

**VISCOELASTIC BEHAVIOUR
IN HYDROGENATED NITRILE RUBBER
FOR INDUSTRIAL ROLL APPLICATIONS**



PANJAPORN WONGWITTHAYAKOOL

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF DOCTOR OF PHILOSOPHY
(POLYMER SCIENCE AND TECNOLOGY)
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY
2012**

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

Copyright by Mahidol University

VISCOELASTIC BEHAVIOUR IN HYDROGENATED NITRILE RUBBER FOR INDUSTRIAL ROLL APPLICATIONS

PANJAPORN WONGWITTHAYAKOOL 5038025 SCPO/D

Ph.D. (POLYMER SCIENCE AND TECHNOLOGY)

THESIS ADVISORY COMMITTEE: CHAKRIT SIRISINHA, Ph.D., PONGDHORN SAE-OUI, Ph.D., EKKAWIT PIANHANURAK, Ph.D.

ABSTRACT

Hydrogenated nitrile rubber (HNBR) was mixed with reinforcing fillers, namely, carbon black (CB), silica and organoclay. Cure, viscoelastic and mechanical properties of HNBR filled with various types and loadings of reinforcing fillers were investigated. Fourier transform (FT) rheometry was used to study the non-linear viscoelastic behaviour of filled rubber compounds. Filler loading appears to play a strong role on cure characteristics and non-linear viscoelastic response.

The HNBR vulcanisate hardness of 80 Shore A was of interest in this work as a typical hardness used in industrial rollers, especially steel and paper mill rollers. Such hardness could be achieved by various reinforcing fillers. Among CB, silica and organoclay, the CB was found to be the most effective reinforcing filler, giving good mechanical properties. This was attributed to the superiority in magnitudes of filler dispersion and rubber-filler interaction as evidenced by the broadest linear viscoelastic (LVE) region.

The reinforcement magnitude of N326/N990, N326/N774 and N550/N990 carbon black (CB) hybrid systems in HNBR vulcanisates was compared. The increase in loading portion of CB having larger surface area and/or greater structure in hybrid systems gives rise to the greater magnitudes of CB transient network formation and filler-rubber interaction. The relatively high structure of N550 leads to the high extents of bound rubber and crosslink density, yielding the comparable crosslink density, mechanical and viscoelastic properties of HNBR vulcanisates with N550/N990 and N326/N990 hybrid systems.

Heat build-up (HBU) of HNBR filled with various CB loadings (i.e., 0 to 60 phr) and CB characteristics (i.e., N326, N550, N774 and N990) was determined using Gabometer 4000 flexometer equipped with high load cell of 4000 N. The HBU measured was then correlated with loss modulus measured from RPA 2000, giving the logarithmic relationship of: $HBU_G = 18.019 \ln(G'') - 54.138$ with R^2 of 0.9214. However, the relationship between HBU measured from RPA 2000 and Gabometer 4000 of HNBR vulcanisates filled various CB loadings and characteristics was relatively poor. In other words, the HBU measurement with RPA 2000 could not satisfactorily replace the standard HBU technique in the systems studied.

KEY WORDS: HYDROGENATED NITRILE RUBBER/
VISCOELASTIC PROPERTIES/ FILLER REINFORCEMENT/
FOURIER TRANSFORM REOMETRY/ HEAT BUILD-UP

360 pages

<p>พฤติกรรมหุ่่นหนีดในยางไฮโดรเจนเนตเตดไนไตรล์เพื่อการประยุกต์ใช้ในงานลูกกลิ้งอุตสาหกรรม</p> <p>VISCOELASTIC BEHAVIOUR IN HYDROGENATED NITRILE RUBBER FOR INDUSTRIAL ROLL APPLICATIONS</p> <p>ปีญจพร วงศ์วิทยาคูล 5038025 SCPO/D</p> <p>ปร.ด. (วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีพอลิเมอร์)</p> <p>คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์: ชาคริต สิริสิงห, Ph.D., พงษ์ธร แซ่อูย, Ph.D., เอกวิทย์ เพ็ชรอรุณรักษ์, Ph.D.</p> <p>บทคัดย่อ</p> <p>ยางไฮโดรเจนเนตเตดไนไตรล์ (HNBR) ได้นำมาผสมกับตัวเติมเสริมแรง ได้แก่ เขม่าดำ (carbon black; CB) ซิลิกา (silica) และออร์กาโนเคลย์ (organoclay) และนำไปตรวจสอบพฤติกรรมการวัลคาไนซ์ (cure properties) สมบัติหุ่่นหนีด (viscoelastic properties) และสมบัติเชิงกล (mechanical properties) พบว่าปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ เกิดได้ดีขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณตัวเติมมากขึ้น และจากการศึกษาพฤติกรรมหุ่่นหนีดที่ไม่ใช่เชิงเส้น (non-linear viscoelastic) ของยางคอมพาวด์โดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม (Fourier transform) พบว่าปริมาณของตัวเติมเป็นตัวแปรหลักที่มีอิทธิพลต่อการตอบสนองของการหุ่่นหนีดที่ไม่ใช่เชิงเส้น</p> <p>ในงานวิจัยนี้สนใจยางที่มีความแข็ง 80 Shore A เนื่องจากเป็นความแข็งที่เป็นความแข็งทั่วไปที่ใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตลูกกลิ้งโดยเฉพาะลูกกลิ้งในโรงงานเหล็กและโรงงานกระดาษ ตัวเติมเสริมแรง ได้แก่ เขม่าดำ ซิลิกา และดินขาวนำมาใช้ในการเตรียมยางวัลคาไนซ์ที่มีระดับความแข็งนี้ได้ พบว่าเขม่าดำเป็นตัวเติมเสริมแรงที่มีประสิทธิภาพที่ดีที่สุด เนื่องจากแสดงสมบัติเชิงกลที่ดี ซึ่งสามารถอธิบายได้ด้วยอันตรกิริยาที่คิดว่าระหว่างเขม่าดำและยางไฮโดรเจนเนตเตดไนไตรล์ (CB-HNBR interaction) ดังเห็นได้จากช่วงกว้างของการหุ่่นหนีดเชิงเส้น (linear viscoelastic region) ของยางวัลคาไนซ์</p> <p>เมื่อเปรียบเทียบการเสริมแรงของยางวัลคาไนซ์ที่ผสมกับเขม่าดำลูกผสมในระบบที่แตกต่างกันสามระบบ ได้แก่ ระบบ N326/N990, N326/N774 และ N550/N990 พบว่าการเพิ่มปริมาณเขม่าดำที่มีพื้นที่ผิวและ/หรือโครงสร้างสูงมากขึ้นในระบบลูกผสมส่งผลต่อการเพิ่มปริมาณโครงสร้างตาข่ายชั่วคราวของเขม่าดำ (CB transient network) และทำให้แรงอันตรกิริยาระหว่างเขม่าดำและยางมีมากขึ้น โครงสร้างที่ค่อนข้างสูงของ N550 จะทำให้มีปริมาณยางบาวด์ (bound rubber) และความหนาแน่นเชื่อมขวางมาก ยางวัลคาไนซ์ที่ผสมกับเขม่าดำลูกผสมระบบ N550/N990 จึงมีสมบัติเชิงกลและสมบัติหุ่่นหนีดใกล้เคียงกับยางวัลคาไนซ์ที่ผสมกับเขม่าดำลูกผสมระบบ N326/N990</p> <p>กาทดสอบการสะสมความร้อน (heat build-up; HBU) ของยางไฮโดรเจนเนตเตดไนไตรล์ที่เติมเขม่าดำต่างชนิดกัน (ได้แก่ N326, N550, N774 และ N990) ในปริมาณต่างๆ (ได้แก่ 0 ถึง 60 phr) ทดสอบด้วยเครื่อง Gabometer 4000 flexometer ภายใต้น้ำหนักกดสูงสุด 4000 นิวตัน พบว่าเมื่อนำการสะสมความร้อนที่วัดได้มาสร้างความสัมพันธ์กับค่าโมดูลัสสูญเสียที่วัดจาก RPA 2000 ได้ความสัมพันธ์เชิงลอการิทึมตามสมการ $HBU_G = 18.019 \ln(G'') - 54.138$ โดยมีค่าของความผิดพลาด (R^2) เท่ากับ 0.9214 อย่างไรก็ตาม การสะสมความร้อนของยางไฮโดรเจนเนตเตดไนไตรล์ที่เติมเขม่าดำต่างชนิดกัน (ได้แก่ N326, N550, N774 และ N990) ในปริมาณต่างๆที่วัดจาก RPA 2000 กับ Gabometer 4000 มีความสัมพันธ์ในแง่ที่ไม่ดี หรืออาจกล่าวได้ว่าการวัดการสะสมความร้อนด้วยเครื่อง RPA 2000 ไม่สามารถใช้แทนวิธีมาตรฐานได้ในงานระบบที่ทำการศึกษา</p> <p>360 หน้า</p>
--