SOLUTION PLASMA PROCESS FOR DEACETYLATION AND DEPOLYMERIZATION OF CHITIN HYDROGEL

Kuntinee Somboonying

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
2014

Thesis Title:	Solution Plasma Process for Deacetylation and Depolymerization of Chitin Hydrogel.
By:	Kuntinee Somboonying
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

5572009063: Polymer Science Program
Kuntinee Somboonying: Solution Plasma Process for Deacetylation and Depolymerization of Chitin Hydrogel.
Thesis Advisors: Assoc. Prof. Ratana Rujiravanit, and Prof. Nagahiro Saito 93 pp.
Keywords: Chitin hydrogel/ Solution plasma process/ Deacetylation, Depolymerization/ Chitosan

In this study, solution plasma process (SPP), a plasma generated in a liquid phase, was applied in depolymerization and deacetylation reactions of chitin hydrogel to form chitosan. Chitin hydrogel, an amorphous form of chitin, was depolymeried by SPP in 1% acetic acid solution for 0 h, 3 h, and 5 h in order to reduce its molecular weight before being subjected to deacetylation reaction to form chitosan. The effect of depolymerization prior to deacetylation on the degree of deacetylation (DD) of the deacetylated products was examined. Deacetylation reaction was performed by applying SPP in different concentrations of KOH in MeOH. The concentrations of KOH in MeOH were varied to be 0%, 7%, and 10%. Deacetylation reaction via SPP was done repeatedly up to 5 cycles (one hour for each cycle to achieve the highest values of %DD). The effects of KOH concentration and plasma treatment time on %DD, molecular weight, chemical structure, and crystallinity of the deacetylated products were investigated by FTIR, GPC, and XRD. The results showed that %DD determined by FTIR increased with an increasing of the KOH concentration and plasma treatment time. In addition, the depolymerization of chitin hydrogel prior to deacetylation resulted in the higher values of %DD and %solubility of the deacetylated products.

บทคัดย่อ

กุนทินี สมบูรณ์ยิ่ง : กระบวนการดีพอลิเมอร์ไรเซชั่นและดีอะเซทิเลชั่นไคตินไฮโดรเจลด้วยเทคนิคพลาสมาในสารละลาย (Solution Plasma Process for Deacetylation and Depolymerization of Chitin Hydrogel) อ. ที่ปรึกษา รศ. ดร. รัตนา รุจิรวนิช ศ. ดร. นากาฮิโร ไซโต จำนวน 93 หน้า

เทคนิคโซลูชั่นพลาสม่าเป็นเทคนิคการกำเนิดพลาสม่าในสารละลาย ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ใช้เทคนิคนำโซลูชั่นพลาสม่าใช้ในการเกิดกระบวนการดีพอลิเมอร์ไรเซชั่นและดีอะเซทิเลชั่นกับไคตินไฮโดรเจลเพื่อให้ได้ไคโตซาน ไคตินไฮโดรเจลเป็นไคตินอยู่ในรูปแบบของเจลที่ไม่มีความเป็นผลึกได้นำมาผ่านปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชั่นในกรดแอซิติกที่มีความเข้มข้น 1% โดยเทคนิคโซลูชั่นพลาสม่าและเปรียบเทียบอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่เวลา 0, 3 และ 5ชั่วโมง เพื่อดูผลของการลดลงของน้ำหนักโมเลกุลก่อนการเกิดปฏิกิริยาดีอะเซทีเลชั่น นอกจากนี้ยังทำการศึกษาผลการเกิดปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรเซอชั่นต่อการเพิ่มของค่าเปอร์เซ็นดีดีหรือ degree of deacetylation ในส่วนกระบวนการดีอะเซทีเลชั่นนั้นทำการศึกษาผลกระทบของความเข้มข้นที่ 0% 7% และ 10% ของสารละลายเบสต่อการเพิ่มของ เปอร์เซ็นต์ดีดีน้ำหนักโมเลกุลโครงสร้างทางเคมีและความเป็นผลึกของสารละลายโดยใช้เครื่องมือ FTIR, GPC และ XRD ในการศึกษา จากผลการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเบสและจำนวนรอบในการทำปฏิกิริยาดีอะเซทีเลชั่นส่งผลให้ค่าเปอร์เซ็นดีดีเพิ่มขึ้น นอกจากนี้การทำปฏิกิริยาดีพอลิเมอร์ไรเซชั่นในไคตินไฮโดรเจลก่อนนำไปทำปฏิกิริยาดีอะเซทีเลชั่นให้ค่าเปอร์เซ็นต์ดีดีและค่าการละลายที่มากกว่าผลิตภัณฑ์ที่มาจากกระบวนการดีอะเซที่เลชั่นเพียงอย่างเดียว

ACKNOWLEDGEMENTS

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

First, I would like to express my sincere thanks to my thesis advisor, Asssoc. Prof. Ratana Rujiravanit for her advices and constant encouragement throughout the research. I would not have achieved this far and this thesis would not have been completed without all the support that I have always received from her.

I would like to extend our sincere thanks to Prof. Nagahiro Saito, Prof. Sumaeth Chavdej and Dr. Chutima Vanichvattanadecha for being my committees. 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.

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

Finally, I would like to take opportunity for thankfulness to my family for their whole support and encouragement. And I also would like to thank all PPC staffs ,RR group and my friends for their help, constructive suggestion, and cheerfulness.

TABLE OF CONTENTS

CHAPTER PAGE

CHAPTER **PAGE**

CHAPTER **PAGE**

CHAPTER PAGE

LIST OF TABLES

LIST OF FIGURES

FIGURE **PAGE**

FIGURES **PAGE**

FIGURES **PAGE**