สารหล่อลื่นสังเคราะห์จากน้ำมันถั่วเหลือง

นางสาว ธงจุฑา สุวรรณประเสริฐ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาปิโตรเคมี
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2539

ISBN 974-634-987-2

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I 16814049

SYNTHETIC LUBRICANT FROM SOYBEAN OIL

Miss Thongjuta Suwanprasert

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Program of Petrochemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

Academic year 1996

ISBN 974-634-987-2

Thesis Title	SYNTHETIC LUBRICANT FROM SOYBEAN OIL
By	Miss Thongjuta Suwanprasert
Department	Petrochemistry
Thesis Advisor	Associate Professor Sophon Roengsumran,Ph.D.
Thesis Co-Advisor	Mrs. Ratanavalee In-Ochanon

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree.

---------- Dean of Graduate School

(Associate Professor Santi Thoongsuwan, Ph.D.)

Thesis Committee

---------- Chairman

(Associate Professor Supawan Tantayanon, Ph.D.)

---------- Thesis Advisor

(Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.)

---------- Thesis Co-advisor

(Mrs. Ratanavalee In-Ochanon)

---------- Member

(Assistant Professor Amorn Petsom, Ph.D.)

---------- Member

(Assistant Professor Somchai Pengprecha, Ph.D.)

---------- Member

(Assistant Professor Wimonrat Trakarnpruk, Ph.D.)

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

ธงจุฑา สุวรรณประเสริฐ : สารหล่อลื่นสังเคราะห์จากน้ำมันถั่วเหลือง (SYNTHETIC LUBRICANT FROM SOYBEAN OIL) อ. ที่ปรึกษา : รศ. ดร. โสภณ เรืองสำราญ, อ. ที่ปรึกษาร่วม : รัตนาวลี อินโอชานนท์, 132 หน้า. ISBN 974-634-987-2

วัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้ต้องการศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของสารหล่อลื่นสังเคราะห์ที่ได้จากน้ำมันถั่วเหลือง โดยการนำน้ำมันถั่วเหลือง ซึ่งมีโครงสร้างเป็นไตรกลีเซอร์ไรด์ มาผ่านปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันโดยการแปรผันชนิดของแอลกอฮอล์ที่เข้าทำปฏิกิริยาตั้งแต่ ไอโซโพรพานอล, 1-บิวทานอล, 1-เฮกซานอล, 4-เมทธิล-2-เพนทานอล และ 2-เอทธิล-1-เฮกซานอล ที่อุณหภูมิของปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยมีกรดซัลฟุริกเข้มข้นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นจะนำสารหล่อลื่นสังเคราะห์ที่ได้มาผ่านกระบวนการไฮโดรจีเนชันภายใต้ความดันกาซไฮโดรเจน 150 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้โลหะแพลทินัมร้อยละ 1 บนตัวรองรับอลูมินาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากขั้นตอนไฮโดรจีเนชันแล้วจะนำสารหล่อลื่นเอสเทอร์สังเคราะห์ ที่ได้จากแอลกอฮอล์แต่ละตัว ไปวัดคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมี พบว่า สารหล่อลื่นเอสเทอร์สังเคราะห์ชนิด 2-เอทธิล-1-เฮกซิล เอสเทอร์ มีแนวโน้มที่จะนำมาใช้ในอุตสาหกรรมมากที่สุด เพราะมีค่าความหนืด และดัชนีความหนืดสูง ค่าความเสถียรต่อความร้อน และการถูกออกซิไดซ์เกิดได้ดี ส่วนค่าความเป็นกรด และความสามารถในการกัดกร่อนแผ่นทองแดงอยู่ในมาตรฐานที่ยอมรับได้ ดังนั้นจึงสามารถนำเอสเทอร์สังเคราะห์ที่ได้มาใช้เป็นสารหล่อลื่นสังเคราะห์พื้นฐาน เช่น น้ำมันไฮดรอลิกในอุตสาหกรรมได้

นอกจากนี้ยังพบว่า สารหล่อลื่นสังเคราะห์ที่ได้เหล่านี้จะให้ดัชนีความหนืดสูงมาก ดังนั้นจึงนำสารหล่อลื่นเอสเทอร์สังเคราะห์ที่ได้แต่ละชนิดไปผสมกับน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน เพื่อศึกษาผลของดัชนีความหนืดที่เพิ่มขึ้น ผลที่ได้พบว่า เมื่อผสมสารหล่อลื่นเอสเทอร์สังเคราะห์นี้ในปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก จะให้ค่าดัชนีความหนืดสูงสุดที่ 128 โดยการผสมสารหล่อลื่นสังเคราะห์ชนิด 2-เอทธิล-1-เฮกซิล เอสเทอร์

ภาควิชา สหสาขาปิโตรเคมี - โพลีเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต ธงจุฑา สุวรรณประเสริฐ

สาขาวิชา ปิโตรเคมี ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2537 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

#C685119 : MAJOR PETROCHEMISTRY
KEY WORD: SYNTHETIC LUBRICANT / SOYBEAN OIL / TRANSESTERIFICATION
THONGJUTA SUWANPRASERT : SYNTHETIC LUBRICANT FROM SOYBEAN OIL. THESIS ADVISOR : ASSO. PROF. SOPHON ROENGSUMRAN , Ph.D., THESIS CO-ADVISOR : RATANAVALEE IN-OCHANON. 132 pp. ISBN 974-634-987-2

The aim of this research is to study the physical and chemical properties of synthetic ester lubricant which obtained from soybean oil. Soybean oil which has triglyceride structure was changed to monoester structure in transesterification reaction with alcohol such as isopropanol, 1- butanol, 1- hexanol, 4- methyl-2-pentanol, 2-ethyl-1-hexanol at reaction temperature of 80 Celcius degree for 3 hours and using concentrated sulphuric acid as a catalyst. Then each monoester product was subjected in hydrogenation process under hydrogen gas pressure of 150 psi. and reaction temperature of 150 Celcius degree for 3 hours by using 1% platinum on alumina as a catalyst.

The hydrogenated 2-ethyl-1-hexyl ester has tendency to be used as synthetic lubricants such as hydraulic lubricant in industries because it has good physical and chemical properties such as high viscosity and viscosity index value, good oxidation stability, acceptional standard range of acid value and copper stripe corrosion.

Because of high viscosity index value, each hydrogenated monoester was blended with petroleum base oil (150SN) to give higher viscosity index value. The blended oils have the highest viscosity index value at 128 by only adding 20% hydrogenated 2-ethyl-1-hexyl ester by weight of blended oil.

ภาควิชา สหสาขา ปิโตรเคมี - โพลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต ธงชัย สุวรรณประเสริฐ

สาขาวิชา ปิโตรเคมี ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

ปีการศึกษา 2539 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to express my deepest gratitude to my advisor, Assistant Professor Sophon Roengsamran, for providing helpful guidance, criticism and encourage throughout this research.

I also wish to give special thanks to Mrs. Ratanawalee In-Ocharnon, my thesis co-advisor for her helpful suggestions and guidance.

I am grateful to Associate Professor Amorn Petsom for his helpful to concentrate and correct some part of this research paper.

Futhermore, I wish to say any thankful expressions to all staffs of the Petroleum Authority of Thailand for their help.

I also thank Dr.Paul Jerus from United Catalyst, Inc. for support some catalysts.

Again, I sincerely thank Mr. Thumnoon Nhujak for his kindness to correct English writing of this research paper enduringly.

All in all, I would like to thank all friends of mine who always gave me some help, encouragement and so on.

CONTENTS

page

ABSTRACT IN THAI.....IV

ABSTRACT IN ENGLISH.....V

ACKNOWLEDGEMENTS.....VI

LIST OF TABLES.....IX

LIST OF FIGURES.....XI

ABBREVIATIONS.....XVI

CHAPTER 1 : INTRODUCTION

General.....1

Objective of This research.....2

Scope of This Research.....2

CHAPTER 2 : THEORETICAL CONSIDERATION

Soybean 3

Purposes of Lubrication.....10

The Basic Function of Lubricant.....12

The Principle Properties and Tests.....14

Property and Structure and Relationship.....18

Synthetic Lubricant.....21

Synthetic Ester Lubricant.....24

Industrial Lubricant.....37

Transesterification.....44

Hydrogenation.....45

CHAPTER 3 : EXPERIMENTS

Chemicals.....47

Instruments.....48

Page

Experiment Procedure.....49
CHAPTER 4 : RESULT AND DISSCUSSION.....54
CHAPTER 5 : CONCLUSION.....83
REFERENCES.....86
APPENDIX.....88
VITA.....132

LIST OF TABLES

Table Page

2-1 Soybean production ($x10^6$ t) by major countries during the past 50 years...4
2-2 World vegetable oil production ($x10^6$t).....4
2-3 Show Fatty Acid Composition of Soybean Oil.....5
2-4 Some Minor Components in Soybean Oil.....6
2-5 The Characteristics of Soybean Oil.....6
2-6 Purposes of Lubricants.....11
2-7 Lubricating Oil Properties of Some Typical Hydrocarbon Structures 20
2-8 Primary Applications for Synthetic Lubricants.....23
4-1 The Properties of Soybean Oil.....54
4-2 The Physical and Chemical Properties of Monoester.....74
4-3 The Physical and Chemical Properties of Hydrogenated ester.....75
4-4 The Results of Lubricating Base Oil (150 SN) Blended with Hydrogenated Isopropyl Ester 77
4-5 The Results of Lubricating Base Oil (150 SN) Blended with Hydrogenated 1- Butyl Ester.....78
4-6 The Results of Lubricating Base Oil (150 SN) Blended with Hydrogenated 1- Hexyl Ester.....79
4-7 The Results of Lubricating Base Oil (150 SN) Blended with 4-Methyl-2-Pentyl Ester.....80
4-8 The Results of Lubricating Base Oil (150 SN) Blended with 2-Ethyl-1-Hexyl Ester.....81

Table Page

5-1 The percentage of the products obtaining from both transesterification and hydrogenation process.....84

5-2 The comparative properties between hydrogenated 2-ethyl-1-hexyl ester and the standard hydraulic lubricant.....84

LIST OF FIGURES

Figure Page

2-1 Concept of Dynamic Viscosity.....13

2-2 Ester types.....25

A-1 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of Soybean Oil.....89

A-2 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of 2-ethyl-1-hexanol.....90

A-3 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of monoester obtained from transesterification between soybean oil and 2-ethyl-1-hexanol.....91

A-4 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of monoester obtained from transesterification between soybean oil and 2-ethyl-1-hexanol (After hydrogenation) 92

A-5 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of Isopropanol.....93

A-6 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of monoester obtained from transesterification between soybean oil and Isopropanol..... 94

A-7 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of monoester obtained from transesterification between soybean oil and Isopropanol (After hydrogenation).....95

A-8 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of 1-butanol.....96

A-9 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of monoester obtained from transesterification between soybean oil and 1-butanol.....97

A-10 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of monoester obtained from transesterification between soybean oil and 1-butanol (After hydrogenation).....98

A-11 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of 1-hexanol.....99

Figure Page

A-12 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of monoester obtained from transesterification between soybean oil and 1-hexanol.....100
A-13 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of monoester obtained from transesterification between soybean oil and 1-hexanol (After hydrogenation).....101
A-14 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of 4-methyl-2-pentanol.....102
A-15 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of monoester obtained from transesterification between soybean oil and 4-methyl-2-pentanol.....103
A-16 ^{13}C NMR ($CDCl_3$) Spectrum of monoester obtained from transesterification between soybean oil and 4-methyl-2-pentanol (After hydrogenation).....104
A-17 GC-Chromatogram of hydrogenated 2-ethyl-1-hexyl ester.....105
A-18 Mass-spectrum of 2-ethyl-1-hexyl palmitate at retention time 20.23 in Figure A-17.....106
A-19 Mass-spectrum of 2-ethyl-1-hexyl stearate at retention time 25.07 in Figure A-17.....107
A-20 GC-Chromatogram of hydrogenated isopropyl ester.....108
A-21 Mass-spectrum of isopropyl palmitate at retention time 21.02 in Figure A-20.....109
A-22 Mass-spectrum of isopropyl stearate at retention time 25.02 in Figure A-20.....110
A-23 GC-Chromatogram of hydrogenated 1-butyl ester.....111
A-24 Mass-spectrum of 1-butyl palmitate at retention time 20.73 in Figure A-23.....112

Figure Page

A-25 Mass-spectrum of 1-butyl stearate at retention time 26.30 in Figure A-23.....113
A-26 GC-Chromatogram of hydrogenated 1-hexyl ester.....114
A-27 Mass-spectrum of 1-hexyl palmitate at retention time 18.11 in Figure A-26.....115
A-28 Mass-spectrum of 1-hexyl stearate at retention time 19.12 in Figure A-26.....116
A-29 GC-Chromatogram of hydrogenated 4-methyl-2-pentyl ester 117
A-30 Mass-spectrum of 4-methyl-2-pentyl palmitate at retention time 18.93 in Figure A-29.....118
A-31 Mass-spectrum of 4-methyl-2-pentyl at retention time 20.91 in Figure A-29.....119
A-32 Thermogram of Soybean Oil.....120
A-33 Thermogram of 2-ethyl-1-hexyl ester.....121
A-34 Thermogram of hydrogenated 2-ethyl-1-hexyl ester.....122
A-35 Thermogram of hydrogenated isopropyl ester.....123
A-36 Thermogram of hydrogenated 1-butyl ester.....124
A-37 Thermogram of hydrogenated 1-hexyl ester.....125
A-38 Thermogram of hydrogenated 4-methyl-2-pentyl ester.....126
A-39 FT-IR spectrum of hydrogenated 2-ethyl-1-hexyl ester.....127
A-40 FT-IR spectrum of hydrogenated isopropyl ester.....128
A-41 FT-IR spectrum of hydrogenated 1-butyl ester.....129
A-42 FT-IR spectrum of hydrogenated 1-hexyl ester.....130
A-43 FT-IR spectrum of hydrogenated 4-methyl-2-pentyl ester.....131

ABBREVIATIONS

°C = Celcius Degree

°F = Farenheit Degree

rpm = round per minute

VI = Viscosity index

cSt = Centistoke unit

TG = Thermal gravimetry

%wt = percent by weight