PREPARATION OF NYLON-CHITIN MEMBRANES BY SOLUTION CASTING AND COATING VIA DBD PLASMA TREATMENT FOR WOUND CARE APPLICATIONS

Kullachard Ozawa

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
2014

I 26370661 570099

Thesis Title:	Preparation of Nylon/Chitin Membranes by Solution Casting and Coating via DBD Plasma Treatment for Wound Care Applications
By:	Kullachard Ozawa
Program:	Polymer Science
Thesis Advisor:	Assoc. Prof. Ratana Rujiravanit

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)

.....
(Prof. Seichi Tokura)

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

Chutima Vanichvattanadecha
(Dr.Chutima Vanichvattanadecha)

ABSTRACT

5572010063: Polymer Science Program
Kullachard Ozawa : Preparation of Nylon/Chitin Membranes by Solution Casting and Coating via DBD Plasma Treatment for Wound Care Applications
Thesis Advisor: Assoc. Prof. Ratana Rujiravanit 69 pp.
Keywords: Chitin/ Wound healing/ Dielectric barrier discharge/ Nylon-Chitin membranes/ Nylon 6,6/ Solution casting

To enhance the interaction between nylon and chitin, dielectric barrier discharge plasma (DBD) was applied to treat nylon/chitin membranes fabricated by two different ways which were solution casting and surface coating. For solution casting method, chitin and nylon 6,6 is separately dissolved in calcium chloride-saturated methanol solvent before mixing together at different mixings ratios. The membranes were casting in a glass mould to form nylon/chitin membranes and drying in air and then washing with distilled water to remove the calcium salt, drying in oven and membranes and finally followed by subjecting the membranes to DBD treatment at various plasma treatment times of 0s, 30s, 60s, 90 and 120s. For surface coating method, chitin dissloved in calcium chloride-saturated methanol was coated on DBD plasma-treated nylon mesh. The concentrations of chitin were varied to be 0.5%, 1%, and 2% and compare two different ways The effects of the blend ratio, plasma treatment time and chitin concentrations on morphology, chemical structure, and mechanical properties were investigated by SEM, FTIR, water contact angle, and Lloyd tensile tester, respectively. In addition, biocompatibility test by cytotoxic method using human dermal skin fibroblast. The results show decrement of tensile strength, elongation at break and contact angle when treatment times increase, after treated plasma by using FT-IR investigation that generates new peak at 1,720 cm^{-1} which corresponds to carbonyl group (C=O) and finally biocompatible cell proliferation of human skinfibroblast is growing on nylon-chitin surface.

บทคัดย่อ

กุลชาติ โอซาว่า : การเตรียมแผ่นไนล่อน-ไคตินจากการขึ้นรูปโดยวิธีสารละลายที่ผ่านกระบวนการเทคนิคพลาสมาแบบไดอิเล็กทริคแบริเออร์ดิสชาร์จสำหรับการประยุกต์รักษาบาดแผล (Preparation of Nylon/Chitin Membranes by Solution Casting and Coating via DBD Plasma Treatment for Wound Care Applications) อาจารย์ที่ปรึกษา : รศ. ดร. รัตนา รุจิรวนิช 69 หน้า

เพื่อปรับปรุงแรงยึดเหนี่ยวของไคตินบนผิวไนล่อน โดยการผ่านกระบวนการเทคนิคพลาสมาแบบไดอิเล็กทริคแบริเออร์ดิสชาร์จ ซึ่งมีกรรมวิธีการเตรียมอยู่ 2 แบบ ได้แก่ วิธีขึ้นรูปโดยสารละลายและวิธีการเคลือบผิว ซึ่งวิธีขึ้นรูปโดยสารละลายจะนำไนล่อน6,6 มาละลายในสารละลายแคลเซียมคลอไรด์-เมทานอลที่อิ่มตัวโดยใช้ปริมาณสัดส่วนไคตินที่ต่างกัน และขึ้นรูปเป็นแผ่นเมมเบรนโดยใช้กระจกนาฬิกาและนำไปผ่านกระบวนการพลาสมาในเวลาที่ต่างกัน ได้แก่ 0 วินาที, 30 วินาที, 60 วินาที, 90 วินาที และ 120 วินาที สำหรับวิธีการเคลือบผิว จะนำสารละลายไคตินมาเคลือบบนผิวของผ้าไนล่อนโดยใช้การพลาสม่า ซึ่งสารละลายไคตินเตรียมได้จากนำไคตินมาละลายในสารละลายแคลเซียมคลอไรด์-เมทานอลที่อิ่มตัว ในเข้มข้นต่างๆที่ 0.5%, 1.0% และ 2.0% ซึ่งผลของ สัดส่วนการผสม, เวลาในการใช้พลาสม่า, ปริมาณไคตินบนผิว, โครงสร้างทางเคมี และคุณสมบัติทางกล ของการเตรียมทั้งสองวิธี โดยใช้ เครื่องทดสอบทางกล, กล้องจุลทัศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน, การใช้หยดน้ำเพื่อสังเกตมุมสัมผัส การใช้ลำแสงฟูเลียร์ทรานฟอร์ม และความเป็นพิษของสารทดสอบต่อเซลล์จากกระบวนการไซโตทอกซิกโดยใช้เซลล์ผิวหนังมนุษย์ จากผลการทดลองพบว่า ความแข็งแรงทางกลทั้งความเค้น-ความเครียด และ มุมสัมผัสของหยดน้ำ ลดลงเมื่อเวลาการใช้พลาสม่านานขึ้น และหลังการผ่านพลาสม่า จะเกิดพีคใหม่ที่ 1,720 ซม$^{-1}$ ซึ่งบ่งบอกถึงหมู่คาร์บอนิล (C=O) และสุดท้ายการทดสอบทางไบโอพบว่าเซลล์ผิวหนังมนุษย์เจริญเติบโตขึ้นบนผิวไนล่อน-ไคติน

ACKNOWLEDGEMENTS

I am heartily thankful to my supervisor, Assoc.Prof. Ratana Rujiravanit for providing invaluable knowledge, suggestions and kind support throughout this research work.

I would also like to thank Prof. Seichi Tokura for his helpful, constructive suggestion, grateful comment and encouraged when I have problem. I would not have achieved this far and this thesis would not have been completed without all the supports that I have always received from him.

I would like to extend our sincere thanks Asst. Prof. Manit Nithitanakul and Dr.Chutima Vanichvattanadecha for being thesis committee.

I am grateful for the scholarship and funding of the thesis work provided by the Center of Excellence on Petrochemicals and Materials Technology, Thailand

I would like to thank Surapon Foods Public Co., Ltd for supplying shrimp shell to my thesis works.

I would like to show my gratitude to the staff members of Petroleum and Petrochemical college for training instrument and give the suggestion to me.

I am indebted to my many student colleagues to support a stimulating and fun environment to learn and grow. Particularly thanks are given to seniors in RR-group such as Dr.Chutima, Nattakamala and Kunthinee for available themselves to me. Also, I simply say thanks to my friends who made the two years such a cheerfulness and memorable experience.

I would like to express my gratitude to my parents for their understanding, encouragement and support for me throughout my life.

Lastly, I offer my regards and blessings to all of those who supported me in any respect during the completion of the project.

TABLE OF CONTENTS

CHAPTER **PAGE**

LIST OF TABLES

FIGURE **LIST OF FIGURES** **PAGE**

FIGURE **LIST OF FIGURES** **PAGE**

FIGURE **LIST OF FIGURES** **PAGE**

FIGURE **LIST OF FIGURES** **PAGE**