

การตั้งเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานประเภทเอสเทอร์พอลิออล

นาย โชคชัย สุวรรณวิวัฒน์



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาปิโตรเคมี และวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2540

ISBN 974-638-987-4

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I 1779139x

SYNTHESIS OF POLYOL ESTER LUBRICATING BASE OIL



Mr. Chokchai Suwanwuttiwat

**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement
for the Degree of Master of Science**

Program of Petrochemistry and Polymer Science

Graduate School

Chulalongkorn University

Academic year 1997

ISBN 974-638-987-4

Thesis Title **SYNTHESIS OF POLYOL ESTER LUBRICATING
BASE OIL**

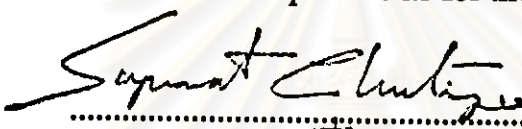
By **Mr. Chokchai Suwanwuttiwat**

Department **Petrochemistry and Polymer Science**


Thesis Advisor **Assistant Professor Amorn Petsom, 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
(Professor Supawat Chutivongse, M.D.)

Thesis Committee


.....Chairman
(Associate Professor Supawan Thantayanon, 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.)

โชคชัย สุวรรณวิวัฒน์: การสังเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานประเภทเอสเทอร์พอลิโออล
(SYNTHESIS OF POLYOL ESTER LUBRICATING BASE OIL)

อ.ที่ปรึกษา : ศศ.ดร.อมร เพชรตม, อ.ที่ปรึกษาร่วม : คุณ รัตนาวลี อินโชนานนท์

73 หน้า, ISBN

ปฏิกิริยาของกรดโมโนเบสิก เช่น กรดเซพทาโนอิก, กรดออกทาโนอิก, กรดโนนาโนอิก และ กรด 2-เอทิล-เฮกซาโนอิก กับพอลิไฮดรอลิกอัลกอฮอล์ เช่น นิโอเพนทิลไกลคอล, ไตรเมทิลออล โพรเพน และ เพนตะอิริทริทอล ในทอลูอิน โดยใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จะให้เอสเทอร์พอลิโออลในปริมาณที่สูง และภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา คือ ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา คือ 0.5 ถึง 1.0 เปอร์เซ็นต์ ผลึกภัณฑ์ที่ได้สามารถตรวจสอบเอกลักษณ์ทางเคมี โดย¹³C-NMR และ FTIR จากนั้นทำการทดสอบสมบัติทางกายภาพ และเคมี ได้แก่ จุดไหลเท, ความหนืด, จุดวาบไฟ และจุดออกซิไดซ์ ซึ่งสรุปได้ว่า เอสเทอร์พอลิโออลที่สังเคราะห์ได้จากไตรเมทิลออลโพรเพนมีสมบัติที่ดี และมีศักยภาพที่จะใช้เป็นน้ำมันหล่อลื่นในเครื่องทำความเย็น

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

C827580 : MAJOR PETROCHEMISTRY

KEYWORD: SYNTHETIC LUBRICANT / POLYOL ESTER /
ESTERIFICATION

CHOKCHAI SUWANWUTTIWAT : SYNTHESIS OF
POLYOL ESTER LUBRICATING BASE OIL

THESIS ADVISOR : ASSIST.PROF.AMORN PETSOM,Ph.D.

THESIS CO-ADVISOR : Mrs. RATANA VALEE IN-OCHANON

73 pp, ISBN

Reaction of monobasic acids such as heptanoic acid, octanoic acid, nonanoic acid and 2-ethyl-hexanoic acid with polyhydric alcohols such as neopentyl glycol, trimethylol propane and pentaerythritol under concentrated sulfuric acid catalyst in the presence of toluene gave polyol esters in good yield. The optimum condition of reaction were 130 °C, 3 hours and 0.5-1:0 % by weight of catalyst. The products were characterized by ¹³C-NMR and FTIR and they gave expected spectroscopic properties. Physical and chemical properties of polyol esters, such as pour point, viscosity, flash point and oxidation point were determined and it was concluded that polyol esters from trimethylol propane had good properties and potential to be used as refrigeration oils.

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ACKNOWLEDGMENTS



At First, I am sincerely indebted to my thesis advisor, Assistant Professor Dr. Amorn Petsom for his inestimable advice, guidance, concern, understanding, kindness and encouragement throughout the period of my graduate study.

I am deeply be holden to Mrs. Ratanavalee In-ochanon my thesis co-advisor for her guidance and understanding and Associate Professor Dr. Sophon Roengsumran for his unfailing guidance and help throughout this project.

I wish to thank the thesis committee for their comments.

Thankful expression is also extended to all staffs of the Petroleum Authority of Thailand for their helps.

Finally, I would like to express my indefinite gratitude to my parents and girl friend for their love.

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTENTS

	page
ABSTRACT IN THAI.....	iv
ABSTRACT IN ENGLISH.....	v
ACKNOWLEDGMENTS.....	vi
CONTENTS.....	vii
LIST OF TABLES.....	viii
LIST OF FIGURES.....	ix
ABBREVIATIONS.....	xii
CHAPTER I : INTRODUCTION.....	1
General.....	1
Objective and Scope of the Research.....	2
Literature Reviews.....	3
CHAPTER II : THEORETICAL CONSIDERATION.....	4
Lubricating Oils.....	4
Synthetic Lubricants.....	15
Synthetic Organic Ester.....	20
CHAPTER III : EXPERIMENTAL.....	34
Chemicals.....	34
Apparatus and Instruments.....	35
Experimental Procedure.....	35
CHAPTER IV : RESULTS AND DISCUSSION.....	37
CHAPTER V : CONCLUSION.....	44
REFERENCES	45
APPENDIX.....	47
VITA.....	73

LIST OF TABLES

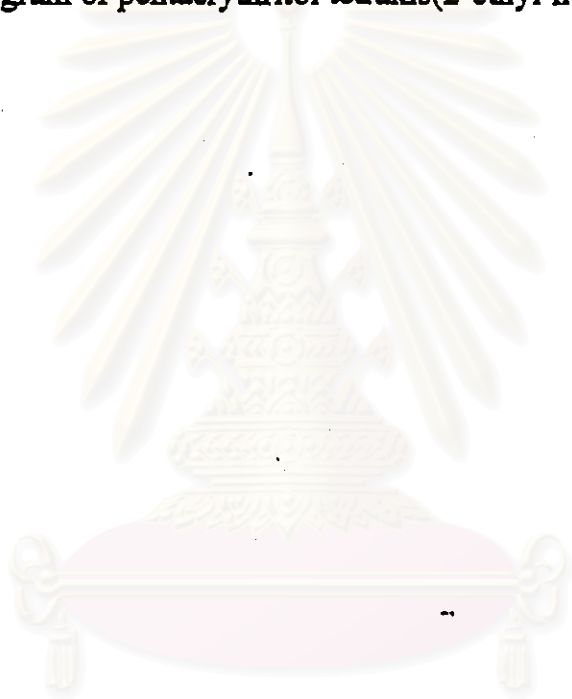
Table	Page
2- 1 Lubricating oil properties of some typical hydrocarbon structure.....	14
2- 2 Primary applications for synthetic lubricants.....	17
2- 3 Comparison of some important properties of major synthetic lubricants.....	18
2- 4 Synthetic organic esters physical properties.....	20
2- 5 The major types of ester.....	22
2- 6 Summary of ester properties.....	23
4 -1 The optimum condition for synthesis of neopentyl glycol ester products.....	38
4 -2 The optimum condition for synthesis of trimethylol propane ester products.....	38
4 -3 The optimum condition for synthesis of pentaerythritol ester products..	38
4 -4 Spectroscopic properties of neopentyl glycol esters.....	40
4 -5 Spectroscopic properties of trimethylol propane esters.....	40
4 -6 Spectroscopic properties of pentaerythritol esters.....	40
4 -7 The physical and chemical properties of polyolester products.....	41
4-8 The physical and chemical properties of commercial refrigeration oils (Castrol Icematic Serise).....	42
4-9 The physical and chemical properties of commercial refrigeration oils (Castrol Icematic SW Serise).....	42

LIST OF FIGURES

FIGURE	Page
2-1 Concept of dynamic viscosity	6
2-2 Typical structures in lube oil.....	8
2-3 Comparison between typical model curves for both thermal and Thermoxidation Stability.....	12
2-4 Biodegradability of lubricants as measured by the DEL-33-T-82 Test....	30
A1: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of heptanoic acid.....	48
B1: IR spectrum of heptanoic acid.....	48
A2: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of octanoic acid.....	49
B2: IR spectrum of octanoic acid.....	49
A3: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of nonanoic acid.....	50
B3: IR spectrum of nonanoic acid.....	50
A4: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of 2-ethyl-hexanoic acid.....	51
B4: IR spectrum of 2-ethyl-hexanoic acid.....	51
A5: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of neopentyl glycol.....	52
B5: IR spectrum of neopentyl glycol.....	52
A6: ^{13}C NMR (D_2O) spectrum of trimethylolpropane.....	53
B6: IR spectrum of trimethylolpropane.....	53
A7: ^{13}C NMR (D_2O) spectrum of pentaerythritol.....	54
B7: IR spectrum of pentaerythritol.....	54
A8: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of neopentyl glycol bis(heptanoate).....	55
B8: IR spectrum of neopentyl glycol bis(heptanoate).....	55
A9: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of neopentyl glycol bis(octanoate)	56
B9: IR spectrum of neopentyl glycol bis(octanoate).....	56

A10: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of neopentyl glycol bis(2-ethyl-hexanoate).....	57
B10: IR spectrum of neopentyl glycol bis(2-ethyl-hexanoate).....	57
A11: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of neopentyl glycol bis(nonanoate).....	58
B11: IR spectrum of neopentyl glycol bis(nonanoate).....	58
A12: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of trimethylolpropane tris(heptanoate).....	59
B12: IR spectrum of trimethylolpropane tris(heptanoate).....	59
A13: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of trimethylolpropane tris(octanoate).....	60
B13: IR spectrum of trimethylolpropane tris(octanoate).....	60
A14: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of trimethylolpropane tris(2-ethyl-hexanoate).....	61
B14: IR spectrum of trimethylolpropane tris(2-ethyl-hexanoate).....	61
A15: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of trimethylolpropane tris(nonanoate)	62
B15: IR spectrum of trimethylolpropane tris(nonanoate).....	62
A16: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of pentaerythritol tetrakis(heptanoate)....	63
B16: IR spectrum of pentaerythritol tetrakis(heptanoate).....	63
A17: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of pentaerythritol tetrakis(octanoate).....	64
B17: IR spectrum of pentaerythritol tetrakis(octanoate).....	64
A18: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of pentaerythritol tetrakis(2-ethyl-heanoate).....	65
B18: IR spectrum of pentaerythritol tetrakis(2-ethyl-heanoate).....	65
A19: ^{13}C NMR (CDCl_3) spectrum of pentaerythritol tetrakis(nonanoate)	66
B19: IR spectrum of pentaerythritol tetrakis(nonanoate).....	66
C1 : Thermogram of neopentyl glycol bis(heptanoate).....	67
C2 : Thermogram of neopentyl glycol bis(octanoate).....	67
C3 : Thermogram of neopentyl glycol bis(nonanoate).....	68
C4 : Thermogram of neopentyl glycol bis(2-ethyl-hexanoate).....	68
C5 : Thermogram of trimethylolpropane tris(heptanoate).....	69

C6 : Thermogram of trimethylolpropane tris(octanoate).....	69
C7 : Thermogram of trimethylolpropane tris(nonanoate).....	70
C8 : Thermogram of trimethylolpropane tris(2-ethyl-hexanoate).....	70
C9 : Thermogram of pentaerythritol tetrakis(heptanoate).....	71
C10: Thermogram of pentaerythritol tetrakis(octanoate).....	71
C11: Thermogram of pentaerythritol tetrakis(nonanoate).....	72
C12: Thermogram of pentaerythritol tetrakis(2-ethyl-hexanoate).....	72



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ABBREVIATIONS

$^{\circ}\text{C}$	=	Celcius Degree
$^{\circ}\text{F}$	=	Fahrenheit Degree
rpm	=	round per minute
VI	=	Viscosity index
cSt	=	Centistoke unit
TGA	=	Thermal Gravimetric Analysis
%wt	=	percent by weight
ppm.	=	part per million
cm^{-1}	=	Wave number
NP	=	neopentyl glycol
TMP	=	trimethylolpropane
PE	=	pentaerythritol

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย