DEVELOPMENT OF THE HARD COATING NANOCOMPOSITE FILMS BASED ON POLYSILOXANE NETWORK AND OXIDE NANOPARTICLES

ROJCHARIN CHANTARACHINDAWONG 5038621 SCME/D

Ph.D. (MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING)

THESIS ADVISORY COMMITTEE: TOEMSAK SRIKHIRIN, Ph.D., TANAKORN OSOTCHAN, Ph.D., PONGPAN CHINDAUDOM, Ph.D., SIRASAK TEPARKUM, Ph.D.

ABSTRACT

The main objective of this research was to prepare scratch-resistant nanocomposite film for applying onto transparent plastic substrates via sol-gel method and/or a wet chemical process. The first part dealt with the development of scratch-resistant thermal-curing hard-coating film on acrylic sheet which was successfully prepared by mixing optimum quantities basic colloidal silica sol at 40, 50, and 60 weight ratio with methyltrimethoxy silane (MTMS) via the sol-gel. The dip-coating was employed as a processing technique. It enabled a good hard-coating thin-film with high transparency and with good properties (greater hardness, better scratch-resistance, good adhesion and good boiling water-resistance) compared to uncoated acrylic with a thickness of 3 µm. The hardness of 7H was achieved in this system.

The second part was dealing with the development of CR-39 substrate with the refractive index of 1.49 at 550 nm using thermal-curing coating from co-hydrolyzed silanes between glycidoxypropyltrimethoxysilane and tetraethylorthosilicate with Al_2O_3-ZrO_2 via dip-coating technique. It provided a single layer transparent film (%transmission >90) with optically refractive index (n), 1.51 at 550 nm from ellipsometry. The film had good adhesion with a fair scratch resistance. Whereas co-hydrolyzed silanes with ZrO_2 showed highly transparent film with refractive index (n), 1.53 at 550 nm, it showed good hardness, excellent scratch resistance and very good adhesion.

The last part is the development of hard-coating film for polyethylene terephthalate (PET) sheet, UV-curable coating, applied by roller, from vinyltrimethoxysilane (VTMS) modified with nanosilica (40-60 wt.%) and mixed with ethoxylated trimethylolpropane triacrylate (ETPT) performed highly transparent film as same as uncoated PET. While VTMS-ETPT composite without nanosilica gave milky film. VTMS addition, more than 50 weight ratio, helped improve films hardness to be superior to that of uncoated PET. ETPT participation, less than 33 weight ratio, also assisted in increasing the flexibility, elasticity, and adhesion of nanocomposite film.

Advantages of this process are the ease of fabrication where the coating solution can be applied to any product shape and relatively low investment costs. In this research, inorganic oxide nanoparticles were applied in polysiloxane matrix in order to enhance composite film's strength. It was found that an existence of nanoparticles could improve optical, physical and mechanical properties of nanocomposite film. Coating films were applied on plastic substrate by dip-coating or roller techniques, then cured the film with thermal or UV treatment. It depended on characteristics of plastic substrate and its thermal resistance.

KEY WORDS: SOL-GEL HYBRID COATINGS / SCRATCH RESISTANT / HYBRID SOL-GEL DERIVED POLYMERS / KINETICS OF POLYMERIZATION / PHOTOPOLYMERIZATION

159 pages

การพัฒนาฟิล์มเคลือบแข็งนาโนคอมพอสิทที่มีส่วนประกอบหลักเป็นโครงข่ายพอลีไซล็อกเซนและอนุภาคนาโนออกไซด์
DEVELOPMENT OF THE HARD COATING NANOCOMPOSITE FILMS BASED ON POLYSILOXANE NETWORK AND OXIDE NANOPARTICLES

รจรินทร์ จันทรจินดาวงศ์ 5038621 SCME/D

ปร.ด. (วิทยาศาสตร์และวิศวกรรมวัสดุ)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์: เติมศักดิ์ ศรีคิรินทร์, Ph.D., ธนากร โอสถจันทร์, Ph.D., พงศ์พันธ์ จินดาอุดม, Ph.D., ศิรศักดิ์ เทพาคำ, Ph.D.

บทคัดย่อ

เป้าหมายหลักของงานวิจัยนี้ คือ การเตรียมฟิล์มเคลือบแข็ง เพื่อปกป้องแผ่นพลาสติกใส โดยวิธีโซลเจลและ/หรือกระบวนการทางเคมีในรูปแบบสารละลาย โดยงานส่วนแรกจะเกี่ยวกับการพัฒนาเตรียมฟิล์มเคลือบแข็งแบบบ่มร้อนบนแผ่นอะคริลิคด้วยวิธีการจุ่ม โดยจะผสมอนุภาคคอลลอยด์ที่เป็นเบสของซิลิกอนไดออกไซด์ในอัตราส่วน 40-60 โดยน้ำหนักกับเมทิลไตรเมทอกซีไซเลน เตรียมผ่านวิธีการโซลเจล พบว่าได้ฟิล์มบางเคลือบแข็งที่มีความหนาเพียง 3 ไมครอน ฟิล์มมีความโปร่งใสและมีคุณสมบัติทนทานที่ดี คือ มีความแข็งแกร่งสูง ทนต่อการเกิดรอยขีดข่วนได้ดีเยี่ยม มีการยึดเกาะดีมาก เมื่อเทียบกับแผ่นอะคริลิคที่ไม่ได้เคลือบ และความแข็งของฟิล์มเทียบได้เท่ากับไส้ดินสอเบอร์ 7 เอช

งานที่สองเกี่ยวข้องกับการเตรียมฟิล์มแบบบ่มร้อนด้วยวิธีการจุ่ม สำหรับเคลือบบนเลนส์พลาสติก CR-39 ซึ่งมีดัชนีหักเหของแสงเท่ากับ 1.49 ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร จากการไฮโดรไลซ์ร่วมกันระหว่างไกลซิดอกซีพรอพิลไตรเมทอกซีไซเลนและเททระเอทธิล-ออโทซิลิเกต จากนั้นนำมาผสมกับอนุภาคคอลลอยด์ของอลูมิเนียมออกไซด์และเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ พบว่าได้ฟิล์มใสชั้นเดียวที่มีความโปร่งแสงมากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ และมีดัชนีหักเหของแสงเท่ากับ 1.51 ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตรจากเทคนิคอีลิปโซมิตรี ฟิล์มมีการยึดเกาะที่ดีและมีความทนต่อการเกิดรอยขีดข่วนได้ปานกลาง ขณะที่ถ้าใช้ไฮโดรไลซ์ร่วมของไซเลนนี้ผสมกับอนุภาคนาโนของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ จะได้ฟิล์มที่มีความใสและมีดัชนีหักเหของแสงเท่ากับ 1.53 ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร และฟิล์มมีความแข็งที่ดี มีความแข็งแรง ทนต่อการเกิดรอยขีดข่วนที่ดีมาก มีการยึดเกาะที่ดี

งานที่สามเป็นงานพัฒนาฟิล์มเคลือบที่บ่มด้วยแสงเหนือม่วง สำหรับเคลือบบนแผ่นพลาสติกพอลีเอทิลีนเทเรฟทาเลตด้วยโรลเลอร์ (ลูกกลิ้ง) จากการดัดแปลงพื้นผิวของอนุภาคนาโนของซิลิกอนไดออกไซด์ด้วยไวนิลไตรเมทอกซีไซเลน และเจือจางด้วยอิทอกซิเลตไตรเมทิลลอลโพรเพนไตรอะคริเลต มอนอเมอร์ พบว่า ได้ฟิล์มเคลือบใส โปร่งแสง ขณะที่ถ้าไม่ได้ใช้อนุภาคนาโนของซิลิกอนไดออกไซด์จะได้ฟิล์มเคลือบที่มีสีน้ำนม (ไม่โปร่งแสง) ผลของการใช้ไวนิลไตรเมทอกซีไซเลนในอัตราส่วนที่มากกว่า 50 โดยน้ำหนัก จะช่วยเพิ่มความแข็งแกร่งให้กับฟิล์ม ขณะที่ถ้าใช้อะคริเลตมอนอเมอร์ในอัตราส่วนที่น้อยกว่า 33 โดยน้ำหนัก จะช่วยเพิ่มสมบัติการยึดเกาะและความยืดหยุ่นให้แก่ฟิล์ม

ข้อดีของเทคนิคโซลเจล คือ สามารถควบคุมกรรมวิธีทางเคมีได้เป็นอย่างดี ทำให้ได้ฟิล์มที่ทนต่อการเกิดรอยขีดข่วน และสามารถดัดแปลงใช้กับชิ้นงานที่มีรูปร่างหลากหลาย วิธีที่นี้ไม่อันตราย ไม่ซับซ้อนและต้นทุนต่ำ โดยจะนำเอาอนุภาคนาโนออกไซด์มาเติมลงในพอลีเมอร์ชนิดพอลีไซล็อกเซน เพื่อช่วยเสริมโครงสร้างและความแข็งแรงให้กับฟิล์มเคลือบ เทคนิคการเคลือบที่ใช้เป็นการจุ่มหรือการใช้ลูกกลิ้ง จากนั้นจึงทำวิธีการบ่มด้วยกรรมวิธีการอบด้วยความร้อนหรือการฉายด้วยแสงเหนือม่วง ขึ้นอยู่กับชนิดของพื้นผิวของพลาสติกที่จะทำการเคลือบ

159 หน้า