

## 양극산화에 의한 다공성 알루미나 막의 제조시 전해질의 영향

이 창 우\* · 함 영 민\* · 강 현 섭 · 장 윤 호†

인하대학교 공과대학 화학공학과, \*단국대학교 공과대학 화학공학과  
(1998년 7월 14일 접수, 1998년 9월 15일 채택)

### Effects of Electrolyte on Preparation of Porous Alumina Membrane by Anodic Oxidation

Chang-Woo Lee\*, Yeong-Min Hahm\*, Hyun-Seop Kang, and Yoon-Ho Chang†

School of Chemical, Polymer & Biological Engineering, In-Ha University, Incheon 402-751, Korea

\*Department of Chemical Engineering, College of Engineering, Dankook University, Seoul 140-714, Korea

(Received July 14, 1998; accepted September 15, 1998)

**요약:** 본 연구에서는 시판용 99.8% 금속알루미늄을 정전류 방식을 이용하여 황산, 수산, 인산 및 크롬산 전해조에서 양극산화를 행하여 다공성 알루미나 막을 제조하였다. 양극산화시 전해액의 종류에 따른 반응온도, 전해액의 농도 및 전류밀도에 따라 형성되는 다공성 알루미나 막의 세공직경과 분포, 막의 두께 및 형태와 결정구조를 조사함으로서 각 전해질 용액하에서의 최적 반응조건을 결정하고 우수한 다공성 알루미나 막을 제조하고자 하였다. 황산, 수산전해질하에서는 한의여과(Ultrafiltration)막이, 인산, 크롬산전해질하에서는 정밀여과(Microfiltration)막이 얻어짐을 알 수 있었다. 황산, 수산 및 인산 전해조에서 제조된 막의 결정구조는 무정형임을 알 수 있으며, 크롬산 전해조에서 제조된 막은  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 결정구조를 보이고 있다.

**Abstract:** The porous alumina membrane was prepared from aluminum metal(99.8%) by anodic oxidation using DC power supply of constant current mode in an aqueous solution of sulfuric, oxalic, phosphoric and chromic acid. Pore size and distribution, membrane thickness, morphology and crystal structure were examined with several anodizing conditions; reaction temperature, electrolyte concentration, current density and electrolyte type. It was found that ultrafiltration membrane was fabricated in electrolyte of sulfuric, and oxalic acid. On the other hand, microfiltration membrane was fabricated in electrolyte of phosphoric, and chromic acid. Also, it was shown that crystal structure of porous alumina membrane prepared in sulfuric, oxalic, and phosphoric acid was amorphous, whereas porous alumina membrane prepared in chromic acid had  $\gamma$  type of crystal structure.

**Key words:** Anodic Oxidation, Porous Alumina Membrane, Ultrafiltration Membrane, Microfiltration Membrane

### 1. 서 론

알루미늄을 전기화학적인 방법으로 자연산화 피막보다 두꺼운 양질의 알루미나 산화피막을 생성시킬 수 있는 양극산화법은 알루미늄을 보다 다양한 용도의 금속재료로 개발하기 위한 기술의 하나로 오래전부터 공업적으로 활용하기 위한 연구가 많이 이루어져 왔다[1-8]. 양극산화를 행하는 방식에는 직류법, 교류법 및 직류·교류 중첩법이 있으며, 교류법에 의하면 10  $\mu\text{m}$  이상의 피막을 생성하는 것이 어렵다고 알려져 있다. 일반적으로 직류법에 의한 양극산화가 사용되고 있다. 또한 각각의 방식에 정전압법[1-11], 정전류법[12-15]에 의한 양극산화 방식이 있다. 정전압법에 의한 양극산화시 막의 표면에 존재하는 세공의 크기와 장벽층(barrier layer)을 용해한 뒷면의 세공의 크기가 다른 비대칭형의 다공성 막이 형성되며 다공성 막의 두께가 증가함에 따라 막의 생성률이 현저하게 낮아져 정전류법에서 제조된 막의 두께와 동일한 두께를 얻기 위해서는 제조시간이 길어지게 된다. 이에 반하여 정전류법은 제조된 막의 앞·뒷면에 존재하는 세공의 크기가 동일한 대칭형의 다공성 알루미나 막을 제조할 수 있다. 본 연구에서 금속 알루미늄을 이용하여 전기화학적인 방법중 정전류법으로 양극산화시켜 제조하

고자 하는 알루미나 막은 두께와 세공의 크기조절이 쉬우며, 세공직경과 분포가 균일하고 세공밀도가 높다. 특히, 양극산화에 의해서 제조된 막은 기존의 무기막과는 달리 사각부피(dead volume)가 존재하지 않는 다공성 막으로 세공크기가 일정하며 직선적인 세공구조를 지니고 있어 분리 정제공정 등에 사용이 가능한 무기막의 일종이다.

한편, 양극산화 반응에 의한 산화막의 형성시 다공성(porous) 막은 용해력이 있는 전해질에서 생성된다고 알려져 있다[1,5]. 또한 전기화학 반응의 양극산화법에 의한 알루미나 막의 물성 및 결정구조는 용액내의 이온들의 종류에 따라서 변한다[7].

따라서 본 연구에서는 황산, 용산, 인산 및 크롬산 전해질하에서 양극산화를 행하여 다공성 알루미나 막의 제조조건을 제시하고자 하였다. 양극산화시 전해액의 종류와 농도, 반응온도, 및 전류밀도에 따라 형성되는 알루미나 막의 세공직경, 결정구조와 형태를 조사하기 위한 실험을 수행하므로써 각 전해질 용액하에서의 최적 반응조건을 결정하고 우수한 알루미나 막을 제조하고자 하였다. 이렇게 제조된 산화막의 결정구조와 특성을 규명하기 위하여 X-선회절 분석하였으며, 막의 세공크기와 분포, 막의 두께 및 기하 구조를 살펴보기 위해 주사 전자 현미경 사진을 관찰하였다.

† 주 저자 (e-mail: yhchang@munhak.inha.ac.kr)

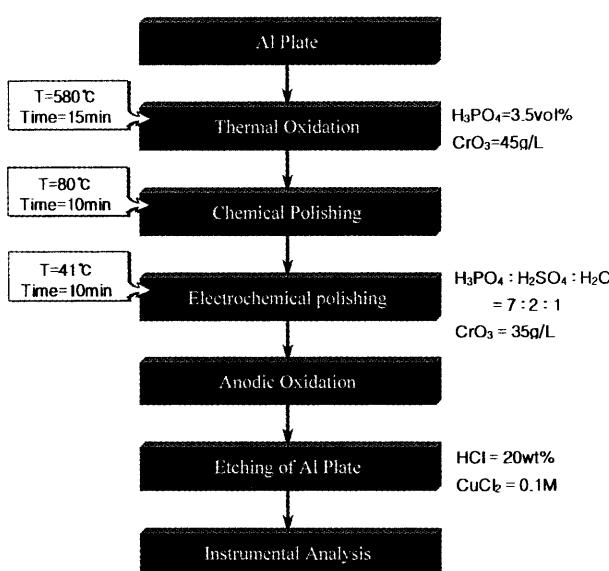


Figure 1. Schematic diagram of experimental procedure.

## 2. 실험방법

본 실험에서 금속 알루미늄을 양극산화에 의해 다공성 알루미나 막의 제조를 위한 전체적인 공정도는 Figure 1에 나타내었으며, 공정도에서 보는 바와 같이 전처리 공정, 양극산화 반응, 알루미나 기판의 용해 및 barrier 층의 용해에 의하여 다공성 알루미나 막을 제조하였다.

### 2.1. 시료 및 시약

본 연구에 사용된 알루미늄은 시판용 99.8% 순알루미늄(1080)판을  $30 \times 70$  mm(0.6 mm, thickness) 크기로 절단하여 시료로 사용하였으며, 수용액 제조나 세척을 위해 Elga Stat사의 초순수 제조장치 UHQ II에 의해 제조된 초순수를 사용하였으며, 각종 산은 덕산 또는 Junsei제 특급시약을 사용하였다.

### 2.2. 전처리

양극산화에 앞서 시료의 표면에 묻어있는 불순물을 제거하기 위하여 아세톤으로 닦은 후 초순수로 세척하였다. 보다 좋은 세공을 얻기 위하여 전처리 과정으로서  $580^{\circ}\text{C}$ 에서 15분간 공기분위기에서 열산화를 실시하고 시료 자체가 가지고 있는 표면의 거칠기와 자연산화피막의 제거를 위하여 3.5 vol %  $\text{H}_3\text{PO}_4$ 에 45 g/L의  $\text{CrO}_3$ 를 첨가한 용액중에서  $80^{\circ}\text{C}$ 로 10분간 화학연마를 실시한 후  $\text{H}_3\text{PO}_4\text{-H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{O}(7:2:1)$  용액에 35 g/L의  $\text{CrO}_3$ 를 첨가한 용액에서  $41^{\circ}\text{C}$ 로 유지하면서 2.87A의 일정한 전류로 10분간 전해연마를 행하였다. 전처리 과정의 각 단계가 끝날때마다 시료표면에 묻어있는 용액을 제거하고자 초순수 및 아세톤으로 수회 세척하였다. 전처리과정이 끝난 시료의 한쪽면만을 양극산화시키기 위하여 시료의 한면을 silicone으로 sealing한 후 양극산화를 행하였다.

### 2.3. 양극산화

본 실험에서 양극산화 반응은 정전류 방식에 의하여 행하였으며, 양극산화 반응시 전해액의 온도를 관리하기 위해 저온냉각조(immersion circulating water bath)를 이용하여 이중관 반응기로

Table 1. Experimental Condition for Preparation of Anodic Alumina Membrane

Electrolyte	Sulfuric Acid	Oxalic Acid, Phosphoric Acid, Chromic Acid
Reaction Temperature [°C]	0	20, 40
Electrolyte Concentration [wt %]	5, 10, 15, 20	2, 5, 7, 10
Current Density [mA/cm <sup>2</sup> ]	5, 10, 30, 50	
Cumulative Charge [C/cm <sup>2</sup> ]		150

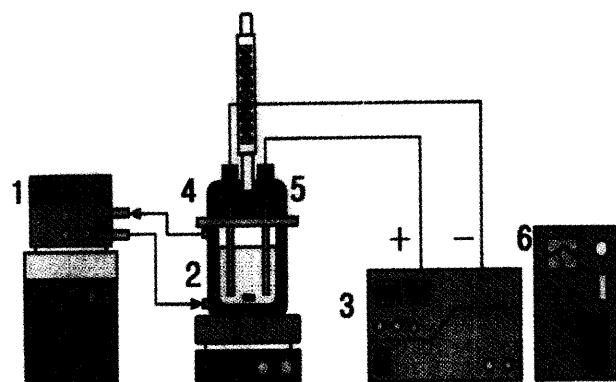


Figure 2. Experimental apparatus for anodic oxidation system.  
1. Refrig. bath circulator, 2. Reactor, 3. D.C. power supply  
4. Cathode(Ti), 5. Anode(Al), 6. A. V. R.

냉각수를 순환시켰으며, 확산에 의한 영향을 제거함과 동시에 양극산화반응시 동반되는 열을 효과적으로 제거하고자 동일한 속도로 교반 시켰다. 상대전극으로는 티타늄을 사용하였으며, 전극간의 거리는 5 cm로 유지하여 양극산화를 실시하였다. 이상과 같은 양극산화반응을 행한 실험장치는 Figure 2에 나타내었다.

### 2.4. 알루미늄판과 barrier 층의 용해

앞서 양극산화시킨 시편으로부터 다공성 알루미나 막만을 분리하고자 0.1 M  $\text{CuCl}_2$ 에 20 wt %  $\text{HCl}$ 을 첨가한 용액에 막의 뒷면인 알루미늄 기판을 넣고 etching하여 용출시킴으로서 알루미나 막만을 얻었다. 알루미늄 기판의 용해시 상당히 큰 발열반응을 수반하므로 막의 다공층을 냉각시키면서 기판을 용해시켰다.

또한 전해액에서 양극산화에 의해 제조된 알루미나 막은 barrier 층 위에 porous 층을 갖는 이중구조를 갖고 있다. 따라서 다공성 막으로 이용하기 위해서는 세공 밑에 형성된 얇은 barrier 층의 용해가 필수적이다. 이를 위하여 인산수용액으로 barrier 층을 용해시켰다.

### 2.5. 기기분석

#### 2.5.1. ICP 분석

양극산화 반응이 종결된 후 전해액 중의 알루미늄 이온의 농도를 측정하고자 Perkin Elmer 사의 Optima 300 DV를 이용하여 알루미늄 표준용액으로 검량선을 만들어 시료를 100배 희석하여 측정하였다.

#### 2.5.2. X-선 회절(XRD) 분석

산화막의 결정구조와 특성을 규명하기 위하여 마노유발로 분쇄

Table 2. Measurement Conditions of X-ray Analysis

Target	Filter	Load	Start angle	End angle	Scan speed
Cu	Ni	30 kV, 15 mA	10 °	80 °	4 ° /min

하여 얻어진 분말을 X-선 회절 분석하였다. 본 연구에서 사용한 X-선 회절 장치는 Rigaku(Japan)사의 Geiger flex Model-3A이며 측정조건은 Table 2와 같다.

### 2.5.3. 주사 전자 현미경(SEM) 분석

제조된 알루미나 막의 세공크기와 분포, 막의 두께 및 기하 구조를 살펴보기 위해 JEOL 사의 JSM-5800을 사용하여 주사 전자 현미경 사진을 관찰하였다.

## 3. 결과 및 고찰

양극산화에 의한 산화막의 형성시 다공성 막은 용해력이 있는 전해질에서 생성된다고 알려져 있다. 따라서 황산, 수산, 인산 및 크롬산 전해질을 선택하여 정전류 방식의 양극산화를 행하는 실험을 통하여 알루미늄으로부터 다공성 알루미나 막의 제조 조건과 제조된 막의 결정구조에 미치는 영향을 고찰하였다. 그러나 동일한 전해질이라도 전해액의 농도와 온도에 따라 용해력에 큰 차이를 보이므로 본 연구에서는 알루미나 막 형성시 각 전해질 농도별 전해액 온도에 대한 영향을 조사하기 위하여 0, 10, 20, 30, 40 °C로 변화시키면서 양극산화를 행하였다. 황산 전해질의 경우 온도가 20 °C 이상에서는 전해액에 의한 막의 용해작용이 크게 상승하여 막의 표면이 손상되어 알루미나 막의 세공형성이 균일하지 않은 거친 표면을 갖는 알루미나 막이 형성되므로 황산 전해조에서 양극산화를 행할시 반응온도를 낮춰야 전해액의 용해속도가 저하되어 매끄러운 표면을 갖고 있으며, 균일한 세공직경과 분포를 가지는 알루미나 막이 얻어짐을 볼 수 있었다[14]. 따라서 황산 전해조에서는 반응온도를 0 °C로 하여 양극산화를 행하였다. 한편, 수산, 인산 및 크롬산 전해질의 경우 황산전해질에 비해 용해력이 약해 반응온도 20 °C에서 양질의 알루미나 막을 제조할 수 있었다. 특히 크롬산 전해질의 경우 반응온도가 높을수록 막의 두께가 증가하여 본 실험에서는 40 °C로 양극산화를 행하였다.

Figure 3은 150 C/cm<sup>2</sup>의 전기량으로 각 전해질 하에서 전류밀도를 조절하여 양극산화를 행하여 제조된 다공성 알루미나 막의 두께를 나타낸 그림이다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이 동일한 전기량으로 얻어진 막의 두께는 황산, 수산, 인산 및 크롬산 전해질의 순으로 두꺼운 것을 알 수 있다. 이러한 원인은 각 전해질의 양극산화 조건에서 전해질에 따라 막의 생성률과 전해액에 의한 화학용해 속도가 다르기 때문이다. 한편, 각 전해질별 막의 두께에 미치는 전류밀도의 영향은 거의 없는 것을 알 수 있다. 또한 인산, 크롬산 전해질의 경우 막의 두께가 현저하게 얇으며, 깨지기 쉬워 막으로 사용할 경우 지지체를 사용해야 하는 단점이 있다. 인산, 크롬산의 경우 막의 두께를 두껍게 하기 위하여 전기량을 250 C/cm<sup>2</sup>으로 증가시켜 보았으나, 막의 두께에는 큰 변화가 없었다. 이는 양극산화시 인산, 크롬산 전해액의 경우 전해전압이 상대적으로 크게 난다. 이러한 전압상승은 양극산화시 저항으로서의 과전압이 크게 발생된 것으로 과전압에 의한 막의 생성률의 저하로 볼 수 있으며, 또한 이러한 전압상승은 양극산화 반응시 전극 표면의 온도 상승을 유발하여 전해액에 의한 화학용해 작용을 촉진시켜 산화막의 한계 두께에 도달되었기 때문이다. 이로부터 표면에 손상을 입지 않은 다공성 막의 제조 범위가 작아질 것이다. 각 전해질별 전해조건에서 전해액의 용해력을 살펴보기 위하여 양극산화 반

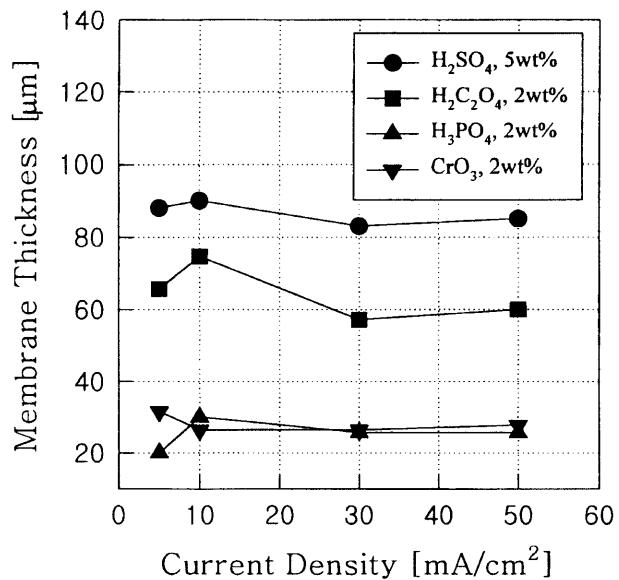


Figure 3. Effect of current density on thickness of prepared alumina membrane at various electrolytes.

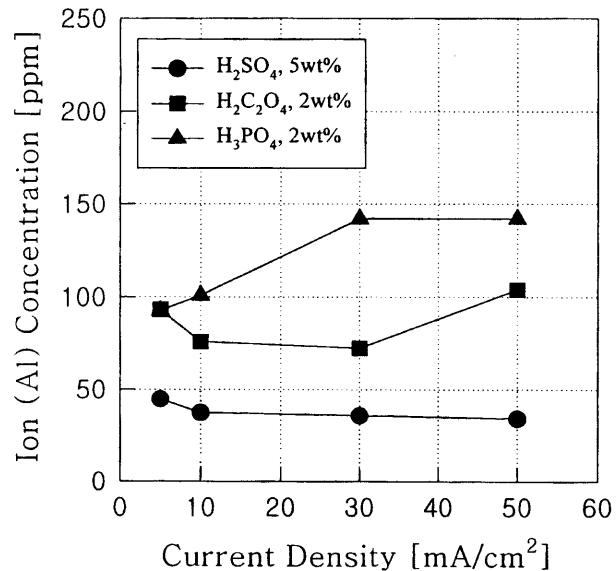


Figure 4. Effect of current density on Al<sup>3+</sup> ion concentration at various electrolytes.

응을 종결한 후 전해액을 채취하여 전해액 중의 Al<sup>3+</sup> 이온의 양을 ICP로 분석하여 Figure 4에 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이 전해액중에 용해된 Al<sup>3+</sup> 이온의 양은 크롬산, 인산, 수산 및 황산 전해질 순으로 많았으며, 이는 Figure 3에 나타낸 막의 두께와 정반대의 경향성을 보이고 있다.

Figure 5는 각 전해질에서의 양극산화 조건에서 150 C/cm<sup>2</sup>의 전기량으로 전류밀도를 조절하여 양극산화를 행하여 제조된 다공성 알루미나 막의 세공직경을 나타낸 그림이다. 그림에 나타난 바와 같이 세공직경의 크기는 전해질에 따라 큰 차이를 보이고 있으며, 황산, 수산, 인산 및 크롬산의 순으로 세공직경이 증가하는 것을 알 수 있다. 이러한 이유로는 앞서도 설명한 바와 같이 양극산화 반응시 전해전압이 크게 되면 이에 따라 전기화학용해 작용이 상

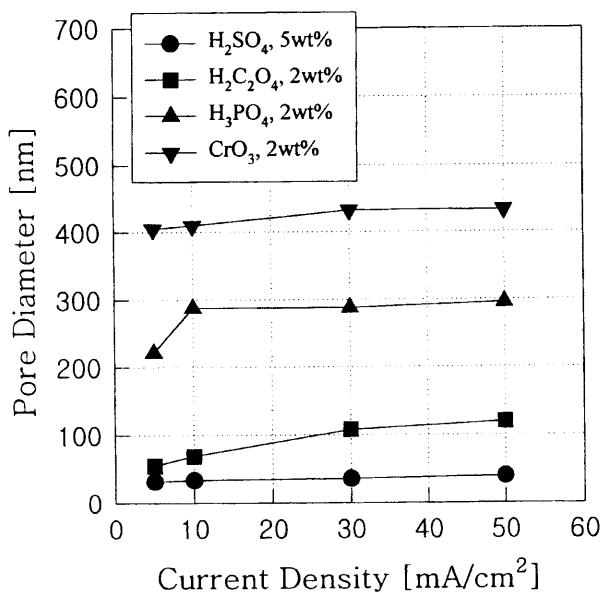


Figure 5. Effect of current density on pore diameter of prepared alumina membrane at various electrolyte.

승으로 세공직경을 크게 형성하기 때문이다. 또한 수산, 인산 및 크롬산 전해액에서 양극산화시 각 전해질의 일정 농도조건에서 전류밀도가 증가함에 따라 세공직경도 약간 커지는 경향을 보이고 있으나 다른 전해질에 비하여 황산 전해질의 경우 그 영향이 매우 작음을 알 수 있었다. 이는 황산 전해액의 경우 강산으로 대부분 해리되어 이온으로 존재하며 전해액 중에 음이온이 다양 존재하므로 전류밀도가 증가하더라도 음이온끼리의 전하 반발력에 의해 양극인 알루미늄 전극 표면으로의 이동속도가 크게 증가하지 않는 반면, 수산, 인산 및 크롬산의 경우 약산으로서 해리상수가 작아 전류밀도에 따른 이온전도 효과가 크게 나타나 전극과 전해액 사이의 이온충을 두껍게 형성하여 전압의 상승효과를 가져오게 되고 세공직경이 크게 형성되는 것이다.

Figure 6은 30 mA/cm<sup>2</sup>의 전류밀도, 150 C/cm<sup>2</sup>의 전기량으로 각 전해질의 농도를 조절하여 양극산화를 행하여 제조된 다공성 알루미나 막의 세공직경을 나타낸 그림이다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이 동일한 전류밀도에서 수산, 인산 전해액의 농도가 증가할수록 세공직경은 다소 감소하고 있었으며, 황산 전해질의 경우 전해액의 농도에 따른 세공직경의 변화가 적음을 알 수 있었다. 이는 동일한 전류밀도 즉 동일한 이온전도 효과에서 전해질의 농도가 증가할수록 용해작용에 관여하는 음이온의 수가 많아져 초기에 형성되는 barrier층이 상대적으로 얇아져 전해전압이 감소하게 된다. 따라서 전해질의 농도가 증가할수록 세공직경이 크게 형성되는 것이다. 한편, 저농도에서는 전류밀도가 낮을수록 세공이 커지는 것을 볼 수 있는데 이는 동일한 전기량을 가하는데 있어 전류밀도가 작은 경우 상대적으로 반응시간이 길어 생성된 막이 전해액에 노출되는 시간이 길어지게 되어 세공 주변으로의 화학용해가 일어나 세공확대 현상이 발생했기 때문이다.

각 전해조에서 전류밀도를 조절하여 양극산화를 행할 때 나타나는 전해전압을 Figure 7에 나타내었다. Figure 7에서 보는 바와 같이 양극산화시 전해전압은 황산, 수산, 인산 및 크롬산 전해질의 순으로 증가하는 것을 볼 수가 있다. 이러한 경향성은 생성된 막의 세공직경과 밀접한 관계가 있는 것으로 정전류 방식에서 전해전압의 세기는 전극에서의 저항의 크기와 비례하게 된다. 따라서 전해

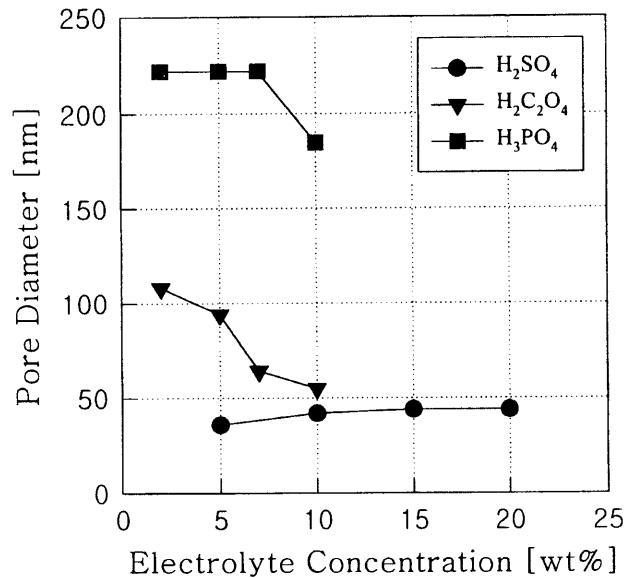


Figure 6. Effect of electrolyte concentration on pore diameter of prepared alumina membrane at various electrolyte [Current density = 30 mA/cm<sup>2</sup>].

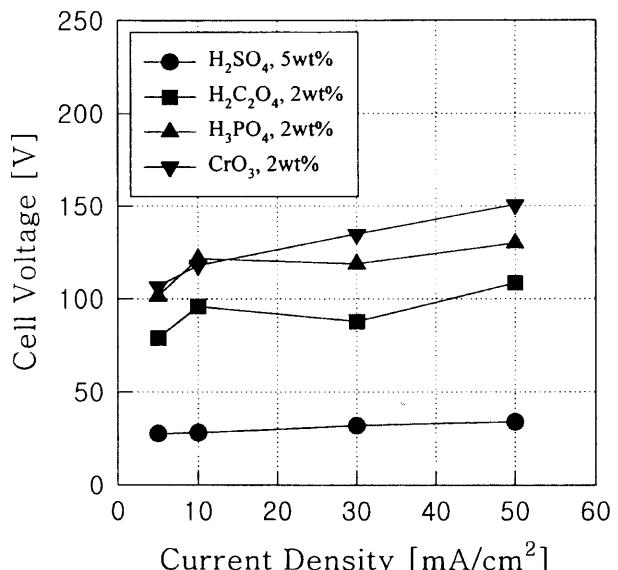


Figure 7. Effect of current density on cell voltage at various electrolyte.

전압이 높다는 것은 그만큼 양극산화에 필요한 에너지의 소모가 많다는 것을 의미하며, 높은 전해전압은 양극산화 반응을 방해하는 저항으로 작용하고 이로부터 전극표면의 온도상승을 유발하여 전기화학용해 작용이 상승하여 세공을 크게 형성하기 때문이다. 또한 전류밀도에 따른 전해전압의 변화는 황산의 경우 강산으로 대부분 해리되어 이온으로 존재하여 전해액 중에 음이온이 다양 존재하므로 전류밀도가 증가하더라도 음이온끼리의 전하 반발력에 의해 양극인 알루미늄 전극 표면으로의 이동속도가 크게 증가하지 않는 반면, 수산, 인산 및

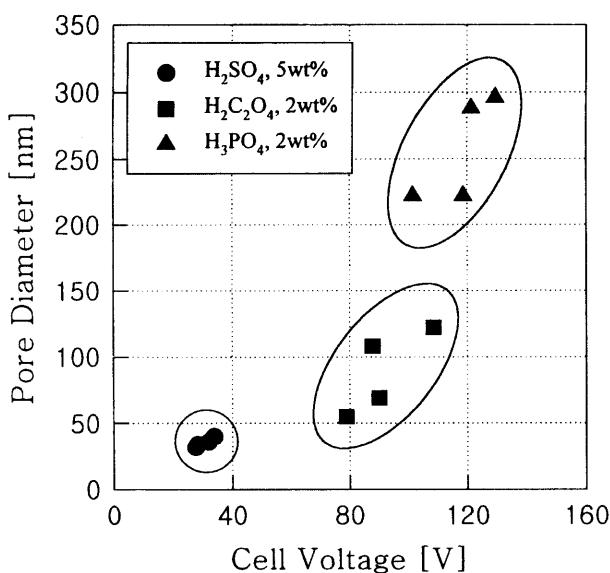


Figure 8. Effect of cell voltage on pore diameter of prepared alumina membrane at various electrolyte[ Current density = 30 mA/cm<sup>2</sup> ].

크롬산의 경우 약산으로서 해리상수가 작아 전류밀도에 따른 이온 전도 효과가 크게 나타나기 때문이다.

Figure 8은 30 mA/cm<sup>2</sup>의 전류밀도, 150 C/cm<sup>2</sup>의 전기량으로 각 전해질의 농도를 조절하여 양극산화시 각 전해질에 따른 전해전압과 세공직경과의 관계를 나타낸 그림이다. 그림에서 나타난 바와 같이 전해전압이 증가함에 따라 세공직경이 큰 알루미나 막이 형성된다는 것을 알 수 있다. 이러한 이유는 Figure 5에서 설명한 바와 같으며, 정전압 방식으로 양극산화를 행한 선행연구자[1,11]들의 결과와 일치하고 있다. 한편, 각 전해질에서 양극산화를 행하여 제조된 다공성 알루미나 막의 표면 SEM 사진중 대표적으로 각 전해질의 최저 농도조건에서 30 mA/cm<sup>2</sup>의 전류밀도, 150 C/cm<sup>2</sup>의 전기량으로 양극산화하여 얻은 막의 SEM 사진을 Figure 9에 나타내었다.

본 연구에서 표면에 손상이 없는 다공성 알루미나 막의 제조조건으로 전해액의 농도는 황산 전해질의 경우 5~20 wt %, 수산, 인산 전해질은 2~10 wt %, 크롬산의 경우 2~5 wt % 범위가 적당하였다. 한편, 황산, 수산 전해질하에서 전류밀도와 전해액의 농도를 조절하여 제조된 막의 세공직경은 각각 20~40 nm, 45~110 nm의 범위를 가지는 한외여과막을 얻을 수 있었으며, 인산 및 크롬산 전해질하에는 막의 세공직경이 각각 150~300 nm, 400~430 nm의 범위를 가지는 정밀여과막을 얻을 수 있었다.

Figure 10은 각 전해질에서 양극산화에 의해 제조된 알루미나 막의 결정구조를 확인하기 위하여 X-선 회절분석한 결과로서 황산, 수산 및 인산 전해조에서 제조된 막의 결정구조는 무정형임을 알 수 있으며, 크롬산 전해조에서 제조된 막은  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 결정구조를 보이고 있다. 이는 상대적으로 전해전압이 높은 크롬산의 경우 양극산화 반응 과정에 의한 에너지 소모가 증가하여  $\gamma$  상의 결정성이 보이는 것으로 생각된다. 한편, 제조된 막의 성분을 확인하기 위하여 FT-IR 분석은 행한 결과 1150 cm<sup>-1</sup> 부근에서 약한 Al-O 결합과 550~850 cm<sup>-1</sup>에서 강한 Al-O 결합(750 cm<sup>-1</sup> 부근에서 tetrahedral Al-O bond, 550 cm<sup>-1</sup> 부근에서 octahedral Al-O bond) 특성 peak를 보이고 있다[15]. 이는 선행 연구자[16]에 의한 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 FT-IR 분석 결과와 일치하고 있는 것으로 보아 양극산화

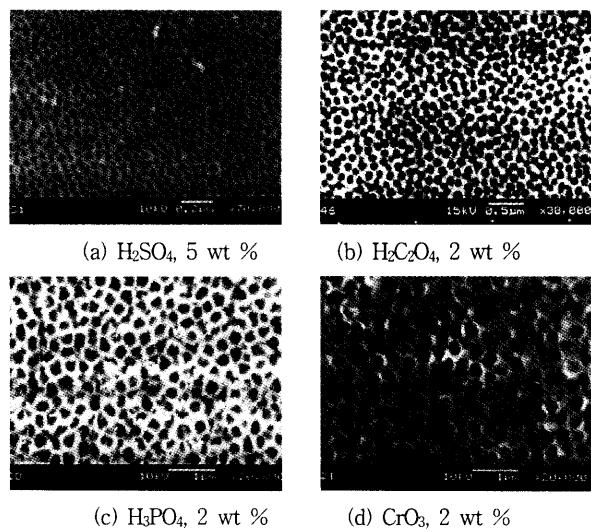


Figure 9. SEM photographs of alumina membrane surface prepared at various electrolyte[ Current density = 30 mA/cm<sup>2</sup> ].

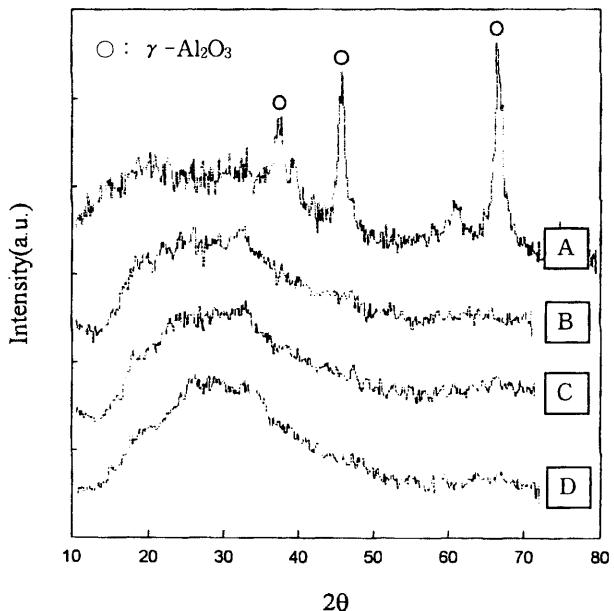


Figure 10. X-ray diffraction pattern of alumina membrane prepared at various electrolyte[A : CrO<sub>3</sub>, B : H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, C : H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, D : H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>].

에 의한 제조된 산화막의 성분은 알루미나임을 알 수 있다.

#### 4. 결 론

알루미늄을 전기화학적인 방법으로 양극산화하여 다공성 알루미나 막의 제조하는데 있어 전해질의 종류에 따라 실험을 행한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

- 1) 황산·수산전해질하에서는 한외여과(Ultrafiltration)막이, 인산·크롬산전해질하에서는 정밀여과(Microfiltration)막이 얻어짐을 알수 있었다.
- 2) 수산·인산 전해조에서 양극산화에 의한 다공성 알루미나 막

은 상온제조가 가능하였다.

- 3) 수산 전해액의 경우 다른전해액에 비해 전해액의 농도 및 전류밀도에 따른 알루미나 막의 세공직경의 분포범위가 넓었다.
- 4) 수산·인산 전해액의 농도가 증가함에 따라 세공직경은 감소함을 볼 수 있으나, 황산 전해질의 농도에 따른 세공직경의 변화는 매우 작았다.
- 5) 황산, 수산 및 인산 전해조에서 제조된 막의 결정구조는 무정형임을 알 수 있으며, 크롬산 전해조에서 제조된 막은  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 결정구조를 보이고 있다.
- 6) 황산, 수산, 인산 및 크롬산 전해액에서 양극산화시 전류밀도는 10~30 mA/cm<sup>2</sup>가 적당하며, 각 전해질의 일정 농도조건에서 전류밀도가 증가함에 따라 세공직경도 약간 커지는 경향을 보이고 있다.
- 7) 알루미나 막의 세공직경의 변화는 전류밀도, 전해질의 농도를 조절하기보다 전해질을 바꿔줌으로서 폭넓게 조절할 수 있다.

### 감 사

본 연구는 한국과학재단 특정기초 연구비 (96-05-02-04-01-3) 지원으로 수행되었으며 지원에 감사를 드립니다.

### 참 고 문 헌

1. F. Keller, M. S. Hunter, and D. L. Robinson, *J. Electrochem. Sci.*, **100**, 411(1953).
2. R. W. Franklin and D. J. Stirland, *J. Electrochem. Soc.*, **110**, 262(1963).
3. J. Zahavi and M. Metzer, *J. Electrochem. Soc.*, **119**, 1479

(1972).

4. O. J. Murphy, J. S. Wainright, J. J. Lenczewski, J. H. Gibson, and M. W. Santana, *J. Electrochem. Sci.*, **136**, 3518(1989).
5. J. P. O'Sullivan and G. C. Wood, *Proc. Royal Soc. London, A***317**, 511(1970).
6. A. W. Smith, *J. Electrochem. Soc.*, **120**, 1068(1973).
7. G. E. Thompson, K. Shimizu, and G. C. Wood, *Nature*, **286**, 471(1980).
8. R. C. Furneaux, W. R. Rigby, and A. P. Davison, *Nature*, **337**, 12(1989).
9. S. K. Dalvie and R. E. Baltus, *J. Membrane Sci.*, **71**, 247 (1992).
10. W. R. Bowwen and D. T. Hughes, *J. of Colloid and Interface Sci.*, **143**, 252(1991).
11. N. Itoh, K. Kato, T. Tsuji, and M. Hongo, *J. Membrane Sci.*, **117**, 189(1996).
12. H. Kim, Y. M. Hahm, and Y. H. Jang, *J. of Korean Ind. & Eng. Chemistry*, **8**, 756(1997).
13. C. H. Lee, H. Y. Hong, Y. H. Jang, and Y. M. Hahm, *J. of Korean Ind. & Eng. Chemistry*, **9**, 536(1998).
14. C. H. Lee, Y. Lee, H. S. Kang, Y. H. Jang, H. Y. Hong, and Y. M. Hahm, *J. of Korean Ind. & Eng. Chemistry*, **9**, (1998).
15. C. H. Lee, Y. H. Jang, and Y. M. Hahm, *HWAHAK KOONGHAK*, **36**, 653(1998).
16. R. A. Nyquist and R. O. Kagel, "Infrared Spectra of Inorganic Compounds", Academic Press Inc., New York, 208 (1996).