การเตรียมจาระบีสำหรับสปินเดิลมอเตอร์

นางสาว จิรานุช กิจพยัคฆ์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
หลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2544

ISBN 974-03-0651-9

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION OF LUBRICATING GREASE FOR SPINDLE MOTOR

Miss Jiranut Kitpayak

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science
Program of Petrochemistry and Polymer Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2001

ISBN 974-03-0651-9

Thesis Title PREPARATION OF LUBRICATING GREASE FOR SPINDLE MOTOR

By Miss Jiranut Kitpayak

Field of Study Petrochemistry and Polymer Science

Thesis Advisor Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.

Accepted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree

..... Deputy Dean for Administrative Affairs

(Associate Professor Pipat Karntiang, Ph.D.) Acting Dean, Faculty of Science

THESIS COMMITTEE

..... Chairman

(Associate Professor Supawan Tantayanon, Ph.D.)

..... Thesis Advisor

(Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.)

..... Member

(Associate Professor Amorn Petsom, Ph.D.)

..... Member

(Associate Professor Wimonrat Trakarnpruk, Ph.D.)

..... Member

(Surachai Pornpakakul, Ph.D.)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จิรานุช กิจพยัคฆ์ : การเตรียมจาระบีสำหรับสปินเดิลมอเตอร์ (PREPARATION OF LUBRICATING GREASE FOR SPINDLE MOTOR) อาจารย์ที่ปรึกษา: รศ.ดร. โสภณ เริงสำราญ; 81 หน้า. ISBN 974-03-0651-9

ได้เตรียมจาระบีสำหรับตลับลูกปืนที่ใช้กับสปินเดิลมอเตอร์ของเครื่องคอมพิวเตอร์ โดยทำ 3 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนแรก การเตรียมลิเทียมสเตียเรตจากการปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันของกรดสเตีย-ริกกับลิเทียมไฮดรอกไซด์ ขั้นตอนที่สอง การผสมลิเทียมสเตียเรตกับน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน เช่น น้ำมันไตรเมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์ หรือ น้ำมันพาราฟิน ที่อุณหภูมิ 220 °C และขั้นตอนที่สาม การเติมสารเติมแต่งแล้วบดด้วยเครื่อง three-roll mill พบว่าจาระบีที่มีส่วนผสมของ น้ำมันไตร-เมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์ 82 % กับ ลิเทียมสเตียเรท 18 % หรือ น้ำมันพาราฟิน 85 % กับ ลิเทียมสเตียเรท 15 % ให้สมบัติและคุณสักษณะที่ดี ซึ่งมีค่าความแข็ง (penetration) ของจาระบีอยู่ในช่วง 220-250 ตรงตามมาตรฐาน ของ JIS K-2220-1993 และพบว่าการเติมสารเติมแต่ง เช่น ซิงค์ไดอัลคิลไดไทโอฟอสเฟต, โมลิบดินัมไดไทโอคาบาเมต หรือ ไดเฟนิลเอมีน ทำให้สมบัติการต้านออกซิเดชัน และการเกิดกัดกร่อนโลหะของจาระบีทั้งสองชนิดดีขึ้น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หลักสูตร ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต จิรานุช กิจพยัคฆ์

สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

ปีการศึกษา 2544 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม -

4273401323: MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEY WORD: LUBRICATING GREASE / LITHIUM GREASE

JIRANUT KITPAYAK: PREPARATION OF LUBRICATING GREASE FOR SPINDLE MOTOR. THESIS ADVISOR: ASSOC. PROF. SOPHON ROENGSUMRAN, Ph.D. 81 pp. ISBN 974-03-0651-9

Grease for bearing used in a spindle motor of a computer was prepared by three steps: (i) preparation of lithium stearate by a saponification reaction of stearic acid and lithium hydroxide, (ii) mixing lithium stearate and base oil, such as paraffin or trimethylol propane (TMP) ester oil, at temperature 220 °C to form lithium-base grease, and (iii) adding additives into the lithium-base grease and rolling the mixture by a three-roll mill to obtain finished grease. The lithium-base grease formulated from 82 %TMP-ester oil and 18 % lithium stearate or from 85 % paraffin oil and 15 % lithium stearate were found to give good properties and performance with a penetration value in a range of 220-250 as specified in JIS K 2220-1993. An addition of additives such as zinc dialkyldithiophosphate (ZDDP), molybdenum dithiocarbamate (MDTC) or diphenyl amine (DPA) into the grease was found to improve oxidation and corrosion resistance properties of both types of greases.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Program Petrochemistry and Polymer Science Student's signature .....

Field of study Petrochemistry and Polymer Science Advisor's signature .....

Academic year 2001 Co-advisor's signature .....

ACKNOWLEDGEMENT

The author wishes to express her sincere appreciation and the deepest gratitude to her advisor, Associate Professor Dr. Sophon Roengsumran, for his generous guidance and helpful suggestions throughout the course of this research. In addition, she is also grateful to Associate Professor Dr. Supawan Tuntayanon, Associate Professor Dr. Amorn Petsom, Associate Professor Dr. Wimonrat Trakarnpruk and Dr. Surachai Pornpakakul for serving as chairman and members of thesis committee, respectively, whose comments have been especially valuable.

The author would like to take this opportunity to thank Mr. Akio Okamiya, R&D senior manager of Minebea Thai Ltd., for permission to use each instrument in laboratory. Thank are to Miss Phuangpan Khamparn, Miss Daranee Aiemngam and Miss Chattraporn Thongtem, laboratory scientist of Minebea Thai Ltd., for their help in testing and valuable suggestions. She also thanks PTT lab manager for his support in raw material.

Ultimately, the author would like to express her inmost gratitude to her family for being heartening. Thanks are to everyone who has contributed suggestions and support during this research.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTENTS

Pages

ABSTRACT IN THAI iv

ABSTRACT IN ENGLISH v

ACKNOWLEDGMENT vi

CONTENTS vii

LIST OF TABLES x

LIST OF FIGURES xi

LIST OF ABBREVIATIONS xii

CHAPTER I : INTRODUCTION 1

Aims of this research 2

CHAPTER II : THEORY 3

2.1 Grease composition and characteristics 3

2.1.1 Base oils 3

2.1.2 Thickening agents 9

2.1.3 Additives 13

2.2 Lithium grease preparation 18

2.3 Electron microscope study of lithium grease 20

2.4 Grease rheology 22

2.5 Basis of lubrication 24

2.6 Literature review 25

CHAPTER III : EXPERIMENTAL 29

3.1 Chemicals 29

3.2 Instruments and apparatus 29

3.3 Procedure 31

3.3.1 Preparation of lithium stearate 31

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTENT (CONTINUED)

Pages

3.3.2 Preparation of lithium grease 31

3.3.3 Moisture content of lithium stearate 33

3.3.4 Test method for cone penetration (JIS K 2220-5.3 and ASTM D-217) 34

3.3.5 Test method for work stability (ASTM D-217)..... 35

3.3.6 Test method for dropping point (JIS K 2220-5.4 and ASTM D-566) .. 36

3.3.7 Test method for evaporation loss (JIS K 2220-5.6 and ASTM D-2595) 37

3.3.8 Test method for oil separation (JIS K 2220-5.7 and ASTMD-1742) .. 38

3.3.9 Test method for oxidation stability (JIS K 2220-5.8 and ASTM D-942) 39

3.3.10 Test method for corrosion preventive property (ASTM D-1743) 40

3.3.11 Test method for copper corrosion (JIS K 2220-5.5 and ASTM D-4048) 41

3.3.12 Volatile organic compound (VOC) test 41

3.3.13 Study of lithium soap structure by scanning electron microscopy... 42

CHAPTER IV : RESULTS AND DISCUSSION 43

4.1 Synthesis of lithium stearate 43

4.2 Production of base grease 44

4.3 Oxidation stability of grease 46

4.4 Work stability of grease 47

4.5 Heat resistance of grease 51

4.5.1 Droping point of grease 51

4.5.2 Evaporation loss of grease 51

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTENT (CONTINUED)

Pages

4.5.3 Oil separated from grease 52

4.6 Corrosion resistance of grease 53

4.6.1 Copper corrosion test 53

4.6.2 Corrosion preventive property test 55

4.7 Volatile organic compound of grease 57

4.8 Characterization of additive in commercial grease 58

CHAPTER V: CONCLUSION 59

REFERENCES 61

APPENDICES 64

VITA 81

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF TABLES

Table		Pages
2.1	Properties of the commercial mineral oils	5
2.2	Properties of the ester oils	9
2.3	Influence of thickener on grease characteristics	10
2.4	Characteristic of metal-soap greases	12
2.5	Characteristic of non-soap thickened greases	13
2.6	Chain reactions involving oxidation process	15
3.1	Ratio of base oil and lithium stearate for grease production	31
3.2	Weight of base grease and additive	33
4.1	Melting point and moisture content of lithium stearate	44
4.2	Penetration of lithium base grease	45
4.3	Oxygen pressure drop of grease (MPa)	46
4.4	Penetration of finished grease after work stability test	48
4.5	Dropping point of grease with 2 % additive	51
4.6	Evaporation loss of grease with 2 % additive	52
4.7	Oil separation of grease with 2 % additive	52
4.8	Grade of corrosion on copper from grease with 2 % additive	53
4.9	Grade of corrosion on bearing from grease with 2 % additive	55
4.10	Total volatile organic compounds of grease with 2 % additive	57

LIST OF FIGURES

Figure		Pages
2.1	Structures of some compounds in mineral oil	4
2.2	Chemical structures of ester oils	8
2.3	Chemical structures of ZDDP, MDTC and DPA	14
2.4	Fibers in lithium base grease made from oleic acid	21
2.5	Fibers in lithium base grease made from stearic acid	21
2.6	Fibers in lithium base grease made from beef tallow	21
2.7	Viscosity profiles of non-Newtonian flow	23
2.8	Coefficient of friction as the function of load, velocity and viscosity	24
3.1	Three-roll mill machine for homogenized grease	32
3.2	Penetrometer for measurement grease penetration	34
3.3	Grease worker for worked stability test	35
3.4	Apparatus for dropping point test of grease	36
3.5	Apparatus for evaporation loss test of grease	37
3.6	Apparatus for oil separation test of grease	38
3.7	Apparatus for oxidation stability test of grease	39
3.8	Apparatus for corrosion preventive property test of grease	40
4.1	Fiber structures of lithium stearate before and after worked stability test (magnification 50,000)	50
4.2	The color of copper metal after the copper corrosion test	54
4.3	Inner ring of bearing after corrosion preventive property test	56

LIST OF ABBREVIATIONS

ASTM	=	American Society for Testing and Materials
ATD	=	Automatic Thermal Desorption
cSt	=	Centistroke
DHS	=	Dynamic Headspace System
°C	=	Degree celcious
DPA	=	Diphenyl amine
EP	=	Extreme Pressure
SEM	=	Scanning Electron Microscope
FT-IR	=	Fourier Transform Infrared Spectrometer
GC-MS	=	Gas Chromatography - Mass Spectrometer
JIS	=	Japanese Industrial Standard
kg	=	Kilogram
kgf	=	Kilogramforce
ml	=	Millilitre
mm	=	Millimetre
μm	=	Micrometer
ng	=	Nanogram
MDTC	=	Molybdenum dithiocarbarmate
NLGI	=	National Lubricating Grease Institute
rpm	=	Round per minute
TMP	=	Trimethylol propane
VI	=	Viscosity index
ZDDP	=	Zinc dialkyldithiophosphate
XRF	=	X-ray Fluorescence Spectrometer

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย