A STUDY OF THE EFFECT OF COMPATIBILISERS ON TOUGHENING OF POLYPROPYLENE/SCRAP RUBBER DUST COMPOUNDS

THAWAN LAOSEE

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENTS FOR THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE (POLYMER SCIENCE)

With compliments
of
.....

IN
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY
1997

Copyright © by Mahidol University

ชื่อวิทยานิพนธ์ การศึกษาผลของสารช่วยผสมต่อสมบัติความเหนียวในคอมเปาด์ของโพลีโพรพิลีนกับเศษยาง

ผู้วิจัย ถวัลย์ เล่าซี้

ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์)

คณะกรรมการควบคุมวิยานิพนธ์

ปราณี ภิญโญชีพ, Doctorat de l'Universite' du Maine

Frederick Henry Axtell, Ph.D., F.I.M.

กัลยาณี เปรมเพ็ชร, Ph.D.

วันที่สำเร็จการศึกษา 2 พฤษภาคม พ.ศ. 2540

บทคัดย่อ

วัตถุประสงค์ของการศึกษานี้เพื่อที่จะพยายามนำเศษยางที่วัลคาไนซ์แล้วจากอุตสาหกรรมรองเท้ามาใช้เป็นสารเติมแต่ง (filler) สำหรับโพลีโพรพิลีนและไม่ทำให้การทนต่อแรงกระแทกของโพลีโพรพิลีนลดลง เศษยางที่ใช้มีทั้งหมด 2 ชนิดคือ เศษยางที่ได้จากพื้นรองเท้าชั้นกลาง (เศษโฟมของ EVA ที่วัลคาไนซ์แล้ว) และ เศษยางที่ได้จากพื้นรองเท้าชั้นนอก (เป็นเศษยางผสมระหว่าง NR, BR และ SBR ที่วัลคาไนซ์แล้ว) ในการศึกษาครั้งนี้มีการใช้สารช่วยผสม (compatibiliser) เพื่อที่จะเพิ่มความเข้ากันได้ (compatibility) ของสารผสม สารช่วยผสมที่ใช้ในการศึกษามีทั้งหมด 6 ชนิดคือ SBS, SEBS, SEBS-g-MA, PE-g-MA, PP-g-MA และ PP-g-GMA

จากการเพิ่มของการทนต่อแรงกระแทกพบได้ในที่ใช้ SEBS และ SEBS-g-MA เป็นสารช่วยผสมทั้งในคอมเปาด์ที่เติมเศษยางชั้นกลางและเศษยางชั้นนอก ซึ่งการเพิ่มของการทนต่อแรงกระแทกจะเห็นเด่นชัดที่ 6 และ 10 phr ของสารช่วยผสม โดยเฉพาะที่ 10 phr ของสารช่วยผสม พบว่าค่าการทนต่อแรงกระแทกจะเพิ่มประมาณ 90 % สำหรับ PP/M/SEBS, 68 % สำหรับ PP/M/SEBS-g-MA, 63% สำหรับ PP/O/SEBS และ 86 % สำหรับ PP/O/SEBS-g-MA ส่วนค่าความทนต่อแรงดึงของแต่ละคอมเปาด์

Copyright by Mahidol University

จะลดลงเล็กน้อยเมื่อปริมาณสารช่วยผสมเพิ่มขึ้นแต่ว่าค่าการยืดตัวที่จุดขาดมีค่าเพิ่มขึ้น เช่นในคอมเปาด์ของ PP/M/SEBS ค่าการยืดตัวที่จุดขาดมีค่าเพิ่มขึ้น 450 % ซึ่งการเพิ่มของค่าการทนต่อแรงกระแทกและค่าการยืดตัวที่จุดขาด เชื่อว่ามาจากการลดลงของของแรงตึงผิวที่ระหว่างเฟสของเศษยางกับโพลีโพรพิลีน เป็นผลให้ขนาดของเศษยางมีขนาดเล็กลง

จากรูป SEM พบว่าขนาดของเศษยางจะเล็กลงเมื่อปริมาณ SEBS และ SEBS-g-MA เพิ่มขึ้น และมี fibril ที่เกิดจากการยืดตัวของยาง ซึ่งจากรูป SEM สามารถสรุปได้ว่า SEBS และ SEBS-g-MA ทำหน้าที่เป็นสารช่วยผสมและสารปรับปรุงการทนแรงกระแทกสำหรับคอมเปาด์ของโพลีโพรพิลีนกับเศษยาง ส่วนการเกิดผลึกของคอมเปาด์ศึกษาโดยใช้ DSC ซึ่งแสดงให้เห็นว่า PP-g-MA และ PP-g-GMA จะเป็น nucleating agent ซึ่งทำให้เกิดการตกผลึกของโพลีโพรพิลีนที่อุณหภูมิสูงขึ้น ส่วนกรณีของ SBS, SEBS, SEBS-g-MA และ PE-g-MA จะเป็น retarding agent ซึ่งทำให้โพลีโพรพิลีนตกผลึกที่อุณหภูมิที่ต่ำลง ในการศึกษาลักษณะผลึกด้วย optical microscope พบว่าเมื่อเติมเศษยางลงไปทำให้ลักษณะผลึกเปลี่ยนไปและขอบเขตของผลึกมีความคมน้อยลง ซึ่งในกรณีที่เติม PP-g-MA และ PP-g-GMA ในคอมเปาด์ผลึกจะเป็น microspherulitic แต่ในกรณีที่เติม SBS, SEBS, SEBS-g-MA และ PE-g-MA ผลึกจะยังคงเป็น macrospherulitic

Copyright by Mahidol University

Thesis Title A Study of the Effect of Compatibilisers on Toughening of Polypropylene/Scrap Rubber Dust Compounds

Name Thawan Laosee

Degree Master of Science (Polymer Science)

Thesis Supervisory Committee

Pranee Phinyocheep, Doctorat de l'Universite' du Maine

Frederick Henry Axtell, Ph.D., F.I.M.

Kalyanee Premphet, Ph.D.

Date of Graduation 2 May B.E. 2540 (1997)

ABSTRACT

The objective of this study was to try to reuse the scrap rubber dusts from sports shoe manufacture as fillers for polypropylene (PP) and to maintain the impact properties of PP. Two types of dusts were used, midsole (M, vulcanised EVA foam) and outsole (O, vulcanised rubber blend of NR, SBR and BR). In this study, utilization of a third component called a 'compatibiliser' to improve the compatibility of the mixture was investigated. Six compatibilisers used in this study were Styrene-butadiene-styrene (SBS), Styrene-ethylene-butylene-styrene (SEBS), Maleic anhydride grafted styrene-ethylene-butylene-styrene (SEBS-g-MA), Maleic anhydride grafted polyethylene (PE-g-MA), Maleic anhydride grafted polypropylene (PP-g-MA) and Glycidyl methacrylate grafted polypropylene (PP-g-GMA).

Development of impact strength was found by using SEBS and SEBS-g-MA as the compatibiliser for both compounds filled with

Copyright by Mahidol University

midsole and outsole dusts. The improvement was significant at 6 and 10 phr of the compatibiliser. Especially at 10 phr of the compatibiliser, the impact strength were improved 90 % for PP/M/SEBS, 68 % for PP/M/SEBS-g-MA, 63 % for PP/O/SEBS and 86 % for PP/O/SEBS-g-MA. The tensile strength of each compound was slightly decreased when the compatibiliser loading increased whereas the elongation at break was significantly increased. In the PP/M/SEBS compound the elongation at break was improved 450 %. The enhancement of the impact strength and the elongation at break is believed to arise from reduction of interfacial tension between two phases of the rubber and the PP which results in reduction of the particle size of the fillers.

The scanning electron microscope (SEM) showed the reduction of rubber dust into small rubber particle size of the compound. Some fibrils were observed from the SEM micrographs. From the results of the SEM it can be concluded that SEBS and SEBS-g-MA acted as both a compatibiliser and impact modifier for the PP/scrap rubber dust compounds. The crystallisation behaviour analyzed by differential scanning calorimeter (DSC) suggested that the PP-g-MA and PP-g-GMA acted as nucleating agents giving higher PP crystallisation temperatures whereas the SBS, SEBS, SEBS-g-MA and PE-g-MA acted as retarding agents giving lower crystallisation temperatures. The optical microscopy (crossed polars) observations suggested that the addition of scrap rubber dusts resulted in a less regular spherulite texture and less sharp spherulite boundaries. The crystalline texture showed that with PP-g-MA or PP-g-GMA in the compound microspherulitic texture occurs whereas in the presence of SBS, SEBS, SEBS-g-MA and PE-g-MA the structure is still macrospherulitic.

Copyright by Mahidol University