

SÍNTESIS Y EVALUACIÓN ELECTROQUÍMICA DE N-FENIL-C-FURIL-NITRONA PARA USO COMO INHIBIDOR DE CORROSIÓN

Ana María Fonseca ^{1*}, Wilson Rozo ², Enrique Vera ³

1: Ingeniero en Metalurgia, Msc en Metalurgia y Ciencia de Materiales. Instituto para la Investigación e Innovación en Ciencia de los Materiales –INCITEMA-. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Tunja, Colombia

2: Químico. Mcs en Química, Instituto para la Investigación e Innovación en Ciencia de los Materiales –INCITEMA-. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Tunja, Colombia

3: Físico, Phd. en Corrosión. Instituto para la Investigación e Innovación en Ciencia de los Materiales –INCITEMA-. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Tunja, Colombia

* Contacto: anamariafonsecareyes@gmail.com

RESUMEN

La síntesis del N-Fenil-C-Furil-Nitrona se realizó a través de una metodología de fácil acceso, el producto obtenido se caracterizó a través de técnicas como espectroscopias de infrarrojo y resonancia magnética nuclear de hidrogeno (IR-FT y RMN 1H). La eficiencia del compuesto se evaluó a través de técnicas electroquímicas de resistencia a la polarización y curvas de polarización Tafel usando salmuera sintética de 1000 ppm de NaCl como fluido corrosivo a temperaturas de 25 y 50°C y condiciones dinámicas de 1000 rpm. Se emplearon concentraciones de 5, 10, 25, 50 y 100 ppm para evaluar el comportamiento inhibitorio de la molécula en aceros al carbono. Se observó que el compuesto presenta correcta capacidad de inhibir la corrosión con mayor eficiencia a 10 y 25 ppm. Se aplicaron isotermas de adsorción, para lo cual se ajustó el modelo de Langmuir, revelando la fisisorción como mecanismo de funcionamiento.

Palabras Clave: *Inhibidor, Electroquímica, Eficiencia, Síntesis, Adsorción*

ABSTRACT

The synthesis of N-Phenyl-C-Furyl nitrona was performed using a easily accessible methodology. Infrared spectroscopy and hydrogen nuclear magnetic resonance (FT-IR and 1H NMR) techniques was used for characterize product obtained. The efficiency of the compound is assessed using electrochemical techniques and polarization resistance Tafel polarization curves using synthetic brine of 1000 ppm NaCl as corrosive fluid at temperatures of 25 to 50oC and dynamic conditions of 1000 rpm. Concentrations of 5, 10, 25, 50 and 100 ppm were used for evaluate the inhibitory behavior in carbon molecule. It was observed that the compound has the ability to inhibit properly corrosion more effectively than 25 ppm. Adsorption isotherms were applied, which were adjusted to the model of Langmuir, revealing physisorption as operating mechanism.

Keywords: *Inhibitor, Electrochemical efficiency, Synthesis, Adsorption*

1 INTRODUCCIÓN

El desarrollo de productos y técnicas que permitan mejorar el desempeño de equipos [1] sometidos a condiciones severas de operación indican adelantos importantes que aseguran las estructuras y evitan pérdidas de carácter humano, ambiental y económico. De esta manera se busca mejorar los procesos de control de corrosión interna. El presente estudio muestra el comportamiento del compuesto N-FENIL-C-FURIL-NITRONA como inhibidor de corrosión en salmuera sintética concentrada a 1000 ppm de NaCl en condiciones estáticas y dinámica de acuerdo a la agresividad del fluido, teniendo en cuenta que las condiciones de agresividad del fluido son altas y el factor de eficiencia del inhibidor estuvo por encima del 60% en la mayoría de las concentraciones por lo se puede afirmar que este tipo de sustancias químicas son promisorias para ser utilizadas como inhibidores de corrosión comerciales.

2 MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Síntesis Química

En un baño de hielo se colocó un balón de fondo plano el cual contenía 2.4113 g (0.0114 mol) de cinamilanilina y 0.1814 g (5.5×10^{-4} mol) de wolframato de sodio (Na_2WO_4) y luego se adicionó 0.1802 g (0.0344 mol) de peróxido de hidrogeno (H_2O_2) en relación (1:0.05:3) empleando como solvente 10 mL de metanol. Esta mezcla se dejó en agitación durante 10 días, luego se rotoevaporó el solvente y se prosiguió a realizar la extracción con acetato de etilo formándose una emulsión, se adicionó carbonato de sodio (Na_2CO_3) para separar la emulsión y se continuó con la extracción. Una vez rotoevaporado el solvente, se lavaron los cristales con hexano. Al final de la reacción se obtuvo 1.6061 g (56.01%) [2].

2.2 Pruebas electroquímicas

La evaluación de los compuestos se llevó a cabo en una celda con tres electrodos: muestras de acero ASTM A36. Con un área expuesta de $3,4 \text{ cm}^2$ como electrodo de trabajo (ET); un electrodo de Ag/AgCl saturado como electrodo de referencia y un alambre de platino como contraelectrodo (CE). La dosificación del compuesto se realizó a concentraciones de 5, 10, 25, 50 y 100 ppm de N-Fenil-C-Furil-Nitrona para finalmente determinar la eficiencia de cada una de las concentraciones en términos de velocidad de corrosión frente a la salmuera preparada a una concentración alta en cloruros de 1000ppm de NaCl.

La corriente de corrosión se determinó a través de las pendientes de Tafel según la ecuación de Butler – Volmer.

$$\eta = a + b \log i \quad (1)$$

La eficiencia de los inhibidores se determinó mediante la expresión:

$$V_c = \frac{v_0 - v_{inh}}{v_0} \quad (2)$$

Donde v_0 es la velocidad de corrosión sin inhibidor y v_{inh} bajo la presencia de inhibidor. El grado de recubrimiento o cobertura superficial, θ , se determina a partir de la expresión

$$\theta = \frac{i_{corr^0} - i_{corr\ inh}}{i_{corr^0}} \quad (3)$$

Donde i_{corr^0} es la corriente de corrosión en ausencia del inhibidor e $i_{corr\ inh}$ en presencia de inhibidor, para la determinación de la isoterma de adsorción más adecuada [5].

3. RESULTADOS

3.1 Caracterización estructural

La síntesis del inhibidor se realizó mediante una metodología versátil (Figura 1), lo cual indicó ser escalable industrialmente. La caracterización estructural del compuesto se efectuó por espectroscopia infrarrojo (FT-IR) y resonancia magnética nuclear de hidrógeno (RMN- ^1H).

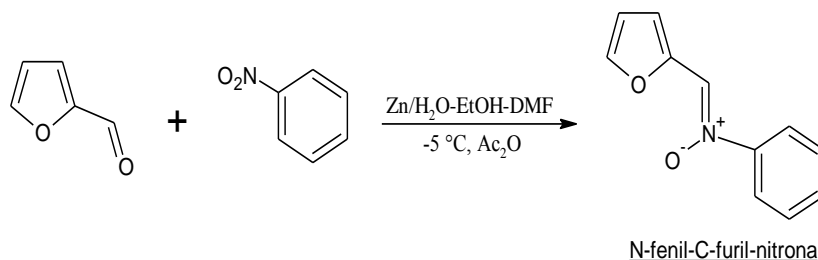


Figura 1. Síntesis de *N-Fenil-C-Furil-Nitrona*.

En el espectro de IR (figura 2) se observan como señales principales las bandas C=N entre 1568–1602 cm^{-1} , N-O en 1471 cm^{-1} y C-O en 1014–1066 cm^{-1} .

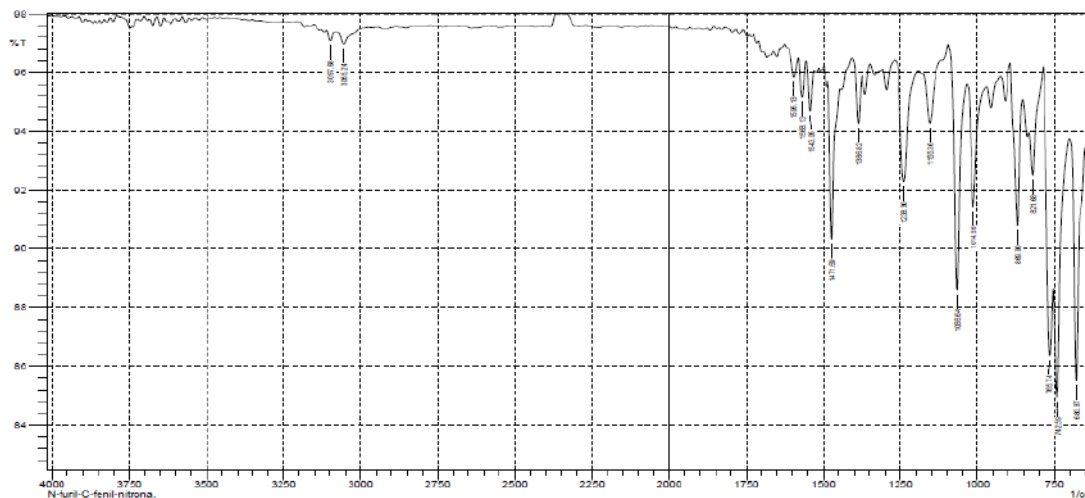


Figura 2. Espectro IR-FT del N-óxido *N-Furil-C-phenyl-Nitrona*

El espectro de RMN ^1H , muestra como señal característica para las nitronas, el pico en 7.30–8.54 ppm correspondiente al protón del grupo N-óxido; a 7.91 ppm resuena el protón del N-óxido (3) y a 8.15 ppm la señal protón del N-óxido (2). La desprotección provoca que la señal aparezca a campos más bajos en comparación con las señales de los protones aromáticos que resuenan entre 8.00 – 7.42 ppm como se muestra en la figura 3.

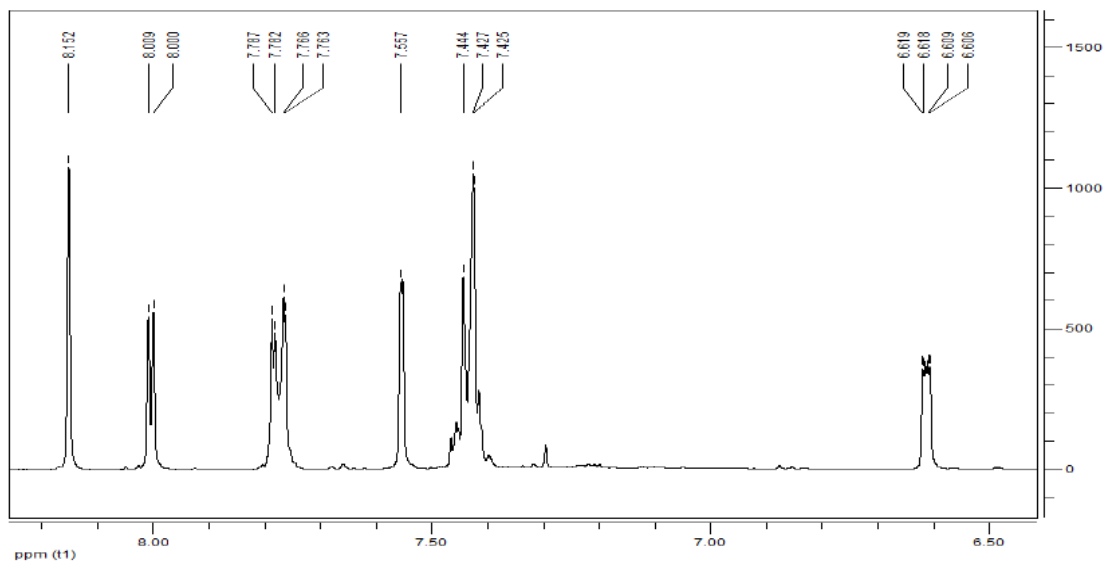


Figura 3. Espectro RMN- ^1H a 600 MHz del *N-Furil-C-phenyl-Nitrona*

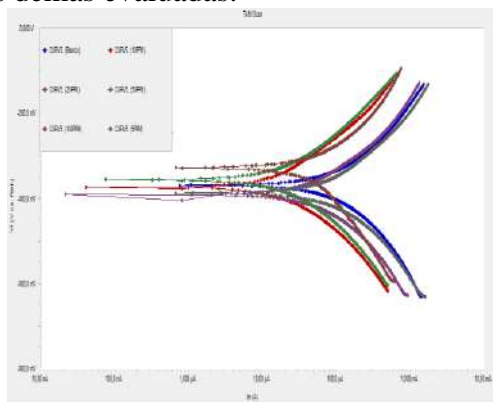
3.2 Evaluación electroquímica

Los resultados presentados en la Tabla 2, indican eficiencias superiores al 80% respecto al blanco, mostrando un mejor comportamiento a 50°C, lo cual corrobora la estabilidad térmica de la molécula, se resalta el comportamiento del compuesto a 10 y 25 ppm con eficiencias del orden del 92%.

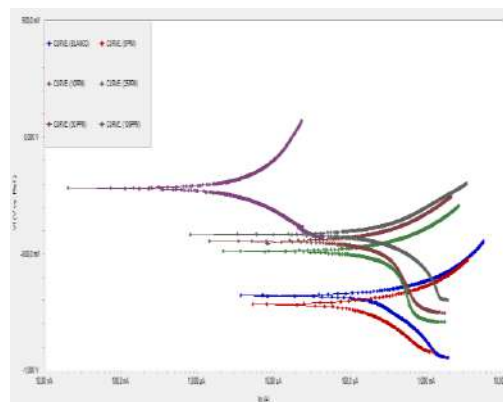
Tabla 2. Parámetros potenciodinámicos y porcentaje de eficiencia de inhibición (E%) de n-furil-c-fenil-nitrona en salmuera sintética a 25°C y 50°C en condiciones dinámicas 1000 rpm.

Concentración (ppm)	T°C	E _{corr} V	I _{corr} μA	(Rp) Ω.cm ²	V (mpy)	E (%)
Salmuera (blanco)	25°C	-380.3	125.3	324.6	17.09	-
	50°C	-442.7	311.8	105.2	42.05	-
5 ppm	25°C	361.8	10.69	1256	1.56	90.85
	50°C	470.5	15.74	734.9	3.53	91.61
10 ppm	25°C	-360.7	11.14	1584	1.63	90.46
	50°C	-452.0	12.23	828.0	3.01	92.84
25 ppm	25°C	-333.4	13.55	1331	1.93	88.68
	50°C	-422.5	9.73	766.2	3.18	92.44
50 ppm	25°C	-346.1	13.95	1416	1.90	88.85
	50°C	-400.2	29.82	489.8	5.19	87.64
100 ppm	25°C	-370.6	43.35	608.8	4.94	65.22
	50°C	-489.6	43.88	342.8	6.03	85.65

En la figura 4a se observa un desplazamiento en las curvas de polarización tafel hacia la izquierda, lo que indica una importante disminución de transferencia de corriente en las diferentes concentraciones evaluadas a diferencia de 100 ppm que se mantiene cercana al blanco, lo que no quiere decir que no presente el efecto de inhibición dando lugar una eficiencia de 65.22% siendo la menor reportada. Por otra parte en la figura 4b cabe resaltar el excelente comportamiento de la molécula a 10ppm a 50°C de acuerdo al desplazamiento de la curva frente a las demás evaluadas.



a. Evaluación electroquímica 25°C



b. Evaluación electroquímica 25°C

Figura 4. Curvas de polarización tafel de la molécula n-furil-c-fenil-nitrona a 25°C y 50°C

Otro aspecto importante que permitió evaluar la capacidad de inhibición de la molécula fue la aplicación de isothermas de adsorción, para los cuales se determinó la cobertura superficial a partir de la ecuación 3, encontrándose coeficientes de correlación de 0,80 y 0,95 para las condiciones de 25 °C y 50°C respectivamente. De esta manera se identificó la fisisorción como mecanismo de adsorción debido a que el método de langmuir resultó ser el más adecuado.

4. CONCLUSIONES

Se confirmó que el compuesto nitrogenado *N-Furil-C-fenil-Nitrona*, presenta la capacidad de inhibir la corrosión en electrolitos altamente agresivos presentando eficiencias superiores al 80%. Lo que quiere decir que la metodología empleada para sintetizar este tipo de moléculas es eficiente y versátil lo que indica ser manejable industrialmente. Así mismo las condiciones de evaluación del inhibidor en un medio agresivo permitieron evaluar el mejor comportamiento del mismo, encontrándose que a 10 ppm y 25 ppm presentan una eficiencia superior al 90% a 50°C, confirmando la estabilidad térmica del inhibidor.

5 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Bilurbina L., Liesa F., Iribarren J. Corrosión y protección, primera edición, Universidad Politécnica de Cataluña. P 89-136. 2003
2. Rozo, W. Kouznetsov, V. Palma, A. Stashenko, E.; Bahsas, A. Amaro-Luis, J. A simple and efficient preparation of 3,4-dialkylsustituted tetrahydroisoquinoline using cyclopropylethylidenbezylamine. *Synthetic Communications*, 59, 419-425. 2002.
3. Ayati, N.S. Khandandel, S. Momeni M. Moayed, M.H. Davoodi, A. Rahimizadeh, M. Inhibitive effect of synthesized 2-(3-pyridyl) -3,4-dihydro-4-quinazolinone as a corrosion inhibitor for mild steel in hydrochloric acid. En: *Materials Chemistry and Physics*. 258-278. 2010.
4. A.G. Reynaud Morales, M. Casales Díaz, J.G. Chacón Efecto de la imidazolina [IM-NH17] en el proceso de corrosión del acero API 5L-X52 en salmueras acidificadas. *Ingeniería, investigación y tecnología* v.10 n.4 México. 2009.
5. Atkins P.W. *Chemisorbed and Physisorbed Species*. Oxford. A Textbook in Physical Chemistry University Press. 1980.