

## 졸겔법에 의한 알루미나 섬유의 제조: (II) TEA 착체졸로부터 방사한 섬유의 특성분석

최용수 · 이해욱\* · 이종혁 · 박용일 · 김정은

연세대학교 세라믹공학과

\*가야대학교 전자세라믹공학과

(1995년 5월 31일 접수)

### The Preparation of Alumina Fiber by Sol-gel Method: (II) Properties of Fiber Spun by TEA Complexed Sol

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

Dept. of Ceram. Eng., Yonsei Univ.

\*Dept. of Electronic Ceram. Eng., Kaya Univ.

(Received May 31, 1995)

#### 요 약

알콕사이드 졸겔법을 이용하여 알콕사이드를 TEA로 착화시켜 중합졸을 제조한 후, 이 졸을 건조하여 섬유를 제조하고, 제조된 섬유의 특성을 조사하였다. 착화제로서 TEA를 사용하였을 경우 섬유방사에 가장 적합한 졸의 조성은 알콕사이드 1몰에 대해 TEA 0.5몰, H<sub>2</sub>O 3몰이었으며, 졸 분석 결과 TEA가 알콕사이드의 전구체에 결합되어 있음을 알 수 있었다. 원형노즐을 통해 제조된 섬유는 원형이 아닌 타원형으로 섬유의 단면이 노즐에 의해 결정되지 않는다는 것을 알 수 있었다. 제조된 섬유의 직경은 겔섬유의 경우 약 100 μm, 열처리섬유의 경우 약 60 μm 정도이고 강도는 900°C 열처리한 경우 2.1×10<sup>8</sup> Pa이었다.

#### ABSTRACT

The alumina fiber was obtained by extruding the TEA complexed polymeric sol synthesized by the alkoxide sol-gel method, through nozzle. The purpose of this study was to investigate the properties of fiber spun by TEA complexed sol. The analysis of sol indicated that TEA was bonded at alkoxide precursor and the optimum molar ratio for spinning was 0.5 mole of TEA, 3 mole of H<sub>2</sub>O. The cross section of the fiber from circular nozzle was not circular but oval, which indicated that the shape of nozzle did not affect the shape of fiber. The diameter of the fiber was about 100 μm in the state of dried gel fiber, 60 μm in calcined fiber, and the tensile strength of the fiber calcined at 900°C was 2.1×10<sup>8</sup> Pa.

**Key words:** TEA complexed polymeric sol, Sol-gel method, Alumina fiber, Fiber cross section, Tensile strength

#### 1. 서 론

일반적으로 세라믹재료는 금속재료에 비하여 내열성, 내산화성, 내마모성, 내식성 등의 우수한 장점을 가지고 있는 반면, 기계적 충격 혹은 굽힘, 급냉 등에 의해 생기는 열응력에 대한 저항이 적다. 이러한 치명적인 결함을 제거하기 위하여 세라믹재료를 섬유상으로 하여 가요성(可撻性)을 부여한 세라믹스의 개발연구가 행해져 왔다<sup>1)</sup>. 이들 섬유상의 재료는 보온재, 단열재, 복합

재료의 강화섬유로서 이용되어 왔을 뿐만 아니라 전자 재료나 센서등 새로운 용도의 개발을 연구중에 있다<sup>2)</sup>.

알루미나는 가장 일반적인 세라믹스중의 하나이고 상온에서 이론강도와 탄성률이 크고 화학적으로 안정하며, 고온에서도 이러한 성질들이 대부분 유지되는 등 물성적으로 많은 유용한 특성을 가지고 있어 여러 산업분야에 널리 이용되고 있다. 이러한 알루미나의 섬유화에 대한 시도는 약 20년 전부터 세계적으로 시작되어, 현재 어느 정도의 특성을 가지는 알루미나 섬유가 개발되고 있다<sup>3)</sup>.

알루미나 섬유에는 단섬유와 연속섬유가 있다. 단섬유는 주로 1500~1600°C의 고온영역의 단열재 혹은 FRM(Fiber Reinforced Metals) 강화재로 쓰이며 연속섬유는 FRP(Fiber Reinforced Plastics), FRM 강화재 및 textile 형태로 이용된다.

알루미나의 용점은 약 2040°C이며 그 용액의 점도는 약 50 cPs로 낮다. 따라서 용액방사에 의해서 직접 알루미나 섬유를 얻을 수는 없다. 이 때문에 각종의 제법이 연구되며, 다결정질 및 단결정의 알루미나 섬유가 만들어질 수 있다. 다결정질의 알루미나 섬유는 일반적으로 줄공정을 이용한다. 이 방법은 Al을 포함하는 적당한 출발원료로부터 가수분해/중축합 반응을 통해 졸을 제조한 후 점도를 조정하여 적당한 점도에서 방사하여 전구체 섬유를 만들고 공기중에서 상대적으로 낮은 온도에서 소성하여 알루미나 섬유를 얻는 방법이다.

알루미나 섬유의 Al원으로 선택한 aluminum sec-butoxide(ASB)는 점액상으로서 가수분해 속도가 매우 빨라 침전수화물이 생성되기 쉽다. 따라서 착화제(complexing agent)를 ASB와 반응시켜 착체를 형성시키므로써 가수분해속도를 저하시켜 조성이 균일한 용액을 제조할 수 있었다. 이때 사용되는 착화제로는 여러가지가 있으며 이들은 각각 다른 특성을 지니고 있어 최종 섬유의 제조에 영향을 미친다. 이에 관하여는 이전의 연구보고에서 착화제로서 alkanolamine 계통의 triethanolamine, diethanolamine, monoethanolamine를 선택하여 이것과 ASB와의 착체반응 및 가수분해/중축합과정을 통해 졸을 제조하고, 제조된 졸의 상태를 조사하여 섬유제조에 가장 적합한 착화제로서 TEA를 선택하였다<sup>3)</sup>.

따라서 본 연구에서는 착화제로서 alkanolamine 계통의 triethanolamine(TEA)를 선택하여 이것과 ASB와의 착체반응 및 가수분해/중축합과정을 통해 졸을 제조하고, 제조된 전구체를 방사에 적합한 점도까지 건조시킨 후 섬유를 방사하였다. 이후 TEA 착체졸로부터 얻어진 섬유를 각 온도별로 열처리하여 미세구조 및 인장강도 등의 특성들을 조사하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 출발원료

출발물질로는 aluminum sec-butoxide(Alfa Co., 97%)와 iso-propyl alcohol(Merk Co., 99.5%), triethanolamine(Yakuri Co., 98%)을 사용하였다.

### 2.2. 알루미나 졸의 제조 및 졸의 특성분석

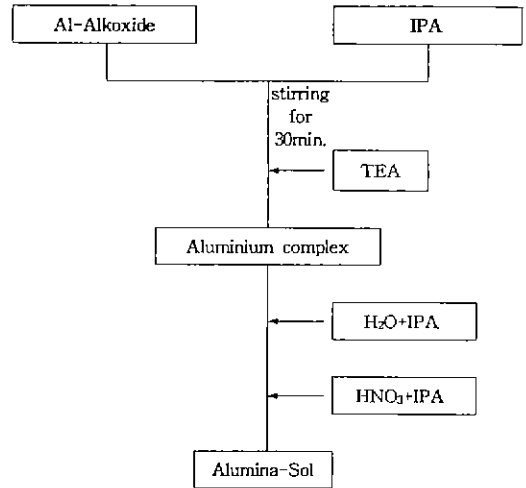


Fig. 1. The process of alumina-sol preparation.

알루미나 착체졸은 ASB, IPA, HNO<sub>3</sub>의 몰비를 각각 1, 10, 0.01 mol로 고정시키고 complexing agent인 TEA(Triethanolamine)의 몰수와, H<sub>2</sub>O의 몰수를 변화시켜 가며 첨가하여 제조하였다.

알루미나 착체졸 제조의 반응공정도를 Fig. 1에 나타내었다 먼저 Al-alkoxide와 IPA를 혼합한 뒤 30분간 교반시킨 후 complexing agent인 TEA를 적하시키고 2시간 교반시켜 aluminium complex를 제조한다. 여기에 H<sub>2</sub>O와 HNO<sub>3</sub>, IPA의 혼합액을 적하시킨 후 다시 1시간 교반시켜 알루미나졸을 제조하였다. 제조된 졸은 60°C silicone oil bath에서 섬유방사에 적합한 점도로 건조시켜 가며 spinnability를 관찰하였다.

제조된 졸의 중축합 정도를 확인하기 위해 MALVERN 4700(Malvern Instrument Inc.)를 사용하여 laser light scattering에 의해 졸 입자의 크기와 크기분포를 확인하였다.

졸의 건조분말에 대한 각 온도에 따른 결합상태를 관찰하기 위하여 FT-IR spectroscopy(Mattson Co.)를 사용하여, KBr과 시료를 100 : 1의 혼합비로 혼합한 후 가압하여 pellet으로 성형한 후 측정하였다.

졸을 건조하여 얻은 분말의 열처리온도에 따른 결정상 및 α 상 전이를 확인하기 위하여 X-ray diffractometry(D-Max. 3)를 이용하여 X-선 회절분석을 행하였다.

### 2.3. 섬유의 제조 및 특성분석

제조된 전구체를 60°C에서 섬유방사에 적합한 점도(약 10<sup>4</sup> cPs)까지 건조시킨 후 섬유방사장치를 이용하여 직

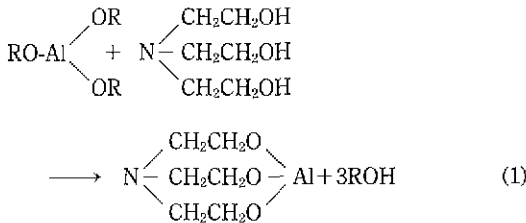
경이 약 300 μm의 원형노즐을 통하여 약 5~10 kg/cm<sup>2</sup>의 압력으로 장섬유를 방사하였다. 일반적으로 졸이 건조되는 온도를 높이면 반응속도가 증가되어 겔화시간이 감소될 뿐 spinnability의 발현에는 영향을 주지 못한다고 알려져 있다<sup>43)</sup>. 따라서 점도증가를 제어할 수 있는 적당한 온도인 60℃를 졸의 건조온도로 선택하였다.

제조된 겔섬유는 상온에서 건조시킨 후 열분해 및 상변화 특성을 알아보기 위해 열분석장치(STA 1500, Santon Redcraft Co.)를 사용하여 10℃/min의 승온속도로 1200℃까지 열시차 및 열중량 분석을 행하였다. 이후 각 온도별로 열처리하여 표면과 단면의 미세구조, 단면의 모양, 직경 등을 SEM을 통하여 관찰하였다. 섬유의 인장강도(tensile strength)는 ASTM D 3379-75(1982)의 monofilament method를 사용하여 측정하였다. Mechanical strength testing machine으로 INSTRON 6022를 사용하였고, gauge length는 15 mm, crosshead speed는 2 mm/min로 시험을 행하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1. 제조된 졸의 특성

ASB가 Mehrotra 등<sup>6)</sup>이 제시한 대로 아민의 수산기만이 알콕시그룹과 반응한다고 가정하면 아래의 식과 같다.



Triethanolamine의 경우 3개의 수산기가 알콕시그룹과 반응할 수 있으므로 (1)식 같이 3개 모두 반응하여 말단기로 존재할 수 있지만 다른 알콕사이드의 알콕시그룹과 반응하여 oligomer를 형성할 수도 있어 가능한 구조는 매우 많아진다<sup>7)</sup>.

Table 1에 알콕사이드의 몰비를 1.0으로, 용매인 IPA의 몰비를 10으로 고정된 후 TEA와 물의 양을 변화시켰을 때의 상태변화 및 방사성을 나타내었다. TEA 0.5몰, H<sub>2</sub>O 1.0몰의 경우 약간의 침전물이 관찰되었으며, H<sub>2</sub>O 3.0몰을 첨가하였을 때는 약간 혼탁한 용액에서 며칠 경과 후 clear sol을 나타내었으며 우수한 spinnability를 나타내었다. TEA 1.0몰 첨가시, 물의 양을 1.0에서 3.0몰

**Table 1.** The Variation of the Sol State and Spinnability According to the TEA/Alkoxide and H<sub>2</sub>O/Alkoxide 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	"	-

까지 변화시켰을 때 clear sol을 얻었으나 spinnability가 좋지 못하였다. TEA의 양이 2.0~5.0몰비 영역에서는 H<sub>2</sub>O를 10몰까지의 과량을 첨가하여도 투명졸이 형성된다. 하지만 이와 같은 과량의 TEA를 첨가한 경우는 비록 그 용액이 clear sol 형태를 띠고 안정되어 있다고는 하나 유기물이 과량 존재하기 때문에 졸의 물성이 떨어져 섬유로의 응용은 사실상 불가능한 것으로 생각된다.

Fig. 2에 laser light scattering에 의한 착체졸의 입자 크기 및 크기분포를 나타내었다. 5~15 nm 범위의 작고 좁은 분포를 나타내고 있는 것으로 보아 알루미늄 착체의 증축합이 많이 진행되지 않았고 저분자 구조임을 알 수 있었다.

용액의 방사성(spinnability)은 적당한 점도를 갖는 용액을 유리봉으로 찍어 인상에 붓으로써 확인하였다. 용액의 점도가 섬유인상에 적합하더라도 인상된 섬유의 점액이 섬유로 고정화되기 위해서는 용액이 섬유 인상 중에 반드시 고화(solidification)되어야만 한다 만약 이 고화 현상이 일어나지 않는다면 섬유상의 점액은 무한히

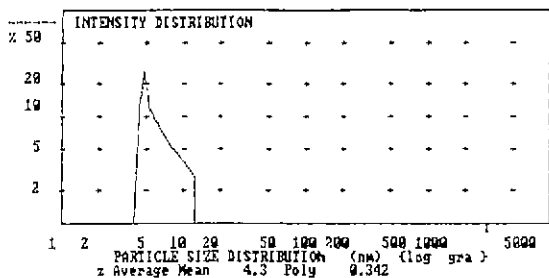


Fig. 2. Particle size analysis of TEA complex sol by laser light scattering.

늘어나거나 끈어진 후 방울처럼 수축되어 버린다. 실제로 섬유인상중에 공기중의 수분이나 용매의 증발에 의한 가수분해 및 중축합반응의 진전이 고화를 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 졸의 물수를 TEA 0.5, H<sub>2</sub>O 3으로 선택하였다.

3.2. FT-IR분석

Fig. 3는 각 온도에 따른 하소분말에 대한 FT-IR 스펙트럼이다. 즉, 알콕사이드 1몰에 대해서 TEA와 H<sub>2</sub>O의 물수를 각각 0.5, 3몰로 하였을 때의, 제조된 졸의 결합상태를 알아보기 위하여 졸을 200°C에서 건조시킨 후, 그 건조분말을 각각 900, 950, 1000, 1050, 1100°C로 하소하였을 때의 온도에 따른 분말의 결합형태와 α-알루미나로의 전이과정을 FT-IR 분석으로 알아보았다.

200°C에서 건조한 분말의 경우 1100 cm<sup>-1</sup>과 1700 cm<sup>-1</sup> 사이에서 TEA에 의한 유기물의 피크가 강하게 나타나고 있으며, 알루미나 졸의 중합반응으로 인해 생성된 Al-O 피크가 660 cm<sup>-1</sup>에서 관찰되었으며 1070 cm<sup>-1</sup> 부근에서도 Al-O 피크가 나타나는데 이는 일반적으로 Al-OH 굽힘진동으로 알려져 있다<sup>9)</sup>. 또한 알콕사이드 자체의 ν(C-O)M band도 900 cm<sup>-1</sup> 부근에서 관찰되고 있다. 일반적으로 알콕사이드에서의 ν(C-O)M 피크는 900~1150 cm<sup>-1</sup>에서 나타나는데 그 band의 위치는 alkoxy group에 따라 다르게 나타난다<sup>9)</sup>. Ethoxide 유도체의 경우, ν<sub>s</sub>(C-O)M과 ν<sub>as</sub>(C-O)M 신축진동은 각각 1025와 1070 cm<sup>-1</sup>에서, isopropoxide 유도체의 경우에는 1170, 1150, 950 cm<sup>-1</sup>에서 나타난다<sup>10)</sup>. 또한 1270 cm<sup>-1</sup>에서 C-N 신축진동, 1380 cm<sup>-1</sup>에서 CH<sub>3</sub> 굽힘진동, 1440 cm<sup>-1</sup>에서 CH<sub>2</sub> 굽힘진동. 그리고 1650 cm<sup>-1</sup> 부근에서 C=O 신축진동을

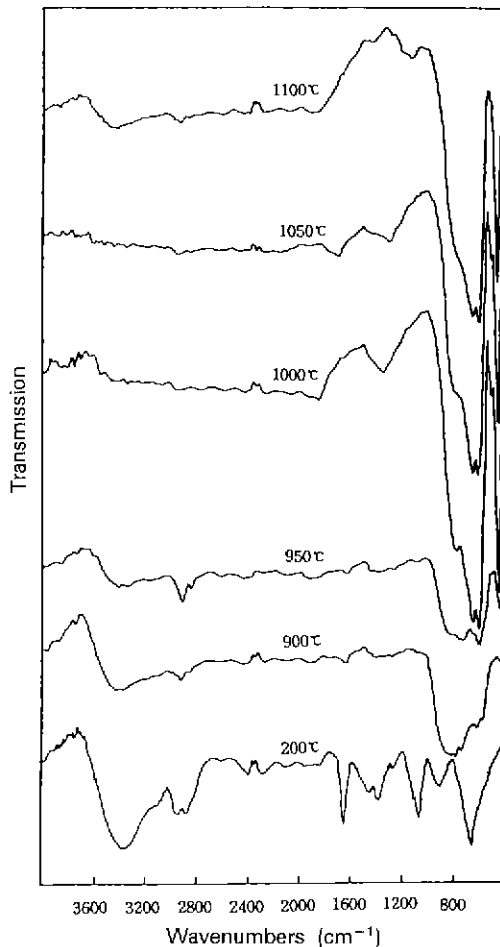


Fig. 3. FT-IR spectra of alumina gel powder calcined at various temperatures.

나타내는 것으로 보아 TEA가 알콕사이드 전구체에 결합되어 있음을 알 수 있다. 900°C에서 열처리한 분말의 경우, 대부분의 유기물이 열분해되어 TEA에 의한 피크는 거의 나타나지 않고 있다. 반면 온도가 증가함에 따라 660 cm<sup>-1</sup>에서 나타나는 Al-O 신축진동의 강도가 강해지다가 950°C 이상에서는 470 cm<sup>-1</sup>에서 새로운 피크가 관찰되는데 이는 AlO<sub>6</sub> 팔면체 단위에서의 Al-O 진동과 연계된 것으로 α-알루미나의 형성을 나타내고 있다. 이것은 500 cm<sup>-1</sup> 부근에서의 투과도가 증가되는 것과 더불어 γ 상에서 α 상으로의 전이로 설명될 수 있다<sup>11,12)</sup>.

3.3. 열처리에 따른 상전이 특성

Fig. 4는 제조된 졸의 건조분말을 각 온도에서 열처리하였을 때의 X-선 회절 분석 결과이다. 500°C에서 열처

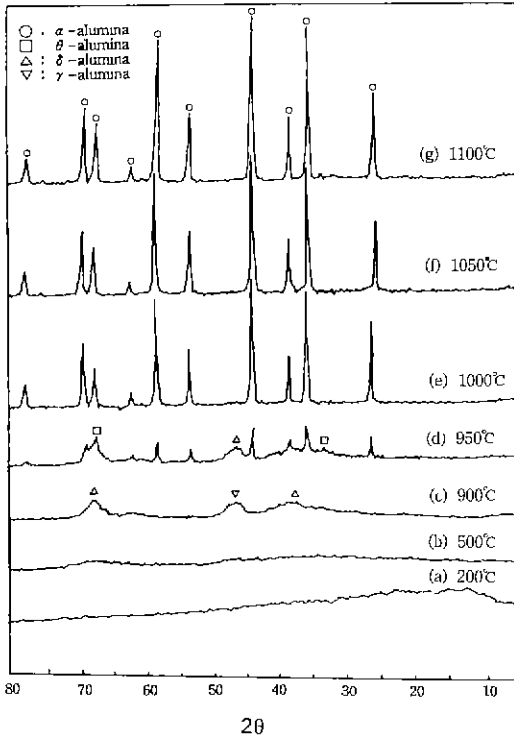


Fig. 4. XRD patterns of alumina gel powder calcined at various temperatures for 1 hour; the calcining temperatures was (a) 200°C, (b) 500°C, (c) 900°C, (d) 950°C, (e) 1000°C, (f) 1050°C and (g) 1100°C.

리하였을 때 비정질이 관찰되었으며 900°C에서는  $\gamma$ 와  $\delta$ 상이 관찰되었고 950°C에서 불안정한  $\alpha$ 상이 나타나기 시작했으며 이는 IR 분석 결과와도 일치하는 것이다. Boehmite의 열처리시  $\alpha$  상으로의 전이가 약 1200°C에서 관찰되는 반면 본 실험에서 상당히 전이온도가 낮아진 것을 알 수 있으며,  $\gamma$  상,  $\theta$  상을 차례로 거치기보다는 저온에서 직접 불안정한  $\alpha$  상으로 전이한 후 점점  $\alpha$  단일상으로 성장한 것은 착체 형성에 의한  $\alpha$ -알루미나 결정화로의 낮은 activation energy로 설명할 수가 있다<sup>13)</sup>.

3.4. 열분석(DT/TGA)

Fig. 5는 TEA 0.5몰, H<sub>2</sub>O 3몰로 제조된 섬유의 DT/TGA 곡선이다. DTA곡선은 200~400°C(I 영역), 400~600°C(II 영역)의 크게 두 영역에서 강한 발열 피크를 나타내고 있다. 이러한 두 영역의 분리는 alkanolamine의 착체구조에 기인하는 것으로 생각된다. 즉 I 영역에서는

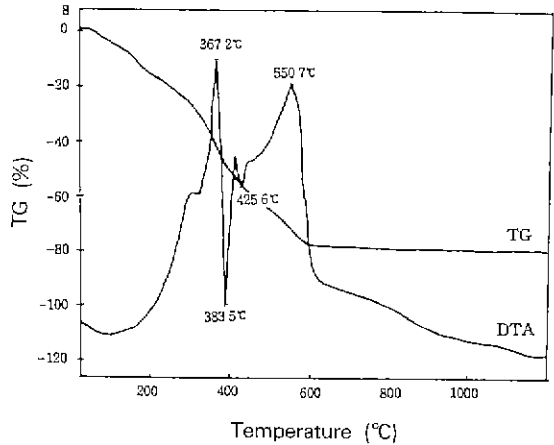


Fig. 5. DT/TGA curves of alumina fiber.

oligomer의 발딘 그룹이나 결합에 참여하지 않은 alkanolamine에 의한 것으로 보이며 II 영역에서는 다리결합이나 구조 내부에 결합된 alkanolamine의 연소에 의한 발열피크로 생각된다. TG 곡선에서는 600°C 이후의 중량감소가 거의 없음을 알 수 있다. 따라서 섬유의 열처리 조건으로 600°C까지는 1°C/min로 승온하되 400°C와 600°C에서 각각 1시간씩 유지시켜 유기물을 충분히 연소시킨 후 3°C/min로 최종온도까지 승온하였다.

3.5. 섬유의 미세구조분석

Fig. 6은 제조된 섬유를 90, 900, 1200°C에서 열처리하여 관찰한 SEM 사진이다. 90°C 건조섬유는 표면이 매끈한 비정질을 나타내지만 900°C에서 열처리한 섬유는 grain들이 고르게 분포해 있는 결정성을 보여준다. 1200°C의  $\alpha$  상에서는 grain들의 응집 및 파대성장이 일어났음을 알 수가 있다. Fig 7은 90, 900, 1200°C에서 열처리한 섬유의 파단면(fracture surface)을 나타낸 것이다. 90°C 건조섬유인 경우 장축의 길이가 약 280  $\mu$ m, 단축의 길이가 약 110  $\mu$ m인 치밀한 내부구조를 보여주고 있다. 반면 900°C 열처리 섬유는 장축의 길이가 약 160  $\mu$ m, 단축의 길이가 약 60  $\mu$ m, 1200°C 열처리 섬유는 장축의 길이가 170  $\mu$ m, 단축의 길이가 70  $\mu$ m로 90°C 열처리 섬유와 비교하여 대략 40%의 수축율을 나타내었다. 하지만 장축대 단축의 비는 약 0.4로 열처리 전과 후에 일정하였다. 건조섬유와 열처리 섬유 모두 원형노즐을 통하여 방사되었지만 단면의 형태는 원형이 아닌 타원형임을 알 수 있었다. Sakka<sup>11)</sup>에 의하면 SiO<sub>2</sub> 섬유의 경우 노즐의 모양이나 rod의 모양은 섬유의 단면에 영

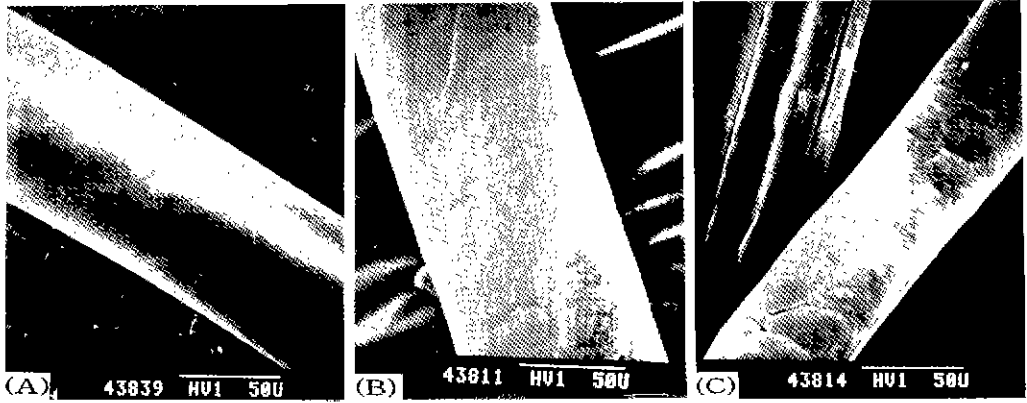


Fig. 6. SEM photographs of alumina fibers heat-treated at (A) 90°C, (B) 900°C and (C) 1200°C.

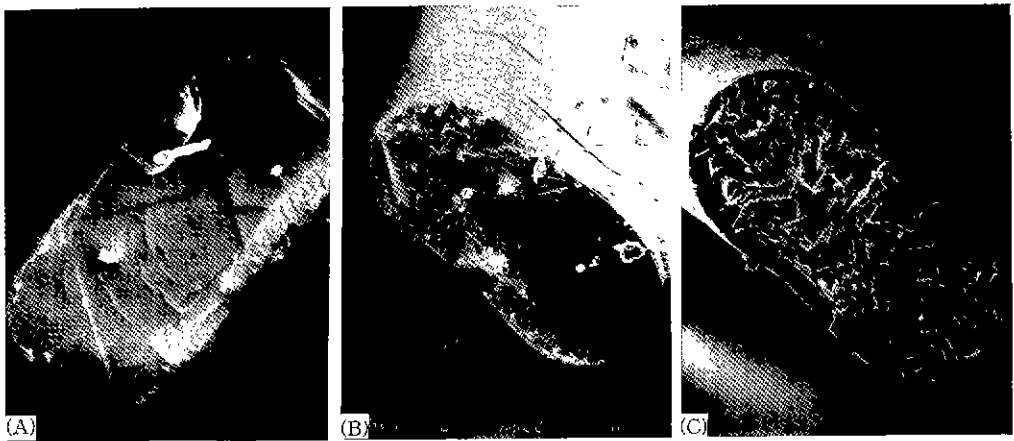


Fig. 7. SEM photographs of fracture surface of alumina fibers heat-treated at (A) 90°C, (B) 900°C and (C) 1200°C.

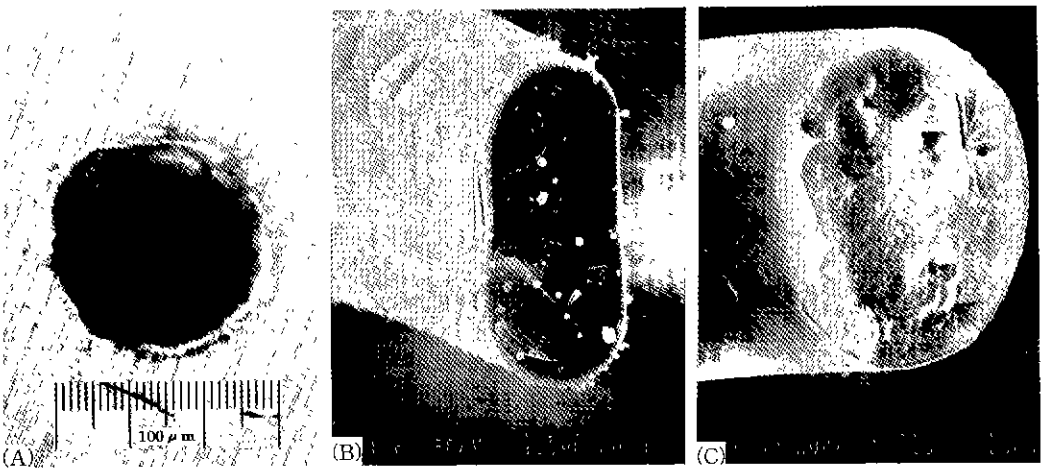


Fig. 8. (A) Optical micrograph of extrusion nozzle and SEM photographs of alumina fibers spun from (B) TEA complexed and (C) EAA complexed.

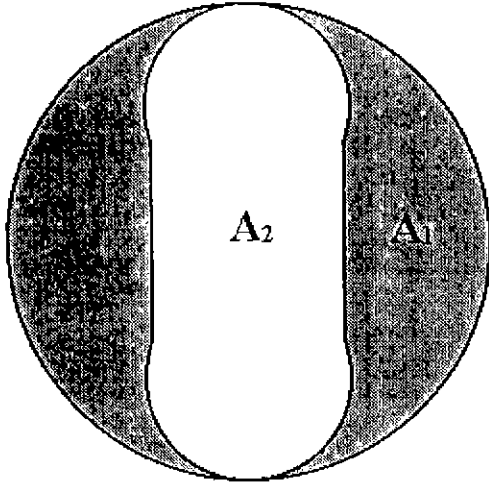


Fig. 9. Model used for calculation of the cross section of the fiber.

A<sub>1</sub>: the area calculated by the major diameter.  
A<sub>2</sub>: real cross-sectional area of a fiber.

향을 주지 못하며, 섬유의 인상점도 역시 섬유의 굵기에 영향을 줄 뿐 단면의 모양에는 영향을 주지 못한다고 하였다. 다만 40% 이상의 수축을 나타내는 조성의 섬유만이 원형의 단면을 나타낸다고 보고하였다. Fig. 8에 착화제로서 EAA(ethylacetoacetate)를 사용하여 같은 원형 노즐을 통하여 제조된 섬유와 TEA 섬유의 단면을 비교하였다<sup>7)</sup>. 이로부터 섬유의 단면모양이 노즐의 모양에 의해 결정되지 않는다는 사실을 확인할 수 있었다.

3.6. 섬유의 인장강도

섬유의 인장강도를 측정하기 위해서는 섬유의 직경을 측정하여야 한다. 하지만 섬유의 단면이 원형이 아니기 때문에 직접적으로 직경을 측정할 수는 없다. 본 실험에서는 Fig. 9의 모델로부터 섬유가 원형단면을 갖는다는 가정하에 real area(A<sub>2</sub>)의 단면적을 가지는 반경을 구하여 섬유의 직경으로 삼았다. 측정된 섬유의 A<sub>2</sub>/A<sub>1</sub>는 모두 약 0.46 정도이었다.

섬유의 인장강도는 다음과 같이 계산하였다<sup>15)</sup>.

$$T = F/A$$

여기에서 T: tensile strength (Pa)

F: force to failure (N)

A: average filament area (m<sup>2</sup>)

Table 2. The Tensile Strength and Diameter of Alumina Fiber.

Heat treatment temp.	Diameter (μm)	Tensile strength (Pa)
room temp.	95	1.7 × 10 <sup>7</sup>
900°C	53	2.1 × 10 <sup>8</sup>
1200°C	60	1.4 × 10 <sup>8</sup>

열처리 온도에 따른 섬유의 직경과 인장강도 값은 Table 2에 나타낸 바와 같이 900°C 열처리의 경우 2.1 × 10<sup>8</sup> Pa의 강도값을 가졌다. 다결정질 섬유의 강도는 미세구조에 크게 의존한다<sup>16)</sup>. 또한 미세구조에 영향을 주는 인자로서는 기공, 결합 그리고 결정립크기(crystallite size)가 미세구조에 크게 영향을 준다. 섬유의 강도와 직경과의 관계는 다음과 같다.

$$\sigma_m = x \times \tau_m / d$$

여기에서 σ<sub>m</sub>, the ultimate strength of the fiber

d: fiber diameter

x: fiber strength

τ<sub>m</sub>: the shear strength of the matrix

이 관계로부터 섬유의 직경과 강도는 서로 반비례함을 알 수 있다. 따라서 섬유의 직경을 줄임으로써 강도를 향상시킬 수 있다. 본 실험에서 제조된 섬유의 인장강도 역시 사용한 노즐의 크기를 줄여 섬유의 직경을 더 작게 하여 인장강도의 향상을 기대할 수 있다.

4. 결 론

알루미늄 알콕사이드와 TEA에 의한 착체알콕사이드의 가수분해 및 중축합반응을 통하여 제조된 줄을 분석하고, 이로부터 제조된 섬유의 특성을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 착화제로서 TEA를 사용하였을 경우 섬유방사에 가장 적합한 줄의 조성은 TEA 0.5몰, H<sub>2</sub>O 3몰이었으며, 줄분석결과 TEA가 알콕사이드의 전구체에 결합되어 있음을 알 수 있었다.
2. 본 실험에서 원형노즐을 통해 제조된 섬유의 단면은 타원형이었으며 다른 조성의 섬유의 단면과 비교한 결과 섬유의 단면이 노즐에 의해 결정되지 않는다는 사실을 알 수 있었다.
3. 제조된 섬유의 직경은 겔섬유의 경우 약 100 μm,

열처리 섬유는 약 60  $\mu\text{m}$ 이고 열처리시의 수축률은 40% 정도였다. 또한 강도는 900°C 열처리한 경우  $2.1 \times 10^8$  Pa이었으며 섬유의 직경을 감소시켜 강도향상을 기대할 수 있다.

### 감사의 글

본 연구는 1994년도 교육부 신소재분야 연구지원(Ministry of Education Research Fund for Advanced Materials in 1994)에 의해 이루어졌음.

### REFERENCES

1. P. Bracke, H. Schurmans and J. Verhoest, "Inorganic Fibers and Composite Materials," Pergamon Press, New York (1984).
2. Lisa C. Klein, "Sol-Gel Technology for Thin Films, Fibers, Preforms, and Speciality Shapes," *Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey*, 140-197 (1988).
3. 최용수, 이종혁, 이해육, 김창은, "졸겔법에 의한 알루미늄 섬유 제조-(I) 유동학적 특성분석," *한국요업학회지*, **32**(1), 17-24 (1995).
4. M.W. Colby, A. OSAKA and J.D. Mackenzie, *J Non-Cryst. Solids*, **82**, 37-41 (1986).
5. T. MAKI and S. SAKKA, "Preparation of Alumina Fiber by Sol-Gel Method," *J. Non-Cryst. Solids*, **100**, 303-308 (1988).
6. R.C. Mehrota and R.K. Mehrota, "Derivatives of Aluminium with Mono-, Di- and Tri-ethanolamines," *J. Indian. Chem. Soc.*, **39**(10), 677-682 (1962).
7. 이해육, "졸겔법으로 합성한 알루미늄 착체종의 특성과 알루미늄 라막 및 섬유의 제조," 박사학위논문, 연세대학교대학원, 1993.
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. R.W. Adams, R.L. Martin and G. Winter, *Aust. J. Chem.*, **20**, 773 (1967).
10. E. Lukenvices, L. Liberts and M.G. Voronkov, *Russian Chem. Revs.*, **39**, 953 (1970).
11. R.C. Mehrota and P. Bajaj, *J. Organometal. Chem.*, **24**, 611 (1970).
12. Michael D. Sacks, Tseung Yuen Tseng and Soo Young Lee, "Thermal Decomposition of Spherical Hydrated Basic Aluminum Sulfate," *Ceramic Bulletin*, **63**(2), 301-310 (1984).
13. V.A. Chtverokova, Mater. Nauk. Konf. Aspir, Rostovna-Donu Gos. Univ., 7th, 8th, 293 (1967); *Chem. Abstr.*, **71**, 12397 (1969).
14. S. SAKKA, "Fibers from the Sol-Gel Process," Sol-Gel technology for thin films, fiber, preforms, electronics, and specialty shapes, 130-159 (1987).
15. Roberto dal Maschio, Marco Filipponi, Gian D. Soraru, and Giovanni Carturan, "Tensile Strength of SiO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> Fibers Prepared by the Sol-Gel Methode," *Ceramic Bull.*, **71**(2), 204-207 (1992).
16. W.L. Lachman, and J.P. Sterry, *Chemical Eng. Progr.*, **58**(10), 37-41 (1962).