MODIFICATION OF SILICA SURFACE FOR RUBBER REINFORCEMENT USING A CONTINUOUS ADMICELLAR POLYMERIZATION SYSTEM

Ms. Siriporn Chaisirimahamorakot

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,
and Case Western Reserve University
2001

ISBN 974-13-0688-1

Thesis Title	:	Modification of Silica Surface for Rubber Reinforcement Using a Continuous Admicellar Polymerization System
By	:	Siriporn Chaisirimahamorakot
Program	:	Petrochemical Technology
Thesis Advisors	:	Prof. Jeffrey H. Harwell
		Asst. Prof. John O'Haver
		Assoc. Prof. Sumaeth Chavadej
		Dr. Pramoch Rangsunvigit

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

K. Bunyakiat.

..... College Director

(Assoc. Prof. Kunchana Bunyakiat)

Thesis Committee:

.....

(Prof. Jeffrey H. Harwell)

.....

(Asst. Prof. John O'Haver)

.....

(Assoc. Prof. Sumaeth Chavadej)

.....

(Dr. Pramoch Rungsunvigit)

.....

(Dr. Kitipat Siemanond)

บทคัดย่อ

ศิริพร ชัยศิริมหามรกต : การปรับปรุงผิวซิลิกาเพื่อใช้เป็นตัวเสริมแรงในยางโดยวิธีแอดไมเซลลาร์ โพลีเมอไรเซชั่นแบบต่อเนื่อง (Modification of Silica Surface For Rubber Reinforcement using a Continuous Admicellar Polymerization System) อ. ที่ปรึกษา : ศ. ดร.เจฟฟรี เฮช ฮาร์เวลล์ (Prof. Dr. Jeffrey H. Harwell), ผศ. ดร. จอห์น เฮช โอ เฮเวอร์ (Asst. Prof. Dr. John H. O'Haver), รศ. ดร. สุเมธ ชวเดช และ ดร. ปราโมช รังสรรค์วิจิตร 76 หน้า ISBN 974-13-0688-1

การใช้ซิลิกาในยางทำให้เกิดผลดีต่อคุณสมบัติของยาง เช่น เพิ่มความแข็งแรงในการต้านทานการยืด ค่าโมดูลัสและค่าการกระดอน การผสมเข้ากันได้ดีขึ้นระหว่างยางกับซิลิกาสามารถทำได้โดยอาศัยกระบวนการแอดไมเซลลาร์โพลีเมอไรเซชั่น ในปัจจุบันกระบวนการนี้ถูกทำสำเร็จจริงแค่ในระบบแบบกะเท่านั้นซึ่งไม่เหมาะต่อการใช้งานให้เชิงอุตสาหกรรม งานวิจัยนี้มุ่งศึกษาพัฒนาเครื่องปฏิกรณ์แอดไมเซลลาร์โพลีเมอไรเซชั่นแบบต่อเนื่อง เซตติลไตรเมทธิลแอมโมเนียมโบรไมด์ สไตรีน และ ไอโซพรีน ถูกเลือกใช้เป็นสารลดแรงตึงผิวและโค-โมโนเมอร์ ตามลำดับ การปรับปรุงผิวของซิลิกานี้ทำให้พื้นที่ผิวลดลงและค่ากึ่งกลางของขนาดการจับตัวของเม็ดซิลิกาของทุกตัวอย่างเพิ่มขึ้น ผลจากเครื่องสแกนนิ่งอีเล็คตรอนไมโครสโคป แสดงการเพิ่มขึ้นของการเกาะตัวกันของเม็ดซิลิกา ผลจากเครื่องฟูเรียทรานฟอร์มอินฟาเรดสเป็คโตรสโคป พิสูจน์ว่ามีสไตรีนและไอโซพรีนบนผิวของซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงแล้ว จากการศึกษาผลกระทบจากปริมาณโมโนเมอร์และเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาต่อกระบวนการแอดไมเซลลาร์โพลีเมอไรเซชั่น พบว่า 5 กรัมโมโนเมอร์ต่อ 1 กิโลกรัม ซิลิกา และ ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 60 นาที ให้ปริมาณโพลีเมอร์สูงที่สุดบนผิวของซิลิกา

ABSTRACT

4271021063 : PETROCHEMICAL TECHNOLOGY PROGRAM
Siriporn Chaisirimahamorakot: Modification of Silica Surface for Rubber Reinforcement Using a Continuous Admicellar Polymerization System.
Thesis Advisors: Prof. Jeffrey H. Harwell, Asst. Prof. John O'Haver, Assoc. Prof. Sumaeth Chavadej and Dr. Pramoch Rangsunvigit, 76 pp ISBN 974-13-0688-1
Keywords : Silica/ Admicellar Polymerization/ Reinforcement

Use of silica in rubber compounds provides beneficial properties such as increase in tensile strength, modulus and resilience. The better compatibility between elastomer and silica has been achieved by admicellar polymerization. Currently, this process has been successfully performed only in a batch system, which is not feasible for industrial applications. In the present work, a continuous reactor for the admicellar polymerization was developed. Cetyltrimethylammonium bromide, styrene and isoprene were used as a surfactant and co-monomers, respectively. Modification of silica surface reduced the BET surface area and increased the mean agglomerate particle size of all samples. Scanning electron micrographs showed the increase in the particle agglomeration as well as an apparent loss of small diameter particles. The Fourier transform infrared spectroscopes proved the existence of styrene and isoprene polymer on the modified silicas. Effects of co-monomers loading and retention time on the admicellar polymerization were also investigated. The results showed that the 5 g co-monomer per kilogram silica and 60 minutes polymerization time provided the largest amount of polymer on silica surface.

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to express my deepest sincere gratitude to these individuals who are, always, my inspiration to complete this work.

To Dr. John O'Haver, my advisor from the University of Mississippi, for all the time he has contributed to this work, for his helpful advice and constant encouragement. This work would have not be the completed without his kindness to provide AIBN used as an initiator in my system. I am, also, impressed the days he and his crews visited the college. All his invaluable mails as well as wonderful friendship are more than I could expect.

To Dr. Sumaeth Chavadej for his guidance and creative discussion, for taking full responsibility for providing all necessary things needed for this research work and, finally, for the opportunity to work on this work.

To Dr. Pramoch Rangsunvigit for his invaluable suggestion, for the assistance in setting and testing my system and for proof reading my thesis.

To Dr. Boonyarach Kitiyanan for his kindness to carry the initiator for my work and for his invaluable advice.

To Dr. Kitipat Srimanon for being my committee.

To the Petroleum and Petrochemical College staff, especially Sanit Prinakorn, for contributing my glass bottle reactors and technical suggestion for setting up my system.

To the Petroleum and Petrochemical College for providing the scholarship during my two years here.

To PPG-Siam Silica Co., Ltd. for the silica used in this study.

To all my colleagues for their friendship, cheerfulness and mindfulness along two years here, as well as the enjoyable work environment.

Most of all, to my parent and brothers for their love, understanding, encouragement, and for being a constant source of inspiration.

TABLE OF CONTENTS

CHAPTER PAGE

CHAPTER PAGE

LIST OF TABLES

LIST OF FIGURES

FIGURE **PAGE**

FIGURE **PAGE**

FIGURE **PAGE**

FIGURE **PAGE**

FIGURE **PAGE**