

65

การสังเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นจากน้ำมันละหุ่ง

นางสาวศิริวรรณ ทั้งวงศ์เจริญ



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาปิโตรเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2538

ISBN 974-631-392-4

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SYNTHESIS OF LUBRICATING OIL FROM CASTOR OIL

Miss Siriwan Tungwongcharoen

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Program of Petrochemistry

Graduate School


Chulalongkorn University

1995

ISBN 974-631-392-4

Thesis Title SYNTHESIS OF LUBRICATING OIL FROM CASTOR OIL
By Miss Siriwan Tungwongcharoen
Department Petrochemistry
Thesis Advisor Assistant Professor Amorn Petsom, Ph.D.
 Mrs. Ratanavalee In-ochanon

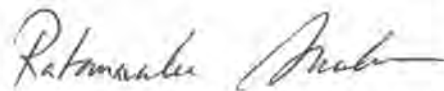
Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial
Fulfillment of the Requirement for the Master's Degree.


.....Dean of Graduate School
(Associate Professor Santi Thoongsuwan, Ph.D.)

Thesis Committee


.....Chairman
(Associate Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.)


.....Thesis Advisor
(Assistant Professor Amorn Petsom, Ph.D.)


.....Thesis Co-advisor
(Mrs. Ratanavalee In-ochanon)


.....Member
(Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.)


.....Member
(Assistant Professor Somchai Pengprecha, Ph.D.)

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสี่เหลี่ยมนี้เพียงแผ่นเดียว

ศิริวรรณ ทั้งวงศ์เจริญ : การสังเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นจากน้ำมันละหุ่ง (SYNTHESIS OF LUBRICATING OIL FROM CASTOR OIL) อ.ที่ปรึกษา : ผศ.ดร.อมร เพชรสม, อ.ที่ปรึกษาร่วม : รัตนาวลี อินโชนานนท์, 116 หน้า. ISBN 974-631-392-4

เอสเทอร์สังเคราะห์ เตรียมได้จากปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์น้ำมันละหุ่ง กับ 2-เอทิลเฮกซานอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้กรดซัลฟูริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แล้วนำมาผ่านกระบวนการไฮโดรจิเนชัน ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สำหรับกระบวนการไฮโดรจิเนชัน ประกอบด้วยแพลตินัม 3 เปอร์เซ็นต์บนตัวรองรับอลูมินา พบว่าภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา ประกอบด้วยปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับ 4 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของน้ำมัน ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันของไฮโดรเจนเท่ากับ 100 psi เป็นเวลา 3 ชั่วโมง คาดว่าเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ สามารถใช้เป็นน้ำมันหล่อลื่นได้ เนื่องจากมีค่าครรชนีความหนืดสูง จุดไหลเหต้ำ มีความเสถียรต่อความร้อนและการถูกออกซิไดซ์ดี

ภาควิชา สหสาขาวิชาปิโตรเคมี-โพลีเมอร์
สาขาวิชา ปิโตรเคมี
ปีการศึกษา 2537

ลายมือชื่อนิสิต ศิริวรรณ ทั้งวงศ์เจริญ
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.อมร เพชรสม
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม รัตนาวลี อินโชนานนท์

C585118 : MAJOR PETROCHEMISTRY

KEY WORD: SYNTHETIC LUBRICANT / SYNTHETIC ESTER / CASTOR OIL

SIRIWAN TUNGWONGCHAROEN : SYNTHESIS OF LUBRICATING OIL FROM
CASTOR OIL. THESIS ADVISOR : ASS. PROF. AMORN PETSOM, Ph.D. THESIS
CO-ADVISOR : RATANAVALLEE IN-OCHANON. 116 pp. ISBN 974-631-392-4

Synthetic ester was prepared by transesterification of castor oil with 2-ethylhexanol at 80°C for 3 hours, using concentrated sulphuric acid as a catalyst and then hydrogenation. The used catalyst for hydrogenation contained 3%wt of platinum supported on alumina. The optimum operating condition included 4% catalyst concentration by weight of oil at 100°C under hydrogen pressure of 100 psi for 3 hours. It was expected that synthetic ester could be used as a lubricating oil because of its high viscosity index, low pour point and good thermal and oxidation stability.

ภาควิชา.....
.....

สาขาวิชา.....
.....

ปีการศึกษา.....
.....

ลายมือชื่อนิสิต.....
.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....
.....

ACKNOWLEDGEMENTS



The author wishes to express her deepest gratitude to her advisor, Assistant Professor Dr.Amorn Petsom for his generous guidance, understanding and encouragement throughout the course of this research. The author is also grateful to her co-advisor, Mrs. Ratanavalee Inochanon for her guidance and understanding and Associate Professor Dr.Sophon Roengsumran for his unfailing guidance and help throughout this project.

The special thanks are due to the Petroleum Authority of Thailand for their help in determining the physical properties of the prepared lubricating oil. In addition, the author wishes to thank the thesis committee for their comments. Thanks are also due to everyone who has contributed suggestions and supports throughout this work.

Ultimately, the author would like to express her inmost gratitude to her parent for being understanding, heartening and supportive through her study.

CONTENT

	PAGE
ABSTRACT (in Thai).....	iv
ABSTRACT.....	v
ACKNOWLEDGEMENTS.....	vi
LIST OF TABLES.....	ix
LIST OF FIGURES.....	x
ABBREVIATIONS.....	xiii
CHAPTER 1 : INTRODUCTION.....	1
CHAPTER 2 : THEORETICAL CONSIDERATION.....	3
2.1 Castor Oil.....	3
2.1.1 Properties.....	4
2.1.2 Chemical Modification.....	5
2.1.3 Uses.....	11
2.2 Lubricating base Oil.....	14
2.2.1 Sources.....	14
2.2.2 The Basic Functions of Lubricants.....	14
2.2.3 The Principle Properties and Tests.....	17
2.3 Synthetic Lubricants.....	22
2.4 Synthetic Ester Lubricants.....	27
2.4.1 Manufacture of Esters.....	27
2.4.2 Physicochemical Properties of Ester Lubricants.....	30
2.4.3 Application Areas.....	39
2.4.4 Future Trends.....	42
2.5 Transesterification.....	43

CONTENT (cont.)

	PAGE
2.6 Hydrogenation Process.....	44
2.7 Literature Review.....	48
CHAPTER 3 : EXPERIMENTATION.....	51
3.1 Apparatus and Instruments.....	51
3.2 Materials.....	52
3.3 Procedures.....	52
3.3.1 Transesterification of Castor Oil with 2-ethyl- -1-hexanol.....	52
3.3.2 Determination of Physical and Chemical properties of Monoester Product.....	53
3.3.3 Hydrogenation process.....	54
3.3.4 Selecting a suitable operating condition.....	55
3.3.5 Determination of Physical and Chemical Properties of Hydrogenated Oil.....	55
CHAPTER 4 : RESULTS AND DISCUSSION.....	57
CHAPTER 5 : CONCLUSION.....	75
REFERENCES.....	77
APPENDIX.....	80
VITA.....	116

LIST OF TABLES

TABLE	PAGE
2.1 Properties of castor oil.....	5
2.2 Primary applications for synthetic lubricants.....	24
2.3 Comparison of some important properties of major synthetic lubricants...26	
2.4 The major types of esters.....	28
2.5 Summary of ester properties.....	29
3.1 The various operating condition for the experiment at a constant agitation 300 rpm.....	56
4.1 The physical and chemical properties of monoester product.....	60
4.2 Physical properties of hydrogenated oil obtained at different hydrogen pressure while fixing reaction temperature 100°C, catalyst concentration 3%, reaction time 3 hrs.....	62
4.3 Physical properties of hydrogenated oil obtained using various concentration of catalyst while fixing reaction temperature 100°C, reaction time 3 hrs., under hydrogen pressure 100 psi.....	63
4.4 Physical properties of hydrogenated oil obtained at various reaction time while fixing reaction temperature 100°C, catalyst concentration 4%, under hydrogen pressure 100 psi.....	65
4.5 The physical and chemical properties of castor oil, oil before hydrogenation and hydrogenated oil.....	73
A1 The physical properties of imported lubricating base oils from various sources.....	81

LIST OF FIGURES

FIGURE	PAGE
2.1	Concept of dynamic viscosity.....16
2.2	Comparison between typical model curves for both TG thermal and thermooxidation stabilities.....21
2.3a	Thermal decomposition of esters with beta hydrogens.....35
2.3b	Thermal decomposition of esters without beta hydrogens.....35
2.4	Biodegradability of lubricants as measured by the CEC-L-33-T-82.....39
2.5	Mechanism of heterogeneous catalytic hydrogenation of double bonds....47
2.6	Alkali fusion of castor oil.....49
4.1	Mechanism of dehydrogenation reaction on platinum supported on alumina catalyst.....70
A1	^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of castor oil.....82
A2	^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of 2-ethylhexanol.....83
A3	^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of monoester obtained at 60°C , 3 hrs.....84
A4	^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of monoester obtained at 60°C , 6 hrs.....85
A5	^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of monoester obtained at 80°C , 3 hrs.....86
A6	^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of monoester obtained at 80°C , 6 hrs.....87
A7	^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of monoester obtained at 100°C , 3 hrs.....88
A8	^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of monoester obtained at 100°C , 6 hrs.....89
A9	^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of monoester obtained at 130°C , 3 hrs.....90
A10	^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of monoester obtained at 130°C , 6 hrs.....91
A11	^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of monoester obtained at 160°C , 3 hrs.....92
A12	^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of monoester obtained at 160°C , 6 hrs.....93

LIST OF FIGURES(cont.)

FIGURE	PAGE
A13 ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of hydrogenated oil obtained at 3 hrs., 100°C, 100 psi, catalyst concentration 3%.....	94
A14 ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of hydrogenated oil obtained at 3 hrs., 100°C, 300 psi, catalyst concentration 3%.....	95
A15 ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of hydrogenated oil obtained at 3 hrs., 100°C, 100 psi, catalyst concentration 1%.....	96
A16 ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of hydrogenated oil obtained at 3 hrs., 100°C, 100 psi, catalyst concentration 2%.....	97
A17 ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of hydrogenated oil obtained at 3 hrs., 100°C, 100 psi, catalyst concentration 4%.....	98
A18 ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of hydrogenated oil obtained at 2 hrs., 100°C, 100 psi, catalyst concentration 4%.....	99
A19 ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of hydrogenated oil obtained at 4 hrs., 100°C, 100 psi, catalyst concentration 4%.....	100
A20 ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of hydrogenated oil obtained at 5 hrs., 100°C, 100 psi, catalyst concentration 4%.....	101
A21 ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of hydrogenated oil obtained at 3 hrs., 80°C, 100 psi, catalyst concentration 4%.....	102
A22 Total ions chromatogram of monoester product.....	103
A23 Mass spectrum of 2-ethylhexyl ricinoleate.....	104
A24 Total ions chromatogram of hydrogenated oil.....	105
A25 Mass spectrum of 2-ethylhexyl stearate.....	106
A26 Mass spectrum of 2-ethylhexyl-12-hydroxy stearate.....	107

LIST OF FIGURES(cont.)

FIGURE	PAGE
A27 Mass spectrum of 2-ethylhexyl ricinoleate derivative (keto ester product).....	108
A28 Thermogram under N ₂ atmosphere of castor oil.....	109
A29 Thermogram under air atmosphere of castor oil.....	110
A30 Thermogram under N ₂ atmosphere of oil (before hydrogenation).....	111
A31 Thermogram under air atmosphere of oil (before hydrogenation).....	112
A32 Thermogram under N ₂ atmosphere of hydrogenated oil.....	113
A33 Thermogram under air atmosphere of hydrogenated oil.....	114
A34 Thermogram under air atmosphere of imported lubricating base oil from Singapore.....	115

ABBREVIATIONS

μ	=	micro
β	=	beta
ρ	=	para
$^{\circ}\text{C}$	=	Celcius dergee
$^{\circ}\text{F}$	=	Farenheit degree
VI	=	viscosity index
cSt	=	centistoke unit
%wt	=	percent by weight
hrs.	=	hours
psi	=	pound per square inch
conc.	=	concentration
TGA	=	Thermalgravimetry analyzer
rpm	=	round per minute
ppm	=	part per million