

## 불꽃 합성법에 의한 초미세 산화바나듐 입자의 제조 및 소결특성

이영섭 · 정종식

포항공과대학 화학공학과

(1989년 10월 23일 접수)

---

### Characterization of Finely Divided $V_2O_5$ Particles Synthesized by Flame Method

Young Sub Lee and Jong Sik Chung

Dept. of Chemical Engineering, POSTECH

(Received October 23, 1989)

#### 요 약

본 연구에서는 불꽃 합성법을 이용하여  $C_3H_8-O_2-H_2$  혼합가스 불꽃에 vanadyl trichloride 증기를 공급하여 초미세  $V_2O_5$ 를 합성하였다. 합성된 입자의 형태는 미세공성 구형이었으며, 합성조건에 따라 200-600 Å 범위의 입자크기를 갖고 있었다. 체류시간과 반응물의 농도가 입자의 표면적에 영향을 주었으며, 입자의 성장은 충돌과정보다는 응집 과정에 의해서 지배되었다. 초미세 산화 바나듐은 500°C 이상의 열처리에서 열처리온도가 증가하는 방향으로 재결정화가 촉진되었다.

#### ABSTRACT

In this study, finely divided vanadium pentoxide was prepared by carrying vapor of vanadyl trichloride into the flame of an  $C_3H_8-O_2-H_2$  with a specially designed burner. The flame-synthesized oxide particles had a nonporous spherical shape with nearly constant diameter in the range of 200-600 Å. The surface area of these particles depends on the residence time and the concentration of metal chloride vapor in the burner. The experimental results showed that the growth of particles is controlled by fusion rather than collision. The crystal size of finely divided  $V_2O_5$  particle was increased after calcination at temperatures above 500°C.

#### 1. 서 론

초미립자 금속산화물은 대체로 입자크기가 1000 Å 이하의 입자를 말하며, 제조 방법도 기계적 분쇄법과 같은 breaking-down process 보다는 원자나 분자로부터 핵생성과 성장에 의해 적절한 크기의 입자를 제조하는 building-up process가 바람직하다<sup>1)</sup>. Building-up

process 중에서 불꽃 합성법(flame synthesis method)은 열원을 기체상태로 공급하기 때문에 취급이 간편하고, 연속조업이 가능하며, 반응조건에 따라 입자크기, 형태 및 입도분포의 제어가 용이할 뿐만 아니라, 한장치로 원료의 종류에 따라 고순도의 혼합산화물을 합성할 수 있다는 장점이 있다.

기상연소법에 의해 입자가 성장하는 과정은 탄화수소

혹은 수소가 산소에 의해 연소되는 고온 분위기에서 기체 상태의 반응물을 공급하여 열적으로 활성화시킨 후 화학 반응, 핵의 생성 (nucleation), 입자의 충돌 (collision) 및 응집 (coalescence or fusion)에 의한 성장, 그리고 냉각과 정등으로 구분할 수 있다. 이 방법에 의해 제조되는 산화물은 수백 Å 크기의 비제공성 물질이며, 표면적도 침전법으로 제조된 것보다 수십배 큰 것으로 알려져 있다. 지금까지 이 분야에 응용된 물질은 블랙 카본<sup>2,3)</sup>, fumed SiO<sub>2</sub><sup>4)</sup>, TiO<sub>2</sub><sup>5)</sup> 등이며, 고기능성 재료로 이용되고 있다. 이밖에도 Formenti 등<sup>6)</sup>은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, GeO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>와 같은 물질을 초미세 입자로 합성한 보고가 있으나, 블랙 카본, SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub> 외에는 합성조건이나 합성물질의 특성을 연구한 사례가 거의 없을 뿐만 아니라 상업화도 되어 있지 않다.

본 연구에서 합성하고자 하는 금속산화물은 공업적으로 선별 산화반응 (selective oxidation)에 주로 사용되는 바나듐이나 몰리브덴과 같은 전이 금속산화물이며, 이들은 일반 활성금속과는 달리 담체와 강한 결합력을 갖고 있어서 담체를 사용하면 산화물 고유의 성질을 상실하기 때문에, 보통 공업적으로는 저표면적 (5m<sup>2</sup>/g 이하)의 비담지 혼합산화물을 촉매로 이용하고 있다<sup>7)</sup>. 더구나 불꽃 합성법에 의해 합성된 초미세 산화물은 고표면적으로 인한 선별산화반응 촉매로의 응용 가능성 이외에도<sup>8)</sup>, 지금까지 통상 침전법으로 제조된 굵은 입자의 금속산화물상에서는 불가능했던 분광기기를 이용한 촉매표면의 반응중간체의 규명도 가능하게 하는 것으로 알려져 있다<sup>9)</sup>.

본 연구에서는 상온에서 액상인 VOCl<sub>3</sub>를 원료로 하여 기상연소법에 의해 고표면적의 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>를 합성하기 위해 연소버너의 구조 및 합성조건 등에 대한 연구를 하였으며, 제조된 초미세 입자의 구조와 소결특성을 밝히고자 하였다.

## 2. 실험

### 2.1. 원료

합성하고자 하는 산화물의 원료로는 상온에서 취급하기 용이한 액상이나 기상으로 존재할수록 유리하며, 대개는 금속성 염화물이 사용되고 있다. 예를들면 SiCl<sub>4</sub>, TiCl<sub>4</sub>, ZrCl<sub>4</sub> 등이 그것이다. 따라서 본 연구에서는 상온에서 액상인 순도 99% Aldrich 제품의 VOCl<sub>3</sub>를 더 이상의 정제 없이 사용하였다.

### 2.2. 기상연소장치 및 합성방법

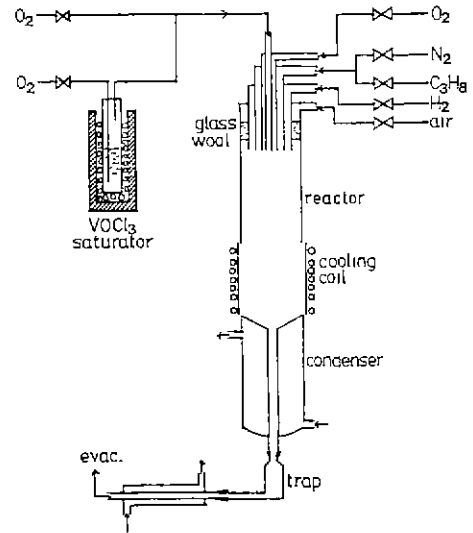


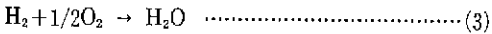
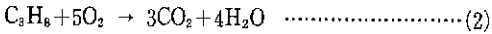
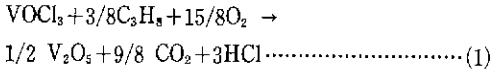
Fig.1. Scheme of the flame reactor

불꽃 합성은 고온의 연소반응으로서 공정상 중요한 것은 연소가스에 의해 안정된 불꽃을 유지해야 하며, 생성된 입자가 고온에서 소결되는 것을 방지하기 위해 신속히 냉각하여야 한다는 점이다. 이를 위해서 본 연구에서는 연소장치의 핵심부분으로서 버너 및 포집장치를 여러가지 형태로 제작하여 예비실험을 행하였으며, 그결과 다음과 같은 형태의 연소장치를 개발하였다.

본 연구에 사용된 기상연소장치는 4개의 동심축으로 구성된 버너, 반응기, 냉각기, 그리고 포집장치로 구성되어 있으며, Fig.1에 장치의 개략도를 나타내었다. 자체 제작된 버너는 중앙에 주연소 불꽃이 있고, 동시에 수소가 동심축 외부에서 연소되면서 연소불꽃을 안정화시켜줄 수 있었으며, 그밖에 반응물의 농도, 체류시간, 반응온도등을 조절할 수 있는 장점이 있었다.

연소과정은 0°C에서 VOCl<sub>3</sub>로 포화된 산소를 버너 중앙관(내경 2.7mm)을 통해 공급하여 진행되며, 이 관에 지지관을 설치하여 VOCl<sub>3</sub>의 공급농도를 조절할 수 있게 하였다. 두번째 관(내경 3.6mm)에는 순수한 산소를 공급하고, 세번째 관(내경 8mm)에는 프로판과 질소 혼합물(1:6)을 보냈다. 네번째 관(내경 12mm)에는 안정된 불꽃의 유지와 온도 조절을 위한 shield 불꽃을 얻기 위해 수소를 공급하였다. 그리고 버너에 부착된 수직관은 실제로 입자가 생성 및 성장하는 부분으로 pyrex 관(내경 46mm, 길이 140mm)로 되어 있다. 이 수직관 상단에서는 공기가 공급되는데, 이는 수소의 연소기체로 사용되면서 연소관

내의 온도를 외부와 차단하는 단열효과를 얻을 수 있었다. 프로판 연소에 의한 불꽃 합성의 화학양론적 반응식은 다음과 같이 나타낼 수 있다.



대표적인 연소기체의 공급비는  $\text{C}_3\text{H}_8/\text{O}_2/\text{N}_2=1/6.9/6$ ,  $\text{H}_2/\text{air}=1/4.2$ 이며,  $\text{VOCl}_3$  농도범위는  $0.005-0.03 \mu\text{mole}/\text{cm}^3$  이었다. 연소관 내의 불꽃온도는 보통  $2300-2500\text{K}$  범위에 있기 때문에 백금 열전대로는 직접 측정할 수 없었으며, 단열 불꽃반응이라는 가정하에 반응식 (1)-(3)으로부터 에너지 수지식을 세워 계산으로부터 구하였다.

생성된 입자는 반응관 하단에 설치되어 있는 일련의 포집장치에서 모아지는데 포집장치의 온도를 가능한 낮은 온도로 냉각하기 위해서 외부에 냉각코일을 감은 부분과 수직형 및 수평형 냉각기, 그리고 L 자형의 특수확장노즐을 가진 트랩을 설치하였으며, 냉각기 출구에는 아스피레이터를 부착하여 진공탈기하므로써 대부분의 입자가 L 자형 트랩에 모이게 하였다. 이상과 같이 설계된 연소장치는 버너팁에 반응물이 부착되지 않았으며, 실험조건 범위 내에서 역혼합이 없이 프러그 흐름으로 연소될 수 있었고, L 자형 트랩의 온도는  $200^\circ\text{C}$  정도로서 생성된 입자를 특정 실험조건에서 소결없이 포집할 수 있었다.

본 실험에서는  $\text{V}_2\text{O}_5$ 의 성장과정에 영향을 미치는 여러 요인들 중에  $\text{VOCl}_3$ 농도, 체류시간을 변수로 택하였으며, 이 변수들은 버너 중앙관에 공급되는 산소의 유량으로 조절할 수 있었다. 중앙연소불꽃의 폭은 1cm 내의이며, 길이는 반응조건에 따라 약 5-10cm 정도로 조절할 수 있었다.

2.3. 합성된  $\text{V}_2\text{O}_5$ 의 특성분석

불꽃 합성조건에 따른  $\text{V}_2\text{O}_5$ 의 물리화학적 특성의 변화를 관찰하기 위해 표면적 측정장치, X-선 회절, SEM 등의 분석장치를 이용하였다. 먼저 시료의 표면적은 Micromeritics 사의 Accusorb 2100E를 이용하여  $150^\circ\text{C}$ 에서 1시간 탈기처리한 후 액체 질소온도에서 질소의 흡착등온선을 얻고 BET 식에 적용하여 계산하였다.

그리고 결정구조와  $\text{V}_2\text{O}_5$ 의 결정크기를 측정하기 위해 사용한 X-선 회절 분석기는 Rigaku D MAX-B 이며,

$\text{CuK}\alpha$  radiation(35KV, 25mA)을 이용하였고, 입자의 형상을 관찰하기 위해 사용한 주사현미경(SEM)은 Hitachi S-570(20KV)이었다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1.  $\text{V}_2\text{O}_5$ 의 합성

자체 제작된  $\text{VOCl}_3/\text{O}_2$  기상연소장치로 체류시간이 20 msec 이하의 합성조건에서 고표면적의 초미세 산화바나듐을 합성할 수 있었다. Fig.2는 대표적인 합성조건, 즉  $\text{VOCl}_3$  농도  $0.016 \mu\text{mole}/\text{cm}^3$ , 체류시간 12msec, 기체조성비로부터 계산에 의해 구한 단열온도  $2500\text{K}$ 에서 얻어진  $\text{V}_2\text{O}_5$ 의 X-선 회절 분석을 나타낸 것이다.  $\text{CuK}\alpha$  X 선을 사용하여  $2\theta=20.3, 26.2, 31.1$ 에서 얻어진 주피크는 각각  $\text{V}_2\text{O}_5$ 의 (001), (110), (400)면과 일치한다. Fig.3은 동일 시료와 함께 통상 침전법으로 제조되는 시약용  $\text{V}_2\text{O}_5$ (99%, Junsei Co.)를 주사현미경으로 관찰한 것으로 두시료의 형상 및 크기에 있어서 큰 차이가 있는데, 특히 합성시료는 비교적 일정한 크기의 구형입자들이 솟쳐럼 엉겨있는 형상을 하고 있었다. 그밖에 두시료에 대한 차이점을 Table 1에 나타내었다. 표에서 입자크기  $d_{\text{BET}}$ 는 입자를 균일한 구형으로 가정하고 BET 표면적(SA)으로부터 다음식에 의해 계산하였다.

$$d_{\text{BET}} = \frac{60000}{\rho \times \text{SA}} (\text{\AA}) \dots\dots\dots(4)$$

여기서  $\rho$ 는 산화물의 밀도( $\text{g}/\text{cm}^3$ )이고, SA는 BET 표면적( $\text{m}^2/\text{g}$ )을 나타낸다. 그리고  $d_{\text{XRD}}$ 는 X-선 회절의 피크피침으로 구한 입자의 평균직경을 의미한다<sup>10)</sup>.

직방정계형 결정구조를 갖고있는  $\text{V}_2\text{O}_5$ 의 단위격자상수

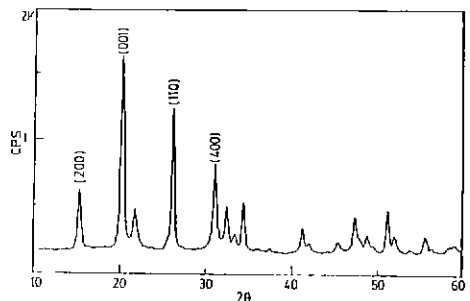


Fig.2. X-ray diffraction pattern for a flame-synthesized  $\text{V}_2\text{O}_5$  with surface area  $56\text{m}^2/\text{g}$ .

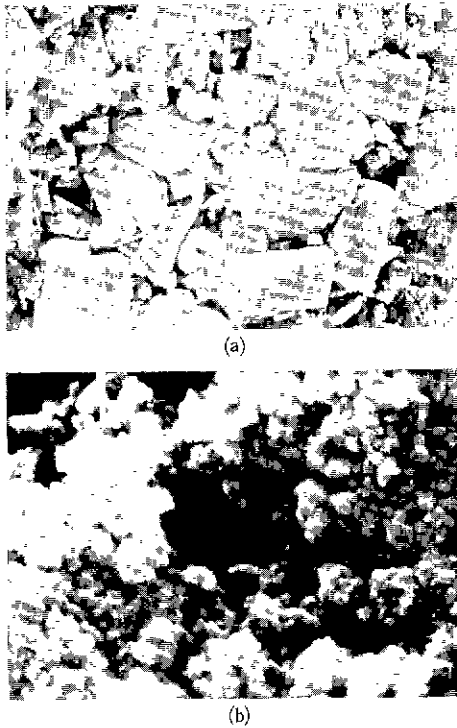


Fig. 3. Electron micrograph of vanadium oxide. (a) : precipitated V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, (b). flame-synthesized V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Table 1. Characterization of V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Prepared by Flame Synthesis

	Precipitated V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Flame-synthesized V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
SA, m <sup>2</sup> /g	4	56
d <sub>BET</sub> , Å	4470	320
d <sub>XRD</sub> , Å	474	206
Unit cell constants, Å :		
a	11 508	11.483
b	3 558	3.557
c	4.371	4.364

a, b, c는 시약용 시료와 큰 차이가 없었으나, 비표면적은 합성시료가 14배정도 큰 표면적을 갖고 있었다. 측정방법에 따른 입자크기의 비교에 있어서 합성시료의 d<sub>BET</sub>/d<sub>XRD</sub>는 1.5이지만, 시약용 시료는 10이었다. 따라서 본 실험 조건에서 합성한 시료는 세공이 없는 단일 결정크기 정도의 작은입자들이 솜처럼 엉겨있는 형태를 하고 있다고 할 수 있다.

### 3.2. 합성 조건의 변화

불꽃 합성과정에 의해 산화물의 입자가 형성되는 과정에 대한 이론은 입자의 Knudsen number (=자유행로/입자의 직경)가 10이상인 조건에서 Brown 운동에 의한 분자 충돌론에서 출발하였다<sup>11)</sup>. Ulrich 등은 fumed SiO<sub>2</sub> 합성에서 입자 충돌 횟수로 부터 입자의 비표면적과 머너관 내의 체류시간의 상관이론식을 다음과 같이 나타내었다<sup>7)</sup>.

$$SA = \left[ \frac{3\pi A}{M\rho^2} \right]^{1/3} (6.17 \times 10^{-12} c T^{1/2} Co t)^{-2/5} \dots (5)$$

여기서 M은 산화물의 분자량, A는 아보가드로 수, c는 sticking 계수, T는 절대온도, Co는 단위 부피당 분자수 (molecules/cm<sup>3</sup>), t는 체류시간(sec)을 의미한다. 입자의 생성과정은 일반적으로 핵의 생성과정, 화학반응, 충돌 및 응집에 의한 생성과정, 그리고 냉각과정 등으로 나눈다. 핵의 생성과정과 화학반응은 반응물의 과포화도와 반응평형 상수에 의존하지만, 불꽃온도에서 순간적으로 진행되기 때문에 구별하기 어렵다<sup>7)</sup>. 따라서 입자크기를 결정하는 중요한 변수는 충돌 및 응집과정에서 반응물의 체류시간, 농도, 온도 등이며, 이외에도 냉각속도와 입자의 하전성 등이 영향을 준다. 그러나 식(5)는 응집에 의한 성장속도는 무시하고 충돌횟수만을 고려하여 나타낸 이론식으로서 실제 실험조건에 맞는 체류시간 범위에서 입자크기에 상당한 오차가 있었다. 그 원인중에는 입자의 하전성, 입자크기의 변화에 따른 Knudsen number의 변화, 단일 반응기로 가정하여 계산한 불꽃 온도, 입자 포집 및 분석 등에 의한 오차 등이 고려될 수 있다<sup>4)</sup>.

Subramanian 등은 입자의 성장과정은 충돌보다는 응집 속도에 의해 지배될 수 있다는 가정하에 다음과 같은 식을 유도하였다<sup>12)</sup>.

$$SA^{-1} = \frac{2 \times 10^4 \rho \sigma \alpha \theta}{9(\alpha + 2)\mu} + \left[ \frac{M\rho^2 Co}{36\pi AN_T^2} \right]^{1/3} \times 10^4 \dots (6)$$

여기서 α는 인근 입자의 수이며, σ는 표면장력(dyn/cm), μ는 viscosity(poise), θ는 체류시간, N<sub>T</sub>는 반응 초기에 존재하는 primary particle 농도를 나타낸다. 합성 초기에 생성된 일차 입자(primary particle)가 시간이 지남에 따라 모여져 입자 덩어리(aggregate 혹은 floc이라고 함)가 되어 솜털처럼 붙어 있거나(flocculation), 또는 새로운 단계의 큰 입자로 생성될 수 있다. 식(6)은 주로 단계의 일차 입자주위에 α개의 또다른 입자에 의한 응집 과정을 나타낸 것으로서 θ는 응집시간을 나타낸다.

VOCl<sub>3</sub>/O<sub>2</sub> 연소반응에 의해 합성한 V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>의 표면적과 체

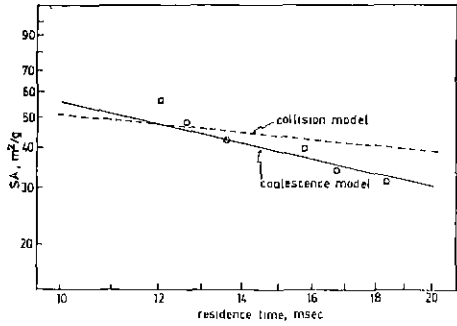


Fig. 4. Influence of the residence time on the measured BET surface areas of flame-synthesized  $V_2O_5$ . The dotted and solid line are theoretically taken from the collision model and the coalescence model, respectively.

류시간과의 관계를 Fig. 4에 나타내었다. 실험조건은  $VOCl_3$ 의 농도  $0.016 \mu\text{mole}/\text{cm}^3$ , 계산에 의해 구한 단열온도는  $2500\text{K}$ 이며, 이때 체류시간은  $10\text{--}20\text{msec}$  범위이다. 이 범위 내에서 합성된  $V_2O_5$ 의 비표면적은  $30\text{--}60\text{m}^2/\text{g}$ 이었으며, 체류시간이 증가할 수록 비표면적은 감소하였다. Fig. 4에서 점선은 식 (5)로 계산한 이론치인데 실험치의 기울기가 보다 큰 것으로 나타났다. 이는  $V_2O_5$ 의 실제 성장속도가 충돌에 의해서만 성장하는 속도보다 더 빠르다는 것을 의미한다. 실선은  $C_0/N_T = 1000$ 으로 가정하였을 때 식 (6)으로 구한 계산치이다. 이때  $V_2O_5$ 의 표면장력과 점도는 Samsonov의 자료로부터 구하였다<sup>13)</sup>. 표면장력과 점도는 입자크기에 따라 달라질 수 있으며<sup>14)</sup>, 또한 점도는 온도에 민감할 뿐만 아니라 불꽃 온도도 실제로는 일정한 온도가 아니며 위치에 따라 다른 분포를 이루고 있음에도 불구하고 실험적인 결과로는 식 (6)과 비교적 잘 일치하고 있었다. 식 (6)에서 보면 충분히 큰 체류시간에서 표면적은  $C_0$ 보다도 점성이나 표면장력과 같은 물성에 더 큰 영향을 받고 있다. 이는 입자의 성장은 주로 응집과정에 의해 지배된다는 것을 의미한다. 그러므로 입자 덩어리는 충돌에 의해 더욱 커지며, 최종적으로 충돌횟수는 감소하는 반면에 응집과정은 계속 진행되어 한개의 큰입자를 생성하게 될 것이다.

일정한 체류시간( $12.7\text{msec}$ )에서 농도변화에 대한  $V_2O_5$ 의 비표면적은 Fig. 5에서 보는 바와 같이  $\log\text{--}\log$  좌표계에서 농도가 감소할 수록 직선적으로 증가하고 있으며, 이 직선의 기울기는 식 (6)의 우측 첫째항을 좌측으로 이항하여  $\log$  좌표계로 나타냈을 때의 기울기인  $0.33$ 과 같았다.

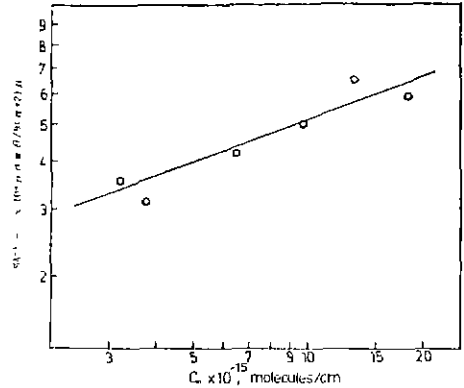


Fig. 5. Influence of the  $VOCl_3$  concentration,  $C_0$ , on the measured BET surface area at constant residence time ( $t=12.7\text{msec}$ ).

George 등은 비표면적과 농도의 관계를 다음과 같은 식으로 표현한 바 있다<sup>5)</sup>.

$$SA = aC_0^{-n} \dots\dots\dots (7)$$

이 식에서  $n$ 가  $0.4$ 이면 충돌모델 식 (5)와 일치하지만,  $0.33$ 이면 체류시간을 무시할 수 있는 조건에서 응집모델 식 (6)과 같음을 알 수 있다. George 등<sup>5)</sup>은  $TiCl_4/O_2$ 로 부터  $TiO_2$ 합성에서 실험적으로 구한  $n$ 는  $0.33\text{--}0.38$ 이라고 하였다.

입자크기에 있어서  $d_{BET}/d_{XRD}$ 는 전질에서 밝힌 바와 같이 약  $1.5$ 배 이기 때문에 실험적으로 측정된 BET 표면적보다 개별적인 입자의 실제 표면적은  $1.5$ 배정도 더 클 것이다. 따라서 본 실험조건 내에서 합성된 초미세  $V_2O_5$ 는 응집모델을 만족시켜 줄뿐만 아니라 Fig. 3에서 본 입자형태에서도 알 수 있는 바와 같이 한개의 작은 입자 내에 일차 입자가 응집되어 있는 뭉침상태(flocculation)라고 해석된다.

### 3.3. 초미세 산화바나듐의 소결특성

Fig. 6은 소성온도에 대한 합성시료의 비표면적 변화를 나타낸 것으로써 합성조건은  $VOCl_3$  농도  $0.032 \mu\text{mole}/\text{cm}^3$ , 체류시간  $10.8\text{msec}$ , 단열온도  $2500\text{K}$ 이다. 여기서 보면  $400^\circ\text{C}$ 까지는 소결현상이 관찰되지 않았으나,  $500^\circ\text{C}$  이상에서는 입자크기가 급격히 증가하였다. 그리고 소결현상이 관찰되지 않은  $400^\circ\text{C}$  이하에서는 소성온도에 따라  $d_{XRD}$ 는 일정하게 변화가 없었지만 BET 표면적은 다소 증가하였다. 이러한 현상은 합성후 시료의 색깔이 다소 검은색을 띠는 황색이지만 소성후에 검은색이 없어지는 것

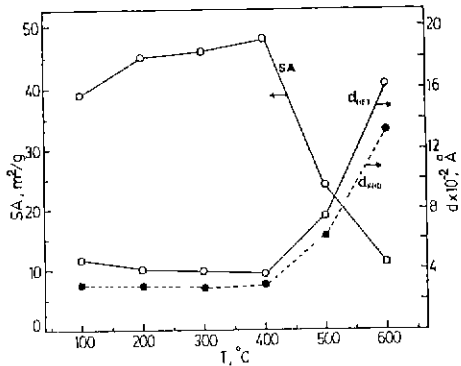


Fig. 6. Influence of the calcination temperature on surface area and diameter of the flame-synthesized  $V_2O_5$ .

과 관련이 있으며, 합성중 입자에 응집되어 있던 카본계 불순물들이 소성에 의해 제거됨으로서 입자들의 접촉면이 분리되어  $d_{BEI}/d_{XRD}$ 비가 1.5에서 1.2로 감소한 것으로 생각된다. Fig. 7의 주사현미경에 의한 입자의 형태에서도 400°C 이하의 저온처리에서는 구조적인 변화를 볼 수 없었

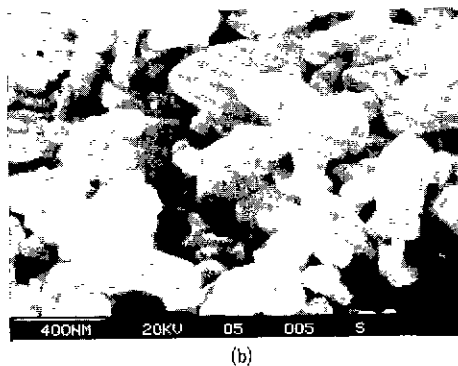
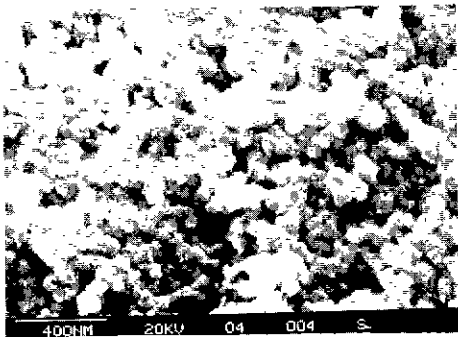


Fig. 7. Electron micrograph of flame-synthesized  $V_2O_5$ . Calcination temperature ; a) 400°C, b) 500°C.

으나, 500°C 이상에서는 큰 결정입자로 변형된 것을 확인하였다. 이러한 결과로부터 알 수 있는 것은 전절에서도 밝힌 바와 같이 합성된 입자는 아주 미세한 단일 결정에 가깝지만 고온처리에 의해 새로운 한개의 큰 입자로 성장하여 재결정화가 진행된 것으로 해석되어진다.

#### 4. 결론

본 연구에서 특수 제작된 기상연소장치를 사용하여  $VOCl_3/O_2$  혼합가스로 부터 합성한  $V_2O_5$ 에 대한 이상의 실험결과로부터 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1 기상연소법으로 합성한  $V_2O_5$ 는 30-60m<sup>2</sup>/g 범위의 고표면적의 초미립자 산화물이었다.
- 2 연소불꽃 내에서  $V_2O_5$ 입자의 성장은 충돌보다는 응집 과정이 지배적인 응집 모델을 적용할 수 있었다.
- 3 합성된 초미세  $V_2O_5$ 는 flocculation 상태이면서 비세 공성 구형의 구조를 갖고 있었다.
- 4 합성후 초미세  $V_2O_5$ 에 대한 열처리 400°C까지는 구조적인 안정성을 유지하였으나, 500°C 이상에서는 재결정화로 결정크기가 증가하면서 입자의 형상이 변화하였다.

#### [후 기]

본 연구는 1988년 문교부 학술진흥재단의 연구비 지원에 의하여 연구되었으므로 이에 감사하는 바입니다.

#### REFERENCE

1. A. Kato, "超微粒子", 日本化學會編, 學會出版センター, p.13. (1985).
2. U. Bonne, K. Homann, and H. GG. Wagner, Tenth Symposium (International) on Combustion, The Combustion Institute, 503 (1965).
3. B.L. Wersborg, J.B. Howard, and G.C. Williams, Fourteenth Symposium (International) on Combustion, The Combustion Institute, 929 (1973).
4. G.D. Ulrich, B.A. Miles, and N.S. Subramanian, "Particle Growth in Flames, II - Experimental Results for Silica Particles", *Combustion Science and Technology*, **14**, 243 (1976).

5. R.P. George, R.D. Murley, and E.P. Place, "Formation of  $\text{TiO}_2$  Aerosol from the Combustion Supported Reaction of  $\text{TiCl}_4$  and  $\text{O}_2$ ", *Faraday Symposia of the Chemical Society*. No. 7, 63 (1973).
6. M. Formenti, F. Juillet, P. Meriaudeau, S.J. Teichner, and P. Vergnon, "Preparation in a Hydrogen-oxygen Flame of Ultrafine Metal Oxide Particles", *J. Colloid and Interface Sci.*, **39** (1), 79 (1972).
7. T.P. Li, C.W. Hobbs, and K.V. Wise, *German Offen.*, 2, 450, 886 (1976).
8. G.D. Ulrich, C & EN, "Flame Synthesis of Fine Particles", August 6, 22 (1984).
9. J.S. Chung, R. Miranda, and C.O. Bennett, "Study of Methanol and Water Chemisorbed on Molybdenum Oxide", *J. Chem. Soc., Faraday Trans. I*, **81**, 19 (1985).
10. G.D. Ulrich and J.W. Riehl, "Aggregation and Growth of Submicron Oxide Particles", *J. Colloid and Interface Sci.*, **87** (1), 257 (1982).
11. J.R. Brock and G.M. Hidy, *J. App. Phys.*, **36**, 1857 (1965).
12. N.S. Subramanian and G.D. Ulrich, "Particle Growth in Flames, III, Coalescence as a Rate-Controlling Process", *Combustion Science and Technology*, **17**, 119 (1977).
13. G.V. Samsonov, "The Oxide Handbook", 2nd ed., IFI/Plenum, p.173 (1982).
14. R.P. Andres, *Ind Eng. Chem.*, **57**, 17 (1965).