

Aluminum salt로부터 제조된 Alumina sol의 점도와 방사성

송기창, 강용*
건양대학교 화학공학과, 충남대학교 화학공학과*

Viscosity and Spinnability of Alumina Sols Prepared from Alumium Salts

Ki Chang Song, Yong Kang*
Department of Chemical Engineering, konyang University
Department of Chemical Engineering, Chungnam National University*

서론

Alumina섬유는 내열성이 우수하며, 고강도, 고탄성을 등의 뛰어난 기계적 물성을 보이며, 플라스틱이나 금속과의 접착성이 우수하므로 ACM(Advanced Composite Material)용 섬유로서 각광을 받고 있다. Alumina섬유는 현재 장섬유와 단섬유의 형태로 생산되고 있는데, 장섬유는 주로 FRM, FRP등의 복합재료의 보강재로서 또한 단섬유는 고온단열재로 사용되고 있다.

Alumina의 용점은 약 2040℃이며, 이때 이 용액의 점도는 약 50CP로 낮기 때문에[1], 유기고분자 섬유처럼 용융방사에 의해 직접 alumina섬유를 얻을 수는 없다. 이 때문에 Sol-Gel법, Unidirectional freezing법, 단결정인상법 등의 다양한 제조방법이 제시되어져 왔으며 이들중 alumina섬유의 제조에는 보편적으로 Sol-Gel법이 많이 사용되고 있다. 이 방법은 aluminum alkoxide나 aluminum salt와 같은 출발물질을 용액상에서 가수분해 및 중축합반응을 진행시켜 방사성이 있는 sol을 만들어 이 sol을 적당한 방법으로 방사하여 겔섬유를 만든후 비교적 낮은 온도에서 소결시켜 alumina섬유를 제조하는 방법이다[2].

Sol-Gel법에 의해 alumina섬유를 제조하는 공정에서 출발물질로서 aluminum alkoxide와 aluminum salt를 고려할수 있는데, aluminum alkoxide를 이용하는 방법은 제조공정이 복잡하며 alkoxide의 가격이 고가인 점에서 쉽게 실용화될수 있는 공정이 아니다[3]. 따라서 본 논문에서는 출발물질로서 가격이 저렴한 aluminum salt를 사용하여 alumina섬유를 제조하는 방법을 검토하고자 한다. 이때 출발물질인 aluminum salt수용액에 첨가되는 Al분말의 양을 변화시켜 여러 조성의 alumina sol을 제조해 각 sol의 방사성여부를 조사하고, 방사성을 보이는 용액과 그렇지 못한 용액의 유변학적 특성차이를 비교하였다.

실험

1. Alumina sol의 합성

출발물질인 aluminum salt로서 염화알루미늄($AlCl_3 \cdot 6H_2O$)과 질산알루미늄($Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$)을 사용하였다. 먼저 일정몰수의 aluminum salt를 100℃로 유지된 증류수에 녹여 1M(mol/dm³)농도의 용액을 만든 후 일정몰수의 Al분말을 조금씩 첨가하면서 교반시켜 가수분해를 시켰다. 그후 이 용액을 100℃의 온도에서 5시

간동안 환류시켜 alumina sol을 제조하였다. 이렇게 제조된 sol을 60℃로 유지되는 건조기에 넣어 개방상태로 숙성시킴에 의해 중축합반응을 진행시켰으며, 숙성중인 sol을 일정시간마다 채취해 점도 및 방사성을 측정하였다.

2. 용액의 점도 측정

용액의 점도는 coaxial cylinder viscometer(Haake, model VT500)를 사용해 20℃의 정온하에서 측정하였다. 용액의 전단응력(shear rate)에 따른 점도변화를 나타내는 흐름곡선(flow curve)은 전단응력을 0부터 최대값까지 1분동안 증가시켰다가 즉시 0까지 같은 시간에 감소시킴에 의해 측정하였다.

3. 용액의 방사성 측정

용액의 방사성은 지경 8mm의 유리봉을 용액에 넣었다가 손으로 유리봉을 끌어올릴때 섬유가 인상되는지의 여부로 결정하였다.

결과 및 고찰

Aluminum salt수용액에 Al분말을 첨가하여 90℃이상의 온도에서 환류하에서 반응을 시키면 가수분해 반응에 의해 알루미늄 고분자종을 형성한다고 알려져있다. 일정시간 환류후에 생성된 alumina sol은 알루미늄 고분자종이 성장하여 얻어진 섬유상 모양의 입자들이 수용액 중에 분산되어 있는 콜로이드계이며, 환류중에 aluminum salt수용액에 첨가된 Al분말의 양에 의해 섬유상 입자들의 크기 및 형상이 달라지게 된다. 또한 alumina sol은 건조기내에서 숙성됨에 따라 용액의 물의 증발과 섬유상입자들의 성장으로 인해 용액의 점도가 상승, 일정점에서 방사성을 나타내게 된다. 이때 모든 조성의 출발용액이 반드시 방사성을 나타내는 것은 아니며 합성된 용액의 조성이 섬유를 방사하기에 적합하여야 한다.

Fig.1은 일정농도의 $AlCl_3$ 수용액에 첨가된 Al분말의 물비를 변화시키면서 여러조성의 용액들을 제조해, 이 용액들의 숙성시간 경과에 따른 점도변화를 나타낸 그림이다. 대부분의 용액의 점도는 초기에는 완만히 증가하다가 일정시간 경과후 급격한 점도 증가를 보이는데, 이는 숙성과정중에 용액내의 물이 증발되어 농축됨에 따라 용액내의 입자들 사이의 van der Waals인력에 의한 응집이 일어나 용액의 점도증가를 초래했기 때문이다. 위의 용액중 Al분말/ $AlCl_3$ 물비 2-5의 용액에서만 350-3000P의 점도영역에서 유리봉을 이용하여 직경 10-100 μ m의 겔섬유를 인출할 수 있었으며, 이보다 Al분말이 많거나 혹은 적게 첨가된 용액에서는 섬유인출이 불가능하였다. 또한 이 그림을 통해 $AlCl_3$ 수용액에 용해된 Al분말의 양이 많을수록 용액의 겔화시간이 짧아짐을 알 수 있다. 한편 Al분말이 전혀 첨가되지 않은 용액에서는 섬유상의 입자들이 생성되지 못했으므로 용액내의 물의 증발에 따른 입자들의 응집현상이 일어나지 않아 시간에 따른 점도변화가 완만하였으며 전혀 방사성을 나타내지 못했다.

Fig.1에서 방사성을 보였던 용액과 그렇지 못한 용액의 유변학적 특성의 차이점을 조사하기 위해, $AlCl_3$ 용액에 첨가되는 Al분말의 양을 변화시켜 제조된 용액들의 여러 숙성시간에 있어서의 전단속도와 점도와의 관계를 나타내는 흐름

곡선을 Fig. 2로 도시하였다. Fig. 2(a)의 Al분말/ AlCl_3 몰비 3의 조건으로 제조되어 방사성을 보였던 용액의 흐름곡선을 살펴보면 섬유인상이 가능한 점도영역인 350-3000P의 높은 점도에서도 전단속도 변화에 따라 점도가 변하지 않는 뉴턴유체의 거동을 보여주는 반면, Fig. 2(b)의 Al분말/ AlCl_3 몰비 5.4로 과량의 Al분말이 첨가된 용액에서는 방사성을 판단하는데 중요한 영역인 점도 1000-3000P의 영역에서 일정한 전단속도에서 시간에 따라 점도가 감소하는 thixotropic 거동을 보였으며, 용액은 전혀 방사성을 보여주지 못했다.

참고문헌

1. Blomquist, R. A. : Am. Ceram. Soc. Bull., 57, 552(1978).
2. Heach, L. L. and Ulrich, D. R. : "Ultrastructure Processing of Ceramics, Glasses and Composites", Wiley-Interscience, New York(1984).
3. Horikiri, S., Abe, Y. and Tachikawa, N. : Jpn. Pat. 7655429(1976).

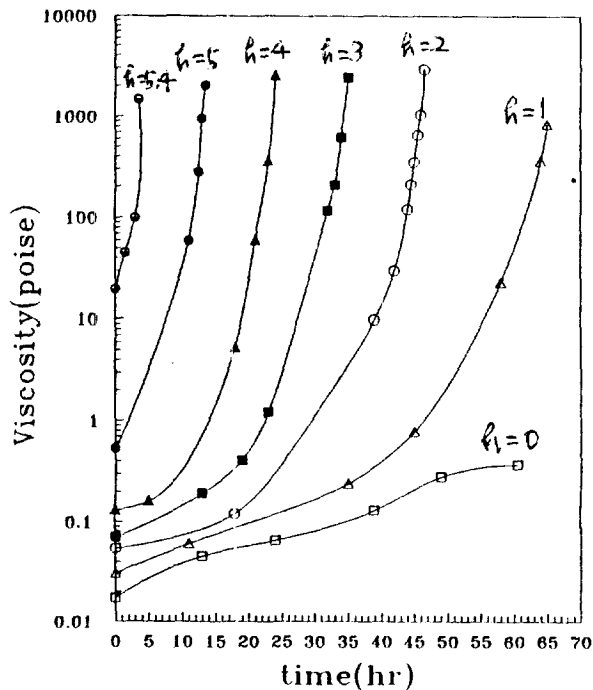


Figure 1. Viscosity of alumina sols with various Al powder/ AlCl_3 molar ratios(h) as a function of aging time. Viscosity was measured at shear rate of 10 sec-1.

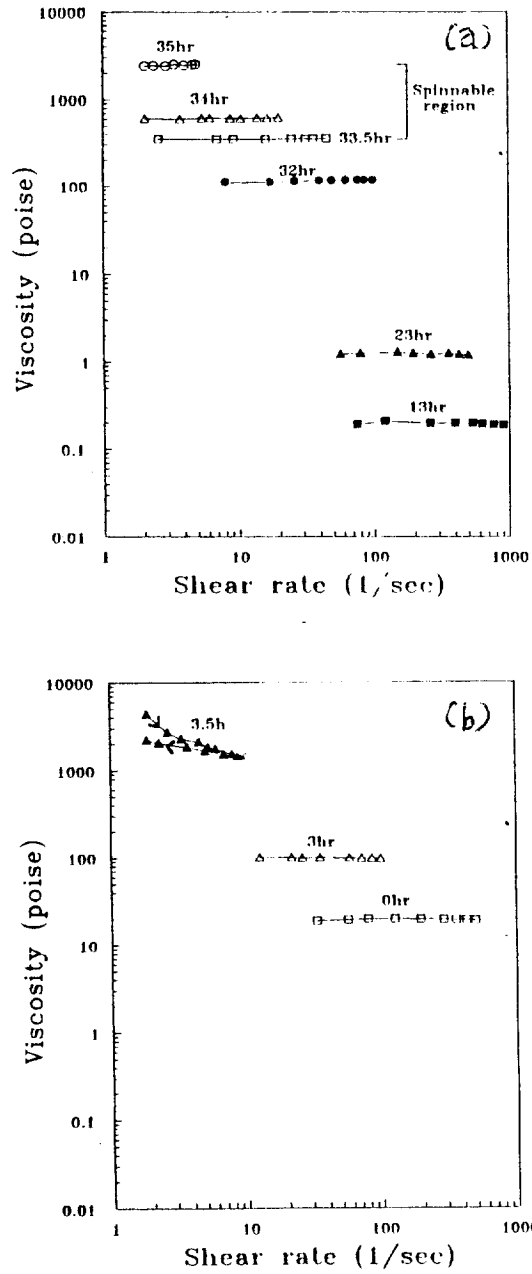


Figure 2. Viscosity measured at various shear rates in the alumina sols with compositions of
 a) Al powder/ AlCl_3 molar ratio of 3 and
 b) Al powder/ AlCl_3 molar ratio of 5.4.