

ผลของชนิดของน้ำมันพื้นฐานและปริมาณน้ำต่อสมบัติของจาระบีแคลเซียม

นางสาวสุมาลี รูปคม

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2546

ISBN 974-17-3876-5

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECTS OF BASE OIL TYPE AND WATER CONTENT  
ON PROPERTIES OF CALCIUM GREASE

Miss Sumalee Roopkom

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2003

ISBN 974-17-3876-5

Thesis Title                                EFFECTS OF BASE OIL TYPE AND WATER CONTENT  
    ON PROPERTIES OF CALCIUM GREASE  
By    Miss Sumalee    Roopkom  
Field of Study                                Petrochemistry and Polymer Science  
Thesis Advisor                                Professor Sophon    Roengsumran, Ph.D.

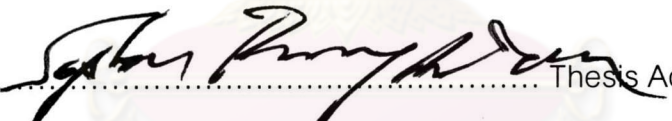
---

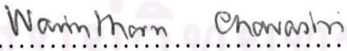
Accepted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial  
Fulfillment of the Requirements for the Master 's Degree

  
..... Dean of Faculty of Science  
(Associate Professor Wanchai    Phothiphichitr, Ph.D.)

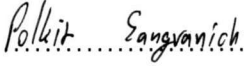
THESIS COMMITTEE

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

  
..... Thesis Advisor  
(Professor Sophon    Roengsumran, Ph.D.)

  
..... Member  
(Assistant Professor Warinthorn    Chavasiri, Ph.D.)

  
..... Member  
(Assistant Professor Surachai    Pornpakakul, Ph.D.)

  
..... Member  
(Assistant Professor Polkit    Sangvanich, Ph.D.)

สุมาลี รูปคม : ผลของชนิดของน้ำมันพื้นฐานและปริมาณน้ำต่อสมบัติของจาระบีแคลเซียม.  
(EFFECTS OF BASE OIL TYPE AND WATER CONTENT ON PROPERTIES OF CALCIUM GREASE) อาจารย์ที่ปรึกษา : ศ.ดร. ไสภณ เริงสำราญ, 78 หน้า. ISBN 974-17-3876-5

การวิจัยครั้งนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาผลของชนิดของน้ำมันพื้นฐาน ปริมาณน้ำ อัตราการให้ความร้อนในขั้นตอนการทำปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชัน และสารลดแรงตึงผิว ต่อสมบัติของจาระบีแคลเซียม โดยการสังเคราะห์แคลเซียมไดสเตียเรท จากการทำปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันของแคลเซียมไฮดรอกไซด์กับกรดไขมัน ที่อุณหภูมิ 130 °C ในกระบวนการแบบเปิด จากนั้นผสมแคลเซียมไดสเตียเรทกับน้ำมันพื้นฐานหนึ่งชนิด ได้แก่ น้ำมันพาราฟินิก น้ำมันแนฟเทนิก และน้ำมันผสมระหว่างน้ำมันแนฟเทนิกกับน้ำมันพาราฟินิก และเติมน้ำเมื่ออุณหภูมิลดลงเหลือ 100 °C จะได้จาระบีแคลเซียมที่มีลักษณะเรียบ นำจาระบีแคลเซียมที่ได้ทดสอบหาค่าจุดหยุดความสามารถในการต้านทานการชะของน้ำ และค่าความอ่อนแข็งเมื่อเก็บไว้เป็นเวลา 1 วัน 7 วัน และ 30 วัน

จากผลการวิจัยพบว่าชนิดของน้ำมันพื้นฐานไม่มีผลต่อความอ่อนแข็ง จุดหยุด ความสามารถในการต้านทานการชะของน้ำและโครงสร้างเส้นใยของจาระบีแคลเซียม แต่มีผลต่อลักษณะของจาระบี จาระบีแคลเซียมที่เตรียมจากน้ำมันพื้นฐานแนฟเทนิกและน้ำมันพื้นฐานผสมในอัตราส่วน N:P 80:20 และ 70:30 มีลักษณะเรียบ ส่วนจาระบีแคลเซียมที่เตรียมจากน้ำมันพื้นฐานผสมในอัตราส่วน N:P 60:40 มีลักษณะหยาบเล็กน้อย และที่เตรียมจากน้ำมันพื้นฐานพาราฟินิกมีลักษณะหยาบและเป็นเม็ดมาก ปริมาณน้ำไม่มีผลต่อจุดหยุด และความสามารถในการต้านทานการชะของน้ำ แต่มีผลต่อความอ่อนแข็ง โครงสร้างเส้นใยและลักษณะของจาระบีแคลเซียม ปริมาณน้ำที่เหมาะสมในการเตรียมจาระบีแคลเซียมต้องไม่น้อยกว่า 0.54 % อัตราการให้ความร้อนในขั้นตอนการทำปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันไม่มีผลต่อความอ่อนแข็ง จุดหยุด ความสามารถในการต้านทานการชะของน้ำ และลักษณะของจาระบีแคลเซียม นอกจากนี้จากผลการวิจัยพบว่า สารลดแรงตึงผิวมีผลทำให้ลักษณะของจาระบีแคลเซียมมีความเรียบมากขึ้น แต่มีผลเสียทำให้จาระบีที่ได้มีจุดหยุดต่ำลงและมีโครงสร้างเส้นใยไม่เสถียร

สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต

ปีการศึกษา 2546

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา



# # 43734146 23 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEY WORD : CALCIUM GREASE

SUMALEE ROOPKOM : EFFECTS OF BASE OIL TYPE AND WATER CONTENT ON PROPERTIES OF CALCIUM GREASE. THESIS ADVISOR : PROF. SOPHON ROENGSUMRAN, Ph.D, 78 pp. ISBN 974-17-3876-5.

The purpose of this research is to study the effect of base oil type, water content, saponification rate and surfactant on properties of calcium grease. Calcium di-stearate is synthesized from saponification reaction of calcium hydroxide and fatty acid at 130 °C within opening process system. After that it and one type of base oil as naphthenic oil, paraffinic oil and mixed base oil of naphthenic and paraffinic oil, are mixed and then added with water when temperature is down to 100 °C. Smooth calcium grease is finally obtained. The obtained calcium greases are tested dropping point, water washout resistance and penetration number when it has been kept for 1, 7 and 30 days.

The results of this research found that base oil type does not affect to grease's consistency, dropping point, water washout resistance and fibers structure, but affect to grease's appearance. Calcium greases prepared from naphthenic oil and mixed base oil as N:P ratio; 80:20 and 70:30 are smooth, whereas it prepared from N:P ratio; 60:40 is slightly rough and prepared from paraffinic oil is very rough and grainy. Water content does not affect to calcium grease's dropping point and water washout resistance, but affect to grease's consistency, fibers structure and appearance. The proper water content for preparing calcium grease must not be at least 0.54 %. Saponification rate does not affect to calcium grease's consistency, dropping point, water washout resistance and appearance. Finally, the research found that surfactant affect the grease has more smooth appearance, in the other hand, it affects to the grease's dropping point is lower and also fiber structure is unstable.

Field of study Petrochemistry and Polymer Science Student' signature

Academic year 2003

Advisor' signature



## ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to express my respect and appreciation to my advisor, Professor Dr. Sophon Roengsamran for his time and kind advice throughout my research. I am also highly grateful to my committees Professor Dr. Pattarapon Prasassarakich, Assistant Professor Dr. Warinthorn Chavasiri, Assistant Professor Dr. Surachai Pornpakakul and Assistant Professor Dr. Polkit Sangvanich for sharing their time and graciously providing me with all constructive suggestions on Effect of base oil type and water content on properties of calcium grease.

I also wish to express my sincere appreciation and gratitude to Dr. Suwat Limsuwan for teaching and suggesting about lubricating grease. I am also indebted to Dr. Pavares Boontanon, the President of P.S.P. Specialties Co., Ltd., for a scholarship and permission to use the instrument in laboratory. Many thanks to Mr. Saeree Phetsom, Production technicians and Lab technicians for their support in raw materials and help in testing. My sincere thank to the PTT Lab manager and technicians for permission to use the Water Washout Instrument and help in testing.

I would like to gratitude to Ms. Angsana Sookahoot for her help and best wishes upon my thesis writing. Thanks to Ms. Anuchari Nounkeaw and Mr. Prasert Jannark for the in-part support on my research.

Finally, I would like to express the deepest appreciation and gratefulness to my wonderful family for their constant love and personal support.

## CONTENTS

	Pages
ABSTRACT IN THAI.....	iv
ABSTRACT IN ENGLISH.....	v
ACKNOWLEDGMENTS.....	vi
CONTENTS.....	vii
LIST OF TABLES.....	x
LIST OF FIGURES.....	xi
LIST OF ABBREVIATIONS.....	xii
CHAPTER I : INTRODUCTION.....	1
Aims of this research.....	1
CHAPTET II : THEORY.....	3
2.1 Definition.....	3
2.2 General characteristic.....	3
2.3 Grease component.....	4
2.3.1 Base oil.....	5
2.3.2 Grease thickener.....	8
2.3.3 Additive.....	14
2.4 Grease properties.....	14
2.4.1 Consistency.....	14
2.4.2 Dropping point.....	15
2.4.3 Bleeding.....	15
2.5 Temperature limits.....	16
2.6 Manufacture of grease.....	16
2.7 Grease structure.....	17
2.8 Hydrated calcium grease.....	18
2.8.1 Chemical reaction.....	18



## CONTENTS (CONTINUE)

2.8.2 Manufacturing.....	19
2.9 Literature review.....	19
CHAPTER III : EXPERIMENTAL.....	23
3.1 Chemical.....	23
3.2 Instrument and apparatus.....	23
3.3 Procedure.....	24
3.3.1 Preparation of calcium grease.....	24
3.3.2 The effect of base oil type.....	24
3.3.3 The effect of water content.....	25
3.3.4 The effect of saponification rate.....	25
3.3.5 The effect of surfactant.....	25
3.3.6 Test method of cone penetration of lubricating grease using one- quarter and one-haft scale cone equipment (ASTM D1403) .....	25
3.3.7 Test method for dropping point (JIS K2220(5.4)).....	29
3.3.8 Test method for water washout resistance (ASTM D1264/JIS 2275 (5.12)).....	30
3.3.9 Test method for water content (JIS K2275 (4)).....	31
3.3.10 Study of calcium soap structure by Scanning Electron Microscopy (SEM) .....	32
3.3.11 Test method for Analysis of Lubricating grease.....	32
CHAPTER IV : RESULTS AND DISCUSSION.....	33
4.1 Synthesis of calcium di-stearate.....	33
4.2 The effect of base oil type on properties of calcium grease.....	34
4.2.1 The effect of base oil type on the consistency.....	36



## CONTENTS (CONTINUE)

4.2.2 The effect of base oil type on dropping point.....	39
4.2.3 The effect of base oil type on water washout resistant.....	40
4.2.4 The effect of base oil type on appearance.....	40
4.2.5 The effect of base oil type on grease structure.....	41
4.3 The effect of water content on properties of calcium grease.....	42
4.3.1 The effect of water content on the consistency.....	42
4.3.2 The effect of water content on dropping point.....	45
4.3.3 The effect of water content on water washout resistant.....	46
4.3.4 The effect of water content on appearance.....	46
4.3.5 The effect of water content on grease structure.....	46
4.4 The effect of saponification rate on properties of calcium grease...	48
4.4.1 The effect of saponification rate on the consistency.....	48
4.4.2 The effect of saponification rate on dropping point.....	50
4.4.3 The effect of saponification rate on water wash resistant...	50
4.4.4 The effect of saponification rate on appearance.....	50
4.5 The effect of surfactant on properties of calcium grease.....	50
4.5.1 The effect of surfactant on the consistency.....	53
4.5.2 The effect of surfactant on dropping point.....	53
4.5.3 The effect of surfactant on water wash resistant.....	53
4.5.4 The effect of surfactant on appearance.....	54
4.5.5 The effect of surfactant on grease structure.....	54
CHAPTER V : CONCLUSION.....	56
REFERENCES.....	57
APPENDICES.....	59
VITA.....	78

## LIST OF TABLES

Table	Pages
2.1 The NLGI grades.....	15
2.2 The recommended working temperature limits for different types of grease.....	16
3.1 Ratio of mixed base oil of naphthenic oil and paraffinic oil.....	24
3.2 Water content in rehydration step.....	25
3.3 Surfactant content in base oil.....	25
4.1 The physical and chemical properties of base oils.....	34
4.2 The effect of base oil type on properties of calcium greases.....	36
4.3 The penetration number at 1, 7 and 30 day in varying base oil type.....	38
4.4 The effect of water content on properties of calcium greases.....	42
4.5 The penetration number at 1, 7 and 30 day in varying water content.....	44
4.6 The effect of saponification rate on properties of calcium greases.....	48
4.7 The penetration number at 1, 7 and 30 day in varying saponification rate..	49
4.8 The effect of surfactant in 100%P on properties of calcium greases.....	51
4.9 The effect of surfactant in N:P;60:40 on properties of calcium greases.....	52

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## LIST OF FIGURES

Figure	Pages
2.1 –O-H Bonding.....	9
2.2 Type of geases.....	14
2.3 Calcium grease fibers.....	17
3.1 Penetrometer.....	28
3.2 Apparatus for grease worker.....	28
3.3 Apparatus for dropping point .....	29
3.4 Apparatus for water washout resistance.....	30
3.5 Apparatus for water content.....	31
4.1 Unworked penetration number at 1 day in varying base oil type.....	37
4.2 The consistency stability in varying base oil type.....	38
4.3 The effect of base oil type on dropping point.....	39
4.4 Calcium soap fibers prepared from naphthenic oil.....	41
4.5 Calcium soap fibers prepared from paraffinic oil.....	41
4.6 Worked penetration number at 1 day in varying water content.....	43
4.7 The consistency stability in varying water content.....	44
4.8 The effect of water content on dropping point.....	45
4.9 Calcium soap fibers prepared from 6% water content.....	47
4.10 Calcium soap fibers prepared from 8% water content.....	47
4.11 The consistency stability in varying saponification rate.....	49
4.12 The effect of surfactant on penetration number.....	52
4.13 Calcium soap fibers of N:P ratio; 60:40.....	54
4.14 Calcium soap fibers of N:P ratio; 60:40 with 3% surfactant.....	55

## LIST OF ABBREVIATIONS

ASTM	=	American Society for Testing and Materials
°C	=	Degree Celcius
cSt	=	Centristroke
FTIR	=	Fourier Transform Infrared Spectrometer
g	=	gram
h	=	hour
JIS	=	Japanese Industrial Standard
kg	=	kilogram
ml	=	milliliter
mm	=	millimeter
min	=	minute
N	=	Naphthenic oil
NLGI	=	National Lubricating Grease Institute
P	=	Paraffinic oil
RPM	=	round per minute
s	=	second
SEM	=	Scanning Electron Microscopy
VGA	=	Viscosity Gravity Constant