

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

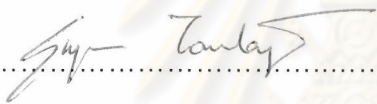
Thesis Advisor Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.

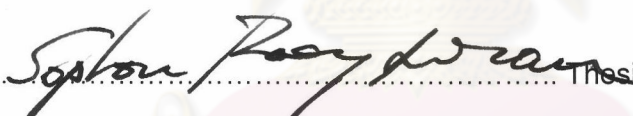
---

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

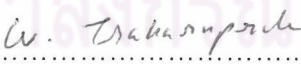
..... Deputy Dean for Administrative Affairs  
(Associate Professor Pipat Karntiang, Ph.D.) Acting Dean, Faculty of Science

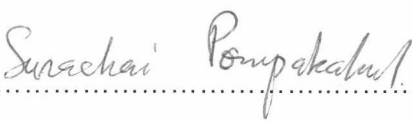
THESIS COMMITTEE

..... 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.)

จิวานูช กิจพย์คัม : การเตรียมจาระบีสำหรับสปินเดิลมอเตอร์ (PREPARATION OF LUBRICATING GREASE FOR SPINDLE MOTOR) อาจารย์ที่ปรึกษา: รศ.ดร. ไสภณ เรืองสำราญ; 81 หน้า. ISBN 974-03-0651-9

ได้เตรียมจาระบีสำหรับตลับลูกปืนที่ใช้กับสปินเดิลมอเตอร์ของเครื่องคอมพิวเตอร์ โดยทำ 3 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนแรก การเตรียมลิเทียมสเตียเรตจากการปฏิกิริยาสะพอนิฟิเคชันของกรดสเตียริกกับลิเทียมไฮดรอกไซด์ ขั้นตอนที่สอง การผสมลิเทียมสเตียเรตกับน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน เช่น น้ำมันไตรเมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์ หรือ น้ำมันพาราฟิน ที่อุณหภูมิ 220 °C และขั้นตอนที่สาม การเติมสารเติมแต่งแล้วบดด้วยเครื่อง three-roll mill พบว่าจาระบีที่มีส่วนผสมของ น้ำมันไตรเมทิลอลโพรเพนเอสเทอร์ 82 % กับ ลิเทียมสเตียเรท 18 % หรือ น้ำมันพาราฟิน 85 % กับ ลิเทียมสเตียเรท 15 % ให้สมบัติและคุณลักษณะที่ดี ซึ่งมีค่าความแข็ง (penetration) ของจาระบีอยู่ในช่วง 220-250 ตรงตามมาตรฐาน ของ JIS K-2220-1993 และพบว่า การเติมสารเติมแต่ง เช่น ซิงค์ไดอัลคิลไดโทโอฟอสเฟต, โมลิบดินัมไดโทโอคาบาเมต หรือ ไดเฟนิลเอมีน ทำให้สมบัติการต้านออกซิเดชัน และการเกิดกัดกร่อนโลหะของจาระบีทั้งสองชนิดดีขึ้น

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หลักสูตร ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์  
สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์  
ปีการศึกษา 2544

ลายมือชื่อนิสิต

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

จิวานูช กิจพย์คัม



-

# # 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

	<b>Pages</b>
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

## CONTENT (CONTINUED)

	<b>Pages</b>
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 ASTM D-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 Dropping point of grease .....	51
4.5.2 Evaporation loss of grease .....	51



## CONTENT (CONTINUED)

	<b>Pages</b>
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 celcius
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 dithiocarbamate
NLGI	=	National Lubricating Grease Institute
rpm	=	Round per minute
TMP	=	Trimethylol propane
VI	=	Viscosity index
ZDDP	=	Zinc dialkyldithiophosphate
XRF	=	X-ray Fluorescence Spectrometer