การสังเคราะห์และประยุกต์ใช้อนุพันธ์ของเทอร์นารีแอมโมเนียมไอโซซานบิวทิลสารเติมแต่ง ในผลิตภัณฑ์บำรุงผิวหน้า

นายธีรชัย เกิดผลเจริญ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2551
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การสังเคราะห์และประยุกต์ควอเทอร์นารีแอมโมเนียมไคโทซานเป็นสารเติมแต่งในผลิตภัณฑ์บำรุงเส้นผม

นายธีระชัย เกิดชลเพ็ชร

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2551

SYNTHESIS AND APPLICATIONS OF QUATERNARY AMMONIUM CHITOSAN AS ADDITIVES IN HAIR-CARE PRODUCTS

Mr. Teerachai Kerdcholpetch

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Petrochemistry and Polymer Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2008

Thesis Title	SYNTHESIS AND APPLICATIONS OF QUATERNARY AMMONIUM CHITOSAN AS ADDITIVES IN HAIR-CARE PRODUCTS
By	Mr. Teerachai Kerdcholpetch
Field of Study	Petrochemistry and Polymer Science
Advisor	Assistant Professor Varawut Tangpasuthadol, Ph.D.
Co-Advisor	Assistant Professor Voravee P. Hoven, Ph.D.

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

S. Hannongbua
.....Dean of the Faculty of Science
(Professor Supot Hannongbua, Dr.rer.nat.)

THESIS COMMITTEE

.....Chairman
(Associate Professor Supawan Tantayanon, Ph.D.)

.....Advisor
(Assistant Professor Varawut Tangpasuthadol, Ph.D.)

V. Hoven.
.....Co-Advisor
(Assistant Professor Voravee P. Hoven, Ph.D.)

Nuanphun Chantarasiri
.....Examiner
(Associate Professor Nuanphun Chantarasiri, Ph.D.)

Radchada Buntem
.....External Examiner
(Assistant Professor Radchada Buntem, Ph.D.)

ธีระชัย เกิดชลเพ็ชร: การสังเคราะห์และประยุกต์ควอเทอร์นารีแอมโมเนียมไคโทซานเป็นสารเติมแต่งในผลิตภัณฑ์บำรุงเส้นผม. (SYNTHESIS AND APPLICATIONS OF QUATERNARY AMMONIUM CHITOSAN AS ADDITIVES IN HAIR-CARE PRODUCTS) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วราวุฒิ ตั้งพสุธาดล, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วรวีร์ โฮเว่น, 102 หน้า.

เส้นผมของมนุษย์มีประจุลบ ณ สภาวะที่มีพีเอชสูงกว่าค่าไอโซอิเล็กทริก (~3.67) ดังนั้นส่วนผสมที่มีประจุบวกสามารถเคลือบติดเส้นผมได้ง่าย ในงานนี้ได้สังเคราะห์อนุพันธ์ไคโทซานที่มีประจุบวกสองชนิดคือ เอ็น,เอ็น,เอ็น-ไทรเมทิลแอมโมเนียมไคโทซานคลอไรด์ (TMC) และเอ็น-[(2-ไฮดรอกซิล-3-ไทรเมทิลแอมโมเนียม)โพรพิล]ไคโทซานคลอไรด์ (HTACC) ที่มีระดับควอเทอร์ไนเซชัน (*DQ*) ต่างๆ กันเพื่อใช้ในน้ำยาปรับสภาพเส้นผมแบบชะโลมทิ้งไว้ ได้ยืนยันโครงสร้างทางเคมีของอนุพันธ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยโปรตอนเอ็นเอ็มอาร์และเอฟทีไออาร์ จากการทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์ในหลอดทดลองโดยวิธีเอ็มทีที พบว่า ความเป็นพิษของ HTACC ต่อเซลล์ชนิด HaCaT ขึ้นอยู่กับ %*DQ* ได้เลือกใช้ TMC (22%*DQ*) และ HTACC (24%*DQ*) ในสารปรับสภาพเส้นผมเพราะสารทั้งสองมีความเป็นพิษต่ำที่สุดและยังมีต้นทุนการสังเคราะห์ต่ำ น้ำยาปรับสภาพเส้นผมที่เตรียมได้นี้สามารถเคลือบติดบนเส้นผมได้ดังผลการวิเคราะห์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและเอทีอาร์เอฟทีไออาร์ไมโครสเปกโทรสโกปี นอกจากนี้ ยังได้วิเคราะห์สมบัติการทนต่อแรงดึง, เนื้อสัมผัส และการหวีแบบเปียกของเส้นผมพบว่าน้ำยาปรับสภาพเส้นผมที่เตรียมได้นี้สามารถปรับสภาพเส้นผมที่ถูกดัดและยืดให้มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นและให้ความนุ่มลื่นในการสัมผัสมากกว่าผลิตภัณฑ์ที่ขายตามท้องตลาด ผลการศึกษานี้สมควรที่จะนำไปสู่การประยุกต์ใช้เชิงพาณิชย์ของสารประกอบไคโทซานที่มีประจุบวกในอุตสาหกรรมถนอมเส้นผม

สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต ธีระชัย เกิดชลเพ็ชร

ปีการศึกษา 2551 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

4972328723 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE
KEYWORDS: QUATERNARY AMMONIUM CHITOSAN / HAIR-CARE PRODUCT

TEERACHAI KERDCHOLPETCH: SYNTHESIS AND APPLICATIONS OF QUATERNARY AMMONIUM CHITOSAN AS ADDITIVES IN HAIR-CARE PRODUCTS. ADVISOR: ASST. PROF. VARAWUT TANGPASUTHADOL, Ph.D., CO-ADVISOR: ASST. PROF. VORAVEE P. HOVEN, Ph.D., 102 pp.

At any conditions with pH above the isoelectric point (~3.67), the surface of hair bears a net negative charge. Therefore, positively charged ingredients can be easily coated on it. In this work, two positively charged derivatives of chitosan, *N,N,N*-trimethylammonium chitosan chloride (TMC) and *N*-[(2-hydroxyl-3-trimethylammonium)propyl]chitosan chloride (HTACC), with varying degrees of quaternization (*DQ*) were synthesized for use in "leave-on" conditioners. The chemical structures of the charged derivatives were verified by ^{1}H NMR and FTIR. From *in vitro* cytotoxicity study by MTT assay, *%DQ* dependent on toxicity against HaCaT cells line was observed for HTACC. TMC (22*%DQ*) and HTACC (24*%DQ*) were used as cationic ingredients in the conditioner because of their lowest toxicity as well as synthesis costs. The prepared leave-on conditioners were able to coat on hair as evidenced by scanning electron microscopy and ATR-FTIR microspectroscopy. In addition, tests for hair's tensile properties, texture, and wet combing were also evaluated. The prepared conditioners could increase the strength and the smooth feel of waved and straightened hairs more than did the commercial product. This study can in fact pave the way for commercial application of the positively charged chitosan compounds in hair-care industry.

Field of Study : Petrochemistry and Polymer Science Student's Signature : teerachai

Academic Year : 2008 Advisor's Signature :

Co-Advisor's Signature : V. Hoven

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to express my sincere and deep gratitude to my thesis advisors, Assistant Professor Varawut Tangpasuthadol and Assistant Professor Voravee P. Hoven for invaluable suggestion, guidance, encouragement and kindness throughout the course of this work. I am sincerely grateful to the members of the thesis committee, Associate Professor Supawan Tantayanon, Associate Professor Nuanphun Chantarasiri and Assistant Professor Radchada Buntem for reviewing my thesis and making valuable suggestion and critical comments.

I gratefully acknowledge the financial support for this project provided by Life Science Cosmetics Research Center Co., Ltd. chaired by Mr. Bunyong Sombunsakdikun. My thanks also go to members of this center, Ms. Maleenart Petchsangsai, Ms. Saranya Uk-karawittayapumi, and Ms. Sunida Tiamyuyen, for their encouragement. My thanks also go to Sensor Research Group (SRU), headed by Associate Professor Sanong Egkasit for ATR-FTIR facility. My special thankfulness is to Associate Professor Vijittra Leardkamolkarn and Ms. Sunida Tiamyuyen from Department of Anatomy, Faculty of Science, Mahidol University for the cytotoxicity study, and Mr. Sayun Phansomboon, Unilever Thai Trading Limited for the hair analysis.

Moreover, I wish to thank all members of VT and VH groups in Organic Synthesis Research Unit (OSRU) for their friendliness, helpful discussions, cheerful attitude and encouragements during my thesis work. Finally, I also wish to especially thank my family members for their love, kindness, encouragement and support throughout my entire study.

CONTENTS

Page

Page

LIST OF TABLES

Table Page

LIST OF FIGURES

Figure Page

Figure Page

Figure Page

LIST OF SCHEMES

LIST OF ABBREVIATIONS

Å	:	Angstroms
ATR	:	Attenuated total reflectance
DD	:	Degree of deacetylation
DQ	:	Degree of quaternization
eq	:	Equivalent
FBS	:	Fetal bovine serum
FTIR	:	Fourier transform infrared
Ge	:	Germanium
GTMAC	:	Glycidyltrimethylammonium chloride
HaCaT	:	Human keratinocyte cells line
IRE	:	Internal reflection element
CH_3I	:	Iodomethane
kV	:	Kilovolt (10^3V)
LSM	:	Laser scanning micrometer
LO	:	Leave-on without cationic polymers
LO+1%quat	:	Leave-on with 1%w/w polyquaternium-10
LO+1%chitosan	:	Leave-on with 1%w/w chitosan
LO+1%TMC	:	Leave-on with 1%w/w TMC
LO+1%HTACC	:	Leave-on with 1%w/w HTACC
MCT	:	Mercury-cadmium-telluride
MTT	:	Miniature tensile tester
μm	:	Micrometer (10^{-6} m)

nm	: Nanometer (10^{-9} m)
HTACC	: *N*-[(2-hydroxyl-3-trimethylammonium)propyl]chitosan chloride
HEPES	: *N*-(2-hydroxyethyl)piperazine-*N*-(2-ethanosulphonic acid)
TMC	: *N,N,N*-trimethylammonium chitosan chloride
NMR	: Nuclear magnetic resonance spectroscopy
ppm	: Part per million
SEM	: Scanning electron microscopy
w/w	: Weight per weight
ZnSe	: Zinc selenide
MTT	: 3-(4,5-dimethylthiazol-2-yl)-2,5-diphenyltetrazolium bromide