

การสังเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานจากน้ำมันรำข้าว

นายคเชนทร์ เอี่ยมสุกสวัสดิ์



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2542

ISBN 974-333-042-9

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SYNTHESIS OF LUBRICATING BASE OIL FROM RICE BRAN OIL

Mr. Kachane Eiamsupasawat

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

Program of Petrochemistry and Polymer Science

Graduate School

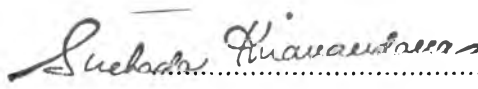
Chulalongkorn University

Academic Year 1999


ISBN 974-333-042-9

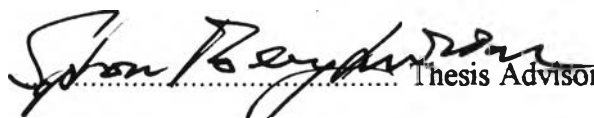
Thesis Title : SYNTHESIS OF LUBRICATING BASE OIL FROM
RICE BRAN OIL
By : Mr. Kachane Eiamsupasawat
Department : Petrochemistry and Polymer Science
Thesis Advisor : Associate Professor Sophon Roengsumran
Thesis Co-advisor : Mr. Chayuth Temnitikul

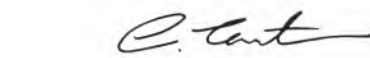
Accepted by the Graduate School , Chulalongkorn University in Partial
Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree

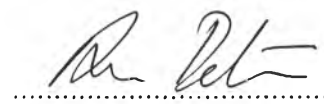
..... Dean of Graduate School
(Associate Professor Suchada Kiranandana, Ph. D.)

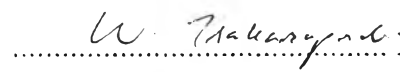
THESIS COMMITTEE

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

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

..... Thesis Co-advisor
(Mr. Chayuth Temnitikul, M. Eng.)

..... Member
(Associate Professor Amorn Petsom, Ph. D.)

..... Member
(Associate Professor Wimonrat Trakarnpruk, Ph. D.)

คเชนทร์ เอี่ยมสุภสวัสดิ์ : การสังเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานจากน้ำมันรำข้าว
(SYNTHESIS OF LUBRICATING BASE OIL FROM RICE BRAN OIL)

อ. ที่ปรึกษา : รศ. ดร. โสภณ เรืองสำราญ , อ. ที่ปรึกษาร่วม : นายชยุต เต็มนิธิกุล ,
110 หน้า, ISBN 974-333-042-9

น้ำมันรำข้าวซึ่งมีโครงสร้างไตรกลีเซอไรด์ถูกเปลี่ยนให้มีโครงสร้างเป็นเอสเทอร์เดี่ยวโดย ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันด้วยแอลกอฮอล์ เช่น 1-บิวทานอล , 1-เฮกซานอล , 1-ออกทานอล , 2-เมทิล-1-เฮกซานอล และ 4-เมทิล-2-เพนทานอล ณ อุณหภูมิที่เป็นจุดเดือดของของผสมเป็นเวลา 2 , 3 และ 4 ชั่วโมง และใช้กรดซัลฟูริกเข้มข้นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา 2-เอทิล-1-เฮกซิลเอสเทอร์เป็นเอสเทอร์เดี่ยวซึ่งมีคุณสมบัติทางกายภาพและเคมีที่ดี เนื่องจากมีค่าดัชนีความหนืดสูง , มีความเสถียรต่อการเกิดออกซิเดชันดี และมีจุดไหลเทต่ำ ด้วยคุณสมบัติเหล่านี้ทำให้สามารถถูกใช้เป็นน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานได้ ยิ่งไปกว่านั้นเมื่อนำ 2-เอทิล-1-เฮกซิลเอสเทอร์ปริมาณเล็กน้อยไปผสมกับน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานจากปิโตรเลียม (150 SN) ค่าดัชนีความหนืดของน้ำมันที่ผสมมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานจากปิโตรเลียมเพียงอย่างเดียว ผลดังกล่าวนี้แสดงให้เห็นว่า 2-เอทิล-1-เฮกซิลเอสเทอร์สามารถใช้เป็นตัวปรับปรุงค่าดัชนีความหนืดในอุตสาหกรรมผลิตน้ำมันหล่อลื่นได้

ภาควิชา

ลายมือชื่อนิติศ.....

สาขาวิชา

ลายมือชื่ออาจารย์ ปรึกษา.....

ปีการศึกษา 2562

ลายมือชื่ออาจารย์ ที่ปรึกษาร่วม

4073405723 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEY WORD : RICE BRAN OIL

KACHANE EIAMSUPASAWAT : SYNTHESIS OF LUBRICATING BASE OIL FROM RICE BRAN OIL. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. SOPHON ROENGSUMRAN Ph.D. , THESIS CO-ADVISOR : MR. CHAYUTH TEMNTTIKUL M. Eng. : 110 pp. ISBN 974-333-042-9

Rice bran oil, which has a triglyceride structure, was changed to a monoester structure by a tranesterification reaction with an alcohol such as 1-butanol , 1-hexanol , 1-octanol , 2-ethyl-1-hexanol and 4-methyl-2-pentanol. This reaction was carried out the boiling point of mixture, for 2 , 3 and 4 hours. This reaction used concentrated sulfuric acid as a catalyst. 2-Ethyl-1-hexyl ester was the monoester, which had good physical and chemical properties due to a high viscosity index , good oxidation stability and a low pour point. With these properties, it could be used as lubricating base oil. Furthermore, when the small amount of 2-ethyl-1-hexyl ester was blended with petroleum base oil (150 SN), the viscosity index of the blended oil was increased when compared with petroleum base oil. This result showed that it could also be used as viscosity index improver in lubricating industry.

ภาควิชา ลายมือชื่อนิสิต.....
สาขาวิชา ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
ปีการศึกษา ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

ACKNOWLEDGEMENTS



This research work and thesis is completed with the assistance of many people. I wish to express gratitude and appreciation to my advisor, Associate Professor Sophon Roengsumran and my co-advisor, Mr. Chayuth Temnitikul, for their valuable guidance, kindness and encouragement throughout the course of the thesis.

Furthermore, I also thank members of my thesis committee, Associate Professor Supawan Tantayanon, Associate Professor Amorn Petsom and Associate Professor Wimonrat Trakarnpruk who have kindly given their valuable time to comment on my thesis. Thanks are also extended to Castrol (Thailand) Limited for supporting materials for my research.

Finally, I thank all the members of my family for their unfailing support and encouragement throughout my study.

CONTENTS

	Page
ABSTRACT (in Thai)	iv
ABSTRACT (in English)	v
ACKNOWLEDGEMENTS	vi
CONTENTS	vii
LIST OF TABLES	xi
LIST OF FIGURES	xiii
CHAPTER I : INTRODUCTION	1
1.1 General Information.....	1
1.2 Objective of the research	2
1.3 Scope of the research	2
CHAPTER II : THEORETICAL CONSIDERATION	4
2.1 Base Oil from Petroleum	4
2.1.1 Type of Base oil	4
2.2 Synthesis Base Fluids	5
2.2.1 Performance requirement	6
2.2.2 Lubricant availability	6
2.2.3 Safety	6
2.2.4 Cost	7

	Page
2.3 Selection of Synthetic Base Fluids	7
2.4 Synthetic Esters	8
2.4.1 Ester types	10
2.4.2 Manufacture of esters	13
2.4.3 Physicochemical properties of ester lubricants	13
2.4.4 Synthetic Lubricant Development	20
2.4.5 Future trend	23
2.4.6 Marketplace for Synthetics	23
2.4.7 The Principle Properties and Tests	25
2.5 Rice Bran Oil	29
2.6 Literature review	31
CHAPTER III : EXPERIMENTAL	33
3.1 Chemicals	33
3.2 Apparatus and Instruments	34
3.3 Experimental Procedure	35
3.3.1 Synthesis Monoester	35
3.3.2 Determination of Physical and Chemical Properties of Monoester Products	36

	Page
3.3.3 Blending	37
CHAPTER IV : RESULTS AND DISCUSSION	38
4.1 Characterization of rice bran oil	38
4.2 Synthesis of monoesters	40
4.2.1 Transesterification of rice bran oil with 1-butanol	41
4.2.2 Transesterification of rice bran oil with 1-hexanol	44
4.2.3 Transesterification of rice bran oil with 1-octanol	47
4.2.4 Transesterification of rice bran oil with 2-ethyl-1- hexanol	50
4.2.5 Transesterification of rice bran oil with 4-methyl-2- pentanol	53
4.3 Comparison of the properties of monoesters	56
4.4 Lubricating base oil (150SN) blended with 2-ethyl-1-hexyl ester	61
4.5 Comparison of the properties of 2-ethyl-1-hexyl ester from palm oil and rice bran oil	64
CHAPTER V : CONCLUSION AND SUGGESTION	66
5.1 Conclusion	66
5.2 Suggestion	67
REFERENCES	68
APPENDICES	71

	Page
APPENDIX I	72
APPENDIX II	92
APPENDIX III	93
APPENDIX IV	94
APPENDIX V	97
VITA.....	98

LIST OF TABLES

	Page
Table 2.1	Properties of synthetic fluids compared to mineral oil 8
Table 2.2	Organic ester physical properties 10
Table 2.3	Major type of ester and their feedstocks..... 11
Table 2.4	Summary of ester properties 12
Table 2.5	Major applications of synthetic fluids 21
Table 2.6	Market categories of interest for synthetic lubricants 24
Table 4.1	The physical and chemical properties of mineral oils and rice bran oil.....39
Table 4.2	The physical and chemical properties of rice bran oil and butyl ester product..... 42
Table 4.3	The physical and chemical properties of rice bran oil and hexyl ester product 45
Table 4.4	The physical and chemical properties of rice bran oil and octyl ester product..... 48
Table 4.5	The physical and chemical properties of rice bran oil and 2-ethyl-1-hexyl ester product..... 51
Table 4.6	The physical and chemical properties of rice bran oil and 4-methyl-2-pentyl ester product..... 54
Table 4.7	The physical and chemical properties of monoesters 56

	Page
Table 4.8	The physical and chemical properties of lubricating base oil blended with 2-ethyl-1-hexyl ester 60
Table 4.9	The physical properties of different types of standard lubricant 62
Table 4.10	The physical and chemical properties of 2-ethyl-1-hexyl ester product from palm oil and rice bran oil 64

LIST OF FIGURES

	Page
Figure 2-1	Thermal decomposition of esters with beta hydrogens 16
Figure 2-2	Thermal decomposition of esters without beta hydrogens 16
Figure 2-3	Biodegradability of lubricants as measured by the CEC-L-33-T-82 Test 20
Figure 2-4	Comparison between typical model curves for both TG thermal and thermooxidation stabilities 28
Figure A-1	FTIR Spectrum of 60 SN 72
Figure A-2	C ¹³ -NMR Spectrum of 60 SN 72
Figure A-3	H ¹ -NMR Spectrum of 60 SN 73
Figure A-4	FTIR Spectrum of 150 SN 74
Figure A-5	C ¹³ -NMR Spectrum of 150 SN 74
Figure A-6	H ¹ -NMR Spectrum of 150 SN 75
Figure A-7	FTIR Spectrum of Rice Bran Oil 76
Figure A-8	C ¹³ -NMR Spectrum of Rice Bran Oil 76
Figure A-9	H ¹ -NMR Spectrum of Rice Bran Oil 77
Figure A-10	FTIR Spectrum of Butyl ester 78
Figure A-11	C ¹³ -NMR Spectrum of Butyl ester 78
Figure A-12	H ¹ -NMR Spectrum of Butyl ester 79
Figure A-13	FTIR Spectrum of Hexyl ester 80
Figure A-14	C ¹³ -NMR Spectrum of Hexyl ester 80

	Page
Figure A-15 H^1 -NMR Spectrum of Hexyl ester	81
Figure A-16 FTIR Spectrum of Octyl	82
Figure A-17 C^{13} -NMR Spectrum of Octyl ester	82
Figure A-18 H^1 -NMR Spectrum of Octyl ester	83
Figure A-19 FTIR Spectrum of 2-Ethyl-1-hexyl ester	84
Figure A-20 C^{13} -NMR Spectrum of 2-Ethyl-1-hexyl ester	84
Figure A-21 H^1 -NMR Spectrum of 2-Ethyl-1-hexyl ester	85
Figure A-22 FTIR Spectrum of 4-Methyl-2-pentyl ester	86
Figure A-23 C^{13} -NMR Spectrum of 4-Methyl-2-pentyl ester	86
Figure A-24 H^1 -NMR Spectrum of 4-Methyl-2-pentyl ester	87
Figure A-25 TGA Thermogram of Base oil (60 SN)	88
Figure A-26 TGA Thermogram of Base oil (150 SN)	88
Figure A-27 TGA Thermogram of Rice Bran Oil	89
Figure A-28 TGA Thermogram of Butyl ester	89
Figure A-29 TGA Thermogram of Hexyl ester	90
Figure A-30 TGA Thermogram of Octyl ester	90
Figure A-31 TGA Thermogram of 2-Ethyl-1-hexyl ester	91
Figure A-32 TGA Thermogram of 4-Methyl-2-pentyl ester	91