DEACETYLATION OF CHITIN HYDROGEL BY USING SOLUTION PLASMA

Maneekarn Kantakannun

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,
Case Western Reserve University, and Institut Français du Pétrole
2013

Thesis Title:	Deactylation of chitin hydrogel by using solution plasma
By:	Miss Maneekarn Kantakanun
Program:	Polymer Science
Thesis Advisors:	Assoc. Prof. Ratana Rujiravanit
	Prof. Nagahiro Saito

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:

Ratana Rujiravanit
(Assoc. Prof. Ratana Rujiravanit)

Nagahiro Saito
(Prof. Nagahiro Saito)

Sumaeth Chavadej
(Prof. Sumaeth Chavadej)

Chutima Vanichvattanadecha
(Dr. Chutima Vanichvattanadecha)

ABSTRACT

5472022063: Polymer Science Program
Maneekarn Kantakanun: Deacetylation of Chitin Hydrogel by Using Solution Plasma.
Thesis Advisors: Assoc. Prof. Ratana Rujiravanit, and Prof. Nagahiro Saito 93 pp.
Keywords: Chitin hydrogel/ Calcium solvent/ Solution plasma system/ Deactylation

Deacetylation is a chemical reaction used for converting chitin into chitosan. Since native chitin has low reactivity to the deacetylation reaction, chitin hydrogel, an amorphous form of chitin, was applied in this study. Chitin hydrogel was prepared by dissolving native chitin in a calcium chloride-saturated methanol solution and subsequently precipitaing in a large amount of water. Solution plasma was introduced to the deacetylation reaction of chitin in order to reduce the NaOH concentration required in the reaction. In the solution plasma system, several highly active species such as hydroxyl radicals, hydroperoxyl radicals, and free electrons were generated. These highly active species might help to facilitate the deacetylation reaction of chitin,which resulted in using a lower concentration of NaOH solution. The deacetylation reaction of chitin hydrogel was carried out by varying concentrations of NaOH in alcohol solutions to 1%, 5%, 10%, and 12%. By using solution plasma, the degree of deacetylation of the chitin hydrogel increased with increasing NaOH concentration as well as the plasma treatment time. The chemical structure and degree of deacetylation of the products were determined by FTIR and NMR. The molecular weight and molecular weight distribution of the obtained chitosan were investigated by GPC. Moreover, the antimicrobial activity of chitosan obtained from solution plasma method was also evaluated against *E. coli* and *S. aureus*.

บทคัดย่อ

มณีกาญจน์ กันตะคะนันท์ : กระบวนการดีอะเซทิเลชันไคตินไฮโดรเจลด้วยเทคนิคพลาสมาในสารละลาย (Deacetylation of Chitin Hydrogel by Using Solution Plasma) อ. ที่ปรึกษา : รศ. ดร. รัตนา รุจิรวนิช และ ศ. ดร. นากาฮิโร ไซโต 93 หน้า

กระบวนการดีอะเซทิเลชันคือปฏิกิริยาทางเคมีที่ใช้ในการเปลี่ยนไคตินให้กลายเป็นไคโตซาน เนื่องจากไคตินมีสมบัติความเป็นผลึกสูงจึงส่งผลให้มีความว่องไวต่อปฏิกิริยาดีอะเซทิเลชันต่ำ ในงานวิจัยจึงทำการเปลี่ยนไคตินให้กลายเป็นไคตินไฮโดรเจลทำให้ไคตินมีความเป็นผลึกลดลงส่งผลให้ความว่องไวต่อปฏิกิริยาสูงขึ้น กระบวนการเตรียมไคตินไฮโดรเจลสามารถเตรียมได้จากนำไคตินไปละลายในสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ในเมทานอล จากนั้นนำสารละลายไคตินที่ได้มาทำการตกตะกอนในน้ำกลั่นจำนวนมาก จะทำให้ได้ไคตินไฮโดรเจลเกิดขึ้น การใช้เทคนิคพลาสมาในสารละลายในกระบวนการดีอะเซทิเลชันสามารถช่วยลดความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาให้น้อยลงได้เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีดั้งเดิมทั่วไป เนื่องมาจากเทคนิคพลาสมาในสารละลายสามารถทำให้เกิดสปีชี่ย์ที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา เช่น ไฮดรอกซีแรดดิคอล, ไฮดรอกซีไอออน และ อิเล็กตรอนอิสระ เป็นต้น ซึ่งสปีชี่ย์ที่มีความว่องไวต่อปฏิกิริยาสูงเหล่านี้สามารถทำให้เกิดกระบวนการดีอะเซทิเลชันได้ดีขึ้นส่งผลให้ปริมาณความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ลดลง ในการทดลองได้ทำการเตรียมกระบวนการดีอะเซทิเลชันของไคตินไฮโดรเจลด้วยเทคนิคพลาสมาในสารละลายจากสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1%, 5% ,10% และ 12%. จากผลการทดลองพบว่าการใช้เทคนิคพลาสมาในสารละลายในกระบวนการดีอะเซทิเลชันของไคตินไฮโดรเจลสามารถเพิ่มเปอร์เซ็นต์ดีกรีดีอะเซทิเลชันของไคตินไฮโดรเจลให้สูงขึ้นตามความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่สูงขึ้น ซึ่งโครงสร้างทางเคมีของไคตินไฮโดรเจลหลังผ่านกระบวนการพลาสมาได้ทำการตรวจสอบจาก FTIR และ NMR ไคตินไฮโดรเจลหลังผ่านกระบวนการพลาสมาจะมีน้ำหนักโมเลกุลลดลงเมื่อปฏิกิริยาดำเนินไป และมีความสามารถในการละลายในกรดอะซิติกสูงขึ้น นอกจากนี้ไคโตซานไฮโดรเจลที่ได้ยังมีฤทธิ์ในการต้านทานแบคทีเรียดีขึ้นอีกด้วย

ACKNOWLEDGEMENTS

This work would not have been possible without the assistance of the following individuals:

First and foremost, the author sincerely First and foremost, I gratefully appreciated the support by Assoc. Prof. Ratana Rujiravanit, my advisors for providing invaluable knowledge, suggestions and kind support throughout this research work.

The author would like to thank Prof. Sumaeth Chavadej and Dr. Chutima Vanichvattanadecha for being thesis committee. Their suggestions and comments are very beneficial knowledge for me. Furthermore, the solution plasma equipment has been kindly provided by Prof. Nagahiro Saito, Nagoya University, Japan.

Special thanks extend to Dr. Orathai Pornsunthorntawee for their grnerous support and being helpful in this research.

This thesis work is funded by the Petroleum and Petrochemical College; and the National Center of Excellence for Petroleum, Petrochemicals, and Advanced Materials, Thailand. In addition, the author wishes to acjnowledge Surapon Food Co.Ltd for supplying shrimp shells.

The author greatly appreciate all PPC staffs and my friends who gave me support and encouragement.

Finally, the author would like to express my gratitude to my family for their understanding, encouragement and support for me throughout my life.

TABLE OF CONTENTS

CHAPTER PAGE

CHAPTER **PAGE**

LIST OF TABLES

TABLE **PAGE**

LIST OF FIGURES

FIGURE **PAGE**

FIGURE **PAGE**