

УКРАЇНА



ПАТЕНТ

НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

№ 82022

СПОСІБ ОТРИМАННЯ ІНГІБІТОРА НАКИПОУТВОРЕННЯ ТА  
КОРОЗІЇ МЕТАЛІВ У ВОДНОМУ СЕРЕДОВИЩІ

Видано відповідно до Закону України "Про охорону прав на винаходи  
і корисні моделі".

Зареєстровано в Державному реєстрі патентів України на корисні  
моделі 10.07.2013.

Голова Державної служби  
інтелектуальної власності України

  
М.В. Ковіня





УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **82022** (13) **U**  
(51) МПК

**C23F 11/08** (2006.01)

**C07F 9/09** (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ**

<p>(21) Номер заявки: <b>u 2013 00223</b></p> <p>(22) Дата подання заявки: <b>04.01.2013</b></p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: <b>10.07.2013</b></p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: <b>10.07.2013, Бюл.№ 13</b></p>	<p>(72) Винахідник(и): <b>Гомеля Микола Дмитрович (UA), Рудковська Олена Вікторівна (UA), Омельчук Юлія Аркадіївна (UA), Радовенчик Вячеслав Михайлович (UA)</b></p> <p>(73) Власник(и): <b>Гомеля Микола Дмитрович, вул. Закревського, 13, кв. 138, м. Київ, 02217 (UA), Рудковська Олена Вікторівна, вул. Радянська, 8, кв. 28, м. Севастополь, 99000 (UA), Омельчук Юлія Аркадіївна, вул. Маліновського, 2, кв. 2, м. Севастополь, 99703 (UA), Радовенчик Вячеслав Михайлович, вул. З. Гайдай, 7, кв. 137, м. Київ, 04212 (UA)</b></p>
--	---

**(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ІНГІБІТОРА НАКИПОУТВОРЕННЯ ТА КОРОЗІЇ МЕТАЛІВ У ВОДНОМУ СЕРЕДОВИЩІ**

**(57) Реферат:**

Спосіб отримання інгібітора накипоутворення та корозії металів у водному середовищі включає взаємодію гіпофосфіту натрію з соляною кислотою та параформом при 80-90 °С протягом 5÷6 годин. Витрата соляної кислоти складає 1÷5 % від стехіометричної кількості. Отриманий продукт нейтралізується розчином лугу та конденсується з сульфідом натрію.

UA 82022 U



Корисна модель належить до методів отримання інгібіторів накипоутворення та корозії металів у водному середовищі і може бути використана при кондиціонуванні води для водоциркуляційних систем охолодження в промисловості та енергетиці, для теплоенергетичних систем комунальних господарств.

5 Для стабілізації води щодо накипоутворення та для захисту металів від корозії досить часто використовують фосфонові кислоти та їх суміші (Патент США 547847 МКИ<sup>6</sup> C02F 5/14, опубл. 26.12.95; Патент США 6063289, МКИ<sup>7</sup> C02F 5/14).

Недоліком цього методу є висока вартість фосфонових кислот, низька їх ефективність, як інгібіторів корозії металів та низька стабільність розчинів фосфонатів цинку.

10 Більш стабільними є розчини доступної цинкової солі диметиллофосфінової кислоти. Використання цинку в інгібіторах підвищує ефективність протикорозійного захисту.

Частіше за все диметиллофосфінову кислоту отримують із гіпофосфіту натрію або фосфорноватистої кислоти та формаліну або параформу (Пат. 627477 Швейцарія, МКИ C07F 9/30, A01N 57/20. опубл. 15.01.82).

15 Недоліком цього способу отримання диметиллофосфінової кислоти є використання як сировини нестійкої до окислення, дефіцитної фосфорноватистої кислоти та надлишку соляної кислоти.

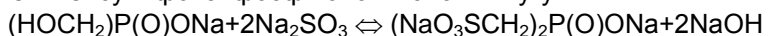
20 Найбільш близьким по технічній суті до запропонованої корисної моделі є спосіб отримання диметиллофосфінової кислоти з гіпофосфіту натрію та параформу з використанням соляної кислоти (Пат. Україна, МПК<sup>7</sup> C23F 11/08 C07F 9/09, опубл. 15.10.2002, Бюл. № 10).

Недоліком цього методу є використання соляної кислоти в кількості, еквівалентній кількості гіпофосфіту натрію, відділення хлориду натрію від отриманої фосфорноватистої кислоти та недостатня ефективність даного продукту як інгібітора накипоутворення.

25 В основу корисної моделі поставлено задачу удосконалити спосіб отримання інгібітора накипоутворення та корозії металів на основі диметиллофосфінової кислоти шляхом зменшення витрати соляної кислоти до 1÷5 % від стехіометричної кількості, нейтралізації розчину синтезованої диметиллофосфінової кислоти лугом та конденсації диметиллофосфінової кислоти з сульфідом натрію.

30 Поставлена задача вирішується тим, що в способі отримання інгібітора накипоутворення та корозії металів у водному середовищі, який включає взаємодію гіпофосфіту натрію з соляною кислотою та параформом при 80-90 °С протягом 5÷6 годин та який відрізняється тим, що витрата соляної кислоти складає 1÷5 % від стехіометричної кількості, а отриманий продукт після нейтралізації розчином лугу конденсують з сульфідом натрію.

35 Суть способу полягає у тому, що для ефективної конденсації гіпофосфіту натрію немає необхідності повністю переводити його в фосфорноватисту кислоту з допомогою соляної кислоти. Досить, що в розчині реакція середовища була достатньо низькою для утворення певної рівноважної кількості фосфорноватистої кислоти, що ефективно реагує з параформом. При цьому при температурі 80-90 °С за 5-6 годин гіпофосфіт натрію практично повністю перетворюється в натрієву сіль диметиллофосфінової кислоти. Крім цього відпадає необхідність при отриманні фосфорноватистої кислоти відділяти хлорид натрію. Для конденсації цієї солі з сульфідом натрію необхідно довести рН розчину лугом до нейтральних значень - 6,0÷7,0. Витрата лугу еквівалентна витраті соляної кислоти. При додаванні до розчину сульфід натрію в співвідношенні до солі диметиллофосфінової кислоти 2:1 відбувається конденсація сульфід натрію по метилольних групах з утворенням натрієвої солі диметилсульфонатфосфінової кислоти і лугу:



40 Отриманий продукт здатний утворювати стійкі хелатні комплекси з іонами жорсткості і тому є ефективним інгібітором накипоутворення. Він утворює міцні комплексні сполуки із металами, стабілізує пасиваційну плівку і тому є ефективним інгібітором корозії металів, особливо в присутності іонів цинку.

50 Спосіб реалізується наступним чином. До розчину гіпофосфіту натрію додають соляну кислоту у кількості 1÷5 % від стехіометрії. Розчин нагрівають до 80-90 °С і по частинах при перемішуванні вносять розраховану кількість параформу. Співвідношення реагентів гіпофосфіту натрію та параформу, у молях 1:2. Суміш перемішують при температурі 80-90 °С до повного розчинення параформу (~5 годин). Для завершення реакції суміш перемішують при даній температурі іще протягом години.

55 Після охолодження розчину до температури 20-30 °С лугом доводять рН до 6÷7. Потім додають розраховану кількість сульфід натрію. На 1 моль натрієвої солі диметиллофосфінової кислоти (гіпофосфіту натрію) додавали 2,0÷2,5 моля сульфід натрію. Суміш залишають при кімнатній температурі. Через 2÷3 доби з розчину випадають кристали продукту - натрієвої солі

диметиленсульфонатфосфінової кислоти. Осад відділяли на фільтрі, сушили в сушильній шафі при 50-60 °С. Вихід продукту - 87÷93 %.

Для підтвердження технічного результату були проведені наступні досліди.

Приклад 1. В реактор, обладнаний мішалкою, зворотнім холодильником та дозуючим пристроєм добавили 1 моль гіпофосфіту натрію, розчинений в 150 см<sup>3</sup> дистильованої води та 5 см<sup>3</sup> 35 %-ї соляної кислоти. Температуру в реакторі підняли до 80-90 °С і при перемішуванні додавали по частинах 2 молі параформу. Суміш нагрівали при даній температурі і перемішували до повного розчинення параформу. Для завершення реакції суміш витримували при даній температурі іще 1÷2 години. Після відключення нагріву і охолодженні суміші до 20-30 °С рН розчину довели лугом до 6÷7. Після цього при перемішуванні в реактор добавили 600 см<sup>3</sup> дистильованої води та 2,2 моля сульфату натрію. Суміш перемішували при 50 °С до повного розчинення сульфату натрію. Після цього суміш залишали на 2-3 доби при кімнатній температурі. Кристали натрієвої солі диметиленсульфонатфосфінової кислоти відділяли на фільтрі, висушували при 500 °С. Отримали 291 г продукту.

Вихід - 90,94 %. Отриманий продукт використовували як стабілізатор накипоутворення та інгібітор корозії металів.

Приклад 2. Оцінку ефективності диметиленсульфонатфосфіату натрію (ДМСФН) як інгібітора корозії сталі проводили у водопровідній воді (Ж=7,8 мг-екв/дм<sup>3</sup>, Л=7,3 мг-екв/дм<sup>3</sup>, [SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>] = 49 мг/дм<sup>3</sup>; [СГ] = 135 мг/дм<sup>3</sup>) методом масометрії. При цьому попередньо зважені на аналітичних вагах зразки металів витримували в контрольних пробах води та в пробах оброблених інгібітором, або інгібітором в присутності іонів цинку протягом 168 годин. Після цього із зразків знімали продукти корозії та висушували при 100 °С. Очищені і висушені зразки зважували. Швидкість корозії розраховували по зниженню маси зразків з урахуванням площі поверхні та часу корозії. Коефіцієнт гальмування (j) розраховували як відношення швидкості корозії в контрольному досліді (без інгібітора) (V<sub>0</sub>), до швидкості корозії в розчині з інгібітором (1):

$$j = \frac{V_0}{V_i} \quad (1)$$

Ступінь захисту від корозії розраховували за формулою (2):

$$Z = \left(1 - \frac{1}{j}\right) \cdot 100, \% \quad (2)$$

Результати приведені в табл. 1.

Таблиця 1

Інгібітор	Доза, мг/дм <sup>3</sup>	V, г·м <sup>2</sup> /годин	V, мм/рік	j	Z, %
1	2	3	4	5	6
Сталь 3 (Ст3)					
ДМСФН	0,0	0,0306	0,0397	-	-
	1,0	0,0305	0,0396	1,00	0,0
	2,0	0,0232	0,0301	1,32	24,2
	5,0	0,0093	0,0121	3,28	69,5
	10,0	0,0078	0,0101	3,93	74,6
ДМСФН; Zn <sup>2+</sup>	0,0;0,0	0,0306	0,0397	-	-
	1,0;2,0	0,0099	0,0129	3,08	67,5
	2,0;2,0	0,0055	0,0072	5,51	81,9
	5,0;2,0	0,0048	0,0062	6,40	84,4
	10,0;2,0	0,0018	0,0024	16,54	94,0
Латунь (Л2)					
ДМСФН	0,0	0,0066	0,0068	-	-
	1,0	0,0037	0,0039	1,76	43,3
	2,0	0,0033	0,0035	1,94	48,5
	5,0	0,0031	0,0033	2,08	51,8
	10,0	0,0030	0,0031	2,17	53,9
ДМСФН; Zn <sup>2+</sup>	1,0;2,0	0,0054	0,0056	1,21	17,3
	2,0;2,0	0,0019	0,0019	3,42	70,7
	5,0;2,0	0,0018	0,0018	3,63	72,4
	10,0;2,0	0,0013	0,0014	4,79	79,1

Продовження таблиці 1

Медь (M2)					
ЛМСФН	0,0	0,0053	0,0052	-	-
	1,0	0,0034	0,0033	1,57	36,3
	2,0	0,0030	0,0029	1,75	42,8
	5,0	0,0026	0,0025	2,05	51,2
	10,0	0,0021	0,0020	2,60	61,5
ДМСФН; Zn <sup>2+</sup>	1,0;2,0	0,0023	0,0022	2,30	56,15
	2,0;2,0	0,0021	0,0020	2,60	61,5
	5,0;2,0	0,0011	0,0010	5,20	80,8
	10,0;2,0	0,0006	0,0006	8,67	88,5

5 Приклад 3. Проби артезіанської води ( $J=7,6$  мг-екв/дм<sup>3</sup>;  $[Ca^{2+}]=4,8$  мг-екв/дм<sup>3</sup>;  $[Mg^{2+}]=2,8$  мг-екв/дм<sup>3</sup>;  $L=7,4$  мг-екв/дм<sup>3</sup>,  $[SO_4^{2-}]=35$  мг/дм<sup>3</sup>;  $[Cl^-]=119$  мг/дм<sup>3</sup>) та проби води, обробленої інгібітором, нагрівали в термостаті при 40 °С протягом 72 годин за умов випаровування води. Після цього визначали залишкові об'єми проб, розраховували коефіцієнт випаровування ( $K_y$ )

$$K_y = \frac{V_p}{V_k} \quad (3)$$

де  $V_p$  - початковий об'єм проби, см;

$V_k$  - кінцевий об'єм проби, см.

10 Визначали залишкову жорсткість води у всіх пробах. За коефіцієнтом випаровування визначали теоретичну можливу жорсткість води ( $J_T$ ), яка могла бути після випаровування води при повній стабільності щодо накипоутворення:

$$J_T = J \cdot K_y; \quad (4)$$

де  $J$  - початкова жорсткість води.

Після цього розраховували стабілізаційний ефект за формулою (5):

$$SE = \left( 1 - \frac{\Delta J_i^T}{\Delta J_T} \right) \cdot 100\% \quad (5)$$

15 де  $\Delta J_i^T$  - різниця між розрахованим значенням  $J_T$  і вимірним значенням жорсткості в присутності інгібітора  $J_i$ ;

$\Delta J_T$  - різниця між розрахованим значенням жорсткості  $J_T$  і вимірним значенням жорсткості в пробі без інгібітора.

Протинакипний ефект розраховували за формулою (6):

$$PE = \frac{J_i}{J_T} \cdot 100\% \quad (6)$$

Результати приведені в таблиці 2.

20

Таблиця 2

Доза інгібітора ДМСФН, мг/дм <sup>3</sup>	C, мгекв/дм <sup>3</sup>		Ж, мг-екв/дм <sup>3</sup>	K <sub>y</sub>	J <sub>T</sub> , мг-екв/д м <sup>3</sup>	J <sub>i</sub> , мг-екв/дм <sup>3</sup>	ΔJ <sub>i</sub> <sup>T</sup> , мг-екв/дм <sup>3</sup>	SE, %	PE, %
	Ca <sup>2+</sup>	Mg <sup>2+</sup>							
-	4,8	2,8	7,6	1,64	12,46	(5,02)	(7,44)	-	-
2,0	8,4	3,2	11,6	1,54	11,70	11,60	0,10	98,66	99,15
5,0	7,6	3,0	10,60	1,43	10,87	10,60	0,27	96,37	97,52
10,0	8,0	3,6	11,60	1,52	11,60	11,60	0,00	100,00	100,00
20,0	8,4	3,0	11,40	1,49	11,40	11,40	0,00	100,00	100,00
50,0	7,6	2,8	10,40	1,39	10,56	10,40	0,16	97,85	98,48

## ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

5 Спосіб отримання інгібітора накіпоутворення та корозії металів у водному середовищі, який включає взаємодію гіпофосфіту натрію з соляною кислотою та параформом при 80-90 °С протягом 5÷6 годин, який **відрізняється** тим, що витрата соляної кислоти складає 1÷5 % від стехіометричної кількості, а отриманий продукт нейтралізується розчином лугу та конденсується з сульфідом натрію.

---

Комп'ютерна верстка М. Ломалова

---

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

---

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601