CHEMICAL MODIFICATION OF CHITIN/CHITOSAN; AN APPROACH FOR PROCESSING THERMOPLASTIC-CHITIN BLEND

Ms. Wanpen Tachaboonyakiat

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment 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
1998

ISBN 974-638-442-2

Thesis Title	:	Chemical Modification of Chitin/Chitosan; An Approach for Processing Thermoplastic-Chitin Blend
By	:	Ms. Wanpen Tachaboonyakiat
Program	:	Polymer Science
Thesis Advisors	:	Assoc. Prof. David C. Martin
		Dr. Suwabun Chirachanchai

Accepted by the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, in partial fulfillment of the requirements for the Degree of Master of Science.

..... Director of the College
(Prof. Somchai Osuwan)

Thesis Committee

.....
(Assoc. Prof. David C. Martin)

.....
(Dr. Suwabun Chirachanchai)

.....
(Dr. Ratana Rujiravanit)

ABSTRACT

##962017 : POLYMER SCIENCE PROGRAM

KEYWORDS : Chitin/ Chitosan/ Chemical Modification/ Tosylation/ Acylation/ Thermoplastic- Chitin Blend

Wanpen Tachaboonyakiat : Chemical Modification of Chitin/Chitosan; An Approach for Processing Thermoplastic-Chitin Blend. Thesis Advisors : Assoc. Prof. David C. Martin and Dr. Suwabun Chirachanchai, 48 pp. ISBN 974-638-442-2

Tosylation of chitosan was accomplished by interfacial condensation to prepare an active precursor as tosylated chitosan. Tosylation was successful with 15-fold excess of tosylchloride in low temperature. The tosyl group can be replaced at both the C-2 carbon of the amino group and the C-6 carbon of the primary alcohol group. Chitosan acetate was prepared to protect the amino group and found to be tosylated at the C-6 carbon. Acylation of tosylated chitosan or tosylated chitosan acetate with stearic acid via nucleophilic substitution was achieved by heterogeneous reaction in dimethylformamide aprotic solvent.

บทคัดย่อ

วันเพ็ญ เตชะบุญเกียรติ : การปรับปรุงโครงสร้างทางเคมีของไคติน/ไคโตแซน สำหรับการขึ้นรูปพอลิเมอร์ผสมเทอร์โมพลาสติก-ไคติน (Chemical Modification of Chitin/Chitosan; An Approach for Processing Thermoplastic-Chitin Blend.) อ. ที่ปรึกษา : รศ. ดร. เดวิด ซี มาร์ติน (Assoc. Prof. David C. Martin) และ ดร . สุวบุญ จิรชาญชัย 48 หน้า ISBN 974-638-442-2

การสังเคราะห์โทซิลเลตเตทไคโตแซน (Tosylated chitosan) เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นที่ว่องไวสามารถทำได้โดยผ่านปฏิกิริยาโทซิลเลชั่น (Tosylation) ซึ่งเป็นปฏิกิริยาการควบแน่นระหว่างชั้นของสารละลาย ปฏิกิริยาโทซิลเลชั่นสามารถดำเนินได้โดยเงื่อนไขซึ่งใช้ปริมาณของโทซิลคลอไรด์ในปริมาณที่มากกว่าวงไพราโนส (pyranose) 15 เท่า ภายใต้อุณหภูมิต่ำ กลุ่มโทซิลสามารถเข้าไปแทนที่ได้ทั้งที่กลุ่มอะมิโน ณ คาร์บอนตำแหน่งที่สองและที่กลุ่มแอลกอฮอล์ปฐมภูมิ (primary alcohol) ณ คาร์บอนตำแหน่งที่หก ไคโตแซนอะซิเตทถูกเตรียมขึ้นเพื่อปกป้องหมู่อะมิโนและพบว่าหมู่โทซิลสามารถแทนที่ได้ที่แอลกอฮอล์ปฐมภูมิ ณ คาร์บอนตำแหน่งที่หกเท่านั้น ปฏิกิริยาเอซิลเลชั่น (Acylation) ของโทซิลเลตเตทไคโตแซนหรือโทซิลเลตเตทไค-โตแซนอะซิเตทกับกรดสเตียริค (Stearic acid) สามารถทำได้โดยปฏิกิริยาเฮเทอโรจีเนียส (Heterogeneous reaction) ในตัวทำละลายที่ไม่ให้โปรตอน (Aprotic solvent) เช่น ไดเมททิลฟอร์มาไมด์ (N,N-Dimethylformamide)

ACKNOWLEDGMENTS

The author would like to express a special thank to her US. Advisor, Assoc. Prof. David C. Martin who gave recommendations and comments in this research. She also really would like to show her appreciation to her Thai advisor, Dr. Suwabun Chirachanchai, who not only gave her an inspirational guidance and encouragement, but also the intensive recommendation training, constructive advice and vital help throughout this research. She would like to thank Dr. Ratana Rujiravanit for her valuable discussion and comments on chitin/chitosan. She wishes to thank all professors for invaluable knowledge to her at the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University. She is indebted to the members of her research committee for criticism and suggestion. Moreover, their help in proof-reading this manuscript is deeply appreciated.

She would like to give a sincere thank to Prof. Suwalee Chankrachang, not only for her kindness on supporting chitin/chitosan in this research, but also her precious suggestion and comments. She specially thanks the National Metal Technology Center (MTEC) for characterization results. It is also her great pleasure to thank the National Research Council of Thailand (NRCT) for partially funding this research.

She greatly appreciates Dr. Sanong Ekgasit, not only for his significant help in quantitative FTIR techniques, but also his worth while recommendation in this research. She also wishes to thank Prof. Amorn Petchsom for his permission to run the Bruker VECTOR 22 FTIR Spectrometer at the Chemistry Department, Chulalongkorn University.

Furthermore, she would like to thank the entire college members, staff, and all her best friends at the Petroleum and Petrochemical College who helped her throughout this research.

Last but not least, her acknowledgment is gratefully made to her family for the love, encouragement, and financial support which gave her more encourgement for this research.

TABLE OF CONTENTS

CHAPTER **PAGE**

LIST OF TABLES

TABLE **PAGE**

LIST OF FIGURES

FIGURE **PAGE**