14 SEP 1999

LIBRARY AND INFORMATION CENTER
MAHIDOL UNIVERSITY

# A STUDY OF CHARACTERISATION AND HOMOGENISATION OF NATURAL RUBBER/NITRILE RUBBER BLEND

ORATHAI SROYSOM

With compliments
of
ภ่ายสถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
(POLYMER SCIENCE)
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY
1999

Copyright by Mahidol University

ISBN 974-662-249-8

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

311462

3836549 SCPO/M : MAJOR : POLYMER SCIENCE; M.Sc.(POLYMER SCIENCE)
KEY WORDS : CHARACTERISATION/ HOMOGENISATION / NATURAL RUBBER/ NITRILE RUBBER/ BLEND/ $^{1}$H NMR/ DMTA

ORATHAI SROYSOM: A STUDY OF CHARACTERISATION AND HOMOGENISATION OF NATURAL RUBBER/NITRILE RUBBER BLEND. THESIS ADVISORS : KRISDA SUCHIVA, Ph.D., KALYANEE PREMPHET, Ph.D., CHAKRIT SIRISINHA, Ph.D. 134 p. ISBN 974-662-249-8

Rubber blends are commonly used in the rubber industry. Most rubber blends separate into two phases, with the major component usually forming the continuous phase and the minor component developing into the dispersed phase. Due to different chemical and physical natures of the rubbers in the two phases, solubilities of the rubber chemicals in the two rubbers or affinities of the two rubbers for chemicals and fillers are different, leading to differential distributions of rubber chemicals, in particular those of the curing agents and fillers, in different rubber phases of the blends. Variation in the crosslink density in different rubber phases influences properties of the blend. To understand and improve the properties of the blend, the crosslink density of each phase must be characterised. In the present study, two characterisation techniques, $^{1}$H-NMR spectroscopy and dynamic mechanical analysis (DMA), were used to estimate the extent of crosslinking in the individual phases of natural rubber (NR)/nitrile rubber (NBR) blends. Besides, the effects of commercial homogenising agent (Struktol 60 NS) on the reduction in size of the dispersed phase and properties of the blends were studied.

It was found that NMR technique could be used to estimate the degree of crosslinking of each rubber in the blend. The extent of crosslink density in NR and NBR phases of (60/40) NR/NBR blend was $2.52 \times 10^{3}$ mole/m$^{3}$ and $3.29 \times 10^{3}$ mole/m$^{3}$ respectively. The results obtained showed that partitioning of the curatives in the two rubbers occurred and the curatives migrated to the more polar rubber (NBR).

DMA could be used to follow the cure behaviours of NR and NBR phases in NR/NBR blends by comparing tan $\delta$ peak height. However, several difficulties were experienced with the use of DMA, making this technique of limited utility.

For the blend systems in which NR (more viscous) was the major component, NBR was observed to be more difficult to disperse in NR and Struktol 60 NS did not appear to assist mixing of the two rubbers with respect to either the rate or the extent of mixing. However, for the systems in which NBR was the major component, the homogeniser used seemed to be quite effective in helping homogenise NR/NBR blends, for both the rate and the extent of mixing. In addition, it was found that the reduction in size of the dispersed phase did not have large effects on either the tensile properties or the oil-resistances of NR/NBR blends.

3836549 SCPO/M : สาขาวิชา : วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ; วท.ม. (วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์)

อรทัย สร้อยสม : การศึกษาการตรวจลักษณะเฉพาะและการผสมเข้ากันของยางผสมระหว่างยางธรรมชาติกับยางไนไตรล์ (A STUDY OF CHARACTERISATION AND HOMOGENISATION OF NATURAL RUBBER/NITRILE RUBBER BLEND). คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: กฤษฎา สุชีวะ, Ph.D., กัลยาณี เปรมเพ็ชร, Ph.D., ชาคริต สิริสิงห, Ph.D. 134 หน้า. ISBN 974-662-249-8

ในอุตสาหกรรมยางจะใช้ยางผสมเป็นส่วนใหญ่ ซึ่งส่วนมากแล้วยางผสมจะแยกเป็นสองวัฏภาค (phase) โดยยางที่มีปริมาณมากจะประกอบเป็นวัฏภาคต่อเนื่อง (continuous phase) ส่วนยางที่มีปริมาณน้อยจะเกิดเป็นวัฏภาคที่กระจายตัว (dispersed phase) เนื่องจากยางทั้งสองวัฏภาคมีความแตกต่างทางเคมีและทางกายภาพ ความสามารถในการละลายของสารเคมียางในยางทั้งสองชนิด หรือความสามารถในการรับสารเคมีและสารตัวเติม (filler) ของยางทั้งสองชนิดจะแตกต่างกัน ส่งผลให้เกิดการกระจายตัวของสารเคมียางในแต่ละวัฏภาคของยางผสมแตกต่างกัน โดยเฉพาะอย่างยิ่งสารที่ใช้ในการ cure ยาง (curing agents) และสารตัวเติม มีผลให้ปริมาณพันธะเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลในแต่ละวัฏภาคของยางต่างกันและมีผลต่อสมบัติของยางผสม หากจะเข้าใจเพื่อปรับปรุงสมบัติของยางผสมให้ดีขึ้น จำเป็นต้องมีการตรวจวัดปริมาณของพันธะเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลในแต่ละวัฏภาค ในงานวิจัยนี้จะใช้เทคนิค $^1$H NMR Spectroscopy และ Dynamic Mechanical Analysis (DMA) ในการประมาณค่าพันธะเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลในแต่ละวัฏภาคของยางผสมระหว่างยางธรรมชาติกับยางไนไตรล์ นอกจากนี้ยังได้ศึกษาผลของสารที่ช่วยในการผสมเข้ากัน (homogenising agent, Struktol 60 NS) ต่อการลดลงของขนาดของวัฏภาคที่กระจายตัวและสมบัติของยางผสม

จากการศึกษาพบว่าเทคนิค NMR สามารถใช้ในการหาค่าระดับของการเกิดพันธะเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลของแต่ละวัฏภาคในยางผสมได้ ปริมาณของความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลในยางผสมระหว่างยางธรรมชาติกับยางไนไตรล์ที่มีอัตราส่วน 60 ต่อ 40 มีค่า $2.52 \times 10^3$ mole/m$^3$ และ $3.29 \times 10^3$ mole/m$^3$ ตามลำดับ ผลการทดลองที่ได้แสดงว่าสารที่ใช้ในการ cure ยางมีการกระจายตัวไม่เท่ากันในยางแต่ละวัฏภาค และมีการเคลื่อนย้ายของสารที่ใช้ในการ cure ยางไปยังยางที่มีความเป็นขั้วมากกว่า

นอกจากนี้ยังพบว่า DMA สามารถใช้ติดตามพฤติกรรมในการ cure ของวัฏภาคของยางธรรมชาติและวัฏภาคของยางไนไตรล์ในยางผสม โดยใช้การเปรียบเทียบความสูงของ tan $\delta$ peak อย่างไรก็ตาม พบว่าการใช้เทคนิคนี้มีความยุ่งยากหลายอย่าง ทำให้เทคนิคนี้มีข้อจำกัดในการใช้

สำหรับระบบของยางผสมที่มียางธรรมชาติ (มีความหนืดสูงกว่า) เป็นส่วนประกอบหลัก พบว่ายางไนไตรล์จะกระจายตัวในยางธรรมชาติยากขึ้น และพบว่า Struktol 60 NS ไม่ได้ช่วยในการผสมของยางทั้งสอง ไม่ว่าจะเป็นเรื่องของอัตราในการผสมหรือระดับของการผสม อย่างไรก็ตาม สำหรับระบบที่มียางไนไตรล์เป็นส่วนประกอบหลัก สารที่ช่วยในการผสม มีประสิทธิภาพต่อการช่วยทำให้ยางผสมระหว่างยางธรรมชาติกับยางไนไตรล์เข้ากัน ทั้งอัตราในการผสมและระดับของการผสม นอกจากนั้นยังพบว่าขนาดที่ลดลงของวัฏภาคที่กระจายตัวไม่มีผลมากต่อสมบัติในการรับแรงดึง (tensile properties) และความต้านทานน้ำมันของยางผสม