

# 以界面聚合法製備尼龍微膠囊及直接複合尼龍微膠囊紙張的製備

蘇裕昌\*

## Preparation of Nylon Microcapsules using Interfacial Polymerization and Direct Formation of Nylon Microcapsules on Paper Surface

Yu-Chang Su\*

### 一、緒言

日常生活中纖維、塑膠、橡膠等天然或合成高分子的功能很高，本文介紹以最簡單的方法，即以界面聚合法進行尼龍(Polyamide) 微膠囊的製備。本法本來是利用在水層有機層的界面製備尼龍膜，但是將水溶液在有機溶媒中分散、或將水溶液滴入有機溶液的方法也可以製備成中空尼龍小球體(微膠囊)，直徑數 mm 的微膠囊在生活上、工業上、醫學上的應用上極為重要，日常生活用品中常可以看到的無碳複寫紙、感熱紙、液晶溫度計都是巧妙的利用微膠囊製備而成的，本實驗介紹以滴下法製備直徑約 2 mm 的尼龍微膠囊。除此之外，一般微膠囊複合紙的製備方法是使用黏著劑製備微膠囊塗佈液，塗佈到紙張表面的方法，但在塗佈加工時，微膠囊機能可能有所損傷，因此，本文也同時將微膠囊直接在紙面上合成，與同時複合定着之技術加以說明。

### 二、試驗材料及方法

#### 1. 試驗藥品:

(1)以界面聚合法進行尼龍微膠囊的製備

對苯二甲醯氯 (Terephthaloyl chloride) 25g (東京化成)，氫氧化鈉 50g，乙二胺 (Ethylenediamine) 50g，氯化鈉 500g，氯仿 500ml，環己烷 1000ml，蒸留水或去離子水 1~2L。

(2)界面聚合法的紙張複合化

對苯二甲醯氯、乙二胺水溶液，1M NaOH 水溶液、環己烷、氯仿

#### 2. 試驗方法

(1) 以界面聚合法 (滴下法) 進行尼龍微膠囊的製備

(A)溶液調製

將乙二胺 2.4 g (0.4 mol)與 NaOH 3.2g (0.8 mol) 在燒杯中以 100ml 的水溶解是為 A 液。

將氯仿 20 ml 與 環己烷 80 ml 在量筒中混合是為 B 液。

(B)合成裝置

組合 如圖 1 所示之裝置。在注射器內裝入 A 液 6 ml，注射器的尖端加以垂直折彎，設定注射針尖端與培養皿底部距離約 2 cm。在培養皿中裝入 B 液，並加入對苯二甲醯氯 0.2 g (0.001 mol) 混合之。

(C)操作步驟

緩慢的壓注射器自針的前端將 A 液的水滴讓其滴落到 B 液，滴下的同時即開始界面聚合反應。一邊搖晃培養皿，一邊以適當的速度繼續滴下，俟 A 液消費 3 ml 後停止滴下。後以食品包裝用膜包覆之並繼續搖晃數分鐘(3~20 分)。其後以環己烷 100 ml 置換 B 液 2 次(去除酸性氯化物)。培養皿的底部以吹風機的溫風將膠囊輕輕乾燥後，移到裝有 0.2 mol dm<sup>-3</sup> NaCl 水 100 ml 的燒杯。置 2~3 日以去除膠囊中之 NaOH 或乙二胺(其間換食鹽水 2-3 次)。

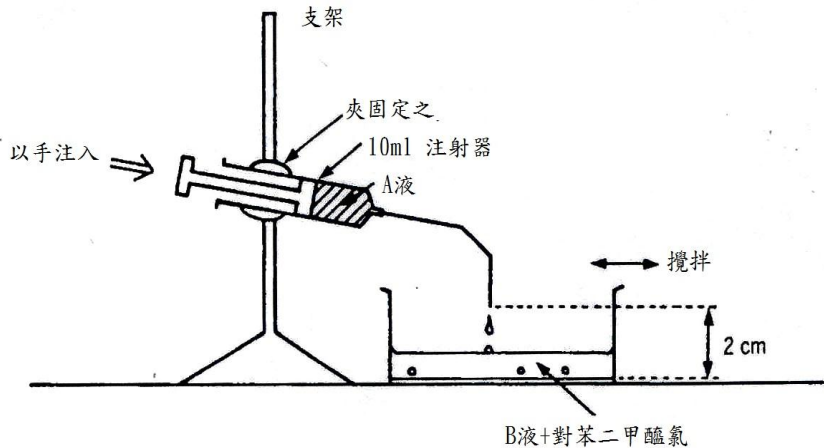


圖 1. 以界面聚合法製備尼龍微膠囊的方法 (閔等, 1986)。

(2) 以界面聚合法進行紙張的紙張複合化

(A) 界面聚合法

以 2.5% 乙二胺水溶液與 1M NaOH 水溶液以 1:1 的比率之混合溶液含浸入濾紙(3 x 2.5cm、厚度 270 $\mu$ m (ADVANTEC NO.2) 上, 在將其浸漬環己烷或氯仿 10 ml, 靜置 10 分鐘後, 添加使用有機溶劑(氯仿或環己烷)溶解之 0.1g 對苯二甲醯氯 10ml、靜置 20 分鐘後, 在 4  $^{\circ}$ C 冷却 12 小時, 自溶液中取出濾紙去除環己烷及過剩的對苯二甲醯氯後、以室溫乾燥之, 可得尼龍高分子複合紙張。

(B) 液/液界面張力及擴散係數的測定

(Ichiura, 2006)

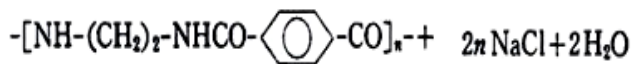
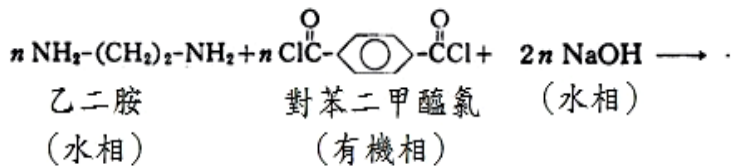
表面張力及界面張力的測量使用固液界面解析系統 (Drop Master 300, 協和界面科学) 的懸滴法求得。有機溶液/水溶液界面的擴散係數則以下數學式計算出。

$$S = \gamma_a - \gamma_b - \gamma_{ab}$$

S: 界面的擴散係數。  $\gamma_a$ : 乙二胺的表面張力。

$\gamma_b$ : 有機溶劑表面張力。

$\gamma_{ab}$ : 乙二胺-溶劑間的界面張力。



尼龍

圖 2. 尼龍聚合之化學反應式(閔等, 1986)

### 三、結果與討論

1. 以界面聚合法進行尼龍微膠囊的製備。

(1) 製備尼龍的化學反應式如圖 2。

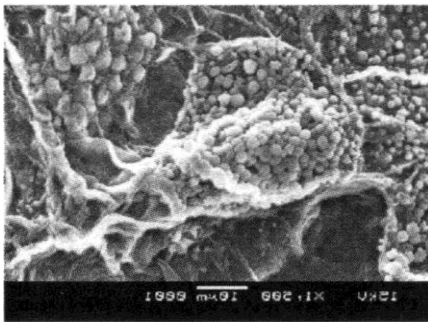
(2) 微膠囊的膜厚隨滴下變化攪拌反應的時間長

短變化而變化。短時間 (如 3 分鐘) 反應停止則微膠囊膜薄且透明, 相對的長時間 (20 分鐘) 反應之膠囊的膜厚且為白色不透明狀。

(3) 以此方法調製之微膠囊膜呈半透明。膠囊充分以  $0.2 \text{ mol dm}^{-3} \text{ NaCl}$  置換後, 膠囊再以蒸留水或飽和  $\text{NaCl}$  水浸漬之。

## 2. 界面聚合法的紙張複合化

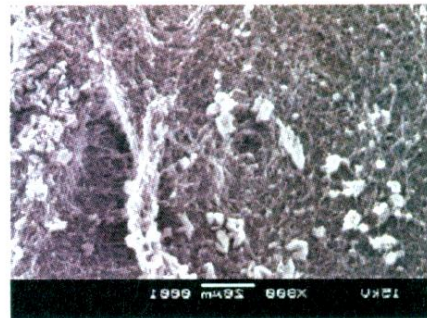
紙面上界面聚合法是在紙表面上使之形成水與有機溶液/水溶液界面, 在此界面進行高分子聚合的方法。調整界面的擴散係數對高分子形態的影響, 本法為探討如何直接在紙張表面進行上界面聚合反應直接與紙張複合化的基礎技術。照片 1 為以界面聚合法處理濾紙的 SEM 照片。有機溶劑分別使用環己烷、或氯仿分別行成之時微膠囊的照片如 [1 (a)]、



a. 尼龍微膠囊

或膜的照片如 [1 (b)]。此時的擴散係數分別為  $-3.3$ 、 $18.0$ 。擴散係數為  $S$  顯示水面上油滴形狀的係數。 $S < 0$  時油滴部不會在水面上擴散呈球狀。 $S > 0$  時油滴部會在水面上擴散呈膜狀。

使用環己烷做為溶劑所合成的高分子呈微膠囊狀的理由, 推論為由於擴散係數  $S < 0$ 、添加對苯二甲醯氯/環己烷溶液在濾紙表面上呈球狀, 因此聚合反應所形成之尼龍高分子呈微膠囊狀。同樣使用氯仿時其擴散係數  $S > 0$ 、添加之對苯二甲醯氯/氯仿溶液在濾紙表面則擴散為膜狀, 聚合反應所形成之尼龍高分子呈膜狀。由上述結果, 利用界面聚合法直接將高分子聚合同時將微膠囊、或膜複合在紙上是製備機能紙之簡單有效的方法。



b. 尼龍膜

照片 1 在紙面上直接複合界面聚合法聚合尼龍微膠囊/膜—製備複合紙之 SEM 照片 (Ichiura, 2006)

## 四、參考文獻

1. 関隆広、岡畑惠雄 1986 ナイロンでカプセルをつくる—界面聚合法によるナイロンカプセル膜の調製。化學教育 34(6) : 492-493
2. 日本機械学会編:インテリジェント技術-材料・構造-(日刊工業新聞社) (2001)
3. 近藤保、小石真純:新版マイクロカプセル—その製法・性質・應用—(三共出版株式会社)
4. Ichiura H., M. Morikawa, and J. Ninomiya. 2006

Preparation of smart paper( part I) - formation of nylon microcapsules on paper surface using interfacial polymerization. J. Mater. Sci. 41:7019-7024

-----  
\*蘇裕昌國立中興大學森林學系教授

\*Dr. Yu-Chang Su, Professor, Dept. of Forestry, National Chung-Hsing University