

棕榈油基可生物降解润滑剂的制备

马传国, 郭瑞华

(河南工业大学粮油食品学院, 郑州 450001)

摘要: 为制备可生物降解的润滑剂, 该文以棕榈油为原料制备三羟甲基丙烷三酯, 用气相内标法测定三酯的生成率。通过响应面优化后, 三酯的生成率最高为 88.75%, 经分子蒸馏后, 三酯的纯度为 98.6%, 结构经红外光谱和质谱表征。以分子蒸馏后的产品为基础油, PB-1300 (聚异丁烯)、T803B (聚 α -烯烃)、BHT (2,6-二叔丁基对甲酚) 和司苯-80 (山梨糖醇单甘油酯) 为添加剂, 复配得到成品润滑剂。该润滑剂除低温性能与抗氧化能力较差外, 具有很好的黏温性能和安全稳定性、无毒且易生物降解。

关键词: 生物降解, 润滑剂, 制备, 棕榈油

doi: 10.3969/j.issn.1002-6819.2010.11.047

中图分类号: TQ645, TE667

文献标志码: A

文章编号: 1002-6819(2010)-11-0270-05

马传国, 郭瑞华. 棕榈油基可生物降解润滑剂的制备[J]. 农业工程学报, 2010, 26(11): 270-274.

Ma Chuanguo, Guo Ruihua. Synthesis of biodegradable lubricant using palm oil[J]. Transactions of the CSAE, 2010, 26(11): 270-274. (in Chinese with English abstract)

0 引言

传统润滑剂绝大多数是矿物基润滑剂, 它在过去的工农业生产中发挥了很大作用, 但矿物油难以生物降解, 流入到环境必然对环境造成严重污染^[1-2]。近年来, 随着人们对环境问题的日益重视, 有关生物降解润滑剂的研究越来越多。植物油由于有着良好的润滑性、可生物降解性、黏温性和来源广、可再生等特点, 成为一种最具竞争力的可生物降解润滑剂的基础油^[3]。但植物油的氧化稳定性较差, 植物油中除含有 C=C 双键使其易受氧化外, 其甘油分子中的 β -H 是叔氢, 也导致其容易发生热分解反应和消去反应, 造成使用寿命不长。因此可以用不含 β -H 的多元醇替代植物油分子中的甘油, 合成综合性能较好的酯类润滑剂, 三羟甲基丙烷脂肪酸酯是经过改性后的一种产品^[4]。Esa Uosukainen^[5]、Y.Y.Linko^[6]、Robiah Yunus 等^[7-8]采用酯交换方法, E.W.BELL 等^[9]、尹树花等^[10]采用酯化方法, 分别制备了三羟甲基丙烷酯, 产品具有很好的低温性能、抗氧化性能、耐摩擦, 耐磨损, 并且这种酯类合成油具有较好的生物降解性, 是一种性能良好的可生物降解润滑剂。

目前, 以大豆油、菜籽油等制备润滑剂的研究较多, 而以棕榈油制备润滑剂的研究较少。与其他植物油相比, 棕榈油产量大, 成本低, 具有较高的经济和实用价值。因此, 本文以棕榈油为原料, 制备可生物降解润滑剂, 以替代矿物油润滑剂, 降低对环境的污染。

1 材料与方法

1.1 材料及仪器

棕榈油, 天津龙威粮油工业有限公司提供, 酸值 0.16 mg/g, 皂化值 195.07 mg/g, 过氧化值 1.69 mmol/kg, 碘值 66.11 g/100 g; 主要脂肪酸组成, 油酸 47.02%, 棕榈酸 33.24%, 亚油酸 13.23%, 硬脂酸 4.15%, 豆蔻酸 0.90%。十七酸甲酯, 德国迪马公司 (纯度 $\geq 99.5\%$)。

PB-1300 (聚异丁烯), 韩国; T803B (聚 α -烯烃)、司苯-80, 江阴康泰润滑油添加剂有限公司; BHT (2,6-二叔丁基对甲酚), 山东瑞普生化有限公司。

枯草菌、金黄球菌、黄曲霉、青霉、毛霉、酵母、黑根霉、黑曲霉, 河南工业大学生物工程学院提供; 大肠杆菌, 河南农业大学生命科学学院提供。

黏度标准油, 中国石化润滑油公司提供; 发动机推荐用油, 上海通用五菱汽车股份有限公司提供; 双曲线齿轮油, 北京京丰润滑油有限公司提供。

三羟甲基丙烷, CH_3OH , CH_3ONa , NaOH 等均为国产分析纯试剂。

2 英寸刮膜式分子蒸馏器 (美国 POPE 公司), 6890N 型气相色谱仪 (美国安捷伦公司), Prestige-21 傅里叶变换红外光谱仪 (日本岛津公司), 6310 离子阱质谱仪 (美国安捷伦公司), 毛细管黏度计 (浙江椒江玻璃仪器厂), SYD-261 闭口闪点试验器 (上海昌吉地质仪器有限公司), 743-Rancimat 氧化稳定性分析仪 (瑞士万通公司), SPX-250B 生化培养箱 (上海佳胜实验设备有限公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 棕榈油脂肪酸甲酯的制备

棕榈油与甲醇物质的量比为 6:1, 催化剂 (NaOH) 加入量为总质量的 1%

在 250 mL 的三口烧瓶中, 加入 150 g 棕榈油, 预热

收稿日期: 2010-04-09 修订日期: 2010-11-05

作者简介: 马传国 (1966—), 男, 河南商城人, 教授, 主要从事油脂化学与工艺学方面的教学与科研工作。郑州 河南工业大学粮油食品学院, 450001。Email: mcg@haut.edu.cn.

至 55℃ 后, 加入 NaOH 甲醇溶液, 温度控制在 55℃, 反应 50 min。反应结束后静置分层, 分出下层甘油, 上层液先用稀的 HCl 溶液中和, 再用蒸馏水洗至中性, 然后减压蒸馏, 蒸出甲酯。

1.2.2 三羟甲基丙烷三酯的制备及分离纯化

称取 30 g 棕榈油脂肪酸甲酯, 预热至 60℃ 以后, 按物质的量比加入一定量的三羟甲基丙烷, 在减压条件下升温至反应温度后, 按比例迅速加入催化剂 (CH_3ONa), 在一定温度, 反应一定时间, 反应结束后, 取适量反应样品于试管中, 用石油醚充分溶解后点样于薄层板上, 展开剂石油醚: 无水乙醚: 乙酸的体积比 90: 10: 1, 展开后用二氯荧光素显色。取下甲酯、三酯、脂肪酸、二酯和一酯后, 分别加入相同量的十七酸甲酯, 进行气相分析^[11-12]。

$p =$

$$\frac{(100-a_2)/a_2}{(100-a_1)/a_1 + (100-a_2)/a_2 + (100-a_3)/a_3 + (100-a_4)/a_4 + (100-a_5)/a_5} \quad (1)$$

式中, p 为棕榈油甲酯通过酯交换生成三酯的物质的量分数; a_1, a_2, a_3, a_4 和 a_5 分别为十七酸在甲酯、三酯、脂肪酸、二酯和一酯脂肪酸组成分析中所占的物质的量分数。

酯交换反应中

$$q = \frac{n_1 \times p / 3}{n_2} \times 100\% \quad (2)$$

式中, q 为三酯的生成率; n_1 和 n_2 分别为棕榈油脂肪酸甲酯和三羟甲基丙烷的添加量, mol。

采用美国 POPE 公司生产的 2 英寸刮膜式分子蒸馏器, 对产品进行分子蒸馏。因受真空度及温度的限制, 无法蒸出二酯, 因此在分子蒸馏前, 先使混合样在 170℃, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 催化下与过量的硬脂酸反应, 使未反应的二酯和一酯尽量生成三酯后再分子蒸馏。分子蒸馏后, 产品中除含有三羟甲基丙烷三酯外, 还含有少量的三羟甲基丙烷二酯。取适量分子蒸馏后的产品于试管中, 用石油醚充分溶解后点样、展开、显色。取下三酯和二酯后, 分别加入相同量的十七酸甲酯, 进行气相色谱分析。

$$g = \frac{(100-e_1)/e_1}{(100-e_1)/e_1 + (100-e_2)/e_2} \quad (3)$$

式中, g 为三酯的纯度; e_1 和 e_2 分别为十七酸在三酯和二酯脂肪酸组成分析中所占的物质的量分数。

1.2.3 三羟甲基丙烷三酯的结构表征

取少量样品涂在 KBr 压片上, 用岛津 Prestige-21 傅里叶变换红外光谱仪进行扫描。

产品用甲醇溶解后, 用安捷伦 6310 型电喷雾质谱仪分析。

1.2.4 润滑剂的复配

按比例称取一定量的基础油和添加剂, 分别加热至 55℃, 逐次加入添加剂且每加入一种添加剂, 须使之与基础油充分搅拌至完全相溶后, 再加入其他添加剂。

1.2.5 润滑剂氧化稳定性分析

称取 3 g 润滑剂于反应管中, 加热温度设为 110℃,

空气流量设为 15 L/h, 用 743-Rancimat 氧化稳定性分析仪测定原料棕榈油、合成润滑剂和市售石油基润滑剂的诱导时间^[13-14]。

1.2.6 润滑剂生物降解性评价

称取 10 g 润滑剂, 加入 0.05 g 的鸡蛋清作为氮源(在合成棕榈油润滑剂和市售石油基润滑剂中均添加), 在常温下搅拌使之完全混合, 混匀后置于培养皿中, 然后依次接入大肠杆菌、枯草菌、金黄球菌、黄曲霉、青霉、毛霉、酵母、黑根霉、黑曲霉 9 种菌种, 摇匀后置于生化培养箱中在 29℃ 温度下培养, 并以无接种润滑剂作为对比, 观察微生物在润滑剂中的生长情况。

1.2.7 数据分析

用 design-expert6.0.10 软件对三羟甲基丙烷三酯的生成率进行回归分析, 并确定三酯生成率最高的工艺条件。

2 结果与分析

2.1 三羟甲基丙烷三酯最佳制备条件的确定

在考虑了棕榈油脂肪酸甲酯和三羟甲基丙烷物质的量比、催化剂加入量、反应温度和反应时间各因素对三酯生成率影响的基础上, 进行 4 因素 3 水平响应面试验, 以三酯生成率作为响应值, 结果见表 1。

表 1 各处理组的三酯生成率

Table 1 Production rate of tri-ester of treatments

序号	A 甲酯和三羟甲基丙烷物质的量比	B 催化剂加入量 /%	C 反应温度 /℃	D 反应时间 /h	三酯生成率 /%
1	8	0.8	160	7	85.1
2	7	0.8	160	6	78.8
3	6	1.0	170	8	82.8
4	8	1.0	170	6	80.1
5	7	0.8	160	7	87.6
6	7	0.6	160	7	83.5
7	7	0.8	160	8	85.3
8	7	0.8	160	7	87.5
9	7	0.8	160	7	87.7
10	6	0.6	170	6	68.8
11	7	0.8	160	7	87.5
12	8	1.0	150	6	64.4
13	6	0.8	160	7	85.2
14	7	1.0	160	7	86.5
15	7	0.8	160	7	87.6
16	7	0.8	150	7	85.4
17	6	1.0	150	8	81.9
18	7	0.8	170	7	87.6
19	8	0.6	150	8	74.9
20	8	0.6	170	8	77.0
21	6	0.6	150	6	77.4

对表 1 数据, 用 design-expert6.0.10 软件进行多元回归分析, 其方差分析见表 2。

运用 design-expert6.0.10 软件对 21 个试验点的响应值(三酯生成率)进行分析得出该模型的 F 值为 5124.43, 并且该模型回归效果显著。B、C、D、 A^2 、 B^2 、 C^2 、 D^2 、AC、BC、BD、CD 各项对三酯生成率的影响显著, 其影

响大小依次为： $AC>D^2>BC>D>B^2>A^2>C>BD>B>C^2>CD$ 。

该设计还得到三酯生成率（ Y ）对各因素的二次多元回归模型为

$$Y=87.59-0.05A+1.50B+1.23C+3.25D-2.44A^2-2.59B^2-1.09C^2-5.54D^2+0.01AB+3.19AC+0.11AD+2.89BC+1.76BD-0.51CD$$

(4)

对回归模型进行分析，确定最佳工艺条件为：棕榈油脂肪酸甲酯和三羟甲基丙烷摩尔比为 7.3：1，催化剂加入量为 0.86%，反应温度为 168℃，反应时间为 7 h，三酯生成率预测为 89.17%，在此条件下进行验证试验，三酯生成率为 88.75%，与预测值相比误差小于 1%。因此，利用响应面设计得到的优化结果是合理可靠的。

表 2 回归模型方差分析

Table 2 Variance analysis of regression model

变异来源	平方和	自由度	均方	比值 F	显著水平	显著性
模型	846.85	14	60.49	5 124.43	<0.0001	显著
A	0.00	1	0.00	0.42	0.5393	
B	4.50	1	4.50	381.22	<0.0001	显著
C	15.13	1	15.13	1 281.67	<0.0001	显著
D	21.13	1	21.13	1 789.63	<0.0001	显著
A^2	15.24	1	15.24	1 291.06	<0.0001	显著
B^2	17.17	1	17.17	1 454.45	<0.0001	显著
C^2	3.05	1	3.05	258.51	<0.0001	显著
D^2	78.44	1	78.44	6 645.52	<0.0001	显著
AB	0.00	1	0.00	0.02	0.8891	
AC	81.28	1	81.28	6 885.83	<0.0001	显著
AD	0.02	1	0.02	1.72	0.2382	
BC	66.70	1	66.70	5 650.67	<0.0001	显著
BD	4.97	1	4.97	421.06	<0.0001	显著
CD	2.10	1	2.10	178.01	<0.0001	显著
残差	0.07	6	0.01			
失拟	0.04	2	0.02	3.06	0.1563	不显著
误差	0.03	4	0.01			
合计	846.92	20				

2.2 三羟甲基丙烷三酯的纯度分析

酯交换得到的产品中除含有三羟甲基丙烷三酯外，还有未反应的棕榈油脂肪酸甲酯、三羟甲基丙烷单酯、三羟甲基丙烷二酯以及反应中生成的少量脂肪酸，因此，采用分子蒸馏经三级蒸馏对产品分离纯化。分子蒸馏后产品中除含有三酯外仅含有少量的二酯，其分离条件和分离结果如表 3 所示。

表 3 分子蒸馏结果

Table 3 Results of molecular distillation

蒸馏级数	蒸馏温度/ ℃	真空度/ Pa	进料速度/ (mL·h ⁻¹)	分离产物
一级蒸馏	150	13	200	蒸出大部分甲酯和脂肪酸
二级蒸馏	220	13	150	蒸出剩余的甲酯和部分一酯
三级蒸馏	260	3	100	蒸出剩余的一酯

分子蒸馏后，三酯和二酯的脂肪酸组成中十七酸的物质的量分数分别为 1.96%和 58.24%，由式（3）得三酯

的纯度为 98.6%。

2.3 三羟甲基丙烷三酯的结构表征

2.3.1 傅立叶变换红外光谱分析

三羟甲基丙烷三酯的红外光谱如图 1 所示，2 850 和 1 740 cm⁻¹的吸收峰是酯羰基 C=O 的伸缩振动吸收峰，1 160 cm⁻¹的吸收峰是典型酯 C-O-C 单键的伸缩振动吸收峰，而 3 500 cm⁻¹附近无羟基-OH 的特征吸收峰，与结构相符，从而证实所得产物确为三羟甲基丙烷三酯。

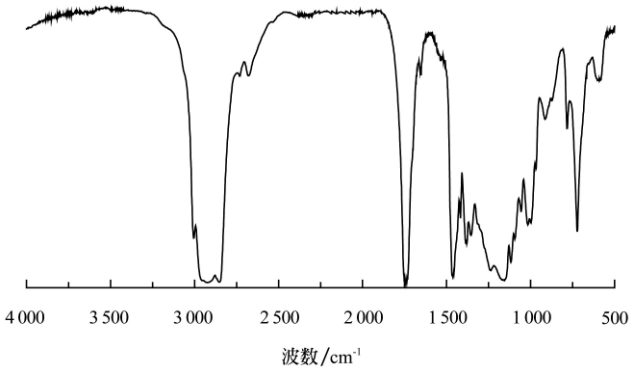


图 1 三羟甲基丙烷三酯的红外光谱

Fig.1 FTIR spectra of trimethylolpropane tri-ester

2.3.2 质谱分析

采用电喷雾电离正离子扫描模式，其质谱见图 2，鉴于棕榈油为混合物，分子种类繁多，只能对部分质谱峰进行解析，以证明产品结构。解析结果见表 4，结合棕榈油的脂肪酸组成以及三羟甲基丙烷三酯的结构，说明产品确为三羟甲基丙烷三酯。

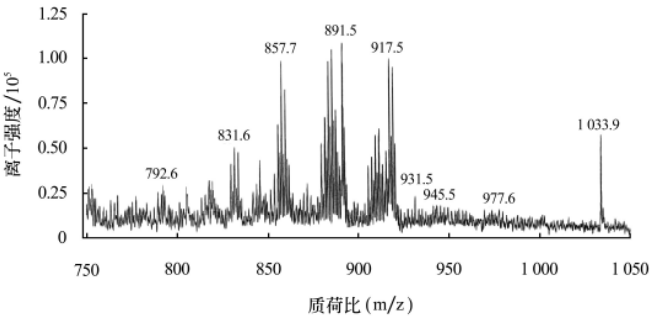


图 2 三羟甲基丙烷三酯的质谱图

Fig.2 MS spectra of trimethylolpropane tri-ester

表 4 三羟甲基丙烷三酯的质谱解析

Table 4 MS analysis of trimethylolpropane tri-ester

电喷雾电离-质谱峰	解 析	脂肪酸组成
792.6	792.6=80.06(C ₆ H ₈)+228.21×2+256.24+H ⁺	C _{14:0} 、C _{16:0}
831.6	831.6=80.06+228.21×2+256.24+K ⁺	C _{14:0} 、C _{16:0}
857.7	857.7=80.06+228.21+256.24+254.22+K ⁺	C _{14:0} 、C _{16:0} 、C _{16:1}
891.5	891.5=80.06+254.22×2+280.24+Na ⁺	C _{16:1} 、C _{18:2}
917.5	917.5=80.06+254.22+280.24×2+Na ⁺	C _{16:1} 、C _{18:2}
931.5	931.5=80.06+254.22+280.24+278.22+K ⁺	C _{16:1} 、C _{18:2} 、C _{18:3}
945.5	945.5=80.06+282.26+280.24×2+Na ⁺	C _{18:1} 、C _{18:2}
977.6	977.6=80.06+282.26+280.24+312.3+Na ⁺	C _{18:1} 、C _{18:2} 、C _{20:0}
1 033.9	1033.9=80.06+310.29×3+Na ⁺	C _{20:1}

2.4 润滑剂的复配及产品性能指标的测定

以分子蒸馏后的三羟甲基丙烷三酯为基础油，加入 7%的 PB-1300（黏度指数改进剂）、1%的 T803B（降凝剂）、0.2%的 BHT（抗氧化剂）和 3%的司苯-80（防锈剂），复配得到成品润滑剂，并与 2 种市售石油基润滑剂的性能指标进行对比，结果见表 5。

通常情况下，润滑剂的凝点应比使用环境的最低温度低 5~7℃。闪点是润滑剂贮存、运输和使用的 一个安全指标，同时也是润滑剂的挥发性指标。通常情况下，润滑剂的闪点要比使用温度高 20~30℃。

表 5 合成润滑剂和市售石油基润滑剂的性能指标比较

Table 5 Performances comparison of synthetic lubricant and commercial petroleum-based lubricants

项 目	合成 润滑剂	市售发动机 推荐用油	市售双曲 线齿轮油	测定方法
外观(目测)	黄色透 明液体	棕色透 明液体	棕黑色 液体	目测
20℃时密度/(g·cm ⁻³)	0.9189	0.9230	0.9200	GB/T2540-81
黏度等级	150	68	100	GB/T3141-94
40℃运动黏度/(mm ² ·s ⁻¹)	136.1	8.7	9.8	GB/T265-88
100℃运动黏度/(mm ² ·s ⁻¹)	31.5	72.1	92.3	GB/T265-88
黏度指数	147.8	90.8	81.0	GB/T1995-1998
凝点/℃	-7.5	-12.5	-15	GB/T510-83
闪点/℃	179	171	167	GB/T261-83
酸值/(mg·g ⁻¹)	0.27	1.05	0.47	GB/T4945-2002
皂化值/(mg·g ⁻¹)	164.89	0	5.25	GB/T8021-2003
硫酸盐灰分/%	0.03	0.04	0.06	GB/T2433-81
水分/%	0.01	0.75	0.51	GB/T260-77
机械杂质/%	0.01	0.02	0.02	GB/T511-88
腐蚀实验（铜片）	合格	合格	合格	SH/T0195-92
沉淀值	0.1	0.1	0.05	SH/T0024-90
折射率	1.4715	1.5071	1.5053	GB/T5527-85

由表 5 可知，与 2 种市售石油基润滑剂相比，合成 润滑剂具有很好的黏温性能和安全稳定性，其色泽、酸 值、硫酸盐灰分、水分、机械杂质等指标也优于市售石 油基润滑剂。其低温性能与市售石油基润滑剂相比仍然 存在一定的差距，但与原料棕榈油相比（棕榈油的凝点 为 3.5℃），已经有了明显的改善。

2.5 润滑剂氧化稳定性分析

原料棕榈油、合成润滑剂和市售石油基润滑剂的诱 导时间见表 6。

表 6 棕榈油、合成润滑剂及市售石油基润滑剂的诱导时间

Table 6 Induction time of palm oil, synthetic lubricant and commercial petroleum-based lubricants

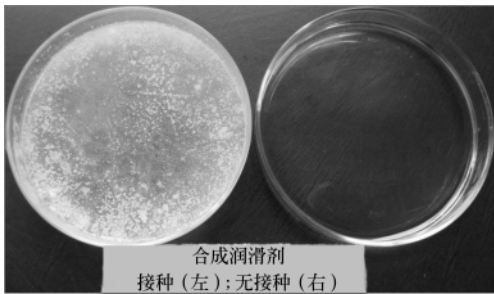
样 品	诱导时间/h
棕榈油	13.52
合成润滑剂	19.99
市售发动机推荐用油	>64
市售双曲线齿轮油	>64

诱导时间越长，表明所测样品的抗氧化能力越好。 由表 6 可得，合成润滑剂的抗氧化能力与市售石油基润 滑剂相比，仍然存在一定的差距，但与原料棕榈油相比， 已经有了明显的提高。

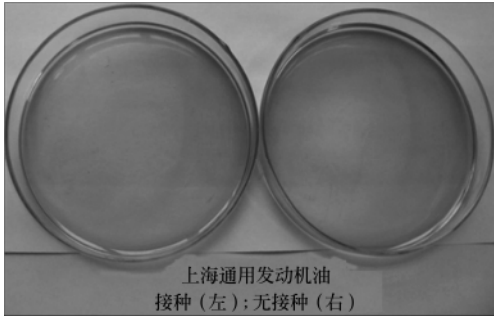
2.6 润滑剂生物降解性评价

润滑剂的生物降解性即润滑剂在微生物作用下分解 的能力^[15]。在降解过程中，微生物大量繁殖，当微生物 数量增加到一定程度时，肉眼即可看到。因此，可以通 过观察微生物在润滑剂中的生长情况来评价润滑剂的生 物降解性。微生物在润滑剂中生长越好，表明润滑剂降 解性越好。碳源和氮源是微生物生长的必备条件，合成 润滑剂中有充足的碳源，但氮源相对缺乏，因此在润滑 剂中可以加入少量的鸡蛋清作为氮源，以促进微生物的 生长。

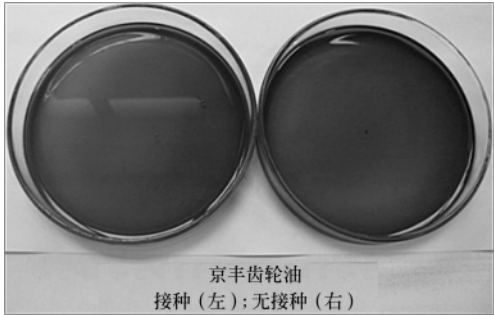
培养 45 d 后，微生物在合成润滑剂中有明显的生长， 见图 3，而在 2 种市售石油基润滑剂中均无明显生长，见 图 4 和图 5，由此证明合成润滑剂与 2 种市售石油基润 滑剂相比，有较好的生物降解性。



a. 合成润滑剂



b. 市售发动机推荐用油



c. 市售双曲线齿轮油

图 3 微生物在不同润滑剂中的生长情况
Fig.3 Growth of microbes in different lubricant

3 结 论

本文采用气相内标法测定三羟甲基丙烷三酯的生成 率，并通过响应面优化得到三羟甲基丙烷三酯的最佳制 备条件为：棕榈油脂肪酸甲酯和三羟甲基丙烷的物质的

量比为 7.3:1, 催化剂加入量为总质量的 0.86%, 反应温度为 168℃, 反应时间为 7 h, 在此条件下三酯的生成率为 88.75%。经分子蒸馏后三酯的纯度为 98.6%, 以分子蒸馏后的产品为基础油, PB-1300 (聚异丁烯)、T803B (聚 α -烯烃)、BHT (2,6-二叔丁基对甲酚) 和司本-80 (山梨糖醇单甘油酯) 为添加剂, 复配得到成品润滑剂。该润滑剂除低温性能与抗氧化能力较差外, 具有很好的黏温性能和安全稳定性、无毒且易生物降解, 是一种可生物降解的润滑剂。

[参 考 文 献]

- [1] 王大璞, 乌学东, 张信刚, 等. 绿色润滑油的发展概况[J]. 摩擦学学报, 1999, 19(2): 181—186.
Wang Dapu, Wu Xuedong, Zhang Xingang, et al. Developing status of green lubricating oils[J]. Tribology, 1999, 19(2): 181—186. (in Chinese with English abstract)
- [2] Loredana P, Cosmina P, Geza B, et al. Basestock oils for lubricants from mixtures of corn oil and synthetic diesters[J]. Tribology Letters, 2001, 10(4): 229—234.
- [3] 李久盛, 张雁燕, 乌学东, 等. 菜籽油环氧化工艺改进和反应条件对粘度影响的研究[J]. 润滑油, 2000, 15(6): 53—55.
Li Jiusheng, Zhang Yanyan, Wu Xuedong, et al. Study on the improvement of the epoxidation technique of rapeseed oil and the effects of the reaction conditions of the viscosity[J]. Lubricating Oil, 2000, 15(6): 53—55. (in Chinese with English abstract)
- [4] 王素琴, 张泰铭, 廖德仲, 等. 制备绿色润滑剂三羟甲基丙烷酯的催化酯化新工艺[J]. 精细化工中间体, 2006, 36(6): 41—43.
Wang Suqin, Zhang Taiming, Liao Dezhong, et al. The synthesis of TMP oleate[J]. Fine Chemical Intermediates, 2006, 36(6): 41—43. (in Chinese with English abstract)
- [5] Uosukainen E, Linko Y Y, Lamsa M, et al. Transesterification of trimethylolpropane and rapeseed oil methyl ester to environmentally acceptable lubricants[J]. Journal of the American Oil Chemists' Society, 1998, 75(11): 1557—1563.
- [6] Linko Y Y, Tervakangas T, Lamsa M, et al. Production of trimethylolpropane esters of rapeseed oil fatty acids by immobilized lipase[J]. Biotechnology Techniques, 1997, 11(11): 889—892.
- [7] Yunus R, Ooi T L, Fakhru'l-Razi A, et al. A simple capillary column gc method for analysis of palm oil-based polyol esters[J]. Journal of the American Oil Chemists' Society, 2002, 79(11): 1075—1080.
- [8] Yunus R, Fakhru'l-Razi A, Ooi T L, et al. Kinetics of transesterification of palm-based methyl esters with trimethylolpropane[J]. Journal of the American Oil Chemists' Society, 2004, 81(5): 497—503.
- [9] Bell E W, Cowan J C, Gast L E. Potential lubricants for continuous casting of steel: Polyol esters of partially hydrogenated soybean acids[J]. Journal of the American Oil Chemists' Society, 1972, 49(10): 552—554.
- [10] 尹树花, 韩毅. 绿色润滑剂三羟甲基丙烷酯的合成及应用研究[J]. 化学工程师, 2009, 23(10): 38—41.
Yin Shuhua, Han Yi. Study on synthesis of green lubricating trimethylolpropane oleic acid ester and application[J]. Chemical Engineer, 2009, 23(10): 38—41. (in Chinese with English abstract)
- [11] 毕艳兰, 刘润哲, 王宏雁, 等. 响应面法优化脂肪酸乙酯的制备[J]. 河南工业大学学报: 自然科学版, 2008, 29(5): 6—9.
Bi Yanlan, Liu Runzhe, Wang Hongyan, et al. Response surface methodology applied to optimization of fatty acid ethyl production[J]. Journal of Henan University of Technology: Natural Science Edition, 2008, 29(5): 6—9. (in Chinese with English abstract)
- [12] 邱寿宽, 毕艳兰, 杨天奎, 等. Lipozyme RM IM 酶促豆油甘油解制备甘二酯的研究[J]. 郑州工程学院学报, 2004, 25(1): 33—36.
Qiu Shoukuan, Bi Yanlan, Yang Tiankui, et al. Lipozyme RM IM catalyzed glycerolysis of soybean oil to produce diglycerides[J]. Journal of Zhengzhou Institute of Technology, 2004, 25(1): 33—36. (in Chinese with English abstract)
- [13] 张若梅. 油脂抗氧化稳定性测试[J]. 粮油食品科技, 2001, 9(4): 13—14.
- [14] Liu B G, Du J Q, Zeng J, et al. Characterization and antioxidant activity of dihydromyricetin-lecithin complex[J]. Eur Food Res Technol, 2009, 230(2): 325—331.
- [15] 韩恒文, 李勇, 黄作鑫. 润滑剂生物降解性能试验方法研究进展[J]. 润滑油, 2008, 23(3): 1—6.
Han Hengwen, Li Yong, Huang Zuoxin. Research progress of the biodegradability test methods for lubricants[J]. Lubricating Oil, 2008, 23(3): 1—6. (in Chinese with English abstract)

Synthesis of biodegradable lubricant using palm oil

Ma Chuanguo, Guo Ruihua

(College of Grain, Oil and Food, Henan University of Technology, Zhengzhou 450001, China)

Abstract: In order to get biodegradable lubricant, trimethylolpropane tri-ester was prepared using palm oil as material. Gas chromatographic internal standard method was adopted to analysis the production rate of tri-ester. Optimized by response surface methodology, the production rate of tri-ester was up to 88.75%. Purified by molecular distillation, the purity of the tri-ester was up to 98.6%. The structure of tri-ester was confirmed by FT-IR and MS. Then, the tri-ester was compounded with PB-1300 (polyisobutylene), T803B (poly- α -olefin), BHT (2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol) and S-80 (sorbitol monoglycerides), to prepare lubricant. The lubricant had good viscosity-temperature performance and outstanding security stability, and it was also non-toxic and biodegradable.

Key words: biodegradation, lubricant, production, palm oil