

تعیین بهترین روش سنتز نانوساختار منیزیم اکسید برای ساخت منیزیم اولئات به منظور تهیه بازدارنده خوردگی

مهشاد علائی^{۱*}، علیمراد رشیدی^۲، جواد حاج علی گوگانی^۳، مهدی قاسمی^۴ و انسیه قاسمی^۵

۱- استادیار شیمی معدنی، پژوهشگاه صنعت نفت، تهران، ایران

۲- دانشیار مهندسی شیمی، پژوهشگاه صنعت نفت، تهران، ایران

۳- کارشناس ارشد، واحد علوم دارویی، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران

۴- کارشناس ارشد خوردگی، شرکت بهره برداری نفت و گاز شرق، تهران، ایران

۵- استادیار شیمی تجزیه، واحد علوم دارویی، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران

دریافت: اردیبهشت ۱۳۹۳، بازنگری اول: شهریور ۱۳۹۳، بازنگری دوم: اردیبهشت ۱۳۹۴، پذیرش: خرداد ۱۳۹۴

چکیده: هدف از انجام این پژوهش، یافتن بهترین روش سنتز نانو ساختارهای منیزیم اکسید برای تهیه منیزیم اولئات به منظور بازدارنده خوردگی بود. با بررسی منابع علمی روش‌های متفاوت سنتز مواد مذکور شناسایی و روش‌هایی که انجام آن‌ها امکان پذیر و اقتصادی هستند، انتخاب شدند. در این پژوهش نانو ذرات منیزیم اکسید به روش‌های هم‌رسوبی، سنتز احتراقی با استفاده از موج فراصوت و آسیا کاری سنتز شده است. برای کنترل کیفیت و ریخت‌شناسی نمونه‌ها از روش‌های XRD، SEM و TEM استفاده شد. بر اساس ریخت فراورده به دست آمده و میانگین اندازه ذرات آن با استفاده از نتیجه‌های آزمون‌های مذکور، بهترین نمونه‌ها انتخاب شدند. با استفاده از نمونه‌های انتخاب شده سنتز منیزیم اولئات انجام و جهت کنترل کیفیت و بررسی ساختاری نمونه‌های منیزیم اولئات سنتز شده از آزمون TBN استفاده شد. نتیجه‌های به دست آمده نشان دادند که منیزیم اولئات سنتز شده نسبت به بازدارنده‌های خوردگی که تاکنون در صنعت استفاده شده اند از لحاظ زیست محیطی تجزیه پذیر هستند و مواد مصرفی برای سنتز این ماده نیز می‌توانند با خلوص صنعتی استفاده شوند.

واژه‌های کلیدی: نانوساختار منیزیم اکسید، منیزیم اولئات، بازدارنده‌های خوردگی

مقدمه

آلودگی محیط زیست، الکتروشیمی، پیل‌های سوختی، پوشش‌های سطحی مقاوم در برابر خوردگی، ساخت قطعات الکترونیکی مورد استفاده در کامپیوتر و مدارهای الکترونیکی و تشخیص‌دهنده‌های گاز نقش بسیار ارزنده‌ای را ایفا کند [۲]. در صنایع شیمیایی و

نانوذرات اکسید فلزی، با سطح ویژه و نقص‌های ساختاری بالا، قابلیت‌ها و ویژگی‌های بسیاری دارند [۱]. بر همین اساس، نانوذرات اکسید فلزی می‌توانند در واکنش‌های کاتالیستی، کنترل

و میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) ساخت شرکت Philips مدل CM 300 برای ریخت‌شناسی نمونه‌ها استفاده شد. میانگین اندازه نمونه‌ها با بهره‌گیری از تصویرهای TEM، SEM و نرم افزار measurement به دست آمد.

سنتز نانو ساختارهای منیزیم/اکسید به روش هم‌رسوبی [۱۱]

محلول شماره ۱: ۵ گرم منیزیم نیترات ۶ آبه در ۳۲۵ میلی لیتر آب مقطر در دمای محیط حل شد.

محلول شماره ۲: ۲ گرم PEG 200 در ۵ گرم محلول آمونیاک ۲۵ درصد در دمای محیط حل شد.

محلول شماره ۲ قطره قطره به محلول شماره ۱ همراه با همزدن در دمای محیط افزوده شد. سپس قطره قطره محلول آمونیاک ۲۵ درصد افزوده شد تا pH به مقدار مورد نظر (مقدارهای ۹ یا ۱۰ یا ۱۱) برسد. در مرحله بعد برای ایجاد شوک حرارتی، دمای هیتر روی حداکثر مقدار قرار داده شد. برای جلوگیری از اتلاف حرارت دور بشر با ژاکت حرارتی پوشانده شد تا دمای محلول به مقدار مورد نظر (۶۰، ۷۰ و ۸۰ درجه سانتی‌گراد) برسد پس از حصول دمای مورد نظر، محلول به مدت ۱۰ دقیقه در همین دما هم زده شد. بعد از خنک شدن محلول نمونه با استفاده از پمپ خلاء، ارلن خلاء، قیف بوخنر و کاغذ صافی صاف شد. با شست‌وشوی مجدد با آب مقطر، pH آن خنثی شد. بعد از این که pH به ۷ رسید نمونه با مخلوط ۵۰ میلی لیتر آب مقطر و ۵۰ میلی لیتر اتانول شست‌وشو داده شد. نمونه به دست آمده در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲۴ ساعت داخل آون خشک شد. در مرحله بعد، با استفاده از هاون شیشه‌ای کوبیده شد تا پودر یکنواخت به دست آید. در مرحله بعد، برای خالص‌سازی و ایجاد ساختار کریستالی مناسب، نمونه در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد و به مدت ۴ ساعت و با سرعت افزایش دمای ۵ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه در داخل کوره شکل کلسینه شد. شایان ذکر است، دلیل تغییر عامل‌ها، تهیه فرآورده در شرایط متفاوت برای به دست آوردن شرایط بهینه برای سنتز بوده است. برای تغییر عامل‌ها از الگوی ارائه شده در منابع شماره ۲ و ۱۱ استفاده شد.

پتروشیمی، فرآورده‌های با ارزشی، با استفاده از کاتالیست‌های اکسید فلزی که در آن‌ها شرکت می‌کنند، تولید می‌شوند. [۳]. منیزیم اکسید به عنوان یک اکسید فلز خاکی بسیار مهم برای استفاده در واکنش‌های کاتالیستی و تصفیه پساب‌های سمی، همچنین، به عنوان یک افزودنی در فرآورده‌های نسوز و صنایع رنگ کاربرد دارد [۴]. نانوذرات اکسید فلزی، به دلیل دارا بودن سطح ویژه و فعالیت ذاتی بالا، ظرفیت‌های جذب شیمیایی بسیار خوبی برای ترکیبات آلی دارند [۵]. نانوذرات منیزیم اکسید قابلیت جذب آلاینده‌های بسیاری از جمله گازهای اسیدی مثل گوگرد دی‌اکسید، هالیدهای هیدروژن و مواد آلی مانند استون، بنزالدئید، تری متیل استالدهید، آمونیاک و دی‌متیل آمین، ترکیبات آلی فسفردار، کلروکربن‌ها را دارند [۶]. از جمله کاربردهای دیگر نانوساختارهای منیزیم اکسید، استفاده از آن‌ها در سنتز منیزیم اولئات برای تهیه بازدارنده خوردگی خطوط لوله انتقال گاز است. از جمله روش‌های تولید نانو ذرات منیزیم اکسید می‌توان به هم‌رسوبی، فراصوت و آسیاکاری اشاره کرد [۷ تا ۱۱].

بخش تجربی

مواد و روش‌ها

منیزیم نیترات شش آبه ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$)، محلول آمونیاک ۲۵ درصد، PEG 200، PEG 400، PEG 600، اتانول ۹۶ درصد، اولئیک اسید ۸۸ درصد، زایلن (همگی فرآورده شرکت MERCK)، محلول ۷۰ درصد سوربیتول (تجارتی)، آب مقطر، آب یون‌زدایی شده، حلال سبک نفتی (کروسین آیزوماکس تولیدی پالایشگاه تهران).

دستگاه‌های مورد استفاده

از دستگاه آسیاب مکانیکی ساخت شرکت Retch مدل PM100 برای سنتز نمونه‌ها، دستگاه XRD ساخت شرکت Philips مدل PW-1840 برای شناسایی نمونه‌ها، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) ساخت شرکت HITACHI مدل S-4160

جدول ۱ شرایط نمونه های ساخته شده به روش همرسوبی

شماره نمونه	منیزیم نیترات (گرم)	آمونیاک (گرم)	PEG200 (گرم)	pH	زمان (دقیقه)	دمای واکنش (سانتی گراد)
۱	۵	۵	۲	۱۰	۱۰	۷۰
۲	۵	۵	۲	۱۱	۱۰	۷۰
۳	۵	۳	۲	۹	۱۰	۷۰
۴	۵	۵	۲	۱۰	۱۰	۶۰
۵	۵	۵	۲	۱۰	۱۰	۸۰
۶	۵	۵	محلول ۷۰ درصد سوربیتول ۲٫۶ گرم	۱۰	۱۰	۷۰
۷	۵	۵	۲ گرم PEG 4000	۱۰	۱۰	۷۰
۸	۵	۵	۱	۱۰	۱۰	۷۰
۹	۵	۵	۴	۱۰	۱۰	۷۰
۱۰	۵	۵	۲	۱۰	۵	۷۰
۱۱	۵	۵	۲	۱۰	۱۵	۷۰
۱۲	۵	۵	۲ گرم PEG 600	۱۰	۱۰	۷۰

جدول ۲: شرایط نمونه های ساخته شده به روش مایکروبو

شماره نمونه	منیزیم نیترات (گرم)	آب دیونیزه (میلی لیتر)	سوخت
۱۳	۵	۲۰	محلول آبی ۷۰ درصدی سوربیتول
۱۷	۵	۲۰	PEG 4000

سنتر نانو ذرات منیزیم/اکسید به روش فراصوت [۱۲]

در این روش نانو ذرات منیزیم اکسید به وسیله فراصوت به صورت سنتر سوختن منیزیم نیترات شش آبه و PEG 4000 و یا سوربیتول به دست می آید. PEG 4000 و سوربیتول به عنوان سوخت مورد استفاده قرار می گیرند. ۵ گرم منیزیم نیترات شش آبه در حداقل مقدار آب یون زدایی شده (۲۰ میلی لیتر) حل شد. سپس (۲ گرم PEG 4000 و یا ۲٫۶ گرم محلول آبی ۷۰ درصد سوربیتول) به عنوان سوخت به آن افزوده شد. بعد از حل شدن کامل، محلول داخل بشر به بوتله چینی منتقل شده و در داخل آون در دمای ۱۰۰ درجه سانتی گراد، به مدت ۵ ساعت قرار داده شد تا محلول تبخیر شود و ماده خمیری شکلی به وجود آید. وقتی ماده خمیری شکل به وجود آمد، نمونه به داخل دستگاه فراصوت منتقل و دستگاه فراصوت به مدت ۳۰ تا ۴۰ ثانیه نگاه داشته شد. نمونه از داخل دستگاه فراصوت بیرون آورده شده و داخل کوره در دمای ۵۵۰ درجه سانتی گراد، به مدت ۴ ساعت کلسینه شد. سرعت افزایش دمای کوره ۵ درجه سانتی گراد بر دقیقه بود.

سنتر نانو ذرات منیزیم/اکسید به روش آسیاب مکانیکی [۱۳]
 ۵ گرم منیزیم نیترات شش آبه به همراه ساچمه های فلزی با قطر ۱ سانتیمتر و با وزن کلی ۱۰۰ گرم به داخل محفظه آسیاب مکانیکی ریخته شد. محفظه آسیاب به همراه مواد موجود در آن روی ترازو وزن شد. همین مقدار وزن، با پیچ مخصوص موجود روی دستگاه تنظیم شد تا هنگام حرکت و چرخش، تعادل وزن برقرار باشد. دستگاه آسیاب مکانیکی روی سرعت ۱۵۰ rpm و زمان ۶۰ و ۱۰۰ ساعت تنظیم شد. پس از اتمام آسیا کاری، نمونه داخل محفظه به بوتله چینی منتقل شده و در داخل کوره در دمای

شد. نمونه‌هایی که ریخت کروی داشته و توزیع ذرات آن‌ها یکنواخت‌تر بود و در عین حال میانگین اندازه ذرات کمتری داشتند، در اولویت قرار گرفتند زیرا امکان پراکندگی یکنواخت آن‌ها در فاز آلی و هیدروکربنی بازدارنده خوردگی، بیشتر خواهد بود.

سنتز منیزیم اولئات

۱۰۵ گرم اولئیک اسید داخل یک بالن ته گرد دو دهانه ریخته شده و برای توزیع یکسان دما، داخل یک حمام روغن سیلیکونی قرار داده شد. دور همزن rpm ۳۰۰ و دمای واکنش ۵۰ درجه سانتی‌گراد در نظر گرفته شد. پس از دست‌یابی به دمای مورد نظر، ۵ گرم نانو منیزیم اکسید سنتز شده کم به داخل بالن افزوده

۸۰۰ درجه سانتی‌گراد، به مدت ۶ ساعت با سرعت افزایش دما ۵ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه کلسینه شد.

بر اساس ریخت‌شناسی فراورده به دست آمده و میانگین اندازه ذرات آن با استفاده از میکروسکوپ الکترونی، بهترین نمونه‌ها انتخاب و به عنوان پیش ماده برای سنتز منیزیم اولئات انتخاب

جدول ۳ شرایط نمونه‌های ساخته شده به روش آسیاب مکانیکی

شماره نمونه	منیزیم نیترات (گرم)	زمان آسیاب (ساعت)	سرعت (rpm)
۱۴	۵	۶۰	۱۵۰
۱۵	۵	۱۰۰	۱۵۰

جدول ۴ شرایط نمونه‌های منیزیم اولئات ساخته شده

شماره نمونه	اسید اولئیک (گرم)	نانو منیزیم اکسید (گرم)	متانول (میلی لیتر)	زایلن (میلی لیتر)	کروسین (گرم)	آب مقطر (میلی لیتر)	آمونیاک (میلی لیتر)	دما (°C)	زمان CO ₂ (h)
۱	۱۰۵	۵	۸	۱۰۰	۱۰	۵	۵	۹۵	۴۸
۲	۱۰۵	۵	۸	۱۰۰	۱۰	۵	۵	۹۵	۷۲
۳	۵۲٫۵	۲٫۵	۴	۵۰	۵	۲٫۵	۲٫۵	۱۲۵	۴۸
۴	۵۲٫۵	۲٫۵	۴	۵۰	۵	۲٫۵	۲٫۵	۶۵	۴۸
۵	۵۲٫۵	۲٫۵	۴	۵۰	۵	۲٫۵	۵	۹۵	۴۸
۶	۵۲٫۵	۲٫۵	۴	۵۰	۵	۲٫۵	۵	۹۵	۴۸
۷	۵۲٫۵	۲٫۵	۴	۵۰	۵	۵	۵	۹۵	۴۸
۸	۵۲٫۵	۲٫۵	۸	۵۰	۵	۲٫۵	۲٫۵	۹۵	۴۸
۹	۵۲٫۵	۱٫۲۵	۴	۵۰	۵	۲٫۵	۲٫۵	۹۵	۴۸
۱۰	۲۶٫۲۵	۲٫۵	۴	۵۰	۵	۲٫۵	۲٫۵	۹۵	۴۸
۱۱	۳۵	۲٫۵	۴	۵۰	۵	۲٫۵	۲٫۵	۹۵	۲۴
۱۲	۵۲٫۵	۲٫۵	۴	۵۰	۵	۲٫۵	۲٫۵	۱۱۰	۴۸
۱۳	۵۲٫۵	۲٫۵	۴	۵۰	۵	۲٫۵	۲٫۵	۹۵	۴۸
۱۴	۵۲٫۵	۲٫۵	۴	۵۰	۵	۲٫۵	۲٫۵	۹۵	۲۴
۱۵	۵۲٫۵	۲٫۵	۴	۵۰	۵	۲٫۵	۲٫۵	۹۵	۲۴
۱۶	۵۲٫۵	۲٫۵	۴	۵۰	۵	۲٫۵	۲٫۵	۹۵	۴۸

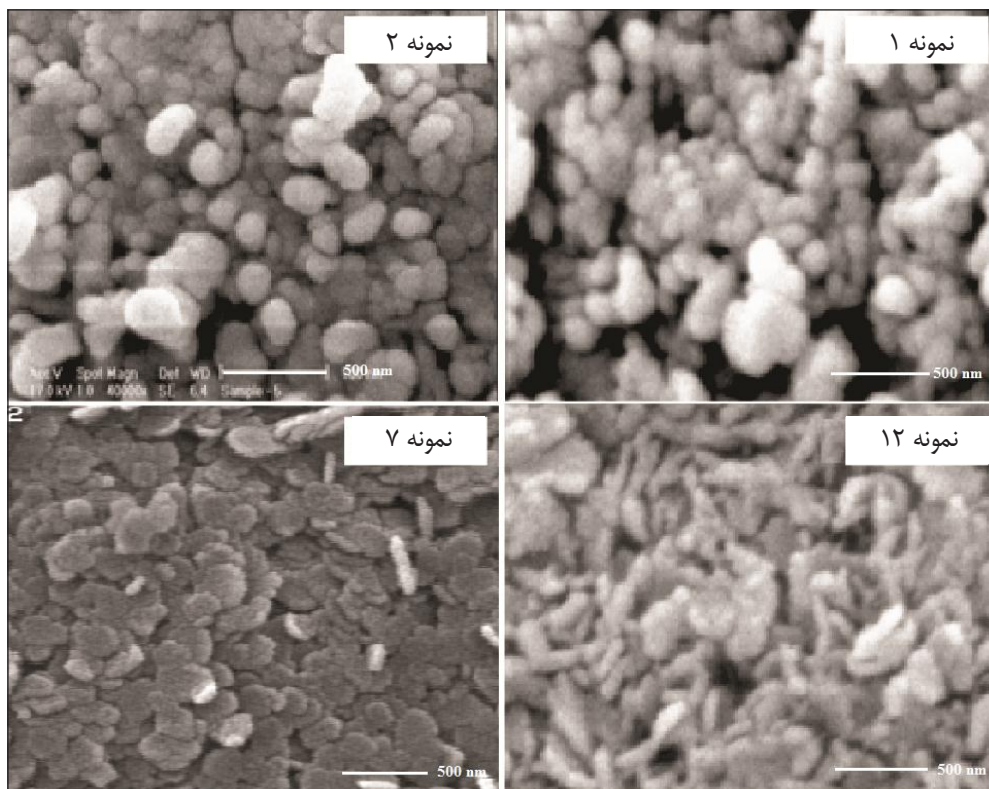
نمونه‌های شماره ۱ تا ۱۲: نانو MgO سنتز شده با روش هم‌رسوبی، نمونه شماره ۱۳: نانو MgO سنتز شده با مایکروویو با سوربیتول، نمونه شماره ۱۴: نانو MgO سنتز شده با آسیاب با زمان ۶۰ ساعت، نمونه شماره ۱۵: نانو MgO سنتز شده با آسیاب با زمان ۱۰۰ ساعت، نمونه شماره ۱۶: مایکرو MgO سنتز شده از منیزیم نیترات شش آبه

بازی کل، طبق روش استاندارد ASTM D 2896 انجام گرفت. نمونه‌هایی که عدد بازی کل آن‌ها بالاتر بود به عنوان نمونه‌های برتر انتخاب شدند. بدیهی است، هر قدر بازدارنده ویژگی بازی بالاتری داشته باشد، بهتر می‌تواند محیط اسیدی موجود را خنثی کرده و به خوبی نقش خود را به عنوان بازدارنده خوردگی ایفا کند. کیفیت فراورده انتخاب شده با بالاترین میزان عدد بازی کل، به عنوان بازدارنده خوردگی طبق روش استاندارد NACE 1 D 182 بررسی و با نمونه بازدارنده خوردگی متداول موجود در بازار و فاقد منیزیم اولئات مقایسه شد. بعضی از نمونه‌های سنتز شده در دمای محیط، سیال نبوده و حالت جامد داشتند. از این رو، عدد بازی کل آن‌ها تعیین نشد.

نتیجه‌ها و بحث

شکل ۱ تصویرهای SEM نانو ذره منیزیم اکسید سنتز شده به

شد تا به خوبی در اولئیک اسید پراکنده شود. همزمان با افزودن نانو منیزیم اکسید، ۸ میلی‌لیتر متانول و ۱۰۰ میلی‌لیتر زایلن به بالن افزوده شد. پس از ۱۵ دقیقه، ۵ میلی‌لیتر محلول آمونیاک ۲۵ درصد و ۵ میلی‌لیتر آب مقطر به بالن افزوده شد و پس از ۱ ساعت، ۱۰ گرم کرومین آیزوماکس به بالن افزوده شد [۱۴]. پس از افزودن کرومین آیزوماکس دو درپوش بر روی دو دهانه بالن گذاشته شد. دما به ۶۵ درجه سانتی‌گراد افزایش یافته و به مدت ۲۴ ساعت روی هیتر هم خورد. پس از ۲۴ ساعت درپوش‌ها را برداشته و با استفاده از کندانسور، سامانه بازروانی را برقرار کرده و گاز CO_2 به مخلوط واکنش افزوده شد (شکل‌های ۳-۱۵-ب و ج) و دمای واکنش روی مقدارهای ۶۵، ۹۵ و ۱۲۵ درجه سانتی‌گراد تنظیم شد. سنتز منیزیم اولئات با تغییر عامل‌ها طبق جدول ۴ انجام شد. برای کنترل کیفیت نمونه‌های منیزیم اولئات ساخته شده از آزمون عدد بازی کل یا TBN استفاده شد. آزمون عدد



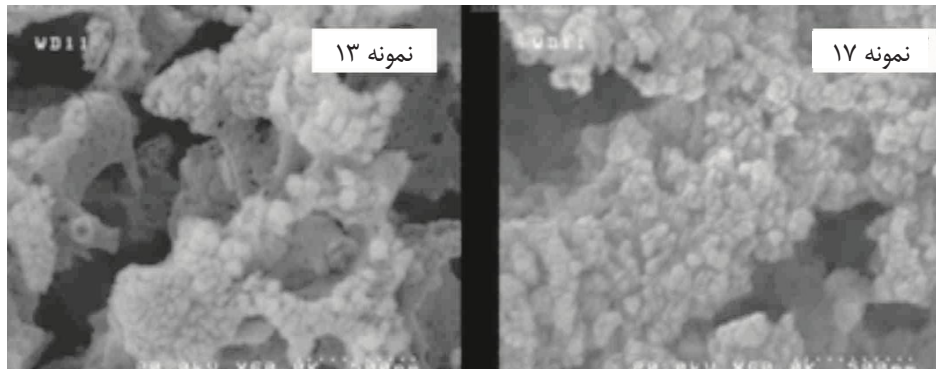
شکل ۱ تصویرهای SEM نانو ذرات منیزیم اکسید سنتز شده به روش هم‌رسوبی با لیگاند‌های متفاوت، (نمونه ۱: PEG 200، نمونه ۶: محلول ۷۰ درصد سوربیتول، نمونه ۷: PEG 4000 و نمونه ۱۲: PEG 600)

روش هم‌رسوبی، با لیگاندهای متفاوت و بزرگ‌نمایی ۵۰۰ nm را نشان می‌دهد. بر اساس این تصویر، نمونه ۲ حاوی نانو ذرات کروی با میانگین اندازه ذرات ۴۰ nm، نمونه ۶ با محلول ۷۰ در صد سوربیتول نانو ذرات کروی با قطر متوسط ۶۰ nm، نمونه ۷ با PEG 4000 ساختار نانو صفحه با ابعاد متوسط حدود ۴۵ nm و نمونه ۱۲ ساختار نانو میله با میانگین مقطع عرضی ۲۵ nm تشکیل شده است. دلیل تفاوت در ساختارهای به‌وجود آمده در این آزمایش را شاید بتوان به طول زنجیره لیگاند مورد استفاده و ممانعت فضایی ناشی از اندازه لیگاند نسبت داد. نتیجه‌های به‌دست آمده نشان می‌دهد که لیگاند بزرگ‌تر با طول زنجیره بلندتر منجر به ساختار ورقه‌ای می‌شود (نمونه شماره ۷). به بیان دیگر با ممانعت فضایی بیشتر، لیگاندهای کمتری وارد واکنش شده و در نتیجه ساختار ورقه‌ای تشکیل می‌شود. با کاهش اندازه لیگاند ممانعت کمتر شده و ساختار از ورقه‌ای به میله‌ای شکل تغییر پیدا می‌کند (نمونه شماره ۱۲). هر چه که این کاهش اندازه بیشتر شود، ممانعت نیز کمتر می‌شود و ساختار تمایل دارد که تعداد بیشتری لیگاند در خود جا دهد و به شکل کروی در آید (نمونه‌های شماره ۲ و ۶).

نانو ذرات کروی با قطر متوسط حدود ۴۵ nm ایجاد کرده است. در این دو نمونه ذرات به‌طور کامل کروی و یکنواخت و دارای توزیع اندازه مناسب هستند. علت تفاوت در اندازه ذرات نانو با تفاوت در نوع لیگاند را می‌توان بدین صورت توجیه کرد که روش مایکروویو یک روش احتراقی است که در چنین واکنشی وجود سوخت و نوع آن تعیین کننده است. وجود گروه عاملی OH در سوربیتول مشخص کننده ساختار یک پلی الکل است که در اثر سوختن، حرارت بیشتری نسبت به PEG 4000 ایجاد می‌کند، در نتیجه سوربیتول لیگاند مناسب‌تری جهت سنتز نانو منیزیم اکسید است. شکل ۳ تصویرهای SEM نانو ذرات منیزیم اکسید سنتز شده به روش آسیاب کاری با زمان‌های متفاوت (با بزرگ‌نمایی ۵۰۰ nm) را نشان می‌دهد. بر اساس این تصویر، نمونه ۱۴ با زمان آسیاب ۶۰ ساعت و به صورت کروی و با قطر متوسط حدود ۷۵ nm و نمونه ۱۵ با زمان آسیاب ۱۰۰ ساعت و به صورت صفحه‌ای و با ابعاد متوسط حدود ۸۵ nm است. برای تولید نانو ذرات مناسب به روش آسیاب مکانیکی، زمان بهینه مطرح است و آسیاب کردن بیش از زمان بهینه باعث آگلومره شدن فرآورده می‌شود.

تصویرهای TEM نانو ذرات منیزیم اکسید به روش هم‌رسوبی شکل ۴ تصویرهای TEM نانو ذرات منیزیم اکسید سنتز شده به روش هم‌رسوبی (نمونه ۲) با ساختار نانو ذره را نشان می‌دهد. شکل ۵ تصویر TEM نانو ذرات منیزیم اکسید سنتز شده به روش هم‌رسوبی (نمونه ۱۲) با ساختار نانو میله را نشان

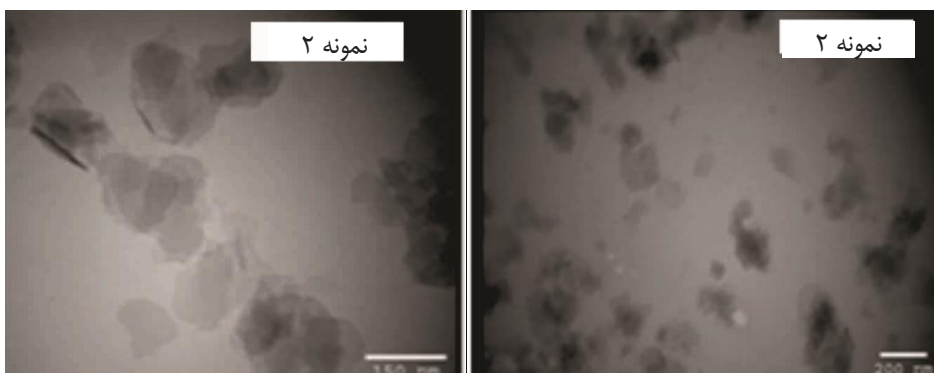
شکل ۲ تصویرهای SEM نانو ذرات منیزیم اکسید سنتز شده به روش مایکروویو با لیگاندهای متفاوت، (نمونه‌های ۱۳ و ۱۷) و با بزرگ‌نمایی ۵۰۰ nm را نشان می‌دهد. بر اساس این تصویر، نمونه ۱۳ با لیگاند محلول ۷۰ درصد سوربیتول، نانو ذرات کروی با قطر متوسط حدود ۳۵ nm و نمونه ۱۷ با لیگاند PEG 4000



شکل ۲ تصویر SEM نانو ذرات منیزیم اکسید سنتز شده به روش فراصوت با لیگاندهای متفاوت (نمونه‌های ۱۳ و ۱۷)



شکل ۳ تصویرهای SEM نانو ذرات منیزیم اکسید سنتز شده به روش آسیاب با زمان‌های متفاوت (نمونه ۱۴: ۶۰ ساعت و نمونه ۱۵: ۱۰۰ ساعت)

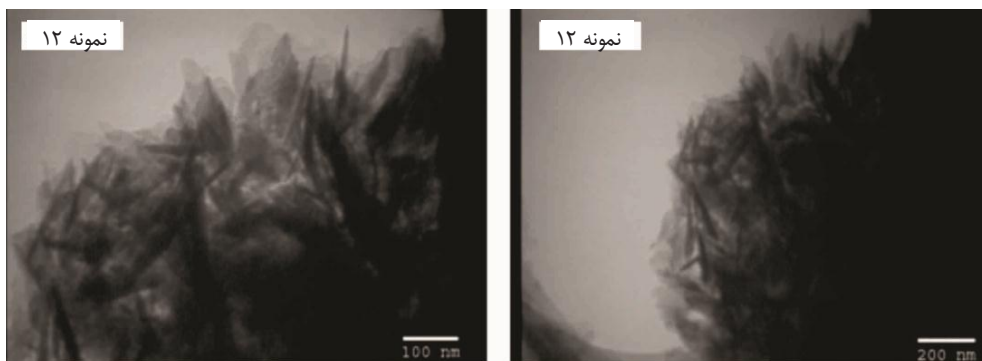


شکل ۴ تصویرهای TEM نانو ذرات منیزیم اکسید سنتز شده به روش هم‌رسوبی نمونه ۲

و نمونه شماره ۲ منیزیم اولئات که با نمونه شماره ۱۲ نانومیزیم اکسید از روش هم‌رسوبی تهیه شده اند، به ترتیب ۱۶۸٫۹ و ۱۴۸٫۳ mg KOH/g به دست آمدند. بنابراین، از بین روش‌های مورد استفاده برای سنتز نانوساختارهای منیزیم اکسید، روش هم‌رسوبی نسبت به سایر روش‌های مورد استفاده برتری دارد. در ضمن، نتیجه‌های آزمایش تعیین عدد بازی کل نشان داد که اگر ریخت منیزیم اکسید مورد استفاده برای سنتز منیزیم اولئات کروی بوده و اندازه ذرات یکنواخت‌تری داشته باشد، واکنش آن با اولئیک اسید آسان شده و در ضمن با گاز کربن دی اکسید نیز راحت‌تر واکنش می‌دهد و در نتیجه بازده تولید منیزیم اولئات افزایش یافته و عدد بازی کل بالاتر می‌رود.

الگوی پراش پرتو ایکس نمونه منتخب منیزیم اکسید (نمونه شماره ۲) در شکل ۶ ارائه شده است. در این الگوی پراش،

می‌دهد. تصویرهای TEM نمونه‌های ۲ و ۱۲ با تصویرهای SEM نمونه‌های مذکور هم‌خوانی دارد. به بیان دیگر، نشان می‌دهد که نمونه ۲ به شکل نانو ذره و نمونه ۱۲ به شکل نانو میله است. لازم به ذکر است که برای مقایسه ریخت نمونه‌های منیزیم اکسید ساخته شده، از تصویرهای SEM استفاده شد و از تصویرهای TEM نمونه‌های انتخابی، برای تأیید نتیجه‌های تصویرهای SEM کمک گرفته شد. عدد بازی کل (TBN) بر اساس روش استاندارد ASTM D 2896 و ویژگی ضد خوردگی بازدارنده‌های خوردگی طبق استاندارد NACE ID 182 سنجیده می‌شود. هر قدر عدد بازی کل بازدارنده خوردگی بالاتر باشد، محیط اسیدی را بهتر خنثی کرده و در نهایت بهتر می‌تواند از خوردگی جلوگیری کند. عدد بازی کل نمونه شماره ۱ منیزیم اولئات که با نمونه شماره ۲ نانومیزیم اکسید از روش هم‌رسوبی



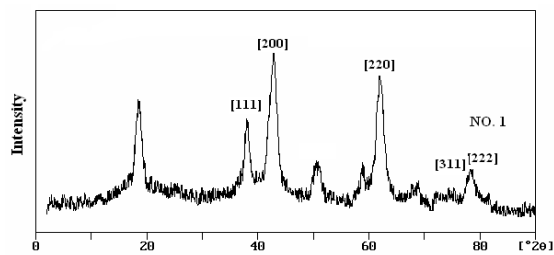
شکل ۵ تصویرهای TEM ذرات منیزیم اکسید سنتز شده به روش هم‌رسوبی نمونه ۱۲

اولتات در نمونه بازدارنده خوردگی سنتز شده، باعث بهبود ویژگی‌های ضد خوردگی این فرآورده شده است. همان‌گونه که اشاره شد واکنش‌گرهای مورد استفاده برای سنتز منیزیم اولتات با خلوص تجارتي موجود در بازار بودند که مشکلی در عملکرد محصول ایجاد نمی‌کند و از طرفی، روش سنتز آن روش پیچیده‌ای نیست و احتیاج به تجهیزات گران قیمت خاصی ندارد و از لحاظ زیست محیطی نیز مشکلی ایجاد نمی‌کند [۱۲]. استفاده از این فرآورده به عنوان بازدارنده خوردگی مقرون به صرفه به نظر می‌رسد. افزون بر آن، همان‌طور که در جدول ۵ مشاهده می‌شود، نمونه بازدارنده خوردگی خارجی در غلظت ۵۰ ppm و نمونه بازدارنده خوردگی ساخته شده با منیزیم اولتات در غلظت ۲۵ ppm محافظت خوردگی مناسب را نشان داده‌اند. همچنین نمونه دوم در غلظت پایین‌تری توانسته است محافظت مناسب را ایجاد کند و کیفیت بهتری داشته باشد که در نتیجه به‌هنگام مصرف مقدار کمتری مصرف می‌شود. بنابراین، استفاده از آن نسبت به نمونه خارجی مقرون به صرفه‌تر است.

نتیجه‌گیری

برای تهیه منیزیم اولتات، از منیزیم اکسید نانوساختار به عنوان واکنشگر استفاده شد و به این منظور، روش‌های سنتز متفاوتی مورد استفاده قرار گرفت. هرچه مقدار TBN نمونه‌های منیزیم اولتات سنتز شده بیشتر باشد، کیفیت فرآورده به عنوان بازدارنده خوردگی بیشتر خواهد بود زیرا با ویژگی بازی بالاتر، توانایی بیشتری برای

پیک‌های ناخالصی مشاهده نمی‌شود. با توجه به مطابقت موقعیت پیک‌های این الگو با کارت استاندارد JCPDS 87-0653، ساختار بلوری نانو ذرات منیزیم اکسید ساخته شده مکعبی مرکز وجوه پر است. میانگین اندازه ذرات نمونه، با استفاده از فرمول دبای شرر، ۵۰ نانومتر محاسبه شد.



شکل ۶ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه نانو منیزیم اکسید منتخب (نمونه شماره ۲)

در نهایت، نمونه شماره ۱ منیزیم اولتات که با نمونه شماره ۲ نانومنیزیم اکسید از روش هم‌رسوبی تهیه شده است، با استفاده از روش استاندارد NACE 1 D 182 مورد آزمایش قرار گرفت. نتیجه‌های آزمایش‌ها در جدول ۵ ارایه شده است. در این جدول، نتیجه‌های آزمایش خوردگی مربوط به نمونه بازدارنده خوردگی موجود در بازار، بازدارنده خوردگی سنتز شده در این پژوهش که فاقد منیزیم اولتات است و بازدارنده خوردگی سنتز شده حاوی منیزیم اولتات هستند. این نتیجه‌ها مشخص می‌کند که نمونه حاوی منیزیم اولتات نسبت به نمونه فاقد این ماده خواص ضد خوردگی بهتری از خود نشان می‌دهد. در حقیقت، وجود منیزیم

جدول ۵. نتیجه‌های آزمون خوردگی نمونه‌ها

مشاهدات ظاهری	درصد محافظت (%P)	سرعت خوردگی (mpy)	غلظت بازدارنده (ppm)	کد نمونه
خوردگی شدید	-	۸۳	۰	نمونه بازدارنده خوردگی موجود در بازار
خوردگی موضعی	۸۲	۱۵	۱۰	
خوردگی در لبه‌ها	۹۵	۴٫۵	۲۵	
خوردگی عمومی	۹۸٫۵	۱٫۲	۵۰	
خوردگی عمومی	۹۹٫۵	۰٫۴	۱۰۰	نمونه بازدارنده محلول در روغن ساخته شده حاوی منیزیم اولئات
خوردگی شدید	-	۸۴	۰	
خوردگی در لبه‌ها	۸۵	۱۲٫۲	۱۰	
خوردگی عمومی	۹۸٫۹	۰٫۹۳	۲۵	
خوردگی عمومی	۹۹	۰٫۸۰	۵۰	نمونه بازدارنده محلول در روغن ساخته شده بدون منیزیم اولئات
خوردگی عمومی	۹۹٫۴	۰٫۵۳	۱۰۰	
خوردگی شدید	-	۸۳	۰	
خوردگی در لبه‌ها	۸۸	۹٫۹	۱۰	
خوردگی در لبه‌ها	۹۳٫۶	۵٫۲	۲۰	منیزیم اولئات
خوردگی عمومی	۹۸٫۴	۱٫۳	۳۰	

و سازگاری این مواد با محیط زیست، استفاده از آن‌ها برای تهیه بازدارنده خوردگی منطقی خواهد بود. از طرفی، نتیجه آزمایش خوردگی نشان می‌دهد که به هنگام مصرف، مقدار بازدارنده حاوی منیزیم اولئات مصرفی نصف مقدار بازدارنده مصرفی خارجی تجاری موجود در بازار است. بنابراین، استفاده از این فراورده به‌عنوان بازدارنده خوردگی، مقرون به صرفه به نظر می‌رسد.

خنثی کردن محیط اسیدی موجود و جلوگیری از خوردگی خواهد داشت. نتیجه‌های نشان می‌دهد، از بین روش‌های مورد استفاده برای سنتز نانوساختارهای منیزیم اکسید، روش هم‌رسوبی نسبت به سایر روش‌های مورد استفاده برتری دارد. به دلیل امکان استفاده از واکنشگر با خلوص تجاری برای سنتز منیزیم اولئات، سادگی روش تولید، عدم نیاز به تجهیزات گران قیمت خاص برای تولید

مراجع

- [1] Garcia, M. F. Arias, A.M. Hanson, J. C. Rokiriguez, J. A. Chem. Rev. 2004, 104-106
- [2] Habibi, R. Towfighi Daryan, J. Rashidi, A.M. Journal of Experimental Nanoscience 2009, 4, 35.
- [3] Brinker, C. J. Scherer, G. W. Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing. Academic Press. 1990.
- [4] Mangalaraja, R. V. Ananthakumar, S. Manohar, P. Gnanam, F. D. Materials Science and Engineering A. 2003, 355, 320- 324.
- [5] Fu, Y. P. Lin, C. H. Liu, C. W. Yao, Y. D. Journal of Alloys and Compounds. 2005, 391, 185- 189.
- [6] Vaidhyanathan, B. Agrawal, D. K. ShROUT, T. R. Fang, Y. Materials Letters. 2000, 42, 207-211.
- [7] Kumari, L. Li, W.Z. Vannoy, C.H. Leblanc,

- R.M. Wang, D.Z. Ceramic International. 2009, 35, 3355-3364.
- [8] Suresh, G. Rajiv Gandhi, R.G. Selvam, S. Sundrarajan, M. Advanced Materials Research 2013, 678, 297-300.
- [9] Mastuli, M.S. Kamarulzaman, Nawawi, N.Z. Mahat, A.M. Rusdi, R. and Kamarudin, N. Nanoscale Research Letters 2014, 9, 134.
- [10] Bhatte, K.D. Sawant, D.N. Deshmukh, K.M. Bhanage, B.M. Particuol 2012, 10, 384-387.
- [11] Alaei, M. Jalali, M. Rashidi, A.M. Iran. J. Chem. Chem. Eng. 2013, 32, 21.
- [12] Fu, Y. P. Lin, C. H. Liu, C. W. Yao, Y. D. Journal of Alloys and Compounds. 2005, 391, 185.
- [13] Zhou, X. Zhou, J. Ou-Yang, Z. Phys. rev. let. B. 2000, 62, 13692.
- [14] Awizar, D. A. N. Othman, K. Jalar, A. Daud, A. R., Rahman, A. Al-hardan, N. H. Int. J. Electrochem. Sci. 2013, 8, 1759.

The best synthesis of nanostructured magnesium oxide, for the construction of magnesium oleate to prepare corrosion inhibitor

M. Alaei^{1,*}, A.M. Rashidi², J. Haj-Ali-Gugani³, M. Ghasemi⁴ and E. Ghasemi⁵

1. Assistant prof. of Inorganic Chemistry, Petroleum Industry Research Center (Ripi), Tehran, Iran
2. Associate Prof. of Chemical Engineering, Petroleum Industry Research Center (Ripi), Tehran, Iran
3. MSc, Pharmaceutical Sciences Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran
4. MSc of corrosion, oil and gas exploitation East, Tehran, Iran
5. Assistant Prof. of Analytical Chemistry, Pharmaceutical Sciences Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran

Received: May 2014, First Revised: September 2014, Second Revised: May 2015, Accepted: June 2015

Abstract: In this research, we propose the best method for the synthesis of Magnesium oxide nanostructures as precursor for the synthesis of Magnesium Oleate. Magnesium oxide nanoparticles have been synthesized with different methods such as co-precipitation, microwave, and ball milling. The samples were characterized by XRD, SEM and TEM. After analysis, the best samples were selected based on their morphology and their average particle size. Magnesium Oleate was synthesized by the as-prepared Magnesium oxide nanostructures and characterized with Total Base Number (TBN). The corrosion inhibition property of the sample which had the highest TBN amount was determined according to the NACE 1 D 182 standard test method. The corrosion inhibitor that contains Magnesium Oleate will be economical because of its simple method of synthesis and required equipments that are used, lower dosage in comparison to the similar commercial product, and using commercial grade of starting materials.

Keywords: Nanostructured Magnesium oxide, Magnesium oleate, Corrosion inhibitors