ผลของตัวเติมเต็มดัดแปรผิวต่อสมบัติเชิงกลของแผ่นพอลิไวนิล คลอไรด์ชนิดแข็งตึงทึบแสง

นายสุวิวัฒน์ แก้ววิริยะชูชัย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ หลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2544

ISBN 974-17-0411-9

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECT OF SURFACE MODIFIED FILLER ON MECHANICAL PROPERTIES OF RIGID POLY(VINYL CHLORIDE) OPAQUE SHEET

Mr Suwiwat Kaewwiriyachuchai

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science

Program of Petrochemistry and Polymer Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2001

ISBN 974-17-0411-9

สุวิวัฒน์ แก้ววิริยะชูชัย : ผลของตัวเติมเต็มดัดแปรผิวต่อสมบัติเชิงกลของแผ่นพอลิไวนิล คลอไรด์ชนิดแข็งตึงทึบแสง (EFFECT OF SURFACE MODIFIED FILLER ON MECHANICAL PROPERTIES OF RIGID POLY(VINYL CHLORIDE) OPAQUE SHEET) อ.ที่ปรึกษา : ศ. ดร. สุดา เกียรติกำจรวงศ์, 105 หน้า. ISBN 974-17-0411-9

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของชนิด ปริมาณและอัตราส่วนผสมของตัวเติมเต็มดัดแปลงผิวต่อสมบัติเชิงกลและความร้อนของแผ่นพอลิไวนิลคลอไรด์ชนิดแข็งตึงทึบแสง (R-PVCOPS) ในกระบวนการผลิตแผ่น R-PVCOPS ใช้เครื่องรีดผิวโดยผสมตัวเติมเต็มแคลเซียมคาร์บอเนต เคโอลิน และ/หรือ ทัลคัมในอัตราส่วนดังนี้ 5 10 และ/หรือ 20 ส่วนในร้อยส่วนโดยปรับเปลี่ยนชนิดและปริมาณของตัวเติมเต็มที่เครื่องผสมสองลูกกลิ้งให้แผ่นมีความหนา 0.3 มิลลิเมตร สมบัติเชิงกลที่ศึกษา ได้แก่ การทนแรงดึง การทนแรงฉีก การทนแรงกระแทก และสมบัติเชิงความร้อนเชิงร้อยละการหดตัวและอุณหภูมิที่ทำให้พลาสติกเสียรูป จากการทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณตัวเติมเต็มชนิดเดี่ยว ค่าการทนแรงดึง การทนแรงฉีก และการทนแรงกระแทกเพิ่มขึ้นแต่ร้อยละการหดตัวลดลง เมื่อนำตัวเติมเต็มมาผสมกันสองและสามชนิด ค่าการทนแรงดึง การทนแรงฉีก และการทนแรงกระแทกเพิ่มสูงขึ้นและค่าดังกล่าวลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณตัวเติมเต็มผสมเป็น 20 ส่วนในร้อยส่วน ขณะที่อุณหภูมิทำให้พลาสติกเสียรูปลดลงอย่างไม่มีนัยสำคัญ เมื่อตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กทรอนแบบกราดการกระจายขนาดของตัวเติมเต็มระหว่างโมเลกุลของแผ่นพอลิไวนิลคลอไรด์ชนิดแข็งตึงทึบแสงที่มีปริมาณตัวเติมเต็มเป็น 20 ส่วนในร้อยส่วนลดลงและทำให้ผิวหน้าไม่สม่ำเสมอ

อัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดของการผลิตแผ่นพอลิไวนิลคลอไรด์ชนิดแข็งตึงทึบแสงโดยใช้เครื่องรีดผิวคือ ใช้ตัวเติมเต็มในอัตราส่วนแคลเซียมคาร์บอเนต/ทัลคัม (1/1) ปริมาณ 10 ส่วนในร้อยส่วน โดยมีค่าการทนแรงดึง 609±2.61 kg/cm^2 ค่าการทนแรงฉีก 67±0.34 kg/cm ค่าทนแรงกระแทก 7.6±0.05 kg/cm ส่วนแผ่นพอลิไวนิลคลอไรด์ชนิดแข็งตึงทึบแสงเชิงพาณิชย์มีค่าทนแรงดึง ค่าทนแรงฉีก และค่าทนแรงกระแทก คือ 420±50 kg/cm^2 32±20 kg/cm 1.4±2.0 kg/cm ตามลำดับ แผ่นพอลิไวนิลคลอไรด์ชนิดแข็งตึงทึบแสงที่เตรียมมีสมบัติเชิงกลและความร้อนเพิ่มขึ้นและช่วยลดต้นทุนของราคาเรซินพอลิไวนิลคลอไรด์

ภาควิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต _____

สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา _____

ปีการศึกษา 2544 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม _____

4173410923: MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE
KEY WORD: RIGID POLY(VINYL CHLORIDE) / CALCIUM CARBONATE / TALCUM / KAOLIN
SUWIWAT KAEWWIRIYACHUCHAI : EFFECT OF SURFACES MODIFIED FILLER ON MECHANICAL PROPERTIES OF RIGID POLY(VINYLCHLORIDE) OPAQUE SHEET. THESIS ADVISOR : PROF. SUDA KIATKAMJORNWONG, Ph.D., 105 pp. ISBN 974-17-0411-9

This research studied the effects of type, concentration, and mixed ratio of surface modified fillers on mechanical properties and thermal properties of rigid poly(vinyl chloride) opaque sheet (R-PVCOPS). In production of R-PVCOPS via a calendering process, fillers of $CaCO_3$, kaolin and/or talcum at a ratio of 5, 10 and/or 20 phr were mixed, at a varied type and concentration, in a two-roll mill to give a sheet with 0.3 mm thickness. The mechanical properties understudy are tensile strength, tear strength, impact strength; thermal properties as the percentage of shrinkage, and heat deflection temperature. On the mechanical property test, it was found that increases in concentration of the single filler, tensile strength, tear strength and impact strength increased, but percentage shrinkage decreased. When two or three types of fillers were mixed, a greater increase in tensile strength, tear strength and impact strength and marked decrease in above-mentioned values were found at an increased filler concentration to 20 phr, whereas the heat deflection temperature insignificantly decreased. Upon examination by scanning electron microscopy, particle size distribution of the fillers among the molecular chains of R-PVCOPS containing 20 phr filler decreased, which resulted in rough surfaces of the sheets.

The optimum conditions for producing R-PVCOPS by a calendering machine are the 1/1 ratio of calcium carbonate/talcum to a total filler concentration of 10 phr. The properties obtained are tensile strength of 609±2.61 kg/cm^2, tear strength of 67±0.34 kg/cm, and impact strength of 7.6±0.05 kg/cm. The commercial rigid poly(vinyl chloride) sheets have tensile strength, tear strength and impact strength of 420±50 kg/cm^2, 32±20 kg/cm, and 1.4±2.0 kg/cm, respectively. The R-PVCOPS so prepared could increase both mechanical and thermal properties and reduce production cost of poly(vinyl chloride) resin.

Department Petrochemistry and Polymer Science — Student's signature _____
Field of study Petrochemistry and Polymer Science — Advisor's signature _____
Academic year 2001 — Co-advisor's signature _____

Thesis Title	Effect of Surface Modified Filler on Mechanical Properties of Rigid Poly(Vinyl chloride) Opaque Sheet
By	Mr. Suwiwat Keawwiriyachuchai
Program in	Petrochemistry and Polymer Science
Thesis Advisor	Professor Suda Kiatkamjornwong, Ph.D.

Accepted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree

Deputy Dean for Administrative Affairs

Pipat Karntiang ..... Acting Dean, of Faculty of Science

(Associate Professor Pipat Karntiang, Ph.D.)

Thesis Committee

.....Chairman

(Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.)

Suda Kiatkamjornwong .....Thesis Advisor

(Professor Suda Kiatkamjornwong, Ph.D.)

.....Member

(Professor Somsak Darmronglerd, Ph.D.)

W. Trakarnpruk .....Member

(Associate Professor Wimonrat Trakarnpruk, Ph.D.)

Warintorn Chavasiri .....Member

(Assistant Professor Warintorn Chavasiri, Ph.D.)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to express my deepest gratitude, and appreciation to my advisor, Professor Dr. Suda Kiatkamjornwong, for her kindness suggestion, valuable guidance and encouragement throughout the experimental period and review my thesis.

I am also grateful to Professor Dr. Pattarapan Prasassarakich, Professor Dr. Somsak Darmronglerd, Associate Professor Dr.Wimonrat Trakarnpruk and Assistant Professor Dr. Warintorn Chavasiri for serving on members of thesis committee.

In addition, my special thankfulness is for Apex Plastics Co.,Ltd., in particular the Management level for donating me the virgin poly(vinyl chloride) resin and allowing me to utilize laboratory facilities in Samuthsakorn factory. Moreover, special thanks are also extended to Mahidol University and Chulalongkorn University for allowing me to use the library facilities. Without these kind supports, my research would have not been realized.

Many thanks go to my friends and colleagues, whose names are not mentioned here, who have contributed suggestions and courteous assistance during the course of my research.

Finally, I wish to express the deepest gratitude to my family for their understanding, support and encouragement, which are the during force for my achievement.

CONTENTS

PAGE

ABSTRACT (IN THAI).....iv

ABSTRACT (IN ENGLISH).....v

ACKNOWLEDGMENTS.....vi

CONTENTS.....vii

LIST OF TABLES.....x

LIST OF FIGURES.....xi

ABBREVIATIONS.....xiv

CHAPTER I INTRODUCTION

1.1 Introduction.....1

1.2 Objective and scope of the research 2

CHAPTER II THEORY AND LITERATURE REVIEWS

2.1 PVC and fillers in PVC.....4

2.1.1 Plasticized PVC.....5

2.1.2 Unplasticized PVC.....6

2.2 Filler and reinforcement.....7

2.2.1 Theory of the action of fillers and reinforcements.....8

2.2.2 Properties of filled and reinforced plastics.....10

2.2.3 Application criteria for fillers in thermoplastic.....12

2.2.4 Economic importance of filler and reinforcement.....14

2.3 Description of the individual fillers and reinforcements.....14

2.3.1 Calcium carbonate.....15

2.3.2 Talcum.....19

PAGE

2.3.3 Kaolin.....21

2.4 Literature Reviews.....25

CHAPTER III EXPERIMENTAL

3.1 Materials.....30

3.2 Apparatus.....31

3.3 Experiment procedure.....31

3.3.1 Mixing procedure.....33

3.4 Mechanical measurement.....33

3.4.1 Tensile testing.....33

3.4.2 Impact testing.....34

3.4.3 Tear testing.....35

3.5 Physical measurement.....36

3.5.1 Shrinkage testing.....36

3.6 Thermal measurement.....37

3.6.1 Heat deflection temperature.....37

3.7 Morphology of the fractured surface.....38

CHAPTER IV RESULTS AND DISCUSSION

4.1 Properties of commercial products.....39

4.2 Effect of filler content on mechanical properties of R-PVCOPS.....40

4.2.1 Tensile properties.....40

4.2.2 Tear properties.....46

4.2.3 Impact properties.....51

PAGE

4.3 Effect of filler content on thermal properties of R-PVCOPS.....55

4.3.1 Heat deflection temperature.....55

4.3.2 Shrinkage properties.....60

4.4 Effect of filler content on morphological characteristic of R-PVCOPS.....65

4.4.1 Scanning election microscopy (SEM).....65

4.5 Comparison of properties of new products with commercial available materials.....81

4.6 Economic consideration.....81

CHAPTER V CONCLUSION AND SUGGESTION

5.1 Conclusions.....83

5.2 Suggestion for further work.....85

REFERENCES.....86

APPENDICES.....89

APPENDIX A.....90

APPENDIX B.....96

VITA.....105

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF TABLES

TABLES **PAGE**

2.1 Influence of filler/reinforcement properties on composites.....13

2.2 Diagrammatic presentation of the influence of filler and reinforcement on thermoplastics.....24

3.1 Material and source.....30

3.2 Formulation of PVC compounds.....32

4.1 Mechanical and thermal properties of commercial products.....39

4.2 Tensile strength of one-filler filled R-PVCOPS 42

4.3 Tensile strength of two-filler filled R- PVCOPS 44

4.4 Tensile strength of three-filler filled R-PVCOPS 45

4.5 Tear strength of one-filler filled R-PVCOPS 47

4.6 Tear strength of two-filler filled R-PVCOPS.....49

4.7 Tear strength of three-filler filled R-PVCOPS 50

4.8 Izod impact strength of one-filler filled R-PVCOPS 51

4.9 Izod impact strength of two-filler filled R-PVCOPS 52

4.10 Izod impact strength of three-filler filled R-PVCOPS.....54

4.11 HDT of one-filler filled R-PVCOPS 56

4.12 HDT of two-filler filled R-PVCOPS 58

4.13 HDT of three-filler filled R-PVCOPS o.....59

4.14 Shrinkage of one-filler filled R-PVCOPS 61

4.15 Shrinkage of two-filler filled R-PVCOPS 62

4.16 Shrinkage of three-filler filled R-PVCOPS 63

4.17 Cost analysis of the new product with commercial available materials.....81

LIST OF FIGURES

FIGURES **PAGE**

3.1 Schematic dimension of tensile test specimen.....34

3.2 Schematic dimension of izod impact test specimen.....35

3.3 Schematic dimension of univereal tester and specimen dimension.....36

3.4 Schematic dimension of shrinkage test specimen..... 37

3.5 Schematic dimension of HDT test specimen.....38

4.16 SEM micrograph of R-PVCOPS virgin (no-filler) at 1,000X Magnification.....67

4.17 SEM micrograph of R-PVCOPS with 5 phr $CaCO_3$ at 1,000X magnification.....67

4.18 SEM micrograph of R-PVCOPS with 10 phr $CaCO_3$ at 1,000X magnification.....68

4.19 SEM micrograph of R-PVCOPS with 20 phr $CaCO_3$ at 1,000X magnification.....68

4.20 SEM micrograph of R-PVCOPS with 5 phr talc at 1,000X magnification.....69

4.21 SEM micrograph of R-PVCOPS with 10 phr talc at 1,000X magnification.....69

4.22 SEM micrograph of R-PVCOPS with 20 phr talc at 1,000X magnification.....70

4.23 SEM micrograph of R-PVCOPS with 5 phr kaolin at 1,000X magnification.....70

FIGURES **PAGE**

4.24 SEM micrograph of R-PVCOPS with 10 phr kaolin at 1,000X magnification.....71

4.25 SEM micrograph of R-PVCOPS with 20 phr kaolin at 1,000X magnification.....71

4.26 SEM micrograph of R-PVCOPS with 5 phr $CaCO_3$/talc at 1,000X magnification.....72

4.27 SEM micrograph of R-PVCOPS with 10 phr $CaCO_3$/talc at 1,000X magnification.....72

4.28 SEM micrograph of R-PVCOPS with 20 phr $CaCO_3$/talc at 1,000X magnification.....73

4.29 SEM micrograph of R-PVCOPS with 5 phr $CaCO_3$/kaolin at 1,000X magnification.....73

4.30 SEM micrograph of R-PVCOPS with 10 phr $CaCO_3$/kaoalin at 1,000X magnification.....74

4.31 SEM micrograph of R-PVCOPS with 20 phr $CaCO_3$/kaolin at 1,000X magnification.....74

4.32 SEM micrograph of R-PVCOPS with 5 phr talc/kaolin at 1,000X magnification.....75

4.33 SEM micrograph of R-PVCOPS with 10 phr talc/kaolin at 1,000X magnification.....75

4.34 SEM micrograph of R-PVCOPS with 20 phr talc/kaolin at 1,000X magnification.....76

FIGURES **PAGE**

4.35 SEM micrograph of R-PVCOPS with 5 phr $CaCO_3$/talc/kaolin (2.5:1.5:1) at 1,000X magnification.....76

4.36 SEM micrograph of R-PVCOPS with 10 phr $CaCO_3$/talc/kaolin (2.5:1.5:1) at 1,000X magnification.....77

4.37 SEM micrograph of R-PVCOPS with 20 phr $CaCO_3$/talc/kaolin (2.5:1.5:1) at 1,000X magnification.....77

4.38 SEM micrograph of R-PVCOPS with 5 phr $CaCO_3$/talc/kaolin (1:2.5:1.5) at 1,000X magnification.....78

4.39 SEM micrograph of R-PVCOPS with 10 phr $CaCO_3$/talc/kaolin (1:2.5:1.5) at 1,000X magnification.....78

4.40 SEM micrograph of R-PVCOPS with 20 phr $CaCO_3$/talc/kaolin (1:2.5:1.5) at 1,000X magnification.....79

4.41 SEM micrograph of R-PVCOPS with 5 phr $CaCO_3$/talc/kaolin (1.5:1:2.5) at 1,000X magnification.....79

4.42 SEM micrograph of R-PVCOPS with 10 phr $CaCO_3$/talc/kaolin (1.5:1:2.5) at 1,000X magnification.....80

4.43 SEM micrograph of R-PVCOPS with 20 phr $CaCO_3$/talc/kaolin (1.5:1:2.5) at 1,000X magnification.....80

LIST OF ABBREVIATIONS

R-PVCOPS	Rigid poly(vinyl chloride) opaque sheet
SEM	Scanning Electron Microscopy
HDT	Heat deflection temperature
ASTM	American Society for Testing and Materials
PVC	Poly(vinyl chloride)
VCM	Vinyl chloride monomer
ABS	Acrylonitrile Butadiene Styrene
Talc	Talcum
Tg	Glass transition temperature
phr	Parts per hundred resin

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย