**Abstract (บทคัดย่อ)**

---

**Project Code :** MRG5480078
**(รหัสโครงการ)**

**Project Title :** Preparation of alumina reinforcement of epoxidized natural rubber in latex phase mixing
**ชื่อโครงการ :** การเตรียมยางธรรมชาติอิพอกซิไดซ์เสริมแรงด้วยอะลูมินาด้วยเทคนิคการผสมในรูปลาเท็กซ์

**Investigator :** ดร.ชวนพิศ ขาวคง ภาควิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีวัสดุ คณะวิทยาศาสตร์
**(ชื่อนักวิจัย)** มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

**E-mail Address :** chuanpit.k@psu.ac.th

**Project Period :** 3 ปี 2 เดือน ตั้งแต่ 15 มิถุนายน 2554 ถึง 15 สิงหาคม 2557
**(ระยะเวลาโครงการ)**

---

This project studied a preparation of alumina reinforced epoxidized natural rubber (ENR) by latex compounding. A purpose of this study is investigating the possibility of alumina latex compounding and studying properties of alumina loading epoxidized natural rubber. The factors such as alumina content, epoxidation and alumina particle size, affect to properties of composite was determined. In addition, comparison of solid state mixing and latex mixing was done. Epoxidized natural rubber latex was prepared from *in situ* epoxidation of natural rubber and, formic acid and hydrogen peroxide at 60°C for 8 h. Different degree of epoxidation was obtained by varying mole ratio of formic acid and hydrogen peroxide to natural rubber. Then, compounding of ENR latex with vulcanizing chemical was performed. The optimum compounding condition and maturation were evaluated. It was found that suitable maturation was 1 day and stirring at 600 rpm for 1 h gave a good alumina dispersion. Furthermore, the composite with different alumina content was prepared. It can be observed that alumina was regularly dispersed in ENR matrix. The agglomeration to a bigger particle was obtained at the higher alumina content. Hardness, modulus at 100 and 300% elongation increased as alumina content was increased, while resilience decreased. Maximum tensile strength of composite was obtained at 10 phr alumina added. Thermal stability and $T_g$(DSC) increased as alumina loading increased, meanwhile, swelling ratio

decreased. Furthermore, the effect of epoxidation was determined as well. It was found that alumina precipitate onto mould in case incorporated in NR latex because of low compatibility. At higher epoxidation, alumina loading was limited as well due to film cracking. This result could be the synergist effect of rigidity of epoxide structure and hardness characteristic of alumina. In ENR composite without alumina, a high epoxidation rubber shows a lower $T_{g(DMTA)}$ than a low epoxidation rubber. Meanwhile, ENR with alumina, $T_g$ increased as degree of epoxidation increased. This caused by the occurring of interaction between alumina and epoxide groups, therefore, chain mobility decreased. Alumina particle size affect to mechanical properties as well. It was found that smaller alumina gave a higher tensile strength and hardness. In solid state mixing, it confirmed that alumina was more compatible with ENR than NR. It resulted a better particle distribution and a higher tensile strength. Swelling ratio of alumina filled ENR dramatically decreased compared to unfilled ENR. This caused by alumina-epoxide interaction. Whereas, swelling ratio NR composite slightly decreased. Comparison of solid state and latex mixing, it shows that solid state mixing had a higher mechanical properties because of a different vulcanization mechanism affected different vulcanization efficiency.

**Keywords :** Epoxidation, epoxidized natural rubber composite, alumina**,** latex mixing

**บทคัดย่อ:** งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมยางธรรมชาติอิพอกซิไดซ์เสริมแรงด้วยอะลูมินาโดยวิธีการผสมสารเคมีและสารตัวเติมในรูปน้ำยาง เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการผสมสารเคมีและสารตัวเติมอะลูมินาในรูปน้ำยาง ศึกษาสมบัติของยางอิพอกซิไดซ์เสริมแรง และปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติของยางอิพอกซิไดซ์เชิงประกอบที่ได้ เช่น ปริมาณอะลูมินา เปอร์เซ็นต์อิพอกซิเดชัน ขนาดอนุภาค ตลอดจนเปรียบเทียบกับยางเชิงประกอบที่ทำการผสมสารเคมีในรูปยางแห้ง น้ำยางอิพอกซิไดซ์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้เตรียมจากปฏิกิริยาอิพอกซิเดชันแบบอินซิทู ของน้ำยางธรรมชาติกับกรดฟอร์มิกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง โดยแปรอัตรส่วนโมลของกรดฟอร์มิก ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ และยางธรรมชาติยางเพื่อให้ได้ยางธรรมชาติอิพอกซิไดซ์ที่มีปริมาณอิพอกซิเดชันต่างๆ กัน จากนั้นเป็นการผสมสารเคมีสำหรับวัลคาไนเซชันและอะลูมินาในน้ำยาง ในช่วงแรกของการวิจัยทำการหาสภาวะการผสมที่เหมาะในการเตรียมยางเชิงประกอบ พบว่าการบ่มน้ำยางเป็นเวลา 1 วัน แล้วกวนผสมอะลูมินาที่ความเร็วรอบ 600 รอบ/นาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ให้การกระจายตัวของอะลูมินาดีที่สุด จากนั้นทำการเตรียมยางเชิงประกอบของยางอิพอกซิไดซ์โดยทำการแปรปริมาณอะลูมินาพบว่า อะลูมินาสามารถกระจายตัวได้อย่างสม่ำเสมอในยางอิพอกซิไดซ์ โดยพบการจับกันเป็นอนุภาคที่ใหญ่ขึ้นเมื่อปริมาณอะลูมินาเพิ่มขึ้น ส่วนค่าความแข็ง มอดุลัสที่ระยะยืด100 และ 300% มีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณอะลูมินาที่เพิ่มขึ้น แต่ค่าการกระเด้งตัวมีแนวโน้มลดลง ส่วนค่าความทนต่อแรงดึงมีค่าสูงสุดที่ปริมาณอะลูมินา 10 phr ค่า $T_g$(DSC) และเสถียรภาพทางความร้อนของ

ยางอิพอกซิไดซ์เชิงประกอบมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณอะลูมินามากขึ้น ส่วนการบวมตัวมีแนวโน้มลดลง จากการศึกษาผลของปริมาณอิพอกซิเดชันต่อสมบัติของยางอิพอกซิไดซ์เชิงประกอบ พบว่าในน้ำยางธรรมชาติที่ไม่มีการดัดแปร อะลูมินาเกิดการตกตะกอนแยกออกจากเนื้อยาง นอกจากนี้เมื่อปริมาณอิพอกซิเดชันมากขึ้นทำให้เติมอะลูมินาในยางอิพอกซิไดซ์ได้น้อยลงเช่นกัน เนื่องผลการเสริมกันของโครงสร้างที่แข็งกระด้างของอิพอกซิไดซ์และความแข็งของอะลูมินาทำให้ฟิล์มที่ได้เกิดรอยแตก ส่วนเสถียรภาพทางความร้อนและค่า $T_g$(DMTA) เพิ่มขึ้นตามปริมาณอิพอกซิเดชันที่เพิ่มขึ้น กรณีไม่เติมอะลูมินา ยางที่มีเปอร์เซ็นต์อิพอกซิเดชันสูง มีค่า $T_g$ ต่ำกว่ายางที่มีอิพอกซิเดชันต่ำกว่า แต่เมื่อเติมอะลูมินา ค่า $T_g$ ของยางเชิงประกอบสูงขึ้นตามปริมาณอิพอกซิเดชัน นอกจากนี้พบว่ายางอิพอกไซด์ที่เติมอะลูมินาที่มีขนาดเล็กให้สมบัติการทนต่อแรงและความแข็งที่ดีกว่าอนุภาคขนาดใหญ่ ในการศึกษาการผสมในรูปยางแห้ง พบว่าอะลูมินามีการกระจายในยางอิพอกซิไดซ์ได้ดีกว่าในยางธรรมชาติที่ไม่ดัดแปร ส่งผลให้มีการกระจายของอนุภาคดีกว่าและค่าการทนต่อแรงดึงสูงกว่าด้วย โดยที่ค่าการบวมตัวของยางอิพอกซิไดซ์เชิงประกอบมีค่าลดลงมากเมื่อเทียบกับไม่เติม แสดงถึงการเกิดอันตรกิริยาระหว่างหมู่อิพอกไซด์ของยางกับอะลูมินา ในขณะที่ยางธรรมชาติเชิงประกอบที่ปราศจากการดัดแปรมีค่าลดลงเพียงเล็กน้อย เมื่อเปรียบเทียบการเตรียมยางธรรมชาตอิพอกซิไดซ์โดยการผสมในรูปยางแห้งและน้ำยางแล้ว พบว่าในรูปยางแห้งให้สมบัติเชิงกลที่ดีกว่าในรูปน้ำยาง ซึ่งอาจเป็นผลของกลไกระบบวัลคาไนซ์ที่ต่างกัน ทำให้ได้ประสิทธิภาพการวัลคาไนซ์ต่างกัน

**คำหลัก :** ยางอิพอกซิไดซ์เชิงประกอบ, อิพอกซิเดชัน, อะลูมินา, การผสมในรูปน้ำยาง