การสังเคราะห์เส้นใยไทเทเนียมไนไตรด์จากเส้นใยขนาดนาโนของไทเทเนีย/พอลิเมอร์คอมพอสิต ที่เตรียมจากการปั่นด้วยไฟฟ้าสถิต

นางสาวทวิพร วงศ์เขียว

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2549

SYNTHESIS OF TITANIUM NITRIDE FIBERS FROM ELECTROSPUN TITANIA/POLYMER COMPOSITE NANOFIBERS

Miss Tawiporn Wongkhearw

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering Program in Chemical Engineering
Department of Chemical Engineering
Faculty of Engineering
Chulalongkorn University
Academic Year 2006

Thesis Title	SYNTHESIS OF TITANIUM NITRIDE FIBERS FROM ELECTROSPUN TITANIA/POLYMER COMPOSITE NANOFIBERS
By	Miss Tawiporn Wongkhearw
Field of study	Chemical Engineering
Thesis Advisor	Assistant Professor Varong Pavarajarn, Ph.D.
Thesis Co-Advisor	Associate Professor Pitt Supaphol, Ph.D.

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

.... Dean of the Faculty of Engineering

(Professor Direk Lavansiri, Ph.D.)

THESIS COMMITTEE

.... Chairman

(Associate Professor Siriporn Damrongsakkul, Ph.D.)

.... Thesis Advisor

(Assistant Professor Varong Pavarajarn, Ph.D)

.... Thesis Co-Advisor

(Associate Professor Pitt Supaphol, Ph.D.)

.... Member

(Akawat Sirisuk, Ph.D)

.... Member

(Chanchana Thanachayanont, Ph.D.)

ทวิพร วงศ์เขียว : การสังเคราะห์เส้นใยไทเทเนียมไนไตรด์จากเส้นใยขนาดนาโนของไทเทเนีย/พอลิเมอร์คอมพอสิตที่เตรียมจากการปั่นด้วยไฟฟ้าสถิต. (SYNTHESIS OF TITANIUM NITRIDE FIBERS FROM ELECTROSPUN TITANIA/ POLYMER COMPOSITE NANOFIBERS.) อ.ที่ปรึกษา: ผศ.ดร.วรงค์ ปวราจารย์, อ.ปรึกษาร่วม: รศ.ดร.พิชญ์ ศุภผล, 105 หน้า.

เส้นใยไทเทเนียมไนไตรด์ซึ่งเป็นเซรามิกส์ที่ไม่มีออกซิเจน สามารถใช้ในงานที่มีความเครียดทางกลสูงภายใต้อุณหภูมิสูง และทนต่อการกัดกร่อนของสารเคมีได้ดี สามารถสังเคราะห์ได้จากเส้นใยของไทเทเนีย/พอลิเมอร์คอมพอสิตที่เตรียมได้จากวิธีโซล-เจลและการปั่นด้วยไฟฟ้าสถิต โดยเส้นใยนี้จะถูกเผาในบรรยากาศของอาร์กอนที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเพื่อเปลี่ยนพอลิเมอร์ให้เป็นคาร์บอนอิสระ เส้นใยที่ได้มีการหดสั้นลงและมีขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางลดลง หลังจากนั้นเส้นใยนี้จะถูกเปลี่ยนให้เป็นเส้นใยไทเทเนียมไนไตรด์ด้วยกระบวนการคาร์โบเทอร์มอลรีดักชั่นและไนไตรด์เดชั่นที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส โดยเส้นใยจะเปลี่ยนเป็นไทเทเนียมคาร์ไบด์ก่อนในช่วงการเพิ่มอุณหภูมิของระบบและจะเปลี่ยนเป็นเส้นใยไทเทเนียมไนไตรด์เมื่อป้อนก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่ระบบ เส้นใยไทเทเนียมไนไตรด์ที่สังเคราะห์ได้จะมีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตรเมื่อใช้พอลิไวนิลไพโรลิโดนที่มีมวลโมเลกุลสูงเป็นแหล่งของคาร์บอน นอกจากนี้ยังได้มีการใช้คาร์บอนแบล็คเป็นแหล่งของคาร์บอนในการศึกษานี้ โดยพบว่าสัดส่วนของไทเทเนียมไนไตรด์ที่สังเคราะห์ได้จากคาร์บอนแบล็คจะมากกว่าไทเทเนียมไนไตรด์ที่สังเคราะห์ได้จากพอลิไวนิลไพโรลิโดน และยังพบว่าสัดส่วนของปริมาณสารที่สังเคราะห์ได้เมื่อเพิ่มอัตราการไหลของไนโตรเจนเป็นสองเท่าจะไม่แตกต่างจากค่าที่ได้เมื่อใช้อัตราการไหลของไนโตรเจนปกติในการทดลอง

ภาควิชา..........วิศวกรรมเคมี...................... ลายมือชื่อนิสิต..

สาขาวิชา..........วิศวกรรมเคมี.................... ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา...............................

ปีการศึกษา..........2549.............................. ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม...........................

4870304121: MAJOR CHEMICAL ENGINEERING
KEY WORD: TITANIUM NITRIDE / ELECTROSPINNING / CARBOTHERMAL REDUCTION / SYNTHESIS

TAWIPORN WONGKHEARW: SYNTHESIS OF TITANIUM NITRIDE FIBERS FROM ELECTROSPUN TITANIA/POLYMER COMPOSITE NANOFIBERS.
THESIS ADVISOR: ASST. PROF. VARONG PAVARAJARN, Ph.D.,
THESIS CO-ADVISOR: ASSOC. PROF. PITT SUPAPHOL, Ph.D.
105 pp.

Titanium nitride (TiN) is a non-oxide ceramic with high thermal, mechanical and chemical stabilities. Titanium nitride fibers were synthesized by carbothermal reduction and nitridation of titania/polymer composite nanofibers that were obtained from sol-gel process combined with electrospinning technique. The titania/polymer composite nanofibers were pyrolyzed in argon atmosphere at 600^{o}C to break long hydrocarbon chains into free carbon. The obtained products were still in the form of fibers and exhibited significant shrinkage as well as a reduction in fiber diameter. After that, these pyrolyzed fibers were converted to titanium nitride by the carbothermal reduction and nitridation process at 1400^{o}C. TiC was occurred during heating up to the reaction temperatura. Titanium nitride was formed when gas supplying to the reactor was changed to nitrogen. The diameter of the obtained titanium nitride fibers was in nanometer scale when hight molecular-weight polyvinylpyrolydone was used as carbon source. In addition, the use of carbon black as carbon source was also investigated in this study. As the result, the conversion of titanium nitride obtained, when carbon black was used, was higher than that from polyvinylpyrolydone. Moreover, doubled flow rate of nitrogen did not affect the reaction, such that the conversion was not different from regular flow rate.

Department...Chemical Engineering..... Student's signature.......................................
Field of study...Chemical Engineering...Advisor's signature.......................................
Academic year..........2006..............Co-advisor's signature.......................................

ACKNOWLEDGEMENTS

The author would like to express her greatest gratitude to her advisor, Assistant Professor Varong Pavarajarn, for his help, invaluable suggestions and guidance throughout the entire of this work. His precious teaching the way to be good in study and research has always been greatly appreciated. Although this work had obstacles, finally it could be completed by his advice. In addition, his friendliness motivated the author with strength and happiness to do this work. She would also like to gratefully acknowledge his co-advisor, Associate Professor Pitt Supaphol from The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, for a number of suggestions and kindness understanding.

The author wishes to express her thanks to Associate Professor Siriporn Damrongsakkul who has been the chairman of the committee for this thesis, as well as Dr. Akawat Sirisuk and Dr. Chanchana Thanachayanont, who have been her committee members. She would also like to register her thanks to Mr. Rungroj Chanchairoek, for his help during her study. In addition, the many others, not specifically named, in Center of Excellence on Catalysis and Catalytic Reaction Engineering, Department of Chemical Engineering, who have provided her with encouragement and co-operate along this study, please be ensured that he thinks of you.

Moreover, the author would like to thank the Graduate School of Chulalongkorn University for his Financial Support as well as the National Metal and Materials Technology Center for his free discount of Transmission Electron Microscope (TEM) analysis. Finally, she would like to dedicate the achievement of this work to her dearest parents. Their unyielding support and unconditional love have always been in her mind.

CONTENTS

LIST OF TABLES

LIST OF FIGURES

FIGURE **Page**