# การพัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์สารเคมีเพิ่มคุณภาพในน้ำมันหล่อลื่นสังเคราะห์โดยใช้เทคนิคแมสสเปกโทรเมตรี

นายเผชิญ จิตเจือจุน



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมี
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2539

ISBN 974-635-412-4

# DEVELOPMENT OF METHOD FOR ANALYZING ADDITIVES IN SYNTHETIC LUBRICANT BY MASS SPECTROMETRY TECHNIQUE

Mr. Pachen Chitchuechun



A Thesis Sumitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Program of Petrochemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

Academic Year 1996

ISBN 974-635-412-4

| | |
|---|---|
| **Thesis Title** | DEVELOPMENT OF METHOD FOR ANALYZING ADDITIVES IN SYNTHETIC LUBRICANT BY MASS SPECTROMETRY TECHNIQUE |
| **By** | Mr. Pachen Chitchuechun |
| **Department** | Petrochemistry |
| **Thesis Advisor** | Assistant Professor Amorn Petsom, Ph.D. |

---

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

.....Acting Dean of Graduate School
(Professor Supawat Chutivongse, M.D.)

**Thesis Committee**

.....Chairman
(Associate Professor Supawan Tantayanon, Ph.D.)

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

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

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

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

เผชิญ จิตเจือจุน : การพัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์สารเคมีเพิ่มคุณภาพในน้ำมันหล่อลื่นสังเคราะห์โดยใช้เทคนิคแมสเปกโทรเมตรี (DEVELOPMENT OF METHOD FOR ANALYZING ADDITIVES IN SYNTHETIC LUBRICANT BY MASS SPECTROMETRY TECHNIQUE.) อ.ที่ปรึกษา : ผศ.ดร.อมร เพชรสม, 262 หน้า
ISBN 974-635-412-4

นำน้ำมันหล่อลื่นสังเคราะห์ (Exxon, Shell, BP, Castrol และ Mobil) มาสกัดสารเคมีเพิ่มคุณภาพในน้ำมันหล่อลื่นด้วยตัวทำละลายเมทานอล ได้สารสกัดเมทานอล นำสารสกัดที่ได้มาทำการแยกด้วยเทคนิคโครมาโทรกราฟีโดยใช้ซิลิกาเจลเป็นตัวดูดซับ การหาสูตรโครงสร้างของสารเคมีเพิ่มคุณภาพอาศัยหลักฐานทางแมสเปกโทรเมตรี สารเคมีเพิ่มคุณภาพที่ตรวจพบด้วยวิธีดังกล่าวคือสารประกอบ Phenolics, Alkylated diphenylamines, High molecular weight phenolics, Long chain esters, Diesters, Phthalate esters, Long chain carboxylic acids, Long chain alcohols. และ Phosphate esters น้ำหนักโมเลกุลของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานถูกวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค GPC-Evaporative Mass Detector



ภาควิชา สหสาขาวิชาปิโตรเคมี-โพลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา ปิโตรเคมี ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2539 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

## C685067 : MAJOR PETROCHEMISTRY
KEY WORD: ADDITIVE/SYNTHETIC LUBRICANT/MASS SPECTROMETRY
PACHEN CHITCHUECHUN : DEVELOPMENT OF METHOD FOR ANALYZING ADDITIVES IN SYNTHETIC LUBRICANT BY MASS SPECTROMETRY TECHNIQUE. THESIS ADVISOR : ASSIS. PROF. AMORN PETSOM, Ph.D. 262 pp. ISBN 974-635-412-4

Additives in synthetic lubricants (Exxon, Shell, BP, Castrol and Mobil) were extracted with methanol. The crude MeOH extract was obtained. Column chromatography with a silica gel adsorbent was used for separating the additives in the crude MeOH extract. The structures of the additives were established by mass spectral evidence. By this method Phenolic compounds, Alkylated diphenylamines, High molecular weight phenolics, Long chain ester, Diester, Phthalate esters, Long chain carboxylic acids, Long chain alcohols, and Phosphate esters were identified. Molecular weight of base oil were analyzed by GPC-Evaporative Mass Detector technique.



ภาควิชา สหสาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา ปิโตรเคมี ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2539 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

# ACKNOWLEDGEMENT

The author would like to express his sincere thank to his advisor, Assistant Professor Dr. Amorn Petsom for his encouraging guidance, supervision and helpful suggestion throughout the course of this research. In addition, he is also grateful to Associate Professor Dr. Sophon Roengsumran for his valuable guidance, criticism and helpfulness. He wishes to thank Associate Professor Dr. Supawan Tantayanon and Assistant Professor Dr. Somchai Pengprecha for their valuable suggestions, discussions and comments. He also thanks Chulalongkorn University for financial support.

He appreciated the help on the IR, NMR and GC-MS experiments performed by the Chemistry Department, Chulalongkorn University.

Finally, he would like to express his greatest appreciation to his parents for being understanding, heartening, and supporting during his studies. Thanks are also due to everyone who has contributed suggestions and support during this research.

**CONTENTS**

PAGE

PAGE

PAGE

## LIST OF TABLES

TABLE PAGE

TABLE PAGE

TABLE PAGE

## LIST OF FIGURES

FIGURE PAGE

FIGURE PAGE

FIGURE PAGE

FIGURE PAGE

FIGURE PAGE

FIGURE PAGE

FIGURE PAGE

FIGURE PAGE

## ABBREVIATIONS

| | | |
|---|---|---|
| ZnDTPs | = | Zinc dithiophosphates |
| $^{o}C$ | = | degree Celsius |
| Fig. | = | Figure |
| $M_w$ | = | Molecular weight |
| OCP | = | Olefin copolymers |
| VI | = | Viscosity Index |
| FT-IR | = | Fourier Transform-Infared Spectrophotometer |
| GPC | = | Gel Permeable Chromatography |
| NMR | = | Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer |
| GC-MS | = | Gas Chromatography Mass Spectrometer |
| GLC | = | Gas-Liquid Chromatography |
| EMD | = | Evaporative Mass Detector |
| TLC | = | Thin Layer Chromatography |
| CC | = | Column Chromatography |
| MeOH | = | Methanol |
| g | = | gram |
| $V_t$ | = | retention volume |
| ml | = | millilitre |
| ppm | = | part per million |

| | | |
|---|---|---|
| Rt | = | Retention time |
| $cm^{-1}$ | = | Wavenumber unit |
| min | = | minute |
| s | = | strong (IR) |
| b | = | broad (IR) |
| m | = | medium (IR) |
| w | = | weak (IR) |