

Aluminum Isopropoxide 의 加水分解法에 의한 高純度 α - Al_2O_3 의 製造

백 행남 · 이명기 · 곽중협 · 서태수

한국화학연구소 무기화학부

(1989년 4월 6일 접수)

Preparation of High Purity Alumina by Alkoxide Process

Hang Nam Paik, Myoung Kie Lee, Chung Heop Kwak and Tae Soo Suh

Inorganic Chemistry Division, Korea Research Institute of Chemical Technology

(Received April 6, 1989)

요 약

Aluminum isopropoxide 를 과량의 2-프로판올 존재하에서 과량의 물로 가수분해하면, 가수분해 온도와 숙성온도에 관계없이 boehmite 가 형성되고, 또한 화학당량적인 물로 가수분해하면 pseudo-boehmite 가, 그보다 적은 양의 물로 가수분해하면 amorphous boehmite 가 형성되었다. Boehmite, pseudo-boehmite, amorphous boehmite 를 각각 1250°C, 1200°C, 1150°C에서 1시간씩 하소하여, 평균입자경 0.3 μ m 의 α - Al_2O_3 를 얻을 수 있었다. θ - Al_2O_3 에서 α - Al_2O_3 로 전이되는 과정에서 입자경이 크게 감소함을 관찰할 수 있었으며, 제품 α - Al_2O_3 는 입자경이 비교적 균일하고 구형이며, 순도는 99.9% 이상이었다.

ABSTRACT

Hydrolysis of aluminum isopropoxide with excess water in the presence of excess isopropyl alcohol resulted in the formation of boehmite in independence of temperature of hydrolysis and aging. Stoichiometric and substoichiometric amount of water hydrolyzed aluminum isopropoxide to pseudo-boehmite and amorphous one, respectively. α - Al_2O_3 with 0.3 μ m in median size was produced by calcination of boehmite, pseudo-boehmite and amorphous boehmite at 1250°C, 1200°C, and 1150°C for one hour, respectively. Significant reduction in particle size was found during transition from θ - Al_2O_3 to α - Al_2O_3 . α - Al_2O_3 produced in this study was relatively uniform spherical and its purity was found to be over 99.9%.

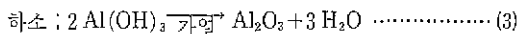
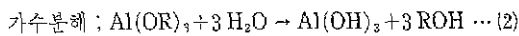
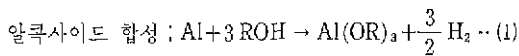
1. 서 론

순도 99.9% 이상의 알루미늄은 고순도뿐만 아니라, 통상 평균입자경 1 μ m 이하의 미분체로서 소결하기쉬운 특성을 갖고 있으며, 특히 고순도 알루미늄으로 분류되고 있다. 고순도 알루미늄의 제조법으로는 암모늄 명반 열분해

법, 암모늄 알루미늄 탄산염 열분해법, 알루미늄 알콕사이드 가수분해법, 알루미늄의 수증 arc 방전법등이 고안되어 있다. 이중 알루미늄 알콕사이드의 가수분해 또는 열분해를 이용한 제조법은 고순도이고 균일한 입자경을 가진 분체를 얻을 수 있고, 공침에 의한 복합산화물의 합성 및 일정량의 불순물 첨가가 가능하며, 다른 방법에 비하

어 저온하에서 결정성 분체를 합성할 수 있는 등의 장점을 지니고 있다¹⁾. 따라서, 알루미늄 알콕사이드 가수분해법은 고순도 알루미늄 분체제조에 적합하고^{2,3)}, 알루미늄이외의 세라믹소재, 예를 들면 ZrO_2 , $BaTiO_3$, $SrTiO_3$ 등의 합성에도 응용할 수 있어⁴⁾, 그 기술적 파급효과가 매우 크다.

Aluminum isopropoxide의 가수분해법은, 금속 알루미늄과 알코올로부터 알루미늄 알콕사이드를 합성하고, 이를 가수분해하여 분리한 후, 하소하는 공정으로 구성되어 있다. 각 공정에 따른 반응식은 다음과 같다¹⁾.



식 (1)은 발열반응이므로, 한번 온도를 올려서 반응이 시작되면 이후에는 거의 자발적으로 진행된다. 이 반응의 촉매로는 일반적으로 HgCl_2 혹은 I_2 가 사용되고 있다.

식 (2)에서는, 온도등 가수분해의 조건 및 방법에 따라 생성되는 수산화알루미늄의 결정구조나 입자경이 미묘하게 영향을 받아, bayerite, gibbsite, boehmite 등이 생긴다. 한 예로서, Yoidas⁵⁾는 과량의 물을 잘 교환하면서 알콕사이드를 첨가하는 방법으로 반응을 수행하였는데, 물의 온도가 80°C일 때는 boehmite가, 20°C일 때는 amorphous monohydroxide가 생성되고, 이를 속성시키면 80°C 이하에서는 bayerite로, 80°C 이상에서는 boehmite로의 전이가 이루어지지만, 이러한 전이도 순수 알코올내에서는 이루어지지 않는다고 보고한 바 있다.

한편, 가수분해에 의하여 생성된 수산화알루미늄은 미립 슬러리 상태이므로 건조시에 응집하기 쉽고, 또한 하소시 반응성의 향상등으로 인하여 알루미늄 결정의 입자성장을 초래할 우려가 있다. 따라서, 순도레벨의 확보뿐만 아니라, 소결성이 좋고 품질이 안정한 분체를 얻기 위해서는 상당한 주의가 필요할 것으로 사료된다.

본 연구에서는, 금속 알루미늄과 2-프로판올을 반응시켜 금속 알콕사이드의 일종인 aluminum isopropoxide를 실험적으로 합성하여 국산화할 수 있는지를 알아 보았다. 또한 합성한 알콕사이드로부터 Yoidas⁵⁾가 보고한 가수분해 방법에 의거하여 알루미늄 미분체를 제조한 후, 그 특성을 조사하였다.

2. 실험 방법

2.1. Aluminium Isopropoxide의 합성

Aluminum isopropoxide는 다음과 같이 Young 등⁶⁾이 시행한 방법에 의하여 합성했다. 즉, 1 l 들이 밀이 둥근 플라스크에 충분히 건조된 2-프로판올 300 ml (235 g, 3.91 mole), HgCl_2 0.5 g (2 mole)을 주입했다. 공기중의 수분을 차단할 수 있도록 염화칼슘을 채운 관이 장착된 환류냉각기를 설치한 후, 상술한 혼합물을 가열 망타기로 가열하였다. 용액이 비등하기 시작하면 냉각기를 통해 CCl_4 (Al과 건조 알코올간의 반응에 대한 촉매) 2 ml를 첨가하고 계속 가열하였다. 반응 혼합물이 회색으로 변하면서 수소발생이 격렬해지면 가열을 멈추고, 반응이 어느 정도 완화된 후 모든 금속이 다 반응할 때까지 혼합물을 환류시켰다. 반응이 끝난 혼합용액은 흑색을 띠었다. 미반응 상태로 남은 2-프로판올은 증류·제거한 후, 감압하에서 재증류하여 195 g의 aluminum isopropoxide를 얻었다.

합성된 aluminum isopropoxide의 확인은, 질소 분위기 하에서 핵자기공명분광(NMR)의 스펙트럼을 얻어 문헌과 비교하여 실시했다. 이 aluminum isopropoxide는 과냉각되는 정도가 매우 커서, 상온에서 약 2일 경과한 후 고화되었다.

합성된 aluminum isopropoxide를 더욱 순수화할 목적으로 재결정하였다. 즉, 2-프로판올 200 ml에 aluminum isopropoxide 150 g을 첨가하고, 65~70°C에서 가열하여 완전히 용해한 후, 48시간 정도 방치해 두면 투명한 결정이 생성된다. 이 결정을 질소 분위기하에서 여과하여, 진공상태에서 충분히 건조한 다음 이하의 실험에 사용했다.

2.2. Aluminum Isopropoxide의 가수분해

Aluminum isopropoxide의 가수분해는 고온(80°C)과 저온(10°C)에서 각각 다음과 같이 수행하였다. 단, 가수분해 용기는 1 l 들이 3구 플라스크에 질소 도입관을 장착하여 사용했다. 또한 각 투입구에는 온도계, 환류냉각기, 가수분해수-혼합액 유입관을 장착시켰다.

2-프로판올(i-PrOH) 400 ml에 aluminum isopropoxide 40 g (0.2 mole)을 첨가하여 질소 분위기하에서 용해시킨 후, 기름 증탕 또는 물-일일 증탕을 이용하여 필요한 온도를 유지하였다. Aluminum isopropoxid의 칭량은 질소를 통과시킨 건조 상자내에서 시행하였으며, 가수분해 직전까지 질소 분위기를 유지하여 공기중의 수분에 의

Table 1 Conditions of Hydrolysis and Aging

Sample Conditions	A-1	A-2	A-3	A-4	A-5	A-6
Al(OCH(CH ₃) ₂) ₃ (mole)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
(CH ₃) ₂ CHOH (l)	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
H ₂ O + C ₃ H ₇ OH (ml)	25+100	25+100	25+100	25+100	10.8+43.2	3.6+14.4
Temperature of hydrolysis (°C)	80	80	10	10	80	80
Temperature of aging (°C)	-	70	-	25	-	-

※ Each sample was aged for 48 hours.

한 가수분해를 억제하였다. 상술한 용액을 잘 교반하면서 H₂O/i-PrOH=25 ml (1.4 mole)/100 ml 비율의 혼합액을 미소량 주입기를 사용, 1.5 ml/min의 속도로 적가하여 가수분해시켰다. 이때 백색의 가수분해 생성물을 관찰할 수 있었다.

가수분해 생성물중 일부는 바로 여과하고, 나머지는 2일간 숙성시켰다. 숙성온도는 고온의 경우 70°C, 저온의 경우 실온(25°C)이었으며, 가수분해 및 숙성조건을 Table 1에 정리하였다.

이상의 가수분해 생성물들을 110°C에서 24시간 건조한 후, 건조기내에서 실온으로 냉각시켜 X-선 회절분석, 입도분석, 시차열분석등의 시료로 사용하였다.

2. 3. 가수분해 생성물의 하소

가수분해 생성물 15g을 백금 도가니에 넣어 백금덮개를 씌운 다음 1100°C, 1150°C, 1200°C, 1250°C에서 각각 1시간씩 하소하였다.

한편, 하소 알루미늄에 대해서는 화학조성 분석, X-선 회절분석, 입도분석, 시차열분석, 전자현미경 관찰등을 행하였다.

3. 결과 및 고찰

3. 1. Aluminum Isopropoxide 의 합성

Fig.1은 합성된 화합물을 실온 및 질소 분위기하에서 CDCl₃를 용매로 하여 촬영한 ¹H-NMR 스펙트럼이며, 이는 Bradley⁷⁾가 발표한 데이터와 일치한다. 이 사실로부

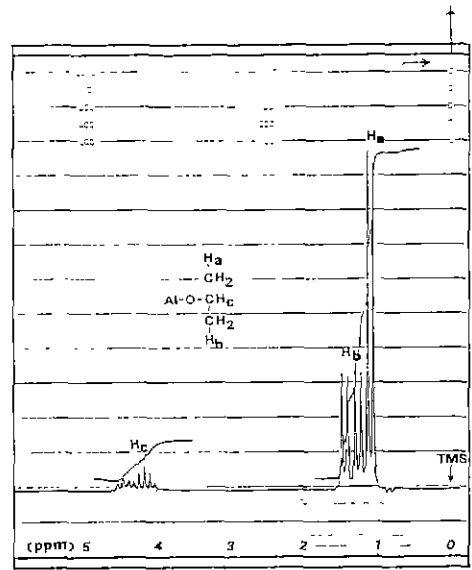
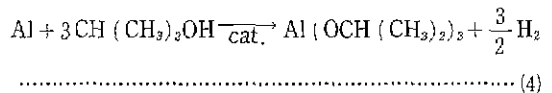


Fig.1. Proton NMR spectrum of aluminum isopropoxide in CDCl₃ under nitrogen at room temperature.

터 합성된 물질이 aluminum isopropoxide임을 확인할 수 있었다.

한편, 금속 알루미늄 27g을 반응시켜 최종적으로 aluminum isopropoxide 195g을 얻었다.



$$\left\{ \begin{array}{l} Al \text{ 1 mole} = 27 \text{ g} \\ Al(OCH(CH_3)_2)_3 \text{ 1 mole} = 204.3 \text{ g} \end{array} \right\}$$

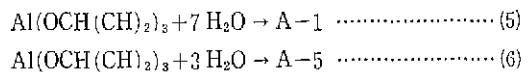
$$\therefore \frac{195.0}{204.3} \times 100 = 95.4(\%)$$

실험결과 수율은 95.4%이었다.

3. 2. Aluminum Isopropoxide 의 가수분해

3. 2. 1. 가수분해 생성물의 X-선 회절

제 1장에서 언급된 바와 같이 가수분해를 수행하는 조건에 따라 그 생성물의 결정구조 및 입도분포가 크게 영향을 받는다. 본 연구에서는 물의 양을 조절한 다음의 세 가지 경우로 가수분해하여 결과를 비교·고찰했다(Table 1 참조).



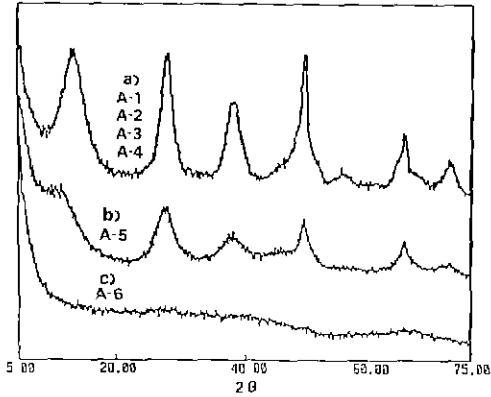


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of hydrolyzed products.

(a) $\text{Al}(\text{OCH}(\text{CH}_3)_2)_3 + 7 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Boehmite} (\text{AlO}(\text{OH}))$ (b) $\text{Al}(\text{OCH}(\text{CH}_3)_2)_3 + 3 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Pseudo-boehmite}$ (c) $\text{Al}(\text{OCH}(\text{CH}_3)_2)_3 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Amorphous boehmite}$

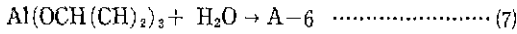


Fig. 2는 상기 조건에서 수행한 각 가수분해 생성물로부터 얻은 X-선 회절그림이다. 과량의 물로 가수분해하여 얻은 시료 A-1의 X-선 회절양식은 boehmite와 일치하며, 물의 양이 줄어 알콕사이드와 물의 몰비가 1:3(A-5)이 되면 boehmite의 회절선이 약해지고, 몰비가 1:1(A-6)의 경우에는 무정형이 되었다. 한편, 일정량의 시료 A-1과 A-6을 여러 비율로 혼합하여 X-선 회절그림을 얻어, Fig. 2 b)와 비교해 본 결과 일치되는 것이 없었다.

이상의 사실로부터 시료 A-5는 boehmite와 무정형의 혼합물이 아니라, 단일 결정성을 가진 새로운 형태의 boehmite라고 추정되는데, 이와같은 모형의 물질을 pseudo-boehmite라고 보고된 바 있다.⁸⁾ 따라서 aluminum isopropoxide를 과량의 2-프로판올 존재하에서 가수분해할 때, 가수분해수가 감소함에 따라 boehmite, pseudo-boehmite, amorphous boehmite가 생성됨을 알 수 있다.

한편, 80°C에서 가수분해한 다음 이를 70°C에서 48시간 숙성시킨 시료(A-2), 10°C에서 가수분해한 시료(A-3)와 이를 실온에서 48시간 숙성시킨 시료(A-4)에서 얻은 X-선 회절그림은, Fig. 2 a)와 동일한 양식을 보여주었다. 이 결과로부터 aluminum isopropoxide를 과량의 2-프로판올 존재하에서 가수분해하면, 가수분해 온도와 숙

성온도에 관계없이 boehmite가 생성됨을 알 수 있었다.

Aluminum isopropoxide를 과량의 물(몰비 1:200)로 가수분해했을 때의 생성물 및 숙성에 의한 생성물의 변화에 관해서는 Yoldas의 보고⁹⁾가 있다. Yoldas에 의하면, 가수분해 온도 80°C에서는 boehmite가, 20°C에서는 amorphous $\text{AlO}(\text{OH})$ 가 생성되는데, 이 amorphous $\text{AlO}(\text{OH})$ 는 숙성온도 80°C 이상에서는 boehmite, 그 이하에서는 bayerite로 전이된다고 했다. 그러나 이러한 전이도 알코올 존재하에서는 잘 일어나지 않으며, 특히 순수 알코올중에서는 거의 일어나지 않음을 결론 짓고있다.

본 연구결과에 의하면, 10°C에서의 가수분해에서도 boehmite가 생성되었으나, 실온에서 48시간 숙성했을 경우 bayerite는 생성되지 않았다. 가수분해 반응에 임해서는 과량의 2-프로판올을 사용하였는 바, 여기서 bayerite가 생성되지 않은 한가지 이유로서, 고농도의 알코올이 가수분해 및 숙성에서 bayerite의 생성을 억제했기 때문으로 생각된다.

한편, 가수분해시 $\text{H}_2\text{O}/i\text{-PrOH}$ 의 비율이 감소하면, 결과적으로 반응액중의 $i\text{-PrOH}$ 농도는 높아진다. Fig. 2에서와 같이 $\text{H}_2\text{O}/i\text{-PrOH}$ 의 비율이 감소함에 따라 boehmite의 X-선 회절강도가 작아짐을 볼 수 있으며, 그 원인은 반응액중 고농도의 $i\text{-PrOH}$ 가 무정형 $\text{AlO}(\text{OH})$ 의 boehmite로의 전이를 방해하기 때문으로 생각된다.

3. 2. 2. 가수분해 생성물의 입도분포와 숙성

80°C와 10°C에서의 가수분해 생성물의 입도분포와, 그 생성물을 숙성했을 경우의 입도분포 변화를 Fig. 3에 나타내었다. 80°C에서 가수분해한 경우가 10°C에서 가수분해

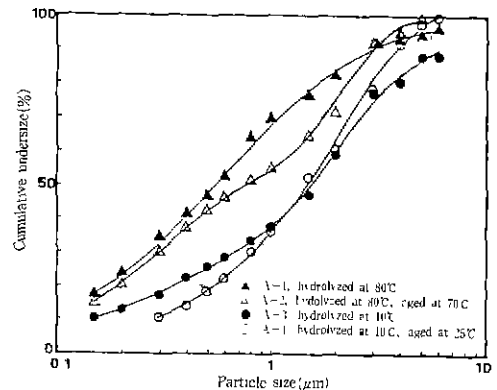


Fig. 3. Particle size distribution of hydrolyzed products.

Table 2. Phase and Median Size of Hydrolyzed Products

Physical properties	Sample					
	A-1	A-2	A-3	A-4	A-5	A-6
Phase	Bm	Bm	Bm	Bm	Pseudo-Bm	Amorphous-Bm
Median size (μm)	0.55	0.74	1.61	1.43	0.63	0.75

Bm : Boehmite, $AlO(OH)$

한 경우보다 미세한 입자가 더욱 많이 생성되었으며, 또한 이들 입자가 넓은 입도범위에 걸쳐 골고루 분포되어 있음을 인정할 수 있다.

80°C에서의 가수분해 생성물을 70°C에서 48 시간 숙성시킨 경우, 숙성시키지 않은 경우와 비교하여 입도분포의 큰 변화는 볼 수 없지만, 1 μm 부근의 입자가 줄어든 반면, 그보다 큰 입자가 약간 더 생성된 양상을 띠고 있다. 또한 10°C에서의 가수분해 및 숙성결과에 있어서도 80°C의 경우와 대동소이한 경향을 관찰할 수 있다. 이상으로부터 가수분해 생성물을 숙성시키면 비교적 작은 입자들이 큰 입자로 성장함을 알 수 있었다.

Table 2에 각 조건에 따른 가수분해 생성물의 평균입자경을 나타내었다.

3. 2. 3. 가수분해 생성물의 열분석 및 하소

Fig. 4는 열분석 측정결과의 한 예로서, 10°C에서의 가수분해 생성물(A-3)의 시차열분석(DTA) 측정결과를 나타낸 것이다. 110°C 부근의 흡열 피이크는 부착수 혹은

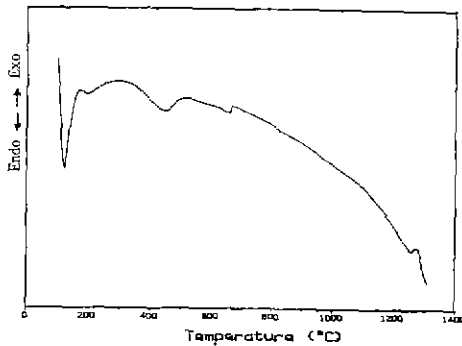


Fig. 4. Typical DTA curve of hydrolyzed product, A-3. Heating rate . 20°C/min

2-프로판올의 증발로 인한 것이며, 450°C 부근의 흡열 피이크는 $2 AlO(OH) \rightarrow Al_2O_3 + H_2O$ 에 의한 것이다. 또한 200°C 부근의 흡열 피이크는 소량의 알루미나가 잔존해 있기 때문으로 생각된다. 650°C 및 900°C에서 1, 150°C까지 나타난 미약한 발열 피이크들은 γ - Al_2O_3 , δ - Al_2O_3 , θ - Al_2O_3 등의 전이상태 Al_2O_3 의 생성에 의한 것이다²⁾. 1, 250°C 부근의 발열 피이크는 전이상태 $Al_2O_3 \rightarrow \alpha$ - Al_2O_3 의 전이에 의한 것이다. 다른 가수분해 생성물로부터도 Fig. 4와 유사한 결과가 얻어졌다.

본 연구에서의 최종제품인 α - Al_2O_3 를 제조하기 위해서는 하소과정을 거쳐야만 한다. DTA 측정결과를 감안해 보면, 1, 250°C 부근에서의 하소가 적정조건임이 추정된다 따라서 본 연구에서는 각 가수분해 생성물을 1, 100~1, 250°C 범위에서 50°C 간격으로 1 시간씩 하소한 후, X-선 회절그림을 이용하여 그 결과를 조사해 보았다.

Fig. 5는 80°C에서의 가수분해 생성물(A-1)을 1100, 1200, 1250°C에서 각 1 시간씩 하소한 제품으로부터 얻은 X-선 회절분석 결과이다. 1, 100°C에서의 X-선 회절양식은 θ - Al_2O_3 만의 것이며, 온도가 상승함에 따라 α - Al_2O_3 가 생성되어 감을 볼 수 있다. 즉 1, 250°C에서 1 시간 하소함으로써 α - Al_2O_3 만 존재하는 제품을 얻을 수 있었다.

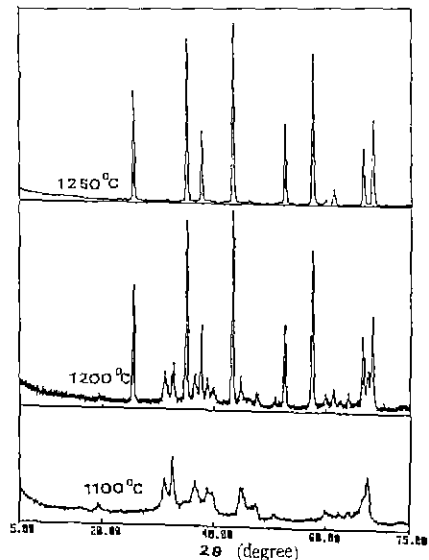


Fig. 5. X-ray diffraction patterns of hydrolyzed product, A-1, calcined at different temperature.

Table 3. Phase and Median Size of Calcined Alumina

Temperature (°C)	Calcined alumina		
	A-1	A-5	A-6
Before firing	Bm (0.55)	Pseudo-Bm (0.63)	Amorphous Bm (0.75)
1100	θ -only (2.27)	θ -only (1.56)	θ, α^R (0.50)
1150	θ, α^W (1.30)	θ, α^R (0.50)	α -only (0.29)
1200	θ, α^R (0.34)	α -only (0.33)	α -only (0.30)
1250	α -only (0.31)	α -only (0.34)	-

Bm Boehmite, median size (μm) is given in parenthesis.
 W Weak.
 R Relatively strong.

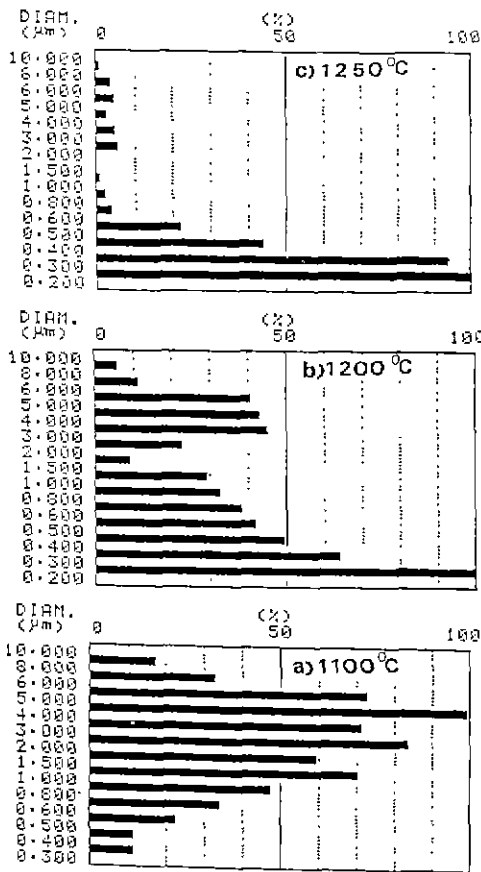


Fig. 6. Change of particle size distribution during transition from $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ to $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Table 3 은 여러 조건에서의 가수분해 생성물을 하소하여 얻은 제품의 X-선 회절양식을 나타낸 것이다. Table 3 으로부터 boehmite 는 1,250°C에서, pseudo-boehmite 는 1,200°C에서, amorphous boehmite 는 1,150°C에서 완전히 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 로 전이됨을 알 수 있다. 또한 팔호내에 기재한 평균입자경을 관찰해 보면, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 경우 약 0.3 μm 이다.

Fig. 6은 $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ 에서 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 로의 전이과정시 입도 분포의 변화를 나타낸 것이다. Fig. 6 중 a)는 평균입자경 2.3 μm 을 경계로 하여, 그보다 큰 입자와 작은 입자가 균등하게 분포되어 있는 한편, b)의 경우는 큰 입자들이 줄어든 대신 작은 입자들이 생성되었음을 볼 수 있고, c)의 경우는 큰 입자들은 거의 소멸되고 미세한 입자들만이 존재함을 알 수 있다. 이는 2차입자 또는 비교적 큰 1차입자를 이루고 있던 $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ 가 $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ 로 전이하는 과정에서 응축등 물리화학적 파괴현상이 발생하면서, 2차입자의 분산 또는 1차입자의 분쇄가 진척되었기 때문으로 생각된다⁹⁾.

3. 2. 4. $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 주사전자현미경 관찰 및 화학분석
 본 실험에서 제조한 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 입자형상을 파악하기 위하여 주사전자현미경 사진을 관찰하였으며, 그 대표적인 예를 Fig. 7에 나타내었다. 입자의 형상은 거의 균일한 크기의 구형으로서, 그중 반응성이 양호한 일부 비립자의 경우 국부적인 소결이 이루어진 것으로 추측된다.

Table 4에 제품 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 AAS와 ICPES에 의한 불순물 분석결과 및 알루미나 합성에 사용한 알루미늄 금속의 대표적인 불순물 분석치를 정리하였다. 제품 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 는 출발원료인 알루미늄 금속에 비해 불순물의 양이

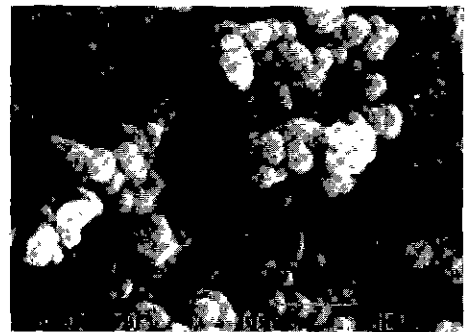


Fig. 7. Scanning electron micrograph of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ powder calcined at 1,250°C for 1 hour after hydrolyzing of aluminum isopropoxide at 80°C.

Table 4. Analysis of Impurities in Aluminum Metal and Calcined Alumina Products

Elements	Sample ^a (wt.%)			
	Al	A-1	A-5	A-6
Na ₂ O	0.034	0.002	0.003	0.002
SiO ₂	0.068	0.027	0.030	0.019
Fe ₂ O ₃	0.040	0.004	0.001	0.001
Total	0.142	0.033	0.034	0.022

a) A-1, A-5, A-6 were calcined at 1,250°C, 1,200°C, 1,150°C for one hour, respectively.

크게 감소하여, 어느 경우에서든 Al₂O₃ 순분이 99.96% 정도로 매우 향상되었음을 인정할 수 있다. 이는 aluminum isopropoxide를 헤파한 후, 증류 및 특히 재결정을 시행함으로써 불순물이 충분히 제거되었기 때문으로 생각된다.

그러나 출발원료중에 포함된 SiO₂ 값의 약 40%는 불순물로서 계속 잔존해 있어, 본 실험범위내에서 순도 99.99% 이상의 알루미늄을 안정하게 제조하기 위해서는, 우선 출발원료로서 더욱 순도가 높은 알루미늄을 사용해야 하고, 나아가 정제 및 가수분해 과정도 보다 엄밀히 제어하여 불순물의 혼입을 최대한 줄임과 동시에, 한편으로는 미량 불순물 분석기술의 정밀도 중요한 과제로 사료된다.

4. 결 론

본 연구를 수행한 결과를 요약하면 다음과 같다.

(1) Aluminum isopropoxide를 과량의 2-프로판올 존재하에서 과량의 물로 가수분해하면, 가수분해 온도와 속성온도에 관계없이 boehmite가 생성된다.

(2) Aluminum isopropoxide를 과량의 2-프로판올 존재하에서 가수분해하면, 가수분해수가 감소함에 따라 boehmite, pseudo-boehmite, amorphous boehmite가 생성된다.

(3) 가수분해 생성물을 하소하면 boehmite의 경우 1250°C, pseudo-boehmite의 경우 1200°C, amorphous boehmite의 경우 1150°C에서 평균입자경 0.3 μ m의 균일하고 구형이며, 순도 99.9% 이상의 α -Al₂O₃의 제조가 가능했다.

「감 사」

본 연구는 1987년 과학기술처 정밀화학 연구분야 연구조성금의 보조를 받아 행하여졌다. 부기하여 감사의 뜻을 표하는 바이다.

REFERENCES

1. 風間聰一, "高純度粉體—アルミナ", セラミックス, 17(9), 764-770(1982).
2. Y.Ozaki and M.Hidejima, "Transparent Polycrystalline Alumina Produced by a Sol-Gel Method", *Materials*, 26(288), 853-857 (1977).
3. 橋本志紀, 中野和産, 濱正明, "高純度アルミナの製法と應用について", 化學經濟, No.6, 63-70(1984).
4. 加藤昭夫, 山口喬, "ニューセラミック", 粉體ハンドブック, pp.83-85, サイエンスフォーラム(1983).
5. B.E.Yoldas, "Hydrolysis of Aluminum Alkoxides and Bayerite Conversion", *Appl. Chem. Bioch.*, 23 803-809(1973).
6. W.G.Young, W.H.Hartung and F.S.Crossly, "Reduction of Aldehydes with Aluminum Isopropoxide", *J. Am. Chem. Soc.*, 58, 100-112(1936).
7. D.C.Bradley, "Metal Alkoxides—Advances Inchem. Series, Vol.23", pp. 10, Am.Chem.Soc.(1959).
8. 舟木好右衛門, 清水義勝, "アルミナ水和物およびアルミナについて(その1)", 電気化学, 28, 302-312(1960).
9. 백행남, 서태수, 박중현, "알루미늄 정제공정의 분체 공학적 연구", 요업학회지, 25(6), 655-664 (1988).