

Synlube 제조에 관한 연구

- A Study on Synthesis of Synthetic Lubricants -

정 근 우 (한국화학연구소)

제 1 절 서 론

1. 합성윤활유의 종류 및 역사

합성윤활유(synthetic lubricant)라 함은 현재까지도 계속되고 있는 광유(mineral oil) 전성시대의 광유에 대응되는 말로써 광유계 윤활유로부터 얻기 어려운 높은 점도지수, 낮은 저온 유동성 등의 특성을 얻기 위해 유기 합성 방법에 의해 인위적으로 제조한 윤활유의 총칭이며 작용기의 종류, 합성방법, 등에 따라 다양하게 분류된다.

합성윤활유의 종류에는 합성방법에 따라 폴리머형(P형), 비폴리머형(N형)으로 대별되는데, 폴리머형 합성유에는 Poly-butene, Poly α -olefin, Polyalkylene glycol, Silicon oil, Chlorofluorocarbon, Perfluoroalkyl polyether 등이 있으며, 비폴리머형 합성유에는 Alkybenzene, Dibasic acid ester, Polyolester, Silicate-ester Polyphenylether, Complex ester 등이 포함된다.¹⁾

전자의 경우에는 중합반응 조건을 조절하므로써 여러점도 등급의 합성유들을 얻을 수 있는 반면 후자의 경우에는 분자량이 크지 않으므로 저점도의 것만 얻어지는 것이 특징이다.

위와 같은 여러종류의 합성윤활유들은 1920년대말에 처음으로 생산되기 시작하여 1930년대 초부터 40년대에 걸쳐 Standard Oil of Indiana 사가 Poly- α -olefin²⁾을, 독일의 I.G. 사가 같은 Poly- α -olefin과 ester oil을 생산한 것이 선구라 할 수 있을 것이다.³⁾ 또 U.C.C. 사에서

는 Polyalkylene glycol 을 생산하였다. 이 당시의 합성유들은 수율과 성상이 현재에 비해 보잘것 없는것이었으나 당시로서는 훌륭한 성상의 것 이었으며 독일에서는 2 차대전중 주로 항공기용이나 자동차 엔진용으로 사용하였다.

이와같이 1920년대 말부터 40년대에 걸친 기간을 합성윤활유의 모색기라 할 수 있다.

1950년대 초기에 들어서는 Jet-engine 유의 규격이 제정되어 Di-basic acid ester 계의 oil 이 사용되게 되었으며 인산 ester 의 난연성을 이용하여 항공기 작동유의 용도가 개척되었다.

1960년대에는 Jet-engine 유로서 Polyol ester 가 군과 민간 항공기에 사용되게 되었다. 이와같이 항공기를 시초로 한 특수한 분야에서 정착한 시기가 1950 ~ 1960년대이다. 또 이시기에 Silicon oil, Polyphenylether 을 포함한 합성유가 출현하여 모든 합성유가 갖추어진 시기라고 할 수 있다.

1970년대가 되어 ethylene 으로부터 양질의 α -olefin 을 제조할 수 있는 기술이 축적되면서 우수한 성상의 Poly- α -olefin 이 항공작동유로써 사용되게 되었고 또 자동차의 배기대책과 두번의 석유 쇼크에 의한 에너지절약 동향에 대응한 연비절감으로 긴 수명의 합성 engine 유가 등장하였으며 난연성유는 철강주조장치의 작동유로서도 사용되게 되었다.

또한 gear oil, compressor oil 로서도 합성윤활유의 특징을 이용하게 되었다. 이와같이 70년대에는 범용윤활유로서 주목된 시기이며 60년대 까지 등장한 합성유를 응용하는 연구가 성행한 시기이기도 하다.

80년대에 이르러서는 turbo-engine 용으로써 광유와 혼합한 합성유가 사용되는 등, 범용유로써의 이용이 진행되고 있어 합성유 활용의 징착기간이라고 할 수 있다.

2. P.A.O. 의 종류 및 물성

폴리머형 단화수소계 합성유들은 반응조건에 따라 다양한 물성을 갖는 합성유들을 얻을 수 있으며 공업적으로 이용가능한 P.A.O.들의 종류를 40°C에서의 동점도(kinematic viscosity)등급에 따라 편의상 다음 표 - 1과 같이 구분하고 있다.⁴⁾

표-1의 P.A.O. 등급중 일반적으로 P.A.O. 20 및 P.A.O. 40은 저점도 등급으로 분류하여 주로 항공기용 윤활유 및 최고급 승용차용 엔진오일로써 이용되며 P.A.O. 70 및 P.A.O. 200은 중점도 등급으로 광유와 물성이 비슷하여 매우 다양한 용도를 갖는다. P.A.O. 500 이상은 고점도 등급으로 분류되어 기어오일, 콤프레서오일, 그레이스오일 등의 용도를 갖는다.

표-1. P.A.O.의 등급 및 물성

등급 물성	P.A.O. 20	P.A.O. 40	P.A.O. 70	P.A.O. 200	P.A.O. 500	P.A.O. 1,000
Mwt. avg.	370	570	660	830	1650	1900
KV 40°C	17.07	39.39	71.39	205.3	496.8	1013
KV 100°C	3.70	6.43	9.62	20.57	48.34	86.51
ASTM -V. I.	114	125	124	127	164	176
Pour Point °C	-70	-60	-55	-43	-33	-30
Flash Point °C	200	230	243	264	282	296

3. Ester oil의 종류 및 역사

천연 ester oil인 등, 식물유가 윤활유로 사용된 역사는 기원전 1600년경 부터이다. 그러나 ester계 합성유는 저온성상 및 윤활성을 향상시킬 목적으로 2차대전중 독일과 미국에서 연구를 시작하여 1947년 영국에서 diester oil을 turbo-prop 엔진으로 사용하기 시작하였다.

1963년 심한 내열성에 대한 요구로 인하여 hindered ester oil이 판매되었고 그후 방사유제, 압연유, 작동유, 공기압축기유 등의 풍업용 윤활유 분야에도 응용개발이 진행되어 1973년에는 P.A.O.(poly α -olefin)와 ester oil의 혼합유를 기유(base oil)로 하는 엔진오일이 판매되기 시작하였다.

1974년 석유위기후 에너지 절약과 기계의 고성능화에 따라 합성윤활유의 용도가 확장되면서 합성 ester oil의 생산량도 계속 증가하여 현재에 이르고 있다.

Ester oil의 종류에는 monoester, diester, polyolester 등의 여러 종류가 있으며 그들 가운데 대표적인 몇 가지 ester oil에 대한 물성을 Table 1에 나타내었다.^{5,6)}

Table 1에서 보는 바와 같이 monoester는 1가 alcohol과 1가 carboxylic acid의 ester의 총칭이며 저점도 및 고유동점을 나타내고 방사유제, 냉간압연유의 유성제로써 이용된다. Diester oil은 2가 carboxylic acid와 1가 alcohol의 ester의 총칭으로 저점도, 저유동점의 특성을 나타내고 jet-engine 유의 MIL-L-7808 규격에 맞는 dioctylsebacate와 자동차용 엔진오일로 사용되는 dioctylazelate 등이 있다.

표-2 . Ester oil의 속성 및 출생

Ester oil의 종류	Alcohol	Acid	노화점(cSt)	적도 지수	노화점(°C)	연화점(°C)
Monoester			100°C	40°C		
	2-ethylhexanol	palmitic acid	2.7	8.1	188	0
	2-ethylhexanol	우자지방산	3.1	10.6	166	7
Diester	isodecanol	isostearic acid	3.8	157.2	—	—17.5
	2-ethylhexanol	adipic acid	2.3	7.7	117	—65
	2-ethylhexanol	sebacic acid	3.2	11.6	149	—60
Polyester	2-ethylhexanol	azelaic acid	2.9	10.3	142	—57
	isodecanol	adipic acid	3.6	13.9	151	—
	trimethyl propane	caprylic acid	4.0	17.1	130	—59
	trimethyl propane	oleic acid	9.2	48.3	176	—
	pentaerythritol	caprylic acid	5.4	26.3	144	4
	pentaerythritol	oleic acid	12.9	71.0	182	—20
					277	
					300	

그러나 mono 및 diester oil은 alcohol 기의 β 위치에 수소원자가 있으므로 이 수소가 carbonyl 기의 산소와 약한 수소결합을 하여 6-membered ring을 형성하므로써 이온적으로 끊어지기 쉽기 때문에 비교적 낮은 열분해 온도를 나타낸다. 그러나 neopentyl glycol, trimethylol propane, pentaerythritol 등의 다가 alcohol과 1가 carboxylic acid의 ester oil인 polyol ester의 경우에는 alcohol기의 β 위치에 수소원자가 붙어있지 않으므로 carbonyl 기의 산소원자와 6-membered ring을 형성하지 않는다. 그러므로 열분해에 대한 안정성이 mono 및 diester oil 등에 비해 우수한 것으로 알려져 있다. 따라서 hindered ester oil인 polyol ester oil은 내열성이 크게 요구되는 항공기용엔진유로써 많이 사용된다. 일반적으로 ester oil은 다른 종류의 합성유와 비교할 때 분자량에 비해 점도 및 저온유동성이 낮은 것이 특징이나 가수분해에 대한 안정성이 약한 것이 단점으로 지적되고 있다.

제 2 절 결과 및 고찰

표-3 2상분 혼합제의 소비반응조건 및 물성

속 성	AlCl ₃ 의 Wt.%	농도 밀도 *	반응온도 °C	반응시간 hr.	전화수 ³ %	수율 ⁴ %	선풍식 ⁵ %	K.V. (cst) 40°C	K.V. (cst) 100°C	A.S.T.M. - V.I.
AlCl ₃ - E.G.D.A.	6	0.45	110	6	98	90	30	107.9	13.90	129
AlCl ₃ - N.B.	4	0.7	100	3	96	83	21	108.7	14.46	136
AlCl ₃ - E.B.	6	0.68	140	6	96	81	23	87.98	12.60	140
AlCl ₃ - B.C.	4	0.67	140	5	99	75	43	58.78	9.624	150
AlCl ₃ - E.G.D.E.E.	6	0.5	130	3	90	73	30	81.14	11.95	146
AlCl ₃ - E.G.D.E.E.	6	0.7	90-130	6	98	87	33	69.10	10.00	130

$$1. \ AlCl_3, Wt \% = \frac{AlCl_3, g 수}{1 - decene g 수} \times 100 \quad 4. 수율 = \frac{(중화생성물 - 미반응 olefin)의 GC area \%}{중화생성물의 GC area \%} \times 100 \% \times 100 \%$$

2. AlCl₃에 대한 조작제의 물비 (조작제 / AlCl₃)

$$3. 전화수 = \frac{(증화생성물 - 미반응 olefin)의 GC area \%}{증화생성물의 GC area \%} \times 100 \quad 5. 선형수 = \frac{3중체의 GC area \%}{(증화생성물 - 미반응 olefin - 이중체)의 GC area \%} \times 100 \%$$

표-4 α -olefin에 대한 촉매계의 농도변화가 반응및 반응생성물에 미치는 영향

촉매의 농도 *	전화율%	수율%	선택성%	K.V. 40 °C (cst)	K.V. 100 °C (cst)
0.032	45	30	75	30.07	5.122
0.064	93	61	52	45.74	7.625
0.096	93	70	39	64.68	9.608
0.127	95	78	41	49.90	8.191

* 1-decene 100g(0.714 mole)에 대한 촉매전체의 무게비(촉매계/1-decene) 이때 촉매계의 mole ratio는 $\text{AlCl}_3 : \text{E.G.D.A.} : \text{NiCl}_2 = 1 : 0.4 : 0.15$ 로 고정

표-5 $\text{AlCl}_3/\text{Ethylene glycol diacetate(E.G.D.A.)}/\text{NiCl}_2$ 촉매계의 Ethylene

glycol diacetate(E.G.D.A.)농도변화가 반응및 반응생성물에 미치는 영향

촉매의 농도 *	전화율%	수율%	선택성%	K.V. 40 °C (cst)	K.V. 100 °C (cst)	A.S.T.M. - V.I.
0.2	95	71	50	49.45	8.521	150
0.25	96	65	50	44.66	7.362	128
0.3	90	60	60	33.61	6.506	150
0.35	37	18	68	23.96	5.011	139

1-decene 100g(0.714mole), AlCl_3 4g(0.03 mole)을 사용하였음.
 AlCl_3 에 대한 Ethylene glycol diacetate(E.G.D.A.)의 몰비
 $(\text{E.G.D.A.}/\text{AlCl}_3)$

표 - 6 AlCl_3 / Ethylene glycol diacetate(E.G.D.A.) / NiCl_2 촉매계의 NiCl_2 의 농도변화가 반응 및 반응생성물에 미치는 영향

촉매의 농도 *	전화율%	수율%	선택성%	K.V.40 °C (cst)	K.V.100 °C (cst)	A.S.T.M. - V.I.
0.075	97	70	43	57.23	8.537	123
0.15	98	81	42	45.34	7.373	125
0.225	90	67	50	32.19	6.122	140
0.3 ..	75	45	53	33.58	5.943	124

* AlCl_3 에 대한 NiCl_2 의 몰비 ($\text{NiCl}_2/\text{AlCl}_3$)

1-decene 100g (0.714 mole), AlCl_3 , 4g (0.03 mole)을 사용하였음.

표 - 7 반응시간의 변화가 반응 및 반응생성물에 미치는 영향

반응시간 hr.	전화율 %	수율 %	선택성 %	K.V.40 °C (cst)	K.V.100 °C (cst)	A.S.T.M. - V.I.
1	91	71	46	32.44	6.195	143
2	94	73	46	36.74	6.450	128
3	96	76	42	36.46	6.662	116
5	98	78	40	39.37	6.950	137
22	99	83	38	43.77	7.550	140

표 - 8 용매 사용량의 변화가 반응 및 반응생성물에 미치는 영향

용매 양 *	전화율 %	수 율 %	선택성 %	K.V. 40 °C (cst)	K.V. 100 °C (cst)	A.S.T.M. - V.I.
0.05	97	72	46	37.90	6.525	124
0.11	97	72	50	37.63	6.181	112
0.22	90	67	52	32.19	6.122	141
0.44	75	45	52	32.37	5.755	122

* 1-decene 135 ml (100g)에 대한 용매 (1,1,2,2-tetrachloroethane)
의 부피비

표 - 9 각각의 반응 조건이 전화율, 수율, 선택성, 및 점도에 미치는 영향

반응 조건	전화율 ¹	수율 ²	선택성 ³	점도
AlCl ₃ 농도 증가	+	+	-	+
E.G.D.A. 농도 증가	-	-	+	-
NiCl ₂ 농도 증가	-	-	+	-
반응 시간의 증가	+	+	-	+
용매 양 증가	-	-	+	-

* + : 증가, - : 감소

표-10. 수정된 화적 반응 조건

촉매 조성 (물비)			반응시간 (hr)	용매량 (부피비)	전화율 %	수율 %	선택성 %	K.V. (cSt)	
AlCl ₃	E.G.D.A.	NiCl ₂						40 °C	100 °C
1	0.5	0.225	7	0.05	95	73	60	27.84	5.438

반응조건 : 촉매전체의 무게 : 6.4% (촉매전체의 무게 / 1-decene의 무게 × 100)

반응온도 : 130 °C

표-11 250ml의 최적조건과 동일조건하에서의 실험결과 (4ℓ 규모)

촉매 조성 (물비)			반응시간 (hr)	용매량 (부피비)	전화율 %	수율 %	선택성 %	K.V. (cSt)	
AlCl ₃	E.G.D.A.	NiCl ₂						40 °C	100 °C
1	0.5	0.225	7	0.05	66	48	79	22.40	4.698

반응조건 : 촉매량 : 1-decene의 6.4% (wt %)

○ AlCl₃ : 80 g, E.G.D.A : 43.8g, NiCl₂ : 17.5 g

1-decene : 2,000 g

○ 반응온도 : 130 °C

표-12 AlCl₃ : ethylene glycol diacetate : NiCl₂의 3성분 촉매계 중 ethylene glycol diacetate의 농도변화

E.G.D.A.의 농도	전화율 %	수율 %	선택성 %	용매량 (부피비)	K.V. (cSt)		A.S.T.M. — V.I.
					100 °C	40 °C	
0.5	66	48	79	0.05	4.698	22.40	131
0.475	70	47	80	0.11*	4.368	20.28	126
0.45	95	71	63	0.11*	5.368	27.53	133

이 때 AlCl₃ : NiCl₂ = 1 : 0.225 (물비)로 고정

표-13 용매 대체 실험의 결과

촉매 조성 (물비)			전화율 %	수율 %	선택성 %	K.V. (cSt)	
AlCl ₃	E.G.D.A.	NiCl ₂				40°C	100°C
1	0.45	0.225	90	74	64	28.84	5.538

표-14 화수 olefin의 재사용 실험

촉매 조성 (물비)			전화율 %	수율 %	선택성 %	K.V. (cSt)	
AlCl ₃	E.G.D.A.	NiCl ₂				40°C	100°C
1	0.45	0.225	88	67	68	26.53	5.267

표-15 42 규모의 최적조건과 동일조건 하에서의 실험결과 (Bench 규모)

촉매 조성 (물비)			반응시간 (hr)	총 매 양 (부피비)	전화율 %	수율 %	선택성 %	K.V. (cSt)	
AlCl ₃	E.G.D.A.	NiCl ₂						40°C	100°C
1	0.45	0.225	7	0.11	99	85	47.5	36.17	6.478

표-16 . Ethylene glycol diacetate의 농도 및 반응시간의 변화

촉매의 농도	반응시간 (hr)	전화율 %	수율 %	선택성 %	Kinematic Vis.(cSt)		A.S.T.M. — V.I.
					100°C	40°C	
0.5	4	85	66	61.0	5.033	24.50	136
0.475	4	98	80	51.2	5.747	30.50	133
0.45	7	99	85	47.5	6.478	36.17	133

반응조건 : AlCl₃ : NiCl₂ = 1 : 0.225로 고정 (물비)

용매 : o saturated P.A.O.

c 1-decene 과의 부피비 : 0.11

o 조성 : 삼중체 53%, 사중체 19%, 오중체 7%

표-17 외제 시료와의 물성 비교

물 성	외 제 시 료	합 성 P.A.O.
K.V. 40 °C (cSt)	29.97	25.69
K.V. 100 °C (cSt)	5.768	5.130
A.S.T.M. - V.I.	138	133
Pour point (°C)	- 55.	- 57.5
Flash point (°C)	218	226
A.S.T.M. - color	0.5	0.5
T . A . N.	0.05	0.02
Bromine number	1	1
Chlorine content(ppm)	200	100
Dimer content	0.5	0.05

Diester oil 의 실험실적 합성

표-18 촉매의 종류에 따른 최적 반응조건

촉매의 종류	촉매의 농도 *	반응온도 (°C)	반응시간 (hr)	수율 %
P-TsOH	4	110	5	92
NaHSO ₄	4	110	4	90
1N-HCl	5 (200 ml)	110	4	90
1N-H ₂ SO ₄	4 (200 ml)	110	5	90
IR-210	5	130	4	86
IR-120	5	138	4	85
Filtrol # 20	4	130	4	65

* adipic acid 와의 무게 %

표-19 합성한 diester oil 과 외제 시료의 물성분석 결과.

물성	외제시료	합성 diester oil
T. A. N.	0.024	0.03
100 °C 등점도	5.091 cSt	5.204 cSt
40 °C 등점도	24.77 cSt	25.47 cSt
절도지수	138	137
Pour point	-55 °C	-55 °C
Flash point	225 °C	232 °C
A.S.T.M.-color	1 이하	1 이하

표-20 제조된 합성유 및 광유의 초기 물성

물 성	종 류	합성유(P.A.O+ diester oil)	광유(상용 150N Ist.)
등 점 도	100 °C (cSt)	5.565	5.079
	40 °C (cSt)	28.16	30.46
A.S.T.M.-V.I.		140	98
Pour point (°C)		-55	-12
A.S.T.M.-Color		0.5	1.5
T. A. N.		0.05	0.03

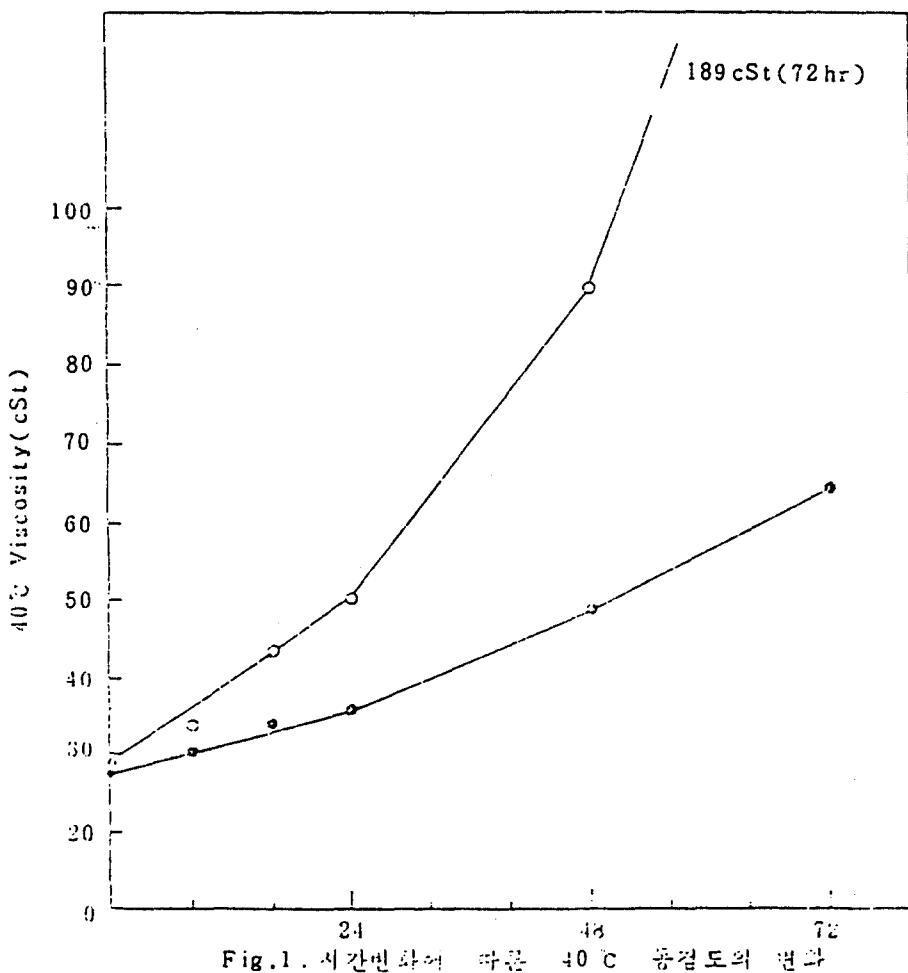


Fig. 1. 시간변화에 따른 40 °C 콩점도의 변화

○ 광유

◐ 합성유

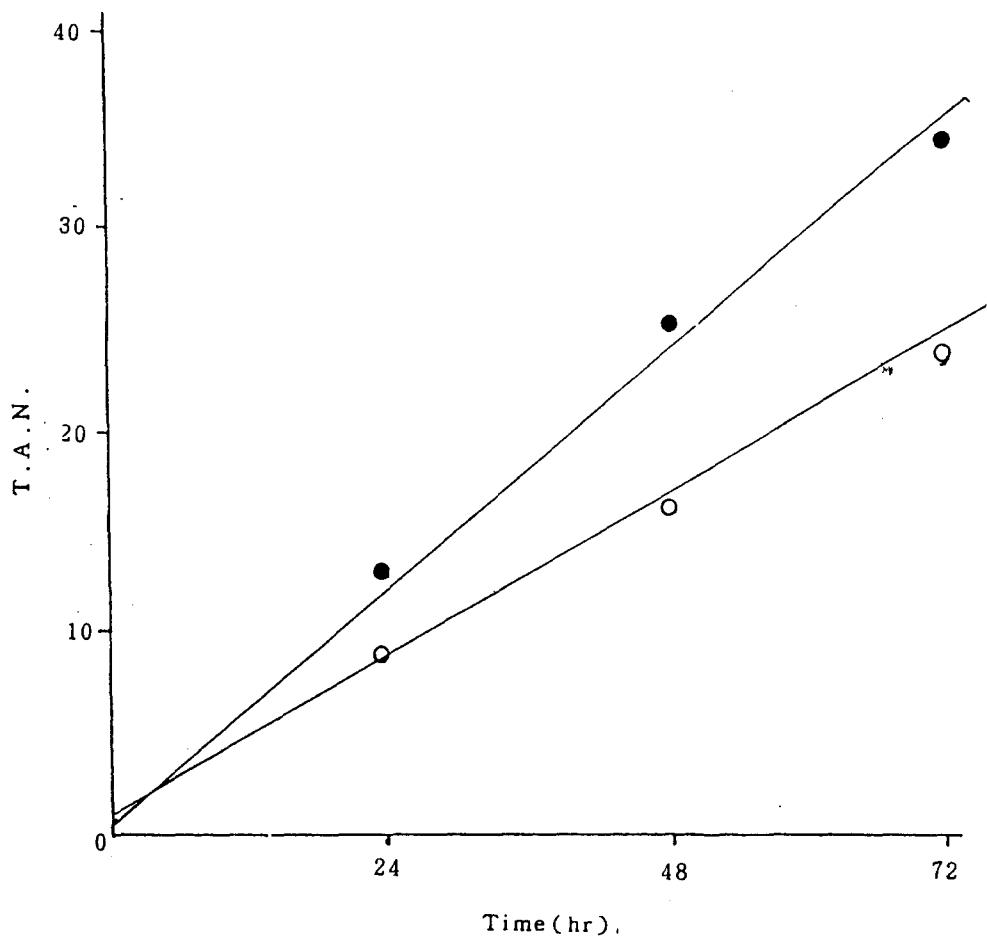


Fig. 2. T.A.N. (total acid number)의 변화

● 광유
 ○ 합성유

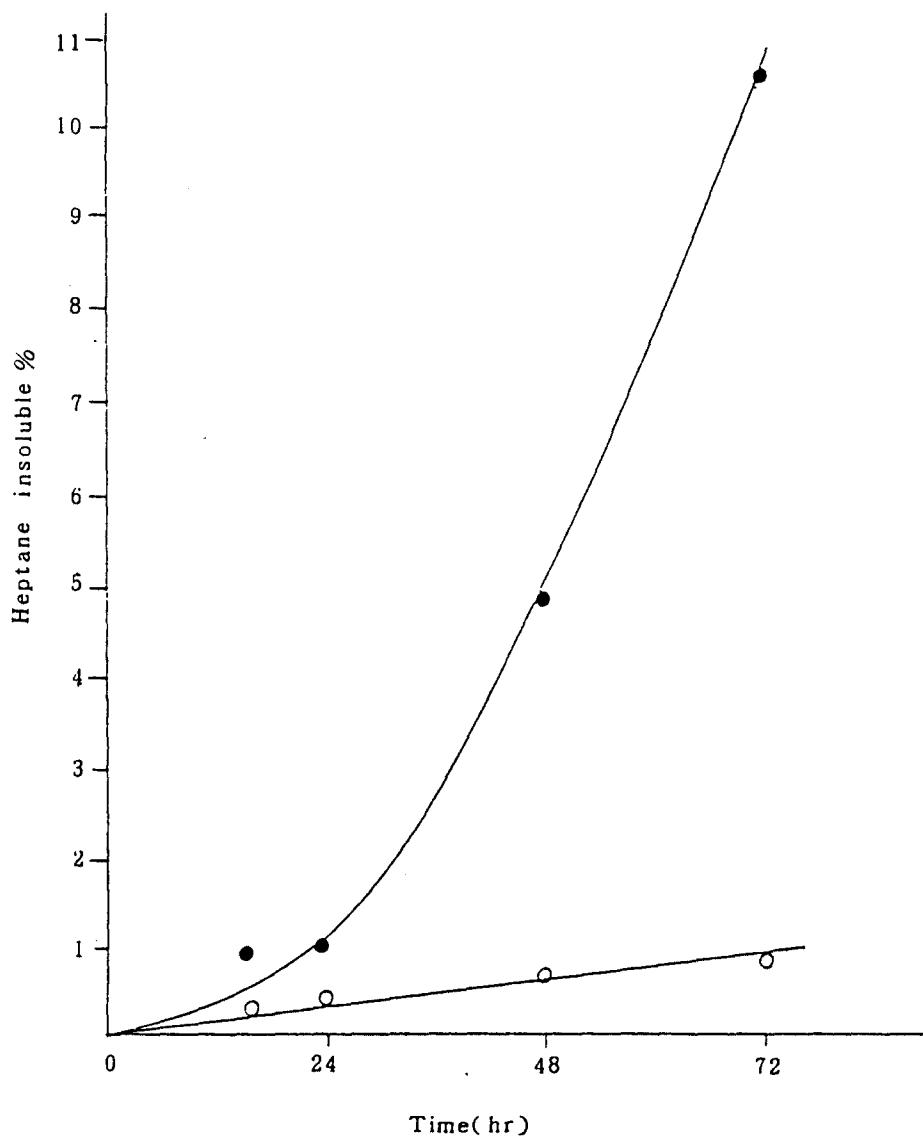


Fig. 3. heptane insoluble sludge의 변화

● 광유
○ 합성유

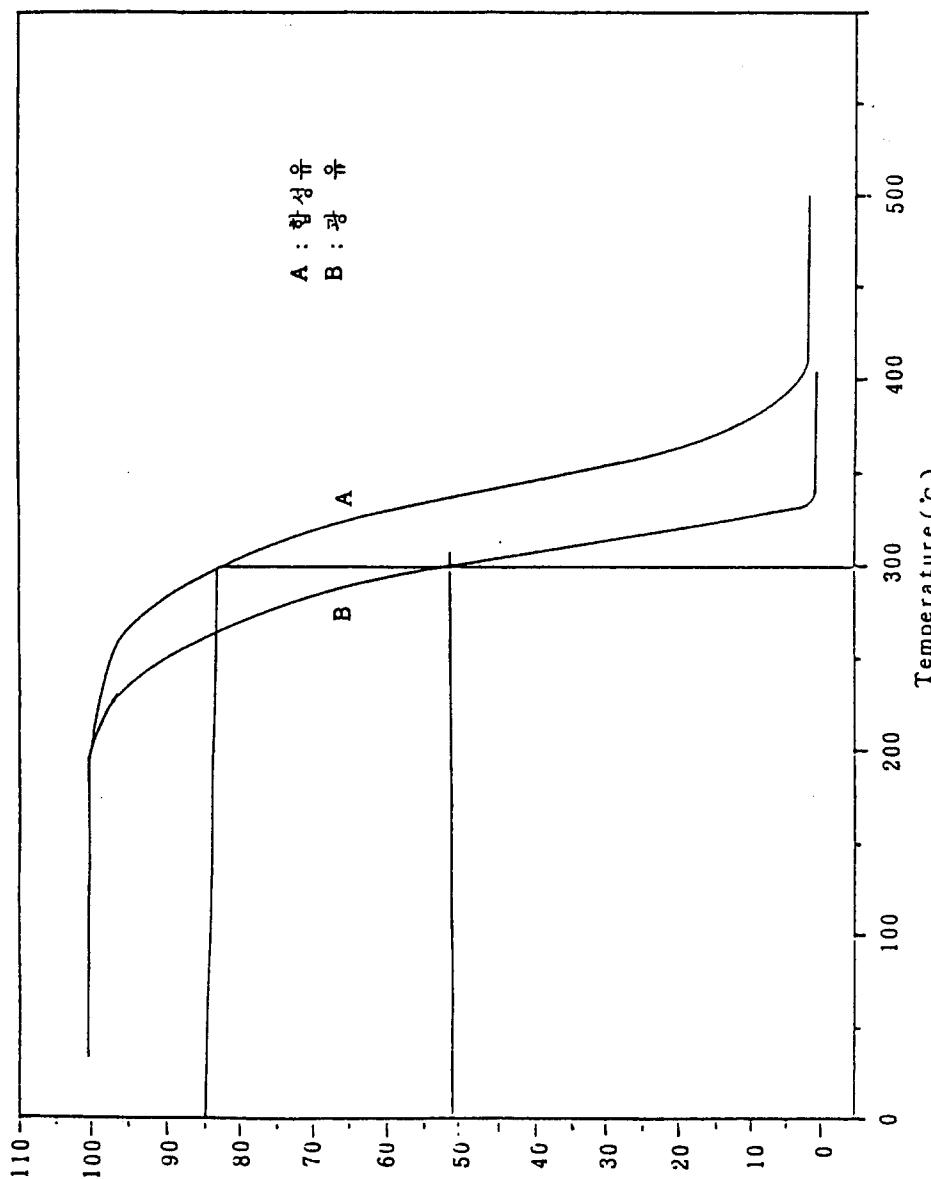


Fig. 4. 열에 대한 안정성 비교 (T.G.A.)

제 3 절 결 론

승용차용 엔진오일로써 사용되는 저점도 등급의 P.A.O. 를 46 규모 실험에 이어 bench 규모로 합성하였다. Bench 규모 합성시 최적증합반응 조건으로 3 성분 촉매계를 사용하며 이때 촉매계의 농도비는 $\text{AlCl}_3 : \text{ethylene glycol diacetate} : \text{NiCl}_2 = 1 : 0.5 : 0.225$ 를 비인 경우가 가장 적절하였다.

용매로는 1,1,2,2,-tetrachloroethane 을 saturated P.A.O. 로 대체하여 사용하였고 사용량은 1-decene 에 대하여 0.11 부피비 이었다. 또한 pilot 규모의 반응을 수행하기 위한 기초자료를 마련하기 위하여 회수된 olefin 의 재사용 실험을 수행하였으며 이때의 반응도 위와 같은 조건으로 실현하여 저점도 등급의 P.A.O. 를 얻을 수 있었다. 불포화 이중결합을 포함한 탄화수소를 포화탄화수소로 전환시키기 위한 수소화반응은 촉매로써 60 % Ni-Kieselguhr 를 중합생성물에 대하여 Ni 의 % 농도가 7 %가 되게 사용하였고 반응압력을 800 psi (54 atm), 반응온도 180 °C 반응시간 7 시간으로 수행하여 브롬가 1, 염소함량 100 ppm의 P.A.O. 완제품을 bench 규모로 제조하였다. 본 실험에서 합성한 저점도 P.A.O. 는 40 °C에서 동점도가 25.69 cSt, 100 °C에서의 동점도가 5.130 cSt 로써 점도지수 및 저온유동점 등의 운송유의 기본물성에 있어서 외재시료와 손색이 없음을 확인하였다.

승용차용 엔진오일로 사용되는 ester oil 은 분석결과 diester oil 의 형태로써 adipic acid 와 $C_{10} \sim C_{14}$ alcohol 을 원료로 사용하였음을 확인한 후 외재시료와 동일한 물성을 갖는 오일을 제조하였다.

분석에 의해 확인된 원료를 사용하고 촉매로써 p-toluene sulfonic acid, NaHSO₄, HCl, H₂SO₄, IR-210, IR120, Filtrol #20 등을 이용하여 esterification 반응을 수행하였다. 이로써 촉매 상호간의 촉매능을 비교하고 금속반응기와의 부식성을 고려하여 p-toluene sulfonic acid를 촉매로 선정하여 30 ℓ의 bench 규모 확대 실험을 수행함으로서 100°C 등점도가 5.204 cSt, 40°C 등점도가 25.47 cSt인 diester oil을 제조하였다.

이는 외제 시료의 물성인 100°C 등점도가 5.091 cSt, 40°C 등점도가 24.77 cSt와 상호 유사한 물성을 갖는 것으로 판명되었다.

본 실험에서 제조한 합성유로써 저점도 등급의 P.A.O.와 diester oil 각각은 점도, 점도지수, 저온유동점, 인화점 등의 윤활유의 물리적 물성뿐만 아니라 A.S.T.M.-color, T.A.N. 등의 화학적 물성 등도 외제 시료와 손색이 없음을 확인하였고 P.A.O.와 diester oil을 8:2 (무게비)로 혼합한 합성유도 역시 윤활유의 기본물성을 만족하는 것으로 확인되었다.

특히 본 실험에서 수행한 열 및 산화안정성의 측정결과로 40°C 등점도의 변화, T.A.N. 값의 변화, heptane insoluble의 변화, T.G.A. 분석결과 등에서 나타난 것처럼 본 실험에서 제조한 합성유는 광유에 비해 열 및 산화안정성이 우수한 것으로 나타났으며 최고급 승용차용 engine oil의 기유(base oil)로 사용하는 경우 광유계에 비해 월등히 뛰어난 performance를 가짐을 알 수 있었다.

따라서 본 실험에서 제조한 ester oil과 P.A.O.는 여러가지 첨가제와의 혼련을 통하여 승용차용 엔진오일의 합성윤활유로써 유용하게 사용될 수 있을 것으로 판단되며 본 실험결과들은 항공기용 윤활유 및 기타 특수 윤활유 제조에 유용하게 이용될 수 있을 것으로 판단된다.

참 고 문 헌

- 1) Tokashiki, M., Petrotech, Vol.18, No.1, 46 (1985)
- 2) Sullivan, F.W., Voorhees, V., Neeley, A.W., Shankland, R.V., Ind. Eng. Chem. 23 (6), 604 (1931)
- 3) Horne, W.A. ibid., 42 (12), 2428 (1950)
- 4) Hiroshi Isa, Journal of Synthetic Lubrication. Vol.3, No. 1, 35 (1986)
- 5) 日本油脂(株) カタログ, Nissan uniser(1985).
- 6) 平野二郎, 油化學, 22 695 (1973).