтяной промышленности, в присутствии кислотного катализатора в растворителе смеси ароматических углеводородов при низких температурах.

2. Рекомендована технология получения растворителей, состоящих из ароматических углеводородов бензола, толуола и ксилола с вакуумным прогоном на основе ТАР, растворенного во вторичном жидком гексане, с использованием вторичных продуктов СП ООО «Uz-Kor Gas Chemical» и использована как эффективный растворитель для процессов гетероциклизации.

3. Установлено, что ингибитор коррозии на основе имидозолина «ИИК-Д1» СП1-УПН, полученный при конденсации соапстока и полиэтиленполиамина, в условиях нефтяной скважины Северный Ортабулок имеет степень защиты оборудования не менее 90%.

4. Разработаны технологии производства ингибиторов коррозии серии «ИИК-Д1». Подготовлены, утверждены и согласованы с потребителем нормативно-технические документы - технические инструкции, технологические регламенты и технические условия.

5. Опытная партия ингибиторов коррозии серии «ИИК-Д1» в количестве 500 кг произведена на СП АО «Электрокимёзавод» в городе Навои и испытана в реальных условиях на скважин Северного Уртабулока. Установлено, что по своим физико-химическим, органолептическим и эксплуатационным показателям ингибитор не уступает закупаемым за рубежом ингибиторам серии СНПХ. Цена ингибитора, полученного по предлагаемой технологии, в 1,5-1,8 раза дешевле существующих, а экономическая эффективность предприятия составляет 2 млрд.сум.

**THE ONE-TIME SCIENTIFIC COUNCIL ON AWARDING
SCIENTIFIC DEGREES DSc. 03/30.12.2019.T.04.01.AT THE
TASHKENT CHEMICAL-TECHNOLOGICAL INSTITUTE
FERGANA POLYTECHNICAL INSTITUTE**

DAVLYATOVA ZULFIA MURATOVNA

**SYNTHESIS AND TECHNOLOGY OF INHIBITORS
CORROSION WITH IMIDOZOLINE DERIVATIVES**

02.00.14 - Technology of organic compounds and materials on their bases

**ABSTRACT OF THE DISSERTATION OF DOCTOR OF PHILOSOPHY
(PhD) IN TECHNICAL SCIENCES**

Tashkent - 2023

The theme of the dissertation of Doctor of Philosophy (PhD) in technical sciences was registered at the Supreme Attestation Commission at the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan under the number № B2022.4.PhD/T3426

The doctoral dissertation has been carried out at Tashkent Chemical-Technological Institute

The abstract of the dissertation is posted in three languages (Uzbek, Russian, English (abstract)) on the Scientific Council website (www.tkti.uz) and on the website “ZiyoNet” informational and educational portal (www.ziyo.net).

Scientific supervisors:

Kadirov Hasan

Doctor of Technical Sciences, professor

Official opponents:

Ikramov Abduvakhob

Doctor of Technical Sciences, professor

Ishmetov Izzat

Doctor of Technical Sciences, professor

Leading organization:

In the name of Islam Karimov

Tashkent State Technical University

The defense will take place on «23» martha 2023 at 11⁰⁰ at the meeting of the One-Time Scientific Council DSc. DSc.03/30.12.2019.T.04.01. at Tashkent Chemical-Technological Institute (Address: 100011, Tashkent, Shaykhontakhur district, st. Navoi, 32. Tel.: (99871) 244-79-17; e-mail: tkti_info@edu.uz)

The dissertation can be reviewed at the Information Resource Center at Tashkent Chemical-Technological Institute (Address: 100011, Tashkent, Shaykhontakhur district, st. Navoi, 32 Tel.: (99871) 244-79-21)

The abstract of the dissertation was distributed on « 3 » martha 2023.

(Registry record № 298 dated « 3 » martha 2023)

S. Turobjonov

Chairperson of Scientific Council on awarding scientific degrees, doctor of technical sciences, professor

M. Yunusov

Scientific Secretary of the Scientific Council on awarding scientific degrees, doctor of technical sciences, professor

G. Rachmonberdiev

Chairperson of Scientific Seminar of the Scientific Council on awarding scientific degrees, doctor of chemical sciences, professor

INTRODUCTION (abstract of the PhD dissertation)

The purpose of research work. The purpose of the study is to create a technology for the production of effective hydrocarbon-soluble corrosion inhibitors based on local raw materials and secondary industrial products.

The object of research is the secondary products of the chemical, oil, processing and fat-and-oil industries, as well as corrosion inhibitors soluble in hydrocarbons.

Scientific novelty of the research work consists in the following:

it has been proven that imidazole derivatives are formed by the condensation of soap stock, a by-product of the oil industry containing 13 types of fatty acids, and polyethylenepolyamine in a solvent mixture of aromatic hydrocarbons at low temperatures in the presence of an acid catalyst;

it has been substantiated that the composition of solvents, consisting of secondary products of the JV «Uz-Kor Gas Chemical» LLC hydrocarbon fraction $C_{12} - C_{20}$ with a normal structure - waste secondary liquid hexane and products of vacuum distillation of a mixture of TAR products, aromatic hydrocarbons, benzene, toluene and xylene, is effective solvent for heterocyclization processes;

corrosion inhibitors of the IIK-D1 series, obtained by condensing soap stock and polyethylene polyamine SP1-UPN, have proven themselves in the conditions of the North Urtabulok oil well with an efficiency of at least 90% to protect equipment;

a technology has been created for creating effective hydrocarbon-soluble corrosion inhibitors based on soap stock, a by-product of the oil and fat industry, and polyethylenepolyamine.

Implementation of the research results. Based on the scientific results obtained in the development of technology for the production of effective corrosion inhibitors soluble in hydrocarbons, the following developments have been put into practice:

the technology for the production of corrosion inhibitors of the IIK-D1 series is included «in the list of promising projects for implementation for 2022-2025» at JV JSC Elektrokimyozavod (Reference № 01/3-568/A of JV JSC Elektrokimyozavod dated February 23, 2022). As a result, this made it possible to develop an energy-saving technology for the production of corrosion inhibitors using an acid catalyst, the cost of which is 1.5-1.8 times less;

production of corrosion inhibitors of the IIK-D1 series based on by-products of the oil and fat industry in the presence of acid catalysts is included «in the list of promising projects for implementation for 2022-2025» at JV JSC Elektrokimyozavod (certificate № 01/3-568/A of JV JSC Elektrokimyozavod dated February 23, 2022). As a result, it was possible to obtain a hydrocarbon-soluble corrosion inhibitor based on imidazole with a degree of protection of 93% for oil production and processing facilities.

The structure and scope of the dissertation. The dissertation consists of an introduction, four chapters, a conclusion, a list of references and applications. The volume of the dissertation is 115 pages.

ЭЪЛОН ҚИЛИНГАН ИШЛАР РЎЙХАТИ
СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ
LIST OF PUBLISHED WORKS

I бўлим (I часть; I part)

1. Давлятова З., Кадилов Б., Камилов О., Усмонова Ю., Кадилов Х., Черкасова Э. Modification of composition of salinity inhibitors based on organophosphonates and acrylic acid//Technical science and innovation” the science journal. Tashkent state technical university named after Islam Karimov Tashkent - 2020. №3 (05). – P. 9-17.

2. Давлятова З., Кадилов Х.И., Мейлиева Л.К. Совершенствование классификации депрессорной присадки целевого назначения с единой товарной номенклатурой внешнеэкономической деятельности. //Universum: Технические науки. Москва- 2021. Часть 2. 8(89) . -С. 58-64.

3. Давлятова З., Усмонова Ю., Кадилов Х.И. Получение этилендиамина на основе отработанного моноэтаноламина. //Universum: Технические науки. Москва- 2021. 9(90) Часть 2. 9(90). -С. 40-45.

4. Davlyatova Z.M., Usmonova Y.Sh., Kadirov X.I. Etilendiamin sintezlash uchun ZnO-NiO-CuO-Cr₂O₃-Al₂O₃ tarkibli katalizatorlar. //UzAcademia ilmiy-uslubiy jurnali. vol 3, issue 1(21), part-1, - 2021. -b.4-80.

5. Davlyatova Z.M., Usmonova Y.Sh., Kadirov X.I., Cherkasova E.I. Preparation of the initial reagent-ethylenediamines for production of corrosion inhibitors by heterocyclic fragments. // Technical science and innovation” the science journal. Tashkent state technical university named after Islam Karimov. -Tashkent 2021. №3(09). -P. 54-61.

6. Davlyatova Z.M., Meyliyeva L.K., Kadirov X.I. Polietilentereftalat asosli chiqindilarni qayta ishlash va olingan mahsulotlarning qo‘llanilish yangi sohalari. //Farg‘ona politexnika Ilmiy-texnika jurnali. -2022. Tom 26.№2. -b.146-151

II бўлим (II часть; part II)

1. Давлятова З.М., Кадилов Б., Камилов О.О., Кадилов Х.И. Состав антискалантов для защиты оборудования в процессе нейтрализации кислых стоков выделения золота из упорных руд. //”Innovatsion texnika texnologiyalarning atrof muhofazasi sohasidagi muammo va istiqbollari” xalqaro ilmiy-texnik anjumani. -Toshkent 2020. -С.80-82.

2. Давлятова З.М., Камилов О.О., Кадилов Б., Кадилов Х.И. Сравнительные результаты ингибирования солеотложения промышленных ингибиторов с составом на основе полимера акриловой кислоты. //”Innovatsion texnika texnologiyalarning atrof muhofazasi sohasidagi muammo va istiqbollari” xalqaro ilmiy-texnik anjumani. -Toshkent 2020. -С.82-84.

3. Давлятова З.М., Камилов О.О., Кадилов Б., Кадилов Х.И. Изучение эффективности ингибирования солеотложений фосфоросодержащих

соединений. //”Innovatsion texnika texnologiyalarning atrof muhofazasi sohasidagi muammo va istiqbollari” xalqaro ilmiy-texnik anjumani. -Toshkent 2020. -С.95-96

4. Давлятова З.М., Кадиров Х.И. Некоторые особенности синтеза полифункциональных фосфорсодержащих аминосоединений. //ФерПИ, Международная научно-техническая конференция. -Сборник Тезисов и докладов, -Фергана 2020. -С.39-42.

5. Davlyatova Z.M., Kadirov X.I. Nitriltrimetilfosfon kislotasi asosidagi korroziya va mineral tuzlar to'planishi ingibitorlari. // ФерПИ, Международная научно-техническая конференция. -Сборник Тезисов и докладов, -Фергана 2020. -б.42-46.

6. Давлятова З.М., Кадиров Х.И. О химизме образования органофосфонатов. //“Замонавий кимёнинг долзарб муаммолари” мавзусидаги Республика миқёсидаги хорижий олимлар иштирокидаги онлайн илмий-амалий анжумани. -Бухоро 2020. -С.106-109.

7. Davlyatova Z.M., Usmonova Y.Sh., Kadirov X.I. ZnO-NiO-CuO-Cr₂O₃-Al₂O₃ tarkibli katalizatorlarda etilendiamin sintezlash. //“Инновационные развитие нефтегазовой отрасли, современная энергетика и их актуальные проблемы”. материалы 2-ой международной конференции. -Ташкент 2021, б.145-147.

8. Davlyatova Z.M., Usmanova Y.Sh., Rakhimov K.N., Khamidjonov A.A., A.Ikramov. Corrosion inhibitor by heterocyclic fragments. //1 st International scientific Conference "Modern Materials Science: Topical Issues, Achievements and Innovations" (ISCMMSTIAI-2022). -Tashkent 2022. -P.663-671.

9. Davlyatova Z.M., Usmonova Y.Sh., Kadirov X.I. Imidozolin hosilalarining YaMR-spektr tahlillari. //«Инновационные подходы к развитию образовательного-производственного кластера в нефтегазовой отрасли» материалы международной конференции., -Ташкент 2022. -С.70-72.

10. Давлятова З.М., Усмонова Ю.Ш., Кадиров Х.И. Синтез и применение ингибиторов коррозии на основе производных имидозолинов. //«Инновационные подходы к развитию образовательного-производственного кластера в нефтегазовой отрасли» материалы международной конференции., -Ташкент 2022. -С.72-73.

11. Davlyatova Z.M., Usmanova Y.Sh., Rakhimov K.N., Khamidjonov A.A., A.Ikramov. Corrosion inhibitor by heterocyclic fragments. //«Инновационные подходы к развитию образовательного-производственного кластера в нефтегазовой отрасли» материалы международной конференции. -Ташкент 2022. P.228-229.

12. Давлятова З.М., Усмонова Ю.Ш., Кадиров Х.И. Разработка и исследование свойств ингибиторов коррозии на основе производных имидозолинов. //Сборник материалов международной научно-практической конференции: «Образование и наука: вызовы IV промышленной революции»,

посвященной 80-летию академика А.Куатбекова. -Шымкент-2022. Изд-во Университета дружбы народов имени академика А.Куатбекова. -С.185-189.

13. Давлятова З.М., Усмонова Ю.Ш., Кадиров Х.И., Комилова Д. Имидозолин ҳосилали коррозия ингибиторлари синтезининг мақбул шароитлари. //Табиий полимерлар асосида биологик актив моддалар кимёси ва технологиясининг долзарб муаммолари. Республика миқёсидаги илмий-техникавий анжумандаги талабалар, магистрлар, докторантлар, мустақил изланувчилар, тегишли соҳалар олим ва мутахассисларининг мақолалари тўплами. -Тошкент 2022. -б.162-163.

14. Давлятова З.М., Усмонова Ю.Ш., Кадиров Х.И., Комилова Д. Имидозолин ҳосилали коррозия ингибиторлари синтези. // Табиий полимерлар асосида биологик актив моддалар кимёси ва технологиясининг долзарб муаммолари. Республика миқёсидаги илмий-техникавий анжумандаги талабалар, магистрлар, докторантлар, мустақил изланувчилар, тегишли соҳалар олим ва мутахассисларининг мақолалари тўплами. -Тошкент 2022. -б.163-164.

Автореферат «Kimyo va kimyo texnologiyasi» журнали таҳририятида таҳрирдан ўтказилди.

Бичими: 84x60 ¹/₁₆. «Times New Roman» гарнитураси.
Рақамли босма усулда босилди.
Шартли босма табағи: 3. Адади 100. Буюртма № 49/21.

Гувоҳнома № 10-3719
«Тошкент кимё технология институти» босмаҳонасида чоп этилган.
Босмаҳона манзили: 100011, Тошкент ш., Навоий кўчаси, 32-уй.

