

ผลของเอพอกซีเรซิน/ไซเลนต่อสมบัติกายภาพของฟิล์มสำหรับงานเคลือบผิวโลหะ

นางสาววิภาวรรณ อยู่สบาย



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2545

ISBN 974-17-0866-1

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I21166225

**EFFECT OF EPOXY RESIN/SILANE ON PHYSICAL PROPERTIES OF FILMS FOR  
METAL SURFACE COATING**

**Miss Wipawan Yu-sabai**

**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science**

**Faculty of Science  
Chulalongkorn University**

**Academic Year 2002**

**ISBN 974-17-0866-1**

**Thesis Title** EFFECT OF EPOXY RESIN/SILANE ON PHYSICAL PROPERTIES  
OF FILMS FOR METAL SURFACE COATING

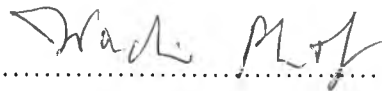
**By** Miss Wipawan Yu-sabai

**Field of Study** Petrochemistry and Polymer Science

**Thesis Advisor** Professor Suda Kiatkamjornwong, Ph.D.


---

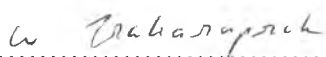
Accepted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial  
Fulfillment of the Requirements for the Master 's Degree

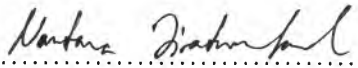
  
..... Dean of Faculty of Science  
(Associate Professor Wanchai Phothiphichitr, Ph.D.)

Thesis committee

  
..... Chairman  
(Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.)

  
..... Thesis Advisor  
(Professor Suda Kiatkamjornwong, Ph.D.)

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

  
..... Member  
(Nantana Jiratumnukul, Ph.D.)

วิทยารณ อยู่สบาย : ผลของเอพอกซีเรซิน/ไซเลนต่อสมบัติกายภาพของฟิล์มสำหรับงานเคลือบผิวโลหะ (EFFECT OF EPOXY RESIN/SILANE ON PHYSICAL PROPERTIES OF FILMS FOR METAL SURFACE COATING)

อาจารย์ที่ปรึกษา: ศ.ดร.สุดา เกียรติกำจรวงศ์; 89 หน้า ISBN 974-17-0866-1.

การปรับปรุงสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลในงานเคลือบผิวบนโลหะ โดยการเปรียบเทียบการใช้ตัวคู่ควบไซเลน (AEAPS) ร่วมกับเอพอกซีเรซินกับการใช้เอพอกซีเรซินอย่างเดียว พบว่าการใช้ AEAPS ที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 และ 3 โดยน้ำหนัก ความหนาของฟิล์ม 25 – 100 ไมโครเมตร ช่วยเพิ่มการยึดเกาะกับผิวโลหะได้ดีกว่าการใช้เอพอกซีเรซินเพียงอย่างเดียว ในการใช้ AEAPS เป็นสารบ่มที่ความเข้มข้นร้อยละ 7 โดยน้ำหนักที่ความหนาของฟิล์ม 100 ไมโครเมตร สามารถทนความร้อนที่ 300 องศาเซลเซียส นาน 20 นาที โดยทำการวัดความแตกต่างของสี ( $\Delta E^*$ ) ด้วยเครื่องวัดสีซึ่งให้ค่าความแตกต่างของสี ( $\Delta E^*$ ) แตกต่างจากการใช้เอพอกซีเรซินเพียงอย่างเดียว เท่ากับ 3.4 นอกจากนี้ เมื่อทดสอบการทนความร้อนด้วย TGA พบว่าความเข้มข้นของ AEAPS ที่ร้อยละ 1-7 โดยน้ำหนัก ความสามารถทนความร้อนเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของ AEAPS โดยผลการวิเคราะห์ฟิล์มของเอพอกซีเรซิน/AEAPS ด้วยเทคนิค FTIR พบว่าฟิล์มมีการเชื่อมขวางพันธะไซลอกเซน (Si-O-Si) ซึ่งส่งผลให้ฟิล์มทนต่อความร้อนอีกทั้งช่วยป้องกันการเกิดสนิมโลหะ จากการทดสอบการต้านการเกิดสนิมพบว่า การใช้ AEAPS เป็นสารบ่มที่ความเข้มข้นร้อยละ 7 โดยน้ำหนักที่ความหนาของฟิล์ม 100 ไมโครเมตรสามารถป้องกันการเกิดสนิมโลหะได้นาน 1000 ชั่วโมงโดยมีค่าอัตราการเกิดสนิมโลหะเท่ากับ 0.39 มิลต่อปี (10 ไมโครเมตรต่อปี) งานวิจัยนี้ยังได้ทดลองนำตัวคู่ควบไซเลน (AEAPS) มาใช้ในงานพื้น การใช้ AEAPS ร่วมกับเอพอกซีเรซินความเข้มข้นร้อยละ 3 และ 5 โดยน้ำหนัก หรือการใช้ AEAPS เป็นสารบ่มที่ความเข้มข้นร้อยละ 15.5 โดยน้ำหนักร่วมกับเอพอกซีเรซินสามารถเพิ่มสมบัติเชิงกล ความแข็ง การทนแรงกด และการทนสารเคมีได้ดีกว่าการใช้เอพอกซีเรซินเพียงอย่างเดียว

สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์  
หลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์  
ปีการศึกษา 2544

ลายมือชื่อนิสิต.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....

## 4373409523 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEY WORD: EPOXY RESIN / SILANE COUPLING AGENT

WIPAWAN YU-SABAI : EFFECT OF EPOXY RESIN/SILANE ON PHYSICAL PROPERTIES OF FILMS FOR METAL SURFACE COATING.

THESIS ADVISOR: PROF. SUDA KIATKAMJORNWONG, Ph.D. 89 pp .

ISBN 974-17-0866-1.

Physical and mechanical properties of epoxy resin-based coating were improved using either a combination of silane coupling agent (AEAPS) and epoxy resin or epoxy resin alone. The AEAPS addition to epoxy resin at the concentrations of 1, 3 wt% having film thickness of 25-100  $\mu\text{m}$  showed the better adhesion on steel than that with the epoxide resin. The epoxy resin cured with AEAPS 7 wt% having the film thickness of 100  $\mu\text{m}$ , could withstand heat at temperature of 300°C for 20 minutes. The heat resistance result was measured in terms of color difference ( $\Delta E^*$ ) by a colorimeter, from which the  $\Delta E^*$  between the coated film from epoxy resin/AEAPS and from the epoxy alone was 3.4. The coating was additionally tested for its heat resistance by TGA. We found that when the coating containing 1-7 wt% of AEAPS, the heat resistance increased by increasing AEAPS concentration. The heat resistance of the film having the epoxy resin/AEAPS could be analyzed from FTIR technique, in which a Si-O-Si crosslinking position was found to affect the heat endurance and corrosion prevention. According to the corrosion resistance testing, we found that the use of AEAPS curing agent at 7 wt% of a 100  $\mu\text{m}$  film could prevent the occurrence of corrosion for 1000 hours. The rate of corrosion was found to be 0.39 mil per year (10  $\mu\text{m}$  per year). The flooring with AEAPS addition to epoxy resin at the concentrations of 3 and 5 wt% or with epoxy resin cured with AEAPS 15.5 wt% increased the film's mechanical propertie, hardness, compressive strength and chemical resistance than that containing only epoxy resin.

Field of study Petrochemistry and Polymer Science

Student's signature .....

Program Petrochemistry and Polymer Science.

Advisor's signature .....

Academic year 2002



## ACKNOWLEDGEMENTS

The author would like to express her gratitude to her advisor, Professor Suda Kiatkamjornwong, Ph.D., for her advice, assistance and valuable suggestions of the thesis. In addition, she would also like to sincerely thank the members of thesis committee: Prof. Pattraphan Prasassarakich, Ph.D., Associate Professor Wimonrat Trakarnpruk, Ph. D., and Nantana Jiratumnukul, Ph.D., for their suggestions.

The author was indebted to TOA-CHUGOKU PAINTS CO., LTD. for analytical laboratory facilities where the research was carried out and analyzed.

Furthermore, the author would like to thank everyone who gave suggestions and support throughout this research. Finally the author is deeply grateful to her family for the love, understanding and encouragement.

# CONTENTS

	<b>Page</b>
Abstract in Thai.....	iv
Abstract in English.....	v
Acknowledgements.....	vi
Contents.....	vii
List of Tables.....	x
List of Figures.....	xi
List of Symbols & Abbreviations.....	xiii
<b>CHAPTER I INTRODUCTION.....</b>	<b>1</b>
1.1 Introduction.....	1
1.2 The Objective of Research.....	2
<b>CHAPTER II THEORY AND LITERATURE REVIEW.....</b>	<b>4</b>
2.1 Epoxy Resin.....	4
2.2 Silane Coupling Agent.....	8
2.3 Color Difference of Film using a Colorimeter.....	11
2.4 Film Resistance to Salt Spray.....	13
2.5 Mechanical Properties of Flooring Paints.....	15
2.5.1 Adhesion Test.....	15
2.5.2 Hardness Test.....	15
2.5.3 Compressive Strength.....	16
2.6 Literature Review.....	16

## CONTENTS (cont.)

	<b>Page</b>
<b>CHAPTER III EXPERIMENT.....</b>	<b>21</b>
3.1 Materials.....	21
3.2 Equipments.....	24
3.3 Methodology.....	25
3.3.1 Preparation of Steel.....	25
3.3.1.1 Steel cleaning.....	25
3.3.2 Preparation and Application of Epoxy Resin.....	26
3.3.2.1 Epoxy resin coating on steel substrate.....	26
3.3.2.2 Epoxy resin flooring.....	27
3.4 Characterization and Testing.....	28
3.4.1 Epoxy resin-based coating.....	28
3.4.1.1 Heat Resistance.....	28
3.4.1.2 Corrosion Resistance Testing.....	29
3.4.1.3 Adhesion Tape Test.....	30
3.4.2 Epoxy resin-based flooring.....	31
3.4.2.1 Hardness Test.....	31
3.4.2.2 Compression Test.....	31
3.4.2.3 Chemical Resistance.....	32
 <b>CHAPTER IV RESULTS AND DISCUSSION.....</b>	 <b>33</b>
4.1 Effect of Silane content on the Heat Resistance of the Epoxy-based Coating.....	33
4.1.1 FTIR Analysis.....	33
4.1.2 Evaluation of coating film by colorimetry.....	41



## CONTENTS (cont.)

	<b>Page</b>
4.1.3 Thermogravimetric Analysis (TGA).....	43
4.2 Effect of Silane content on the Adhesion of the Epoxy Coating.....	44
4.3 Effect of Silane content on the Corrosion Resistance of the Epoxy-based Coating.....	48
4.4 Effect of Silane content on the Mechanical Properties of the Epoxy-based Flooring.....	55
4.4.1 Hardness.....	55
4.4.2 Compressive Strength.....	57
4.4.3 Chemical Resistance.....	58
 <b>CHAPTER V CONCLUSIONS.....</b>	 <b>60</b>
5.1 Conclusions.....	60
5.2 Suggestion for further work.....	61
 <b>REFERENCES.....</b>	 <b>62</b>
 <b>APPENDICES.....</b>	 <b>65</b>
APPENDIX A : Test Methods for Corrosion Evaluation.....	66
APPENDIX B : Epoxy Resin/Amine hardener Calculation.....	74
APPENDIX C : Physical and Mechanical Properties of Epoxy/Silane-based Coating and Flooring.....	76
 <b>VITA.....</b>	 <b>89</b>

## LIST OF TABLES

<b>Tables.</b>	<b>Page</b>
Table 2.1	Characterization of commercial epoxy resin.....6
Table 2.2	Representative commercial silanes .....11
Table 3.1	Typical properties of epoxy resin-based coating.....21
Table 3.2	Typical properties of epoxy resin-based flooring.....22
Table 3.3	Typical properties of poly(amide amine).....22
Table 3.4	Typical properties of cycloaliphatic amine.....23
Table 3.5	Typical properties of aminoethylaminopropyltrimethoxysilane (AEAPS).....24
Table 3.6	Epoxy-coating composition.....26
Table 3.7	Epoxy-flooring composition.....27
Table 4.1	Color difference ( $\Delta E^*$ ) of the color changes caused by heat exposure at various film thickness.....41
Table 4.2	Adhesive tape test on epoxy/silane coated film.....45
Table 4.3	Effect of salt spray exposure time and coating thickness on cut rusting and surface appearance .....51
Table 4.4	Hardness of epoxy/silane flooring.....56

## LIST OF FIGURES

Figures	Page
Figure 2.1	Standard bisphenol A- based epoxy resin.....5
Figure 2.2	Reaction of an epoxy resin and amine.....7
Figure 2.3	Epoxy polyamine reaction.....7
Figure 2.4	Reaction of the silane coupling agent.....10
Figure 2.5	Color difference in the L* a* b* color space.....12
Figure 2.6	Salt spray.....14
Figure 3.1	Air-spray gun.....25
Figure 3.2	Elecometer 345.....25
Figure 4.1	FTIR spectra of epoxy coating, uncured silane (AEAPS) at heated temperature of (a) room temperature, (b) 200°C, (c) 250°C and (d) 300 °C .....35
Figure 4.2	FTIR spectra of epoxy/silane coating heated at temperature of 200 °C, (a) control, (b) sample 1, (c) sample 2, (d) sample 3 and (e) sample 4.....36
Figure 4.3	FTIR spectra of epoxy/silane coating heated at temperature of 250 °C, (a) control, (b) sample 1, (c) sample 2, (d) sample 3 and (e) sample 4.....37
Figure 4.4	FTIR spectra of epoxy/silane coating heated at temperature of 300 °C, (a) control, (b) sample 1, (c) sample 2, (d) sample 3 and (e) sample 4.....38
Figure 4.5	FTIR spectra of epoxy/silane coating (silane as a curing agent) heated at temperature of (a) room temperature, (b) 200°C, (c) 250°C and (d) 300 °C.....39

## LIST OF FIGURES (cont.)

<b>Figures</b>	<b>Page</b>
Figure 4.6	FTIR spectra of sample 4 with a film thickness of 50 and 100 $\mu\text{m}$ heated at 300 $^{\circ}\text{C}$ , (a) 50 $\mu\text{m}$ , (b) 100 $\mu\text{m}$ .....40
Figure 4.7	Color change of epoxy/silane coating at various silane concentrations heated at 300 $^{\circ}\text{C}$ for 20 minutes, at D.F.T. 100 $\mu\text{m}$ .....42
Figure 4.8	Thermogravimetric curves of epoxy/silane coating (a) control, (b) sample 1, (c) sample 2, (d) sample 3 and (e) sample 4.....43
Figure 4.9	Idealized structure of a silane reaction with a reactive substrate.....46
Figure 4.10	Effect of salt spray after 500-hour exposure on epoxy/silane coating samples against control with D.F.T. 50 $\mu\text{m}$ .....48
Figure 4.11	Effect of salt spray after 500-hour exposure on epoxy/silane coating samples against control with D.F.T. 100 $\mu\text{m}$ .....49
Figure 4.12	Effect of salt spray after 1000-hour exposure on epoxy/silane coating samples against control with D.F.T. 50 $\mu\text{m}$ .....49
Figure 4.13	Effect of salt spray after 1000-hour exposure on epoxy/silane coating samples against control with D.F.T. 100 $\mu\text{m}$ .....50
Figure 4.14	Stage of corrosion at a scribe and blistering through a film.....53
Figure 4.15	Corrosion rate of the epoxy coating (control), samples 1, 2, 3 and 4 for 500 hour exposure time.....54
Figure 4.16	Corrosion rate of the epoxy coating (control), samples 1, 2, 3 and 4 for 1000 hour exposure time.....54
Figure 4.17	Compressive strength of epoxy/silane flooring.....57
Figure 4.18	Chemical resistance of epoxy flooring.....58

**LIST OF SYMBOLS & ABBREVIATIONS**

AEAPS	Aminoethylaminopropyltrimethoxysilane
D.F.T.	Dry film thickness
E.E.W.	Epoxy equivalent weight
$\Delta E^*$	Color difference
FTIR	Fourier transform infrared spectroscopy
IPN	Interpenetrating polymer network
mpy	mils per year
mm	millimetre
TGA	Thermogravimetric analysis
Wt%.	weight percent
$\mu\text{m}$	micrometre