การสังเคราะห์และตรวจสอบลักษณะสมบัติของไมโครแคปซูลพอลิยูเรียที่บรรจุสีย้อมลิวโค

นางสาว สุภัทรา ทองผดุงโรจน์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ หลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2544

ISBN 974-03-1511-9

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF POLYUREA MICROCAPSULES CONTAINING LEUCO DYE

Miss Supattra Thongphadungroat

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science

Program of Petrochemistry and Polymer Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2001

ISBN 974-03-1511-9

Thesis Title	Synthesis and characterization of polyurea microcapsules containing leuco dye.
By	Miss. Supattra Thongphadungroat
Field of Study	Petrochemistry and Polymer Science
Thesis Advisor	Professor Suda Kiatkumjornwong, Ph.D.

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

……………………………………… Deputy Dean for Administrative Affairs.
(Associate Professor Pipat Karntiang, Ph.D.) Acting Dean, Faculty of Science.

Thesis committee

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

……………………………………… Thesis Advisor
(Professor Suda Kiatkumjornwong, Ph.D.)

……………………………………… Member
(Associate Professor Wimonrat Trakarnpruk, Ph.D.)

……………………………………… Member
(Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph.D.)

สุภัทรา ทองผดุงโรจน์ : การสังเคราะห์และตรวจสอบลักษณะสมบัติของไมโครแคปซูลพอลิยูเรียที่บรรจุสีย้อมลิวโค (SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF POLYUREA MICROCAPSULES CONTAINING LEUCO DYE) อาจารย์ที่ปรึกษา: ศ.ดร. สุดา เกียรติกำจรวงศ์; 122 หน้า ISBN 974-03-1511-9.

งานวิจัยนี้ได้สังเคราะห์ไมโครแคปซูลพอลิยูเรียที่บรรจุสีลิวโค ด้วยเทคนิค interfacial polymerization โดยศึกษาผลของอัตราส่วนของวัสดุแกนต่อสารก่อผนัง ชนิดของไดไอโซไซยาเนต (HDI และ MDI) และเอทิลีนไดเอมีน (EDA) ต่อสัณฐานวิทยาของพื้นผิว การกระจายของขนาดอนุภาค สมบัติเชิงความร้อนและประสิทธิภาพในการบรรจุสารสีลิวโคในไมโครแคปซูล รวมทั้งตรวจสอบลักษณะการใช้งานของกระดาษอัดสำเนาไร้คาร์บอน โดยวัดระดับความเข้มข้นของสีลิวโคที่เกิดจากทำปฏิกิริยาบนกระดาษที่เคลือบสารรับสี การพิสูจน์ลักษณะสมบัติของไมโครแคปซูลพบว่าปริมาณสารก่อผนังที่ไม่เพียงพอทำให้เกิดผนังแคปซูลที่ไม่สมบูรณ์ และชนิดของไดไอโซไซยาเนตเป็นปัจจัยหลักในการกำหนดลักษณะและสมบัติ พบว่าไมโครแคปซูลที่มีส่วนประกอบของ MDI มีพื้นผิวที่หยาบและ มีการกระจายของขนาดอนุภาคที่กว้างกว่าไมโครแคปซูลที่ประกอบด้วย HDI ทั้งนี้เนื่องจากความว่องไวในปฏิกิริยาของ MDI มากกว่า HDI การศึกษาสมบัติเชิงความร้อนพบว่าไมโครแคปซูลที่มี MDI เป็นองค์ประกอบให้สมบัติเชิงความร้อนที่ดีกว่า ซึ่งเกี่ยวเนื่องกับการที่ไมโครแคปซูลมีผนังที่หนากว่าและลักษณะของโซ่พอลิยูเรียที่มีความแข็งมากกว่า EDA สามารถเพิ่มความแข็งของผนังแคปซูลและเพิ่มประสิทธิภาพในการบรรจุวัสดุแกน การเติม EDAในปริมาณที่พอเหมาะนั้นให้ค่าความเข้มของภาพพิมพ์ที่ดีขึ้น งานวิจัยนี้ได้อธิบายเหตุและผลของการเกิดไมโครแคปซูลและความสัมพันธ์ต่อความเข้มของภาพพิมพ์ที่ได้

หลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต..............................

สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา..............................

ปีการศึกษา 2544

4373413023 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEY WORD: POLYUREA MICROCAPSULES / LEUCO DYE

SUPATTRA THONGPHADUNGROAT : SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF POLYUREA MICROCAPSULES CONTAINING LEUCO DYE.

THESIS ADVISOR: PROF. SUDA KIATKAMJORNWONG, Ph.D. 122 pp.

ISBN 974-03-1511-9.

This thesis synthesized polyurea microcapsules containing leuco dye by interfacial polymerization. Wall materials and the ratios of core-to-wall were investigated to improve the characteristics of the microcapsules. The effect of core-to-wall ratio, wall material types (HDI, MDI and EDA) on the morphologies, particle size distribution of the resultant microcapsules, thermal properties and encapsulation efficiency were investigated. Image intensity on the dye acceptor coated paper was determined. Insufficient wall materials were found to yield an incomplete encapsulation. The factors affecting characteristics of the microcapsules depended on the structure of diisocyanate and amount of EDA. The MDI-based polyurea microcapsules had a wider particle size distribution, a much rougher surface than the HDI-based polyurea microcapsules because of the rapid wall forming of MDI. The higher decomposition temperature of MDI-based microcapsules seemed to be related to the wall thickness, strong urea linkage from the rapid reaction and stiff chains of polyurea. EDA was utilized as a hardening agent for the microcapsule wall and which enhanced the microencapsulation efficiency. The sufficient amount of EDA added provided the better image intensity. This research explained the possible causes of microencapsulation and their relationship to the intensity of the images.

Program Petrochemistry and Polymer Science. Student's signature ....

Field of study Petrochemistry and Polymer Science. Advisor's signature ....

Academic year 2001

ACKNOWLEDGEMENT

I sincerely express my gratitude to Professor Suda Kiatkumjornwong, Ph.D. for her patience and direction during my research tenure at Chulalongkorn University. She provided not only the necessary guidance, but encouraged as well to an unrestrained approach that fostered a very creative environment for research, allowing me to expand my knowledge in many areas of polymer science.

I have been privileged to be taught by some inspiring teachers, specially the Members of Committee, Prof. Pattrapan Prasassarakich, Ph.D., Associate Professor Wimonrat Trakarnpruk, Ph. D. and Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph.D. for their guidance and suggestion.

I wish to express my appreciation to Mr. Hiroshi Kumamoto, General Manager of OJI Paper, Thailand Ltd., and Mr. Hiroshi Iwasaki for providing samples and other in vitro logistic supports.

Many thanks are due to my fellow graduate students. Their valuable discussions and advice both in and out of the laboratory eased the research tension and strengthened the learning experience.

Finally I would like to thank my family: my parents, my brother, sister and Mr. ASM Iftekharul Haque for their enduring love and support throughout my academic life.

CONTENTS

LIST OF TABLES

LIST OF FIGURES

Figures **Page**

LIST OF FIGURES (continues)

LIST OF FIGURES (continues)

LIST OF FIGURES (continues)

Figures **Page**

LIST OF FIGURES (continues)

Figures **Page**

LIST OF FIGURES (continues)

LIST OF FIGURES (continues)

LIST OF SCHEMES

Schemes **Page**

LIST OF SYMBOLS & ABBREVATIONS

BLMB	Bensoyl leuco methylene blue
CB	Coated back
CF	Coated front
CVL	Crystal violet lactone
DAA	Diamino anthraquinone
DLS	Dynamic light scattering
DMAc	Dimethyl acetamine
EDA	Ethylene diamine
FTIR	Fourier transform infrared spectroscopy
HDA	Hexamethylene diamine
HDI	Hexamethylene diisocyanate
IPDI	Isocyanato isocyanatomethyl trimethyl cyclohexane
MDA	Diamino diphenyl methane
MDI	Methylphenyl diisocyanate
NCR	National Cash Register Corporation
ppm	Parts per million
PTMO	Phenyl tri-methoxysilane
PTMS	Poly(tetra methylene oxide)
PVA	Poly(vinyl alcohol)
SAXS	Synchrotron small angle X-ray scattering
SEM	Scanning electron microscopy
TDI	Toluene diisocyanate
TGA	Thermogravimetric analysis
UV	Ultraviolet visible