

การลงทะเบียนสารหล่อئينสังเคราะห์ประเภทไดเอสเทอร์
ของกรดปาล์มมิติก



นายอุฒรงค์ พยุ่งพงศ์ รหัส 41052012

นางสาวชนิดา ชุมมงคล รหัส 41052018

นางสาวภาวสิน ลิ้มธงชัย รหัส 41052068

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาเคมีอุตสาหกรรม

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2544

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน **43881**
วัน, เดือน, ปี **17 ต.ค. 2545**

b.....
i.....

**Synthesis of Synthetic Diester Lubricating Agents
From Palmitic Acid**

Mr. Junnarong Payungpong ID no. 41052012

Ms. Chanida Khummongkol ID no. 41052018

Ms. Pavalin Limthongchai ID no. 41052068

**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE**

DEPARTMENT OF CHEMISTRY

FACULTY OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

2001

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์สารหล่อลื่นสังเคราะห์ประเภทไดเอสเทอร์
ของกรดปาล์มมิติก

นักศึกษา นายจุลฉรงค์ พยุ่งพงศ์ รหัส 41052012
นางสาวชนิศา ชุมมงคล รหัส 41052018
นางสาวภาวลิน ลิ้มรงค์ รหัส 41052068

ปริญญา วิทยาศาสตรบัณฑิต
ภาควิชา เคมี
สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม
ปีการศึกษา 2544
อาจารย์ผู้ควบคุมโครงการพิเศษ ดร. วันฉัตร ชื่นชม

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
นับโครงการพิเศษฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต



ผศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย

หัวหน้าภาค

คณะกรรมการโครงการพิเศษ



ดร. ตะวัน สุขน้อย

ประธานกรรมการ



ดร. วันฉัตร ชื่นชม

กรรมการ



ดร. พิชณี เจริญยิ่ง

กรรมการ

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ

การสังเคราะห์สารหล่อลื่นสังเคราะห์ประเภทโคเอสเทอร์
ของกรดปาล์มมิติก

นักศึกษา

นายจุลณรงค์ พยุ่งพงศ์ รหัส 41052012
นางสาวชนิศา ขุมมงคล รหัส 41052018
นางสาวภาวลิน ลิ้มธงชัย รหัส 41052068

ปริญญา

วิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชา

เคมี

สาขาวิชา

เคมีอุตสาหกรรม

ปีการศึกษา

2544

อาจารย์ผู้ควบคุมโครงการพิเศษ

ดร. วันฉัตร ชื่นชม

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการเตรียมสารหล่อลื่นสังเคราะห์ประเภทโคเอสเทอร์คือ 1,2-โพรเพนไดโพลัมมิเตทและ 2,3-บิวเทนไดโพลัมมิเตท จากปฏิกิริยาเอสเตอร์ฟิเคชันระหว่างกรดปาล์มมิติกกับ 1,2-โพรเพนไดโอดและ 2,3-บิวเทนไดโอด โดยใช้กรดซัลฟูริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ 110°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมงได้เปอร์เซ็นต์ yield เท่ากับ 92 และ 91 ตามลำดับ จากนั้นนำไปกลั่นแบบลดความดันที่ความดันเข้าใกล้ศูนย์มิลลิเมตรปรอทเพื่อให้ไซโคเอสเทอร์บริสุทธิ์ได้เปอร์เซ็นต์ yield เท่ากับ 86 และ 85 ตามลำดับ นำโคเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ไปขึ้นชั้นสมบัติทางเอกลักษณะโดยใช้เทคนิค FTIR และ FTNMR, ศึกษาสมบัติการละลาย, ทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนโดยใช้เครื่อง TGA และศึกษาสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ จุดหลอมเหลว เพื่อเปรียบเทียบความแตกต่างของโคเอสเทอร์ ที่เกิดจากไดโอดต่างชนิดกัน พบว่าโคเอสเทอร์ของกรดปาล์มมิติกเมื่อมีน้ำหนักโมเลกุลเพิ่มมากขึ้น จะทำให้มีจุดหลอมเหลวเพิ่มมากขึ้นและสารโคเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้มีสมบัติทางความร้อนและค่าเสถียรทางความร้อนที่ดี จากนั้นศึกษาการนำโคเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ไปใช้เป็นส่วนประกอบในผลิตภัณฑ์หล่อลื่นโดยผสมโคเอสเทอร์ทั้ง 2 ชนิดกับน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานจากปิโตรเลียมโดยใช้ปริมาณของ 1,2-โพรเพนไดโพลัมมิเตท ค่อน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 150 และ 500 SN เป็น 7.18 และ 4.90 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ และปริมาณของ 2,3-บิวเทนไดโพลัมมิเตท ค่อน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 150 และ 500 SN เป็น 6.17 และ 4.70 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ พบว่าการละลาย 1,2-โพรเพนไดโพลัมมิเตทในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 150 และ 500SN ทำให้จุดไหลเทเพิ่มขึ้นจาก -12 และ -6°C เป็น 11 และ 4°C ตามลำดับ และทำให้ดัชนีความหนืดเพิ่มขึ้น 7.77 และ 4.17% ตามลำดับ แต่ความหนืดที่ 40°C ลดลงจาก 30.31 และ 96.33 cSt เป็น 28.08 และ 84.90 cStตามลำดับ และความหนืดที่ 100°C ลดลงจาก 5.227 และ 10.33 cSt เป็น 5.12 และ 10.15 cStตามลำดับ ส่วนการละลาย 2,3-บิวเทนไดโพลัมมิเตทในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 150 และ 500SN ทำให้จุดไหลเทเพิ่มขึ้นจาก -12 และ -6°C เป็น 16 และ 5°C ตามลำดับ และทำให้ดัชนีความหนืดเพิ่มขึ้น 2.91 และ 4.17% ตามลำดับ แต่ความหนืดที่ 40°C ลดลงจาก 30.31 และ 96.33 cSt เป็น 28.20 และ 85.06 cStตามลำดับ และความหนืดที่ 100°C ลดลงจาก 5.227 และ 10.33 cSt เป็น 5.05 และ 10.16 cSt ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	Synthesis of Synthetic Diester Lubricating Agents from Palmitic Acid
Student	Mr. Junnarong Payungpong ID no. 41052012 Ms. Chanida Khummongkol ID no. 41052018 Ms. Pavalin Limthongchai ID no. 41052068
Degree	Bachelor Degree of Science
Department	Chemistry
Programme	Industrial Chemistry
Academic Year	2001
Special Project Advisor	Dr. Vanchat Chuenchom

Abstract

This research aim to prepare diester lubricating agents ,which are 1,2-propanedipalmitate and 2,3-butanedipalmitate, by esterification of palmitic acid with 1,2-propanediol and 2,3-butanediol,using concentrated sulfuric acid as a catalyst at 110 °C for 5 hours.The yield of diesters was 92 and 91%, respectively.To purify diesters,vacuum distillation under pressure nearest to 0 mmHg needed.The yield of diesters after purification was 86 and 85 %.The characteristics of diester products were determined by FTIR and FTNMR ,and the oxidation and thermal stabilities were determined by TGA.The physical properties were determined to compare diester products which produced from different diols.We found that higher molecular weight of diester of palmitic acid will increase melting point and products will have good thermal stability.Blending 7.18 and 4.9 grams of 1,2-propanedipalmitate with 100 ml of base oil 150 and 500SN will increase pour point from -12 and -6 °C to 11 and 4 °C , respectively.The viscosity index will increase 7.77 and 4.17% respectively but the viscosity at 40 °C will decrease from 30.31 and 96.33 cSt to 28.08 and 84.90 cSt ,and the viscosity at 100 °C will decrease from 5.227 and 10.33 cSt to 5.12 and 10.15 cSt , respectively.Blending 6.17 and 4.70 grams of 2,3-butanedipalmitate with 100 ml of base oil 150 and 500SN will increase pour point from -12 and -6 °C to 16 and 5 °C ,respectively. The viscosity index will increase 2.91 and 4.17%, respectively but the viscosity at 40 °C will decrease from 30.31 and 96.33 cSt to 28.20 and 85.06 cSt ,and the viscosity at 100 °C will decrease from 5.227 and 10.33 cSt to 5.05 and 10.16 cSt, respectively.

กิตติกรรมประกาศ

บุคคลที่ผู้จัดทำขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูงคือ คร. วันฉัตร ชื่นชม ที่เป็นอาจารย์ที่ปรึกษาแก่โครงการพิเศษนี้ ขอขอบพระคุณสำหรับโครงการพิเศษที่น่าสนใจรวมทั้งคำแนะนำและการสนับสนุนโครงการมาตลอดเทอมที่ผ่านมา

ขอขอบพระคุณคร.พัชนี เจริญยิ่ง สำหรับเครื่องมือที่ให้ผู้จัดทำได้ใช้ในงานวิจัย

ขอขอบพระคุณอาจารย์และเจ้าหน้าที่ภาคเคมีทุกท่านสำหรับความช่วยเหลือที่ดีและคอยชี้แนะแนวทางที่เป็นประโยชน์ตลอดการทำโครงการนี้

ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา ผู้ให้กำเนิด และคอยส่งเสริมทางด้านการศึกษาเล่าเรียนจนสำเร็จได้ด้วยดี

ขอบคุณเพื่อนภาคเคมีทุกท่านที่คอยช่วยเหลือ และเป็นกำลังใจ

สุดท้ายนี้ผู้จัดทำขอขอบพระคุณคณะวิทยาศาสตร์สาขาเคมีอุตสาหกรรมสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า เจ้าคุณทหารลาดกระบังสำหรับค่าใช้จ่ายที่ใช้ในโครงการนี้ รวมทั้งสถานที่และเครื่องมือต่างๆด้วย

คุณค่าและประโยชน์ของโครงการพิเศษนี้ ผู้วิจัยขอมอบเป็นเครื่องบูชาพระคุณของ บิดา มารดา บุรพจารย์ และผู้มีพระคุณทุกท่าน ที่ได้มีส่วนช่วยให้ผู้วิจัยประสบความสำเร็จในการศึกษาเล่าเรียน

คณะผู้จัดทำ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	
สารบัญตาราง	ง
สารบัญภาพ	จ
คำย่อ	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย	1
1.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	1
1.3 วัตถุประสงค์	3
1.4 ขอบเขตงานวิจัย	3
1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	
2.1 ไช (waxes)	4
2.2 วิธีการผลิตไช	4
2.3 ประเภทหลักของไช	6
2.3.1 ไชผัก (Vegetable waxes)	7
2.3.2 ไชจากสัตว์ (Animal waxes)	9
2.3.3 ไชปิโตรเลียม (Petroleum waxes)	10
2.3.4 ไชจากแร่ (Mineral waxes)	11
2.3.5 ไชสังเคราะห์ (Synthesis waxes)	12
2.4 น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน	13
2.4.1 แห้งก้านิค	13
2.4.2 หน้าที่ของสารหล่อลื่น	14
2.5 การทดสอบสมบัติของไช	
2.5.1 จุดหลอมเหลว (Melting point)	15
2.5.2 ความหนืด (Viscosity)	15
2.5.3 ดัชนีความหนืด (Viscosity index)	17

2.5.4 จุดไหลเท (Pour point)	17
2.5.5 ปฏิริยาออกซิเคชันและความเสถียรทางความร้อน (Oxidation and Thermal stability)	18
บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย	
3.1 สารเคมี	19
3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ	19
3.3 วิธีการทดลอง	
3.3.1 การเตรียมโคเอสเทอร์	20
3.3.2 การทำผลิตภัณฑ์โคเอสเทอร์ที่ได้ให้บริสุทธิ์	21
3.3.3 การเตรียมสารหล่อลื่น	21
3.3.4 การศึกษาสมบัติทางเคมีของ โคเอสเทอร์	22
3.3.5 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของโคเอสเทอร์	22
3.3.6 หาสมบัติทางกายภาพของผลิตภัณฑ์หล่อลื่นที่ได้จากการผสม โคเอสเทอร์กับน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานชนิด 150SNและ500SN	22
บทที่ 4 การวิเคราะห์ผลการทดลอง	
4.1 ปฏิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันระหว่างกรดปาล์มมิติกและ1,2-โพรเพน ไดออล	23
4.2 ปฏิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันระหว่างกรดปาล์มมิติกและ2,3-บิวเทน ไดออล	26
4.3 การทำผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันระหว่างกรดปาล์มมิติก และ1,2-โพรเพน ไดออลให้บริสุทธิ์	29
4.4 การทำผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันระหว่างกรดปาล์มมิติก และ2,3-บิวเทน ไดออลให้บริสุทธิ์	32
4.5 การทดสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของสาร โคเอสเทอร์ 1,2-โพรเพน ไดปาล์มมิติกและ2,3-บิวเทน ไดปาล์มมิติก	35
4.6 การนำโคเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ไปใช้เป็นตัวเติมในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน	37
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	39
เอกสารอ้างอิง	
ภาคผนวก A ¹ H-NMR สเปกตรัมของสารเคมีต่างๆที่สำคัญและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง	42
ภาคผนวก B ¹³ C-NMR สเปกตรัมของสารเคมีต่างๆที่สำคัญและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง	50
ภาคผนวก C FTIR SPECTRAของสารเคมีต่างๆที่สำคัญและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง	58

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก D กราฟ TGA ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง

64

ภาคผนวก E

67



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
ตารางที่ 2.1	แสดงตัวอย่างกรดไขมันและแอลกอฮอล์บางชนิด	5
ตารางที่ 2.2	สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไขมันจากธรรมชาติ	5
ตารางที่ 2.3	สมบัติทางกายภาพของไขมันจากผัก	7
ตารางที่ 2.4	สมบัติของไขมันและไขมันจากแกะ	9
ตารางที่ 2.5	สมบัติทางกายภาพของไขมันโคโรเลียม	10
ตารางที่ 2.6	สมบัติของไขมันจากแร่	11
ตารางที่ 4.1	ความสามารถในการละลายในตัวทำละลายต่างๆของไขมันโคโรเลียม	35
ตารางที่ 4.2	จุดหลอมเหลวและthermal stabilityของไขมันโคโรเลียมที่ได้จากการสังเคราะห์	35
ตารางที่ 4.3	ปริมาณของไขมันโคโรเลียมที่อิ่มตัวในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน	37
ตารางที่ 4.4	สมบัติทางกายภาพของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานและน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานผสมไขมันโคโรเลียม	38
ตารางที่ 5.1	สมบัติทางกายภาพของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน150SNและน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน150SNผสมไขมันโคโรเลียมในลักษณะอิ่มตัว	40
ตารางที่ 5.2	สมบัติทางกายภาพของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน500SNและน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน500SNผสมไขมันโคโรเลียมในลักษณะอิ่มตัว	40

สารบัญภาพ

รูปที่		หน้า
รูปที่ 2.1	หลักการของความหนืดที่เปลี่ยนแปลง (dynamic viscosity)	14
รูปที่ 2.2	หลอด Olefic ที่ใช้ในการวัดความหนืดแบบ D445	16
รูปที่ 2.3	เครื่องมือสำหรับหาจุดไหลเท	17
รูปที่ 3.1	แสดงการติดตั้งเครื่องแก้วที่ใช้ในการทดลอง	20
รูปที่ 3.2	อุปกรณ์การกลั่นแบบลดความดัน	21
รูปที่ 4.1	$^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพน ไดออล	43
รูปที่ 4.2	$^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของกรดปาล์มมิติก	44
รูปที่ 4.3	$^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพน ไดปาล์มมิตเตดั่งเคราะห์	45
รูปที่ 4.4	$^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพน ไดออล	51
รูปที่ 4.5	$^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของกรดปาล์มมิติก	52
รูปที่ 4.6	$^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพน ไดปาล์มมิตเตดั่งเคราะห์ที่อุณหภูมิ 110°C โดยใช้โทลูอินเป็นตัวทำละลาย	53
รูปที่ 4.7	$^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทน ไดออล	46
รูปที่ 4.8	$^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทน ไดปาล์มมิตเตดั่งเคราะห์ที่อุณหภูมิ 110°C โดยใช้โทลูอินเป็นตัวทำละลาย	47
รูปที่ 4.9	$^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทน ไดออล	54
รูปที่ 4.10	$^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทน ไดปาล์มมิตเตดั่งเคราะห์ที่อุณหภูมิ 110°C โดยใช้โทลูอินเป็นตัวทำละลาย	55
รูปที่ 4.11	$^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพน ไดออลหลังกลั่นแบบลดความดัน	48
รูปที่ 4.12	$^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพน ไดออลหลังกลั่นแบบลดความดัน	56
รูปที่ 4.13	FTIR สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพน ไดออล	59
รูปที่ 4.14	FTIR สเปกตรัมของกรดปาล์มมิติก	60
รูปที่ 4.15	FTIR สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพน ไดออลหลังกลั่นแบบลดความดัน	61
รูปที่ 4.16	$^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทน ไดออลหลังกลั่นแบบลดความดัน	49
รูปที่ 4.17	$^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทน ไดออลหลังกลั่นแบบลดความดัน	57
รูปที่ 4.18	FTIR สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทน ไดออล	62
รูปที่ 4.19	FTIR สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทน ไดออลหลังกลั่นแบบลดความดัน	63

รูปที่ 4.20 กราฟ TGA ของ 1,2-โพรเพนไดปาล์มมีเตท

65

รูปที่ 4.21 กราฟ TGA ของ 2,3-บิวเทนไดปาล์มมีเตท

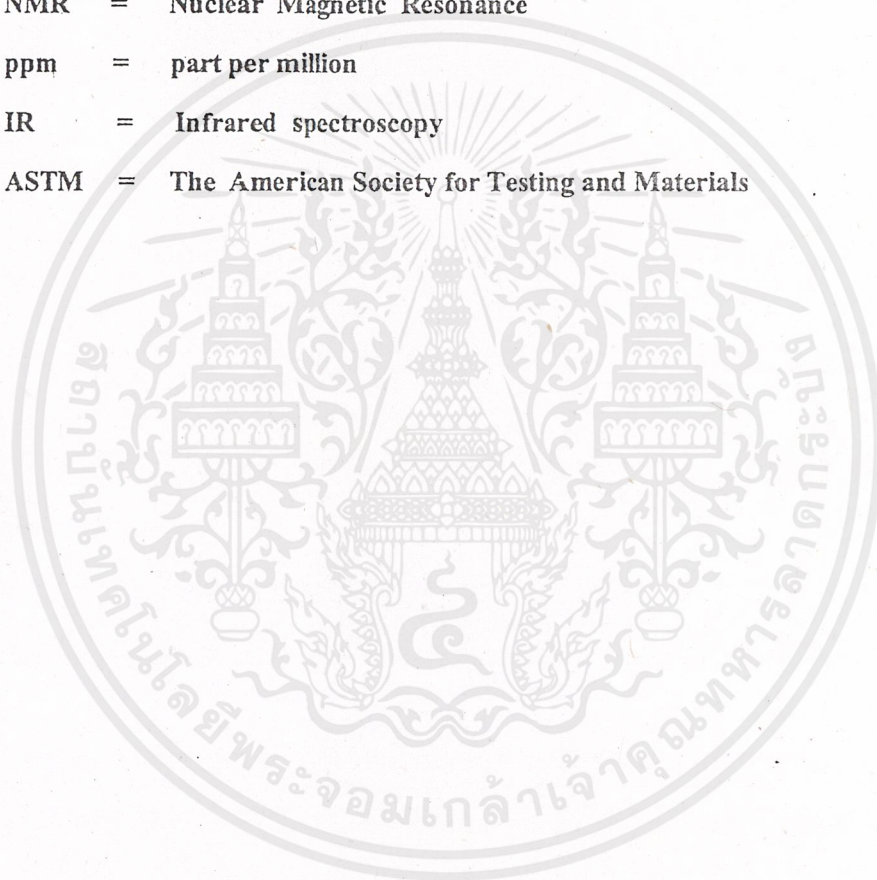
66



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำย่อ

p	=	para
mg	=	milligram
ml	=	millilitre
kg	=	kilogram
g	=	gram
TGA	=	Thermalgravimetric analyzer
NMR	=	Nuclear Magnetic Resonance
ppm	=	part per million
IR	=	Infrared spectroscopy
ASTM	=	The American Society for Testing and Materials



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

ปัจจุบันนี้ไขจากธรรมชาติถูกนำมาใช้ในการหล่อลื่น ซึ่งช่วยลดแรงเสียดทาน ความร้อน และการกัดกร่อนระหว่างสองพื้นผิวได้ เช่น ไขจากผัก และไขจากสัตว์ ไขจากธรรมชาติถูกนำมาใช้ในอุตสาหกรรมหลายชนิดเช่น ขบวนการผลิตพอลิเมอร์ เครื่องสำอาง น้ำมันหล่อลื่น และในอุตสาหกรรมยา ซึ่งไขเหล่านี้จะประกอบด้วยองค์ประกอบทางเคมีหลายชนิด เช่น พาราฟิน ไฮโดรคาร์บอน (paraffin hydrocarbon) กรด(acid) แอลกอฮอล์ (alcohols) และคีโตน (ketone) แต่ที่นิยมใช้กันมากในปัจจุบันคือไขจำพวกเอสเทอร์(ester)

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ไขจากธรรมชาติถูกใช้มานานในอุตสาหกรรม และถูกนำมาประยุกต์ใช้กันทั่วไป เช่น ใช้ในการทำเทียน เครื่องสำอางค์ หมึก กระจกยาสีฟัน ผลิตภัณฑ์ยาง และสารหล่อลื่นต่างๆ อย่างไรก็ตามไขเหล่านี้มีปริมาณจำกัด และอาจหาไม่ได้เสมอไป เมื่อได้มาก็มักจะมีราคาแพง ดังนั้นไขเหล่านี้จึงถูกนำมาปรับปรุง และสังเคราะห์ขึ้นในอุตสาหกรรม ไขเอสเทอร์เป็นชนิดที่นิยมใช้เพราะเป็นไขที่มีคุณสมบัติ

ในปี 1984 Richard L. McConnell[1-3] เตรียมพอลิเอสเทอร์ (polyester) โซ่กิ่งชนิดใหม่ที่มีโครงสร้างของหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซี 3 หรือ 4 หมู่ (tri or tetrafunctional hydroxyl) เป็นส่วนประกอบ ไขนี้ถูกเตรียมโดยใช้อะลิฟาติกไดเบสิกแอซิดชนิดอิ่มตัว(saturated aliphatic dibasic acid) ที่มีจำนวนคาร์บอน 4-36 อะตอมอย่างน้อย 1 ตัว ทำปฏิกิริยากับอะลิฟาติกหรือไซโคลอะลิฟาติกไกลคอลแบบอิ่มตัว(saturated aliphatic or cycloaliphatic glycol)ที่มีคาร์บอน 2-12 อะตอมอย่างน้อย 1 ตัว โดยไขพอลิเอสเทอร์ชนิดนี้ใช้เพื่อปรับปรุงเอทิลีน/ไวนิลอะซิเตดโคพอลิเมอร์(ethylene/vinyl acetate copolymer) และเป็นสารตัวเติมเพื่อปรับปรุงความแข็งของสารเคลือบผิวพอลิโอฟีน (polyolefin coating) นอกจากนี้ยังทำการสังเคราะห์ไขพอลิเอสเทอร์โซ่ตรงจากปฏิกิริยาระหว่างไดเบสิกแอซิด โซ่ตรงกับไกลคอลจำพวกเอทิลีนไกลคอล(ethylene glycol) 1,3-โพรเพนไดออล (1,3-propanediol)

และ 1,4-บิวเทนไดออล(1,4-butanediol) พบว่าไบพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้มีสมบัติในการเคลือบผิวกระดาษ และโลหะฟอยล์(metal foil) ได้ดีมาก ในปีเดียวกัน McConell ก็ได้เตรียมไบพอลิเอสเทอร์โซ่ตรงโดยปฏิกิริยาของ 1,2-โดเดเคนไดโออิกแอซิด (1,2-dodecanedioic acid) กับ ไกลคอลจำพวก เอทิลีนไกลคอล(ethylene glycol) , 1,3-พรอพานไดออล และ 1,5-เฮกเซนไดออล(1,5-hexanediol) ได้ไบพอลิเอสเทอร์โซ่ตรงที่มีส่วนประกอบทั้งที่เป็นของเหลวหนืดอสัณฐาน(amorphous) หรือของแข็งกึ่งผลึก (semicrystalline solid) ที่มีจุดหลอมเหลวน้อยกว่า 100 องศาเซลเซียส ผลึกภัณฑ์ที่ได้นี้มีคุณสมบัติที่ตีเทียบเท่าไบพอลิเอสเทอร์โซ่กึ่งที่กล่าวไว้ในตอนแรก สำหรับการนำไปใช้นั้น ไบเอสเทอร์สังเคราะห์เป็นส่วนประกอบที่สำคัญในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง เช่น propylene glycol monomyristate และ myristyl myristate[4] ใช้เป็นส่วนประกอบในหมึกพิมพ์แบบหลอมเหลว [5] ใช้ในการปรับปรุงความสามารถในการอัดฉีดของไวนิลลิดีนคลอไรด์อินเตอร์พอลิเมอร์(vinylidenechloride- interpolymer) โดยการลดการเสียดสภาพของอนุภาคในพอลิเมอร์ที่ฉีดออกมา(extrudate) [6] และยังใช้เป็นพลาสติกไซเซอร์(plasticizer) ในส่วนประกอบของของแข็งในเครื่องมือที่ใช้ในการเขียน[7]

ในปี 1995 กวิน พัฒนากกติ ได้สังเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นจากน้ำมันปาล์มโดยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชัน(transesterification) กับแอลกอฮอล์ เช่น 1-บิวทานอลและ 1-เฮกซานอล ผลที่ได้คือ มอนอเอสเทอร์สังเคราะห์ที่มีคุณสมบัติเป็นน้ำมันหล่อลื่นที่ดี[8] และในปี 1996 ครุณี ทับทิม ได้สังเคราะห์น้ำมันหล่อลื่นประเภทไบเอสเทอร์โดยปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันของน้ำมันปาล์ม และของกรดไขมันอิสระของน้ำมันปาล์ม เช่น กรดโอเลอิก(oleic acid) กรดสเตียริก (stearic acid) และกรดปาล์มมิติก(palmitic acid) กับ 1,3-โพรเพนไดออล(1,3-propanediol) 1,4-บิวเทนไดออล (1,4-butanediol) 1,5-เพนเทนไดออล (1,5-pentanediol) 2,2-ไดเมทิล-1,3-โพรเพนไดออล (2,2-dimethyl-1,3-propanediol) และ 2-เอทิล-1,3-เฮกซาเซนไดออล(2-ethyl-1,3-hexanediol) ผลึกภัณฑ์ที่ได้แยกเป็นสองส่วนคือเป็นของแข็งและของเหลว เนื่องจากส่วนที่เป็นของแข็งนี้ไม่สามารถหาสมบัติทางกายภาพได้จึงไม่เหมาะสมในการนำมาใช้เป็นผลึกภัณฑ์หล่อลื่น ในเครื่องยนต์ อย่างไรก็ตามผลึกภัณฑ์ทั้งหมดที่ได้จากการเอสเทอร์ริฟิเคชันและทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันด้วย 2-เอทิล-1,3-เฮกเซนไดออลนั้นมีสถานะเป็นของเหลวทั้งหมด ซึ่งมีคุณสมบัติที่ตีเหมาะสำหรับใช้เป็นน้ำมันหล่อลื่นในเครื่องยนต์[9]

วัตถุประสงค์

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์ เพื่อสังเคราะห์สารประกอบประเภทไอเอสเทอร์จากกรดปาล์มมิติก และไกลคอล 2 ชนิดซึ่งได้แก่ 1,2-โพรเพนไดออลและ 2,3- บิวเทนไดออล โดยปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันที่มีกรดซัลฟูริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยมีจุดมุ่งหมายว่าผลิตภัณฑ์ไอเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ จะมีคุณสมบัติในการหล่อลื่น และสามารถนำไปประยุกต์ใช้หรือใช้ร่วมกับสารหล่อลื่นชนิดอื่นๆ ได้ในลักษณะของตัวเติม (additives) เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติของสารหล่อลื่นนั้นๆ ให้ดีขึ้นได้

ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) เตรียมไอเอสเทอร์กรดไขมันจากปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันของกรดปาล์มมิติกกับ 1,2-โพรเพนไดออลและ 2,3-บิวเทนไดออล โดยมีกรดซัลฟูริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
- 2) วิเคราะห์ไอเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิคทางสเปกโทรสโกปีเช่น FTIR (Infrared Spectrometer) และ FTNMR (Nuclear Magnetic Resonance)
- 3) นำไอเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้มาผสมกับน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานจากปิโตรเลียม (mineral base oil) และทดสอบคุณสมบัติเทียบกับน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานเดิมเพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้งานต่อไป

ผลที่คาดว่าจะได้รับ

เพื่อผลิต ไอเอสเทอร์ซึ่งย่อยสลายได้ทางชีวภาพ เพื่อนำมาใช้ในการหล่อลื่น เคลือบ และเป็นสารตัวเติมให้กับสารหล่อลื่นชนิดอื่นๆ

บทที่ 2 ทฤษฎี และหลักการ

2.1 ไช (Waxes) [10,11,12,13]

ไชเป็นคำที่นิยามใช้กล่าวถึงสารที่เป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้อง มีจุดหลอมเหลวต่ำ เมื่อให้ความร้อนจะอ่อนตัวและจะแข็งตัวเมื่อลดอุณหภูมิ สมบัติโดยทั่วไปของไชนั้นจะมีลักษณะมัน เป็นเงา ไม่ละลายในน้ำและสามารถติดไฟได้ ในสมัยก่อนนั้นเมื่อกกล่าวถึงคำว่า “ไช” คนโดยมากจะนึกถึงขี้ผึ้ง ซึ่งขี้ผึ้งนั้นเป็นไชที่เก่าแก่ที่สุดและสังเคราะห์ได้จากรวงผึ้ง แต่ในปัจจุบันนี้ได้มีการใช้คำว่าไชกันอย่างมากมายไม่ว่าจะเป็นไชที่ได้จากธรรมชาติหรือไชที่สังเคราะห์ขึ้นมาก็ตาม ไชนั้นประกอบไปด้วยองค์ประกอบทางเคมีหลายตัวด้วยกันเช่น ไฮโดรคาร์บอนพาราฟิน เอสเทอร์ กรด แอลกอฮอล์ และคีโตน

องค์ประกอบที่สำคัญของไชจากพืชและไชจากสัตว์คือกรดที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง แอลกอฮอล์ เอสเทอร์ และไฮโดรคาร์บอนอิ่มตัว โดยเอสเทอร์จะมีสัดส่วนมากที่สุด ตารางที่ 2.1 แสดงถึงไชกรดและไชแอลกอฮอล์ชนิดต่างๆ และตารางที่ 2.2 แสดงถึงสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไชจากธรรมชาติ

2.2 วิธีที่ใช้ในการผลิตไช [12]

2.2.1 วิธีทางกายภาพที่ใช้ในการผลิตไชจากธรรมชาติมีดังนี้

- การให้ความร้อน (heating)
- การตัดออกเป็นชิ้น (shredding)
- การเลือกใช้ตัวสกัดสารละลาย (selective and non-selective solvent extraction)
- การกรองโดยใช้ตัวกรองและไม่ใช้ตัวกรอง (filtration with and without filter aid)
- การกลั่นแบบสูญญากาศ (vacuum distillation)

ตาราง 2.1 แสดงตัวอย่าง กรดไขมันและแอลกอฮอล์บางชนิด

Name	formula	Melting Point (°C)	Occurrence
Acid			
Cerotic acid	$C_{15}H_{31}COOH$	87.7	Free in Beeswax, Montan, Carnauba as ester in Chinese wax and carnauba
Lauric acid	$C_{11}H_{23}COOH$	44.2	As laurin in Japan wax
Palmitic acid	$C_{15}H_{31}COOH$	63.1	As palmatin in Japan
Alcohol			
Cetyl alcohol	$C_{16}H_{33}OH$	49	As cetyl palmitate in spermaceti
Myricyl alcohol	$C_{30}H_{61}OH$	85	As ester in beeswax carnauba

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไขจากธรรมชาติ

wax	Melting range °C	Acid number	Iodine number	Saponification number
Beeswax	62-70	17-21	8-11	86-96
Carnauba	83-91	1-8	8-13	73-86
Candelilla	65-69	15-16	14-37	46-65
Japan	50-56	0.2-13	1.4-2	78-93

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.2 วิธีทางเคมีที่ใช้ในการผลิตไขจากธรรมชาติและไขสังเคราะห์มีดังนี้

- การขจัดสีทางเคมี (chemical bleaching)
- เอสเทอร์ริฟิเคชัน (esterification)
- คลอรีเนชัน (chlorination)
- ออกซิเดชัน (oxidation)
- การควบแน่น (condensation)
- ไฮโดรจีเนชัน (hydrogenation)

Esterification

ปฏิกิริยา Esterification คือปฏิกิริยาระหว่างกรดคาร์บอกซิลิกและแอลกอฮอล์โดยมีกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะได้เอสเทอร์ดังสมการ



ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาที่สามารถผันกลับได้ แต่สามารถทำให้ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นไปข้างหน้าได้โดยการใช้ปริมาณแอลกอฮอล์ที่มากเกินไป และโดยการนำน้ำที่ได้ออกจากระบบโดยใช้ azeotropic agent เช่น โทลูอีน ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ได้แก่ กรดซัลฟูริก หรือ ฟอสฟอรัสออกไซด์

2.3 ประเภทหลักของไข

ไขนั้นได้มาจากการสังเคราะห์และจากธรรมชาติ จึงได้มีการแบ่งประเภทของไขออกเป็นประเภทหลักๆดังนี้

- ไขจากผัก (vegetable waxes)
- ไขจากแมลงและสัตว์ (animal and insect waxes)
- ไขจากปิโตรเลียม (petroleum waxes)
- ไขจากแร่ (mineral waxes)
- ไขสังเคราะห์ (synthetic waxes)

2.3.1 ไขจากผัก (vegetable waxes) [10,11,12,13]

ไขจากผักนั้นได้มาจากผิวชั้นบนของลำต้น ก้าน ใบ หญ้าและเมล็ด ไขประเภทนี้จะประกอบไปด้วยเอสเทอร์ของกรดไขมันและแอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง ตัวอย่างของไขจากผักที่สำคัญในด้านการค้าคือ Carnauba , Candelilla และ Japan สมบัติของไขทั้งสามตัวนี้ได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 สมบัติทางกายภาพของไขจากผัก

Waxes	Characteristics	Color	Melting point (°C)	Penetration	Flash point (°C)
Carnauba	very hard , brittle, not tacky, lustrous	pale yellow to greenish brown	83-86	1-3	298
Candelilla	hard , brittle , slightly tacky, lustrous	brownish to light yellow	68.5-72.5	1.5-5	240
Japan	resembles hard fat	pale cream	46.5-51.5	6-20	196

1) Carnauba เป็นไขที่ได้มาจากใบของต้นปาล์ม Carnauba มีจุดหลอมเหลวสูง มีลักษณะแข็งและความมันเงาคงทน ไขชนิดนี้สามารถใช้เพื่อเพิ่มจุดหลอมเหลวให้กับไขพาราฟินในการเตรียมกาวหรือสารเคลือบผิวได้ ดังนั้นไขตัวนี้จึงนิยมใช้ผสมกับไขชนิดอื่นเพื่อเพิ่มจุดหลอมเหลว โดยทั่วไป ไข Carnauba ใช้ร่วมกับเรซินจำพวกอะคริลิก พอลิสไตรีนและพอลิไวนิลคลอไรด์เพื่อใช้เป็นสารชักดู เช่น ไขขัดพื้นและยาขจัดรองเท้า

ในปัจจุบันนี้ Carnauba เป็นที่รู้จักกันอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมการผลิตวัสดุต่างๆมากมายไม่ว่าจะเป็นวัสดุที่ใช้เป็นฉนวน แบตเตอรี่ เทียน ไม้ขีด สบู่ ช็อกและซีฟิ่ง องค์ประกอบทางเคมีของ Carnauba เป็นดังนี้ [13]

<u>องค์ประกอบ</u>	<u>เปอร์เซ็นต์น้ำหนัก</u>
aliphatic and aromatic ester	84 – 85
aliphatic esters	40
hydroxy esters	13
cinnamic aliphatic esters	8
free fatty acids	3 –3.5
alcohols	2 -3
lactides	2 -3
hydrocarbons	1.5 –3
resins	4-6
moisture and inorganic residue	0.5 – 1

2) **Candelilla** เป็นไขที่ได้มาจากต้น Candelilla องค์ประกอบทางเคมีโดยประมาณเป็นดังนี้

<u>องค์ประกอบ</u>	<u>เปอร์เซ็นต์น้ำหนัก</u>
wax esters	28 - 29
alcohols sterols and neutral resins	12 –14
hydrocarbons	49 - 50
free acids	7 - 9
moisture	2 - 3
inorganics residue	1

Candelilla เป็นไขที่มีลักษณะแข็งแต่เปราะ โดยมีไฮโดรคาร์บอนเป็นองค์ประกอบถึง 50 % โดยน้ำหนัก มีเอสเทอร์และกรดอิสระจำนวนเล็กน้อย Candelilla ใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตหมากฝรั่งและในอุตสาหกรรมเครื่องสำอางรวมทั้งการเคลือบผิวกระดาษและสารขัดเงา

3) **Japan wax** เป็นไขที่ได้มาจากต้นเบอร์รี่ ซึ่งเป็นต้นไม้ขนาดเล็กที่พบได้ในญี่ปุ่นและจีน ไขชนิดนี้จะพบในบริเวณระหว่างผิวและแก่นของต้นเบอร์รี่ Japan wax ใช้ในการผลิตเทียน การวัลคาร์ในเซชันยาง สารขัดเงา สารหล่อลื่นและเป็นสารตัวเติมในเรซินเทอร์โมพลาสติก (resin thermoplastics)

2.3.2 ไขจากสัตว์ (Animal waxes) [10,11,13]

ไขจากสัตว์นั้น ได้มาจากสัตว์จำพวกแมลงและสัตว์เลี้ยงลูกด้วยนม ขี้ผึ้งและไขจากแกะคือไขที่สำคัญทางด้านการค้าของไขประเภทนี้ โดยสมบัติของไขทั้งสองชนิดนี้ได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.4 ดังนี้

ตารางที่ 2.4 สมบัติของขี้ผึ้งและไขจากแกะ

	ขี้ผึ้ง	ไขจากแกะ
สี	เหลืองอ่อน - น้ำตาลเข้ม	น้ำตาล - เหลือง
จุดหลอมเหลว, °C	62 - 70	37 - 43
ความถ่วงจำเพาะที่ 15 °C	0.96 - 0.98	0.93 - 0.95
acid number	7 - 30	6 - 22
saponification number	83 - 104	84 - 127
iodine number	5 - 13	15 - 47

ขี้ผึ้งนั้นถูกแยกออกจากรวงผึ้งได้โดยการหลอมรวงผึ้งในน้ำเดือด จากนั้นนำไปกรองเพื่อเก็บของเหลวสีเหลืองที่หลอมละลายหรือขี้ผึ้งที่มีสีเหลืองนี้ นำไปฟอกสีด้วย oxidizing agent จำพวก peroxide จะได้ขี้ผึ้งที่มีสีขาว องค์ประกอบของขี้ผึ้งนั้นประกอบไปด้วยมอนกรีเซอไรด์เอสเตอร์ (monoglyceride ester) ของกรดคาร์บอกซิลิกและกรดไฮดรอกซี (hydroxy acid) และมีกรดคาร์บอกซิลิกอิสระ (free carboxylic acid) ไฮโดรคาร์บอน และไฮเอลดอกซอลด์จำนวนเล็กน้อยอยู่ด้วย ขี้ผึ้งถูกใช้เป็นอย่างมากในอุตสาหกรรมการผลิตเทียน และเครื่องสำอางรวมทั้งอุตสาหกรรมการผลิตสารขัดเงาและยาบำรุงเล็กน้อย แต่การใช้ขี้ผึ้งในอุตสาหกรรมนั้นมีข้อจำกัดในเรื่องของราคา ยกเว้นในอุตสาหกรรมเครื่องสำอางค์

2.3.3 ไชปีโตรเลียม (Petroleum waxes) [10,11,12]

ไชปีโตรเลียมนี้มีไฮโดรคาร์บอนอิ่มตัวเป็นองค์ประกอบที่สำคัญ โดยได้มาจากการกลั่นไคบจากน้ำมันปิโตรเลียม ไชปีโตรเลียมแบ่งได้เป็นไขพาราฟินและไขผลึกขนาดเล็ก

1. ไขพาราฟิน (Paraffin wax) ประกอบด้วยอัลเคนเป็นหลัก โดยได้มาจากการกลั่นน้ำมันดิบ ไชชนิดนี้จะมีผลึกขนาดใหญ่และมีลักษณะเปราะ ปริมาณของอัลเคนในไขพาราฟินนั้นจะอยู่ในช่วง 75 ถึง 100 % และมีน้ำหนักโมเลกุลของไฮโดรคาร์บอนในช่วง 280 ถึง 560 ($C_{20} - C_{40}$) ตารางที่ 2.5 แสดงถึงสมบัติทางกายภาพของไชปีโตรเลียม จากตารางจะพบว่าไขพาราฟินมีจุดหลอมเหลว น้ำหนักโมเลกุล และความหนืดต่ำกว่าไขผลึกขนาดเล็ก ไขพาราฟินนั้นสามารถละลายในสารละลายอินทรีย์ที่ไม่มีขั้วเช่นเบนซีน คลอโรฟอร์ม คาร์บอนเตตระคลอไรด์ได้ แต่ไม่สามารถละลายในสารละลายที่มีขั้วจำพวกน้ำและเมทานอลได้

ตารางที่ 2.5 สมบัติทางกายภาพของไชปีโตรเลียม

	ไขพาราฟิน	ไขผลึกขนาดเล็ก
จุดวาบไฟ, °C	204 (min)	260(min)
ช่วงหลอมเหลว, °C	46 – 48	60 – 93
ความหนืดที่ 98.6 °C, cst	4.2 – 7.4	10.2 – 25

2. ไขผลึกขนาดเล็ก (microcrystalline waxes) เป็นไขที่เป็นส่วนผสมของไฮโดรคาร์บอนที่เป็นของแข็งที่ได้มาจากการคั่งน้ำมันออกจากขี้ผึ้งดิบ (crude petrolums) ที่ได้มาจากการคั่งไขออกจากน้ำมันหล่อลื่นที่หนักหรือจากไขที่อยู่ก้นถังกลั่นน้ำมัน ไชชนิดนี้ถูกเรียกว่าไขผลึกขนาดเล็กเนื่องมาจากมันเป็นผลึกขนาดเล็กแต่จะให้โครงสร้างแบบอสัณฐานเมื่ออยู่ในสถานะของแข็ง ไชชนิดนี้ประกอบด้วยไฮโดรคาร์บอนอิ่มตัวแบบไอโซพาราฟินิกและแนฟทีนิก รวมทั้งอัลเคนจำนวนเล็กน้อย มีน้ำหนักโมเลกุลตั้งแต่ 450 ถึง 800 ($C_{35} - C_{60}$) สมบัติทางกายภาพของไขผลึกขนาดเล็กได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.5 จากตารางจะพบว่าไขนี้มีจุดหลอมเหลวและความหนืดที่สูงกว่าไขพาราฟิน

ไขปิโตรเลียมมากกว่า 60% ถูกใช้ในด้านการผลิตภาชนะบรรจุหีบห่อเช่นกระดาษห่อของหรือกล่องกระดาษ และยังใช้ในด้านการผลิตกาว สารเคลือบป้องกันผิว หมึกพิมพ์ เทียน สี เครื่องสำอาง และอื่นๆ

2.3.4 ไขจากแร่ (mineral waxes) [10,11,12]

ไขชนิดนี้ได้มาจากซากหิน เช่น บิทูเมน (bitumen) ลิกไนต์ (lignite) ถ่านหินเลน (peat) และ แผ่นหิน (shale) แต่ไม่รวมไขที่ได้มาจากน้ำมันปิโตรเลียม ไขจากแร่ที่สำคัญในด้านการค้าคือ montan และ ozocerite สมบัติของไขทั้งสองชนิดนี้ได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.6 ดังนี้

ตารางที่ 2.6 สมบัติของไขจากแร่

ไข	ความแข็ง	acid number	จุดหลอมเหลว, °C
Montan	แข็งมาก	40 - 50	84 - 90
Ozocerite	ค่อนข้างแข็ง	0	60 - 90

ไข Montan เป็นไขชนิดบิทูเมน มักพบในถ่านหินสีน้ำตาลหรือลิกไนต์ ไขชนิดนี้ถูกใช้กับพอลิเมอร์หลายประเภทเช่นพอลิเอทีลีนที่ถูกออกซิไดซ์ เรซินอะคริลิกและยังใช้เป็นสารหล่อลื่นภายในสำหรับพอลิไวนิลคลอไรด์ด้วย

ไข Ozocerite เป็นไขชนิดไฮโดรคาร์บอน โดยไขชนิดนี้จะนิยมนำไปผสมกับพอลิสไตรีนแล้วนำไปใช้ร่วมกับโอเลฟินที่มีคาร์บอน 9 ตัวเพื่อให้ได้ไขที่เหมาะสมกับการเคลือบผิวผลิตภัณฑ์เส้นใย

2.3.5 ไขสังเคราะห์ (Synthetic waxes) [14]

ในปัจจุบันนี้การผลิตไขสังเคราะห์ได้เพิ่มมากขึ้นทุกๆปี เนื่องจากไขสังเคราะห์ที่ผลิตได้นั้นมีสมบัติทางกายภาพที่คล้ายคลึงกันกับไขจากธรรมชาติ

Fischer – Tropsch wax เป็นไขที่ได้มาจากการสังเคราะห์น้ำมันเชื้อเพลิงจำพวกแก๊สโซลีนและน้ำมันดีเซล โดยปฏิกิริยา Fischer-Tropsch catalytic hydrogenation ของคาร์บอนมอนอกไซด์ที่อุณหภูมิและความดันสูง ไขที่ได้จะมีสีขาวมีความแข็งมากโดยมี penetration ที่ 25 °C ในช่วง 0 – 5 และมีจุดหลอมเหลวอยู่ในช่วง 95 – 110 °C ไขชนิดนี้มักใช้ผสมกับไขชนิดอื่นเพื่อใช้เป็นสารเคลือบผิวและกาวที่มีจุดหลอมเหลวและความแข็งที่แข็งขึ้น

ไขพอลิเอทีลีน (Polyethylene waxes) สังเคราะห์ได้มาจากการพอลิเมอไรซ์เอทีลีนมอนอเมอร์ที่มีสถานะเป็นก๊าซที่ได้มาจากการกลั่นน้ำมันปิโตรเลียม สูตรโครงสร้างของพอลิเอทีลีนคือ $(-CH_2-CH_2-)_n$ พอลิเอทีลีนที่มีน้ำหนักโมเลกุลในช่วง 2000 ถึง 10000 จะมีสมบัติเป็นไฮโดรคาร์บอนที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง พอลิเอทีลีนที่มีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง 2000 ถึง 7000 นั้นจะมีการใช้ประโยชน์ต่างๆดังนี้

ประโยชน์	เปอร์เซ็นต์
อุตสาหกรรมพลาสติก สารหล่อลื่นในแบบและการฉีด	25
ตัวปรับปรุงไขปิโตรเลียม สารเคลือบผิว	21
กระดาษไข เทียน สี หมึก	16
ลึงทอ สีย้อม สารหล่อลื่น	13
สารขัดเงา	8
ยาง ตัวปลดปล่อยแบบ	8
เครยอน เครื่องสำอาง หมากฝรั่งและอื่นๆ	9
รวม	100

Polyethylene polyol fatty acid esters และอนุพันธ์ พอลิเอทีลีนไกลคอลหรือ Carbowaxes เมื่อทำปฏิกิริยากับกรดไขมันจำพวกกรดโอเลอิก (oleic acid) และกรดสเตียริก (stearic acid) จะได้ของแข็งและของเหลวที่มีประโยชน์มาก บางส่วนของพอลิเอทีลีนไกลคอลเอสเทอร์ที่ใช้ทางการค้าจะมีลักษณะเป็นไขที่เป็นของแข็งได้แก่ “Carbowax 400 (Mono) Laurate” (จุดหลอมเหลวอยู่ในช่วง $50 - 60^{\circ}\text{C}$) “Polyethylene Glycol 600 (Mono) (Di) stearate” (จุดหลอมเหลวอยู่ในช่วง $24 - 26^{\circ}\text{C}$) และ “Carbowax 4000 (Mono) Laurate” (จุดหลอมเหลวในช่วง $54 - 57^{\circ}\text{C}$) ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ของบริษัท Carbide and Carbon Chemicals

ในการผลิตพอลิเอทีลีนไกลคอลเอสเทอร์นั้น พอลิไฮดรอกซีแอลกอฮอล์จากสองคาร์บอนอะตอม ไดไฮดรอกซีแอลกอฮอล์ (เอทีลีนไกลคอล) หรือไตรไฮดรอกซีแอลกอฮอล์ (กรีเซอรอล) หรือแอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง เช่น carbowax 6000 (โพลีเอทีลีนไกลคอล) กับโพลีเอทอกซีไดไฮดรอกซีแอลกอฮอล์ (polyethoxy dihydric alcohol) จะทำปฏิกิริยากับกรดไขมันที่มีคาร์บอนอยู่ในช่วง 12-18 คาร์บอน การสังเคราะห์เอสเทอร์โดยใช้กรดไขมัน 1 โมลทำปฏิกิริยากับโพลีไฮดรอกซีแอลกอฮอล์ 1 โมล จะได้มอนอเอสเทอร์ที่มีหมู่ไฮโดรฟิลิกหรือหมู่ที่ชอบน้ำ ส่วน diesterlipophilic สามารถผลิตได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างโพลีไฮดรอกซีแอลกอฮอล์ 1 โมล และกรดไขมัน 2 โมลซึ่งผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีน้ำหนักโมเลกุลสูงและมีสมบัติคล้ายไข

ประโยชน์หลักของไขมันชนิดนี้จะขึ้นกับปฏิกิริยาที่ผิวของไขมัน และการเกิดปฏิกิริยาอิมัลชัน ตัวอย่างของไขมันชนิดนี้ได้แก่พวก สารหล่อลื่น พลาสติกไฮเซออร์ และดีเทอร์เจนสำหรับพลาสติก

2.4 น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน [9]

2.4.1 แหล่งกำเนิด

โดยปกติแล้วของไหลหล่อลื่นพื้นฐาน (base lubricant fluids) จะได้มาจากแหล่งกำเนิด 2 ทางคือ

1. จากการกลั่นน้ำมันปิโตรเลียมดิบ
2. จากการสังเคราะห์สารประกอบที่มีคุณสมบัติเหมาะสมกับการนำมาใช้เป็นสาร

หล่อลื่น

2.4.2 หน้าที่ของสารหล่อลื่น

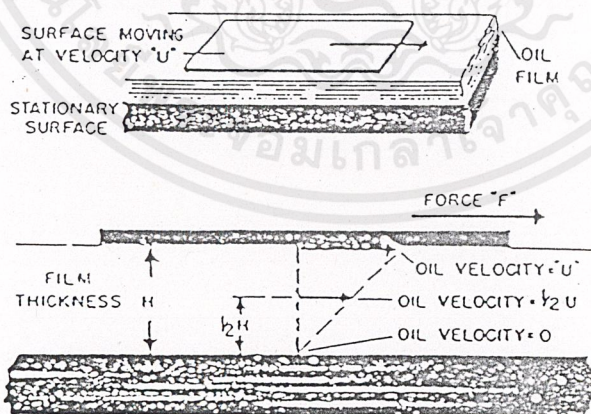
หน้าที่ของสารหล่อลื่นคือ

1. ลดแรงเสียดทาน
2. ระบายความร้อน
3. กำจัดสิ่งปนเปื้อน

1) การลดแรงเสียดทาน

สารหล่อลื่นจะทำหน้าที่ในการลดแรงเสียดทานได้โดยคงตัวเป็นฟิล์มไว้ที่พื้นผิวของวัสดุที่มีการเคลื่อนที่เพื่อป้องกันการสัมผัสกันระหว่างผิวและการสึกกร่อนบริเวณพื้นผิว คุณสมบัติที่สำคัญของน้ำมันหล่อลื่นคือความหนืด ซึ่งความหนืดนั้นเป็นปัจจัยในการเกิดฟิล์มที่มีขนาดหนาและบางบนผิวของวัสดุ ความหนืดมีผลกับการเกิดการสะสมความร้อนในคลัตช์ เกียร์ และกระบอกสูบซึ่งเกี่ยวข้องกับแรงเสียดทานภายในของของไหล นอกจากนี้ความหนืดยังมีหน้าที่ในการควบคุมอัตราการใช้น้ำมันและกำหนดสภาวะที่เครื่องยนต์ใช้ในการติดเครื่องภายใต้อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดยเฉพาะอุณหภูมิต่ำ

หลักการพื้นฐานของความหนืดแสดงไว้ในรูปที่ 2.1 โดยแผ่นโลหะที่อยู่เหนือแผ่นฟิล์มของน้ำมันจะถูกดึงที่ความเร็วที่คงที่ น้ำมันจะติดแน่นกับพื้นผิวที่เคลื่อนที่และพื้นผิวที่อยู่นิ่ง น้ำมันที่ติดกับพื้นผิวที่เคลื่อนที่จะเคลื่อนตัวด้วยความเร็ว (U) เท่ากับความเร็วบนพื้นผิว ในขณะที่น้ำมันที่ติดกับพื้นผิวที่อยู่นิ่งจะมีความเร็วเป็นศูนย์



รูปที่ 2.1 หลักการของความหนืดที่เปลี่ยนแปลง (dynamic viscosity)

อาจมองให้แผ่นฟิล์มของน้ำมันนั้นถูกประกบด้วยชั้นผิวขนาดยาวสองชั้น โดยแผ่นฟิล์ม นั้นถูกดึงด้วยผิวชั้นบนด้วยความเร็วเท่ากับ U โดยความเร็วที่เกิดขึ้นบนแผ่นฟิล์มนั้นจะเป็น สัดส่วนโดยตรงกับระยะทางระหว่างแผ่นโลหะถึงน้ำมัน(จากรูป 2.1 ด้านล่าง) แรง (F) จะถูก ใ้กับแผ่นโลหะที่เคลื่อนที่เพื่อเอาชนะแรงเสียดทานระหว่างพื้นผิวของของไหล โดยแรงเสียด ทานนั้นเกิดมาจากความหนืด แรงที่ให้จึงเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความหนืด

2) การระบายความร้อน

หน้าที่ที่สำคัญอีกอย่างหนึ่งของสารหล่อลื่นคือการทำหน้าที่คล้ายวัตถุที่ให้ความเย็น (coolant) ซึ่งทำหน้าที่ในการเคลื่อนย้ายความร้อนที่เกิดขึ้นจากแรงเสียดทานหรือแหล่งอื่นๆเช่น กระบวนการเผาไหม้ หรือ การสัมผัสที่เกิดจากการเคลื่อนที่ที่อุณหภูมิสูง โดยสารหล่อลื่นนั้นยังคง มีสถานะคงเดิม

3) การกำจัดสิ่งปนเปื้อน

สิ่งปนเปื้อนได้แก่น้ำ ผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการเผาไหม้ อนุภาคขนาดเล็ก และอื่นๆ ซึ่ง มันจะเคลื่อนตัวไปอยู่ในสารหล่อลื่นเมื่อเรานำวัสดุไปใช้งาน

2.5 การทดสอบสมบัติของไข

2.5.1 จุดหลอมเหลว (Melting point)

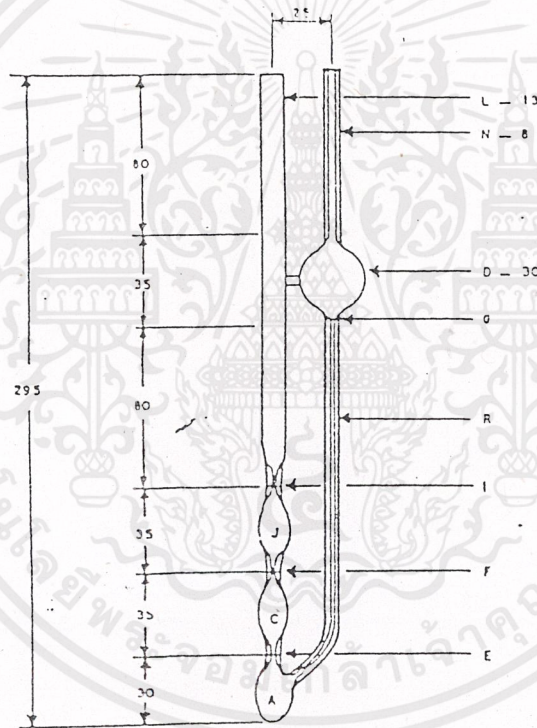
การรายงานค่าจุดหลอมเหลวจะขึ้นกับวิธีการทดสอบและลักษณะของไขที่ใช้ทดสอบ การใช้เทคนิค differential scanning calorimetry (DSC) เป็นวิธีหนึ่งที่สามารถหาจุดหลอมเหลวของ ไขได้

2.5.2 ความหนืด (Viscosity) ASTM D445

ความหนืดเป็นคุณสมบัติที่สำคัญของน้ำมันหล่อลื่น ความหนืดนั้นใช้ในการควบคุม คุณสมบัติในอุตสาหกรรมการผลิต วิธีในการหาความหนืดที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือวิธี ASTM D445

โดยการวัดแรงต้านทานภายในในการไหลที่เกิดจากแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลซึ่งจะลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น และจะเพิ่มขึ้นเมื่อความดันเพิ่มขึ้น ความหนืดที่เปลี่ยนแปลงจะขึ้นกับชนิดของน้ำมันหล่อลื่นและน้ำหนักโมเลกุลของสารที่เป็นองค์ประกอบ

เครื่องมือที่ใช้ในการวัดความหนืดนี้เรียกว่า viscometer ซึ่งมีอยู่สองชนิดที่นิยมใช้คือ Saybolt และ Kinematic viscometer โดยทั่วไปนิยมใช้แบบ kinematic โดยวัดความหนืดจากการจับเวลาในการเคลื่อนที่ของน้ำมันที่ปริมาตรคงที่ที่เคลื่อนผ่านหลอดOlefin ภายใต้แรงโน้มถ่วงโลกที่อุณหภูมิคงที่ โดยปกตินิยมที่อุณหภูมิ 40 และ 100 องศาเซลเซียส



รูปที่ 2.2 : หลอด Olefin ที่ใช้ในการวัดความหนืดแบบ ASTM D445

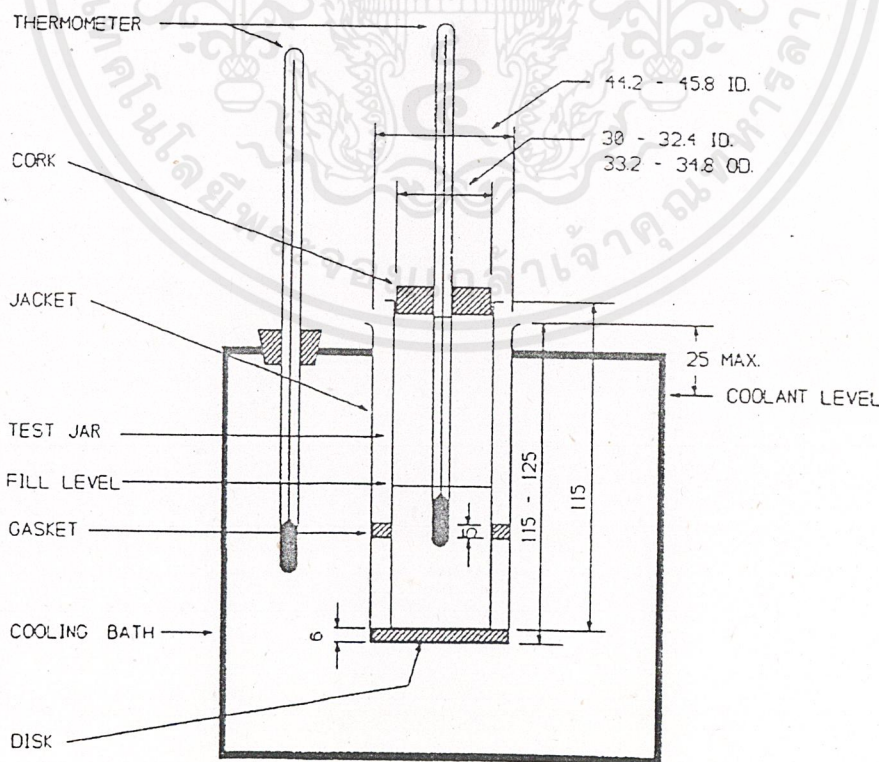
2.5.3 ดัชนีความหนืด (Viscosity index) ASTM D2270

ดัชนีความหนืดเป็นค่าที่ได้จากการสังเกตผลของการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิที่มีต่อความหนืด เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นฟิล์มน้ำมันหล่อลื่นจะมีความหนืดที่ลดลง ในทางกลับกันฟิล์มน้ำมันหล่อลื่นจะหนาขึ้นหรือมีความหนืดมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิลดลง ค่า VI ที่เพิ่มขึ้นจะแสดงถึงการลดลงของการเปลี่ยนแปลงความหนืดต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ค่า VI ของน้ำมันหล่อลื่นคำนวณมาจากความหนืดที่ต่างกันสองอุณหภูมิ ที่นิยมใช้คือ 40 °C และ 100 °C หรือได้มาจากการอ่านค่าในตาราง ASTM

2.5.4 จุดไหลเท (Pour Point) ASTM D97

น้ำมันหล่อลื่นโดยมากจะมีส่วนประกอบบางส่วนที่เป็นไขที่ละลายได้ และไขเหล่านี้จะเริ่มแยกตัวเป็นผลึกจับตัวกันเป็นโครงสร้างที่แข็งที่อุณหภูมิต่ำ และจับน้ำมันไว้ในช่องว่างของโครงสร้าง เมื่อโครงสร้างของไขผลึกสมบูรณ์ น้ำมันจะไม่ไหลในสถานะที่ทดสอบ

จุดไหลเทคืออุณหภูมิต่ำที่สุดที่น้ำมันสามารถไหลได้ภายใต้สถานะที่ทดสอบ ปัจจัยที่มีผลต่อการไหลของน้ำมัน ได้แก่ ขนาด และรูปร่างของภาชนะที่บรรจุ ผิวหน้าของน้ำมันที่เริ่มไหล และโครงสร้างทางกายภาพของน้ำมัน จุดไหลเทจะเป็นตัวแปรสำคัญ เมื่อมีการนำน้ำมันหล่อลื่นไปใช้งานที่อุณหภูมิต่ำๆ



รูปที่ 2.3 : เครื่องมือสำหรับหาจุดไหลเท

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.5 ปฏิกริยาออกซิเดชัน และความเสถียรทางความร้อน(Oxidation and Thermal Stability)

การหาค่าความเสถียรทางความร้อนและปฏิกริยาออกซิเดชันจะใช้เทคนิค Thermogravimetric balance (TG) ในทดสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสารประกอบเคมีต่างๆ โดย การทดสอบผลของอุณหภูมิต่อปริมาณน้ำหนักที่หายไปของสารประกอบ ความเสถียรต่อการเกิด ปฏิกริยาออกซิเดชันคือคุณสมบัติที่สำคัญของสารหล่อลื่น แสดงถึงความสามารถก๊าซออกซิเจนที่มีอยู่ ในบรรยากาศ (atmospheric oxygen) ในการทำปฏิกริยากับสารหล่อลื่นในสภาวะต่างๆ



บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

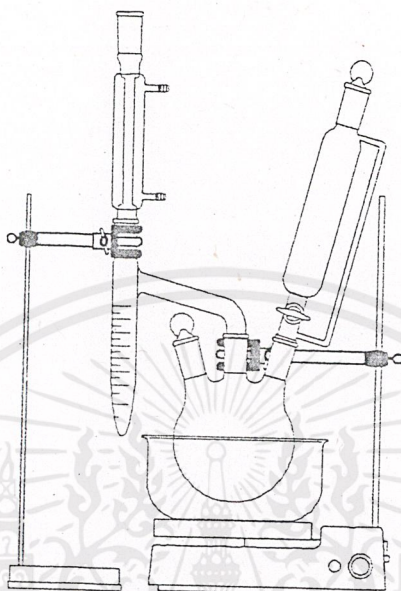
3.1 สารเคมี

1. กรดปาล์มมิตติค (analytical grade ของบริษัท Fluka)
2. กรดซัลฟูริก (pro analytical grade ของบริษัท Merck)
3. 1,2-โพรเพนไดออกไซด์ (analytical grade ของบริษัท Fluka)
4. 2,3- บิวเทนไดออกไซด์ (analytical grade ของบริษัท Fluka)
5. โทลูอีน (analytical grade ของบริษัท Lab-Scan Asia co.,Ltd.)
6. ไคเอททิลอีเทอร์ (analytical grade ของบริษัท RPE)
7. น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 150 SN, 500 SN. (ของESSO ได้รับจากศูนย์วิจัย ปตท.)
8. น้ำมันซิติโคน (analytical grade ของบริษัท Fluka)

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. ชุดเครื่องแก้วที่ใช้ในการทดลอง แสดงในรูปที่ 3.1
2. ชุดเครื่องกลั่นสุญญากาศ (รุ่นRotary vacuum evaporator N-N series ของบริษัทEYELA)
3. แผ่นให้ความร้อน
4. เทอร์โมมิเตอร์
5. เครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า
6. แท่งคนแม่เหล็ก
7. เครื่องชั่ง
8. FTNMR (รุ่น Advanced 300 DPX ของบริษัท Bruker ความถี่ 300 MHz, Chemical Shifts อยู่ในหน่วย ppm. , ใช้เตตระเมทิลไซเรน (TMS) เป็นสารอ้างอิง
9. FTIR (รุ่น IFS28 ของบริษัท Bruker, เครื่องตัวอย่างโดยวิธีอัดด้วยโพแทสเซียมโบรไมด์
10. เครื่องหาจุดหลอมเหลว
11. เครื่องหาความหนืด (Autoviscometer)

12. เครื่องมือหาจุดไหลเท (Pour & cloud point tester)
13. เครื่อง TGA (รุ่น TGA7 ของบริษัท Perkin elmer)



รูปที่ 3.1 แสดงการติดตั้งเครื่องแก้วที่ใช้ในการทดลอง

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมไดเอสเทอร์

Reagent สามารถเตรียมได้โดยการละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 2-3 หยด (ปริมาณ 1% โดยน้ำหนักของไกลคอล) ใน 0.065 โมลของไกลคอล (30% mole excess) จากนั้นเติมโทลูอีน 50 มิลลิลิตร เพื่อเป็นตัวทำละลายและเป็น azeotropic agent

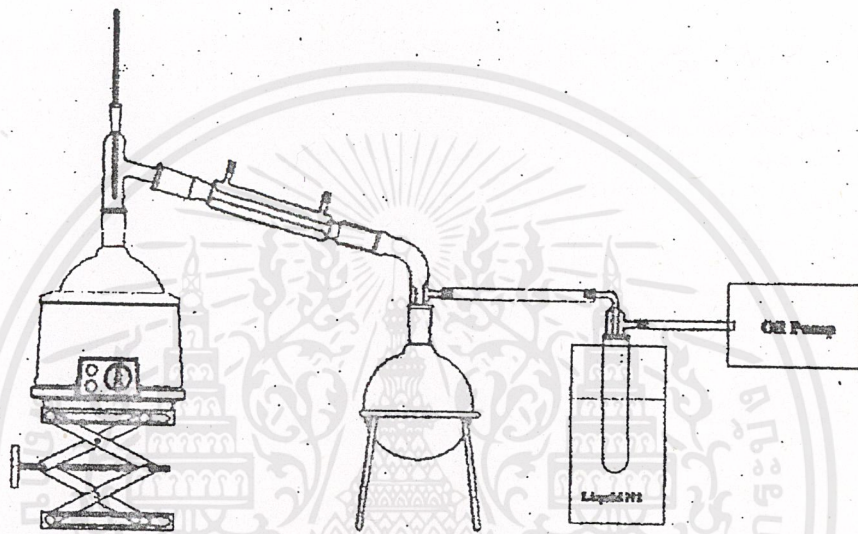
นำ reagent ที่เตรียมได้ใส่ในขวดก้นกลม 3 คอขนาด 500 มิลลิลิตร ภายในบรรจุ 0.1 โมล (38 กรัม) ของกรดปาล์มมิติก ซึ่งต่ออยู่กับ Dean and Stark water separation unit จากนั้น นำสารผสมที่ได้มาให้ความร้อนบน แผ่นให้ความร้อนทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

หลังจากหยุดปฏิกิริยาแล้ว ทิ้งสารผสมให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำของผสมใส่ในกรวยแยกขนาด 500 มิลลิลิตร ทำการปรับสภาพให้เป็นกลางโดยเติมน้ำกลั่นครั้งละ 20 มิลลิลิตร แยกชั้นน้ำออกจากชั้นอินทรีย์ ทำซ้ำจนชั้นของน้ำมีสถานะเป็นกลางโดยการทดสอบด้วยกระดาษวัดค่าพีเอช (pH paper) จากนั้นนำชั้นอินทรีย์ไประเหยด้วยเครื่องกลั่นสูญญากาศเพื่อแยกโทลูอีนออก

3.3.2 การทำผลิตภัณฑ์ไดเอสเทอร์ที่ได้ให้บริสุทธิ์

3.3.2.1 การกลั่นแบบลดความดัน

ทำการกลั่นที่ความดัน 0.9 มิลลิเมตรปรอท และหยุดกลั่นเมื่ออุณหภูมิของการกลั่นเพิ่มขึ้นถึง 50°C รูปที่ 3.2 แสดงการติดตั้งอุปกรณ์ในการกลั่นแบบลดความดัน



รูปที่ 3.2 : อุปกรณ์การกลั่นแบบลดความดัน

3.3.3 การเตรียมสารหล่อลื่น

สารหล่อลื่นเตรียมได้โดยการละลายไดเอสเทอร์ที่ได้กับน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 150SN และ 500SN โดยใช้ น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 20 มิลลิลิตร ละลายไขไดเอสเทอร์ที่อุณหภูมิห้องจนกระทั่งไขไม่สามารถละลายได้อีก บันทึกน้ำหนักปริมาณ ไซคลิเทียบเป็นกรัมต่อ 100 มิลลิลิตรของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน

3.3.4 การศึกษาสมบัติทางเคมีของโคเอสเทอร์

3.3.4.1 ยืนยันสมบัติทางเอกลักษณ์ของโคเอสเทอร์โดยใช้ FTIR และ FTNMR

3.3.4.2 การศึกษาสมบัติการละลายของโคเอสเทอร์

นำโคเอสเทอร์ 0.1 g ละลายใน 20 มิลลิลิตรของตัวทำละลาย ดังนี้

1. เฮกเซน 2. โทลูอีน 3. เอทานอล 4. เมทานอล 5. ไดเอทิลอีเทอร์

3.3.4.3 ทดสอบเสถียรภาพทางความร้อน โดยใช้เครื่อง TGA

สภาวะของเครื่อง TGA ที่ใช้

อัตราการให้ความร้อน : 20 องศาเซลเซียส/นาที

ช่วงอุณหภูมิที่ใช้ : 50-800 องศาเซลเซียส

ความดัน (ไนโตรเจน) : 20 psi

3.3.5 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของโคเอสเทอร์

3.3.5.1 หาจุดหลอมเหลว โดยใช้เครื่อง gallenkamp ของบริษัท SANYO

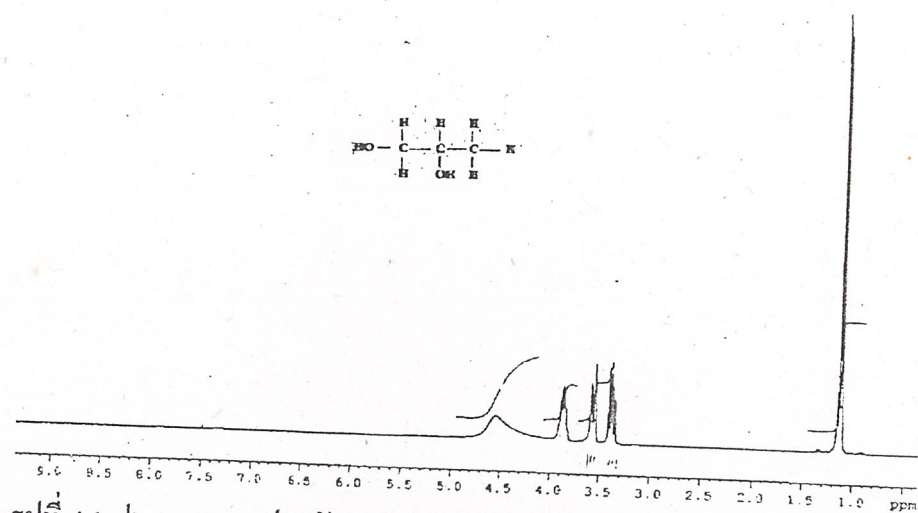
3.3.6 หาสมบัติเชิงกายภาพของผลิตภัณฑ์หล่อลื่นที่ได้จากการผสมโคเอสเทอร์กับน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานชนิด 150SN และ 500SN

3.3.6.1 Kinematic Viscosity 40 °C ;ASTM D 445-97

3.3.6.2 Kinematic Viscosity 100 °C ;ASTM D 445-97

3.3.6.3 Pour point ;ASTM D 97M-96A

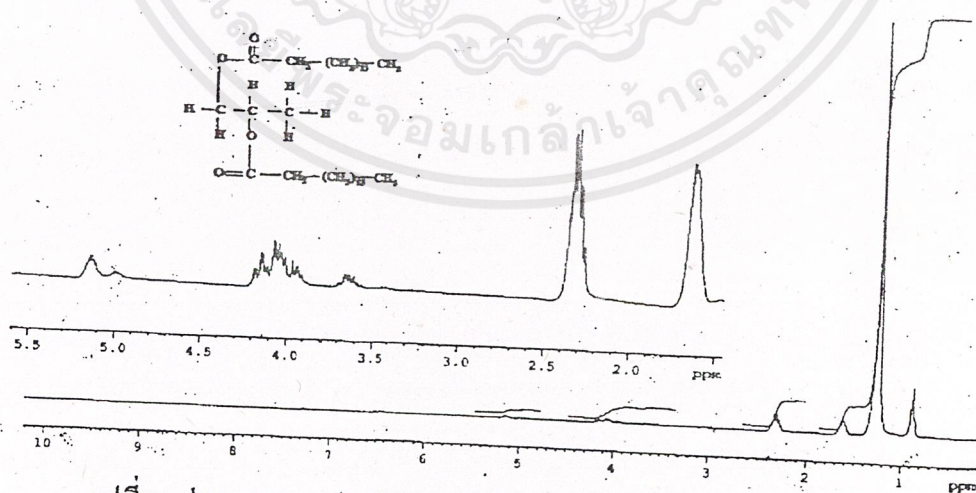
3.3.6.4 Viscosity index ;ASTM D 2270M98



รูปที่ 4.1 ¹H-NMR สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพนไดออล (ภาคผนวก A: หน้า 43)

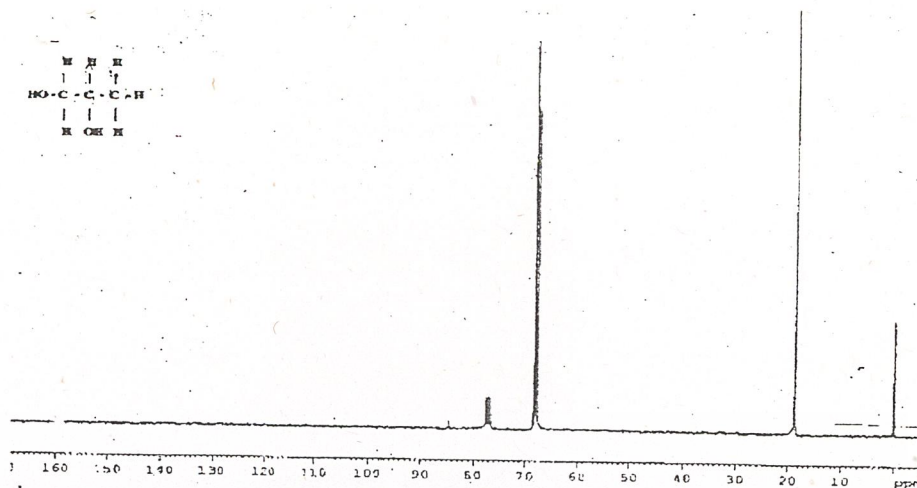


รูปที่ 4.2 ¹H-NMR สเปกตรัมของ กรดปาล์มมิติก (ภาคผนวก A: หน้า 44)

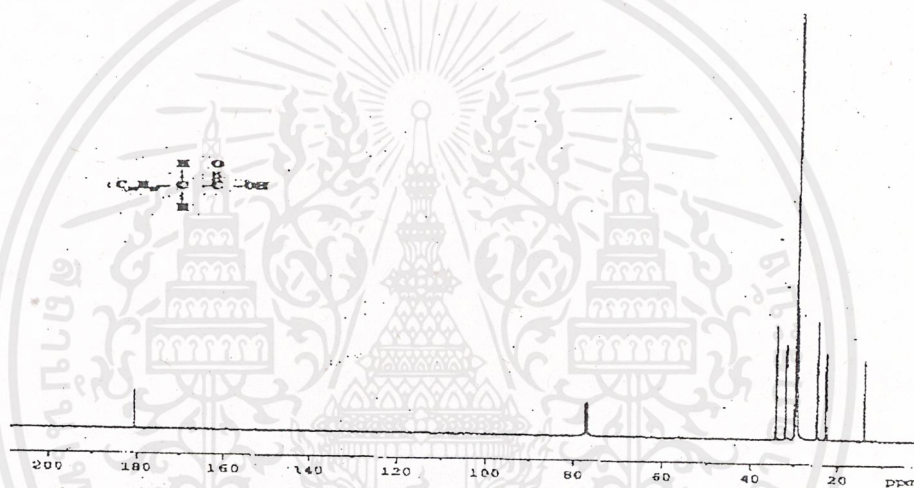


รูปที่ 4.3 ¹H-NMR สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพนไดปาล์มมิติกตั้งเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 110 °C โดยใช้โทลูอินเป็นตัวทำละลาย (ภาคผนวก A: หน้า 45)

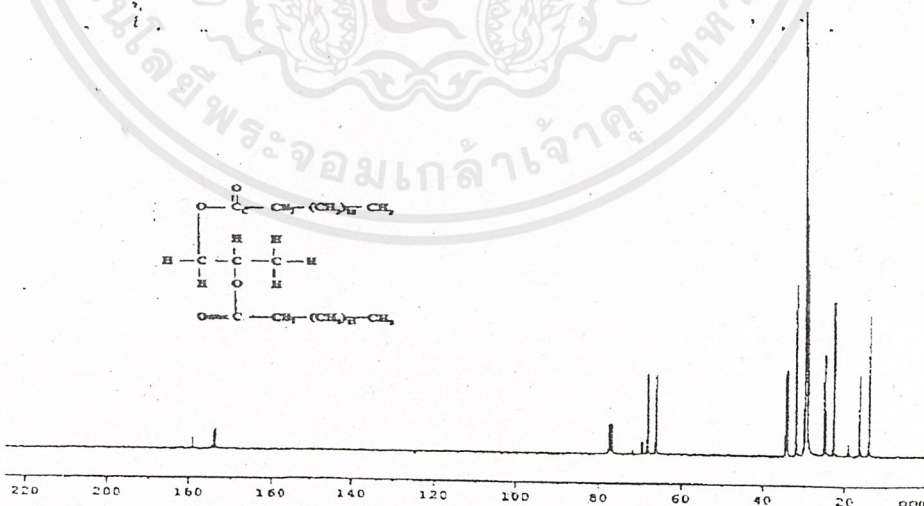
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 $^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพนไดออล (ภาคผนวก B: หน้า 51)



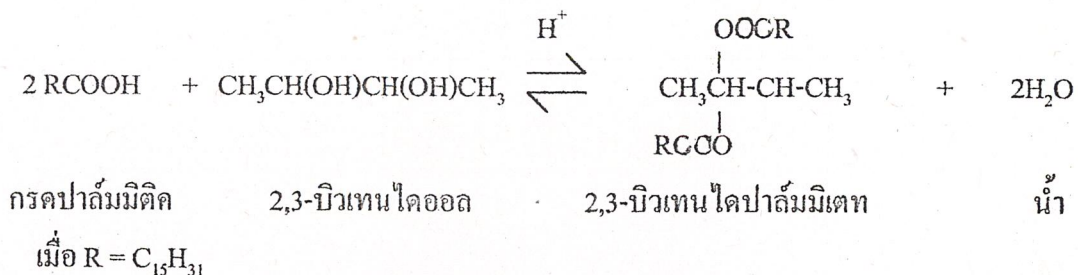
รูปที่ 4.5 $^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของกรดปาล์มมิติค (ภาคผนวก B: หน้า 52)



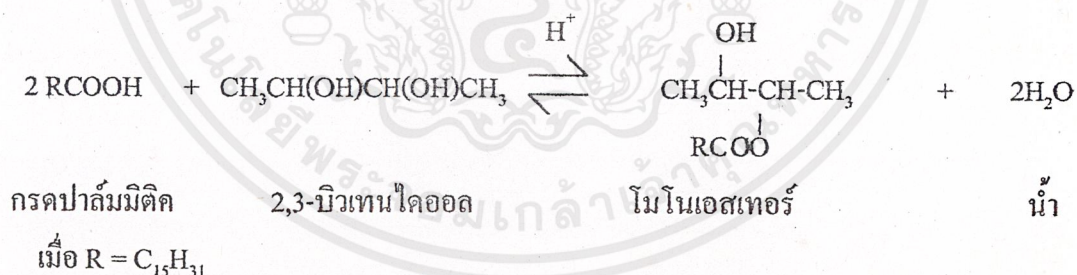
รูปที่ 4.6 $^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพนไดปาล์มมิติคที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ โดยใช้โทลูอินเป็นตัวทำละลาย (ภาคผนวก B: หน้า 53)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

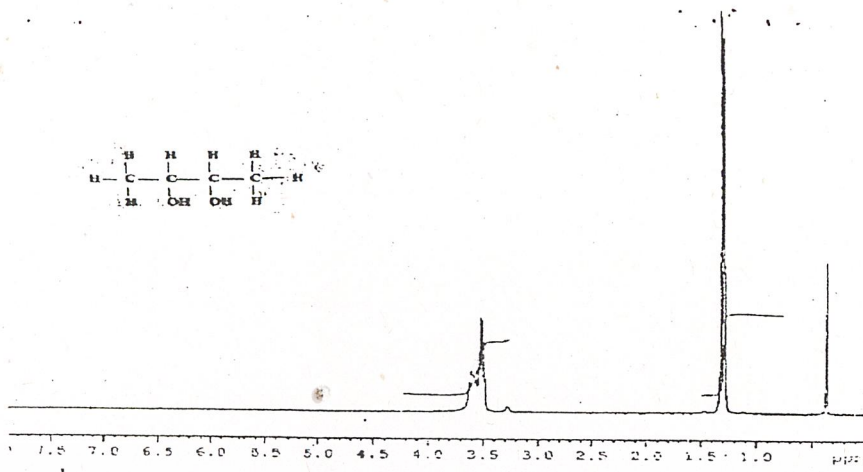
4.2 ปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันระหว่างกรดปาล์มมิติกและ2,3-บิวเทนไดออล



ปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันเกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยาระหว่างกรดปาล์มมิติกและ2,3-บิวเทนไดออลที่ 110°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง โดยใช้ โทลูอิน 50 มิลลิลิตรเป็น azeotropic agent ผลิตภัณฑ์ที่ได้คือ2,3-บิวเทนไดปาล์มมิติกซึ่งมีลักษณะเป็นไขที่เป็นของแข็ง ทำการตรวจสอบลักษณะทางโครงสร้างของ 2,3-บิวเทนไดออล และผลิตภัณฑ์ ด้วย¹H-NMR สเปกโตรสโคปีแสดงดังรูปที่ 4.7 และ 4.8 ตามลำดับ และ¹³C-NMR สเปกโตรสโคปีได้สเปกตรัมแสดงในรูปที่ 4.9 และ 4.10 ตามลำดับ พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ยังไม่บริสุทธิ์ เนื่องจาก ¹³C-NMRสเปกตรัมแสดงพีคของC=Oจากหมู่คาร์บอกซิลของ กรดปาล์มมิติกที่ 180 ppm และยังพบว่าเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงคือการเกิดสารประเภทโมโนเอสเทอร์โดยแสดงจาก ¹³C-NMR ที่ประมาณ 175 ppm แสดงพีคของ C=O ของหมู่เอสเทอร์พบว่ามีมากกว่า 1 พีคซึ่งแสดงว่าเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ไม่ได้มีเพียงชนิดเดียวโดยปฏิกิริยาที่เกิดแสดงดังนี้



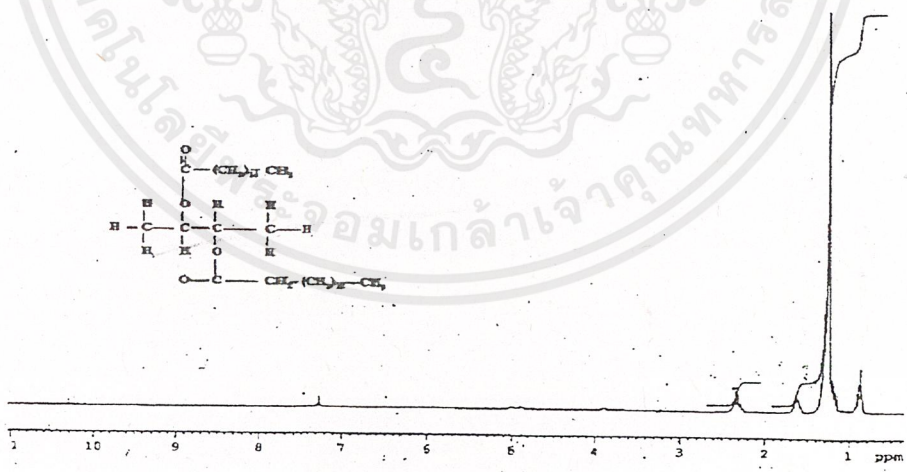
จากการสังเคราะห์ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์มากกว่า 1 ชนิด ทั้งนี้เนื่องมาจากการสังเคราะห์จะใช้ปริมาณของ 1,2- โพรเพนไดออล มากเกินพอเพื่อที่จะทำให้ปฏิกิริยาคำเนินไปข้างหน้า แต่มีผลทำให้มีโอกาสที่จะเกิดผลิตภัณฑ์เป็น โมโนเอสเทอร์เพิ่มมากขึ้นด้วย



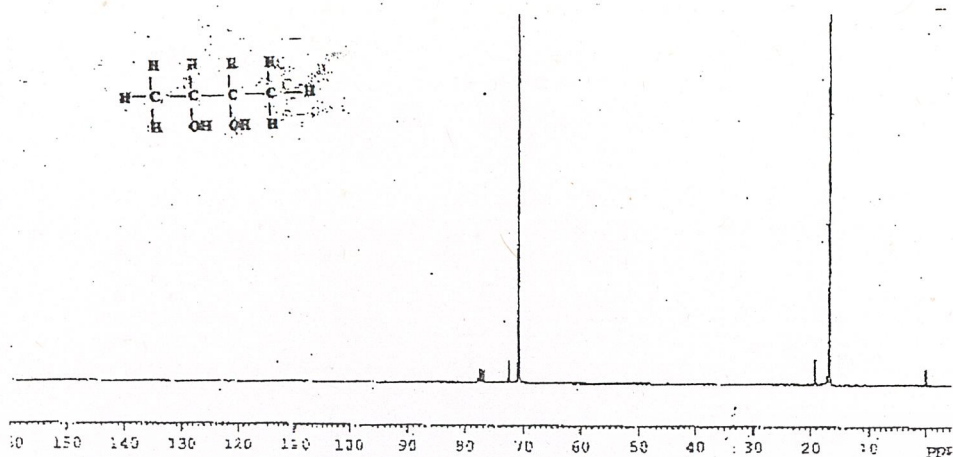
รูปที่ 4.7 ¹H-NMR สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทนไดออล (ภาคผนวก A: หน้า 46)



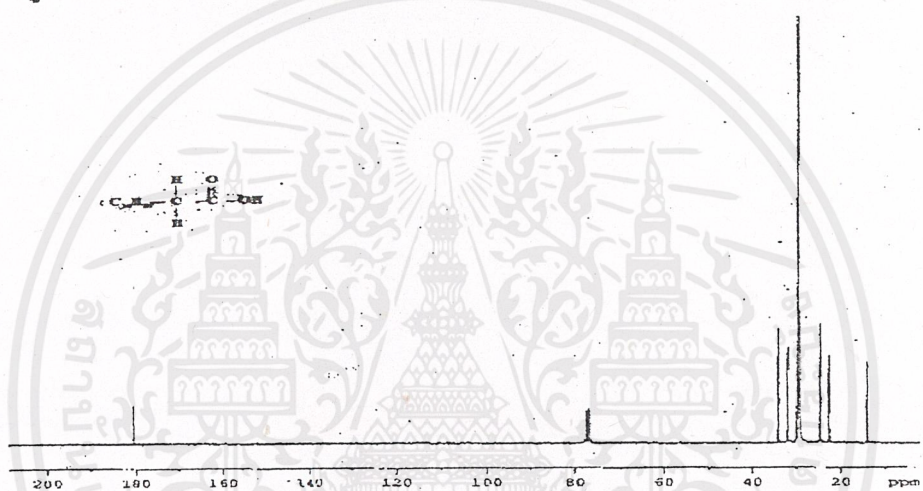
รูปที่ 4.2 ¹H-NMR สเปกตรัมของ กรดปาล์มมิติก (ภาคผนวก A: หน้า 44)



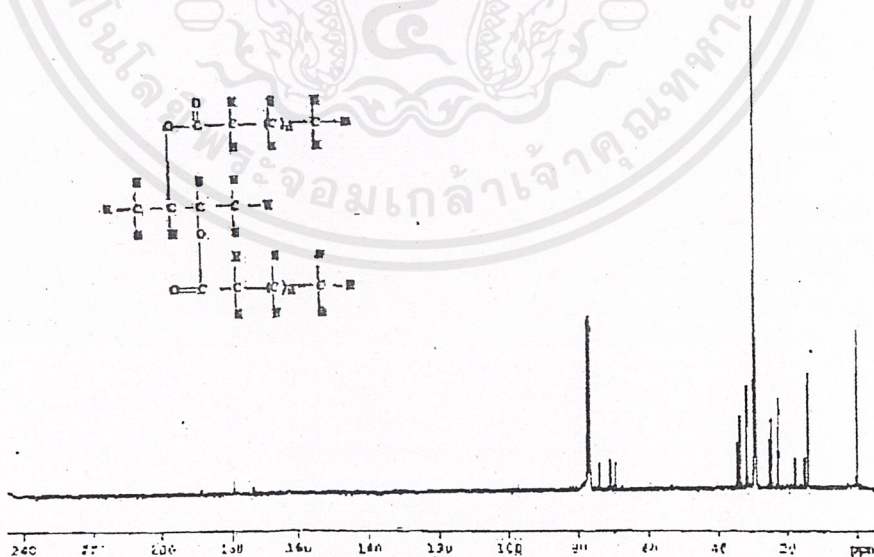
รูปที่ 4.8 ¹H-NMR สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทนไดออลปาล์มมิติกสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 110 °C โดยใช้โทลูอีนเป็นตัวทำละลาย (ภาคผนวก A: หน้า 47)



รูปที่ 4.9 $^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทนไดออล (ภาคผนวก B: หน้า 54)



รูปที่ 4.5 $^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของกรดปาล์มมิติก (ภาคผนวก B: หน้า 52)



รูปที่ 4.10 $^{13}\text{C-NMR}$ สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทนไดออลปาล์มมิติกสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 110°C โดยใช้โทลูอีนเป็นตัวทำละลาย (ภาคผนวก B: หน้า 55)

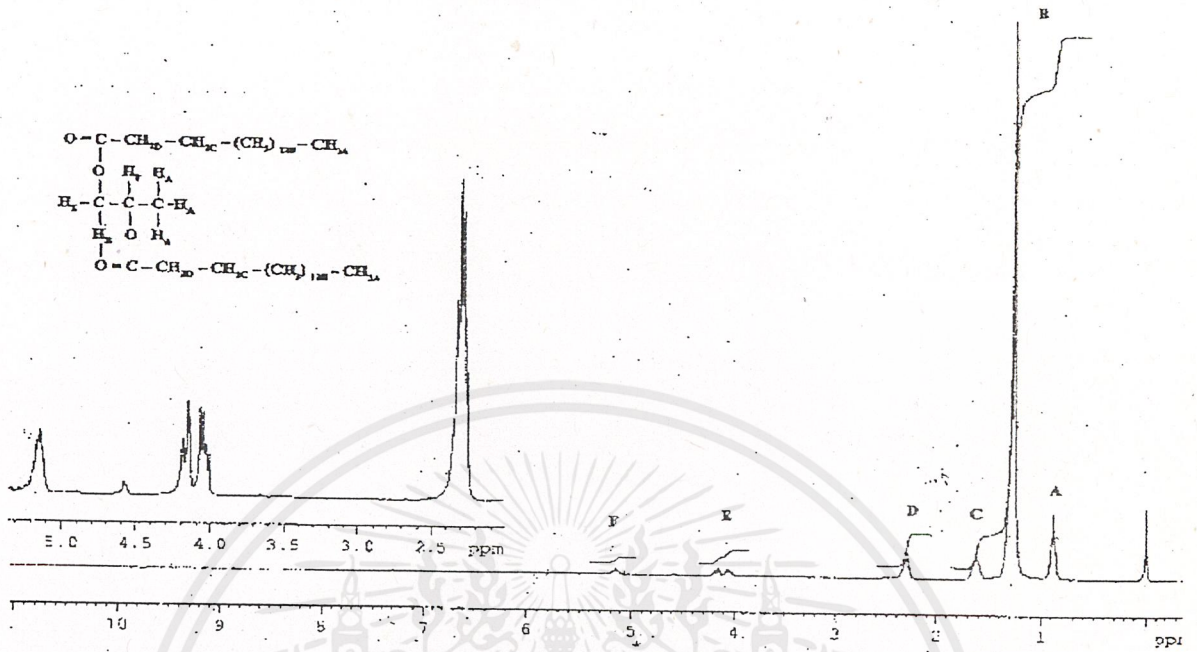
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 การทำผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างกรดปาล์มมิติกและ 1,2-โพรเพนไดออล ให้บริสุทธิ์

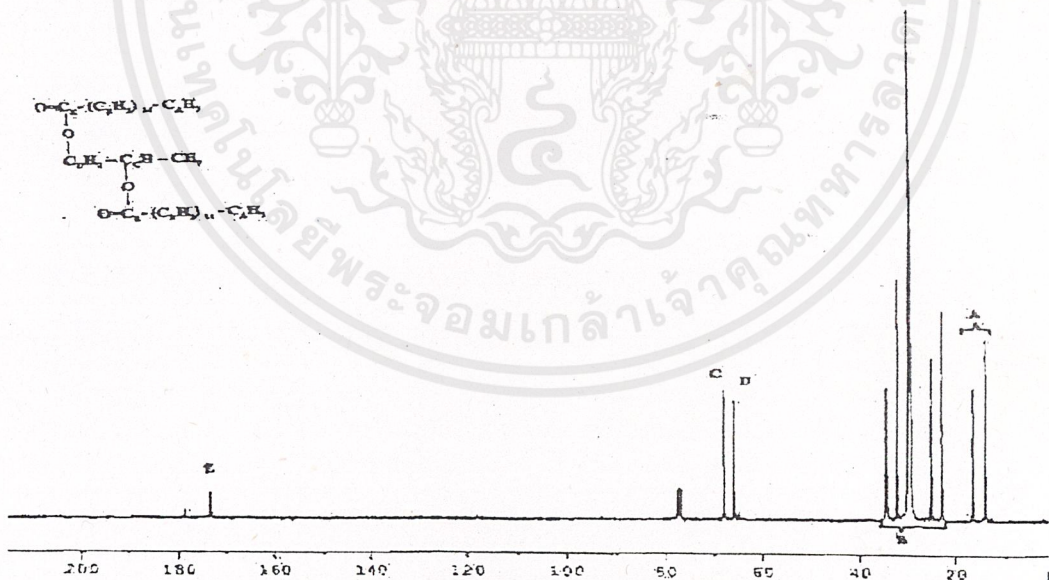
จากการตรวจสอบลักษณะทางโครงสร้างด้วย¹³C-NMR สเปกโตรสโคปีได้สเปกตรัมแสดงในรูปที่ 4.6 พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ยังไม่บริสุทธิ์ จึงต้องทำผลิตภัณฑ์ที่ได้ให้บริสุทธิ์โดยใช้วิธีการก่อกวนแบบลดความดัน ซึ่ง ¹H-NMR และ ¹³C-NMR สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์แสดงในรูปที่ 4.11 และ 4.12 ตามลำดับ

การก่อกวนแบบลดความดันเป็นวิธีที่ทำให้สารบริสุทธิ์มากขึ้นเนื่องจากฟิสิกของ C=O จากหมู่คาร์บอกซิลของกรดปาล์มมิติกมีแนวโน้มที่ลดลงและปรากฏฟิสิกที่สำคัญคือ C=O, -CH₂-O- และ -CH-O- ของหมู่ไดเอสเทอร์ที่ 173, 68 และ 66 ppm โดยสภาวะที่ใช้ในการก่อกวนแบบลดความดันคือความดัน 0.9 มิลลิเมตรปรอท และอุณหภูมิที่กรดปาล์มมิติกก่อกวนตัวออกมาคือที่อุณหภูมิเท่ากับ 50 °C โดยควบคุมแน่นอนออกมามีลักษณะเป็นของแข็งสีขาว

FTIR ของ 1,2-โพรเพนไดออล, กรดปาล์มมิติก และไดเอสเทอร์ที่ได้แสดงดังรูป 4.13, 4.14 และ 4.15 ตามลำดับ พบว่าฟิสิกของ C=O ของหมู่คาร์บอนิลเปลี่ยนจากที่ 1705 (หมู่คาร์บอกซิล) ไปที่ 1731 cm⁻¹ (หมู่เอสเทอร์) และฟิสิกของ C-O- (หมู่เอสเทอร์) ปรากฏที่ 1219.5 cm⁻¹ โดยค่าเปอร์เซ็นต์ yield ที่ได้หลังการทำให้สาร ไดเอสเทอร์บริสุทธิ์เท่ากับ 86

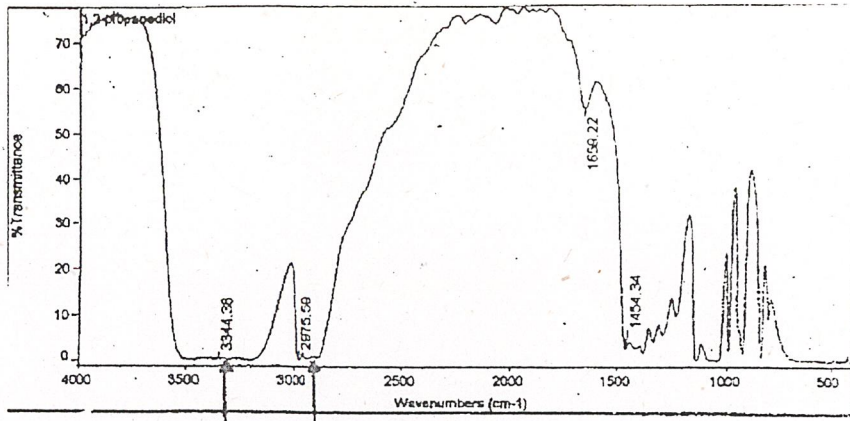


รูปที่ 4.11 ¹H-NMR สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพนไดออกไซด์หลังจากถนอมแบบลดความดัน
(ภาคผนวก A: หน้า 48)



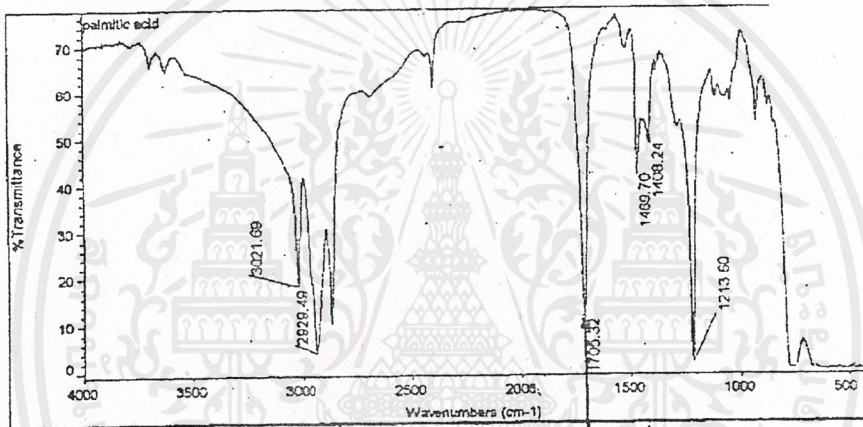
รูปที่ 4.12 ¹³C-NMR สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพนไดออกไซด์หลังจากถนอมแบบลดความดัน
(ภาคผนวก B: หน้า 56)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



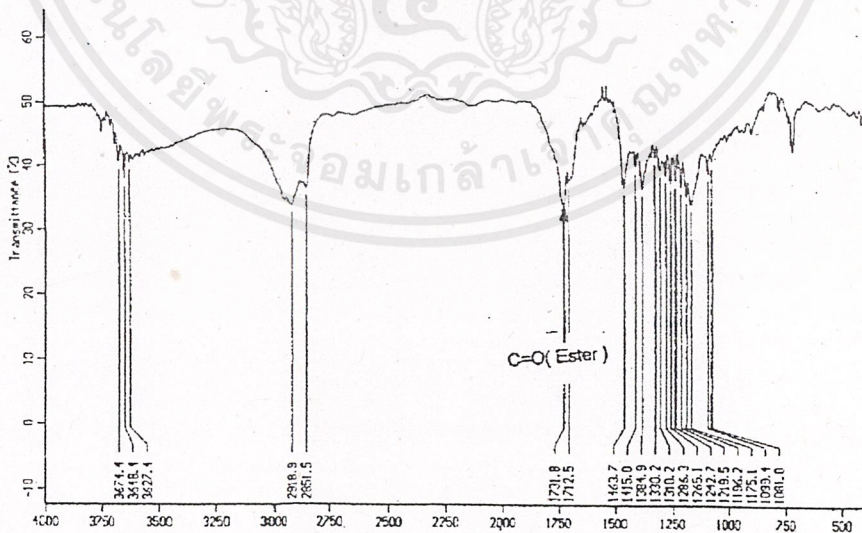
-O-H (Alcohol) -C-H (Alkane)

รูปที่ 4.13 FTIR สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพนไดออล (ภาคผนวก C: หน้า 59)



C=O (Carboxylic Acid)

รูปที่ 4.14 FTIR สเปกตรัมของกรดปาล์มมิติก (ภาคผนวก C: หน้า 60)



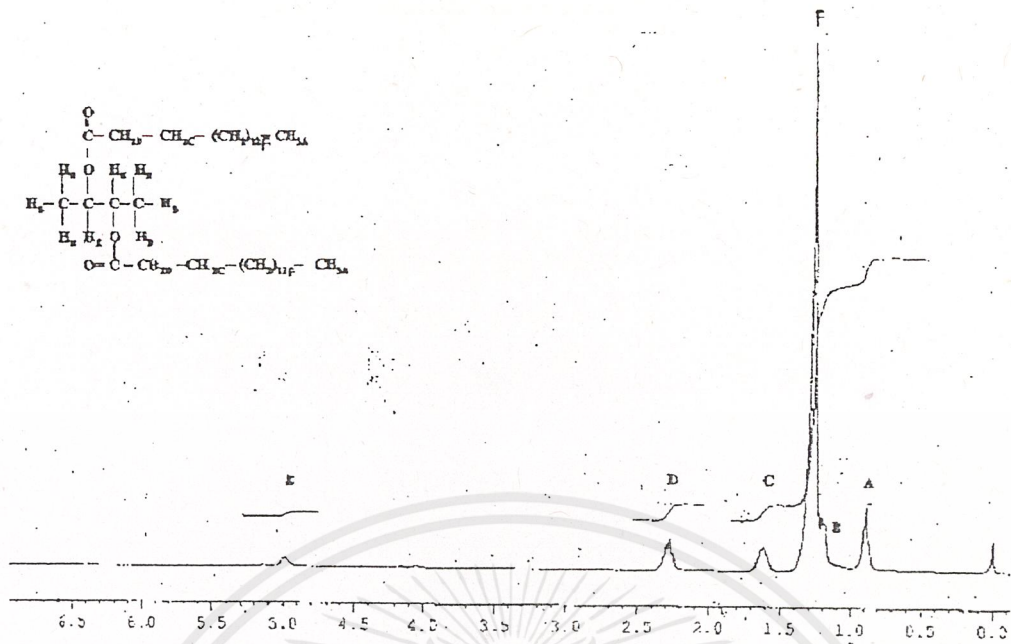
รูปที่ 4.15 FTIR สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพนไดออลหลังจากกลั่นแบบลดความดัน (ภาคผนวก C: หน้า 61)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

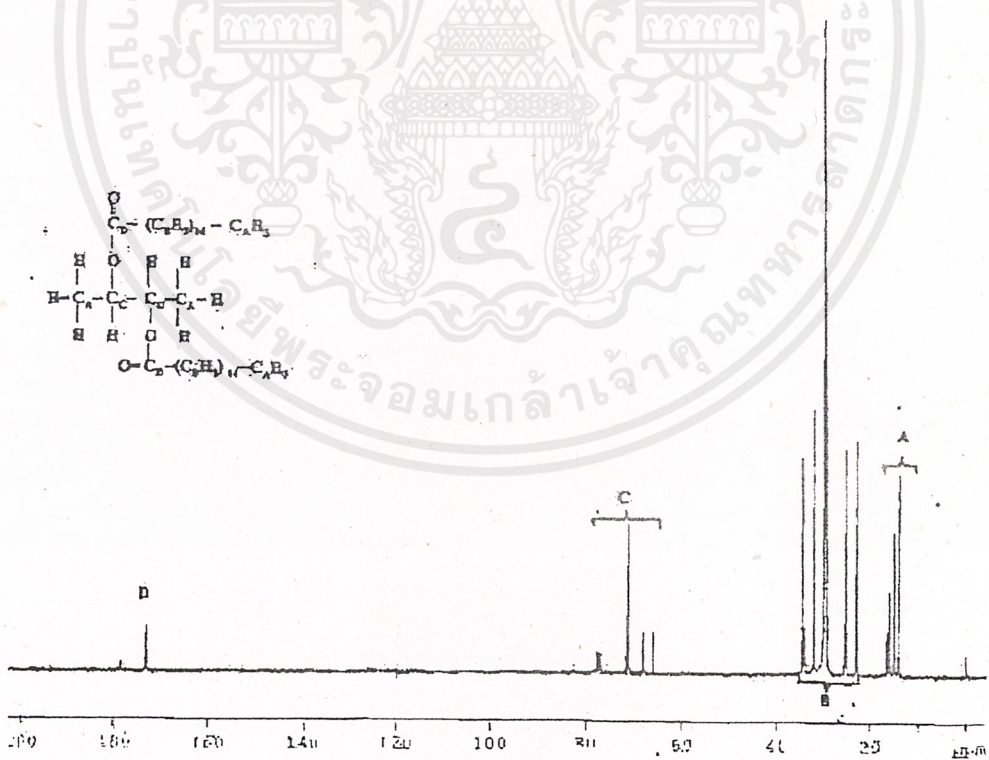
4.4 การทำผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างกรดปาล์มมิติกและ 2,3-บิวเทนไดออลให้บริสุทธิ์

จากการตรวจสอบลักษณะทางโครงสร้างด้วย¹³C-NMR สเปกโตรสโคปีได้สเปกตรัมแสดงในรูปที่ 4.10 พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ยังไม่บริสุทธิ์ จึงต้องทำผลิตภัณฑ์ที่ได้ให้บริสุทธิ์โดยวิธีการกลั่นแบบลดความดันโดยสภาวะที่ใช้ในการกลั่นแบบลดความดันคือความดัน 0.9 มิลลิเมตรปรอท และอุณหภูมิที่กรดปาล์มมิติกกลั่นตัวออกมาคือที่อุณหภูมิเท่ากับ 50 °C โดยควบแน่นออกมามีลักษณะเป็นของแข็งสีขาว ซึ่ง ¹H-NMR และ ¹³C-NMR สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์แสดงในรูปที่ 4.16 และ 4.17 ตามลำดับ

จาก¹³C-NMR สเปกตรัมของโคเอสเทอร์ที่ได้จากการกลั่น พบว่าพีคของ C=O จากหมู่คาร์บอกซิลของกรดปาล์มมิติกหายไปและปรากฏพีคที่สำคัญคือ C=O และ C-O ของหมู่โคเอสเทอร์ที่ 172 และ 68 ppm ตามลำดับ โดย FTIR ของ 2,3-บิวเทนไดออล และโคเอสเทอร์ที่ได้แสดงดังภาพ 4.18 และ 4.19 ตามลำดับ พบว่าพีคของ C=O ของหมู่คาร์บอนิลเปลี่ยนจากที่ 1705 (หมู่คาร์บอกซิล) ไปที่ 1731 cm⁻¹ (หมู่เอสเทอร์) และพีคของ C-O (หมู่เอสเทอร์) ปรากฏที่ 1219.5 cm⁻¹ โดยค่าเปอร์เซ็นต์ yield ที่ได้หลังการทำให้สารโคเอสเทอร์บริสุทธิ์เท่ากับ 85

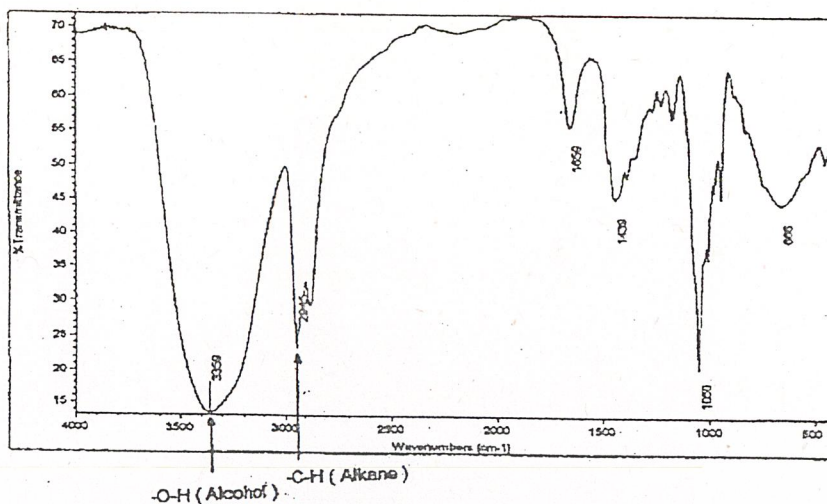


รูปที่ 4.16 ¹H-NMR สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทนไดออลหลังจากกลั่นแบบลดความดัน.
(ภาคผนวก A: หน้า 49)

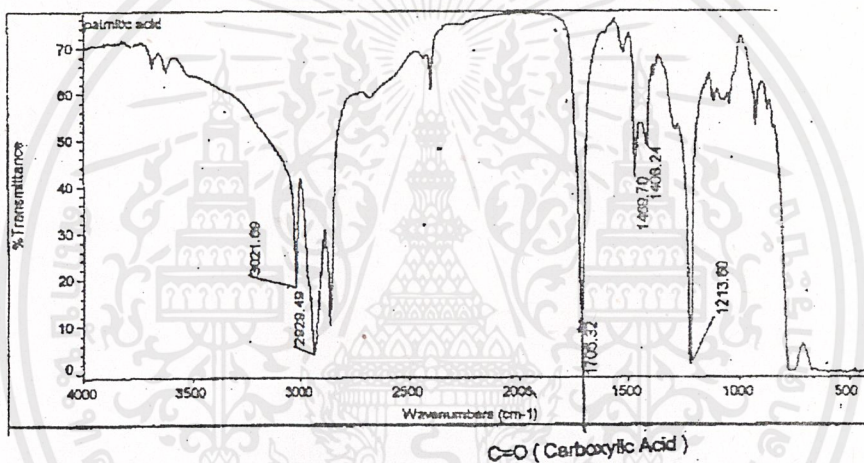


รูปที่ 4.17 ¹³C-NMR สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทนไดออลหลังจากกลั่นแบบลดความดัน.
(ภาคผนวก B: หน้า 57)

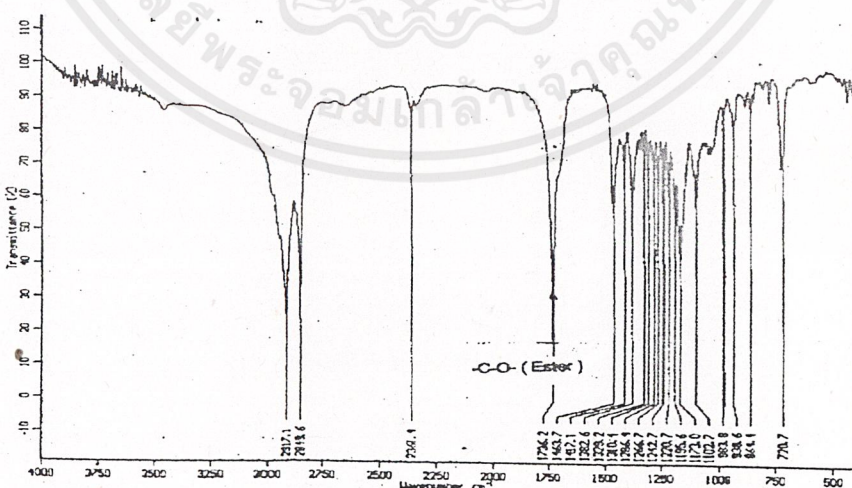
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.18 FTIR สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทนไดออล (ภาคผนวก C: หน้า 62)



รูปที่ 4.14 FTIR สเปกตรัมของกรดปาล์มมิติก (ภาคผนวก C: หน้า 60)



รูปที่ 4.19 FTIR สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทนไดออลหลังจากกลั่นแบบลดความดัน (ภาคผนวก C: หน้า 63)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.5 การทดสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของสารโคเอสเทอร์(1,2-โพรเพนไดปาล์ม-มิเตท และ 2,3-บิวเทนไดปาล์มมิเตท)

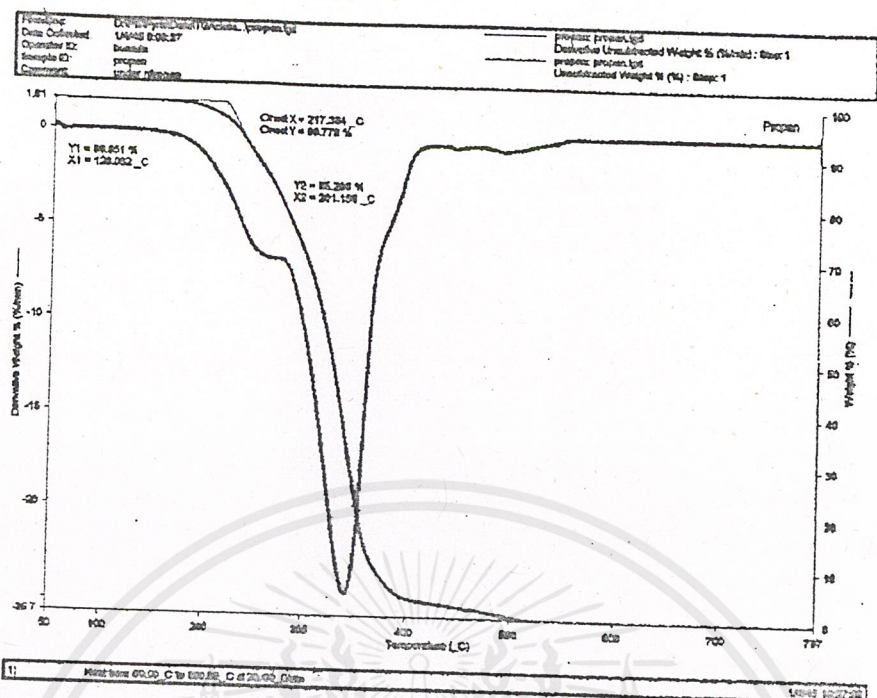
จากความสามารถในการละลายในตัวทำละลายต่างๆของไซโคเอสเทอร์ซึ่งแสดงในตารางที่ 4.1 และสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของโคเอสเทอร์ที่ได้จากการสังเคราะห์ซึ่งแสดงใน ตารางที่ 4.2 พบว่าสารโคเอสเทอร์ทั้งสองชนิดสามารถละลายได้ดีในตัวทำละลายที่มีความเป็นขั้วต่ำเช่น โทลูอีน อีเทอร์ เป็นต้น โคเอสเทอร์ของกรดปาล์มมิดิกเมื่อมีน้ำหนักโมเลกุลเพิ่มมากขึ้น จะทำให้มีจุดหลอมเหลวเพิ่มมากขึ้นและสารโคเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้มีสมบัติทางความร้อนและค่า thermal stability ที่ดี กราฟที่ได้จากTGAแสดงในรูปที่ 4.20 และ 4.21

ตัวทำละลาย	เฮกเซน	โทลูอีน	เอทานอล	เมทานอล	น้ำ	ไดเอทิลอีเทอร์
1,2- โพรเพน ไดปาล์ม มิเตท	ดี	ดี	ไม่ดี	ไม่ดี	ไม่ละลาย	ดีมาก
2,3- บิวเทน ไดปาล์ม มิเตท	ดี	ดี	ไม่ดี	ไม่ดี	ไม่ละลาย	ดีมาก

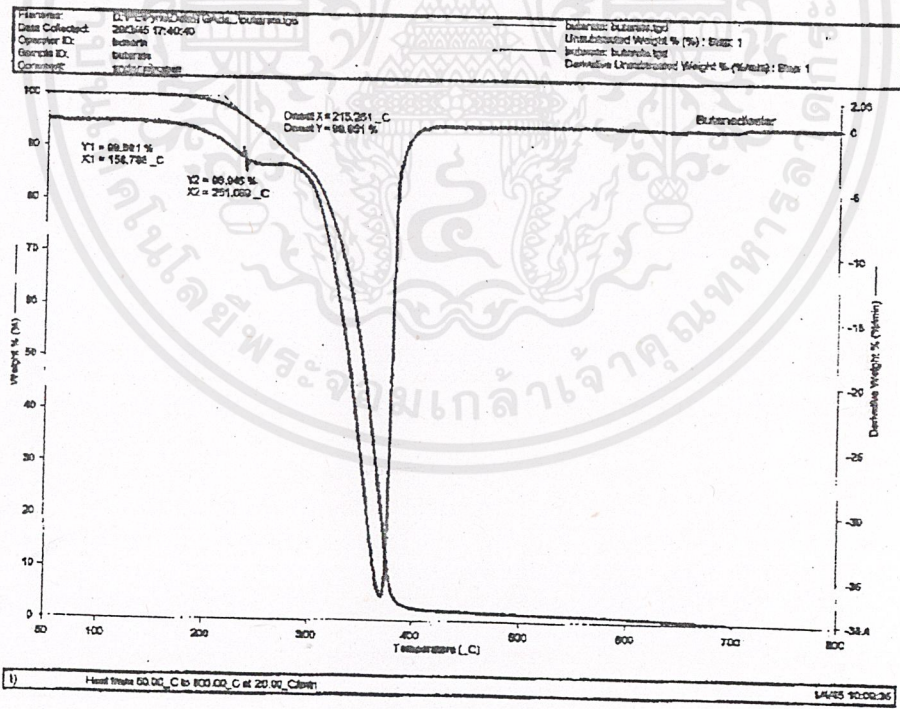
ตารางที่ 4.1 แสดงความสามารถในการละลายในตัวทำละลายต่างของไซโคเอสเทอร์

ไซโคเอสเทอร์	จุดหลอมเหลว, °C	Thermal-Stability, °C
1,2- โพรเพน ไดปาล์ม มิเตท	50-55	217
2,3- บิวเทน ไดปาล์ม มิเตท	52-57	215

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าจุดหลอมเหลวและ thermal stability ของโคเอสเทอร์ที่ได้จากการสังเคราะห์



รูปที่ 4.20 กราฟ TGA ของ 1,2-โพรเพนไดโพลำลมิเตท (ภาคผนวก D: หน้า 65)



รูปที่ 4.21 กราฟ TGA ของ 2,3-บิวเทนไดโพลำลมิเตท (ภาคผนวก D: หน้า 66)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.6 การนำโคเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ไปใช้เป็นตัวเติมในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน

การนำโคเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ไปใช้เป็นตัวเติมในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานทำได้โดยการนำสารโคเอสเทอร์ที่ได้จากการทำการกลั่นลดความดันให้บริสุทธิ์ ละลายในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานในลักษณะอิมัลชัน ตารางที่ 4.3 แสดงปริมาณโคเอสเทอร์ที่อิมัลชันในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน โดยสมบัติทางกายภาพของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานและน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานผสมโคเอสเทอร์แสดงในตารางที่ 4.4 พบว่าเมื่อละลาย 1,2-โพรเพนไดปาล์มมิเตทและ 2,3-บิวเทนไดปาล์มมิเตทในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานชนิด 150SN ทำให้จุดไหลเทของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานมีค่าเพิ่มขึ้นจาก -12°C เป็น 11 และ 16°C ตามลำดับ และทำให้ดัชนีความหนืดเพิ่มขึ้น 7.77 และ 2.91 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ เมื่อละลาย 1,2-โพรเพนไดปาล์มมิเตทและ 2,3-บิวเทนไดปาล์มมิเตทในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานชนิด 150SN ทำให้จุดไหลเทของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานมีค่าเพิ่มขึ้นจาก -6°C เป็น 5 และ 4°C ตามลำดับและทำให้ดัชนีความหนืดเพิ่มขึ้น 4.17 และ 4.17 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

	1,2- โพรเพน ไดปาล์มมิเตท, g/100 ml	2,3- บิวเทน ไดปาล์มมิเตท , g / 100 ml
150 SN	7.18	6.17
500 SN	4.90	100

ตารางที่ 4.3 แสดงปริมาณของ โข โคเอสเทอร์ที่อิมัลชันในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน

	จุดไหลเท, °C	ค่าความหนืดที่ 40 °C, cSt	ค่าความหนืดที่ 100°C, cSt	ค่าดัชนีความหนืด	% ดัชนีความหนืด ที่เพิ่มขึ้น
น้ำมันหล่อลื่น พื้นฐาน 150 SN	-12	30.31	5.227	103	-
น้ำมันหล่อลื่น พื้นฐาน 500 SN	-6	96.33	10.33	96	-
น้ำมันหล่อลื่น พื้นฐาน 150 SN + ไคเอสเทอร์ 1	11	28.08	5.12	111	7.77
น้ำมันหล่อลื่น พื้นฐาน 150 SN + ไคเอสเทอร์ 2	16	28.20	5.05	106	2.91
น้ำมันหล่อลื่น พื้นฐาน 500 SN + ไคเอสเทอร์ 1	4	84.90	10.15	100	4.17
น้ำมันหล่อลื่น พื้นฐาน 500 SN + ไคเอสเทอร์ 2	5	85.06	10.16	100	4.17

เมื่อ ไคเอสเทอร์ 1 = 1,2- โพรเพนไดปาล์มมีเตท

ไคเอสเทอร์ 2 = 2,3- บิวเทนไดปาล์มมีเตท

ตารางที่ 4.4 สมบัติทางกายภาพของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานและน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานผสมไคเอสเทอร์

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

จากการสังเคราะห์ 1,2-โพพรเพนไดปาล์มมีเตทและ 2,3-บิวเทนไดปาล์มมีเตท จากปฏิกิริยาเอสเตอร์รีฟิเคชันระหว่างไกลคอลและกรดปาล์มมีติก โดยใช้กรดซัลฟูริกเข้มข้นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และใช้โทลูอีนเป็นตัวทำละลายและ azeotropic agent ปฏิกิริยาสามารถเกิดขึ้นได้ดีที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง โดยมีเปอร์เซ็นต์ yield เท่ากับ 92 และ 91 ตามลำดับ แต่เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์คือมีสารตั้งต้นกรดปาล์มมีติกเหลืออยู่ จึงต้องมีการทำให้ได้ไซโคเอสเทอร์ที่บริสุทธิ์โดยพบว่าวิธีที่มีความเหมาะสมมากที่สุดคือวิธีการดัดแปลงลดความดันที่ความดัน 0.9 มิลลิเมตรปรอท โดยเปอร์เซ็นต์ yield หลังทำการดัดแปลงลดความดันมีค่าเท่ากับ 86 และ 85 ตามลำดับเมื่อทำการเปรียบเทียบการเกิดปฏิกิริยาเอสเตอร์รีฟิเคชันของไดออลทั้ง 2 ชนิดพบว่า การสังเคราะห์ 2,3-บิวเทนไดปาล์มมีเตทจะเกิดปฏิกิริยาได้สมบูรณ์กว่าเนื่องจากในการสังเคราะห์ 1,2-โพพรเพนไดปาล์มมีเตท กรดคาร์บอกซิลิกจะเข้าทำปฏิกิริยาที่หมู่ -OH ของคาร์บอนที่เป็น 2° คาร์บอนได้ยากเนื่องจากมีความกะาะสูง ทำให้มีสารตั้งต้นคือกรดปาล์มมีติกเหลือมากกว่าและเกิดโมโนเอสเทอร์ได้มากกว่า จากผลการทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพพบว่า ไดเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 2 ชนิด เป็นของแข็งที่มีสมบัติทางความร้อนดี มีเสถียรภาพทางความร้อนสูงจึงมีความเป็นไปได้ที่จะสามารถนำไปใช้ในการทำงานที่ใช้อุณหภูมิสูง เช่น ในลักษณะของผลิตภัณฑ์หล่อลื่น จากการทดลองโดยการนำไปใช้เป็นสารตัวเติมในน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานเกรด 150SN และ 500SN พบว่าทำให้ความหนืดของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานลดลงแต่มีจุดไหลเหวและค่าดัชนีความหนืดสูงขึ้นดังแสดงในตารางที่ 5.1 และ 5.2 แสดงให้เห็นว่าเมื่อทำการผสมไซของไดเอสเทอร์ลงไปทำให้การเปลี่ยนแปลงความหนืดเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไปมีค่าน้อยลง เหมาะแก่การปฏิบัติงานในเครื่องยนต์ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิมาก แต่อาจเกิดปัญหาเกี่ยวกับการทำงานในสภาวะแวดล้อมที่มีอุณหภูมิต่ำ ๆ เพราะการเติมไดเอสเทอร์ลงไปสู่น้ำมันหล่อลื่นทำให้ค่าของจุดไหลเหวเพิ่มสูงขึ้นทำให้เกิดการแข็งตัวได้ง่ายขึ้น ไม่สามารถช่วยในการหล่อลื่นได้ นอกจากนี้การผสมไดเอสเทอร์เป็นสารตัวเติมยังมีส่วนช่วยลดปริมาณการใช้น้ำมันหล่อลื่นจากผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียมอีกด้วย

เมื่อ ไดเอสเทอร์ 1 = 1,2- โพรเพนไดปาล์มมีเลท

ไดเอสเทอร์ 2 = 2,3- บิวเทนไดปาล์มมีเลท

ตารางที่ 5.1 สมบัติทางกายภาพของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 150SN
และน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 150SN ผสมไดเอสเทอร์ในลักษณะอิมัลชัน

	น้ำมันหล่อลื่น พื้นฐาน 150SN	น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 150SN ผสมไดเอสเทอร์ 1	น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 150SN ผสมไดเอสเทอร์ 2
จุดไหลเท, °C	-12	11	16
ค่าความหนืดที่ 100°C, cSt	5.227	5.12	5.05
ค่าความหนืดที่ 40°C, cSt	30.31	28.08	28.20
ค่าดัชนีความหนืด	103	111	106
%ค่าดัชนีความหนืด ที่เพิ่มขึ้น	-	7.77	2.91

ตารางที่ 5.2 สมบัติทางกายภาพของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 500SN
และน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 500SN ผสมไดเอสเทอร์ในลักษณะอิมัลชัน

	น้ำมันหล่อลื่น พื้นฐาน 500SN	น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 500SN ผสมไดเอสเทอร์ 1	น้ำมันหล่อลื่นพื้นฐาน 500SN ผสมไดเอสเทอร์ 2
จุดไหลเท, °C	-6	4	5
ค่าความหนืดที่ 100°C, cSt	10.33	10.15	10.16
ค่าความหนืดที่ 40°C, cSt	96.33	84.90	85.06
ค่าดัชนีความหนืด	96	100	100
%ค่าดัชนีความหนืด ที่เพิ่มขึ้น	-	4.17	4.17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข้อเสนอแนะ

จากผลการทดลองควรมีการปรับปรุงสมบัติของโพลีเอสเตอร์สังเคราะห์เพื่อสามารถนำไปใช้เป็นสารตัวเติมในงานหล่อดินที่อุณหภูมิต่างๆ ได้ เพื่อไม่ให้เกิดการจับตัวของน้ำมันเป็นของแข็งเนื่องจากการตกผลึกกลับมาจับตัวกันของโพลีเอสเตอร์ที่ละลายอยู่ อาจทำได้โดยการสังเคราะห์โพลีเอสเตอร์ให้อยู่ในรูปของเหลว จากการสังเคราะห์โพลีเอสเตอร์ที่มีจำนวนของคาร์บอนอะตอมคณน้อยลง



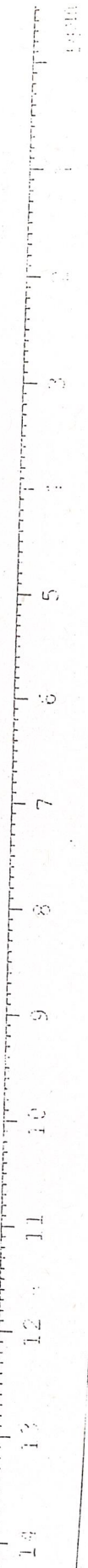
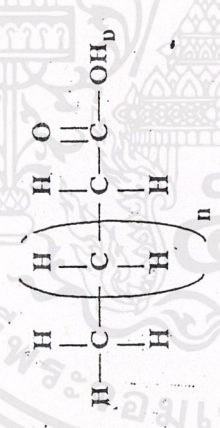
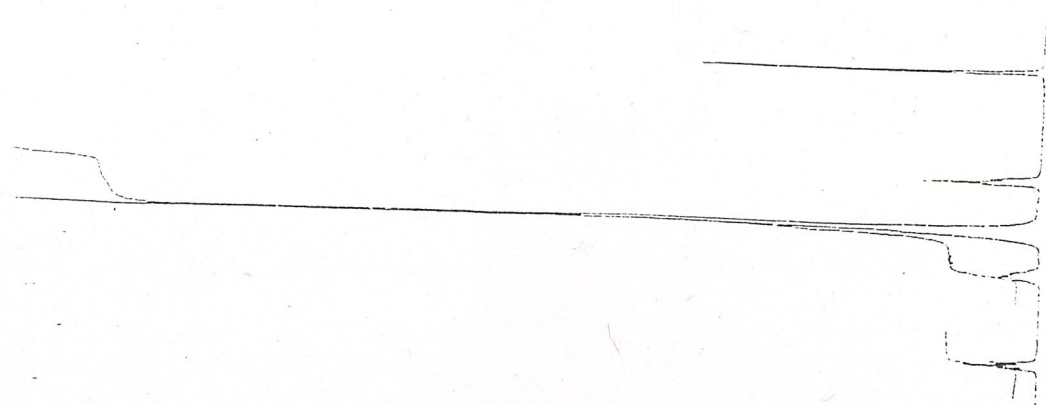


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกา
รนำไปใช้



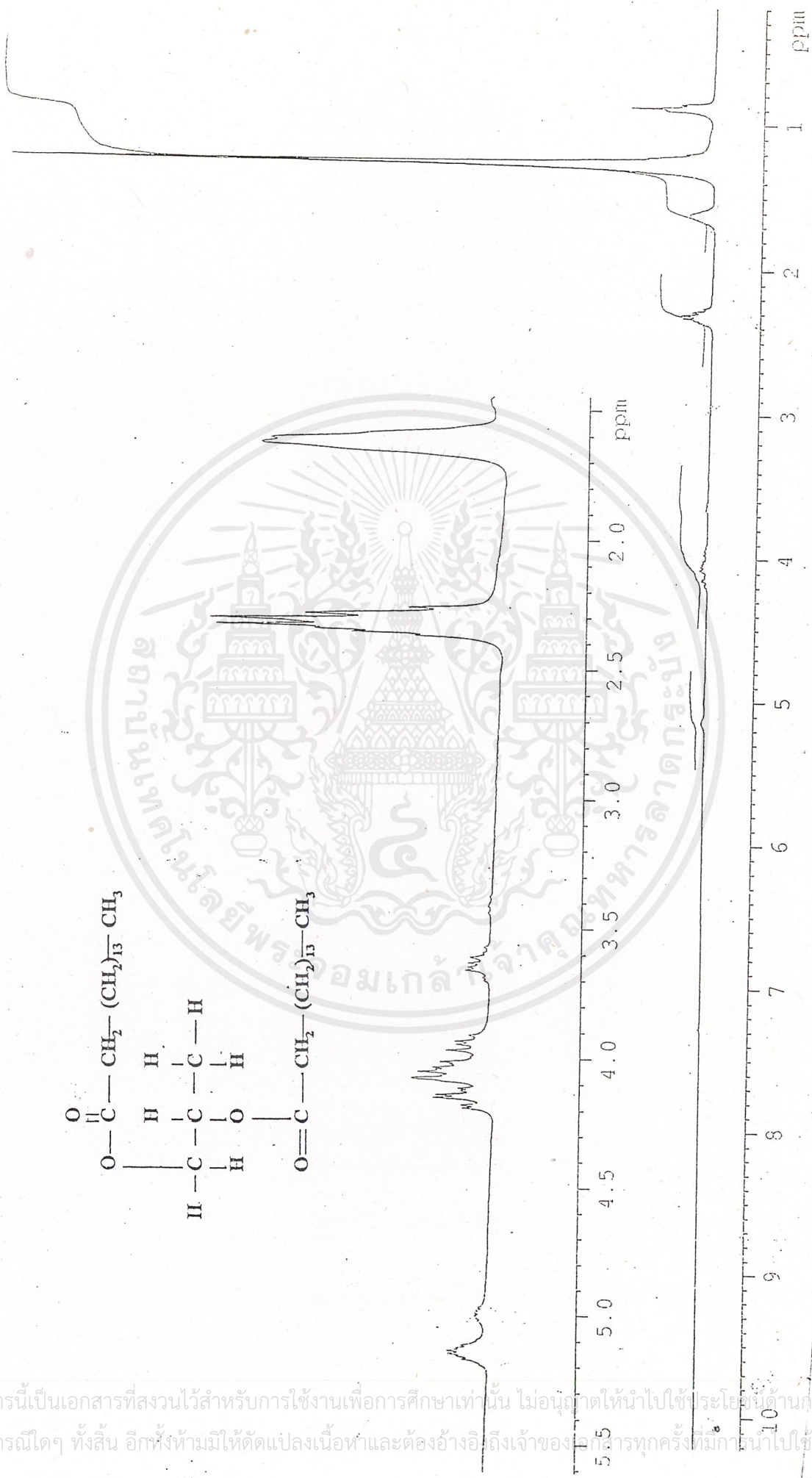
รูปที่ 4.1 1H-NMR สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพนไดออล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ในการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกรนำมาใช้



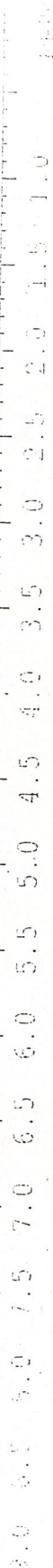
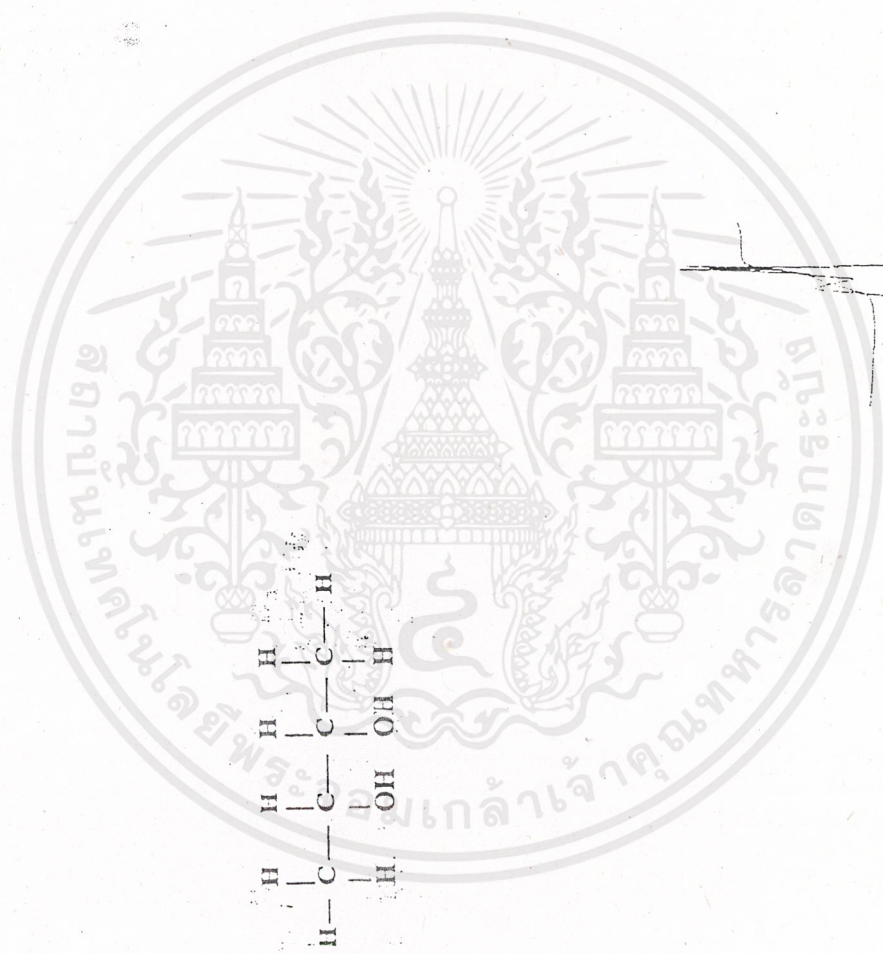
รูปที่ 4.2 ¹H-NMR สเปกตรัมของกรดปาล์มลิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกรณีนำไปใช้



รูปที่ 4.3 ¹H-NMR สเปกตรัมของ 1,2-ไดพาลไมต์ไดกลีเซอไรด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกรนำมาใช้



รูปที่ 47 ¹H-NMR สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพนไดออล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านธุรกิจค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



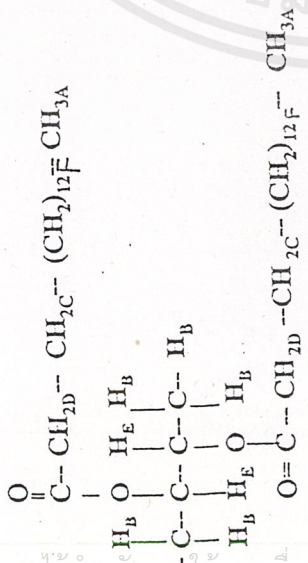
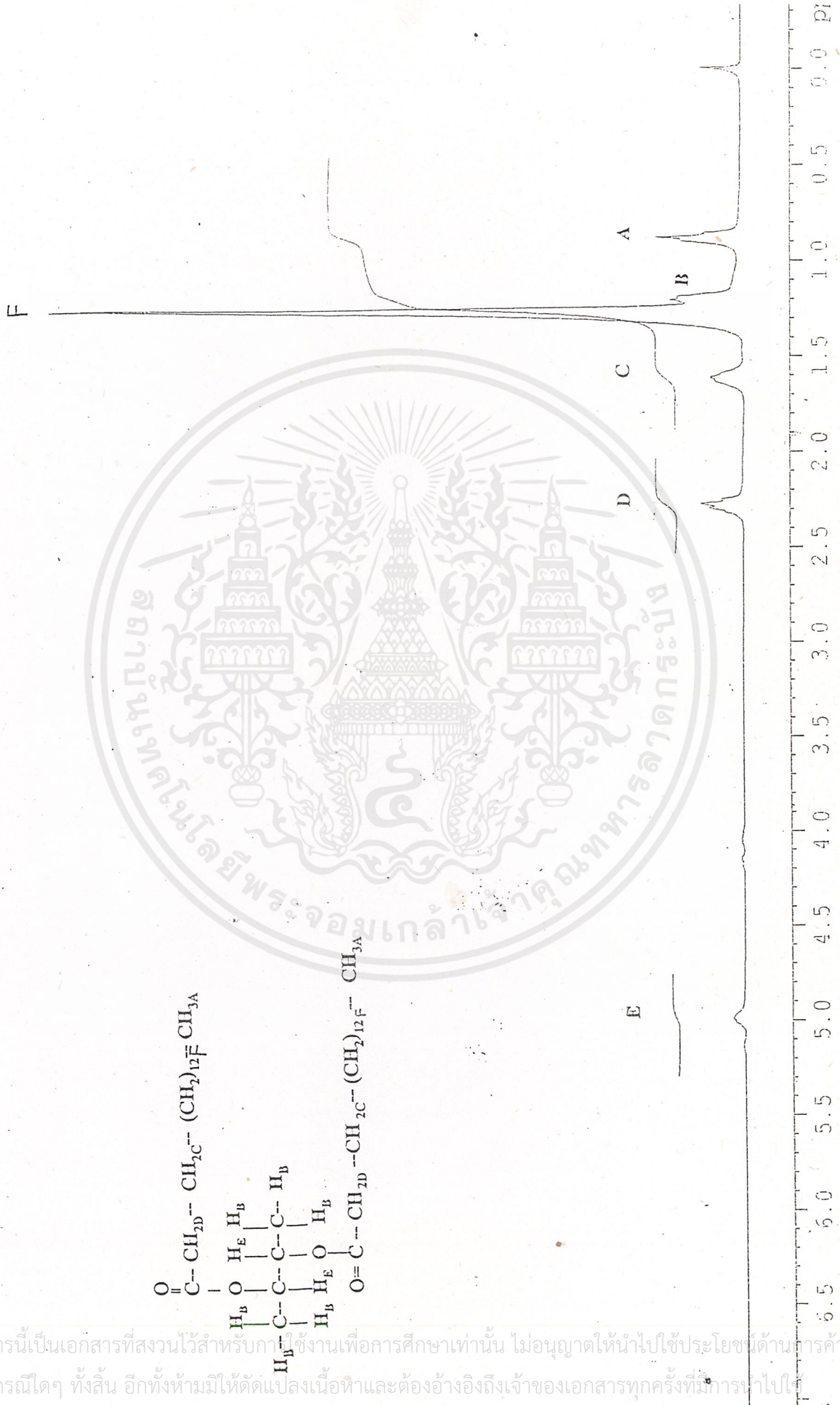
รูปที่ 4.8 ¹H-NMR สเปกโตรสโคปีของ 2,3-บิวเทนไดบอแลคมีเมทิลซึ่งกระจายที่อุณหภูมิ 10 °C โดยที่โทลูอีนเป็นตัวทำละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 1H-NMR สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพนไดโอดที่ได้ออกกันแบบลดความดัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ทำไปใช้ประโยชน์อื่นใด
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำใช้



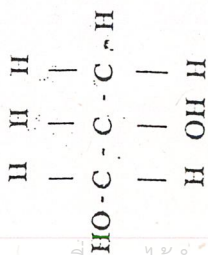
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกาใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 4.16 ¹H-NMR สเปกตรัมของ 2,3-บิสฟอสฟอโรออกซีเพนเทน-2,3-ไดออล

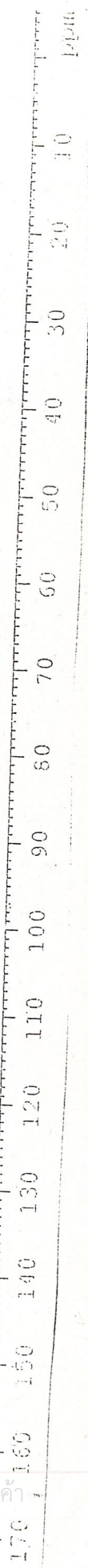
ภาคผนวก B

¹³C-NMR สเปกตรัมของสารเคมีต่างๆที่สำคัญและ
ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง

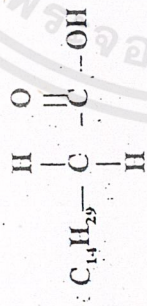
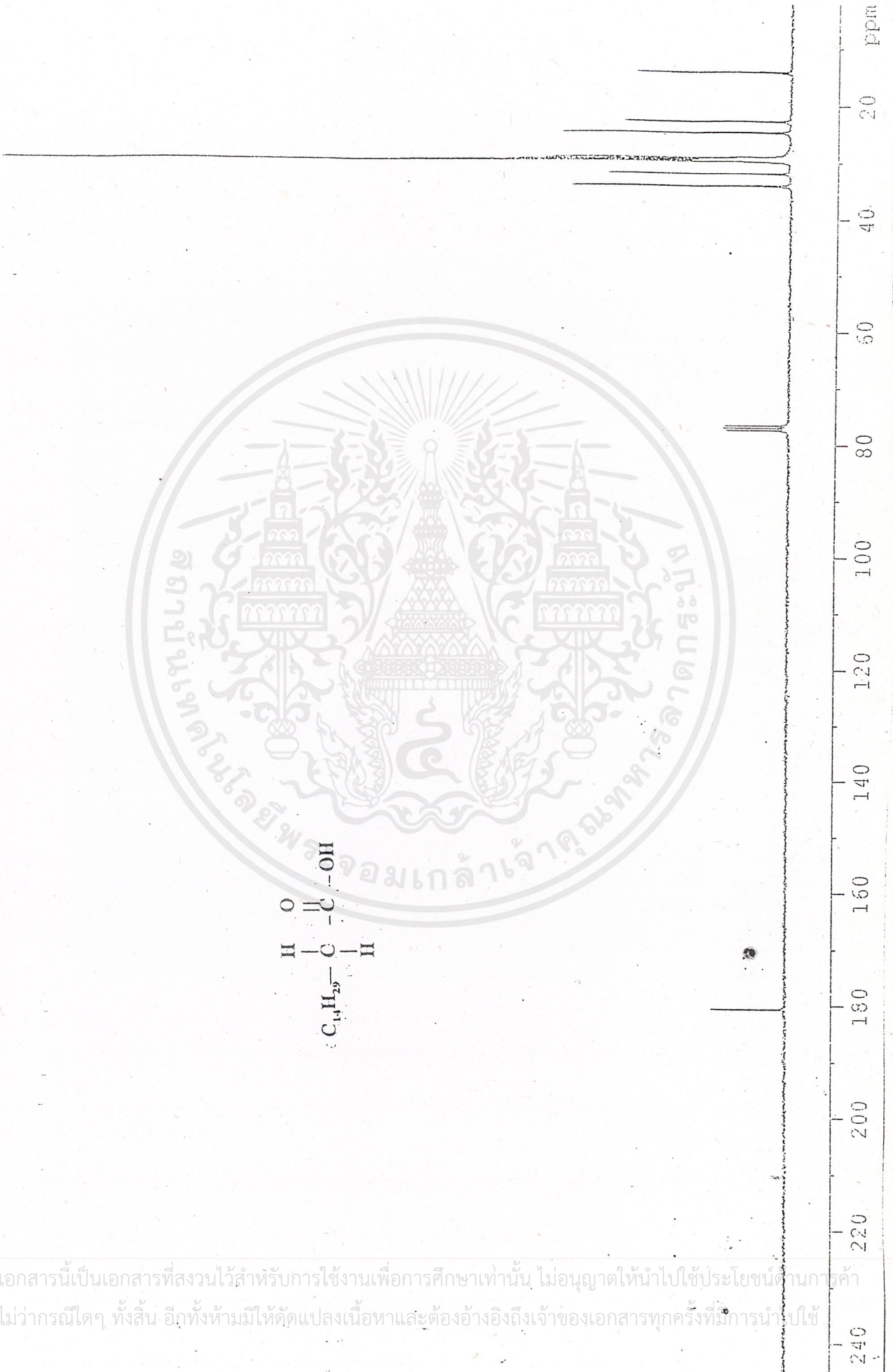




เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านใดๆ
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

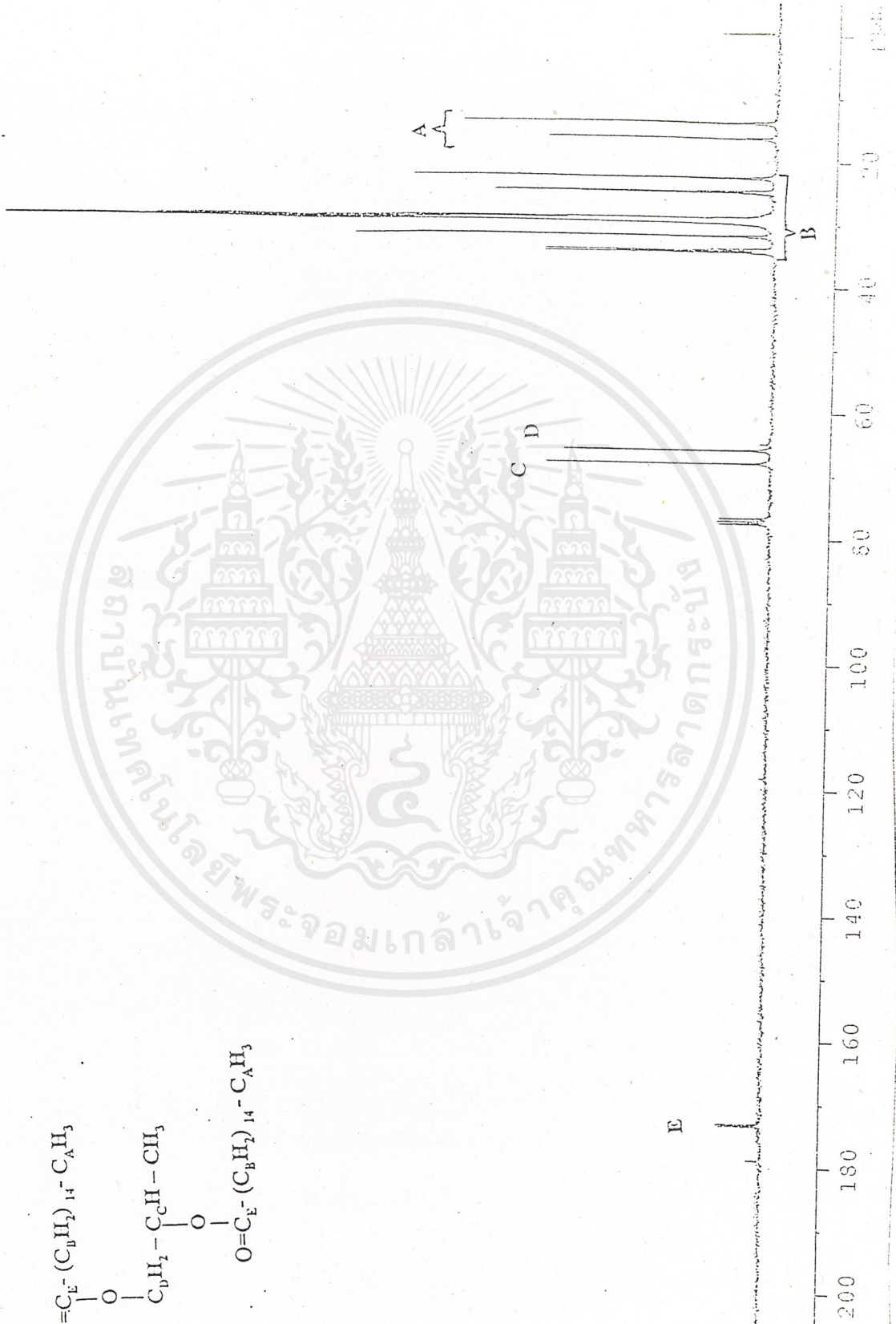
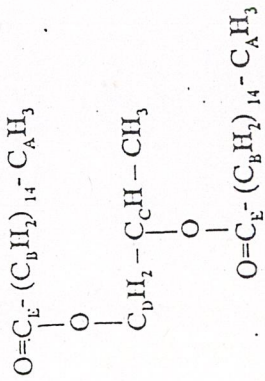


รูปที่ 44 ¹³C-NMR สเปกตรัมของ 1,2-โพรพาทไดออล



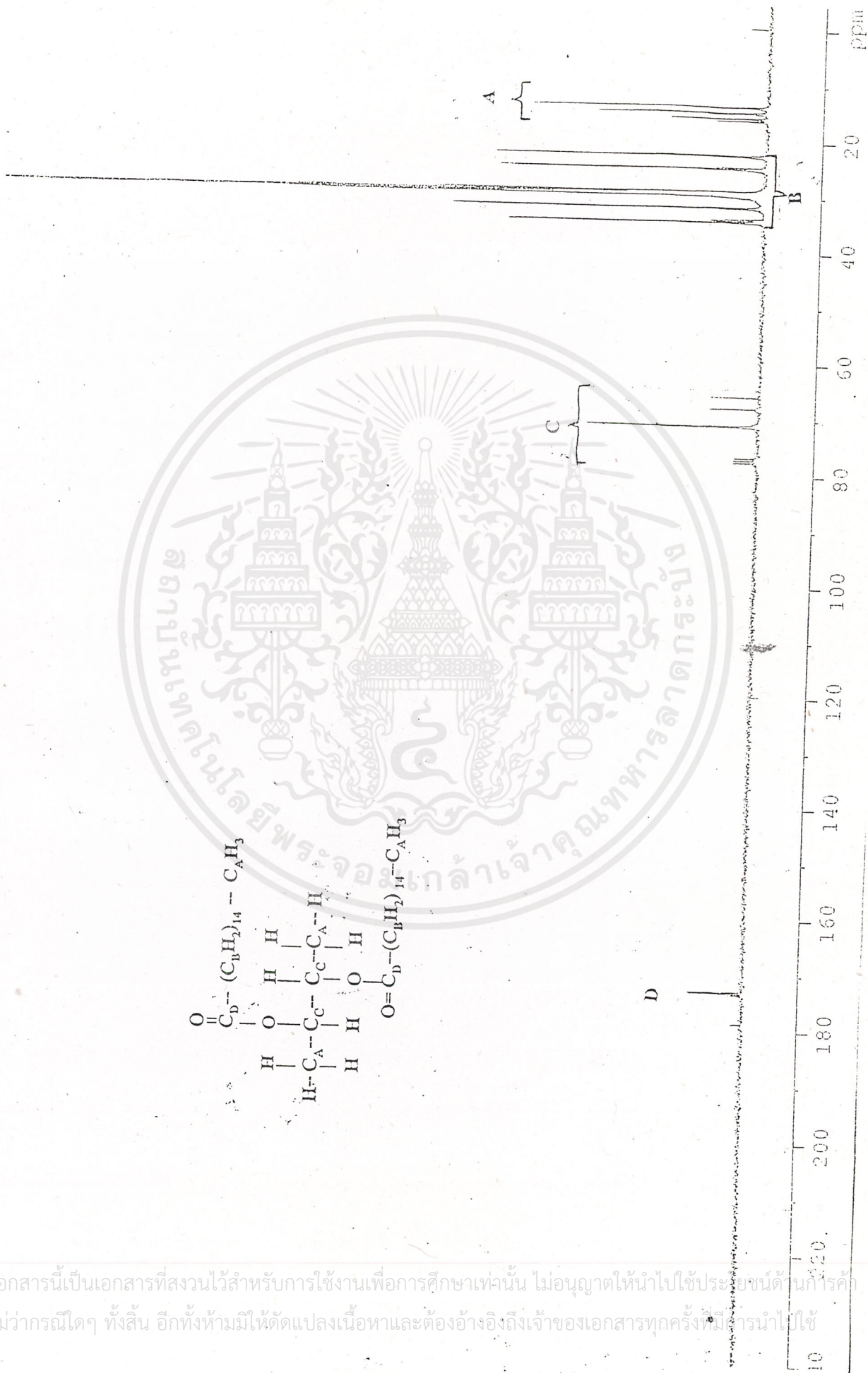
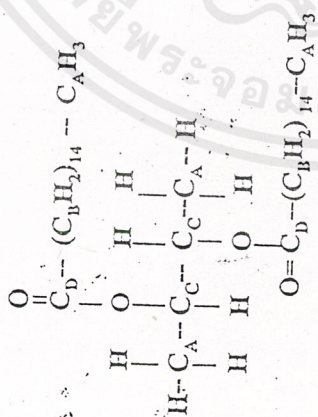
รูปที่ 4.5 ¹³C-NMR สเปกตรัมของกรดปาล์มมิติก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำใบใช้



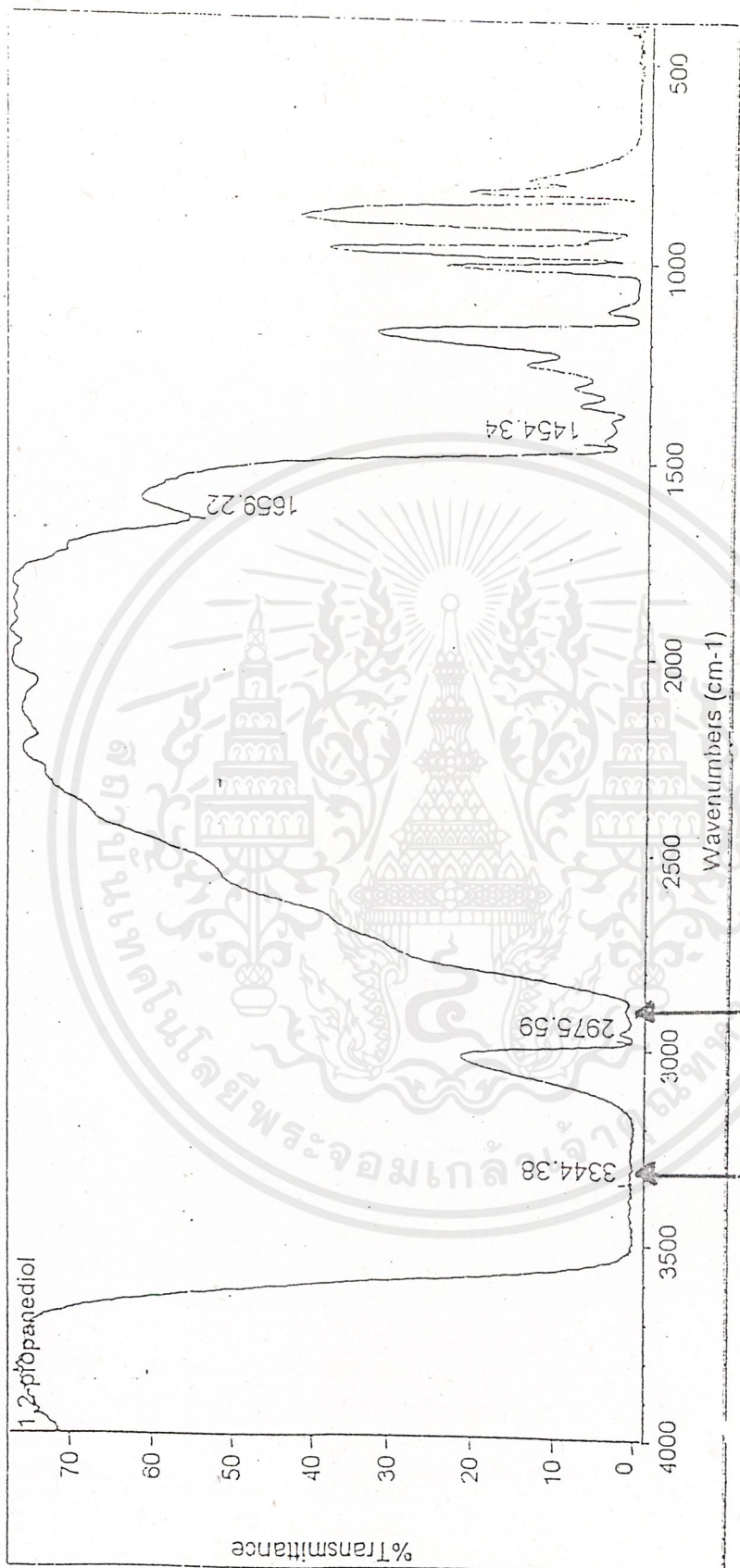
รูปที่ 4.12 ¹³C-NMR สเปกตรัมของ 1,2-ไดฟีนิลโพรเพน โดยพล็อตถึงจากถังแบบลดความดัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านธุรกิจ
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.17 ¹³C-NMR สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทนไดออกไซด์จากถั้วแบบเดคาไรน

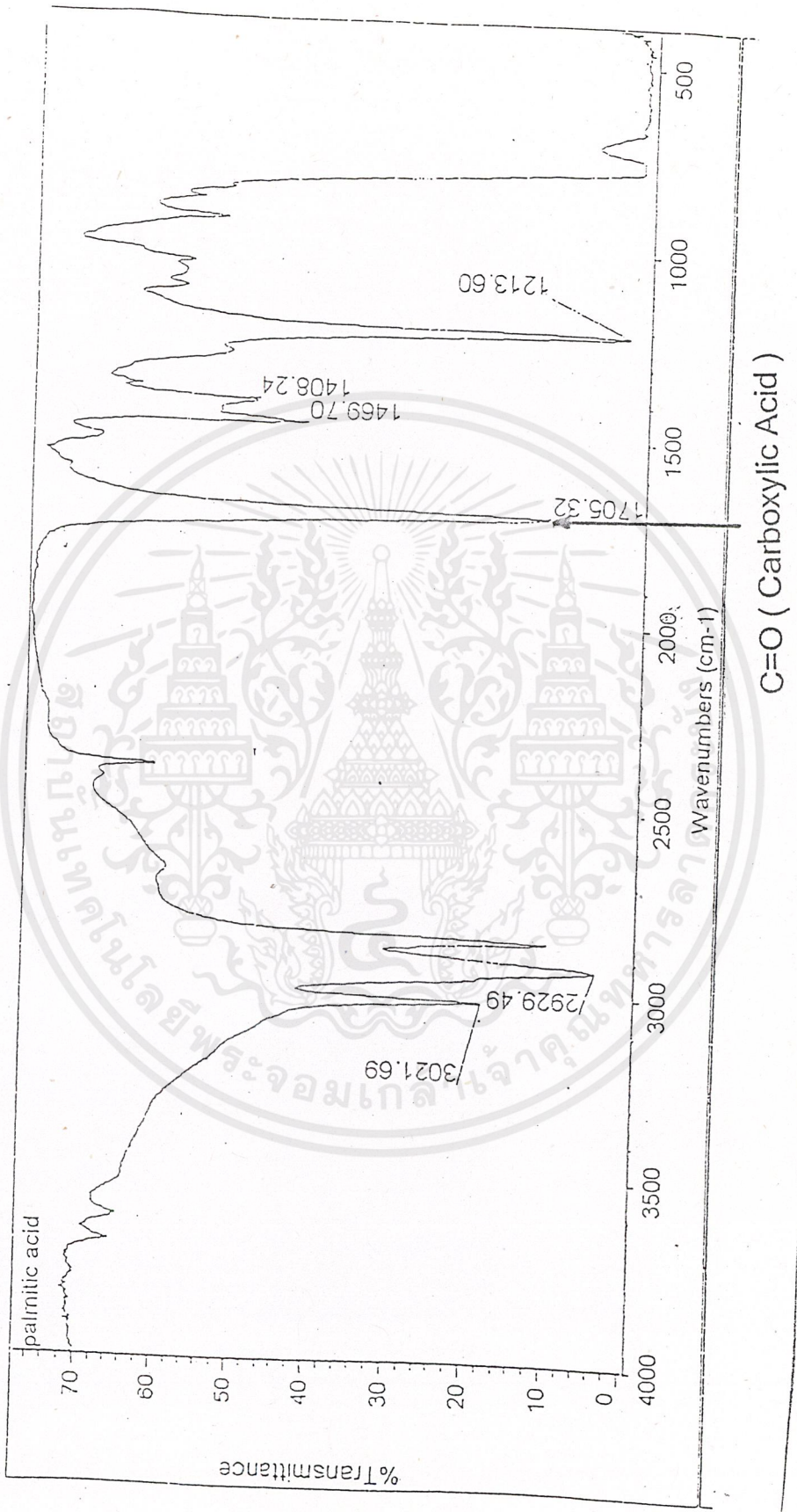
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



-O-H (Alcohol) ; -C-H (Alkane)

รูปที่ 4.13 FTIR สเปกตรัมของ 1,2-โพรเพนไดออล

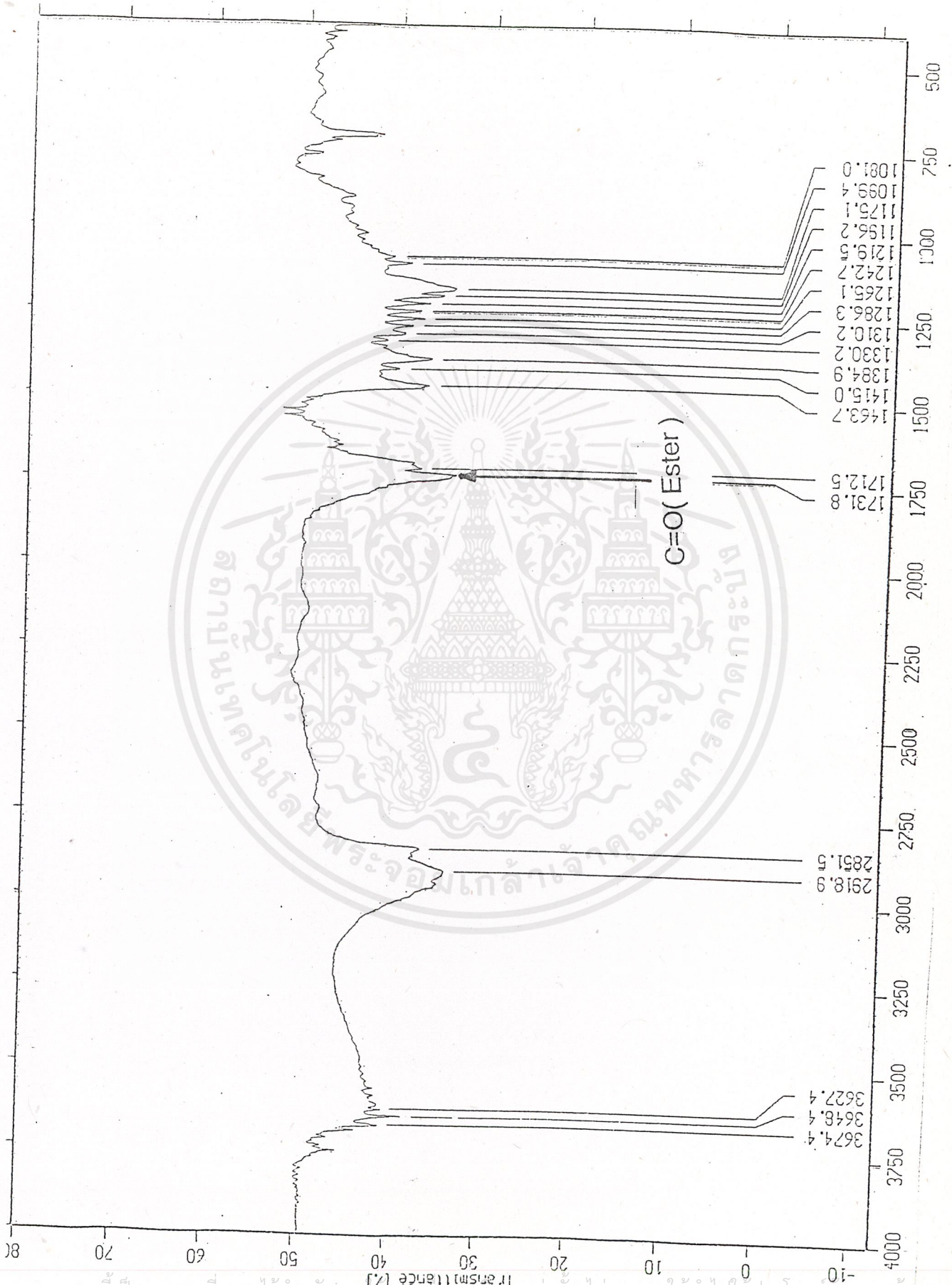
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



C=O (Carboxylic Acid)

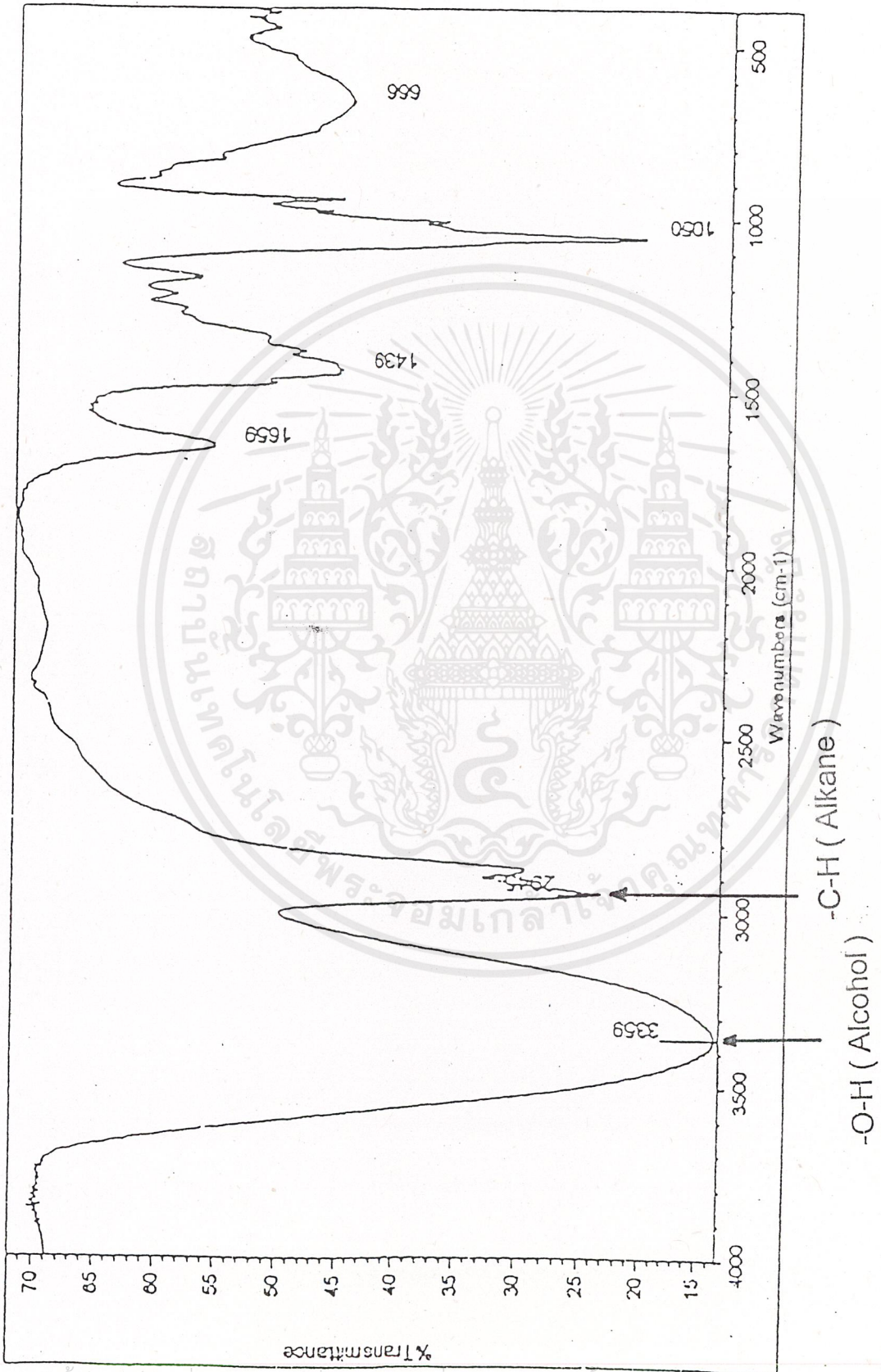
รูปที่ 4.14 FTIR สเปกตรัมของกรดปาล์มิติก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกานำไปใช้



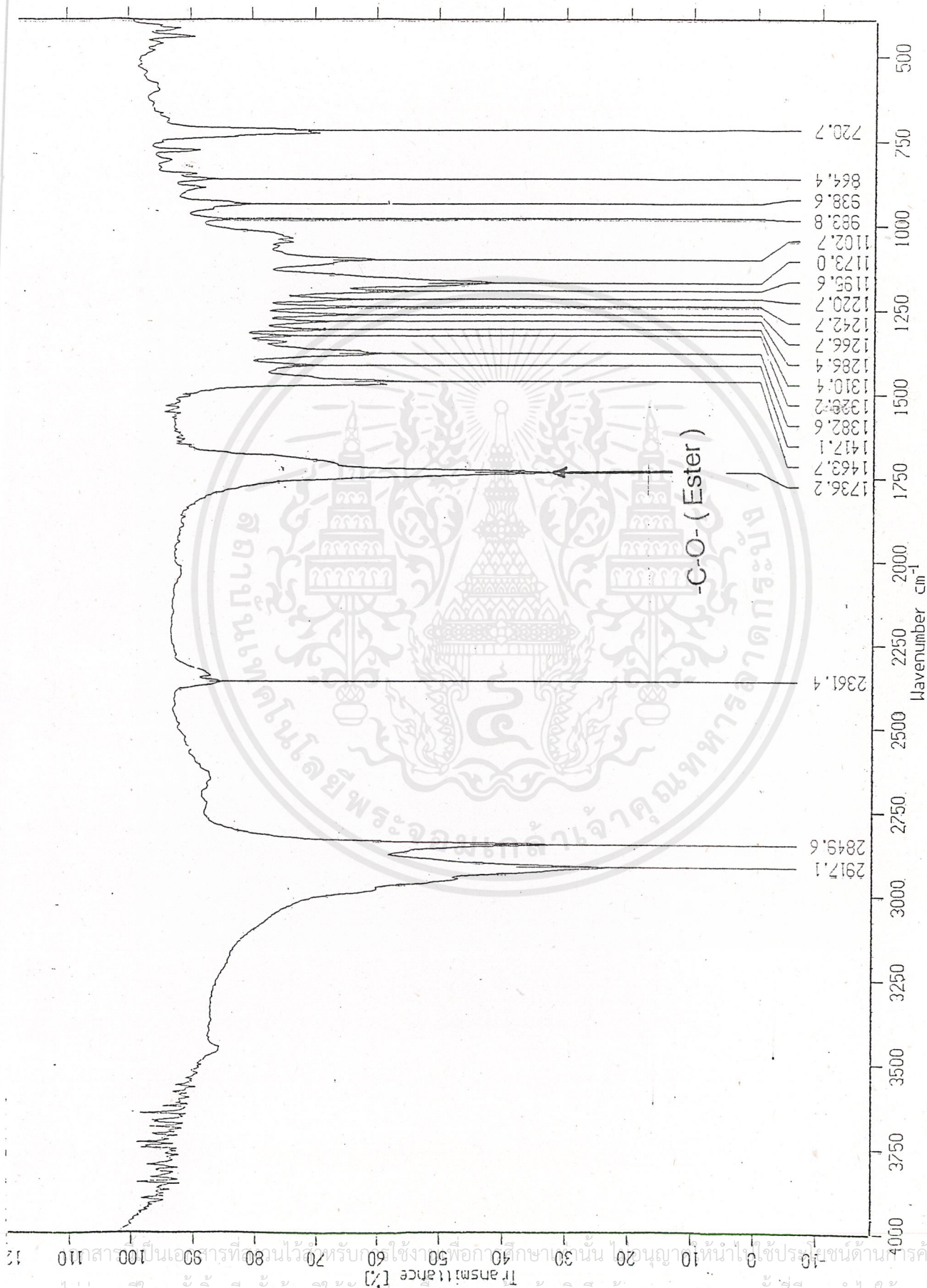
รูปที่ 4.15 FTIR สเปกตรัมของ 1,2-ไดฟีนิลโพรเพนที่ได้ออกหลังจากขั้นตอนการกลั่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.18 FTIR สเปกตรัมของ 2,3-บิวเทนไดออล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

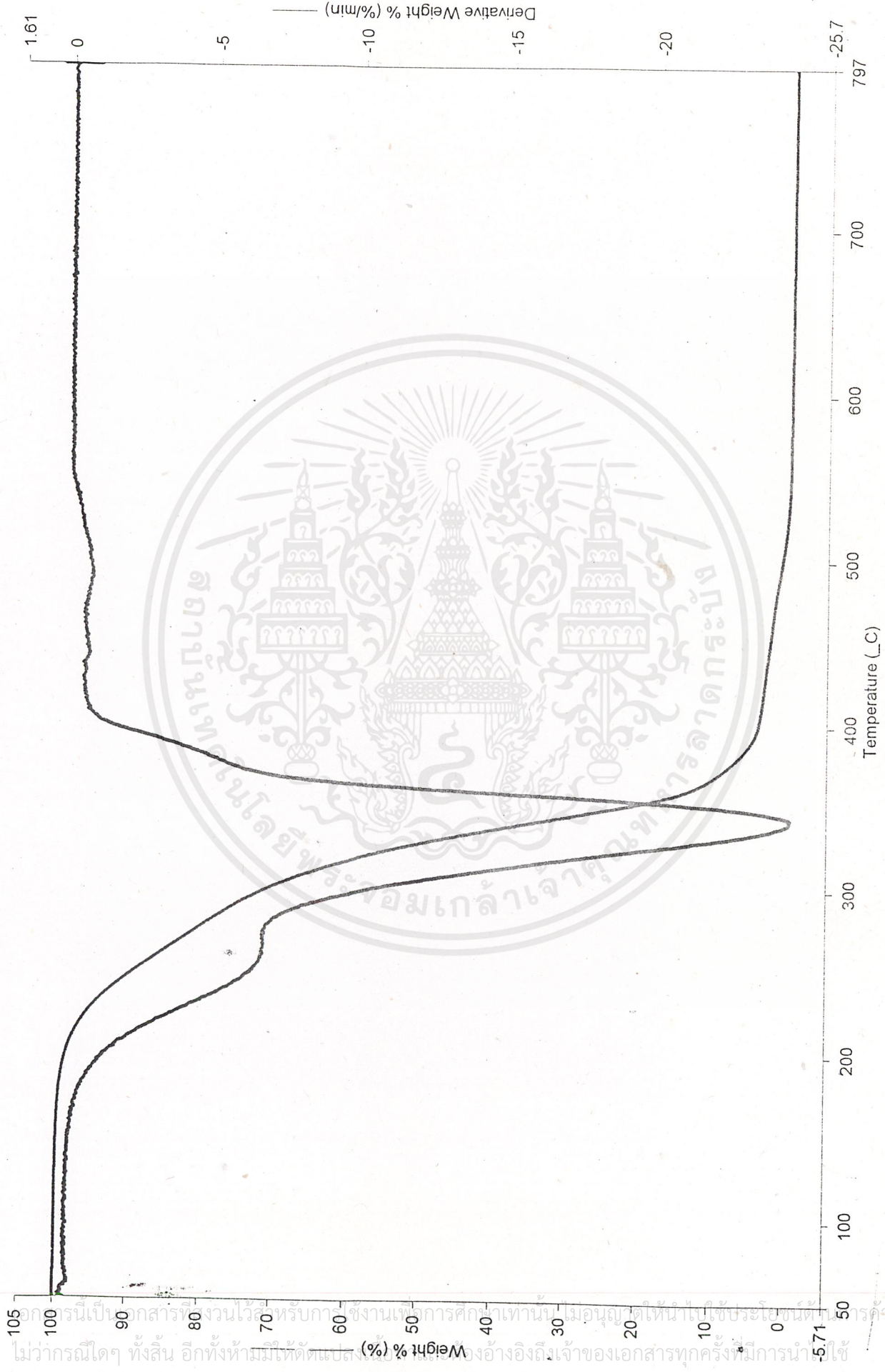


รูปที่ 4.19 FTIR สเปกตรัมของ 2,3-บิวทไนด์ออกพหิตกักกันแบบลดความดัน

ใช้ประโยชน์จากเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้ ไม่ว่ากรณีใดที่สิ้น อีกทั้งยังมีให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

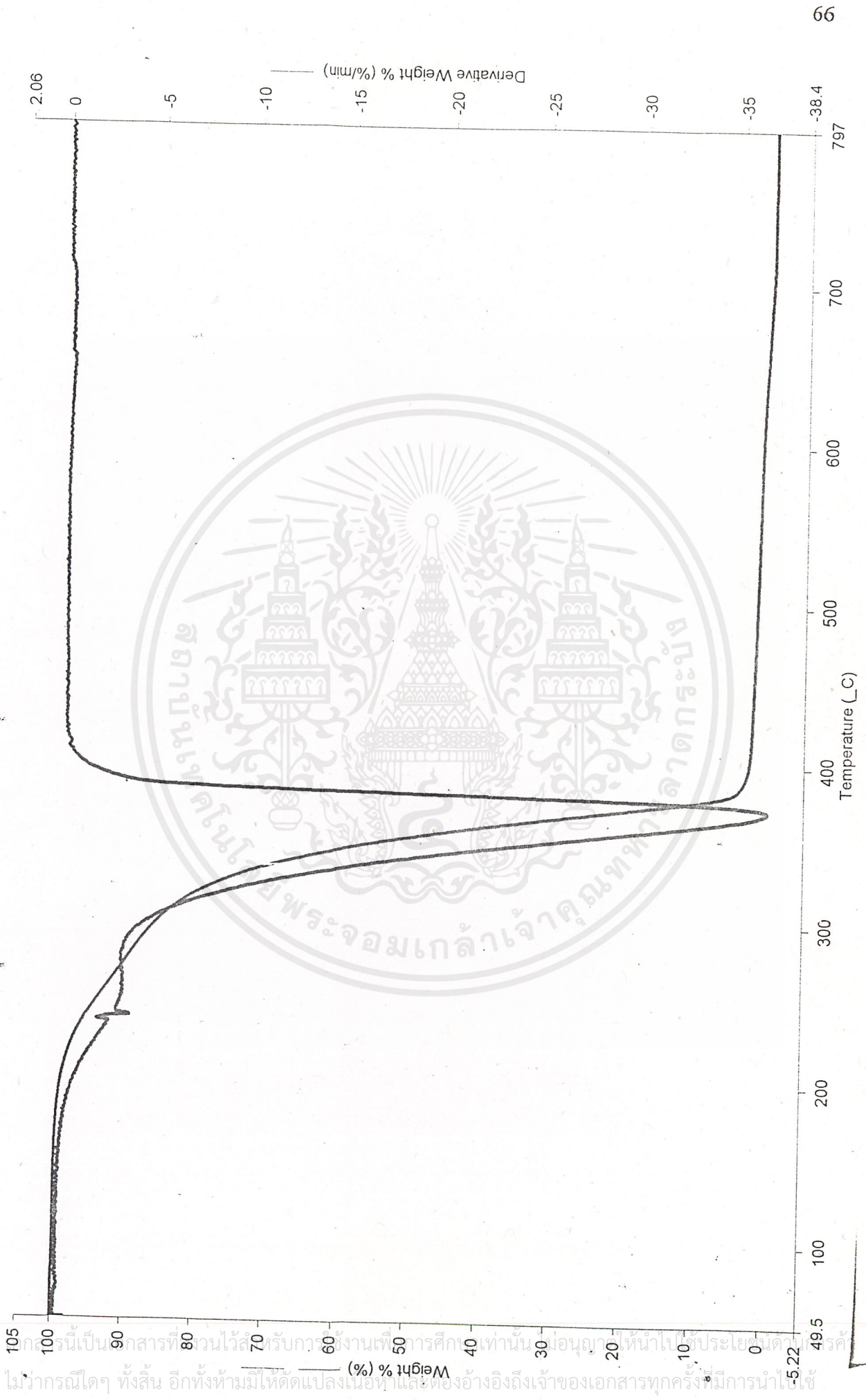


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.20 กราฟ TGA ของ 1,2-ไดฟีนีลเอทาน์

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงอย่างอื่นถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำ



รูปที่ 4.21 กราฟ TGA ของ 2,3-บิสฟีนอลดีคาร์บอเนต



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- Iodine number** = ปริมาณของไอโอดีนที่ถูกดูดซับในเวลาที่กำหนดโดยสารเคมีที่ไม่อิ่มตัว เช่น น้ำมันพืช หรือยาง นิยมใช้ในการวัดความไม่อิ่มตัวของสารประกอบหรือสารผสม
- Saponification number** = น้ำหนักเป็น มิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา Saponification ต่อ ไซมัน น้ำมัน หรือ โซในน้ำหนักกรัม



เอกสารอ้างอิง

1. McConnell, R.L., Joyner, F.B., And Trotter, J.R., Branched Polyester Waxes US 4,481,351(1984).
2. McConnell, R.L., Joyner, F.B., And Trotter, J.R.,Polyester Waxes Bases on Mixed Aliphatic Dibasic Acids. US 4,481,352 (1984).
3. Trotter, J.R., Joyner, F.B., and McConnell, R.L.,Polllyester Waxes Bases on 1,12-Dodecanedioic Acid .US 4,487,919 (1984).
4. Arrandeau, JP., and Patraud J. Cosmetic Make- Up Composition US 4,820,510(1989)
5. Braw, E.A., Cockett M.A., Hexell, J., and Cockett, M.A.Transparent Hot Melt Jet Ink. U5,185,035(1993).
6. Hall , M.J., and Others . Extrudable Thhermoplastic Particulated. US 5,236,649(1993)
7. Craig, M.S. Solid Marking Composition Containing Giltter US 5,261,952(1993)
8. Phatanaphakdee, Kawin .Synthesis of Lubricating Base Oils from Palm Oil. Master's Thesis, Multidisciplinary of Phetrochemistry- Polymer, Graduate School, Chulalongkorn University.
9. Tubthim, Darunee. Synthesis Diester Lubricating Base Oil from Palm Oil.Master's Thesis, Multidisciplinary of Petrochemistry- Polymer, Graduate School, Chulalongkorn University,(1996).
10. Mark,H.F., and Bikales, N.M., Overberger, C.G., and Menges, G. Waxes. Encyclopedia of Polymer Science and Engineering 17(1989) : 784-795.
11. Mark, H.F. and Gaylord, N.G. Waxes Encyclopedia of Polymer Science andTechnology 14(1971) : 768-799.
12. Kirt, R.E., and Othmer, D.F. Waxes . Encyclopedia of Chemical Technology 15(1956): 1-17.
13. Kirt, R.E., and Othmer, D.F. Waxes. Encyclopedia of Chemical Technology(1984):466-497.
14. Albin, W.H. The Chemistry and Technology of wax 2 nd . New York : The Guinn Co., (1960).