การเคลือบผิวต้านทานรอยขูดขีดบนพอลิเมทิลเมทาคริเลตโดยกระบวนการโซลเจลของไซลาเทรน

นางสาววลัยรัตน์ ตั้งล้ำเลิศ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2546

ISBN:974-17-4826-4

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SCRATCH RESISTANT COATING ON POLY(METHYL METHACRYLATE) BY SOL-GEL PROCESS OF SILATRANE

Miss Walairat Tanglumlert

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2003

ISBN: 974-17-4826-4

Thesis title	SCRATCH RESISTANT COATING ON POLY(METHYL METHACRYLATE) BY SOL-GEL PROCESS OF SILATRANE
By	Miss Walairat Tanglumlert
Field of Study	Petrochemistry and Polymer Science
Thesis Advisor	Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.
Thesis Co-advisor	Assistant Professor Pitt Supaphol, Ph.D.

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

.....Dean of Faculty of Science
(Professor Piamsak Menasveta, Ph.D.)

Thesis Committee

.....Chairman
(Associate Professor Supawan Tantayanon, Ph.D.)

.....Thesis Advisor
(Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.)

..... Thesis Co-advisor
(Assistant Professor Pitt Supaphol, Ph.D.)

.....Member
(Associate Professor Wimonrat Trakarnpruk, Ph.D.)

.....Member
(Associate Professor Sujitra Wongkasemjit, Ph.D.)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

นางสาววลัยรัตน์ ตั้งล้ำเลิศ : การเคลือบผิวต้านทานรอยขูดขีดบนพอลิเมทิลเมทาคริเลตโดยกระบวนการโซลเจลของไซลาเทรน(SCRATCH RESISTANT COATING ON POLY(METHYL METHACRYLATE) BY SOL-GEL PROCESS OF SILATRANE) อาจารย์ที่ปรึกษา : ศ.ดร. ภัทรพรรณ ประศาสน์สารกิจ, อ.ที่ปรึกษาร่วม : ผศ.ดร.พิชญ์ ศุภผล จำนวนหน้า 51 หน้า. ISBN 974-17-4826-4

สารละลายเคลือบแข็งสำหรับปรับปรุงพื้นผิวของแผ่นพอลิเมทิลเมทาคริเลตเพื่อต้านทานรอยขูดขีด ได้ถูกพัฒนาด้วยกระบวนการโซลเจลของไซลาเทรน (silatrane) ผสมกับ 3-ไกลซิดอกซีพรอพิลไตรเมทอกซีไซเลน (3-glycidoxypropyl trimethoxysilane) เป็นสารเชื่อมโยง ของผสมไซลาเทรนและ 3-ไกลซิดอกซีพรอพิลไตรเมทอกซีไซเลน ถูกไฮโดรไลซ์โดยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลาร์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แผ่นพอลิเมทิลเมทาคริเลตถูกจุ่มในสารเคลือบผิว และอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ก่อนเพิ่มการแข็งตัวที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง การเติม 3-ไกลซิดอกซีพรอพิลไตรเมทอกซีไซเลน ลงในสารละลายไซลาเทรนทำให้เกิดฟิล์มแข็งบนแผ่นพอลิเมทิลเมทาคริเลต การยึดติดระหว่างฟิล์มบางกับแผ่นพอลิเมทิลเมทาคริเลตและคุณสมบัติความต้านทานรอยขูดขีดพบว่าเพิ่มขึ้นเมื่อสัดส่วนของสารเชื่อมโยงกับไซลาเทรนเพิ่มขึ้น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หลักสูตร ปีโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต .....
สาขาวิชา ปีโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....
ปีการศึกษา 2546 ลายมือชื่ออาจารย์ทีปรึกษาร่วม .....

 # # 4572482223 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE
KEY WORD: SCRATCH RESISTANCE / SOL-GEL PROCESS / PMMA / DIP-COATING / SILATRANE

WALAIRAT TANGLUMLERT : SCRATCH RESISTANT COATING ON POLY(METHYL METHACRYLATE) BY SOL-GEL PROCESS OF SILATRANE.(การเคลือบผิวต้านทานรอยขูดขีดบนพอลิเมทิลเมทาคริเลตโดยกระบวนการโซลเจลของไซลาเทรน) THESIS ADVISOR: PROFESSOR DR. PATTARAPAN PRASASSARAKICH, THESIS COADVISOR : ASST. DR. THESIS COADVISOR : ASST. DR. PITT SUPHAPHOL, 51 pp
ISBN 974-17-4826-4

Hard-coat coating solutions for improving scratch resistance of poly(methyl methacrylate) (PMMA) surface have been developed by sol-gel process of silatrane mixed with 3-glycidoxypropyl trimethoxysilane (GPTS), a silane coupling agent. Mixture of silatrane and GPTS were hydrolyzed in 1 M HCl as a catalyst. Poly(methyl methacrylate) substrates were dipped into the coating solutions and dried at 60°C for half an hour before being cured at 120°C for 2 hours. Addition of GPTS to silatrane suspension enabled formation of dense, thin film on the substrates. The adhesion between the thin film and the substrates and the scratch resistance of the coated surface were found to increase with increasing ratio of GPTS to silatrane.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Program of Petrochemistry and Polymer Science Student's signature.....
Field of study Petrochemistry and Polymer Science. Advisor' s signature.....
Academic year 2003 Co-advisor's signature.....

ACKNOWLEDGEMENTS

The author greatly appreciates her advisors and her committee, Prof. Pattarapan Prasassarakich, Asst. Prof. Pitt Supaphol and for their useful suggestion and recommendation including problem solving which made this thesis successful.

The author would like to thank Assoc. Prof Sujitra Wongkasemjit for her kind advice, creative comments and for being on the thesis committee.

Special thanks go to all of the Thai Polymer Lense's staff who helped with testing various samples, thanks for Pan Asia Co. Ltd. for PMMA sheet.

Finally, the author would like to take this opportunity to thank all her friends in Chulalongkorn University for their friendly assistance, cheerfulness, creative suggestions, and encouragement. The author had the most enjoyable time working with all of them. Also, the author is greatly indebted to her parents and her family for their support, love, care and understanding.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

TABLE OF CONTENTS

PAGE

ABSTRACT (IN THAI)....iv
ABSTRACT (IN ENGLISH)....v
ACKNOWLEDGEMENTS....vi
TABLE OF CONTENTS....vii
LIST OF TABLES....x
LIST OF FIGURES....xi

CHAPTER

I **INTRODUCTION**....1
1.1 Background....1
1.2 Objectives of the research work....2
1.3 Scopes of the research work....2

II **THEORY AND LITERATURE SURVEY**....3
2.1 Sol-gel process....3
2.1.1 The advantages of the sol-gel process....5
2.2.2 Surface improvement using the sol-gel process....6
2.2 Sol-gel coating method....8
2.2.1 Spin Coating....8
2.2.2 Dip Coating....9
2.3 Literature Review....10
2.3.1 Metal alkoxide precursor....10
2.3.2 Coating materials....10
2.3.3 Hydrophilic coating solution....14

TABLE OF CONTENTS (CONTINUED)

CHAPTER **PAGE**

III EXPERIMENTAL.....19
3.1 Materials and equipment.....19
3.1.1 Chemicals.....19
3.1.2 Equipments.....19
3.2 Experimental procedures.....20
3.2.1 Silatrane synthesis.....20
3.2.2 Suspension and coating preparation.....20
3.3 Analytical procedures.....23
3.3.1 Thermogravimatric analysis (TGA).....23
3.3.2 Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR).....23
3.3.3 Mass spectroscopy (FAB^+-MS).....23
3.4 Testing procedures.....24
3.4.1 Adhesion property test by "direct method.....24
3.4.2 Scratch resistance test by steel wool abrasion.....24

IV RESULTS AND DISCUSSION.....25
4.1 Precursor synthesis and characterization.....25
4.2 Coating solution preparation.....29
4.3 Characterization of coating solution.....30
4.4 The evaluation of scratch resistance of coated PMMA.....34
4.4.1 Adhesion Test.....34
4.4.2 Steel wool Test.....38

TABLE OF CONTENTS (CONTINUED)

CHAPTER **PAGE**

V CONCLUSIONS AND SUGGESTION.....43

REFERENCES.....45

APPENDICES.....48

Appendix A The classification of adhesion test.....48

Appendix B The standard of steel wool scratch test.....49

CURRENT VITA.....51

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF TABLES

TABLE **PAGE**

3.1 The various composition of coating solutions..... 22

4.1 The proposed structure and the pattern of fragmentation of silatrane..... 25

4.2 Infrared spectrum data of silatrane..... 26

4.3 The effect of curing time and temperature on the coated PMMA..... 35

4.4 The state of coating films on PMMA substrates for various ratios of GPTS/silatrane..... 36

4.5 The effect of curing time and temperature on the coated PMMA..... 39

4.6 The effect of GPTS/silatrane ratio on scratch resistance..... 40

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF FIGURES

FIGURE **PAGE**

2.1 The general reaction in sol-gel process.....4
2.2 An overview of the sol-gel process.....7
2.3 Principle of vanishing by spin coating.....8
2.4 Principle of vanishing by dip coating.....9
2.5 The covalent bonding of a layer of alkoxysilane-containing sol-gel coating on the modified polycarbonate substrate.....13
2.6 Condensation of silanol in hydrolyzed GPTS monomers to procedure dimers and largers.....14
2.7 Schematic diagram of the interparticle interaction through the hydrogen bonding of the –COOH group in PA with the -N- group in PB..... 15
4.1 FT-IR spectrum of silatrane precursor.....27
4.2 TGA profile of silatrane precursor.....28
4.3 FT-IR spectra of silatrane coating solutions at GPTS/silatrane ratio of 1....31
4.4 FT-IR spectra of the silatrane coating solution at various GPTS/silatrane ratio.....32
4.5 GPTS forming strong bond to silatrane precursor.....37
4.6 Transmission optical micrographs of PMMA substrates: before and after the steel wool scratch test.....40-42

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย