

17 MAY 2001



**STUDY OF PREPARATION OF
CARBON BLACK/COMPOUNDED NATURAL RUBBER
MASTERBATCH FROM NATURAL RUBBER LATEX**

NATTHIRA THONGNOI

อภินันท์นาการ

จาก

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยมหิดล

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

2001

ISBN 974-665-317-2

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

TH
N988.8
9001

Copyright by Mahidol University

4136639 SCPO/M : MAJOR: POLYMER SCIENCE AND TECHNOLOGY;
M.Sc. (POLYMER SCIENCE AND TECHNOLOGY)

KEY WORDS : NATURAL RUBBER LATEX/ COMPOUNDED RUBBER/
CARBON BLACK/ MASTERBATCH

NATTHIRA THONGNOI : STUDY OF PREPARATION OF CARBON BLACK/
COMPOUNDED NATURAL RUBBER MASTERBATCH FROM NATURAL RUBBER
LATEX. THESIS ADVISORS : PRAMUAN TANGBORIBOONRAT Ph.D., KRISDA
SUCHIVA Ph.D., 112 p. ISBN 974-665-317-2

The purpose of this thesis was to prepare carbon black N330 / compounded natural rubber masterbatch in bead form from natural rubber (NR) latex by using the acid precipitation technique. The effect of concentration of non-ionic surfactant (Nonidet P40) aqueous solution on the size of carbon black (CB) dispersion was studied. The results showed that 11.0%w/w_{CB} of Nonidet P40 solution provided a monomodal size distribution, in agglomerate range (4.7 μm), of CB. The aggregate size (0.4 μm) was obtained by increasing the concentration of Nonidet P40 to 12.0%w/w_{CB}. However, the minimum concentration of Nonidet P40 solution which prevented the coagulation of CB/NR mixture was 2.0%w/w_{CB}. This concentration was selected for the latex masterbatch preparation of CB/concentrated NR (CB/CNR), CB/prevulcanised NR (CB/pNR) and CB/vulcanising ingredients-mixed NR (CB/vmNR) beads. The morphology of the beads was studied under a scanning electron microscope, which showed that CB was entrapped and well dispersed in NR matrix in all cases. After extraction with toluene at room temperature using the Soxhlet technique, the amount of unextracted NR indicated that both physical and chemical interactions between NR and CB took place. Considering the three types of beads, the unextracted NR content showed the following trend: CB/CNR > CB/vmNR > CB/pNR

The effect of shearing the beads in an internal mixer on CB-NR interaction was also studied. The CB/pNR beads could not be successfully processed whereas the percentage of unextracted rubber in the other beads decreased in the initial stage of mixing, compared with that of the unsheared beads, and then significantly increased with increasing time. Within the initial periods of mixing, the sheared bead masterbatches could be easily processed due to their low Mooney viscosity as compared with CB/solid NR system. In conclusion, data obtained from the torque rheometric measurement indicated the advantages of masterbatches prepared in bead form in terms of energy saving and mixing time aspects, whereas the tensile properties of the sample prepared from CB/CNR were still good.

4136639 SCPO/M : สาขาวิชา : วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีพอลิเมอร์;
วท.ม. (วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีพอลิเมอร์)

ฉันทริรา ทองน้อย : การศึกษาการเตรียมมาสเตอร์แบทช์ของเขม่าดำกับยางคอมพาวนด์จากน้ำยางธรรมชาติ (STUDY OF PREPARATION OF CARBON BLACK/ COMPOUNDED NATURAL RUBBER MASTERBATCH FROM NATURAL RUBBER LATEX) คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ : ประมวล ตั้งบริบูรณ์รัตน์ Ph.D., กฤษณา สุชีวะ Ph.D., 112 หน้า. ISBN 974-665-317-2

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์ที่จะเตรียมมาสเตอร์แบทช์ที่มีลักษณะเป็นเม็ดกลมที่ประกอบด้วยเขม่าดำ N330 กับยางคอมพาวนด์ซึ่งเตรียมโดยตรงจากการใช้น้ำยางธรรมชาติด้วยเทคนิคการตกตะกอนในกรดในขั้นแรกได้วัดขนาดของเขม่าดำที่แขวนลอยอยู่ในน้ำที่มีสารลดแรงตึงผิวแบบไม่มีประจุ ซึ่งได้แก่ Nonidet P40 ที่มีความเข้มข้นต่างๆพบว่าเมื่อใช้สารลดแรงตึงผิว 11.0% โดยน้ำหนักของเขม่าดำ (w/w_{CB}) ทำให้การกระจายตัวของเขม่าดำเป็นแบบ monomodal ที่มีขนาดอยู่ในช่วงของ agglomerate (4.7 μm) โดยที่ขนาดของเขม่าดำแบบ aggregate (0.4 μm) เตรียมได้เมื่อความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวเพิ่มขึ้นเป็น 12.0% w/w_{CB} อย่างไรก็ตามความเข้มข้นที่น้อยที่สุดของสารลดแรงตึงผิวที่สามารถป้องกันการเกิดการตกตะกอนของของผสมระหว่างเขม่าดำและน้ำยางธรรมชาติคือ 2.0% w/w_{CB} จึงได้ใช้ความเข้มข้นดังกล่าวในการเตรียมเม็ดมาสเตอร์แบทช์ของเขม่าดำ/น้ำยางข้น (CB/CNR) เขม่าดำ/น้ำยางพรีวัลคาไนซ์ (CB/pNR) และเขม่าดำ/น้ำยางธรรมชาติที่ผสมสารที่ใช้ในการวัลคาไนซ์ (CB/vmNR) ผลของการศึกษาโครงสร้างสัณฐานของเม็ดมาสเตอร์แบทช์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่าเขม่าดำกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในยางธรรมชาติที่เป็นเมทริกซ์ เมื่อสกัดเม็ดมาสเตอร์แบทช์ด้วยโทลูอีนที่อุณหภูมิห้องและโดยการใช้วิธี soxhlet พบว่ามียางที่ไม่สามารถสกัดออกได้เหลืออยู่ในปริมาณมากซึ่งเป็นการบ่งชี้ว่าแรงกระทำที่เกิดขึ้นระหว่างยางธรรมชาติกับเขม่าดำนั้นเป็นทั้งแรงกระทำทางกายภาพและแรงกระทำทางเคมี เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบมาสเตอร์แบทช์ทั้งสามชนิดพบว่าปริมาณยางที่ไม่สามารถสกัดออกได้ของ CB/CNR มากกว่าของ CB/vmNR และ CB/pNR ตามลำดับ

การศึกษาถึงผลของแรงเฉือน (shear force) ต่อแรงกระทำระหว่างเขม่าดำกับยางทำได้โดยนำมาสเตอร์แบทช์ที่เตรียมได้แต่ละแบบไปปดในเครื่องผสมระบบปิด ซึ่งในกรณีของ CB/pNR นั้นไม่สามารถผสมได้ ในขณะที่การผสมมาสเตอร์แบทช์ระบบ CB/CNR และ CB/vmNR พบว่าปริมาณยางที่ไม่สามารถสกัดออกได้มีอยู่น้อยในช่วงแรกของการบดเมื่อเปรียบเทียบกับเม็ดมาสเตอร์แบทช์ที่ไม่ได้รับแรงเฉือน และมีปริมาณเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาที่ใช้ในการผสมนานขึ้น โดยเมื่อวัดค่าความเหนียวแบบ Mooney ของมาสเตอร์แบทช์ที่ได้รับแรงเฉือนพบว่ามีความต้านทานในช่วงแรกของการผสมทำให้มาสเตอร์แบทช์สามารถขึ้นรูปได้ง่าย นอกจากนี้ยังพบจากการใช้เครื่องทดสอบการผสมระบบปิด ว่าการเตรียมมาสเตอร์แบทช์ให้อยู่ในลักษณะของเม็ดกลมนี้ทำให้พลังงานและเวลาในการผสมลดลง ในขณะที่ผลจากการศึกษาการต้านต่อแรงดึง (tensile property) ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมจาก CB/CNR พบว่ามีสมบัติที่ดี