

## Fabrication of Mullite Short Fibers from Coal Fly Ash

Byung-Moon Kim, Young-Min Park, Seung-Woo Lyu, Seog-Young Yoon, and Hong-Chae Park<sup>†</sup>

School of Materials Science and Engineering, Pusan National University, Busan 609-735, Korea

(Received January 27, 2006; Accepted April 12, 2006)

### 석탄회로부터 물라이트 단섬유의 제조

김병문 · 박영민 · 유승우 · 윤석영 · 박홍채<sup>†</sup>

부산대학교 재료공학부

(2006년 1월 27일 접수; 2006년 4월 12일 승인)

#### ABSTRACT

Mullite short fibers have been fabricated by adapting the Kneading-Drying-Calcination (KDC) process and characterized. The effect of the addition of foaming agent and calcination temperature on the formation of mullite fibers from coal fly ash, was examined. In the present work, ammonium alum  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  synthesized from coal fly ash and sodium phosphate  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  were used as foaming agents. After calcination at  $1300^\circ\text{C}$  for 10 h and then etching with 20% HF solution at  $50^\circ\text{C}$  for 5 h using a microwave heating source, the alumina-deficient ( $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 1.13$ , molar ratio) orthorhombic mullite fibers with a width of  $\sim 0.8$  mm (aspect ratio  $>30$ ), were prepared from the coal fly ash with  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 0.32$ , molar ratio by the addition of  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ , and with further addition of 2 wt% sodium phosphate. The excessive addition of sodium phosphate rather decreased the formation of mullite fibers, possibly due to the large amount of liquid phase prior to mullitization reaction.

**Key words :** Coal fly ash, Kneading-Drying-Calcination (KDC) process, Mullite short fibers

#### 1. 서 론

급속한 산업화에 수반하여 필연적으로 발생하는 산업 폐기물에 의한 환경오염은 심각한 사회문제로 대두되고 있다. 물론 폐기물의 발생량을 감소시키는 것이 최선의 방법이겠으나 이는 산업발전의 여건상 환경오염방지를 위한 근본적인 해결책이 될 수 없다. 다른 해결방법의 하나로 자원순환기술의 이용, 즉 '자원리사이클링'을 들 수 있다. 최근 산업폐기물의 재활용에 관한 개념이 저부가가치의 단순 이용에서 탈피하여 폐기물에 함유되어 있는 유효성분을 효율적이고 경제적으로 처리하여 적정 수준이상으로 고급화시키고 일반적인 제조공정에서 적용되는 단위조작을 통하여 새로운 물질을 합성함으로써 고부가가치의 창출과 부존자원을 보존하는 방향으로 전환되고 있다.

석탄 화력발전소에서 대량으로 발생하는 플라이애쉬(이하 '석탄회'라 칭함)의 자원화는 발전소 폐기물처리에 있어서 해결하여야만 할 가장 중요한 과제중의 하나이다. 석탄회는 다량의 미연소 잔유물질을 함유하고 있는 무기물의 미세한 입자들로 구성되어 있다. 석탄회의 화학성분

은 원탄의 종류에 따라 다소간의 차이가 있으나 그 주요 성분은  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와  $\text{SiO}_2$ 이다. 따라서 이로부터 산업용 소재로 널리 사용되고 있는 mullite( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ )의 합성이 가능하다.

2성분계  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 의 좁은 조성범위에서 생성되는 안정한 중간화합물인 mullite<sup>1)</sup>는 높은 용융점, 낮은 열팽창, 우수한 화학적 안정성 및 크립 저항성, 높은 상온 및 고온강도로 이하여 첨단 구조세라믹재료로 널리 이용된다. mullite whiskers는 점토광물을  $1200 - 1300^\circ\text{C}$ 의 온도에서 하소함으로써 쉽게 생성되는 것으로 알려져 있으나 고온 하소에 따른 복합물질의 높은 밀도는 유리기지상(glass matrix)으로부터 생성된 단섬유의 효과적인 분리를 어렵게 만든다. 만약 적당한 길이를 갖는 단섬유가 제조공정 과정에서 기지물질로부터 분리될 수 있다면 그러한 섬유상은 단열재 및 복합체의 제조를 위한 강화물질로서 이용될 수 있을 것이다. 석탄회의 반응소결에 의한 mullite 세라믹스의 제조에 관해서는 보고<sup>2)</sup>되어 있으나 이로부터 단섬유의 제조 가능성에 관한 연구는 없는 것 같다.

흔련-건조-하소(Kneading-Drying-Calcination, KDC)공정에 의한 세라믹스 섬유상의 제조에 관한 다수의 연구<sup>3-5)</sup>가 수행되고 있다. 이 공정에 있어서는 적당한 발포제(foaming agents)를 사용함으로써 공정과정 중에 물질을 팽창시키고 반응 후 HF용액으로 처리하여 유리상을 용해시킴으로

<sup>†</sup>Corresponding author : Hong-Chae Park

E-mail : hcpark1@pusan.ac.kr

Tel : +82-51-510-2392 Fax : +82-51-512-0528

써 분리된 섬유상을 얻는 것이다. 일반적으로 유리상의 HF처리를 위하여 장시간(>15 h)이 소요된다.

마이크로파 공정기술은 재래식 열 공정에 비하여 마이크로파 열원의 고유한 특성(물질의 선택적, 직접적, 신속한 내부가열)으로 인하여 건조, 식품공업, 고분자 합성, 재료공정, 접합, 폐기물처리와 같은 다양한 분야에 응용되고 있다.<sup>6-8)</sup> 또한, 산에 의한 유기·무기물질의 마이크로파 용해는 이들의 용해속도를 가속화시키는 것으로 보고<sup>9,10)</sup>되어 있다.

본 연구의 목적은 석탄회로부터 mullite short fibers의 제조를 위한 KDC공정의 적용 가능성, 유리물질의 용출을 위한 마이크로파 가열효과 및 발포제의 첨가효과를 검토함으로써 산업폐기물의 고부가가치 자원화기술개발에 기여하는 데 있다.

## 2. 실험 방법

### 2.1. 석탄회의 특성평가

본 연구에서는 국내 화력발전소에서 산출되는 석탄회를 출발물질로 사용하였다. 석탄회의 결정상과 화학성분을 조사하기 위하여 XRD(D/max-IIA, Rigaku)와 XRF(PW2400, Philips)를 각각 사용하였다. 입자의 형상을 SEM(JSM500, Jeol)을 사용하여 관찰하였다. 입자크기분포를 레이저산란법(Mastersize Microplus, Malvern Instruments)으로 비표면적을 질소흡착을 이용한 BET법<sup>11)</sup>으로 측정하였다.

### 2.2. 암모늄명반의 합성

본 연구에서는 석탄회의 활용률을 증가시킬 목적으로 물라이트 단섬유의 제조공정에서 발포제로 사용할 암모늄명반( $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ )을 직접 합성하였다. 석탄회에 함유되어 있는 잔류 탄소를 제거하기 위하여 공기 중에서 600°C, 2시간 하소하였으며, 이어서 에탄올을 분산매로 하여 24시간동안 볼밀, 회전진공증발한 후 200 mesh 이하로 체가름 하였다. 황산암모늄(>99%, Shinyo Chemicals)과 5 g의 석탄회의 혼합분말(5 g의 석탄회 중  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4/\text{Al}_2\text{O}_3 = 12$ , molar ratio)을 400°C에서 2시간 반응시켰다. 반응생성물  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 를 200 ml의 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  용액(First grade reagent, Junsei Chemicals)속으로 주입한 후 마이크로파열원(2.45 GHz, 3 kW, Hankuk Microwave Co.)을 이용하여 90°C, 3시간 반응시켰다. 침출반응의 완료 후 진공여과장치를 이용하여 침출액과 실리카로 주로 구성된 잔사를 분리하였다. 여과된 침출액을 28 wt% 암모니아수(Guaranteed reagent, Junsei Chemicals) 중으로 서서히 적하하였으며 이때 pH를 1로 조절하였다. 자기교반기를 사용하여 암모니아용액을 24시간 지속적으로 교반하였다. 여과 후 침전물을 건조기를 사용하여 40°C에서

건조하였다. 용해-석출공정에 의해서  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 의 순도를 향상시키기 위하여 자기교반 하에서 명반을 0.1 M 황산용액(고체함량 : 50 wt%)속으로 투입하여 50–60°C, 6시간의 반응조건에서 완전히 용해시켰다. 상온까지 냉각할 동안 재석출물의 생성을 육안으로 관찰할 수 있었다. 비교적 순수한  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 를 제조하기 위하여 용해-석출을 3회 반복하였다.

명반의 열적 거동과 미량성분분석을 위하여 TG/DTA, ICP를 각각 이용하였다. XRD를 사용하여 결정상을 동정하였으며, SEM을 사용하여 미세구조를 관찰하였다.

### 2.3. KDC공정

석탄회의 하소물(600°C, 2 h;  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 0.25$ , molar ratio) 및 이로부터 합성한  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ , 시약  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 를 출발물질로 사용하였다. 이를 출발물질을 소정의 비율로 혼합하고 에탄올을 분산매로 하여 8시간 ball mill함으로써 균질화 시켰다. 회전진공증발 후 50°C, 24 h에서 추가적으로 건조하였다. 건조물을 200 mesh 이하로 체가름 하였다. 소량의 물을 참가한 혼합물을 혼련한 뒤 지름 2–3 cm 정도 크기로 구상형태의 성형물을 제조하고 상온에서 24시간 건조시켰다.

고온하소에 따른 균열의 생성을 억제하기 위하여 성형체를 800°C에서 30분 동안 1차적으로 가열한 뒤, 1000–1400°C, 10 h 소성하였다. Mullite fibers와 유리상 기지물질을 효과적으로 분리하기 위하여 상온에서 24시간 및 마이크로파 가열장치를 이용하여 50°C에서 5시간 HF(20 wt%)로 처리하였다. 반응물질을 여과하고 섬유상을 일정한 pH를 유지할 때까지 수세하였다. 최종적으로 섬유상을 건조하고 특성평가를 행하였다.

반응물질의 반응과정을 조사하기 위하여 시차열중량분석(TG/DTA, PTC-10A, Rigaku) 및 X-선 회절분석(XRD, D-MAX 1400, Rigaku)을 행하였다. 주사전자현미경(SEM, S-4200, Hitachi)을 이용하여 생성물질의 미세구조 성상을 관찰하였다. 투과전자현미경(TEM, Jem 2010, Jeol)을 이용하여 섬유상의 미세구조관찰 및 결정상을 동정하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. 석탄회의 특성

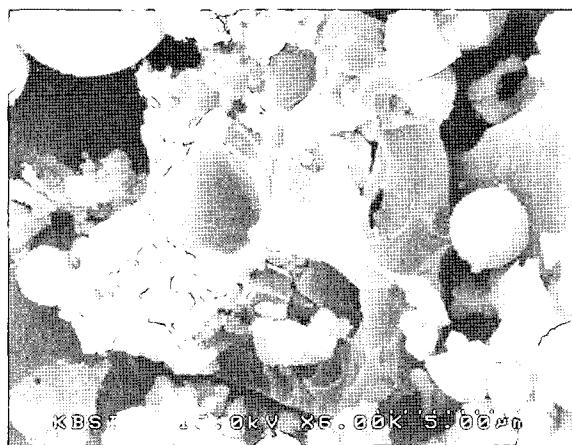
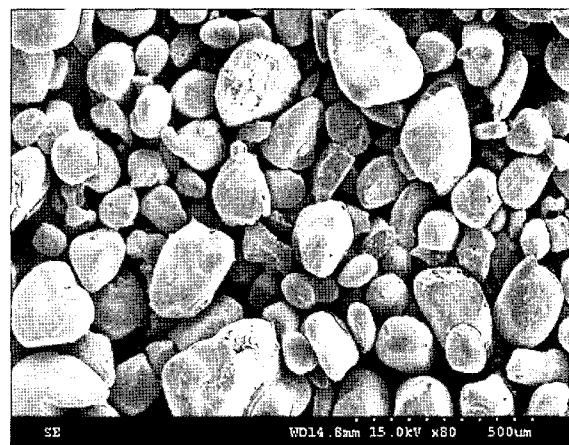
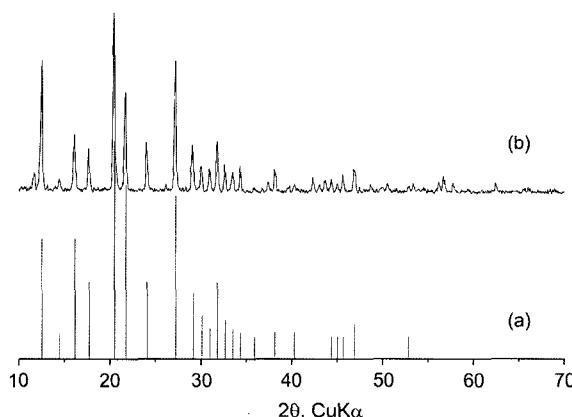
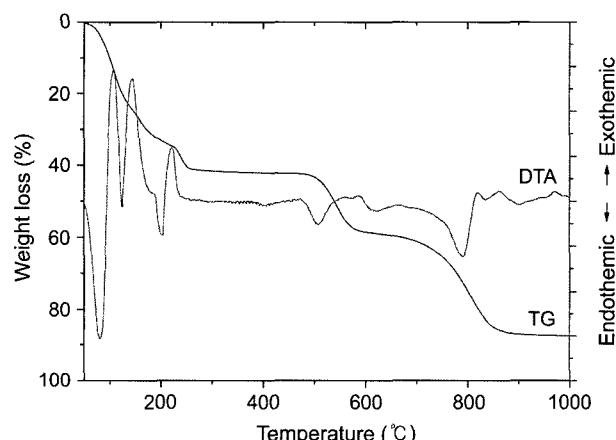
석탄회의 미세구조 및 특성을 Fig. 1과 Table 1에 각각 나타내었다. 석탄회는 53.83 SiO<sub>2</sub>와 23.29 wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 함유하였으며 3.82 m<sup>2</sup>/g의 비표면적과 42.1 μm(<90%)의 응집입자크기를 갖는 구상 및 팬상 형상의 입자가 혼재된 규산염광물로 구성되어져 있었다.

### 3.2. 합성 암모늄명반의 성질

황산화반응 후 얻어진 석출물의 XRD회절패턴은  $\text{NH}_4\text{Al}$

**Table 1.** Characteristics of Coal Fly Ash

Chemical component (wt%)	Crystalline phase	$S_{BET}$ ( $m^2/g$ )	Agglomerate size distribution ( $\mu m$ )		
			<30%	<50%	<90%
SiO <sub>2</sub> (53.83)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (23.29)	Mullite,	3.82	2.3	8.0
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (5.96)	MnO(0.10)	Sillimanite,			42.1
CaO(7.87)	MgO(0.83)	Quartz			
K <sub>2</sub> O(0.99)	Na <sub>2</sub> O(0.70)				
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (0.65)	TiO <sub>2</sub> (0.85),				
Ig. Loss(10.33)					

**Fig. 1.** SEM photograph of coal fly ash.**Fig. 3.** SEM photomicrograph of alum.**Fig. 2.** XRD patterns of (a) JCPDS 18-0079, ammonium aluminum sulfate hydrate  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  and (b) the alum synthesized in this study.**Fig. 4.** TG/DTA curves for alum.

$(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 의 그것(JCPDS 18-0079)과 잘 일치하였다(Fig. 2). ICP에 의해서 측정된 불순물의 함량(ppm 5.76 Fe, 20.56 Na, 11.70 K, 8.04 Mg, 29.53 Ca)으로부터 합성된  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 의 순도는 >99.9%인 것으로 확인되었다. 합성된  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 는 100~200  $\mu\text{m}$ 의 입자크기 분포를 갖는 구상에 가까운 형상의 입자로 구성되어져 있었다(Fig. 3).  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 의 열분석

결과(Fig. 4), DTA곡선에서 여러 개의 흡열피크가 출현되었다.  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (용융점 93.5°C)의 용융에 기인한 <100°C에서의 큰 흡열피크, 탈수에 의한 100~400°C 온도범위에서의 일련의 피크, 암모늄황산염의 해리에 해당하는 ~490°C 및 ~630°C에서의 피크, 알루미늄황산염의 분해로 인한 것으로 생각되는 780°C에서의 피크가 확인되었다. 한편, TG곡선에서 ~400°C까지 가열할 동안 일어

나는 탈수에 의한 무게손실은 약 44.3%이었으며  $\leq 100^{\circ}\text{C}$ 에서의 흡착수의 소실을 제외한 결정수는 거의 12수염에 해당하였다.  $\sim 890^{\circ}\text{C}$ 까지 더 가열시  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 의 분해로 인한 약 43% 정도의 추가적인 무게손실이 일어났다.

### 3.3. 몰라이트 단섬유의 제조

석탄회는  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  molar ratio가 0.25로 과다한  $\text{SiO}_2$ 를 함유하고 있다. 따라서  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  molar ratio를 0.51 까지 증가시키고 아울러 발포제로서 본 연구에서 합성한  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 를 사용하였다. 또한, 발포제의 복합화 효과를 알아보기 위하여  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 0.32$ (molar ratio)를 갖는 조합물에  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 를 2~10 wt% 첨가하였다. 적당한 발표제가 존재할 때 소결체는 대단히 다공질 되며 그리고 유리상 기지물질(glass matrix)은 불산에 의하여 보다 용이하게 용해된다.

$\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 를 함유하는 석탄회( $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 0.32 - 0.51$ , molar ratio)의  $1000 - 1400^{\circ}\text{C}$ , 10 h 하소물에 대하여 상분석을 행하고,  $1400^{\circ}\text{C}$ 에서의 XRD 회절패턴을

Fig. 5에 나타내었다.  $1000^{\circ}\text{C}$  하소물에서는  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  molar ratio에 관계없이 mullite가 주요 결정상으로 동정되었으며 그 이외에  $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$  결정상 및 미반응의  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , tridymite의 존재가 확인되었다.  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 를 첨가한 경우  $\text{SiO}_2$ 의 quartz  $\rightarrow$  tridymite로의 전이가 풍부한 유리상의 존재 하에서 일어났다.  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  molar ratio가 증가함에 따라서 mullite의 회절강도가 다소간 증가하였다.  $1200^{\circ}\text{C}$  하소물의 XRD패턴은  $1100^{\circ}\text{C}$ 의 그것과 유사하였으나  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  molar ratio가 0.42 이상으로의 증가와 더불어 cristobalite의 회절강도는 미미하였다.  $1300^{\circ}\text{C}$ ,  $1400^{\circ}\text{C}$  하소물에서는  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 0.32$ , molar ratio의 경우  $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$  결정의 뚜렷한 회절선이 확인되지 않았다.  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  molar ratio의 증가는 첨가된 알루미나가 실리카와 결합하여 반응온도의 증가와 더불어 보다 많은 양의 mullite를 생성하는 것으로 생각된다.

Mullite의 미세구조 발달에 미치는  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 의 첨가영향을 조사하기 위하여  $1300^{\circ}\text{C}$  및  $1400^{\circ}\text{C}$  하소물에 대하여 SEM 관찰을 행하고, 그 결과를 Fig. 6에 나타

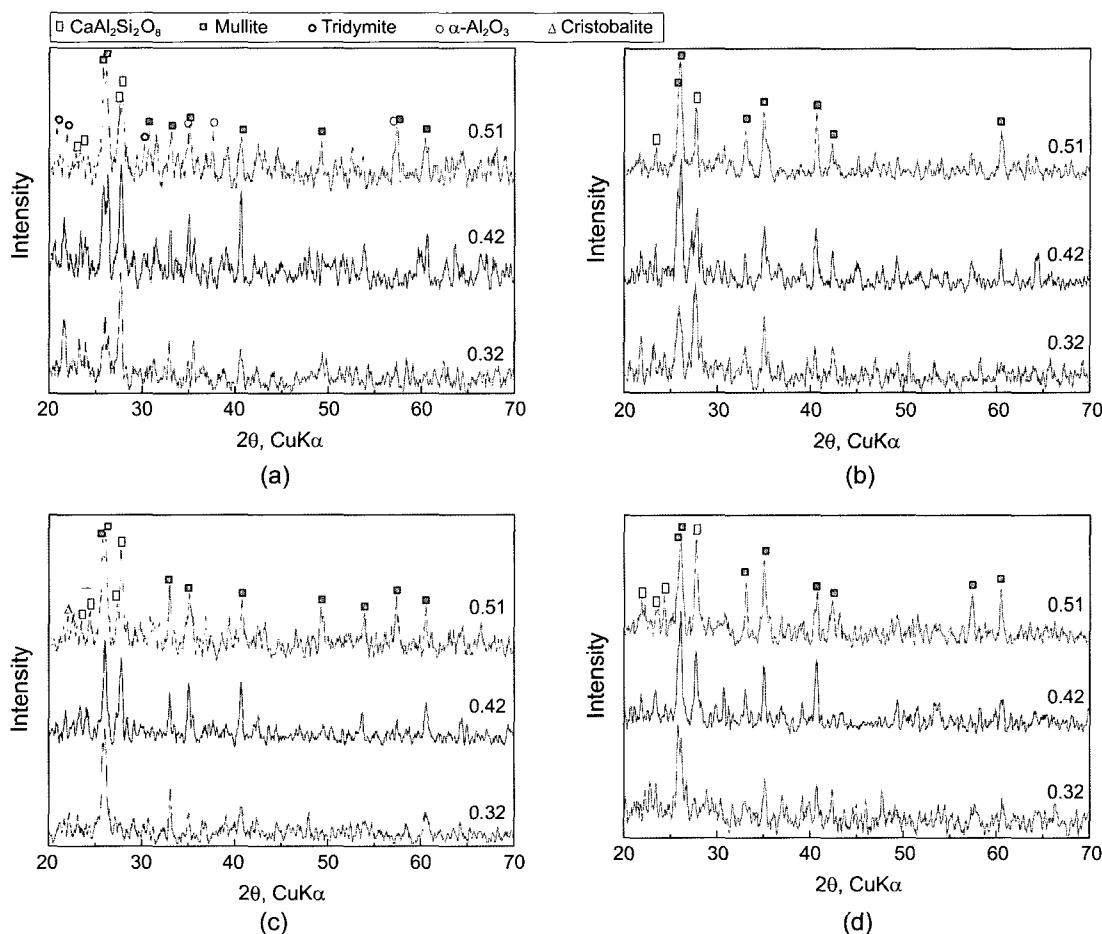


Fig. 5. XRD patterns of products after calcination at (a)  $1000^{\circ}\text{C}$ , (b)  $1200^{\circ}\text{C}$ , (c)  $1300^{\circ}\text{C}$ , and (d)  $1400^{\circ}\text{C}$  for 10 h, of coal fly ash with different  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  molar ratio.

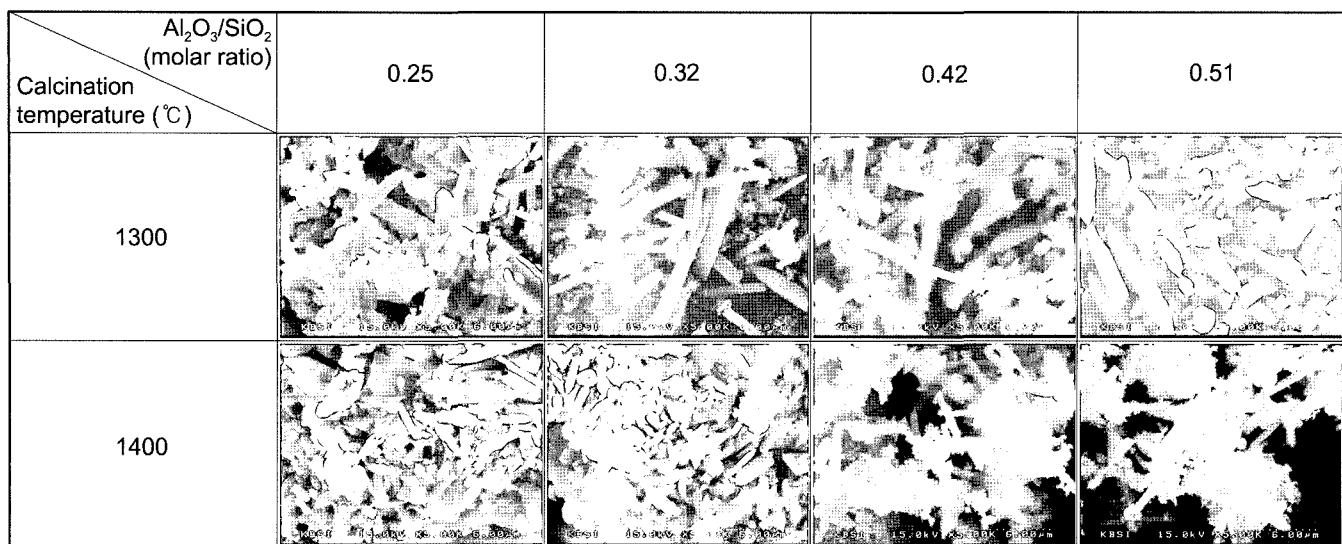


Fig. 6. Scanning electron micrographs of mullite fibers derived from coal fly ash with different  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  molar ratio.

내었다.  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 를 첨가하여  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  molar ratio를 0.32, 0.42로 조절한 시료의 경우는  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 를 첨가하지 않은 0.25인 시료에 비하여 1300°C 하소에서 mullite fibers의 장축방향으로의 성장을 촉진시켰으나 0.51인 시료의 경우는 전반적으로 이보다 작은 aspect ratio를 나타내었다. 1400°C 하소에서도 이와 유사한 경향을 나타내었다.  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 0.51$ , molar ratio인 경우 섬유상으로의 발달이 상당히 억제된 것으로 외관상 나타났다. 반응소결의 후기단계(>1200°C)에 있어서, 낮은 알루미나 조성의 액상소결은 비교적 큰 각주상의 mullite 결정을 생성하나 알루미나 함량이 증가함에 따라서 등축상의

미세구조를 나타낸다.<sup>12)</sup> 이상의 XRD 분석 및 SEM 관찰로부터 적당한  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  molar ratio는 0.32, 하소온도 1300°C인 것으로 여겨진다.

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 0.32$ , molar ratio를 갖는 석탄회 조합물에 2~8 wt%  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 를 첨가하고, mullite의 생성 및 미세구조에 미치는 이들의 영향을 조사하였다. 1300°C 하소물에 대한 XRD회절패턴을 Fig. 7에 나타내었다. 2 wt% 및 4 wt%  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 를 첨가한 반응생성물은 거의 mullite 결정상만으로 구성되어져 있었으며, 그 이상의 첨가에서는 유리상 기지물질의 생성 양의 증가에 따른 mullite의 회절강도가 감소하였다.

Fig. 8에 HF용액을 이용하여 상온, 24 h 및 50°C, 5 h 마이크로파 처리한 1300°C 하소물의 SEM 사진을 나타내었다. 2 wt%  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 의 첨가는 mullite fibers의 aspect ratio를 >30(폭 ~0.8 μm)까지 증가시켰으나 그 이상의 첨가에서는 감소하였다.  $\text{Na}_2\text{O}$ 의 존재는 mullite를 용해시킴으로써 보다 많은 유리상을 생성시키고  $\text{P}_2\text{O}_5$ 는 mullite fiber의 성장에 기여한다.<sup>13)</sup> Mullite fibers에 대한 EDS분석 (Fig. 9) 및 전자회절패턴(Fig. 10)으로부터  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 1.13$ , molar ratio를 갖는 silica-rich orthorhombic mullite fibers가 합성되었음을 알 수 있었다.

#### 4. 결 론

국내 화력발전소에서 대규모로 발생되고 있는 석탄회로부터 고기능성 소재로 널리 사용되고 있는 몰라이트 단섬유를 제조하기 위한 혼련-건조-하소공정의 적용 및 이에 미치는 발포제의 영향을 검토하였다. 아울러 발포제로 사용할  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 를 석탄회로부터 제조하였다.

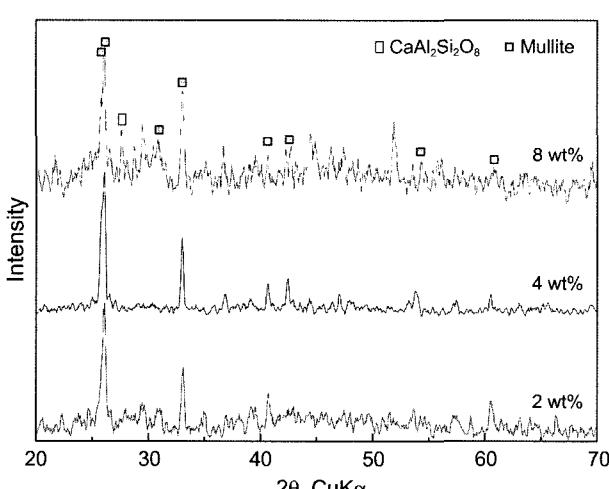


Fig. 7. XRD patterns of products after calcination at 1300°C for 10 h, of coal fly ash with  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 0.32$ , molar ratio and additions of 2-8 wt%  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

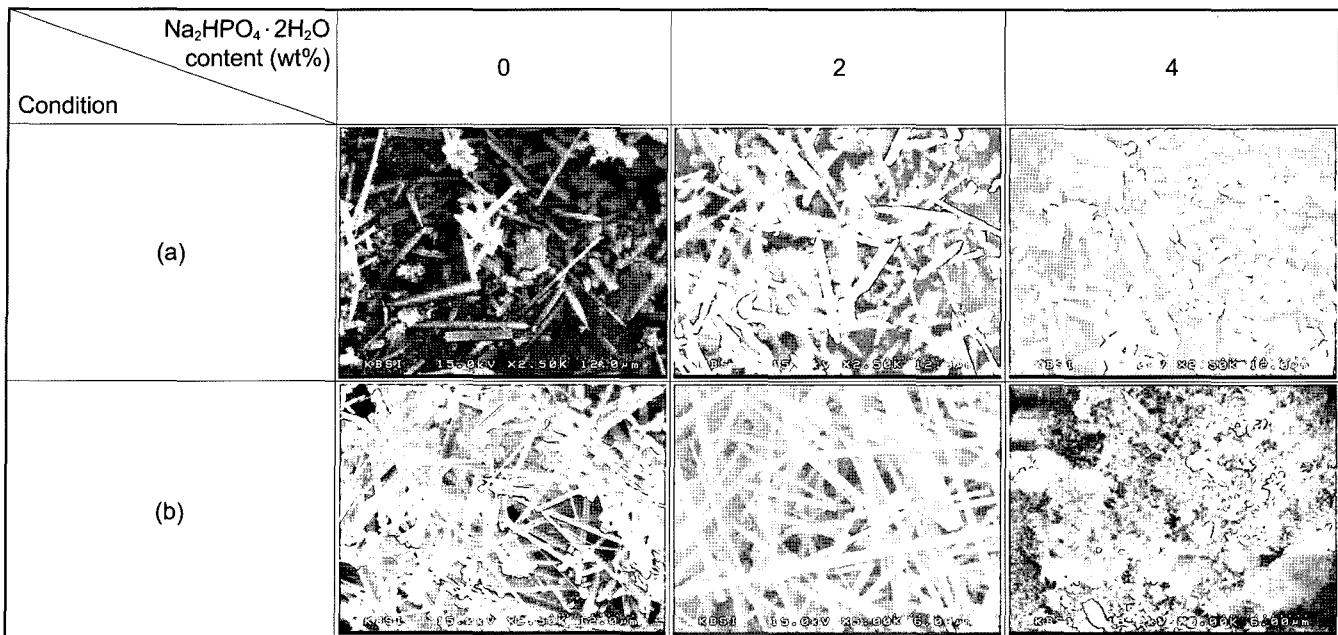


Fig. 8. Scanning electron micrographs of mullite fibers derived from coal fly ash, with  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 0.32$ , molar ratio and additions of 0-4 wt%  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  after calcination at  $1300^\circ\text{C}$  for 10 h; etched by (a) conventional heating at room temperature for 24 h and (b) microwave heating at  $50^\circ\text{C}$  for 5 h using a 20 wt% HF solution.

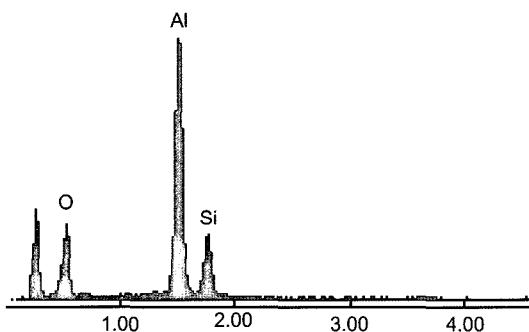


Fig. 9. EDS spectrum on mullite fibers derived from coal fly ash with  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 0.32$ , molar ratio and 2 wt%  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  addition, calcined at  $1300^\circ\text{C}$ , 10 h, showing ion concentration (wt%) of 39.36 O, 41.67 Al, and 18.97 Si.

석탄화로부터 합성된  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 는 100-200  $\mu\text{m}$ 의 입자크기를 갖는 구형에 가까운 입자로 구성되어져 있었다. 발포제의 첨가는 소성과정 중 성형체를 팽창시켜 다양한 기공을 생성시킴으로써 섬유상의 성장 및 유리상의 용출을 보다 용이하게 하는데 효과적임을 알 수 있었다. 그러나 과다한  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  및  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 의 첨가는 각각 소성체의 치밀화 및 보다 많은 양의 액상 생성을 유도하여 섬유상으로의 성장을 저해하였다. 마이크로파가열은 재래식 가열에 비하여 보다 효과적으로 HF용액에 의한 유리상 기지물질을 용해시킬 수 있었다.  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  molar ratio는 0.32를 갖는 조합물에 2 wt%  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

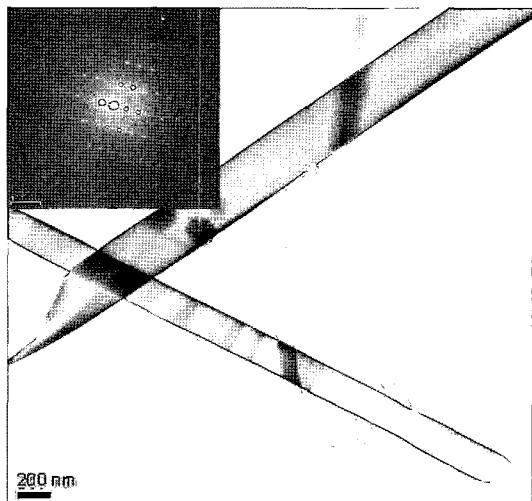


Fig. 10. Transmission electron micrograph and microbeam diffraction of mullite fibers derived from coal fly ash with  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 0.32$ , molar ratio and 2 wt%  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  addition, calcined at  $1300^\circ\text{C}$ , 10 h.

$2\text{H}_2\text{O}$ 의 첨가하여  $1300^\circ\text{C}$ , 10 h 하소함으로써 aspect ratio >30(폭 ~0.8  $\mu\text{m}$ )을 갖는  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 1.13$  (molar ratio)인 orthorhombic mullite fibers를 합성할 수 있었다.

#### Acknowledgment

본 연구는 산업자원부 전력산업연구개발사업 전력선행

기술연구지원(R-2004-B-225)에 의하여 이루어진 것으로써  
관계부처에 감사드립니다.

## REFERENCES

- I. A. Akasy and J. A. Pask, "Stable and Metastable Equilibria in the System  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ," *J. Am. Ceram. Soc.*, **58** 507-12 (1975).
- J. S. Jung, H. C. Park, and R. Stevens, "Mullite Ceramics Derived from Coal Fly Ash," *J. Mater. Sci. Lett.*, **20** 1089-91 (2001).
- T. Shimizu, H. Yanagida, and K. Hashimoto, "Synthesis of Potassium Titanate Fibers by Kneading-Drying-Calcination Process," *Yogyo Kyokaishi*, **86** 339-44 (1978).
- T. Shimizu, H. Yanagida, M. Hori, K. Hashimoto, and Y. Nishikawa, "Hydrothermal Reaction between the Hydrous Potassium Titanate Fibers and Barium Hydroxide," *Yogyo Kyokaishi*, **87** 500-05 (1979).
- T. Shimizu, H. Yanagida, M. Hori, K. Hashimoto, and Y. Nishikawa, "Hydration of Potassium Tetratitanate Fibers by the KDC Process," *Yogyo Kyokaishi*, **87** 565-71 (1979).
- S. S. Park and T. T. Meek, "Microwave Processing of Zirconia-Alumina Composite in a 2.45 GHz Electromagnetic Field," *J. Mater. Sci.*, **26** 6309-13 (1991).
- J. Jacob, L. H. L. Chia, and F. Y. C. Boey, "Thermal and Non-Thermal Interaction of Microwave Radiation with Materials," *J. Mater. Sci.*, **30** 5321-27 (1995).
- W. H. Sutton, "Microwave Processing: Steps to Successful Commercialization," pp. 3-5 in *Ceramic Transactions*, Vol. 59, *Microwave: Theory and Application in Materials Processing III*. Eds. by D. E. Clark, D. C. Foltz, S. J. Oda, and R. Silbergliitt, American Ceramic Society, Westerville, 1995.
- S. S. Park, E. H. Hwang, B. C. Kim, and H. C. Park, "Synthesis of Hydrated Aluminum Sulfate from Kaolin by Microwave Extraction," *J. Am. Ceram. Soc.*, **83** 1341-45 (2000).
- L. B. Fischer, "Microwave Dissolution of Geologic Material: Application to Isotope Dilution Analysis," *Anal. Chem.*, **58** 261-63 (1986).
- J. S. Leed, "Principles of Ceramic Processing"; p. 5, John Wiley & Sons, New York, 1995.
- H. Schneider, K. Okada, and J. Pask, "Mullite and Mullite Ceramics," p. 158, John Wiley & Sons, New York, 1977.
- K. Li, T. Shimizu, and K. Igarashi, "Preparation of Short Mullite Fibers from Kaolin via the Addition of Foaming Agents," *J. Am. Ceram. Soc.*, **84** 497-503 (2001).