RESIN TRANSFER MOLDING OF NATURAL FIBER REINFORCED POLYBENZOXAZINE COMPOSITES

Ms. Nadsuda Dansiri

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment 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
2000

ISBN 974-334-177-3

I19303087

Thesis Title	:	Resin Transfer Molding of Natural Fiber Reinforced Polybenzoxazine Composites
By	:	Ms. Nadsuda Dansiri
Program	:	Polymer Science
Thesis Advisors	:	Prof. Hatsuo Ishida
		Dr. Nantaya Yanumet
		Mr. John W. Ellis

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

..... College Director
(Prof. Somchai Osuwan)

Thesis Committee :

.....
(Prof. Hatsuo Ishida)

.....
(Dr. Nantaya Yanumet)

.....
(Mr. John W. Ellis)

.....
(Dr. Manit Nithitanakul)

ABSTRACT

4172014063 : POLYMER SCIENCE PROGRAM

KEY WORDS : Benzoxazine/ Kenaf fiber-PBZX composite/ Natural fiber-PBZX composite

Ms. Nadsuda Dansiri: Resin Transfer Molding of Natural Fiber Reinforced Polybenzoxazine Composites. Thesis Advisors: Prof. Hatsuo Ishida, Dr. Nantaya Yanumet, and Mr. John W. Ellis, 42 pp. ISBN 974-334-177-3

Kenaf fiber is incorporated in a polybenzoxazine (PBZX) resin matrix to form a unidirectionally reinforced composite containing 20 wt% fiber by a resin transfer molding technique. Two types of benzoxazine monomer are synthesized and used as resin mixtures: benzoxazines based on bisphenol-A/aniline (BA-a) and phenol/aniline (Ph-a). The effects of varying BA-a:Ph-a ratio in the resin mixture and curing conditions on mechanical properties of pure PBZX resin and kenaf/PBZX composites are studied. The flexural strength of the pure PBZX resin increases with increasing ratio of BA-a:Ph-a, curing temperature and curing time, but the impact strength increases only slightly. PBZX resin has lower water absorption, and higher flexural modulus, when compared with unsaturated polyester (UPE) resin. PBZX composites with 20 wt% fiber content have lower flexural and impact strengths, but higher flexural modulus compared with UPE composites with the same fiber content.

บทคัดย่อ

นางสาวนาฏสุดา ด่านศิริ: การผลิตพอลิเบนซอกซาซีนคอมพอสิทจากเส้นใยธรรมชาติโดยวิธีเรซินทรานสเฟอร์โมลดิ้ง (Resin Transfer Molding of Natural Fiber Reinforced Polybenzoxazine Composites) อาจารย์ที่ปรึกษา: ศ. ดร. ฮัทสึโอะ อิชิดะ, ดร. นันทยา ยานุเมศ และ นาย จอห์น เอลลิส 42 หน้า ISBN 974-334-177-3

วิทยานิพนธ์นี้เป็นการศึกษาถึงการนำเส้นใยปอแก้วมาใช้ร่วมกับเมตริกซ์ของพอลิเบนซอกซาซีนเรซินเพื่อสร้างวัสดุคอมพอสิทซึ่งมีการเสริมแรงในทิศทางเดียวโดยใช้เส้นใยเป็นสัดส่วน 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และใช้วิธีทำเรซินทรานสเฟอร์โมลดิ้ง มอนอเมอร์ของเบนซอกซาซีนสองชนิดถูกสังเคราะห์และใช้เป็นส่วนผสมของเรซิน ได้แก่ เบนซอกซาซีนที่สังเคราะห์จากอนุพันธ์ของบิสฟีนอล-เอ กับ อะนิลีน (บี-เอ) และ ฟีนอล กับ อะนิลีน (พี-เอ) ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาถึงผลของการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนของ บี-เอ:พี-เอ ในส่วนผสมของเรซิน และการปรับเปลี่ยนภาวะการบ่มต่อสมบัติเชิงกลของพอลิเบนซอกซาซีนเรซินและวัสดุคอมพอสิทของพอลิเบนซอกซาซีน เมื่อมีการเสริมแรงด้วยปอแก้ว ผลการศึกษาพบว่าความทนต่อการหักงอของพอลิเบนซอกซาซีนเรซินเพิ่มขึ้นเมื่อสัดส่วนบี-เอ:พี-เอ อุณหภูมิของการบ่ม และเวลาที่ใช้ในการบ่มเพิ่มขึ้น แต่ความทนต่อการกระแทกเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย พอลิเบนซอกซาซีนเรซินมีสมบัติการดูดซึมน้ำน้อยกว่าและมีค่าโมดูลัสของการหักงอสูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเอสเทอร์เรซินชนิดไม่อิ่มตัว เมื่อเปรียบเทียบวัสดุคอมพอสิทของพอลิเบนซอกซาซีนกับพอลิเอสเทอร์ชนิดไม่อิ่มตัวในสัดส่วนเส้นใย 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าวัสดุคอมพอสิทของพอลิเบนซอกซาซีนจะมีค่าความทนต่อการหักงอและการกระแทกต่ำกว่า แต่มีค่าโมดูลัสของการหักงอสูงกว่า

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to gratefully give special thanks to my advisor, Professor Hatsuo Ishida for his constructive suggestions and valuable guidance. I am also deeply indebted to my co-advisors, Dr. Nantaya Yanumet and Mr. John W. Ellis for their intensive suggestions, valuable guidance and vital help throughout this research work.

I greatly appreciate all the professors who have tendered invaluable knowledge to me at the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University.

I wishes to express my thanks to all of my friends and to the College staff who willingly gave me warm support and encouragement.

Finally, I am deeply indebted to my family for their love, understanding, encouragement, and for being a constant source of inspiration.

TABLE OF CONTENTS

		PAGE
	Title Page	i
	Abstract (in English)	iii
	Abstract (in Thai)	iv
	Acknowledgements	v
	Table of Contents	vi
	List of Tables	ix
	List of Figures	x
CHAPTER		
I	**INTRODUCTION**	1
	1.1 Polybenzoxazine Resin	2
	1.2 Kenaf Fiber	3
	1.2.1 Structure	3
	1.2.2 Chemical Composition	5
	1.3 Composite Material	5
	1.4 Resin Transfer Molding (RTM) Process	6
II	**LITERATURE SURVEY**	7
III	**EXPERIMENTAL**	14
	3.1 Materials	14
	3.2 Instruments	14
	3.2.1 Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR)	14
	3.2.2 Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer (NMR)	14

CHAPTER PAGE

3.2.3 Resin Transfer Mold 15
3.2.4 Instron Universal Testing Machine 15
3.2.5 Zwick Pendulum Impact Tester 15
3.3 Methodology 16
3.3.1 Monomer Preparation 16
3.3.2 Preparation of Resins 17
3.3.3 Resin Transfer Molding of Composites 17
3.3.4 Monomer Characterization 18
3.3.5 Mechanical Testing 18
3.3.6 Determination of Water Absorption 18

IV **RESULTS AND DISCUSSION** 20
4.1 Monomer Characterization 20
4.1.1 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) 20
4.1.2 Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (NMR) 23
4.2 Properties of Polybenzoxazine Resin 24
4.2.1 Effect of Varying the Resin Composition 24
4.2.2 Effect of Curing Conditions 27
4.2.3 Comparison of Properties of Polybenzoxazine and Unsaturated Polyester Resins 29
4.3 Properties of Composites 31
4.3.1 Comparison of Properties of Pure Polybenzoxazine Resins and their Composites 31

CHAPTER		PAGE
	4.3.2 Comparison of Properties of Composites from Polybenzoxazine and Unsaturated Polyester Resins	33
V	**CONCLUSIONS**	35
	REFERENCES	36
	CURRICULUM VITAE	42

LIST OF TABLES

TABLE		PAGE
1.1	Chemical composition of kenaf fibers, wt%	5
4.1	Comparison of mechanical properties of polybenzoxazine and unsaturated polyester resins	29
4.2	Mechanical properties of polybenzoxazine resins (ratio of 60:40) and kenaf-reinforced polybenzoxazine composites at different curing conditions	31
4.3	Mechanical properties of polybenzoxazine resins and kenaf-reinforced polybenzoxazine composites using different BA-a: Ph-a ratio of 40:60 and 60:40 (curing conditions of 150°C for 3 h + 170°C for 3 h)	32
4.4	Mechanical properties of composites from polybenzoxazine and unsaturated polyester resins with 20 wt% kenaf fiber	33

LIST OF FIGURES

FIGURE		PAGE
1.1	Molecular structures of (a) benzoxazine monomer, (b) repeating unit of polybenzoxazine (R = amine group, R' = phenol group)	3
1.2	Schematic representation of the fine structure of a wood fiber	4
1.3	Cross section (×500) of kenaf fiber	5
3.1	Mold for making composites by Resin Transfer Molding (RTM) technique	15
3.2	Molecular structures of monomers used for synthesis of Polybenzoxazine resins: (a) Ph-a monomer (b) BA-a monomer	16
4.1	FTIR spectrum of as-synthesized Ph-a monomer	21
4.2	FTIR spectrum of as-synthesized BA-a monomer	22
4.3	NMR spectrum of as-synthesized Ph-a monomer	23
4.4	NMR spectrum of as-synthesized BA-a monomer	24
4.5	Flexural strength of polybenzoxazine resins with different BA-a:Ph-a ratios	25
4.6	Flexural modulus of polybenzoxazine resins with different BA-a:Ph-a ratios	26
4.7	Impact strength of polybenzoxazine resins with different BA-a:Ph-a ratios	26
4.8	Flexural strength of polybenzoxazine resins cured under different conditions	27
4.9	Flexural modulus of polybenzoxazine resin cured under different conditions	28

FIGURE **PAGE**

4.10 Impact strength of polybenzoxazine resin cured under different conditions 28

4.11 Water absorption of polybenzoxazine and unsaturated polyester resins 30