

การปรับสภาพพื้นผิวผ้าไหมก่อนพิมพ์ด้วยสารประกอบอะมิโนเพื่อการพิมพ์อิงค์เจ็ท

นางสาว กลองทอง จักรวัฒนธรรม

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีทางภาพ ภาควิชาวิทยาศาสตร์ทางภาพถ่ายและเทคโนโลยีทางการพิมพ์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2549

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PRETREATMENT OF SILK FABRIC SURFACE WITH AMINO COMPOUNDS
FOR INKJET PRINTING

Miss Klongthong Chakvattanatham

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Imaging Technology

Department of Imaging and Printing Technology

Faculty of Science


Chulalongkorn University

Academic Year 2006

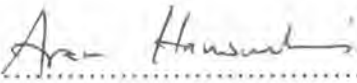
Copyright of Chulalongkorn University


Thesis Title PRETREATMENT OF SILK FABRIC SURFACE WITH
 AMINO COMPOUNDS FOR INKJET PRINTING
By Miss Klonthong Chakvattanatham
Field of Study Imaging Technology
Thesis Advisor Professor Suda Kiatkamjornwong, Ph.D.
Thesis Co-Advisor Siriwan Phattananarudee, Ph.D.


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



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

THESIS COMMITTEE


..... Chairman
(Associate Professor Aran Hansuebsai, Ph.D.)


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


..... Thesis Co-Advisor
(Siriwan Phattananarudee, Ph.D.)


..... Member
(Suchitra Sueeprasan, Ph.D.)


..... Member
(Assistant Professor Usa Sangwatanaroj, Ph.D.)

กลองทอง จักรวัฒนธรรม : การปรับสภาพพื้นผิวผ้าไหมก่อนพิมพ์ด้วยสารประกอบอะมิโนเพื่อ
การพิมพ์อิงค์เจ็ต (PRETREATMENT OF SILK FABRIC SURFACE WITH AMINO
COMPOUNDS FOR INKJET PRINTING) อ. ที่ปรึกษา: ศ. ดร. สุดา เกียรติกำจรวงศ์, อ. ที่
ปรึกษาร่วม: อาจารย์ ดร. สิริวรรณ พัฒนาฤดี, 179 หน้า.

งานวิจัยศึกษาการปรับสภาพผิวผ้าไหมก่อนนำมาพิมพ์ด้วยสารประกอบอะมิโน ทั้งนี้เพื่อเพิ่ม
คุณภาพของผ้าพิมพ์ โดยหวังว่าสารปรับสภาพผิวทำให้พื้นผิวของผ้ามีความเรียบมากขึ้น สารละลาย
ปรับผิวที่นำมาใช้ได้แก่ กรดอะมิโนชนิด ซีรีน กรดแอสปาดิก ไกลซีน เซรีซิน ไคโตซาน และ แชนฟิค
555 โดยนำผ้าก่อนและหลังปรับผิวมาพิมพ์ด้วยหมึกพิมพ์อิงค์เจ็ตชนิดสารสีที่เตรียมขึ้นในห้องปฏิบัติการ
และทำการอบไอน้ำหลังพิมพ์เพื่อช่วยการผนึกติดของสี หมึกพิมพ์ที่เตรียมได้มีสมบัติที่เหมาะสมต่อการ
พิมพ์ระบบอิงค์เจ็ต คือมีค่า pH ประมาณ 8 - 9 มีลักษณะการไหลเป็นแบบนิวโทเนียน ความหนืดเท่ากับ
2.5 มิลลิพาสคัล วินาที แรงตึงผิวเท่ากับ 44 มิลลินิวตันต่อเมตร ขนาดอนุภาคประมาณ 100 นาโนเมตร
และประจุบนพื้นผิวของอนุภาคหมึกอยู่ในช่วง (-42) - (-51) มิลลิโวลต์ นอกจากนี้พบว่าหมึกพิมพ์สีแมก
เจนตาและสีดำมีเสถียรภาพเป็นระยะเวลา 10 เดือน ในขณะที่หมึกพิมพ์สีไซแอนและสีเหลืองมี
เสถียรภาพเป็นระยะเวลาอย่างน้อย 1 ปี ซึ่งยืนยันได้จากภาพถ่ายของอนุภาคหมึกด้วยเทคนิค SEM และ
TEM การเคลือบผิวผ้าไหมด้วยสารประกอบอะมิโนชนิดต่าง ๆ พบว่า การปรับผิวผ้าไหมด้วย
สารประกอบอะมิโนช่วยเพิ่มความชอบน้ำให้กับผ้าไหม ยกเว้นการเคลือบผิวด้วยไคโตซาน นอกจากนี้
พบว่าสารปรับผิวเซรีซิน ไคโตซาน และแชนฟิค 555 สามารถเพิ่มขอบเขตสีของผ้าไหมได้ดีกว่าการ
ปรับผิวด้วยกรดอะมิโน โดยสารปรับผิวทุกชนิดสามารถเพิ่มความอึดตัวของสีไซแอนได้สูงสุด เซรีซิน
เพิ่มความทนต่อแรงขัดถูในสภาวะแห้งได้ดีที่สุด ในขณะที่กรดอะมิโนชนิดซีรีนและไกลซีนสามารถ
เพิ่มความคงทนต่อแรงขัดถูในสภาวะเปียกได้ดีที่สุด และพบว่าผ้าไหมเคลือบผิวด้วยสารเคลือบทุกชนิด
ให้ความคงทนต่อการซักในระดับที่ดีมาก การปรับผิวผ้าไหมด้วยไคโตซานทำให้ผ้ามีความกระด้าง
สูงสุด จากการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาพบว่าไคโตซานช่วยจับเส้นใยให้อยู่ติดกันเป็นกลุ่ม ทำให้
ช่องว่างระหว่างเส้นด้ายมีขนาดใหญ่ขึ้น ส่งผลให้ผ้าพิมพ์มีการซึมผ่านของอากาศดี นอกจากนี้สารปรับ
ผิวเซรีซินและไคโตซานช่วยลดระยะเวลาซึมของหมึกพิมพ์บนผ้าได้มากกว่ากรดอะมิโน ส่งผลให้หมึก
พิมพ์กองอยู่บนพื้นผิวของเส้นใย ดังนั้นการเคลือบผิวผ้าไหมด้วยสารประกอบอะมิโนบางประเภท
ดังกล่าว ส่งผลให้การรับหมึกพิมพ์และการตรึงของหมึกพิมพ์ดีมากขึ้น ส่งเสริมให้ขอบเขตสีบนพื้นผิว
ของผ้าไหมกว้างขึ้น

ภาควิชา วิทยาศาสตร์ทางภาพถ่ายและเทคโนโลยีทางการพิมพ์ ปลายมือชื่อนิสิต.....
สาขาวิชา เทคโนโลยีทางภาพ ปลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
ปีการศึกษา 2549 ปลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

4772213023: MAJOR PRINTING AND IMAGING TECHNOLOGY

KEY WORD : PRETREATMENT / INKJET / PIGMENTED INK / SILK / AMINO ACID
/ SERICIN / CHITOSAN

KLONGTHONG CHAKVATTANATHAM : PRETREATMENT OF SILK
FABRIC SURFACE WITH AMINO COMPOUNDS FOR INKJET
PRINTING. THESIS ADVISOR : PROF. SUDA KIATKAMJORNWONG, Ph.D.,
THESIS COADVISOR : SIRIWAN PHATTANARUDEE, Ph.D., 179 pp.

This research studied the pretreatment of silk fabric with amino compounds for ink jet printing. The pretreatment is expected to increase smoothness of the fabric surface. The pre-treating solutions were serine, glycine, aspartic acid, sericin, chitosan, and Sanfix 555. The non-treated and treated fabrics were printed with the in-house formulated, pigmented inks and later steamed to fix the ink on the fabric surface. The inks had a pH in the range of 8 – 9 and exhibited the Newtonian flow in which the viscosity remained constant at 2.5 mPa s. The surface tension of the inks was approximately 44 mN m⁻¹, and the average particle sizes were approximately 100 nm. Zeta-potential of the inks was in the range from (-42) to (-51) mV. The inks were stable for at least 10 months (for the magenta and black inks) and a year (for the cyan and yellow inks) confirmed by micrographs of SEM and TEM. The inks prepared were suited for printing with the piezo type ink jet printer. It was concluded that the pretreatments containing the amino compounds improved hydrophilicity of the silk fabric except chitosan. The color gamuts from the sericin, chitosan, and Sanfix 555 pretreatments were wider than those from the amino acid pretreatments. The chroma of the cyan color was the most improved. The fabric after the pretreatment with the sericin showed a significant improvement in the dry crock fastness while the wet crock fastness was improved by serine and glycine. The chitosan slightly improved both dry and wet crock fastness. Wash fastness of the printed fabrics was excellent. The stiffness of the silk fabrics obtained from the chitosan pretreatment was significantly higher than other pretreatments which were similar to the non-treated one. The coated chitosan compacted the fibers to a bundle of yarns and gave a wider inter-yarn space. Thus, the fabric treated with chitosan yielded a higher air permeability. The ink penetration in sericin and chitosan coated layers was shorter than those of amino acids, enhancing ink deposition on the fabric surface. Some mentioned amino compounds from the pretreatments could hold and fix additional inks on the fabric surfaces, resulting in a wider color gamut of the inks.

Department Imaging and Printing Technology
Field of Study Imaging Technology
Academic Year 2006

Student's Signature *Klongthong Chakvattanatham*
Advisor's Signature *Suda Kiatkamjornwong*
Co-advisor's Signature *Siriwan Phattanarudee*

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to acknowledge my deepest gratitude and heartfelt appreciation to the following individuals who helped me and made this thesis become a wonder scientific documentation.

Professor Dr. Suda Kiatkamjornwong, my main advisor, for her meaningful supervision, continuous guidance, invaluable advice and encouragements given to me throughout this thesis study. In addition, the full financial support from Professor Dr. Suda's Senior Research Scholar project from The Thailand Research Fund, Contract Grant Number TRF-RTA4780004, is gratefully acknowledged which makes this thesis possible. My appreciation and special thanks are due to Dr. Siriwan Phattanarudee who serves as a co-advisor for her suggestions, advice concerning the experimental techniques and encouragement during the period of this research. Thanks to the members of the thesis committee for their comments, and suggestions for this thesis.

I am very grateful to the Department of Imaging and Printing Technology for the research facilities throughout the studies; to the Department of Materials Science, and the Department of Biology for some equipment support used in the thesis.

I feel very thankful to Miss Daungtawan Founfung and Miss Praon Nanakorn and all my friends who have given me kind assistance and warm friendship throughout the study and also to any persons whose names are not mentioned here for their assistance.

Finally, I would like to convey my gratitude to my family for their love, inspiration and endless encouragement throughout this entire study.

CONTENTS

	PAGE
ABSTRACT (IN THAI).....	iv
ABSTRACT (IN ENGLISH).....	v
ACKNOWLEDGEMENTS.....	vi
CONTENTS.....	vii
LIST OF TABLES.....	xii
LIST OF FIGURES.....	xiii
ABBREVIATIONS.....	xvii
CHAPTER I INTRODUCTION.....	1
1.1 Scientific rationale.....	1
1.2 Objectives of the research work.....	4
1.3 Expected benefits obtainable for development of this research.....	4
1.4 Scope of the research work.....	4
1.5 Content of the research work.....	5
CHAPTER II THEORY AND LITERATURE REVIEW.....	6
2.1 Theoretical background.....	6
2.1.1 Ink jet printing.....	7
2.1.2 Inks for jet printing.....	10
2.1.3 Ink system.....	11
2.1.4 Properties of Ink jet Inks.....	12

	PAGE
2.1.5 Pigments.....	14
2.1.5.1 Organic pigments.....	16
2.1.5.2 Composition of aqueous pigmented ink jet inks....	19
2.1.5.3 Surface modification dispersion.....	24
2.2 Pretreatments.....	25
2.2.1 Amino acid and protein.....	26
2.2.2 Chitosan.....	31
2.3 Silk fiber and its properties.....	33
2.4 Characterization of the printed silks.....	37
2.4.1 Color measurement.....	37
2.4.2 Crock fastness.....	40
2.4.3 Wash fastness.....	40
2.4.4 Air permeability.....	41
2.4.5 Stiffness.....	42
2.5 Literature Review.....	43
CHAPTER III EXPERIMENTAL.....	49
3.1 Materials.....	49
3.2 Apparatus.....	52
3.3 Procedure.....	53
3.3.1 Preparation of pigmented ink jet inks.....	53
3.3.2 Characterization of pigmented ink jet inks.....	55
3.3.3 Preparation of the silk fabrics.....	56
3.3.4 Preparation of the pre-treating solutions.....	57

	PAGE
3.3.4.1 Characterization of the pretreatments.....	58
3.3.4.2 Wicking measurement.....	58
3.3.4.3 Measurement of the pretreated fabrics.....	59
3.3.4.4 Measurement of the interaction between pre- treating agent and pigment.....	59
3.3.5 Pretreatment.....	60
3.3.6 Printing process.....	60
3.3.7 Evaluation of the printed fabric.....	60
3.3.7.1 Color gamut.....	60
3.3.7.2 Cross-section of pretreated and printed silk fabrics.....	60
3.3.7.3 Crock fastness.....	61
3.3.7.4 Wash fastness.....	61
3.3.7.5 Air permeability.....	62
3.3.7.6 Stiffness.....	62
CHAPTER IV RESULTS AND DISSCUSIONS.....	63
4.1 Properties and stability of the pigmented ink jet ink.....	63
4.1.1 Particle size and stability.....	63
4.1.2 Viscosity.....	68
4.2 Characterization of the pretreated and printed silk fabrics.....	71
4.2.1 Wicking test on the pretreated fabrics.....	71
4.2.2 Properties of the pre-treating solutions.....	74
4.2.3 Cross - section of the silk fabric.....	76

	PAGE
4.2.4 Surface appearance of the pretreated silk fabrics.....	78
4.2.5 Effect of pretreatment on color gamut of the treated fabrics.....	82
4.3 Physical properties of the printed silks.....	87
4.3.1 Stiffness and air permeability of the pretreated fabrics...	87
4.3.2 Effect of pretreatment on crock fastness of the printed fabrics.....	90
4.3.3 Effect of pretreatment on wash fastness of the silk fabrics.....	94
4.4 Chemical interaction between the pre-treating material of pretreatment and the ink on silk fabric.....	98
4.4.1 UV absorption of between the pre-treating agent and ink jet inks	98
4.4.2 FT-IR of the pigmented ink jet inks.....	100
4.4.3 Confirmation of the pre-treating material deposition on the silk fabric surface by spectroscopic methods.....	103
4.4.3.1 FT-IR technique.....	103
4.4.3.2 FTIR - ATR technique.....	107
4.4.3.3 Raman spectroscopy of the pre-treating solutions and cyan pigmented ink	109
4.5 Thermal properties of the sericin.....	110
CHAPTER V CONCLUSIONS AND SUGGESTIONS.....	112
5.1 Conclusions.....	112

	PAGE
5.2 Suggestions for future work	114
REFERENCES.....	116
APPENDICES.....	121
APPENDIX A.....	122
APPENDIX B.....	124
APPENDIX C.....	127
APPENDIX D.....	131
APPENDIX E.....	147
APPENDIX F.....	156
APPENDIX G.....	161
APPENDIX H.....	165
APPENDIX I.....	173
VITA.....	179

LIST OF TABLES

TABLE	PAGE
3.1 Properties of pigment dispersion and binder.....	50
3.2 Properties of the amino acids.....	51
3.3 Pigmented ink formulation.....	54
3.4 Bleaching formulation for silk fabric.....	57
3.5 Sanfix 555 solution.....	57
4.1 Particle sizes of the pigmented dispersion before filtration.....	64
4.2 Particle sizes of the inks during storage.....	66
4.3 Ink properties.....	69
4.4 The relation of viscosity, surface tension of the ink jet inks, and optical density of the printed fabrics	70
4.5 Water (W) and 2-Octanol (O) wicking rate of pretreated fabrics.....	72
4.6 Properties of the pretreatments.....	75
4.7 Zeta-potential of the pre-treating solutions.....	86
4.8 Crock fastness of the pretreated silk fabrics.....	91
4.9 K/S of the printed silk fabrics before and after washing.....	95
4.10 Relative color strength of the printed silk fabrics after the washing.....	97
4.11 Infrared spectra of the cyan, magenta, and yellow pigment dispersions.....	102
4.12 FTIR of n-dodecyltrimethyl ammonium bromide.....	103
4.13 FTIR of serine, aspartic acid, and glycine.....	105
4.14 FTIR of sericin, chitosan, and Sanfix 555.....	106

LIST OF FIGURES

FIGURE	PAGE
2.1 A four-color ink-jet printer.....	8
2.2 Ink jet technology map.....	8
2.3 A shear mode piezoelectric ink jet design.....	9
2.4 Ink system used for ink jet.....	11
2.5 CI Pigment blue 15:3.....	17
2.6 CI Pigment Red 122.....	18
2.7 CI Pigment Yellow 74.....	18
2.8 CI Pigment Black 7.....	19
2.9 Acrylic resin.....	20
2.10 Acrylic homopolymer.....	21
2.11 Poly(acrylic acid).....	21
2.12 Poly(methacrylic acid).....	21
2.13 Sequence of a polypeptide from left to right.....	27
2.14 Structure of sericin molecule.....	30
2.15 Reaction for preparation of chitosan	32
2.16 Chemical structure of protonated chitosan.....	32
2.17 Structure of silk molecule.....	33
2.18 The concept of an opponent, rectangular coordinate system.....	37
2.19 CIELab color space.....	38
2.20 AATCC Crockmeter	40

FIGURE	PAGE
2.21 HEAL'S Multifiber Adjacent Fabric DW.....	41
3.1 Chemical structure of Sanfix 555.....	52
3.2 Vertical wicking setup.....	59
4.1 Particle size distributions of S-711 binder.....	64
4.2 Particle size distributions of the pigment dispersions.....	64
4.3 Particle size distributions of the four color inks.....	65
4.4 The particle size distributions of the inks after various storage times.....	66
4.5 TEM of (a) the cyan ink and (b) the yellow ink for 1-year storage.....	67
4.6 SEM of (a) the magenta ink and (b) the black ink for 1-year storage.....	67
4.7 Shear stress – shear rate relationship of the four-color inks.....	68
4.8 Viscosity of the four-color inks measured at 25°C.....	69
4.9 Contact angles of water on (a) 2% w/v chitosan (FM-80, MW = 3.7×10^5 Dalton) coated silk, (b) 20% glycine coated silk.....	74
4.10 Image analyzed cross-section of the non-treated and treated silk fiber in the weft direction after printing with black color ink.....	76
4.11 The enlargement of image analyzed cross-section of (a) the non-treated and (b) 15% w/v of sercin treated fabric in the weft direction after printing with black color ink.....	77
4.12 Cross-section of the non-treated and the treated silk fiber.....	79
4.13 SEM Micrographs of the non-treated and the treated silk fiber surfaces.....	80
4.14 SEM Micrographs of the treated silk fiber at various concentrations of pretreatments.....	81

FIGURE	PAGE
4.15 a* b* diagram of the non-treated and the treated silks with various pretreatments.....	83
4.16 L* a* diagram of the non-treated silk and the treated silks with various pretreatments.....	84
4.17 L* b* diagram of the non-treated silk and the treated silks with various pretreatments.....	85
4.18 Stiffness of the non-treated and pretreated silk fabrics in the warp direction.	88
4.19 Stiffness of the non-treated and pretreated silk fabrics in the weft direction..	88
4.20 Air permeability of the pretreated silk fabrics.....	89
4.21 Appearance of the sericin and aspartic acid pretreated fabrics after the rubbing in the dry and wet conditions.....	93
4.22 UV absorption of the cyan ink in the pre-treating solutions.....	99
4.23 UV absorption of the magenta ink in the pre-treating solutions.....	99
4.24 UV absorption of the yellow ink in the pre-treating solutions.....	100
4.25 Chemical structures of (a) the cyan pigment, C.I. pigment blue 15:4; (b) the magenta pigment, C.I. pigment red 122; and (c) the yellow pigment, C.I. pigment yellow 74.....	101
4.26 Infrared spectra of (a) cyan pigment, C.I. pigment blue 15:4; (b) magenta pigment, C.I. pigment red 122; and (c) yellow pigment, C.I. pigment yellow 74.....	101
4.27 Infrared spectra of (a) n-dodecyltrimethyl ammonium bromide, (b) serine, (c) glycine, (d) aspartic acid, (e) sericin, (f) chitosan, (g) Sanfix 555.....	104

FIGURE	PAGE
4.28 Fourier transform infrared spectrum-attenuated total reflectance of (a) silk before the treatment, silk treated with (b) serine, (c) glycine, (d) aspartic acid, (e) sericin, (f) chitosan, and (g) Sanfix 555.....	108
4.29 Raman spectra of (a) serine, (b) cyan ink and (c) the mixture of serine and cyan ink.....	109
4.30 Raman spectra of (a) glycine, (b) cyan ink and (c) the mixture of glycine and cyan ink.....	110
4.31 DSC diagrams of the pre-treating sericin and the sericin from the bleached fabric.....	111

ABBREVIATIONS

°C	: degrees Celsius
min	: minute
rpm	: rounds per minute
M	: molar
% w/v	: percent weight by volume
MW	: molecular weight
D	: density
g	: gram
mg	: milligram
μm	: micrometer
nm	: nanometer
hr	: hour
ν	: wave number
kV	: kilovolt
FTIR	: Fourier Transform Infrared Spectroscopy
FTIR-ATR	: Fourier Transform Infrared - Attenuated Total Reflectance
SEM	: Scanning Electron Microscopy
TEM	: Transmission Electron Microscopy
DSC	: Differential Scanning Calorimetry
h	: penetration distance
t	: time
r	: pore radius
θ	: contact angle

T_g	: Glass Transition Temperature
T_m	: Melting Temperature
γ	: surface tension
η	: viscosity
mPa s	: millipascal second
mN m ⁻¹	: millinewton per meter
g cm ⁻³	: gram per cubic centimeter
s ⁻¹	: per second
N m ⁻²	: Newton per square meter
cm ⁻¹	: per centimeter