

## 솔-젤법에 의한 석영유리의 제조

### II. 초임계 건조 및 소결

임재곤 · 고영표 · 이건홍 · 이시우\*

포항공과대학 화학공학과, 산업과학기술연구소 이공연구부(\*신소재연구부)  
(1992년 5월 22일 접수, 1992년 10월 12일 채택)

## Manufacture of Silica Glass by Sol-Gel Process

### II. Supercritical Drying and Sintering

Jae-Gon Lim, Yung-Pyo Koh, Kun-Hong Lee and Shi-Woo Rhee\*

Dept. of Chem. Eng., POSTECH and Science and Engineering Division  
(\*New Materials Division), RIST

(Received 22 May 1992; accepted 12 October 1992)

### 요 약

2단계 sonogel공정에 의하여 제조된 젤을 초임계 건조하여 에어로젤을 만들고 이것을 소결하여 석영유리를 제조하였으며, 젤의 미세구조와 공정변수들 간의 상호관계들을 조사하였다. 초임계 건조의 용매로는 에탄올을 사용하였으며, 조임조건은 300°C, 1500 psi로 고정하였다. 소결은 150°C, 300°C, 400°C, 600°C, 900°C 및 1100°C 에서 등온을 유지하며 진행하였으며, 분위기 가스로는 질소(<300°C), 산소(300°C-600°C) 및 헬륨(>600°C)를 사용하였다. 초임계 건조에는 약 8시간, 소결에는 약 17시간이 소요되었다. 에탄올을 사용한 초임계 건조는 젤의 표면을 소수성으로 만들어 물의 흡착을 최소화함으로써 소결에 유리하였다. 너무 높은 초임계 건조온도는 입자의 수축을 가져와 오히려 소결에 불리하므로, 최적 초임계 건조온도가 존재하였다. 소결시 발생하는 부풀음을 방지하기 위해서는 150°C에서 수분을 충분히 제거해 주어야 하였다. 소결시 젤의 부피 변화는 1070°C까지는 완만하였으며, 1100°C에서 급격히 기공이 닫히며 소결이 완결되었다. 초임계 건조가 불완전하거나, 낮은 pH에서 제조된 젤은 소결에 의하여 결정이 생기는 것을 관찰하였다. 초임계 건조를 채택한 경우에는 wet젤의 구조가 소결의 조건에 큰 영향을 주었다.

**Abstract**—Aerogels were manufactured by supercritical drying of the wet gel which was made using 2-step sonogel process and silica glass was obtained by sintering of these aerogels. Effect of the microstructure of aerogels on process variables was investigated. Ethanol was chosen as a supercritical drying solvent, and the operating condition was set to 300°C and 1500 psi. Sintering was performed with isothermal stages at 150°C, 300°C, 400°C, 600°C, 900°C and 1100°C, and gaseous atmosphere was changed from nitrogen(<300°C) to oxygen(300-600°C) and helium(>600°C). It took about 8 hours in supercritical drying, and 17 hours in sintering. Supercritical drying with ethanol made the surface of aerogels hydrophobic, resulting in minimum adsorption of water on the surface. Since reduction of particles occurred due to high temperature during supercritical drying, optimum supercritical drying temperature must exist. Long isothermal stage at 150°C eliminated bloating of sintered sample. The volume of aerogels reduced slowly up to 1070°C, but the pores were closed suddenly at 1100°C. Incomplete supercritical drying and low gelation pH produced crystals in sintering. The structure of wet gel had strong effect on the sintering conditions.

## 1. 서 론

금속 알콕사이드의 가수분해와 중합반응에 의하여 생성된 wet젤은 다공성 구조를 가지며, 액상의 용매가 젤의 공극을 채우고 있다. 최종 제품을 얻기 위해서는 wet젤로부터 용매를 제거하여야 하며, 이 때 발생하는 균열이 솔-젤 공정의 실용화를 가로막는 가장 큰 장애물이다[1]. 젤의 건조시 균열이 발생하는 원인은 기공의 벽에 작용하는 응력(stress)의 불균형 때문이며[2], 이의 근본 원인은 용매의 증발이 일어나는 기-액 계면에서의 표면장력의 존재이다.

젤의 균열을 방지하기 위하여 고안된 방법들은 크게 3가지로 구분할 수 있다. 첫째는 젤의 기공들의 크기를 균일하게 만들어 응력의 불균형을 시정하는 방법이며, 건조조절화첨가제(Drying Control Chemical Additives, 이하 DCCA)의 사용이 그 예이다[3]. 둘째는 불균형한 응력에 견딜 수 있는 강한 젤을 제조하는 방법이며, 숙성(aging)과정을 통하여 견고한 젤을 만들거나[4], 초음파를 사용한 2단계 솔-젤 공정을 활용한다[5]. 셋째는 기-액 계면이 생기지 않게 하여 표면장력의 발생을 근본적으로 방지하는 것이며, 초임계 건조가 이에 해당된다. 초임계 건조된 젤을 에어로젤(aerogel)이라 부르며, 초저밀도, 큰 표면적 등의 독특한 물성으로 인하여 다양한 응용 가능성을 가지고 있다[6].

건조된 젤은 소결을 통하여 최종 제품인 석영유리가 된다. 젤의 소결에서는 온도의 상승에 따라서 먼저 물리적으로 흡착되었던 수분이 제거되고, 그후 미반응 유기물의 연소반응이 일어난 후, 1000℃ 이상에서 점성류(viscous flow)에 의하여 소결이 완결된다[7]. 소결이 완결되는 온도는 젤의 기공이 작을수록 낮아지게 되나, 기공이 너무 작으면 잔류 유기물이 제거되기 전에 기공이 닫히게 되어 부풀음(bloating)이 일어나게 된다[8].

본 논문은 2편으로 구성된 연구 결과의 후반부에 해당되며, 전반부[5]에서 제조된 젤을 초임계 건조하여 에어로젤을 제조하고, 이 에어로젤을 소결하여 석영유리를 만드는 실험을 다루었다. 초임계 건조 및 소결은 에너지를 많이 소비하는 공정이므로, 전체 석영유리 제조 공정의 경제성을 좌우하게 된다. 본 연구에서는 젤의 미세구조와 거시적인 공정변수와의 관계를 중점적으로 고찰하였다.

## 2. 실험

2단계 sonogel 공정을 채택하고, 전 논문[5]에서 얻어진 조건하에서 wet젤을 제조한 후, 이 젤을 가압용기(HIP, Model No. GC5)에 넣고 에탄올로 가득 채운 후

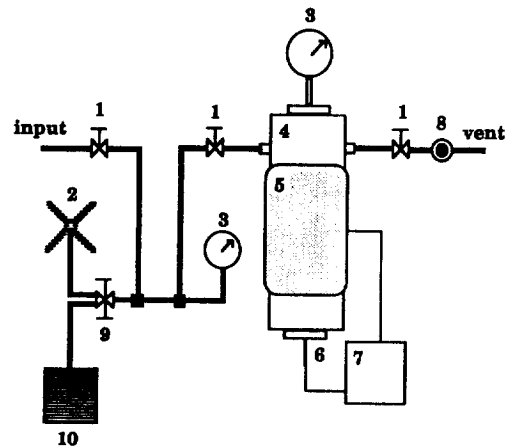


Fig. 1. Schematic diagram of supercritical drying apparatus.

- |                           |                            |
|---------------------------|----------------------------|
| 1. Valves                 | 6. Thermocouple            |
| 2. Pressurizing hand pump | 7. Temperature controller  |
| 3. Pressure gauge         | 8. Back pressure regulator |
| 4. Autoclave              | 9. 3-Way valve             |
| 5. Heating element        | 10. Reservoir              |

밀폐하였다. 액체 펌프(Haskel, Model No. DSTV-150)를 사용하여 가압용기에 에탄올을 추가로 공급하다가 역압 조정기(Sargent Welch, Model No. 54-2121T24)에서 에탄올이 흘러나오기 시작할 때 출력의 밸브를 닫아주었다. 그후 역압조정기의 지정 압력을 에탄올의 임계압력 이상으로(본 실험에서는 1500 psi) 맞추고 출력의 밸브를 열어준 다음, 액체펌프를 사용하여 계속 가압하였다. 압력이 1500 psi에 도달하면 등압가온하여 에탄올의 임계온도 이상이(본 실험에서는 300℃) 되도록 하였다. 젤의 기공 안의 물을 완전히 제거하기 위하여 초임계 상태를(300℃, 1500 psi) 유지하면서 에탄올로 충분히 세척한 후 액체펌프를 작동 중지시켰다. 역압 조정기의 지정 압력을 상압으로 조절하고 등온감압에 의하여 가압용기 안의 에탄올을 모두 제거하고 상온까지 냉각하였다. 질소가스를 가압용기에 흘려 보내어 반응기 속의 에탄올을 모두 제거한 후 가압용기를 열고 에어로젤을 회수하였다. Fig. 1은 초임계 건조장치의 개략도이다.

에어로젤은 관형소결로(Lindberg, Model No. 55347)를 사용하여 소결하였다. 에어로젤을 보우트에 담아서 소결로의 석영관 안으로 밀어 넣은 후 석영관을 밀폐하였다. 기체 건조기(Altec, Model No. qc178)를 통하여 질소가스를 200 ml/min 이상으로 흘려주었으며, 출력에서 가스가 나오는 것이 확인된 후 미리 프로그램된

온도제어기를 작동하였다. 온도가 300℃가 되면 질소 가스를 잠그고 산소를 공급하였으며, 600℃부터는 헬륨가스로 바꾸어 주었다. 온도가 1100℃에 이르러 소결이 완결되면 다시 질소가스로 바꾸어 주었으며, 실온까지 서서히 감온한 후 소결된 젤을 소결로에서 회수하였다.

에어로젤 및 소결된 젤은 SEM(Cambridge Instruments, Sterocan 250M3)을 이용하여 파단면의 미세구조를 보았으며, 수은 기공측정기(Carlo Erva Instruments, Macropores 120)를 사용하여 기공크기분포 및 밀도를 측정하였다. 성분분석에는 FT-IR(Bruker IFS 45)을 사용하였으며, 열분석은 DTA(Perkin-Elmer, Model No. 1700)를 사용하여 수행하였다. 소결된 젤의 비정질 여부는 XRD(Rigaku, RAD-3C)를 사용하여 판단하였다.

### 3. 결과 및 고찰

초임계 건조에는 다양한 추출 용매를 사용할 수 있으며, 젤의 구성물질 및 구조, 그리고 최종제품의 특성에 따라서 추출용매를 선택하여야 한다. 본 연구에서는 TEOS-C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH-H<sub>2</sub>O계를 대상으로 하므로, 대상이 되는 추출용매로는 H<sub>2</sub>O, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH, CO<sub>2</sub> 및 프레온 등을 고려할 수 있다.

H<sub>2</sub>O를 추출용매로 사용하는 경우, 불순물의 유입을 방지할 수 있는 장점이 있으나, 임계온도 및 임계압력이 너무 높아서 공정의 경제성이 저하되는 약점이 있다. 또한 초임계상태의 물은 실리카의 용해도가 크므로 실리카의 그물구조가 파괴되기도 한다[9]. 한편, CO<sub>2</sub>는 가격이 저렴하고, 임계온도 및 임계압력이 낮아서 최적의 용매라고 생각되나, 본 실험에서와 같이 물이 존재할 경우에는 액-액 계면을 형성하여 추출의 효율이 떨어지게 되어 긴 추출시간을 필요로 하게 된다[10]. 뿐만 아니라, 액-액 계면의 형성은 표면장력을 발생시키므로 균열없는 건조젤을 얻기 힘들게 된다. CO<sub>2</sub>와 H<sub>2</sub>O의 공통용매인 아밀아세테이트를 넣어 주면 액-액 계면의 형성을 피할 수 있으나, 고순도의 석영유리의 제조에서는 공통용매도 불순물에 해당되므로 이의 사용을 고려하지 않았다. 프레온은 CO<sub>2</sub>보다 장점이 더 많으나, 오존층 파괴를 일으키는 물질이므로 본 연구에서는 고려하지 않았다.

초임계추출 용매로 에탄올을 사용할 경우에는 알킬기의 과다 존재로 인하여 가수분해의 역반응인 에스테르화 반응이 일어나서 젤의 표면이 알콕시기로 치환된다. 이는 건조된 젤이 소수성(hydrophobic)이 됨을 의미하며, 초임계 건조후 추가의 수분흡착이 최소화되는 장점이 있다[11]. 반면에 H<sub>2</sub>O나 CO<sub>2</sub>를 사용하였을 경

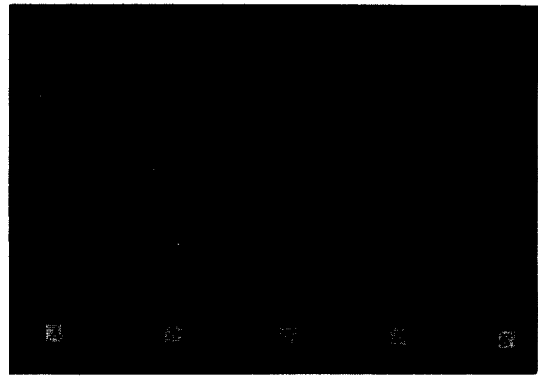


Fig. 2. Effect of temperature on supercritical drying.  
(A) 260℃, (B) 280℃, (C) 300℃, (D) 350℃, (E) 400℃

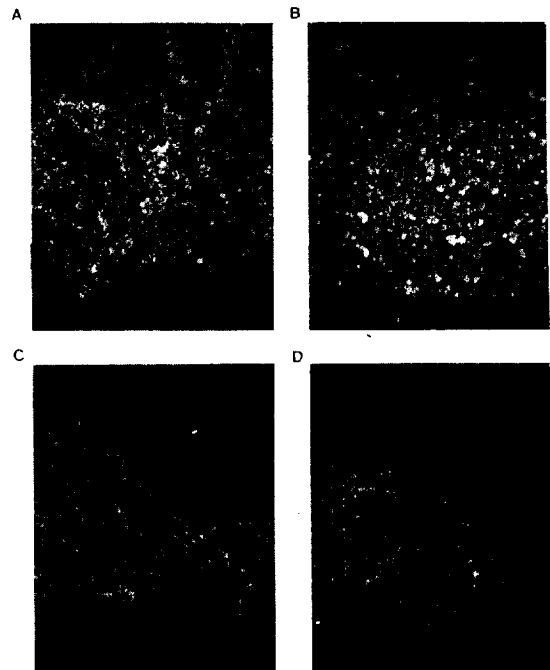


Fig. 3. Effect of supercritical drying temperature on the microstructure of gels.

(A) 260℃, (B) 280℃, (C) 300℃, (D) 400℃

우에는 젤의 표면이 친수성(hydrophilic)이 되어 소결시 장시간에 걸친 수분제거 단계를 필요로 하게 된다. 따라서, 본 연구에서는 에탄올을 추출용매로 선택하여 초임계 건조를 하였다.

초임계 건조의 초임조건중 가장 중요한 것은 초임계 건조온도이다[12]. Fig. 2는 초임계 건조온도가 에어로젤 형성에 주는 영향을 나타낸 것이며, 에탄올의 임계

Table 1. Structural properties of aerogel and xerogel

	Aerogel	Xerogel
Bulk density(g/cm <sup>3</sup> )	0.29	1.61
Aver. pore radius(Å)	630	62
Total porosity(%)	60.59	6.98
Linear shrinkage(%)	<3	>30

온도인 240℃ 보다 훨씬 높은 온도인 300℃ 이상에서만 균열이 없는 에어로젤을 얻을 수 있었다. 이는 기공속에 잔류하고 있는 물의 존재로 인하여 물의 임계점과 에탄올의 임계점을 연결하는 임계계적(critical locus) 위에 임계점이 존재하기 때문이다.

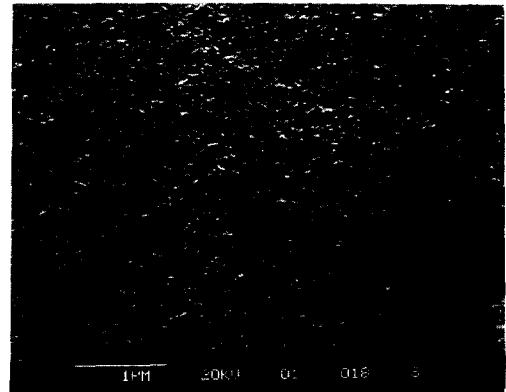
Fig. 3은 초임계 건조의 조업온도에 따른 에어로젤의 미세구조 변화를 나타내고 있다. 기-액 계면을 완전히 우회하지 못하여 균열이 생긴 260℃ 및 280℃의 샘플은 미세구조가 상당한 차이를 보이고 있으나, 균열없는 에어로젤의 제조에 성공하였던 300℃ 및 400℃의 샘플들은 유사한 미세구조를 가지고 있었다. 따라서 젤의 미세구조 변화의 주 원인은 기-액 계면에서의 표면장력으로 인한 모세관 힘이며, 임계점 이상에서는 조업 온도에 따라서 미세구조가 크게 변화하지 않음을 알 수 있다.

한편, 초임계 건조온도의 상승에 따라서 입자의 크기가 줄어들고, 평균기공의 크기 및 공극률은 증가함은 수은 기공분포 실험에서 관찰되었다[1]. 이는 젤의 구조를 유지하면서 입자가 수축되었기 때문이며, 입자의 수축은 소결공정에서 수분과 잔류유기물의 제거를 더디게 한다. 따라서 높은 초임계 건조온도가 항상 유리한 것은 아니며, 본 실험에서는 300℃, 1500 psi를 조업조건으로 선택하였다. 에탄올을 용매로 사용하고 선택된 조업조건에 의하여 에어로젤을 제조하는데에는 약 8시간이 소요되었다.

증발에 의하여 wet젤을 건조할 때에는 균열이 생기기 쉽다. 균열을 방지하기 위해서는 표면장력이 작은 용매를 선택하거나, DCCA를 사용하여 기공의 크기를 균일하게 함으로써 기공벽에 작용하는 응력의 불균형을 제거해 준다[13, 14]. 그러나, 이러한 방법들은 수일-수개월의 긴 건조시간이 필요하고[15, 16], DCCA가 불순물로 작용하여 소결시 균열과 결정화의 원인이 되기도 한다. 본 연구에서는 에어로젤과 비교하기 위한 목적으로 증발건조에 의한 젤을 제조하였다.

Table 1은 동일한 조건(가수분해 pH=2.7, 중합 pH=4.7, H<sub>2</sub>O/TEOS몰비=10, 젤화온도=50℃, 초음파에너지=500 J/ml)에서 제조된 에어로젤과 xerogel의 구조 특성치들을 나타내고 있다. 에어로젤은 xerogel에 비하여 평균기공 크기 및 공극률이 매우 크며, 밀도는 상

A



B

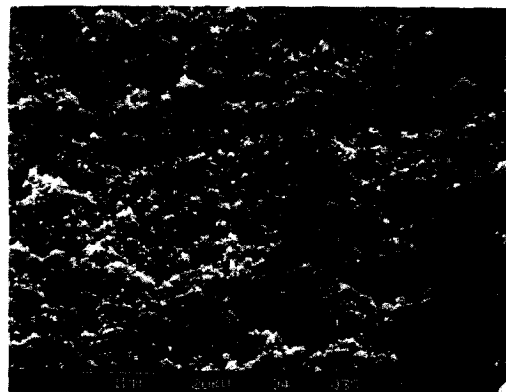


Fig. 4. Effect of supercritical drying on the microstructures of gels.

(A) xerogel, (B) aerogel

대적으로 낮게 떨어졌다. 또한, 초임계 건조공정에서는 젤의 수축없이 용매가 제거되므로 100 Å 이상의 거대기공이 대부분을 이루고 있었으며, xerogel은 표면장력에 의한 기공의 수축으로 인하여 100 Å 이하의 미세기공의 분포가 더 많았다[1]. Fig. 4는 에어로젤과 xerogel의 미세구조 사진이며, 미세구조의 차이가 분명하게 관찰되었다.

에어로젤과 xerogel은 표면의 화학적 특성이 다름을 Fig. 5의 FT-IR분석 결과에서 알 수 있다. 에어로젤에서는 OH 피크가 작으며, xerogel에서는 관찰되지 않았던 C-H 피크도 나타났다. 이는 과량의 에탄올에 의한 에스테르화 반응의 결과라고 생각되며, 소수성의 표면은 수분의 흡착을 최소화하므로 소결에 유리하게 된다. 이는 Fig. 6의 DTA분석에서도 확인되었으며, xerogel의 경우 흡착된 물로 인하여 100℃ 부근에서 흡열 피크가 나타났다.

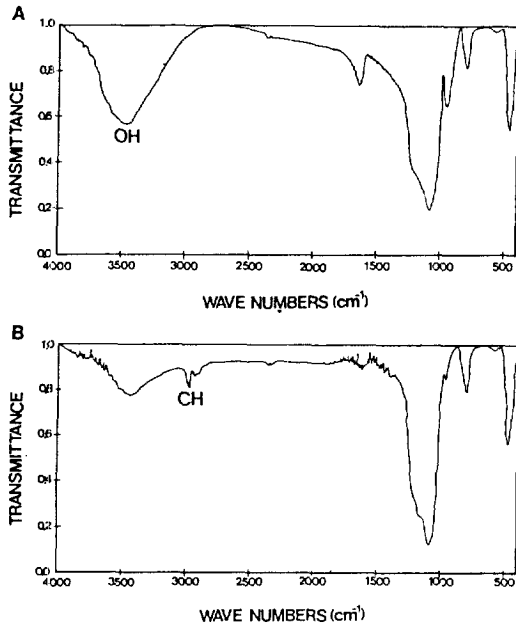


Fig. 5. Effect of supercritical drying on the chemical compositions of gels.  
(A) xerogel, (B) aerogel

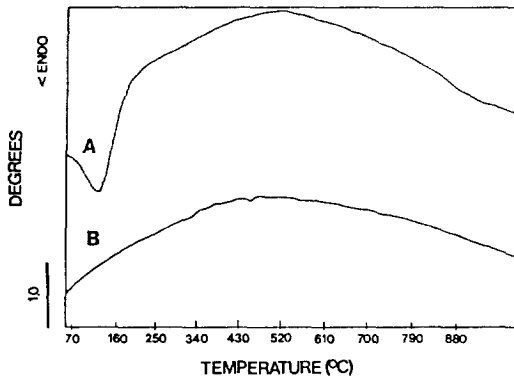


Fig. 6. Effect of supercritical drying on the surfaces of gels.  
(A) xerogel, (B) aerogel

에어로젤은 소결공정을 거쳐 최종 제품인 유리로 변화한다. 소결공정에서 문제가 되는 것은 균열과 부풀음이며, 이는 각 온도에서 주로 진행되는 반응을 파악하여 등온소결 온도와 시간, 승온속도, 사용 기체의 종류 등을 조절함으로써 해결할 수 있다. 온도에 따라서 젤의 내부에서 진행되는 반응들로는, 150°C 부근에서는 기공에 물리적으로 흡착되었던 물이 제거되고, 300-600°C에서는 미반응 유기물의 연소반응이 일어나며, 900°C

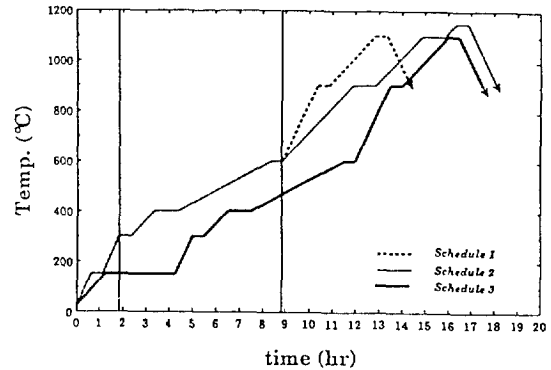


Fig. 7. Temperature programs for sintering of gels.

(A) schedule 1, (B) schedule 2, (C) schedule 3

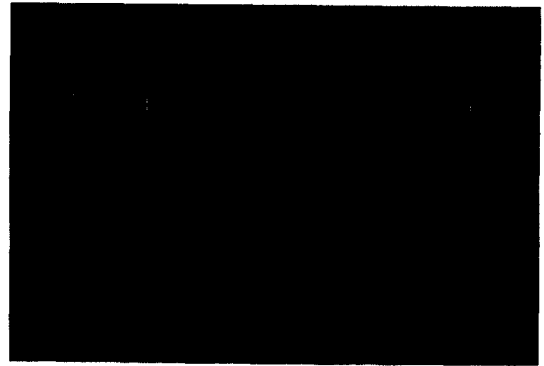


Fig. 8. Volume change of gels during sintering.

(A) 25°C, (B) 300°C, (C) 600°C, (D) 900°C, (E) 1000°C, (F) 1070°C, (G) 1100°C

부근에서는 중합반응에 의하여 생성된 수분이 증발한 후, 최종적으로 1100°C 부근에서 점성소결(viscous sintering)에 의하여 소결이 완결된다[17]. 본 연구에서는 150°C, 300°C, 400°C, 600°C, 900°C 및 1100°C에서 등온을 유지하며 소결하였으며, 분위기 가스로는 질소(<300°C), 산소(300-600°C) 및 헬륨(>600°C)를 사용하여 각 온도에서 일어나는 반응이 완결되도록 하였다. Fig. 7에 3가지의 소결 실험계획을 나타내었다.

Fig. 9는 본 연구에서 시도한 3가지 소결실험의 결과이며, 계획 3만이 부풀음이 없는 소결에 성공하였다. 계획 1과 계획 3의 차이는 150°C에서의 등온유지시간으로, 각각 30분과 3시간이었으며, 계획 1에 의해 소결된 젤은 부풀음이 심하게 일어났다. 한편 계획 2는 150°C에서의 등온유지시간을 30분으로 하고 600°C 이상에서의 열처리 시간을 길게 잡아준 것으로, 계획 1보다는 나은 결과를 얻었으나 부풀음 현상을 방지할 수는 없었다. 따라서, 소결시 부풀음을 방지하기 위해서는 150°C에서



Fig. 9. Sintered gels from different sintering schedules.  
(A) schedule 1, (B) schedule 2, (C) schedule 3

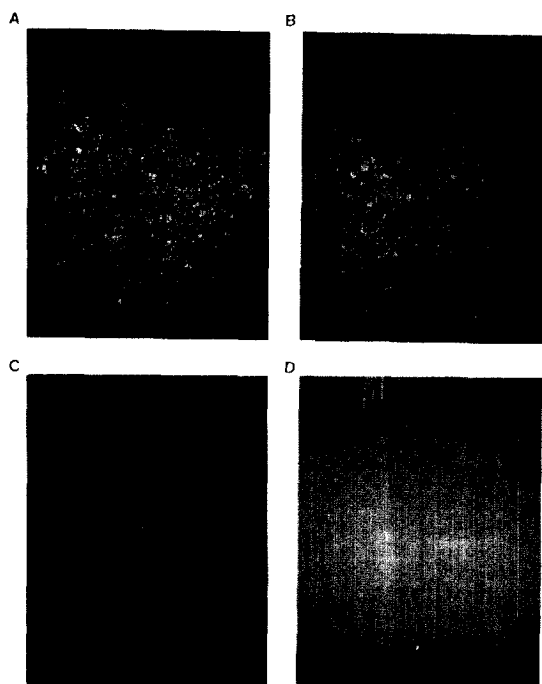


Fig. 10. Microstructure evolution during sintering.  
(A) 300°C, (B) 600°C, (C) 1070°C, (D) 1100°C

수분의 제거를 충분히 할 필요가 있음을 알 수 있었다.

계획 3에 의한 총 소결시간은 16시간 30분으로, 이는 기존 소결공정의 40-80시간[18, 19]에 비하여 상당히 짧았다. 이는 소결에 사용된 젤이 2단계 sonogel-공정에 의하여 고른 기공분포를 가지고 있으며, 초임계 건조에 의하여 큰 기공분포를 가져 수분과 잔류유기물의 제거가 용이하기 때문으로 생각된다.

Fig. 8은 계획 3에 의한 소결공정시 각 온도에서의 젤

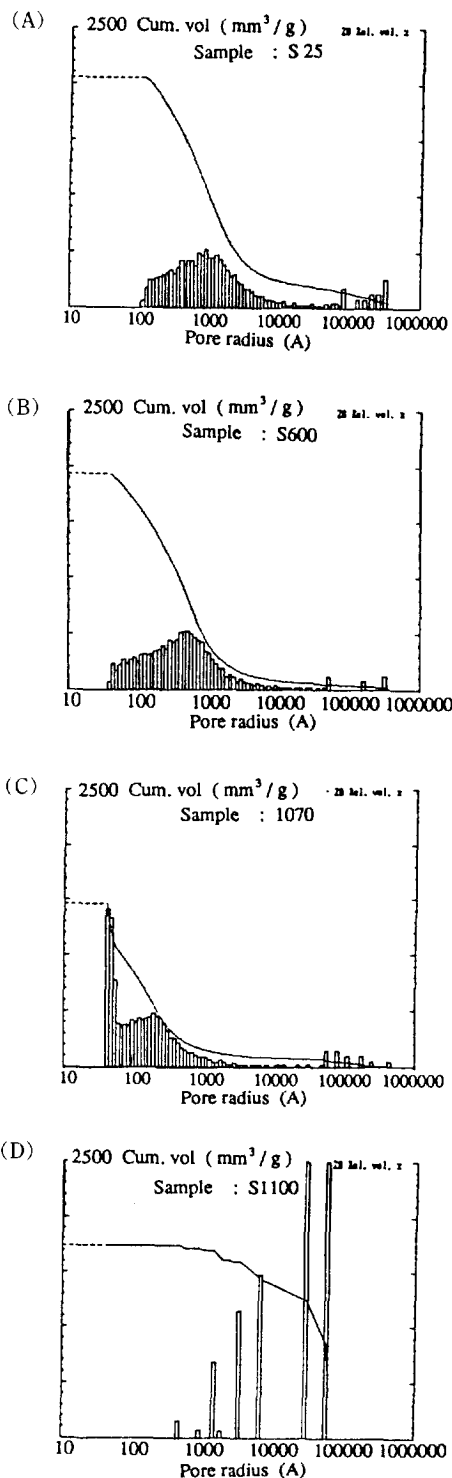


Fig. 11. Variation of pore size distribution during sintering.

(A) 25°C, (B) 600°C, (C) 1070°C, (D) 1100°C



Fig. 12. Effect of aerogel conditions on sintered gels.  
(A) complete extraction, (B) cracked aerogel,  
(C) incomplete extraction

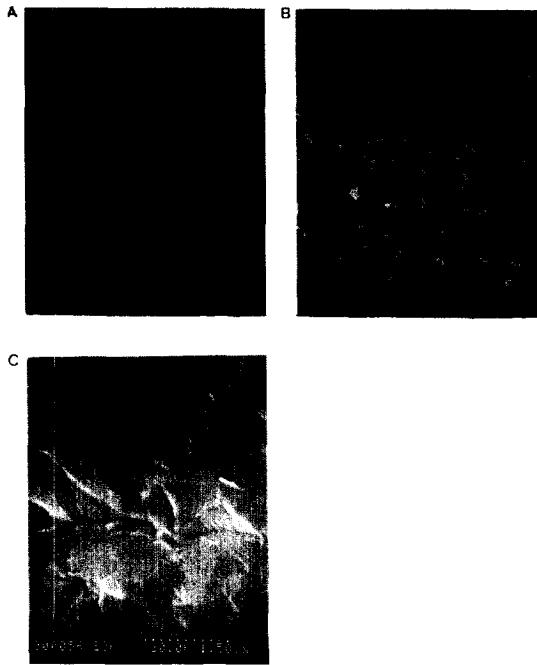


Fig. 13. Effect of aerogel conditions on the microstructures of sintered gels.  
(A) complete extraction, (B) cracked aerogel,  
(C) incomplete extraction

의 부피변화를 보여주고 있으며, 1070℃까지는 수축이 매우 완만하나, 1070-1100℃에서 급격한 수축이 일어나서 투명한 유리가 됨을 알 수 있다. 실리카의 연화점 (softening point)이 1650℃이고, 현재 상업화되어 있는 기상가수분해법도 연화점에 근접한 온도에서 소결이 완결된다는 점을 감안할 때, 젤로부터 유리를 제조하는

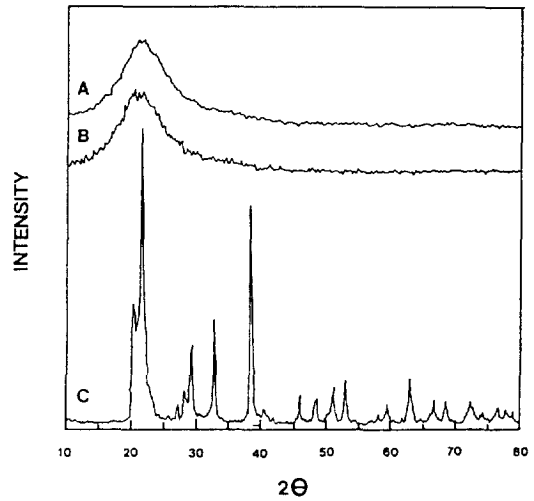


Fig. 14. Effect of aerogel conditions on the crystallinity of sintered gels.  
(A) complete extraction, (B) cracked aerogel,  
(C) incomplete extraction

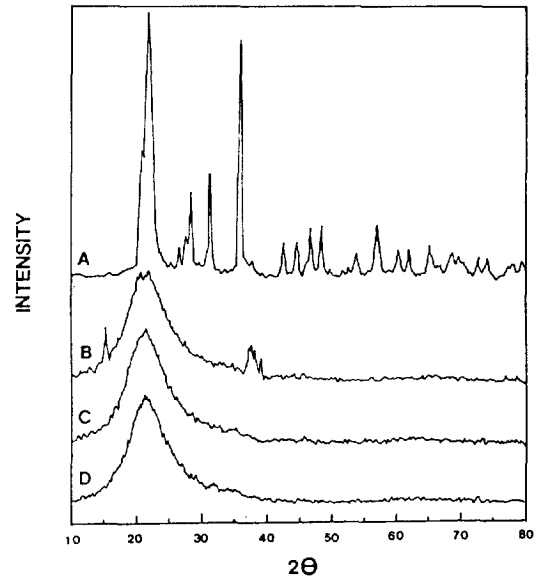


Fig. 15. Effect of gelation conditions on sintered gels.  
(A) pH: 1.05, (B) pH: 2.0, (C) pH: 3.57, (D) pH: 5.44

것은 에너지 절감의 효과가 매우 크다고 할 수 있다. Fig. 10은 소결 진행에 따른 미세구조 변화이며, 온도의 증가에 따른 입자의 성장과 기공의 감소를 관찰할 수 있다. Fig. 11은 온도의 증가에 따라서 기공분포가 변화하는 것을 보여주고 있으며, Fig. 14로부터 소결된 젤이

비정질임을 알 수 있었다.

최적의 소결조건은 에어로젤의 구조에 따라서 달라질 수 있다. Fig. 12는 3가지 다른 에어로젤을 계획 3으로 소결해 본 결과이며, 완전한 초임계 건조가 성공적인 소결의 전제조건임을 알 수 있다. Fig. 13 및 14는 이 3가지 샘플의 미세구조를 살펴본 것이며, 초임계 건조가 불완전한 경우에는 결정이 생성됨을 확인하였다.

초임계 건조는 wet젤의 구조를 그대로 보존할 수 있으므로, 초임계 건조를 채택한 경우에는 wet젤의 형성조건이 소결에 큰 영향을 미치게 된다. Fig. 15는 pH가 다른 조건에서 얻어진 2단계 sonogel들을 본 연구에서 얻어진 최적 건조조건 및 최적 소결조건을 사용하여 제조한 유리의 XRD 분석 결과이다. 낮은 pH에서 형성된 젤은 소결에 의하여 결정화가 진행됨을 볼 수 있으며, 이는 wet젤의 구조와 성분이 pH에 따라서 큰 차이를 보이기 때문으로 생각된다[20, 21].

#### 4. 결 론

본 연구는 긴 공정시간으로 인한 솔-젤 공정의 저 생산성과 비 경제성을 극복하는 새로운 공정개발을 목적으로 하였다. 긴 공정시간의 원인은 긴 젤화시간, 긴 건조시간, 긴 소결시간 등이며, 젤화시간을 줄이기 위한 시도는 전 논문[5]에서 이미 다루었다. 본 연구에서는 기-액 계면의 형성을 근본적으로 방지하는 초임계 건조공정을 채택하여, 표면장력에 의한 균열없이 젤의 건조를 하였으며 건조공정시간을 8시간으로 단축할 수 있었다. 에탄올을 용매로 사용한 초임계 건조의 결과로 얻어진 에어로젤은 기공이 크고 표면이 소수성이어서 소결공정시간의 단축에 유리하였다. 소결공정은 온도의 상승에 따라서 분위기 가스를 질소, 산소 및 헬륨으로 바꾸어 주었으며, 기존의 소결시간의 절반이하로 공정시간을 단축할 수 있었으며, 현재 상업화되어 있는 기상 가수분해공정보다 500°C 이상 낮은 온도에서 소결이 완결되었다. 이는 젤의 소결에서 나타나는 일반적인 경향이다[22]. 소결공정에서 가장 문제가 되는 것은 부풀음이며, 150°C에서 수분을 충분히 제거하면 이를 방지할 수 있음을 알아 내었다.

광섬유나 포토마스크에 사용되는 석영유리는 OH기의 농도가 수십 ppb까지 내려가야 한다. 이러한 고순도의 석영유리를 얻기 위해서는 증류에 의한 원료의 정제 및 염소가스를 사용한 소결[23] 등이 필요하다. 본 연구에서는 확립한 "2단계 sonogel-초임계 건조-소결"의 공정과 이들 고순도 제품을 얻기 위한 방법들을 결합하면 경제성이 높은 신공정이 개발될 것으로 생각된다.

#### 감 사

이 연구를 지원하여 주신 한국과학재단(과제번호: 911-1008-012-2) 및 산업과학기술연구소에 감사드립니다.

#### 참고문헌

1. 고영표: 석사논문, 포항공과대학, 포항, Korea(1992).
2. Zarzycki, J., Prassas, M. and Phalippou, J.: *J. Mat. Sci.*, **17**, 3371(1982).
3. Hench, L. L. and Ulrich, D. R. ed.: "Science of Ceramic Chemical Processing", John Wiley & Sons, New York, p. 52(1986).
4. Mizuno, T., Nagata, H. and Manabe, S.: *J. Non-Cryst. Solids*, **100**, 236(1988).
5. 임재곤, 고영표, 이건홍, 이시우: "솔-젤법에 의한 석영유리의 제조. I. 초음파를 이용한 젤의 제조", 화학공학, 심사중.
6. 이건홍, 이시우, 김춘호, 서항석: 에너지 R & D, **13**, 197(1991).
7. Onorato, P. I. K. and Su, S. R.: *Am. Ceram. Bull.*, **64**, 1342(1985).
8. Brinker, C. J., Clark, D. E. and Ulrich, D. R. ed.: "Better Ceramics through Chemistry II", North-Holland, New York, p. 237(1986).
9. Kennedy, G. C.: *Econ. Geol.*, **45**, 629(1950).
10. Fricke, J. ed.: "Aerogels", Springer-Verlag, Berlin, p. 57(1986).
11. Iura, J. and Kawaguchi, T.: *Revue de Physique Appliquee*, **24**, 53(1989).
12. Laudish, R. A. and Johnson, D. W. Jr.: *J. Non-Cryst. Solids*, **79**, 155(1986).
13. Brinker, C. J., Clark, D. E. and Ulrich, D. R. ed.: "Better Ceramics through Chemistry", North-Holland, New York, p. 47(1986).
14. Brinker, C. J., Clark, D. E. and Ulrich, D. R. ed.: "Better Ceramics through Chemistry", North-Holland, New York, p. 71(1986).
15. Paulaitis, M. E., Penninger, J. M. L., Gray, R. D. Jr. and Davidson, P. ed.: "Chemical Engineering at Supercritical Fluid Conditions", Ann Arbor Science, Ann Arbor, p. 445(1983).
16. Boonstra, A. H. and Baken, J. M. E.: *J. Non-Cryst. Solids*, **109**, 1(1989).
17. Hench, L. L. and Ulrich, D. R. ed.: "Ultrastructure Processing of Ceramics, Glasses, and Composites", John Wiley & Sons, New York, p. 70(1984).



18. Ruvo Jr., E. C., Bellinetti, H. L. and Aegerter, M. A.: *J. Non-Cryst. Solids*, **121**, 244(1990).
19. Kawaguchi, T., Hishikura, H., Iura, J. and Kokubu, Y.: *J. Non-Cryst. Solids*, **63**, 61(1984).
20. Brinker, C. J. and Scherer, G. W.: "Sol-Gel Science", Academic Press, Boston, p. 518(1990).
21. Yamane, M., Inoue, S. and Yasumori, A.: *J. Non-Cryst. Solids*, **63**, 13(1984).
22. Klein, L. C. ed.: "Sol-Gel Technology for Thin Films, Fibers, Preforms, Electronics, and Specialty Shapes", Noyes Publications, Park Ridge, p. 247 (1988).
23. Aksay, I. A., Dabbs, D. M. and Sarikaya, M.: *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 2343(1991).