

**AN INVESTIGATION OF PEROXIDE/CO-AGENT
CROSSLINKING IN EPDM RUBBER AS AN ALTERNATIVE TO
SULPHUR IN MECHANICAL GOODS**



THANISARARAT SALEESUNG

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF DOCTOR OF PHILOSOPHY
(POLYMER SCIENCE AND TECHNOLOGY)
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY
2014**

Copyright by Mahidol University

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

AN INVESTIGATION OF PEROXIDE/CO-AGENT CROSSLINKING IN EPDM RUBBER AS AN ALTERNATIVE TO SULPHUR IN MECHANICAL GOODS

THANISARARAT SALEESUNG 5338858 SCPO/D

Ph.D. (POLYMER SCIENCE AND TECHNOLOGY)

THESIS ADVISORY COMMITTEE: CHAKRIT SIRISINHA, Ph.D. (RUBBER ENGINEERING), ALASTAIR M. NORTH, D.Sc. (POLYMER SCIENCE), PONGDHORN SAE-OUI, Ph.D. (RUBBER ENGINEERING)

ABSTRACT

The main use of ethylene propylene diene terpolymer (EPDM) is typically for the applications requiring a high service temperature. Therefore, the peroxide crosslinking system is required since the carbon-carbon bond generated possesses higher thermal stability than a sulphidic bond. This system involves a free radical process. There are numerous parameters affecting the crosslink efficiency, and thus product properties. This research focused on 3 types of organic peroxides: dicumyl peroxide (DCP), di(t-butylperoxy)diisopropylbenzene (Luperox F), and 2,5-dimethyl-2,5-di(t-butylperoxy)hexane (Luperox 101). The mixer set temperature, peroxide loading, and scorch controlling were also varied.

The first objective was to investigate the effect of mixer set temperature on processability and properties of EPDM compounds and its crosslinked products. Results obtained revealed that the increase in mixer set temperature leads to a scorching of the rubber compound. The relative amounts of the free radical decomposition products of peroxide play a strong role on network structure and mechanical properties of EPDM vulcanisates.

Results obtained from the second objective, regarding the peroxide loading effect exhibited that the crosslink density and mechanical properties of EPDM vulcanisates can be enhanced by increasing the peroxide loading. Moreover, the correlation of crosslink density determined by NMR and conventional techniques was investigated. The results demonstrated a good agreement between the two techniques.

For the final objective, the delay of scorching by the uses of two types of scorch retarders: (i) the retarder was incorporated into commercial peroxide (SP) and (ii) that was supplied in the commercial co-agent (Saret) and was investigated. The result showed that the SP can alleviate the scorch problem more effectively than the use of Saret.

KEY WORDS: PEROXIDES/ CO-AGENTS/ CROSSLINKING/ EPDM/ SCORCH

150 pages

การศึกษากระบวนการเชื่อมโยงพันธะของยางอีพดีเอ็ม โดยใช้สารเปอร์ออกไซด์และ โคเอเจนต์เพื่อประยุกต์ใช้งาน
ผลิตภัณฑ์ยางเชิงกล

AN INVESTIGATION OF PEROXIDE/CO-AGENT CROSSLINKING IN EPDM RUBBER AS AN
ALTERNATIVE TO SULPHUR IN MECHANICAL GOODS

ธนีสราวัชต์ สาลีสังข์ 5338858 SCPO/D

ปร.ด. (วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีพอลิเมอร์)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ : ชาคริต สิริสิงห, Ph.D. (RUBBER ENGINEERING), อลาสแตร์ เอ็ม. นอร์ท
, D.Sc. (POLYMER SCIENCE), พงษ์ธร แซ่อูย, Ph.D. (RUBBER ENGINEERING)

บทคัดย่อ

ยางอีพดีเอ็มมักนำไปประยุกต์ใช้ในผลิตภัณฑ์ที่ต้องการความทนต่อความร้อนสูง ด้วยเหตุนี้สาร
เปอร์ออกไซด์ควบคู่กับสารโคเอเจนต์จึงนำมาใช้เป็นสารเชื่อมโยงพันธะ เนื่องจากพันธะการเชื่อมโยงโมเลกุลที่ได้
เป็นแบบคาร์บอนต่อกับคาร์บอนซึ่งมีความเสถียรต่อความร้อนสูงกว่าการใช้กำมะถันเป็นสารเชื่อมโยงพันธะ
เนื่องจากกระบวนการเชื่อมโยงพันธะโดยใช้สารเปอร์ออกไซด์เป็นแบบอนุมูลอิสระจึงส่งผลให้มีหลายตัวแปรที่มี
อิทธิพลต่อประสิทธิภาพของการเชื่อมโยงพันธะและสมบัติของยางผลิตภัณฑ์ ในงานวิจัยนี้ตัวแปรที่สนใจศึกษา
คือ ชนิดและปริมาณของสารเปอร์ออกไซด์ อุณหภูมิที่ใช้ในการผสม และการปรับปรุงปัญหาการเกิดการเชื่อมโยง
พันธะก่อนเวลาอันสมควร

งานวิจัยในส่วนแรกเป็นการศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการผสมต่อสมบัติของยางอีพดีเอ็ม จาก
การทดลองพบว่าการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิที่ใช้ในการผสมมีผลต่อการเกิดการเชื่อมโยงพันธะก่อนเวลาอันสมควร
นอกจากนี้พบว่าปริมาณของอนุมูลอิสระที่ได้จากการแตกตัวของสารเปอร์ออกไซด์ส่งผลต่อ โครงสร้างการ
เชื่อมโยงพันธะและสมบัติเชิงกลของยางอีพดีเอ็ม

ในส่วนที่สองเป็นการศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารเปอร์ออกไซด์ต่อสมบัติของยางอีพดีเอ็ม
พบว่าการเพิ่มขึ้นของปริมาณสารเปอร์ออกไซด์ส่งผลให้ความหนาแน่นในการเชื่อมโยงพันธะและสมบัติเชิงกล
ของยางอีพดีเอ็มดีขึ้น นอกจากนี้ได้ใช้เทคนิคอื่นเอ็มอาร์วัดปริมาณความหนาแน่นในการเชื่อมโยงพันธะและทำ
การเปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้กับการใช้เทคนิคดั้งเดิม พบว่าทั้งสองเทคนิคให้ผลการทดลองที่สอดคล้องกัน

สำหรับในส่วนสุดท้ายเป็นการศึกษาการปรับปรุงแก้ไขปัญหาการเกิดการเชื่อมโยงพันธะก่อนเวลา
อันสมควร โดยใช้สารหน่วงการเกิดการเชื่อมโยงพันธะสองชนิด คือ สารSP และ สารSaret จากการทดลองพบว่า
สารSP สามารถปรับปรุงแก้ไขปัญหาการเกิดการเชื่อมโยงพันธะก่อนเวลาอันสมควรได้มีประสิทธิภาพกว่า
สารSaret