

ผลของภาวะการนวดผสมต่อการกระจายตัวของสีผงในโพลีเอทีลีน
โดยอาศัยเครื่องนวดแบบต่อเนื่อง



นาย พิจารณ์ อินทร์เอื้อ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

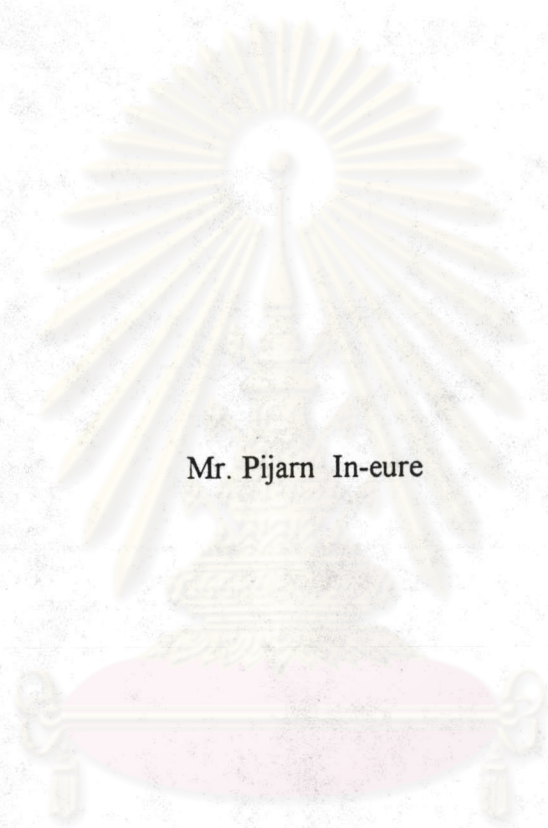
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ.2537

ISBN 974-631-017-8

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECTS OF KNEADING CONDITIONS ON THE DISPERSION OF
PIGMENTS IN POLYETHYLENE USING A CONTINUOUS KNEADER



Mr. Pijarn In-eure

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering

Department of Chemical Engineering

Chulalongkorn University

1994

ISBN 974-631-017-8

Thesis Title EFFECTS OF KNEADING CONDITIONS ON THE
DISPERSION OF PIGMENTS IN POLYETHYLENE
USING A CONTINUOUS KNEADER.

By Mr. Pijarn In-eure

Department Chemical Engineering

Thesis Advisor Professor Wiwut Tanthapanichakoon

Thesis Co-advisor Dr. Sirijutaratana Covavisaruch



Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial
Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree.

Santi Thoongsuwan
..... Dean of Graduate School
(Associate Professor Santi Thoongsuwan, Ph.D.)

Thesis Committee

Piyasan Prasertdam
..... Chairman
(Professor Piyasan Prasertdam, Dr. Ing.)

Wiwut Tanthapanichakoon
..... Thesis Advisor
(Professor Wiwut Tanthapanichakoon, Ph.D.)

S. Covavisaruch
..... Thesis Co-advisor
(Sirijutaratana Covavisaruch, Ph.D.)

Varun Taepaisitphongse
..... Member
(Varun Taepaisitphongse, Ph.D.)



พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสี่เหลี่ยมนี้เพียงแผ่นเดียว

พิจารณา อินทร์เอื้อ : ผลของภาวะการนวดผสมต่อการกระจายตัวของสีผงในโพลีเอทิลีน โดยอาศัยเครื่องนวดแบบต่อเนื่อง (EFFECTS OF KNEADING CONDITIONS ON THE DISPERSION OF PIGMENTS IN POLYETHYLENE USING A CONTINUOUS KNEADER)

อ.ที่ปรึกษา : ศ.ดร.วิวัฒน์ ตันทะพานิชกุล, อ.ที่ปรึกษาร่วม : ดร.สิริจุฑารัตน์ ไคววาวิสารัช
123 หน้า. ISBN 974-631-017-8

การศึกษามผลของภาวะการนวดผสมต่อการกระจายตัวของสีผงในโพลีเอทิลีน โดยอาศัยเครื่องนวดแบบต่อเนื่องนั้น มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษามผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการนวดผสม, อุณหภูมิที่ใช้ในการรีดแผ่น, ความเร็วในการหมุนของสกรูแบบคู่ (Twin Screw) และผลของขนาดอนุภาคสีผงที่อาจมีต่อการกระจายตัวของสีผงในโพลีเอทิลีน/และหาภาวะที่เหมาะสมของเครื่องนวดผสมแบบต่อเนื่องนี้ โดยอาศัยวิธีวิเคราะห์แบบแฟรคทอลในการวิเคราะห์ค่าการกระจายตัว วัตถุประสงค์ที่ใช้ในการศึกษานี้เป็นสีผงประเภทอนินทรีย์ คือ เหล็กออกไซด์กับโพลีเอทิลีนเรซินที่มีความหนาแน่นสูง (HDPE) นอกจากการศึกษาดังกล่าวข้างต้น ได้ทำการศึกษาดังวิธีการที่ใช้ในการวิเคราะห์ เพื่อหาตัวชี้ที่ใช้เปรียบเทียบระดับการกระจายตัวของสีผงอีกด้วย

จากการศึกษาดังกล่าวพบว่า เมื่ออุณหภูมิของการนวดผสมเพิ่มขึ้น จะทำให้สีผงกระจายตัวได้ดีขึ้น แต่เมื่ออุณหภูมิมากขึ้นสีผงจะอยู่ในลักษณะของการผสม (Mixing) มากกว่าการนวดผสม (Kneading) และถ้าความเร็วในการหมุนของสกรูสูงขึ้น จะทำให้สีผงสามารถกระจายตัวในของผสมได้ดีขึ้น เนื่องจากการที่สกรูหมุนเร็วขึ้นเป็นการเพิ่มแรงเฉือนให้กับของผสม ทำให้สีผงเกิดการแตกตัวและกระจายตัวในของผสมได้ดีขึ้น และเมื่อศึกษาถึงผลของขนาดของอนุภาคสีผงพบว่า เมื่ออนุภาคของสีผงมีขนาดใหญ่กระจายตัวในของผสมได้ดีกว่าสีผงที่มีขนาดเล็ก ส่วนอุณหภูมิที่ใช้ในการรีดแผ่นนั้นไม่มีผลต่อการกระจายตัวของสีผงในของผสม เนื่องจากการรีดแผ่นเป็นการเปลี่ยนโครงสร้างภายในระหว่างสีผงกับโพลีเอทิลีนเท่านั้น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา วิศวกรรมเคมี
สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี
ปีการศึกษา 2537

ลายมือชื่อนิสิต พิจารณ์ อินทร์เอื้อ
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ศ.ดร.วิวัฒน์ ตันทะพานิชกุล
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ดร.สิริจุฑารัตน์ ไคววาวิสารัช

C516909 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING

KEY WORD: DISPERSION/ KNEADER/ POLYETHYLENE/ PIGMENTS

PIJARN IN-EURE : EFFECTS OF KNEADING CONDITIONS ON THE DISPERSION OF PIGMENTS IN POLYETHYLENE USING A CONTINUOUS KNEADER. THESIS

ADVISOR : PROF.WIWUT TANTHAPANICHAKOON, Ph.D, THESIS CO-ADVISOR : SIRIJUTARATANA COVAVISARUCH, Ph.D. 123 pp. ISBN 974-631-017-8

The objectives in studying the effects of kneading conditions on the dispersion of pigments in polyethylene using a continuous kneader were to study the effects of the kneading temperature, the rolling temperature, the speed of rotation (twin screw), and the particle size of pigment particles on the pigment dispersion in polyethylene and to determine the suitable kneading conditions. The raw material used in the study were iron oxide (inorganic pigment) and high density polyethylene resin (HDPE). The present study used a fractal analysis method to evaluate the dispersibility of pigment in polyethylene. In addition, evaluation methods to find a simple quantitative index of pigment dispersion have been studied.

The experimental results showed that the higher the kneading temperature, the higher the dispersibility of pigment in polyethylene, but at the higher kneading temperature the process becomes more of mixing than dispersion. The dispersibility of pigment increased as the rotational speed of screw increased since a higher speed provided higher intensity of shear stress to break agglomerates of pigment, so that the pigment could disperse better in polyethylene. Pigment of larger particle size was found to disperse better than the smaller one. Finally, the rolling temperature had no effect on the dispersibility of pigment. It only affected the internal structure between the pigment and polyethylene.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา.....วิศวกรรมเคมี

สาขาวิชา.....วิศวกรรมเคมี

ปีการศึกษา..... 2537

ลายมือชื่อนิสิต..... พิงรณ อิศร์อึ้ง

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา..... ศาส. อรรถาพิชญ์

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม..... ศ.ดร. / หมอ



ACKNOWLEDGEMENT

The author would like to extend his sincere thanks to his advisor Professor Wiwut Tanthapanichakoon and co-advisor, Dr. Sirijutaratana Covavisaruch, for their encouraging guidance, suggestions throughout this study. Their comments and suggestions not only are valuable knowledge but also widen perspective in practical applications.

The author respectfully thanks Professor Piyasan Praserttham and Dr. Varun Taepaisitphongse for their stimulating comments and participation as thesis committee. The author wishes to express his appreciation to Dr. Tawatchai Charinpanitkul for his helpful suggestions and encouragement to continue his study.

Special thanks go to Bayer Thai Company for supplying pigment samples, and to Thai Polyethylene Company for providing polyethylene resin to be used in the present study. The excellent facilities and financial support of the Graduate School, Chulalongkorn University, are greatly appreciated.

Furthermore, the author would like to extend his most sincere gratitude to his parents for their moral support.

Lastly, the author would like to thank his friends, his advisor's secretary, and all others who have encouraged him to pursue the study.

NOMENCLATURE

- A = total area of the segment
 A_f = area occupied by the particles
 D = fractal dimension
 D_s = coefficient of variance
 L = volume percentage of carbon black in the compound
 n = number of division to similarity
 N = the counted number of subsections containing at least one small part of the object
 N_t = total number of paddle revolutions during the mean residence time of kneaded materials
 r = similarity ratio = $1/n$
 S = area swelling factor from the action of the solvent used to uncurl the sections
 S_f = area ratio of particles
 \bar{S}_f = mean area ratio of particles
 U = Total number of graticule squares that are at least half filled with carbon black
 V_h = kneaded material holdup in the kneading vessel
 τ = kneading paddle shearing stress
 μ = apparent resin melt viscosity
 σ_s = standard deviation of S_f



CONTENTS

	Page
ABSTRACT IN THAI	I
ABSTRACT IN ENGLISH.....	II
ACKNOWLEDGEMENT	III
LIST OF TABLES	IV
LIST OF FIGURES	V
NOMENCLATURES.....	VII
CHAPTER	
1. INTRODUCTION	
1.1 Objectives.....	4
1.2 Scope of work.....	4
2. FUNDAMENTALS AND RELATED WORKS	
2.1 Polyethylene	5
2.2 Colorants.....	7
2.3 Compounding.....	10
2.4 Dispersion of pigment in plastics.....	23
2.5 Dispersion methods	28
2.6 Evaluation of dispersibility and quality of dispersion.....	36
2.7 Literature survey	38
3. EXPERIMENTATION	
3.1 Raw material	44
3.1.1 Polymer.....	44
3.1.2 Pigment.....	45

	Page
3.2 Equipment.....	46
3.2.1 Accurate feeder	47
3.2.2 Continuous kneader	48
3.2.3 Press roller	50
3.2.4 Mold temperature controller	51
3.3 Evaluation methods of dispersibility	53
3.4 Experimental procedure.....	61
4. RESULTS AND DISCUSSION	
4.1 Experimental conditions.....	63
4.2 Computer-simulated experiments on pigment dispersibility.....	63
4.2.1 Uniform random dispersion.....	64
4.2.2 Normal random dispersion	65
4.3 Effects of kneading conditions on the dispersibility of pigments in polyethylene.....	72
4.3.1 Kneading temperature.....	73
4.3.2 Speed of screw	75
4.3.3 Roller temperature.....	77
4.3.4 Particle size of pigment.....	79
4.4 Comparison of experimental and computer-simulated results.....	82
4.5 Effect of kneading energy on pigment dispersibility	85
5. CONCLUSIONS	
5.1 Conclusions.....	86
5.2 Recommendations for future work.....	87
REFERENCES	88

	Page
APPENDIX	
A1. Specifications of equipment.....	92
A1.1 Specifications of continuous kneader	92
A1.2 Specifications of accurate feeder.....	93
A1.3 Specifications of roller temperature controller.....	94
A1.4 Specifications of press roller.....	95
A2. Experimental data.....	96
A2.1 Calibration data of accurate feeder flow.....	96
A2.2 Calibration curve of accurate feeder.....	96
A2.3 The obtained experimental data	97
A2.4 Theoretical number of particles in a sample.....	105
A3. Listing of simulation program.....	107
A3.1 Listing of simulation program.....	107
A3.2 Simulation data.....	111
A3.2.1 The present study	111
A3.2.2 Terashita's work	115
A4. Example of calculation of fractal dimension	119
BIOGRAPHY	123

ศษย์วิทยตรพยกร
 จพาลงกรณมหาวิทยาลย

LIST OF TABLES

	Page
Table 2.1 Types of Polyethylene	6
Table 2.2 Popular organic and inorganic pigments for plastics.....	9
Table 2.3 Types of additives in plastics	10
Table 3.1 Characteristics of the HDPE used.....	44
Table 3.2 Characteristics of the iron oxide pigments used	45
Table 3.3 Scaling law for fractional dimension	55
Table 4.1 The computer-simulated results (fractal dimension is found using equation (3.34)).....	67
Table 4.2 The computer-simulated results (Terashita's fractal dimension).....	70
Table 4.3 Effect of kneading temperature on the dispersibility of pigment in polyethylene.....	73
Table 4.4 Effect of the rotational speed of screw on the dispersibility of pigment in polyethylene.....	75
Table 4.5 Effect of roller temperature on the dispersibility of pigment in polyethylene.....	77
Table 4.6 Effect of particle size of pigment on the dispersibility of pigment in polyethylene.....	79
Table 4.7 The experimental results.....	82
Table 4.8 The computer-simulated results.....	83
Table 4.9 Comparison of experimental and computer-simulated results.	83

LIST OF FIGURES

	Page
Figure 2.1 Elements of a pigment.....	7
Figure 2.2 Drum tumbler	12
Figure 2.3 Double-cone blender.....	12
Figure 2.4 V-blender	13
Figure 2.5 Ribbon blender.....	14
Figure 2.6 Willow Tech mixer	15
Figure 2.7 The Banbury mixer	16
Figure 2.8 The roll-mill batch mixer.....	16
Figure 2.9 Single-screw extruder	17
Figure 2.10 Sterlex Transfer mix.....	18
Figure 2.11 Buss-Kneader	19
Figure 2.12 Twin-screw extruder.....	20
Figure 2.13 Multistage machine	22
Figure 3.1 Schematic diagram of the continuous kneading system.....	46
Figure 3.2 Accurate feeder	47
Figure 3.3 Continuous kneader	48
Figure 3.4 Barrel	48
Figure 3.5 Types of paddles and screws.....	49
Figure 3.6 The assembly of paddles	50
Figure 3.7 Press roller.....	51
Figure 3.8 Roller temperature controller	52
Figure 3.9 Determination of fractal dimension.....	56
Figure 3.10 Example of fractal dimension determination	56
Figure 3.11 A schematic diagram of the image analyzer	57

	Page
Figure 3.12 Example of calculation of fractal dimension.....	58
Figure 3.13 Dealt image showing filler dispersion state and its fractal dimension (D)	59
Figure 3.14 The continuous kneading system in the present study	60
Figure 4.1 Example of the uniform random dispersion of pigment particles obtained from computer simulation	65
Figure 4.2 Example of the normal random dispersion of pigment particles obtained from computer simulation	66
Figure 4.3 Relationship between the observed fractal dimension and the sample population size in the present study	68
Figure 4.4 Examples of SEM microphotographs (5,000X).....	69
Figure 4.5 Relationship between the observed fractal dimension and the sample population size in Terashita's study.....	71
Figure 4.6 Relationship between the kneading temperature and the fractal dimension.....	74
Figure 4.7 Relationship between the speed of screw and the fractal dimension.....	76
Figure 4.8 Relationship between the roller temperature and the fractal dimension.....	78
Figure 4.9 Relationship between the particle size of pigment and the fractal dimension.....	80
Figure 4.10 Relationship between the degree of dispersion and the kneading energy.....	85