ตัวแปรที่มีอิทธิพลต่อขนาดของพอลิเอไมด์ไมโครแคปซูลที่สังเคราะห์โดยพอลิคอนเดนเซชันแบบอินเตอร์เฟเชียล

นาย สุธน ชื่นโชคสันต์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สหสาขาวิชาปิโตร-โพลิเมอร์

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2533

ISBN 974-577-270-4

FACTORS INFLUENCING PARTICLE SIZE OF POLYAMIDE MICROCAPSULES SYNTHESIZED VIA INTERFACIAL POLYCONDENSATION

Mr. Suthon Chuenchokesant

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Multidisciplinary Program of Petrochemical and Polymer

Gracuate School

Chulalongkorn University

1990

ISBN 974-577-270-4

Thesis Title	: Factors Influencing Particle Size of Polyamide Microcapsules Synthesized via Interfacial Polycondensation
By	: Mr. Suthon Chuenchokesant
Department	: Multidisciplinary Program of Petrochemical and Polymer
Thesis Advisor	: Associate Professor Suda Kiatkamjornwong, Ph.D.
Thesis Co-advisor	: Supon Chotiwana, Ph.D.

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirement for the Master's Degree.

Thavorn Vajrabhaya
..... Dean of Graduate School
(Professor Thavorn Vajrabhaya, Ph.D.)

Thesis Committee

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

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

..... Thesis Co-advisor
(Supon Chotiwana, Ph.D.)

Nopporn Pramojaney
..... Member
(Nopporn Pramojaney, Ph.D.)

สุธน ชื่นโชคสันต์ : ตัวแปรที่มีอิทธิพลต่อขนาดของพอลิเอไมด์ไมโครแคปซูลที่สังเคราะห์โดยพอลิคอนเดนเซชันแบบอินเตอร์เฟเชียล (FACTORS INFLUENCING PARTICLE SIZE OF POLYAMIDE MICROCAPSULES SYNTHESIZED VIA INTERFACIAL POLYCONDENSATION) อ.ที่ปรึษา : รศ.ดร. สุดา เกียรติกำจรวงศ์, อ.ที่ปรึษาร่วม : ดร. สุพล โชติวรรณ, 292 หน้า. ISBN 974-577-270-4

พอลิเอไมด์ไมโครแคปซูลที่มีขนาดระหว่าง 1-100 ไมโครเมตร สามารถสังเคราะห์ได้โดยกระบวนการพอลิคอนเดนเซชันแบบอินเตอร์เฟเชียล ระหว่างไดเอซิกคลอไรด์กับไดเอมีน การสังเคราะห์นี้กระทำโดยละลายไดเอซิกคลอไรด์ในสารที่ต้องการบรรจุอยู่ในไมโครแคปซูล ซึ่งมีลักษณะเป็นน้ำมัน นำสารละลายนี้ผสมกับน้ำที่มีสารอิมัลซิไฟอิงเอเจนต์ละลายอยู่แล้วนำส่วนผสมนี้ไปปั่นให้เป็นอิมัลชันด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ที่มีความเร็วใบพัดตั้งแต่ 2,000-10,000 รอบต่อนาที และใช้ระยะเวลาปั่นตั้งแต่ 30-150 วินาที แล้วนำอิมัลชันที่ได้เทผสมลงในน้ำที่มีไดเอมีนและสารรับกรดละลายอยู่ ปฏิกริยาพอลิคอนเดนเซชันจะเกิดขึ้นตรงผิวสัมผัสของหยดน้ำมันที่แขวนลอยอยู่ในน้ำและชั้นสารละลายในน้ำ ทำให้เกิดเยื่อบางๆ ของพอลิเอไมด์เป็นเปลือกของไมโครแคปซูลห่อหุ้มสารที่มีลักษณะเป็นน้ำมันบรรจุอยู่ในใจกลางของแคปซูล

การสังเคราะห์พอลิเอไมด์ไมโครแคปซูลนี้ได้ทดลองเลือก ซีบาโซอิลคลอไรด์, เทเรฟทาโลอิลคลอไรด์, เฮกซะเมทิลีนไดเอมีน และพาราฟีนิลีนไดเอมีน เป็นโมโนเมอร์ในการสังเคราะห์เปลือกพอลิเอไมด์ โดยที่มีบิวทิลอะซิเทตหรือไดบิวทิลพทาเลตเป็นสารบรรจุอยู่ในไมโครแคปซูล สารอิมัลซิไฟอิงเอเจนต์เลือกใช้ 2 ชนิด คือ โซเดียมโดดิซิลเบนซีนซัลโฟเนตและพอลิออกซีเอทิลีนลอริลอีเทอร์เป็นสารอิมัลซิไฟเออร์ และใช้เกลือโซเดียมของสไตรีนมาลิอิกเอนไฮไดรด์และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นสารโปรเทกทีพคอลลอยด์ เลือกโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวรับกรดที่เกิดจากปฏิกริยาพอลิคอนเดนเซชัน

จากผลการทดลองพบว่า พอลิไวนิลแอลกอฮอล์มีประสิทธิภาพในการเป็นสารอิมัลซิไฟอิงเอเจนต์มากที่สุด โดยที่สามารถใช้โซเดียมโดดิซิลเบนซีนซัลโฟเนตเป็นตัวช่วยเสริมประสิทธิภาพในการเกิดอิมัลชันของการสังเคราะห์ไมโครแคปซูลที่มีขนาดต่างๆกัน โมโนเมอร์ที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิเอไมด์สามารถสลับค่โมโนเมอร์ได้ทกตัว ซึ่งมผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของไมโครแคปซูลที่สังเคราะห์ได้ ความเร็วใบพัดของเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ ระยะเวลาที่ปั่น ปริมาณของพอลิไวนิลแอลกอฮอล และปริมาณของไดเอซิกคลอไรด์มีผลต่อลักษณะของไมโครแคปซูลที่ได้ โดยที่ความเร็วใบพัดสูงขึ้นจะทำให้เส้นผ่าศูนย์กลางเฉลี่ยของไมโครแคปซูลลดลง ระยะเวลาที่ใช้ปั่นนานมากขึ้นทำให้ขนาดของไมโครแคปซูลสม่ำเสมอมากขึ้น การเพิ่มปริมาณของพอลิไวนิลแอลกอฮอลจะทำให้ไมโครแคปซูลอยู่ในสภาพอิมัลชันได้นานและมีผลทำให้เส้นผ่าศูนย์กลางเฉลี่ยของไมโครแคปซูลลดลง ปริมาณการใช้ซีบาโซอิลคลอไรด์มีผลโดยตรงต่อประสิทธิภาพในการห่อหุ้มจุลภาค ซึ่งจะต้องปรับความเข้มข้นให้เหมาะสม เพื่อจะได้ไมโครแคปซูลที่มีเปลือกห่อหุ้มที่สมบูรณ์

ภาควิชา สหสาขาวิชาปิโตร-โพลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์โพลิเมอร์ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2532 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

SUTHON CHUENCHOKESANT : FACTORS INFLUENCING PARTICLE SIZE OF POLYAMIDE MICROCAPSULES SYNTHESIZED VIA INTERFACIAL POLYCONDENSATION. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. SUDA KIATKAMJORNWONG, Ph.D.; THESIS CO-ADVISOR : SUPON CHOTIWANA, Ph.D., 292 pp. ISBN 974-577-270-4

Synthesis of 1-100 micrometers of polyamide microcapsules by interfacial polycondensation between diacid chlorides and diamines was carried out. The synthesis was started by dissolving the diacid chloride in an oily-like material to be encapsulated in microcapsules and then mixing this solution in an aqueous solution of an emulsifier or a protective colloid. The mixture was agitated into emulsion by a high-speed homogenizer at the propeller speeds between 2,000-10,000 rpm., and the agitation times between 30-150 sec. This emulsion was poured into the aqueous solution of a diamine and an acid-receiver. Polycondensation occurred at the interface between the tiny oil droplets and another liquid layers and produced a thin film of polyamide as a shell of the microcapsules which encapsulated the oily-like material in the core.

Sebacoyl chloride and terephthaloyl chloride as diacid chlorides; and hexamethylene diamine and para-phenylene diamine as diamines were selected as monomer pairs to synthesize the polyamide microcapsule shell. Sodium dodecyl benzene sulfonate and poly(oxyethylene luaryl ether) as surface active agents; and sodium salt of styrene maleic anhydride and poly(vinyl alcohol) as protective colloids were selected to be emulsifying agents. Sodium hydroxide was used as an acid-receiver during polycondensation. Butyl acetate and dibutyl phthalate were used as encapsulated materials in microcapsules.

Based on the experiments, it was found that dibutyl phthalate was more appropriate as encapsulated material than butyl acetate; poly(vinyl alcohol) was the most effective emulsifying agent and sodium dodecyl benzene sulfonate could be used as a co-emulsifying agent with poly(vinyl alcohol) to produce microcapsules with various diameters. Furthermore, it was found that all diacid chloride and diamine combinations could be applied as monomer pairs to synthesize the polyamide microcapsule shell having a wide range of chemical and physical properties; the speed of the propeller, the agitation time of the homogenizer, and the amount of diacid chloride and emulsifying agent affected the characteristics of the microcapsules : increasing the speed of propeller decreased the average diameter of the microcapsules; longer agitation time produced more equal-sized microcapsules; increasing the concentration of emulsifying agent produced more stable emulsion which reduced the average diameter of the microcapsules; the amount of diacid chloride had a direct effect on encapsulation efficiency, the concentration of which must be adjusted properly so as to produce a perfect shell of the microcapsules.

ภาควิชา สหสาขาวิชาปิโตร-โพลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์โพลิเมอร์ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2532 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

ACKNOWLEDGEMENTS

The author wishes to express his deepest gratitude to his advisor, Assoc. Prof. Dr. Suda Kiatkamjornwong, for her generous guidance, understanding, valuable suggestions, supervision and continuous encouragements throughout the course of this thesis. He also thanks Dr. Supon Chotiwana, his co-advisor ship, and Assoc. Prof. Pattarapan Prasassarakick, and Dr. Nopporn Pramojaney for their valuable comments to the work and serving on the thesis committee. He is grateful to the Scientific and Technological Research Equipment Center (STREC) of Chulalongkorn University for operating his samples via optical microscope and scanning electron microscope. In addition, he is indebted to Asst. Prof. Kemchai Hamajantr, the Department of Materials Science of Chulalongkorn University, for his permission for using the particle analyzer. Finally, the scholarship granted from the Graduate School of Chulalongkorn University is highly appreciated.

CONTENTS

LIST OF TABLES

TABLES PAGE

TABLES PAGE

TABLES PAGE

TABLES PAGE

TABLES PAGE

LIST OF GRAPHS

GRAPHS PAGE

GRAPHS PAGE

LIST OF FLOW CHARTS

FLOW CHARTS PAGE

FLOW CHARTS PAGE

LIST OF PHOTOMICROGRAPHS

LIST OF TREE DIAGRAMS

LIST OF FIGURES

FIGURES PAGE

LIST OF ABBREVIATIONS

ABBREVIATIONS	DEFINITION
gm	gram
ml	milliliter
rpm	revolution per minute
sec	second
°C	degree celcious
SBC	sebacoyl chloride
TPC	terephthaloyl chloride
HMDA	hexamethylene diamine
PNDA	para-phenylene diamine
BAT	butyl acetate
DBP	dibutyl phthalate
PVA	poly(vinyl alcohol)
SMA	sodium salt of styrene maleic anhydride copolymer
POLE	poly(oxyethylene lauryl ether)
SDBS	sodium dodecyl benzene sulfonate
NaOH	sodium hydroxide
DIW	deionized water
S	sebacoyl chloride for assigned name
T	terephthaloyl chloride for assigned name
B	butyl acetate for assigned name
D	dibutyl phthalate for assigned name
PV	poly(vinyl alcohol) for assigned name
SM	sodium salt of styrene maleic anhydride copolymer for assigned name
PO	poly(oxyethylene lauryl ether) for assigned name
SD	sodium dodecyl benzene sulfonate for assigned name
SDPxxx/yyy (for section 2.9)	S = sebacoyl chloride D = dibutyl phthalate P = poly(vinyl alcohol) xxx = value of rpm yyy = value of sec

ABBREVIATIONS	DEFINITION
TDPxxx/yyy	T = terephthaloyl chloride
(for section 2.9)	D = dibutyl phthalate
	P = poly(vinyl alcohol)
	xxx = value of rpm
	yyy = value of sec
SDPxxxE	S = sebacoyl chloride
(for section 2.10)	D = dibutyl phthalate
	P = poly(vinyl alcohol)
	xxx = value of poly(vinyl alcohol) concentration
	E = emulsifier
TDPxxxE	T = terephthaloyl chloride
(for section 2.10)	D = dibutyl phthalate
	P = poly(vinyl alcohol)
	xxx = value of poly(vinyl alcohol) concentration
	E = emulsifier
SDPxxx/yyy	S = sebacoyl chloride
(for section 2.11)	D = dibutyl phthalate
	P = poly(vinyl alcohol)
	xxx = amount of sebacoyl chloride ratio
	yyy = amount of dibutyl phthalate ratio
TDPxxx/yyy	T = terephthaloyl chloride
(for section 2.11)	D = dibutyl phthalate
	P = poly(vinyl alcohol)
	xxx = amount of terephthaloyl chloride ratio
	yyy = amount of dibutyl phthalate ratio
STC	sebacoyl chloride and terephthaloyl chloride combination
HMPN	hexamethylene diamine and para-phenylene diamine combination