BLENDS OF LOW-DENSITY POLYETHYLENE WITH NYLON COMPATIBILIZED WITH SODIUM CARBOXYLATE IONOMER: PHASE MORPHOLOGY AND MECHANICAL PROPERTIES

Pornsri Pakeyangkoon

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University
in Academic Partnership with
The University of Michigan, The University of Oklahoma,
Case Western Reserve University and Institut Français du Pétrole
2005

ISBN 974-993-719

I222 43550

Thesis Title:	Blends of Low-Density Polyethylene with Nylon Compatibilized with Sodium-Neutralized Carboxylate Ionomer: Phase Morphology and Mechanical Properties
By:	Pornsri Pakeyangkoon
Program:	Polymer Science
Thesis Advisors:	Asst. Prof. Manit Nithitanakul
	Assoc. Prof. Brian P. Grady

Accepted by the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, in partial fulfilment of the requirements for the Degree of Master of Science.

Nantaya Yanumet. College Director

(Assoc. Prof. Nantaya Yanumet)

Thesis Committee:

(Asst. Prof. Manit Nithitanakul)

(Assoc. Prof. Brian P. Grady)

(Assoc. Prof. Rathanawan Magaraphan)

(Asst. Prof. Pitt Supaphol)

ABSTRACT

4672019063 : Polymer Science Program
Pornsri Pakeyangkoon : Blends of Low-density polyethylene with Nylon compatibilized with sodium-neutralized carboxylate ionomer: Phase morphology and mechanical properties
Thesis Advisors: Assit. Prof. Manit Nithitanakul and Assoc. Prof. Brian P Grady, 72 pp. ISBN 974-993-719-8
Keywords : sodium-neutralized carboxylate / ionomers blend / compatibilizer / low-density polyethylene / nylon6

The effectiveness of an ethylene-methacrylic acid copolymer partially neutralized with sodium (Na-EMAA) as a compatibilizer for blends of low-density polyethylene (LDPE) with polyamide 6 (PA6) was investigated. The phase morphology and mechanical properties of these blends were investigated over a range of compositions, using SEM, tensile testing, impact testing, dynamic mechanical analyzer (DMA) and Shore D hardness. The percentage water absorption of uncompatibilized blends decreased with increasing LDPE content. PA6/LDPE blends showed reduced mechanical properties after mixing, attributed to poor interfacial adhesion between the two polymers. SEM micrographs showed that the addition of a small amount (0.5 wt %) of Na-EMAA ionomer improved the compatibility of PA6/LDPE blends; the uniformity and maximum reduction of dispersed phase size were observed. The dispersed phase size was reduced from 15 μm to 1.5 μm. The mechanical properties of compatibilized blends improved, as compared with uncompatibilized blends. Moreover, the shifting of loss modulus peaks in DMA results of blends containing Na-EMAA ionomer, indicated that there are some improvements in the compatibility of resulting blends. During blending, chemical and/or physical reactions had taken place between PA6 and Na-EMAA ionomer.

บทคัดย่อ

พรศรี เพคยางกูร: พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ และไนลอน โดยมีไอโอโนเมอร์ชนิดคาร์บอกซิเลตเป็นตัวช่วยผสม (Blends of low-density polyethylene with Nylon compatibilized with sodium-neutralized carboxylate ionomer: Phase morphology and Mechanical properties) อ. ที่ปรึกษา: ผศ. ดร. มานิตย์ นิธิธนากุล และ รศ. ดร. ไบรอัน พี เกรดี 72 หน้า ISBN 974-993-719-8

กรดเมทาครีลิกที่ทำให้เป็นกลางโดยโลหะโซเดียม (เซอร์ลีนไอโอโนเมอร์ 8527) ทำหน้าที่เป็นตัวเชื่อมประสานในพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอไมด์ 6 และพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำได้เป็นอย่างดี ในการศึกษานี้ได้ทำการทดลองศึกษาลักษณะทางโครงสร้าง สมบัติเชิงกล และสมบัติเชิงพลวัตของพอลิเมอร์ผสม 2ชนิด ระหว่างพอลิเอไมด์ 6 และพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ และพอลิเมอร์ผสม 3ชนิด ระหว่างพอลิเอไมด์ 6 พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ และเซอร์ลีนไอโอโนเมอร์ (8527) ของทุกๆองค์ประกอบ จากการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างพบว่า พอลิเมอร์ผสมระหว่าง พอลิเอไมด์ 6 และพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำไม่สามารถเข้ากันได้ ส่งผลให้สมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสมลดลง แต่หลังจากเติมเซอร์ลีนไอโอโนเมอร์ซึ่งเป็นตัวช่วยประสานลงไปในพอลิเมอร์ผสมเพียงเล็กน้อย (0.5 ส่วนในร้อยส่วน) พบว่าสามารถทำให้พอลิเมอร์ผสมระหว่าง พอลิอไมด์ 6 และพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเข้ากันได้เป็นอย่างดี ช่วยทำให้ขนาดขององค์ประกอบย่อยที่กระจายตัวอยู่ในองค์ประกอบหลักลดลง และกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอมากขึ้น ส่งผลให้สมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสมที่มีเซอร์ลีนไอโอโนเมอร์เป็นตัวเชื่อมประสานมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับพอลิเมอร์ผสมที่ไม่มีเซอร์ลีนไอโอโนเมอร์เป็นตัวเชื่อมประสาน นอกจากนี้ในการศึกษาสมบัติเชิงพลวัตของพอลิเมอร์ผสมที่มีเซอร์ลีนไอโอโนเมอร์เป็นตัวเชื่อมประสานพบว่า ประสิทธิภาพของเซอร์ลีนไอโอโนเมอร์ช่วยทำให้พอลิเมอร์ผสมรวมเป็นเนื้อเดียวกันได้ดีขึ้น โดยเห็นได้จากการลดลงของมอดุลัส ณ ตำแหน่งที่บ่งชี้ถึงจุดการเปลี่ยนแปลงสถานะจากของแข็งไปเป็นของเหลว จากผลการทดลองข้างต้นสามารถบ่งชี้ได้ว่าระหว่างการเตรียมพอลิเมอร์ผสมชนิดนี้เกิดปฏิกิริยาทางเคมีระหว่าง พอลิเอไมด์ 6 และเซอร์ลีนไอโอโนเมอร์ ซึ่งส่งผลให้พอลิเมอร์ผสมที่เตรียมได้ในการทดลองนี้มีคุณสมบัติที่ดีขึ้น

ACKNOWLEDGEMENTS

This thesis work is partially funded by Postgraduate Education and Research Pregram in Petroleum and Petrochemical Technology (PPT consortium). The author would also thank TPE Co.,Ltd. and BASF (Thailand) Co.,Ltd. for providing the raw material to carry out in this work.

The author would like to express her sincere appreciation to her advisors, Dr. Manit Nithitanakul, and Assoc Prof. Brian P. Grady for their valuable support, guidance, and for having been a constant source of inspiration for this work, without them this work would not been completed. The author would also like to thank Assoc. Prof. Rathanawan Magaraphan and Asst. Prof. Pitt Supaphol for serving on her thesis committee and for providing useful suggestions. The author also very thankful to PPC staffs for their invaluable technical assistance.

The author would also like to especially thank PPC Ph.D. students and her friends, for all of their helpful suggestions and friendships.

Lastly but certainly not least, the author would like to thank her family for all of their love, encouragement, and support they have provided thought out her life. Without them, none of this would have been possible.

TABLE OF CONTENTS

		PAGE
Title Page		i
Abstract (in English)		iii
Abstract (in Thai)		iv
Acknowledgements		v
Table of contents		vi
List of Figures		viii
List of Tables		x
CHAPTER		
I	**INTRODUCTION**	1
II	**LITERATURE SURVEY**	7
III	**EXPERIMENTAL**	13
IV	**BLENDS OF LOW-DENSITY POLYETHYLENE WITH NYLON COMPATIBILIZED WITH SODIUM CARBOXYLATE IONOMER: PHASE MORPHOLOGY AND MECHANICAL PROPERTIES**	19
	4.1 Abstract	19
	4.2 Introduction	20
	4.3 Experimental	22
	4.4 Results and Discussion	25
	4.5 Conclusions	32
	4.6 Acknowledgements	33
	4.7 References	33

CHAPTER		PAGE
VII	**CONCLUSIONS**	55
	REFERENCES	56
	APPENDICES	57
	Appendice A Scanning Electron Microscopic Analysis	57
	Appendice B Mechanical properties	60
	Appendice C Dynamic Mechanical Analysis	68
	CURRICULUM VITAE	72

LIST OF FIGURES

FIGURE		PAGE
	CHAPTER I	
1.1	Scanning electron microscope for polymer blend. A) without compatibilizer. B) with compatibilize.	2
1.2	Hydrogen bonding between poly(ethylene-co-acrylic acid) (PEAA) and polyamide6 (PA6).	3
1.3	Structure of sodium-neutralized ethylene-methacrylic acid (Na-EMAA) ionomers.	4
1.4	Reversibility of the crosslinks of Na-EMAA ionomers	5
	CHAPTER IV	
4.1	The SEM micrographs of blends without Na-EMAA ionomer (Surlyn®) as compatibilizer at the following PA6/LDPE ratios: (a) 80/20, (b) 60/40, (c) 50/50, (d) 40/60, (e) 20/80	34
4.2	The SEM micrographs of 80/20 PA6/LDPE blends with added Na-EMAA ionomer (Surlyn®) compatibilizer at the following weight percentages: (a) 0, (b) 0.5, (c) 1.5 and (d) 5.0	35
4.3	The SEM micrographs of 20/80 PA6/LDPE blends with added Na-EMAA ionomer (Surlyn®)compatibilizer at the following weight percentage: (a) 0, (b) 0.5, (c) 1.5 and (d) 5.0	36
4.4	The number average particle diameter of dispersed phase of PA6/LDPE as a function of Na-EMAA ionomer (Surlyn®) content	37

FIGURE		PAGE
4.5	The SEM micrographs of blends PA6/Surlyn® at the following PA6/Na-EMAA ionomer (Surlyn®) ratios: (a) 80/20, (b) 60/40, (c) 50/50, (d) 40/60, (e) 20/80	38
4.6	The SEM micrographs of blends LDPE/Surlyn® at the following LDPE/ Na-EMAA ionomer (Surlyn®) ratios: (a) 80/20, (b) 60/40, (c) 50/50, (d) 40/60, (e) 20/80	39
4.7	Temperature dependence of loss modulus of Pure materials	40
4.8	Temperature dependence of loss modulus of PA6/LDPE blends	41
4.9	Temperature dependence of loss modulus of PA6/LDPE blends with and without compatibilizer	42
4.10	phase of Temperature dependence of loss modulus of PA6/Na-EMAA ionomer (Surlyn®) blends	43
4.11	Tensile modulus of uncompatibilized PA6/LDPE blends	44
4.12	Tensile strength of uncompatibilized PA6/LDPE blends	45
4.13	Tensile modulus of PA6/LDPE blends as a function of Na-EMAA ionomer (Surlyn®)content	46
4.14	Tensile strength of PA6/LDPE blends as a function of Na-EMAA ionomer (Surlyn®)content	47
4.15	Impact strength of uncompatibilized PA6/LDPE blends	48
4.16	Impact strength of PA6/LDPE blends as a function of Na-EMAA ionomer (Surlyn®)content	49
4.17	Hardness of uncompatibilized PA6/LDPE blends	50
4.18	Hardness of PA6/LDPE blends as a function of Na-EMAA ionomer (Surlyn®)content	51
4.19	The percentage of water absorption of uncompatibilized PA6/LDPE blends	52
4.20	The percentage of water absorption of PA6/LDPE blends as a function of Na-EMAA ionomer (Surlyn®)content	53

LIST OF TABLES

TABLE		PAGE
	CHAPTER III	
3.1	Physical properties of PA6 (Ultramid B3)	13
3.2	Physical properties of LDPE (LD 1450J)	13
3.3	Typical performance properties of Na-EMAA (Surlyn®8527)	14
3.4	Temperature profile of twin screw extruder	15
3.5	Blend compositions	15
	CHAPTER IV	
4.1	Number average diameter of dispersed phase size of blends	54