

## 졸겔법에 의한 알루미나 섬유 제조

### (I) 유동학적 특성분석

최용수 · 이종혁 · 이해욱\* · 김창은

연세대학교 세라믹공학과

\*가야요업대학 전자세라믹공학과

(1994년 7월 11일 접수)

## The Preparation of Alumina Fiber by Sol-Gel Method

### (I) Rheological Properties

Yong-Soo Choi, Jong-Hyuk Lee, Hae-Wook Lee\* and Chang-Eun Kim

Dept. of Ceramic Eng., Yonsei University

\*Dept. of Electronic Ceramic Eng., Kaya University

(Received July 11, 1994)

### 요 약

알콕사이드 졸겔법을 이용하여 알콕사이드를 TEA로 착화시켜 중합졸을 제조하고, 제조된 졸의 유동학적 특성을 조사하여 졸내의 입자의 형태를 확인하였다. TEA가 알콕사이드와 반응하여 가수분해 및 중축합속도를 지연시킴으로써 넓은 영역에서 안정한 투명졸을 얻을 수 있었다. 시간에 따른 점도변화를 관찰하여 섬유방사에 가장 적합한 졸의 몰수를 TEA 0.5 mole, H<sub>2</sub>O 3 mole로 선택하였고, 최적방사점도는 10<sup>4</sup> cPs이었다. 이 졸의 유동학적 특성을 조사하여 졸내의 입자의 형태가 섬유방사에 적합한 선형임을 확인하였다.

### ABSTRACT

The TEA complex polymeric sol was prepared by the alkoxide sol-gel method. The purpose of this experiment was to verify the particle shape in the sol from the investigation of the rheological properties. TEA retarded hydrolysis rate by the reaction with alkoxide enough to make a stable transparent sol in the wide range of composition. From the results of the viscosity change with time, the optimum mole ratio for spinning was selected as 0.5 mole of TEA, 3 mole of H<sub>2</sub>O and the optimum viscosity was 10<sup>4</sup> cPs. The rheological behavior of the sol showed that the particle shape in the sol was linear, which was adequate for fiber drawing.

**Key words:** Sol-gel process, Alumina fiber, TEA-complexed sol, Rheological property, Spinnability

### 1. 서 론

세라믹섬유는 금속과 세라믹스의 강화재료로서 관심이 증대되어 복합재료분야에서 그 응용이 늘어나고 있다. 이러한 발전의 중요한 이유중의 하나는 상온에서 이론 강도와 탄성률이 크고 화학적으로 안정하며, 고온에서도 이러한 성질들이 대부분 유지되는 세라믹섬유를 제조할 수 있기 때문이다. 알루미나 섬유는 주로 고온단열재료 응용되어지고 있다<sup>1,2)</sup>.

알루미나의 융점은 약 2040°C로 높고, 그 용액의 점도가 약 50 cPs로 낮기 때문에 용액방사에 의해서 직접

알루미나 섬유를 얻을 수는 없다. 이로 인해 여러가지 알루미나섬유의 제조방법이 제시되어 왔으며 이들중 다 결정질 알루미나 섬유의 제조에는 일반적으로 sol 공정을 이용한다. 이 방법은 알루미늄염이나 알콕사이드와 같은 다양한 알루미늄화합물로부터 가수분해/중축합반응을 통해 sol을 제조한 후 점도를 조정하여 적당한 점도에서 방사하여 전구체 섬유를 만들고 공기중에서 상대적으로 낮은 온도로 소성하여 알루미나 섬유를 얻는 방법이다.

알루미나 섬유의 Al원으로 주로 사용되는 Aluminum sec-butoxide(ASB)는 점액상으로서 가수분해 및 중축합 속도가 매우 빨라 침전수화물이 생성되기 쉽다. 따라서

착화제(complexing agent)를 ASB와 반응시켜 착체를 형성시킴으로써 가수분해속도를 저하시켜 조성이 균일한 용액을 제조할 수 있었다. 이때 사용되는 착화제로는 여러가지가 있으며 이들은 각각 다른 특성을 지니고 있어 최종 섬유의 제조에 영향을 미친다.

한편, 졸의 유동학적 특성에 관한 연구는 졸겔전이에 수반되는 여러반응의 이해 뿐만 아니라 제조공정을 제어함에 있어 매우 중요하다<sup>3)</sup>. 특히 겔섬유나 코팅막을 제조하는데 있어서 졸의 점도거동은 가수분해와 축합반응메카니즘에 대한 정보를 제공해 줄 뿐만 아니라 코팅막의 두께나 섬유 직경에 직접적으로 영향을 미치므로 졸의 유동학적 거동에 세심한 주의를 기울여야만 한다<sup>4)</sup>. 또한 섬유의 제조시 제조된 졸의 유동학적 특성으로부터 졸내의 입자형태를 예측할 수 있으며 이로부터 섬유의 방사성을 예측할 수 있다.

따라서 본 연구에서는 ASB의 가수분해 및 중축합반응속도를 제어하기 위하여 착화제로서 Alkanolamine 계통의 Triethanolamine(TEA), Diethanolamine(DEA), Monoethanolamine(MEA)를 선택하여 이것과 ASB와의 착체반응 및 가수분해/중축합과정을 통해 졸을 제조하고, 졸의 상태와 제조된 졸의 시간에 따른 점도변화 및 실제 섬유인상 결과로부터 섬유제조에 가장 적합한 졸의 물수 및 점도영역을 조사한 후, 선택된 졸의 유동학적 특성을 조사하여 졸내의 입자가 섬유제조에 적합한 선형인지의 여부를 확인하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 출발원료

출발물질로는 Aluminum sec-butoxide(Alfa Co.)와 Iso-propyl alcohol(Merk Co.), Triethanolamine(Yakuri Co.), Diethanolamine(Katayama Co.), Monoethanolamine(Kanto Co.)을 사용하였다.

### 2.2. 알루미늄 졸의 제조

알루미늄 착체졸은 ASB, IPA(Iso-propyl alcohol), HNO<sub>3</sub>의 몰비를 각각 1, 10, 0.01 mol로 고정시키고 complexing agent 인 TEA, DEA, MEA의 몰수를 0.5, 1, 2, 3, 5 mol로, H<sub>2</sub>O의 몰수를 0.5, 1, 2, 3 mol로 변화시켜 가며 첨가하여 제조하였다.

알루미늄 착체졸 제조의 반응공정도를 Fig. 1에 나타내었다. 먼저 Al-Alkoxide와 IPA를 혼합한 뒤 30분간 교반시킨 후 complexing agent인 TEA, DEA, MEA를 적하시키고 2시간 교반시켜 aluminium complex를 제조

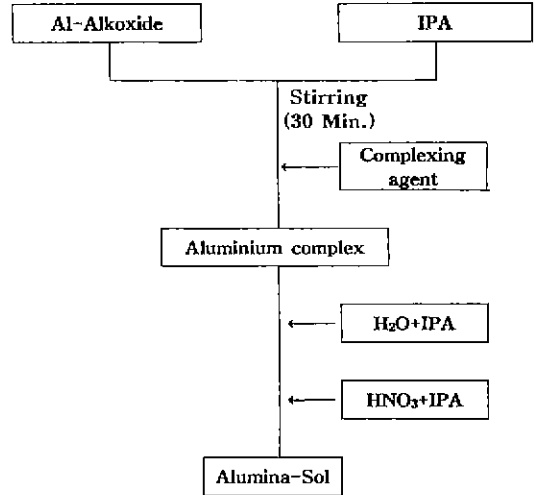


Fig. 1. The process of alumina-sol preparation.

한다. 여기에 H<sub>2</sub>O와 HNO<sub>3</sub>, IPA의 혼합액을 적하시킨 후 다시 1시간 교반시켜 Alumina-sol을 제조하였다. 제조된 졸은 60°C silicone oil bath에서 섬유방사에 적합한 점도로 건조시켜 가며 점도변화 및 spinnability를 관찰하였다.

### 2.3. 알루미늄 졸의 방사성과 유동학적 특성분석

일반적으로 겔화과정 중에서 점도가 증가하는 모든 졸이 방사성을 나타내는 것은 아니다. 단지 적당한 물비와 촉매를 사용하여 졸내에 섬유상의 입자들이 형성된 졸만이 방사성을 나타내고, 구형입자들이나 이들의 응집체들이 형성된 졸은 방사성을 나타내지 못한다<sup>5,6)</sup>. 따라서 방사성을 나타내는 졸의 입자형태를 선형이라고 예측할 수 있고, 이 예측을 확인하기 위해 섬유방사에 적합한 TEA의 물수를 고정시킨 후, 물의 물수를 변화시켜 가며 제조된 졸의 시간에 따른 점도변화 및 상대 시간(relative time, time/gelation time)에 따른 점도변화를 관찰하였다. 이 결과로부터 섬유방사에 가장 적합한 졸을 선정하여 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 농도에 따른 환산점도를 조사하여 그 입자형태를 확인해 보았다.

점도의 측정에는 제조된 졸을 60°C silicone oil bath에서 건조시켜 가며 시간에 따른 그 점도변화를 상온에서 측정하였다. 낮은 점도범위에서는 Brookfield DVII Digital 점도계에 small sample adapter를 장착하여 SC4 series spindle을 사용하여 측정하였고, 높은 점도범위에서는 Brookfield B형 점도계에 disc spindles와 cylindrical spindles를 사용하여 상온에서 측정하였다.

**Table 1.** The Variation of the Sol State According to the DEA/MEA and H<sub>2</sub>O Mole Ratio.

Composition				Reaction Step		
ASB	IPA	DEA/MEA	H <sub>2</sub> O	After preparation	After 3 days	
1.0	10.0	DEA	0.5	0.5	Little precipitates	Precipitates
				1.0	Little precipitates	Precipitates
				2.0	Soft gel by H <sub>2</sub> O	Cloudy gel
				3.0	Soft gel by H <sub>2</sub> O	Precipitates
			1.0	1.0	Opaque	Whitesuspension
			2.0	1.0	Opaque	Precipitates
			3.0	0.5	Semiclear	Little precipitates
				1.0	Semiopaque	White precipitates
				3.0	Opaque, viscous	Gelatinous
			4.0	1.0	Little precipitates	Precipitates
		5.0	1.0	Clear	Little precipitates	
		7.0	1.0	Clear	Precipitates	
		MEA	0.5	1.0	Precipitates, opaque	Precipitates
			1.0	1.0	Precipitates, opaque	Precipitates
				5.0	Soft gel by H <sub>2</sub> O	Gel
				10.0	Soft gel by H <sub>2</sub> O	Precipitates
			2.0	1.0	Precipitates, translucent	Little Precipitates
			3.0	1.0	White gel after 30 min	
			4.0	1.0	White gel after 30 min	
5.0	1.0	White gel after 30 min				

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1. 제조된 졸의 상태

Table 1에 알콕사이드의 몰비율 1.0으로, 용매인 IPA의 몰비율 10으로 고정시킨 후 착화제인 DEA/MEA와 물의 양을 변화시켰을 때의 상태변화를 나타내었다. 착화제로서 DEA를 사용한 경우에는 clear sol 영역은 없었고, 침전·겔화가 일어났다. 마찬가지로 MEA를 착화제로 사용하였을 경우에도 MEA 2.0 mole에 H<sub>2</sub>O 1.0 mole을 첨가하였을 때만 약간의 침전이 발생한 졸을 얻을 수 있었으며, 나머지 영역에서는 clear sol을 얻을 수가 없었다.

착화제로서 TEA를 사용하여 졸을 제조하였을 경우의 상태변화 및 방사성을 Table 2에 나타내었다. TEA 0.5 mole, H<sub>2</sub>O 1.0 mole의 경우 약간의 침전물이 관찰되었으며 이는 TEA의 양이 충분치 못하므로 알루미늄 알콕사이드로의 착체형성효과가 부분적으로만 나타났으며, TEA로 착체가 형성되지 않은 알콕사이드 분자가 가수분해에 의해 Al(OH)<sub>3</sub>를 상당량 생성하여 침전물의 형성을

유도하였다고 여겨진다. 하지만 과량의 물량인 3.0 mole을 첨가하였을 때는 약간 혼탁한 용액에서 몇일 경과 후 clear sol을 나타내었는데, 이는 ethanolamine에 존재하는 N의 수소결합 특성으로 인하여 침전 수화물을 해리하는 성질이 정량 이하인 1.0 mole의 H<sub>2</sub>O에서는 효과를 나타내지 못하지만 정량인 3 mole에서는 이러한 특성이 나타남으로 인하여 제조 직후의 미세한 침전물이 3일 이후에는 투명졸로 전환되는 것으로 여겨진다.

TEA 1.0 mole 첨가시, 물의 양을 1.0에서 3.0 mole까지 변화시켰을 때 clear sol을 얻었으나 H<sub>2</sub>O 7.0 mole 첨가시에는 3일 경과 후 겔화 현상이 일어났다. 이는 과량의 H<sub>2</sub>O 첨가가 남아있는 알콕사이드의 OR리간드를 모두 OH로 치환시킬 수 있을 뿐만 아니라, 또한 결합되어 있는 TEA도 과량의 물로 인한 강한 친핵성 반응에 의해 OH로 대치 치환될 수 있으며, 따라서 응축반응이 일어날 수 있는 site가 많아져서 겔화현상을 촉진하기 때문이라 여겨진다.

TEA의 양이 2.0~5.0 mole 비 사이에서도 clear 영역이 나타나는데 이것은 acetylacetone을 착체로 사용하여

**Table 2.** The Variation of the Sol State and Spinnability According to the TEA and H<sub>2</sub>O Mole Ratio.

Composition				Sol State	Spinnability
ASB	IPA	TEA	H <sub>2</sub> O		
1	10	0.5	1.0	Little Precipitates	×
			3.0	Clear Sol	Good
		1.0	0.5	Clear Sol	Poor
			1.0	"	Poor
			3.0	"	Poor
			7.0	Gel	×
		2.0	1.0	Clear Sol	×
			3.0	"	×
			7.0	"	×
			15.0	"	×
		3.0	1.0	Clear Sol	—
			3.0	"	—
			7.0	"	—
			10.0	"	—
		5.0	1.0	Clear Sol	—
			3.0	"	—
7.0	"		—		
10.0	"		—		

보고된 것과 비교하면 매우 넓은 범위에서 투명졸을 얻을 수 있다. Acetylaceton(AA)을 사용한 경우<sup>7)</sup> H<sub>2</sub>O 1.0 mole, AA를 0.6 mole 이상을 첨가한 경우 침전이 일어났는데 비해, TEA의 경우 2~5 mole 영역에서 H<sub>2</sub>O를 10 mole까지의 과량을 첨가하여도 투명졸이 형성되는데 이는 TEA의 특이한 작용에 기인한 것으로 여겨진다. 하지만 이와같은 과량의 TEA를 첨가한 경우는 비록 그 용액이 clear sol 형태를 띠고 안정되어 있다고는 하나 유기물이 상당량 존재하기 때문에 졸의 물성이 떨어져 섬유로의 응용은 사실상 불가능한 것으로 생각된다.

이상의 결과 사용한 착화제중 TEA가 ASB와 반응하여 알콕사이드의 가수분해 및 중축합속도를 지연시킴으로써

침전물의 형성을 억제하여 넓은 영역에서 안정한 투명 졸을 얻을 수 있었다. 따라서 본 실험에서는 착화제로서 TEA를 선택하여 알루미늄 착제졸을 제조하여 그 유동학적 특성을 조사하였다.

**3.2. 용액의 방사성과 점도변화거동**

용액의 방사성(spinnability)은 적당한 점도를 갖는 용액을 유리봉으로 찍어 인상해 봄으로써 1차 확인한 후, 노즐을 통해 질소가스압으로 방사하여 그 방사성을 결정하였다. 용액의 점도가 섬유인상에 적합하더라도 인상된 섬유의 점액이 섬유로 고정화되기 위해서는 용액이 섬유 인상중에 반드시 고화(solidification)되어야만 한다. 만약 이 고화 현상이 일어나지 않는다면 섬유상의 점액은 무한히 늘어나거나 끈여진 후 방울처럼 수축되어 버린다. 실제로 섬유인상중에 공기중의 수분이나 용매의 증발에 의한 가수분해 및 중축합반응의 진전이 고화물·유발시킬 수 있다고 기대된다<sup>8)</sup>.

본 실험에서는 섬유인상 후 섬유상으로의 고정화가 일어나지 않는 경우를 poor spinnability로 간주하였다. 이상의 섬유인상 결과로부터 섬유방사에 가장 적합한 TEA의 몰수를 0.5 mole로 선택하였다.

제조된 졸의 유동학적 특성을 조사하기 위해 TEA의 mole 수를 0.5 mole로 고정시킨 후 물의 양을 변화시켜 가며 졸을 제조하였다. 제조된 졸의 몰수와 방사성을 Table 3에 나타내었다. 섬유의 방사에 가장 적합한 점도변화를 나타내는 용액을 조사하기 위해 졸을 60°C에서 건조시켜가며 시간에 따른 점도변화를 관찰하여 Fig. 2에 나타내었다.

일반적으로 졸이 유지되는 온도를 높이면 반응속도가 증가되어 겔화시간이 감소될 뿐 spinnability의 발현에 영향을 주지 못한다고 알려져 있다<sup>9,10)</sup>. 따라서 점도증가를 제어할 수 있는 적당한 온도인 60°C를 졸의 건조온도로 선택하였다.

일반적으로 섬유의 방사 가능한 점도범위는 졸의 점도가 10<sup>3</sup> cPs에서 10<sup>4</sup> cPs 이상으로<sup>5)</sup>, 본 실험의 섬유인상결과 역시 졸의 점도가 10<sup>4</sup> cPs 정도에 이르면 졸은

**Table 3.** Mole Ratio and Properties of Alumina-Sol

Solution	Composition of solution (mole ratio)					Spinnability
	Al-Alkoxide	IPA	TEA	H <sub>2</sub> O	Catalyst	
1	1	10	0.5	1	HNO <sub>3</sub> 0.01	Poor
2	1	10	0.5	3		Good
3	1	10	0.5	4		NO

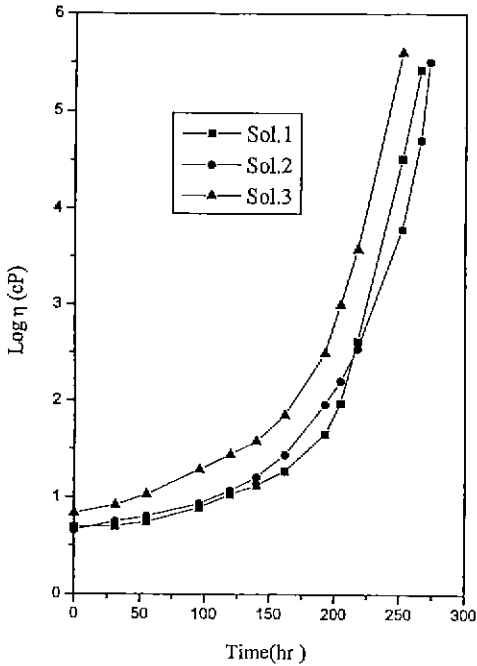


Fig. 2. Variation of the viscosity of Sol. 1, 2, 3 at 60°C as a function of time.

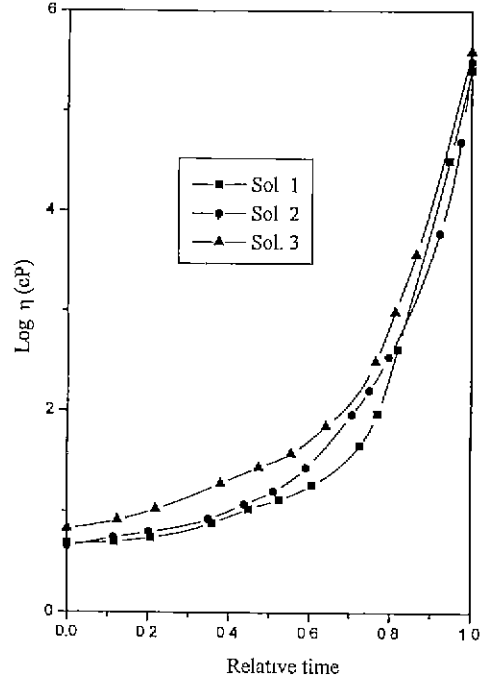


Fig. 3. Variation of the viscosity of Sol. 1, 2, 3 at 60°C as a function of relative time.

spinnable 해져서 섬유의 방사가 가능했다. Sol. 1, 2, 3 모두 초기에는 완만한 점도증가를 나타내다가 일정시간이 경과된 후에 급격한 점도증가를 나타내는데 이는 용매의 증발이나 축합반응의 부산물로 생성된 물이나 알코올의 지속적인 증발로 인해 선형입자들이 일차원적으로 성장하거나, 구형의 cluster들간의 결합이 생성되기 때문이다. Sol. 1의 경우 건조시간이 190시간 이상이 되면 점도가 급격히 증가하여 2582 Ps에 이르러 겔화가 일어났다. 일반적으로 겔화점은 졸이 담긴 용기를 기울였을 때 흐르지 않는 때로 측정하지만 졸의 외관상의 흐름은 점도 뿐만이 아니라 졸의 유동학적 거동에도 의존한다<sup>2)</sup>. 엄격한 의미에서 정확한 측정은 아니지만 겔화점 부근에서 시간에 따른 점도의 증가가 급격하기 때문에 그렇게 차이가 심하지 않다. Sol. 3의 경우도 마찬가지로 220시간 이상에서 급격히 점도가 증가하여 3935 Ps에서 겔화가 일어났다. 이러한 급격한 점도증가로 인해 Sol. 1과 3의 경우는 섬유의 방사공정을 제어하기가 어렵다. Sol. 2의 경우는 다른 두졸에 비해 완만한 점도증가를 보이며 방사가 가능한 10<sup>4</sup> cPs 정도에서도 안정한 상태를 유지하여 섬유방사 점도범위에서 밀폐시키면 장시간 유지할 수 있어 섬유의 방사에 적합하였다.

졸겔 전이 전과정에서의 졸의 점도증가를 살펴보기

위하여 상대시간(relative time,  $t/t_g$ )에 대한 점도변화를 조사하여 Fig. 3에 나타내었다. Sol. 2은 전과정에서 점도가 점진적으로 증가하는 반면 Sol. 1, 3은 초기단계에서는 완만한 점도증가를 나타내고 후기에는 급격한 점도증가를 나타내는 것을 알 수 있다.

이상의 결과로부터 섬유제조에 가장 적합한 졸을 Sol. 2로 선택하였다.

### 3.3. 유동학적 특성으로부터 입자형태의 확인

#### 3.3.1. 졸의 흐름거동(Flow behavior)

Sol. 2의 shear rate에 대한 점도의 변화를 건조시간 별로 측정하여 Fig. 4에 나타내었다. 반응의 초기단계인 26시간, 162시간인 경우 입자들의 크기와 농도가 작아 입자들간의 연결이 거의 없다. 즉, 망목구조나 서로 연결된 입자들로 구성되어 있는 덩어리(cluster)들이 없으므로 shear rate는 입자들의 응집상태를 변화시키지 못하고 Newtonian 거동을 일으킨다. 건조과정이 진행됨에 따라 입자들이 선형으로 성장하고 농도가 증가하여 액체가 입자들 사이의 빈공간(interparticulate void space)에 갇히게 되어 용액내의 effective solid loading이 커지므로 입자들간의 상호작용이 발생하여 점도가 증가한다<sup>3)</sup>. 하지만 얽혀 있는 입자들간의 강한 결합이 없고,

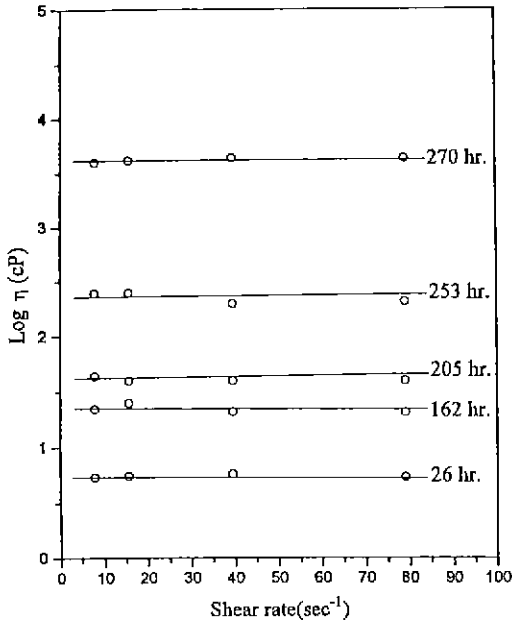


Fig. 4. Viscosity of Sol. 2 as a function of the shear rate.

전단응력에 의해서 선형으로 성장된 입자내부의 결합은 끊어지지 않은 상태에서 얽혀있던 입자들만이 서로 풀려나가므로 점도는 역시 shear rate에 따라 변화하지 않는다. 이후 선형입자들이 더욱 성장하여 서로 밀접하게 접근되면 cross-linking이 형성되어 전체 졸은 겔화된다. 만약 구형입자들의 접촉이나 충돌로 인해 망목형태의 덩어리들이 생성되어 점도가 증가되었다면 shear rate가 증가함에 따라 이 덩어리들이 원래의 구형입자들로 분리되어 점도가 감소되는 구조점성에 의한 비뉴턴성, 즉 shear thinning을 현상을 나타낼 것이다<sup>10)</sup>. 따라서 졸의 흐름거동을 조사한 결과 Sol.2의 경우 점도가 shear

rate에 따라 변화하지 않으므로 졸내의 입자의 형태는 선형이라고 결론지을 수 있다.

3.3.2. 용액내의 입자형태 확인

일반적으로 용액내의 입자들의 형태는 Huggins' equation과 Einstein's equation에 의해 구별될 수 있다<sup>8,11)</sup>.

Huggins' equation : chain-like or linear polymer

$$\eta_{sp}/C = [\eta] + k[\eta]^2C$$

$$\eta_{sp} = \eta_{rel} - 1$$

where  $\eta_{sp}$  : specific viscosity

$\eta_{rel}$  : relative viscosity

$[\eta]$  : intrinsic viscosity

k : const.

C : concentration of the polymer (g/100 cm<sup>3</sup>)

Einstein's equation : spherical particles

$$\eta_{sp}/C = k/\rho = 0.025/\rho$$

where k : const.

$\rho$  : density of colloidal particles

C : concentration of the polymer (g/100 cm<sup>3</sup>)

용액내 입자들의 형태가 선형인 경우 농도와 환산점도 ( $\eta_{sp}C$ )는 일정한 기울기를 갖는 직선을 나타내며, 입자의 형태가 구형인 경우 농도와 환산점도는 무관하다. 그러므로 용액의 농도함수에 대한 환산점도를 측정하여 그 변화로부터 알록사이드 용액내에 생성된 입자의 모양을 예측할 수 있다.

본 실험에서는 Sol.2의 기본조성을 갖는 용액의 입자 형태를 조사하기 위해 용매로서 사용한 IPA의 mole 수를 변화시켜가며 용액들을 제조하였다. 제조된 용액들의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 농도와 조성을 Table 4에 나타내었다. 이 용액들의

Table 4. Composition and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Content of Alumina-Sol.

Solution	Composition of solution (g)					Volume (cm <sup>3</sup> )	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> content (g/100 cm <sup>3</sup> )
	Al(OC <sub>4</sub> H <sub>9</sub> ) <sub>3</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CHOH	(CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH) <sub>3</sub> N	H <sub>2</sub> O	HNO <sub>3</sub>		
4	24.63	201.4	7.46	5.4	0.063	305.5	3.34
5	24.63	180.3	7.46	5.4	0.063	267.2	3.82
6	24.63	150.3	7.46	5.4	0.063	228.9	4.45
7	24.63	120.2	7.46	5.4	0.063	190.7	5.35
8	24.63	90.2	7.46	5.4	0.063	152.4	6.69
9	24.63	60.1	7.46	5.4	0.063	114.1	8.94
10	24.63	45.1	7.46	5.4	0.063	95.0	10.74

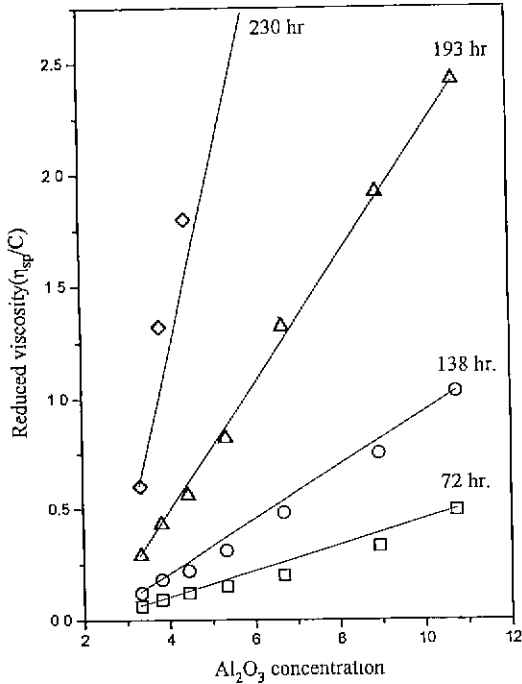


Fig. 5. Concentration dependence of the reduced viscosity  $\eta_{sp}/C$  of Sol. 2 at varying time.

환산점도는 용액의 점도( $\eta$ )에서 분산매로 사용된 알코올의 점도( $\eta'$ )를 빼고 다시 분산매의 점도로 나눈 specific viscosity( $(\eta - \eta')/\eta'$ ,  $\eta_{sp}$ ) 값을 각각의 농도로 나눈 값

( $\eta_{sp}/C$ )이다. Fig. 5에 Sol. 2의  $Al_2O_3$ 의 농도에 대한 환산 점도 그래프를 나타내었다. 이 결과로부터 농도와 환산 점도가 일정한 기울기를 갖는 직선을 나타내므로 용액 내의 입자의 모양은 선형이라고 결론지을 수 있다<sup>58)</sup>.

이 조성의 졸로부터 제조된 섬유를 90°C, 1100°C 에서 열처리 하여 관찰한 섬유표면의 SEM 사진을 Fig. 6에 나타내었다. 90°C 건조섬유는 표면이 매끈한 비정질을 나타내지만 1100°C 에서 열처리한 섬유는 grain들이 고르게 분포해 있는 결정성을 나타낸다.

#### 4. 결 론

알루미늄 알콕사이드와 TEA에 의한 착체알콕사이드의 가수분해 및 중축합반응을 통하여 알루미늄 착체졸을 제조하고, 제조된 졸의 유동학적 특성을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. TEA가 Aluminium sec-butoxide와 반응하여 알콕사이드의 가수분해 및 중축합속도를 지연시킴으로써 침전물의 형성을 억제하여 넓은 영역에서 안정한 투명졸을 얻을 수 있었다.
2. 섬유방사에 가장 적합한 졸의 조성은 TEA 0.5 mole, H<sub>2</sub>O 3 mole이었으며, 섬유방사가 가능한 점도는 약 10<sup>4</sup> cPs이었다.
3. 방사성을 나타내는 졸의 shear rate에 대한 점도값 및 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 농도에 대한 환산점도를 조사한 결과 졸내의

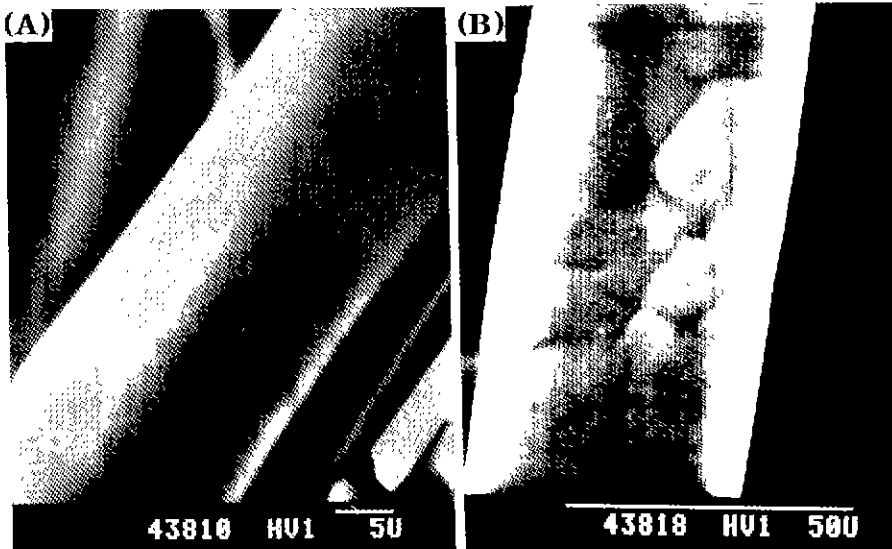


Fig. 6. SEM photographs of alumina fiber. (A) Gel fiber, (B) 1100°C

입자의 형태는 섬유방사에 적합한 선형임을 알 수 있었고  
이로부터 알루미나 섬유의 방사성을 확인하였다.

### 감사의 글

본 연구는 1993년도 교육부 신소재분야 연구지원(Ministry of Education Research Fund for Advanced Materials in 1993)에 의해 이루어졌음.

### REFERENCES

1. P. Bracke, H. Schurmans and J. Verhoest, "Inorganic fibers & composite materials," Pergamon Press, New York (1984).
2. T. Yogo, H. Iwahara, "Synthesis of  $\alpha$ -alumina fiber from modified aluminium alkoxide precursor," *J. Mater. Sci.*, **27**, 1499-1504 (1992).
3. Michael D. Sacks, "Rheological science in ceramic processing," Science of ceramic chemical processing, Wiley-Interscience, 522-538 (1986).
4. S. Sakka, H. Kozuka, *J. Non-Cryst Solids*, **100**, 142-153 (1988).
5. Sumio Sakka, "Rheology of sols in the Sol-Gel processing," Sol-Gel science and technology, pp. 76-102, Ed. by M.A. Aegerter, M. Jafellici Jr., D.F. Souza, E.D. Zanotto, World Scientific, London, 1989.
6. H. Kozuka, H. Kuroki and S. Sakka, *J. Non-Cryst. Solids*, **101**, 120-122 (1988).
7. 이해육, 김구대, 정형진, 김창은, "졸겔법에 의한 알루미나의 제조," *요업학회지*, **28**(1), 60-66 (1991); **28**(9), 705-711 (1991).
8. S. Sakka and K. Kamiya, "The Sol-Gel transition in the hydrolysis of metal alkoxides in relation to the formation of glass fiber and films," *J. Non-Cryst. Solids*, **48**, 31-46 (1982).
9. M.W. Colby, A. OSAKA, and J.D. Mackenzie, *J. Non-Cryst. Solids*, **82**, 37-41 (1986).
10. T. Maki and S. Sakka, "Preparation of alumina fibers by Sol-Gel method," *J. Non-Cryst. Solids*, **100**, 303-308 (1988).
11. M.L. Huggins, "The viscosity of dilute solutions of long-chain molecule", *J. Am. Chem. Soc.*, **64**, 2716 (1942).