การศึกษากระบวนการโพลิเมอไรเซชันของยาง อีวีเอ และ ยางผสม อีวีเอ/ยางธรรมชาติ

นาย ช้างทอง มหาผาสุกวัฒน์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีโพลิเมอร์
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
พ.ศ. 2533

ISBN 974-577-916-4

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

016543

Study of Foaming Process of EVA Rubber and EVA/Natural Rubber Blends

Mr. Changthong Mahaphasukwat

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering
Program of Polymer Technology
Graduate School
Chulalongkorn University
1990

ISBN 974 - 577 - 916 - 4

Thesis Title	Study of Foaming Process of EVA Rubber and EVA/Natural Rubber Blends.
By	Mr. Changthong Mahaphasukwat
Program	Polymer Technology
Thesis Advisor	Associate Professor Ura Pancharoen,Ph.D.
Thesis Co-advisor	Assistant Professor Krisda Suchiva,Ph.D.

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

.....Dean of Graduate School

(Professor Thavorn Vajraphaya,Ph.D.)

Thesis Committee

.....Chairman

(Assistant Professor Supawan Tantayanon,Ph.D.)

.....Thesis Advisor

(Associate Professor Ura Pancharoen,Ph.D.)

.....Thesis Co-Advisor

(Assistant Professor Krisda Suchiva,Ph.D.)

.....Member

(Associate Professor Patarapan Prasassarakich,Ph.D.)

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

ช้างทอง มหาผาสุกวัฒน์ การศึกษากระบวนการโฟมของยาง อีวีเอ และยางผสม อีวีเอ /ยางธรรมชาติ (STUDY OF FOAMING PROCESS OF EVA RUBBER AND EVA/ NATURAL RUBBER BLENDS) อ.ที่ปรึกษา: รศ.ดร. อุรา ปานเจริญ, อ.ที่ปรึกษาร่วม: ผศ.ดร. กฤษฎา สุชีวะ, 123 หน้า. ISBN 974-577-916-4

งานวิจัยครั้งนี้เป็นการศึกษาตัวแปรในกระบวนการผลิตต่อสมบัติและคุณภาพของโฟมยาง อีวีเอ เพื่อเป็นแนวทางในการปรับปรุงคุณภาพของโฟมยาง อีวีเอ ในอุตสาหกรรมรองเท้าไทย. ผลการวิจัยพบว่า การผสมสารเคมีต่าง ๆ กับยาง อีวีเอ ให้เข้ากันเป็นอย่างดีรวมถึงการกำหนดเวลาในการพักเก็บส่วนผสมก่อนกระบวนการโฟมที่อุณหภูมิห้องมีผลต่อการควบคุมคุณภาพที่ดีของโฟม. การศึกษานี้ทำให้ได้ทราบถึงวิธีการผสมที่ให้ผลเป็นที่น่าพอใจ ส่วนระยะเวลาที่เหมาะสมในการทำให้ยางคงรูปและพองตัวสามารถหาได้จากการวัดอัตราการเกิดปฏิกิริยาของสารเชื่อมโยงโมเลกุล (DCP) และอัตราการสลายตัวของสารฟู (AK#2), สมบัติของโฟมที่ได้สามารถปรับได้โดยการแปรปริมาณของสารฟูและสารเชื่อมโยง. นอกจากนั้นการเติมสารซิงค์ออกไซด์จะมีส่วนช่วยให้สมบัติทางฟิสิคส์รวมทั้งสีและกลิ่นดีขึ้น

การวิจัยครั้งนี้ยังรวมถึงการศึกษาการทดแทนยาง อีวีเอ บางส่วนด้วยยางสังเคราะห์โพลีไอโซพรีนหรือยางธรรมชาติ. ผลการวิจัยพบว่า สามารถทดแทนยาง อีวีเอ ได้ถึง 15 เปอร์เซนต์ โดยไม่ทำให้สมบัติเปลี่ยนไปมาก. แต่ยางธรรมชาติทำให้สีของโฟมเหลืองคล้ำไปเล็กน้อย.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา สหสาขาวิชา ปิโตรเคมี-โพลีเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา เทคโนโลยีโพลีเมอร์ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2532 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

CHANGTHONG MAHAPHASUKWAT : STUDY OF FOAMING PROCESS OF EVA RUBBER AND EVA/NATURAL RUBBER BLENDS. THESIS ADVISOR : ASSO. PROF.URA PANCHAROEN,Ph.D.,THESIS CO-ADVISOR : ASSIS.PROF.KRISDA SUCHIVA,Ph.D. 123 pp. ISBN 974-577-916-4

Studies were made of process parameters affecting the properties and consistency of expanded EVA. The objective was to help improve the quality of expanded EVA used in the local footwear industry. It was found that good mixing of chemical ingredients and EVA rubber, a brief period of storage of the compounds at room temperature prior to foaming and curing were essential for good consistent properties of the products. A satisfactory mixing procedure was estabished. Suitable cure time could be found from measurements of curing rate of the crosslinking agent used (DCP) and decompositon rate of blowing agent (AK#2).Properties of expanded EVA could be adjusted by varying the amount of blowing and curing agents. Addition of Zinc oxide was also found to yield improve physical as well as color and odor properties.

Studies were also made to replace part of EVA with synthetic or natural polyisoprenes. The results showed that up to 15% of EVA could be replace with synthetic polyisoprene or natural rubber without significant changes in properties of the foams but natural rubber imparted slight yellowish color.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา ศิลปศาสตร์ ปิโตรเคมี-โพลีเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา เทคโนโลยีโพลีเมอร์

ปีการศึกษา 2532 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

ทองสุขสถาน สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ACKNOWLEDGMENTS

I wish to thank and express my appreciation to my co-advisor Assistant Prof. Dr.Krisda Suchiva for his guidance,advice and support throughout the course of this research, to my advisor Associate Prof. Dr. Ura Pancharoen for his kindness and helpfulness in the preparation and proof of this thesis.

My special thanks also goes to the Machine Machanic Department, King Mongkut Institute of technology (NBK) for supporting in manufacturing machines using in this investigation. These machaines would not be completed without a word of thanks to the Center for Metallogy and Material Technology, Ministry of Science, Technology and Energy for their financial support.

All instruments used in this work were made available by the generosity of the Chemistry Department, Mahidol University.

Finally, I wish to thank the thesis committee for their comments. Thanks are also due to the graduate students at Chulalongkorn University and to everyone who have given support in the preparation of this thesis.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTENTS

PAGE

ABSTRACT (in Thai)..... iv

ABSTRACT..... v

ACKNOWLEDGMENTS..... vi

LIST OF TABLES..... xi

LIST OF FIGURES.....xiii

CHAPTER

I. INTRODUCTION..... 1

II. BACKGROUND IN EVA FOAMING PROCESS

2.1 Foaming Process..... 4

2.2 Ethylene-Vinylacetate Copolymer(EVA)..... 8

2.3 Chemical Blowing Agent..... 11

2.4 Organic Peroxide as Cross-linking Agent... 19

III. EXPERIMENTAL

3.1 Raw Materials..... 26

3.2 Machines and Equipments..... 27

3.3 Investigation Step..... 32

3.3.1 Formulation..... 32

3.3.2 Sample Preparation..... 33

3.3.3 Investigation Process Parameters..... 36

3.3.4 Replacement of Synthetic Polyisoprene by Natural Rubber in EVA Foaming Process..... 39

3.4 Determination of Physical Properties of EVA Foam..... 40

VI. RESULT AND DISSCUSSION

4.1 Parameters Affecting Mixing and Quality of EVA Compounds..... 44

4.1.1 Effect of Compounding Stage 1 on Shear Viscosity..... 44

4.1.2 Effect of Process Parameters on Foaming 46

4.1.3 Effect of Process Parameters on Cross-Linking 51

4.1.4 Summerize the Effect of Process Parameter on Cross-Linking/ Foaming..... 56

4.2 Effect of Process Parameters on Various Physical Propesties..... 58

4.2.1 Effect of Stage 1 Compounding Time on Physical Properties..... 58

4.2.2 Effect of Stage 2 Compounding Time on Physical Properties..... 64

4.2.3 Effect of Stage 3 Compounding Time on Physical Properties..... 70

4.2.4 Effect of Storage Time on Physical Properties..... 72

Physical Properties..... 72
4.2.5 Effect of Cure Temperature on Physical properties..... 78
4.2.6 Effect of Cure Time and Level of Blowing agent on Physical Properties..... 84
4.2.7 Effect of Amount of Zinc Oxide on Physical Properties..... 90
4.2.8 Optimum Condition of Foaming Process of EVA Rubber 92
4.3 Replacement of Synthetic Polyisoprene by Natural Rubber in Foaming Process of of EVA Blends..... 94
4.3.1 Effect of Stage 1 Compounding Time on Shear Viscosity..... 94
4.3.2 Effect of Synthetic Polyisoprene and Natural Rubber on Cross-Linking 96
4.3.3 Effect of Synthetic Polyisoprene and Natural Rubber on Foaming..... 97
4.3.4 Effect of Level of Synthetic Polyisoprene and Stage 1 Compounding Time on Physical Properties..... 98
4.3.5 Effect of Level of Natural Rubber and Stage 1 Compounding Time on Physical Properties..... 98

4.3.6 Comparison of Physical Properties of Synthetic Polyisoprene and Naturl Rubber in Foaming Process of EVA Blends..... 101

V. CONCLUSION..... 103

REFERENCES..... 105

APPENDIXES..... 107

VITA..... 123

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF TABLES

TABLE PAGE

2.1 Common chemical blowing agent according to decomposition range, gas yield and principal uses.....18

2.2 Amount of peroxide needed for cross-linking of polymers.....25

3.1 The experimental formulation (by phr).....28

3.2 The experimental formulation (by weitht).....29

3.3 Basic process and condition of EVA foaming.....30

3.4 Variation time in compounding stage.....37

3.5 Variation time in storage stage.....38

3.6 Variation cure time/temperature in cross-linking/foaming process.....39

3.7 Variation Process in cross-linking/foaming of EVA blends.....39

4.1 Effect of stage 1 compounding time on shear viscosity.....45

4.2 Summerize the effect of process parameters on cross-linking/foaming.....57

4.3 Effect of stage 1 compounding time on physical properties.....59

4.4 Effect of stage 2 compounding time on physical properties.....65

TABLE PAGE

4.5 Effect of stage 3 compounding time on physical properties.....71
4.6 Effect of storage time on physical properties.....73
4.7 Effect of cure temperature on physical properties.....79
4.8 Effect of cure time and level of blowing agent on physical properties 85
4.9 Effect of amount of zinc oxide on physical properties.....91
4.10 Effect of level of synthetic polyisoprene and stage 1 compounding time on physical properties.....99
4.11 Effect of level of naturl rubber and stage 1 compounding time on physical properties.....100

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF FIGURES

FIGURE PAGE

3.1 The folw diagram of EVA process.....31

4.1 Effect of stage 1 compounding time on shear viscosity.....45

4.2 Effect of stage 2 compounding time on foaming(storage 2 hr.).....47

4.3 Effect of stage 3 compounding time on foaming(storage 2 hr.).....47

4.4 Effect of level of zinc oxide on foaming(storage 2:20 hr.).....48

4.5 Effect of level of blowing agent on foaming(storage 1:25 hr.).....48

4.6 Effect of storage time on foaming (zinc oxide 0%).....49

4.7 Effect of storage time on foaming (zinc oxide 8%).....49

4.8 Effect of storage time on foaming (zinc oxide 20%).....50

4.9 Effect of stage 2 compounding time on cross-linking.....52

4.10 Effect of stage 3 compounding time on cross-linking.....52

4.11 Effect of level of zinc oxide and cure temperature on cross-linking.....53

FIGURE PAGE

4.12 Effect of cure temperature on cross-linking.....53
4.13 Effect of level of cross-linking agent on cross-linking.....54
4.14 Effect of storage time on cross-linking (zinc oxide 0%).....54
4.15 Effect of storage time on cross-linking (zinc oxide 8%).....55
4.16 Effect of stage 1 compounding time on density.....60
4.17 Effect of stage 1 compounding time on hardness.....60
4.18 Effect of stage 1 compounding time on expansion ratio.....61
4.19 Effect of stage 1 compounding time on tensile strength.....61
4.20 Effect of stage 1 compounding time on tear strength.....62
4.21 Effect of stage 1 compounding time on elongation.....62
4.22 Effect of stage 1 compounding time on compression set.....63
4.23 Effect of stage 2 compounding time on density.....66
4.24 Effect of stage 2 compounding time on hardness.....66

FIGURE PAGE

4.25 Effect of stage 2 compounding time on expansion ratio.....67
4.26 Effect of stage 2 compounding time on tensile strength.....67
4.27 Effect of stage 2 compounding time on tear strength.....68
4.28 Effect of stage 2 compounding time on elongation.....68
4.29 Effect of stage 2 compounding time on compression set.....69
4.30 Effect of storage time on density.....74
4.31 Effect of stroage time on hardness.....74
4.32 Effect of stroage time on expansion ratio.....75
4.33 Effect of storage time on tensile strength....75
4.34 Effect of storage time on tear strength.....76
4.35 Effect of storage time on elongation.....76
4.36 Effect of storage time on compression set.....77
4.37 Effect of cure temperature on density.....80
4.38 Effect of cure temperature on hardness.....80
4.39 Effect of cure temperature on expandtion ratio.....81
4.40 Effect of cure temperature on tensile strength.....81
4.41 Effect of cure temperature on tear strength.....82

FIGTURE PAGE

4.42 Effect of cure temperature on elongation.....82
4.43 Effect of cure temperature on compression set.....83
4.44 Effect of cure time and level of blowing agent on density.....86
4.45 Effect of cure time and level of blowing agent on hardness.....86
4.46 Effect of cure time and level of blowing agent on expansion ratio.....87
4.47 Effect of cure time and level of blowing agent on tensile strength.....87
4.48 Effect of cure time and level of blowing agent on tear strength.....88
4.49 Effect of cure time and level of blowing agent on elongation.....88
4.50 Effect of cure time and level of blowing agent on compression set.....89
4.51 Effect of compounding stage 1 on shear viscosity.....95
4.52 Effect of natural rubber and synthetic polyisoprene on cross-linking.....95
4.53 Effect of natural rubber and synthetic polyisoprene on foaming.....97