

**APPLICATION OF ADMICELLAR POLYMERIZATION IN FIBER  
REINFORCED CONCRETE; METHYL ACRYLATE AS A MONOMER**



Suparat Duangpichakul

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science  
The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University  
in Academic Partnership with  
The University of Michigan, The University of Oklahoma,  
and Case Western Reserve University

2009

**522077**


**Thesis Title:** Application of Admicellar Polymerization in Fiber Reinforced Concrete; Methyl Acrylate as a Monomer  
**By:** Suparat Duangpichakul  
**Program:** Polymer Science  
**Thesis Advisors:** Asst. Prof. Manit Nithitanakul  
Assoc. Prof. John O'Haver

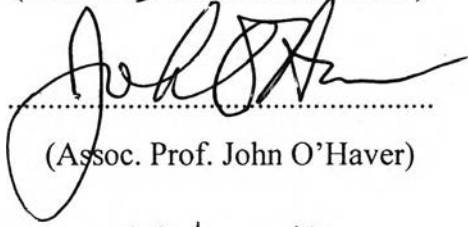
---

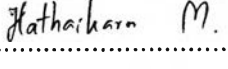
Accepted by the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, in partial fulfilment of the requirements for the Degree of Master of Science.


  
..... College Dean  
(Asst. Prof. Pomthong Malakul)

**Thesis Committee:**

  
.....  
(Asst. Prof. Manit Nithitanakul)

  
.....  
(Assoc. Prof. John O'Haver)

  
.....  
(Asst. Prof. Hathaikarn Manuspiya)

  
.....  
(Dr. Harittapak Kiratisaevee)

## ABSTRACT

5072020063: Polymer Science Program

Suparat Duangpichakul: Application of Admicellar Polymerization in Fiber Reinforced Concrete.

Thesis Advisors: Asst. Prof. Manit Nithitanakul, and Assoc. Prof. John O'Haver 57 pp.

Keywords: Admicellar polymerization/ Surface modification/ Polyester fabric/ Poly(acrylic acid)/ Poly(methyl acrylate)/ Fiber-reinforced concrete

Admicellar polymerization is the polymerization process of monomers solubilized in adsorbed surfactant bilayer which is one of methods used for surface modification of a substrate. In this research, polyester fabric surface was modified via admicellar polymerization technique using poly(methyl acrylate) as monomers to improve the hydrophilicity of polyester surface for using as reinforcement in concrete. The increase in the hydrophilicity of the treated fabric surface was determined by the contact angle measurement. From the results, it was found that the optimum condition for admicellar polymerization is 1.5 mM DBSA with 0.05 M NaCl at pH 4. Characterizations of modified fabric were carried out using FTIR and SEM techniques. From FTIR spectra and SEM micrographs, it was confirmed that an ultrathin film of poly(methyl acrylate) was successfully coated on polyester fabric. The condition for admicellar polymerization which gave polyester surface with highest hydrophilicity is 1.5 mM DBSA, 0.05 M NaCl, 1:2 DBSA:MA molar ratio, and 1:5 AIBN:MA molar ratio. Flexural test showed that elastic load and flexural deformation of reinforced concrete with treated fabric was improved by 270% and 180%, respectively, when compared to reinforced concrete with untreated fabric.

## บทคัดย่อ

ศุภรัตน์ ดวงพิชชากุล : ศึกษาการนำเทคนิคแอคไมเซลล่าพอลิเมอร์ไรเซชันสำหรับใช้ในการเสริมแรงคอนกรีตด้วยเส้นใย (Application of Admicellar Polymerization in Fiber Reinforced Concrete) อ. ที่ปรึกษา : ผศ. ดร. มานิตย์ นิธิธนากุล และ รศ. ดร. จอห์น โอ เฮเวอร์ 57 หน้า

กระบวนการแอคไมเซลล่าพอลิเมอร์ไรเซชันคือพอลิเมอร์ไรเซชันของมอนอเมอร์ที่อยู่ในชั้นอินทรีย์ของสารลดแรงตึงผิวของวัตถุซึ่งแอคไมเซลล่าพอลิเมอร์ไรเซชันเป็นกระบวนการหนึ่งที่ใช้สำหรับการดัดแปรสมบัติเชิงผิว ในงานวิจัยนี้ดัดแปรสมบัติเชิงผิวของผ้าพอลิเอสเตอร์โดยวิธีแอคไมเซลล่าพอลิเมอร์ไรเซชันซึ่งใช้เมทิลอะคริเลทเป็นมอนอเมอร์เพื่อพัฒนาความชอบน้ำของผิวผ้าพอลิเอสเตอร์เพื่อที่จะนำมาใช้ในงานที่เสริมแรงคอนกรีตด้วยเส้นใย จากผลการทดลองพบว่าสถานะที่เหมาะสมสำหรับการแอคไมเซลล่าพอลิเมอร์ไรเซชันคือ 1.5 มิลลิโมล โดเดซิลเบนซีนซัลโฟนิคแอซิด 0.05 โมล โซเดียมคลอไรด์ ที่ค่าความเป็นกรดเท่ากับ 4 ผลที่ได้จากสเปกตรัมจากเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีและภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดแสดงให้เห็นว่าพอลิเมอร์ได้เคลือบลงบนผ้าได้สำเร็จด้วยวิธีการแอคไมเซลล่าพอลิเมอร์ไรเซชัน สถานะของกระบวนการแอคไมเซลล่าพอลิเมอร์ไรเซชันที่ทำให้ผ้าพอลิเอสเตอร์มีความชอบน้ำสูงที่สุดคือ 1.5 มิลลิโมล โดเดซิลเบนซีนซัลโฟนิคแอซิด 0.05 โมล โซเดียมคลอไรด์ 1:2 ของอัตราส่วนระหว่างโดเดซิลเบนซีนซัลโฟนิคแอซิดต่อเมทิลอะคริเลท และ 1:5 ของอัตราส่วนระหว่างตัวเริ่มปฏิกิริยาต่อเมทิลอะคริเลท เมื่อเปรียบเทียบความยืดหยุ่นระหว่างคอนกรีตที่เสริมแรงด้วยผ้าที่ผ่านการดัดแปรสมบัติเชิงผิวพบว่าคอนกรีตที่เสริมแรงด้วยผ้าที่ผ่านการดัดแปรสมบัติเชิงผิวมีแรงดันเพิ่มขึ้น 270% และความยืดหยุ่นเพิ่มขึ้น 180%

## ACKNOWLEDGEMENTS

The author would like to thank Assistant Professor Manit Nithitanakul, her thesis advisor, and Associate Professor John O'Haver, her co-thesis advisor, who not only originated this work, but also gave her continuous support, good suggestion, intensive recommendations and for the help, patience, encouragement they have shown during her one year in their research group.

She also gratefully thanks her thesis committees Assistant Professor Hathaikarn Manuspiya and Dr. Harittapak Kiratisaevee for providing suggestions and invaluable guidance.

Special thanks are to all of the Petroleum and Petrochemical College's professors who have given valuable knowledge to her at PPC and to the college staff who willingly gave support and encouragement.

She is appreciative for the scholarship of the thesis work provided by Petroleum and Petrochemical College; and the Center for Petroleum, Petrochemical, and Advanced Materials.

The author is grateful to Polymer Sciences and Polymer Engineering Research, the department of Chemical Engineering, Chulalongkorn University for providing Instron Universal Testing Machine.

Her thanks are also to all Manit's group members both her seniors and her friends for their helps, creative suggestions, friendship, cheerfulness and all the good memories.

Especially, she thanks her family for giving her life, for educating her and unconditional support to follow her interests and also for their love and encouragement.

## TABLE OF CONTENTS

	<b>PAGE</b>
Title Page	i
Abstract (in English)	iii
Abstract (in Thai)	iv
Acknowledgements	v
Table of Contents	vi
List of Tables	ix
List of Figures	x
 <b>CHAPTER</b>	
<b>I INTRODUCTION</b>	<b>1</b>
 <b>II LITERATURE REVIEW</b>	 <b>3</b>
 <b>III EXPERIMENTAL</b>	 <b>12</b>
3.1 Materials	12
3.2 Equipment	12
3.2.1 UV-Spectrophotometer	12
3.2.2 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)	12
3.2.3 Scanning Electron Microscope (SEM)	13
3.2.4 Contact Angle Measurement	13
3.2.5 Flexural Sample Preparation and Experiment Procedure	13
3.3 Methodology	13
3.3.1 Determination of Equilibrium Adsorption Time	13
3.3.2 Determination of Surfactant Adsorption Isotherm	14
3.3.3 Determination of Monomer Adsolubilization Isotherm	14
3.3.4 Admicellar Polymerization	15
3.3.5 Characterization of the treated fabric	15

<b>CHAPTER</b>	<b>PAGE</b>
3.3.5.1 Identification of the coated film	15
3.3.5.2 Surface morphology of the treated fabric	15
3.3.6 Testing	15
3.3.6.1 Contact Angle Measurement	15
3.3.6.2 Flexural Test (Sample Preparation and Experiment Procedure)	16
 <b>IV APPLICATION OF ADMICELLAR POLYMERIZATION IN FIBER REINFORCED CONCRETE</b>	   18
4.1 Abstract	18
4.2 Introduction	19
4.3 Experimental	21
4.4 Results and Discussion	27
4.5 Conclusion	41
4.6 Acknowledgements	41
4.7 References	41
 <b>V CONCLUSIONS AND RECOMMENDATIONS</b>	 43
 <b>REFERENCES</b>	 44
 <b>APPENDICES</b>	 47
<b>Appendix A</b> Calibration Curve of Standard DBSA	47
<b>Appendix B</b> Determination of Equilibrium Adsorption Time	49
<b>Appendix C</b> Determination of The Surfactant Adsorption Isotherm	51

<b>CHAPTER</b>	<b>PAGE</b>
<b>Appendix D</b> Determination of The Monomer Adsorption Isotherm	53
<b>Appendix E</b> Contact Angle Measurement on The PMA-Coated Polyester Fabric	55
<b>CURRICULUM VITAE</b>	57



**LIST OF TABLES**

<b>TABLE</b>		<b>PAGE</b>
<b>CHAPTER IV</b>		
4.1	The molar ratios of DBSA:Monomer and AIBN:Monomer at 1.5 mM DBSA, Temp. = 30°C, pH = 4	30
4.2	Main FT-IR absorption bands of PMA	30
4.3	Average contact angles of treated polyester fabrics modified with methyl acrylate at different conditions	38

## LIST OF FIGURES

FIGURE		PAGE
<b>CHAPTER II</b>		
2.1	Typical adsorption isotherm of surfactant on a substrate surface	7
2.2	Schematic of the four steps of admicellar polymerization	9
<b>CHAPTER III</b>		
3.1	Flexural sample preparation	16
3.2	The flexural test configuration	17
<b>CHAPTER IV</b>		
4.1	Schematic of the four steps of admicellar polymerization	20
4.2	Flexural sample preparation	26
4.3	The flexural test configuration	26
4.4	Rate of adsorption of DBSA on polyester fabric (Temp = 30°C, [DBSA] = 5 mM, pH = 4)	27
4.5	Adsorption isotherm of DBSA on polyester fabric (Temp. = 30°C, time = 15 h, pH = 4)	28
4.6	The adsolubilization isotherm of methyl acrylate with different amounts of salt	29
4.7	FTIR spectrum of extracted PMA	31
4.8	SEM micrographs of (a) untreated polyester fabric and (b) PMA coated polyester fabric ( $\times 3,500$ )	31
4.9	SEM micrographs of treated polyester fabric using different monomer concentration with 1.5 mM DBSA, 0.15 M NaCl, and AIBN:MA ratio 1:20 at various DBSA:MA molar ratios; (a) 1:2; (b) 1:5; (c) 1:10; (d) 1:15	33

<b>FIGURE</b>	<b>PAGE</b>
4.10 SEM micrographs of treated polyester fabric using different monomer concentration with 1.5 mM DBSA, 0.15 M NaCl, and AIBN:MA ratio 1:15 at various DBSA:MA molar ratios; (a) 1:2; (b) 1:5; (c) 1:10; (d) 1:15	34
4.11 SEM micrographs of treated polyester fabric using different monomer concentration with 1.5 mM DBSA, 0.15 M NaCl, and AIBN:MA ratio 1:10 at various DBSA:MA molar ratios; (a) 1:2; (b) 1:5; (c) 1:10; (d) 1:15	35
4.12 SEM micrographs of treated polyester fabric using different monomer concentration with 1.5 mM DBSA, 0.15 M NaCl, and AIBN:MA ratio 1:5 at various DBSA:MA molar ratios; (a) 1:2; (b) 1:5; (c) 1:10; (d) 1:15	36
4.13 SEM micrographs of treated polyester fabric using different initiator concentration with 1.5 mM DBSA, 0.15 M NaCl, and DBSA:MA ratio 1:10 at various AIBN:MA molar ratios; (a) 1:20; (b) 1:15; (c) 1:10; (d) 1:5	37
4.14 The elastic load of plain concrete, untreated and treated polyester reinforced concrete	40
4.15 The displacement of plain concrete, untreated and treated polyester reinforced concrete	40