

카올린으로부터 PAA Gel법에 의한 알루미나 나노 입자의 합성

김지경 · 이상근 · 신준식* · 홍성수* · 박성수* · 박희찬†

부산대학교 재료공학부

*부경대학교 화학공학부

(2004년 1월 28일 접수; 2004년 2월 19일 승인)

Synthesis of Alumina Nano Particles by PAA Gel Method from Kaolin

Ji Kyung Kim, Sang Gun Lee, Jun Sik Shin,* Seong Soo Hong,* Seong Soo Park,* and Hee Chan Park†

Department of Materials Science and Engineering, Pusan National University, Busan 609-735, Korea

*Division of Chemical Engineering, Pukyong National University, Busan 608-739, Korea

(Received January 28, 2004; Accepted February 19, 2004)

초 록

Polyacrylamide (PAA) 겔법은 매우 간단한 중합법이며, 고분자 망상구조가 α - Al_2O_3 분말의 응집을 억제하므로 미 응집된 나노 크기의 α - Al_2O_3 분말은 polyacrylamide (PAA) 겔법을 통하여 성공적으로 합성되었다. 본 연구에서는 황산알루미늄, acrylamide 및 N,N'-methylene-bis-acrylamide (BIS)의 여러 농도에서 합성된 겔 전구체를 공기 중에서 1100°C , 2시간동안 하소시켜서 약 8~15 nm의 직경을 가진 나노 α - Al_2O_3 입자들을 제조할 수 있었다. Acrylamide에 대한 황산알루미늄의 몰비를 증가시켰을 때는 나노 입자들의 크기는 변하지 않았지만, acrylamide에 대한 BIS의 몰비를 증가시켰을 때는 나노 입자들의 크기는 작아지는 경향을 나타내었다.

ABSTRACT

Non-aggregated nanoscale α - Al_2O_3 powders were prepared successfully by polyacrylamine (PAA) gel method. The method was very simple and polymer network inhibited the aggregate of α - Al_2O_3 powders. In this investigation, nanoparticles of α - Al_2O_3 with a diameter of about 8~15 nm were fabricated by calcining the gel precursors with various concentrations of aluminum sulfate, acrylamide and N,N'-methylene-bis-acrylamide (BIS) in air at 1100°C for 2 h. The molar ratio of aluminum sulfate to acrylamide did not have any influence on the size of particles. On the other hand, as the molar ratio of BIS to acrylamide increased, the size of nanoparticles decreased.

Key words : Nano, Powder, Polyacrylamide, Gel, α - Al_2O_3

1. 서 론

21세기 핵심 산업으로 일컬어지는 신과학 분야 중에서 나노기술분야는 반도체분야, 재료분야, 생명공학 분야, 항공분야 등 많은 분야에 영향을 미칠 중요한 산업기술로 기대된다. 또한, 세라믹스는 고분자나 금속보다 열적, 기계적 및 화학적 안정성이 우수하고, 차별화된 전자기 특성을 보유함에 따라 자동차, 항공, 연료전지, 초경 공구, 내열소재, 생체재료, 센서 등 광범위한 산업의 핵심 소재로 다양한 응용이 기대되고 있다.¹⁾ 최근, 세라믹스분야에서 나노기술과 접목하기 위하여 나노 분말의 합성, 신 합성공정 개발 및 나노 재료의 특성을 응용하는 연구가 활

발히 진행되고 있다.²⁻⁴⁾

산화물 세라믹스 재료로는 Al_2O_3 , SiO_2 , ZrO_2 , MgO , CaO 등을 들 수 있지만, 알루미나는 우수한 기계적 특성, 전기적 특성, 내열성 등의 많은 장점을 보유하므로 전자 재료, 파인세라믹스, 담체재료, 복합재료 등의 분야에 광범위하게 사용되고 있다. 고순도 α - Al_2O_3 미세분말의 합성법은 매우 다양하지만, 크게 기상반응법과 액상반응법으로 나눌 수 있다. 기상반응법에는 AlCl_3 수용액과 암모니아 기체의 반응, 플라즈마 증발법 등을 들 수 있고, 액상반응법에는 알루미늄염 수용액의 중화법, 암모니움 명반의 열분해법, 유기알루미늄의 가수분해법 등을 들 수 있다.⁵⁾ 그렇지만, α - Al_2O_3 는 1100°C 이상에서 하소하여 얻어지는 안정된 결정상이므로 높은 온도에서 하소되는 과정에서 빠른 결정성장이 일어나고, 액상반응법에서 탈수 반응이 일어나는 과정에서 입자들이 응집되는 현상이 잘 발생하므로 나노 크기의 α - Al_2O_3 분말을 제조하기가

†Corresponding author : Hee Chan Park
E-mail : hcpark2@pusan.ac.kr
Tel : +82-51-510-2388 Fax : +82-51-512-0528

매우 어려운 실정이다. 따라서, 나노 크기의 α - Al_2O_3 분말 제조에 polyacrylamide(PAA) 겔법을 이용하면 매우 간단하게 낮은 온도에서 나노 크기 α - Al_2O_3 분말의 합성이 가능 할 것으로 기대된다.^{6,7)} 또한, 다른 졸-겔 방법과 비교해 보면,⁸⁻¹²⁾ PAA 겔법에서는 출발물질로 값비싼 금속 알콕사이드를 사용하지 않고, PAA의 가교도 조절에 의해 나노 입자의 크기를 용이하게 조절하고, 응집되지 않은 나노 입자들의 제조가 가능하다고 보아진다.

본 연구에서는 국내 하동산 카올린으로부터 추출되는 황산알루미늄을 알루미늄의 공급원 출발물질로 사용하였고, PAA 겔법을 이용하여 여러 중합 조건에서 미 응집된 α - Al_2O_3 나노 분말을 합성하고자 하였다. 황산알루미늄의 농도, 모노머의 농도, 중합 가교제의 농도, 반응온도 등의 변화에 따른 α - Al_2O_3 나노 분말의 수율 및 입자 크기의 조절 가능성 등을 조사하였다. 또한, 최적의 중합 조건에서 합성된 α - Al_2O_3 나노 분말의 특성들을 조사하였다.

2. 실험방법

2.1. 시약

본 실험에서는 경남 하동산의 halloysite질 백색 카올린을 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14\text{-}18\text{H}_2\text{O}$ 를 얻기 위한 출발물질로 사용하였고, 제조된 황산알루미늄에서 Al^{3+} 이온들은 중합반응에서 Al 성분의 공급원 역할을 하였고, $(\text{SO}_4)^{2-}$ 이온들은 중합반응에서 자유라디칼을 제공하는 중합 개시제의 역할을 하였다. 중합 반응에 사용되는 단량체로는 Jusei사의 시약급 acrylamide를 사용하였고, 중합 가교제로는 Fluka사의 시약급 N,N'-methylene-bis-acrylamide(BIS)를 사용하였다. 또한, 용매로서 이차 증류수를 사용하였다.

2.2. 시료합성

본 실험에서 PAA 겔법을 이용하여 하소된 카올린으로부터 나노 크기의 α - Al_2O_3 를 제조하는 단계를 Fig. 1에 간략하게 나타내었다. 즉, 9g의 하소된 카올린 분말과 1 M 황산 수용액 300 mL를 삼수플라스크 속에 투입하여 80°C에서 120분동안 산처리한 후, 여과지를 통과한 여과액을 900 mL의 에탄올에 5 mL/min의 속도로 적하하고 24 시간동안 상온 방치하여 침전물인 수화황산 알루미늄($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14\text{-}18\text{H}_2\text{O}$)을 얻었다. 합성한 수화황산 알루미늄을 일반전기로서 약 300°C, 12시간동안 열처리하여 황산알루미늄을 제조하였다.¹³⁾ Hot plate에 설치된 500 ml 용 분리형 삼수플라스크에 100 ml의 이차 증류수를 투입하고, 50 rpm의 교반속도로 교반하면서 주어진 물농도의 황산알루미늄($C_{\text{AS}}=0.001\text{ M}-0.05\text{ M}$), acrylamide($C_{\text{AA}}=0.2\text{ M}$) 및 BIS($C_{\text{BIS}}=0.002\text{ M}-0.05\text{ M}$)를 순차적으로 투입하였다. 이때, 실온에서 투입된 반응물들은 이차 증류수에 잘

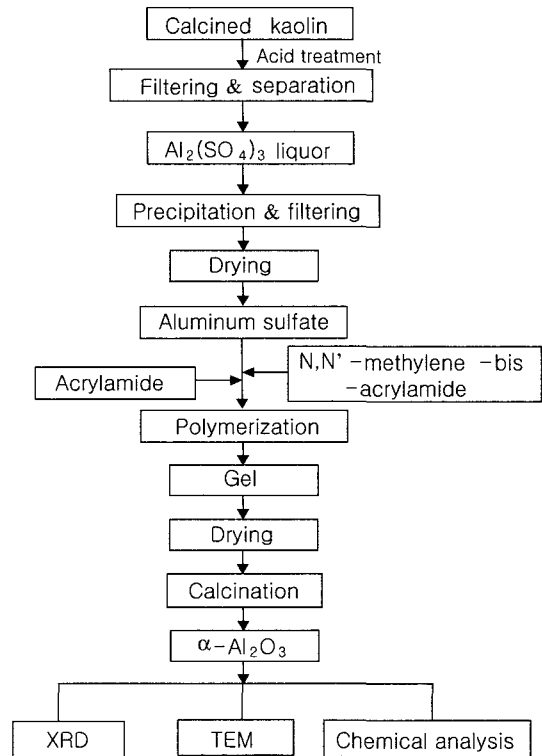


Fig. 1. Flow chart for preparation of nanoscale α - Al_2O_3 powder.

용해되었다. 이 반응물들을 70~100°C에서 일정한 시간동안 중합 반응시켜서 투명한 PAA 겔을 얻었고, 중합도 및 가교도의 급격한 증가에 기인하여 반응물의 교반이 불가능해지는 시간을 측정하여 겔화시간으로 정하였다. 얻어진 투명한 겔을 건조로에서 80°C, 24시간동안 건조시켜서 흰색 건조 겔을 얻었다. 얻어진 건조 겔을 전기로내의 알루미늄 도가니에 넣고, 공기 분위기에서 500~1100°C, 2시간동안 하소시켜서 알루미늄 나노 분말들을 제조하였고, 이들의 무게를 칭량하였다. 알루미늄 합성 수율은 투입된 황산알루미늄으로부터 계산된 알루미늄 무게에 대한 합성 시료의 무게비로 계산하였다.

2.3. 특성분석

시료들의 결정상과 결정구조를 분석하기 위해서 X-선 회절장치(XRD; RINT 2000, Rigaku Co., Japan)를 사용하였으며, 측정조건은 Ni-filtered $\text{CuK}\alpha$, 30 kV-25 mA, 5°/min의 주사 속도로 하였다. 시료들의 입자 크기와 미세구조 분석은 투과형전자현미경(TEM; JEM-2010, JEOL Co., Japan)을 이용하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 겔화거동

PAA의 중합 반응에서 반응온도의 변화에 따른 PAA의

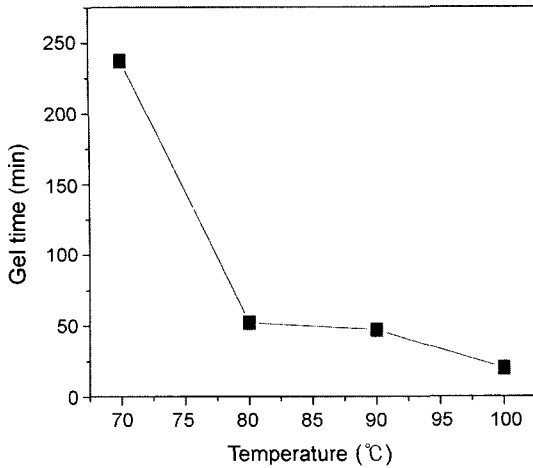


Fig. 2. The change of gel time as a function of reaction temperature for the gel with $C_{AS}=0.001$ M, $C_{AA}=0.2$ M, and $C_{BIS}=0.002$ M.

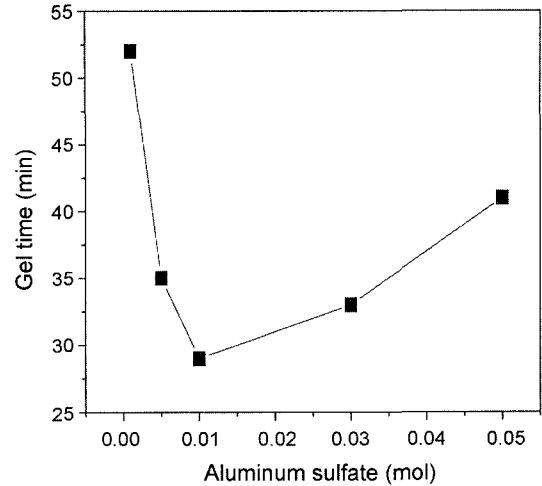


Fig. 3. The change of gel time as a function of aluminum sulfate concentration at 80°C for the gels with $C_{AS}=0.001$ M~0.05 M, $C_{AA}=0.2$ M, and $C_{BIS}=0.002$ M.

겔화 거동을 조사하기 위하여 황산알루미늄의 농도($C_{AS}=0.001$ M), acrylamide의 농도($C_{AA}=0.2$ M) 및 BIS의 농도($C_{BIS}=0.002$ M)를 고정하고 70°C에서 100°C까지의 반응 온도 변화에 따른 겔화 시간을 측정 한 결과, 이를 Fig. 2에 나타내었다. 주어진 그림을 살펴보면, 70°C에서는 겔화 시간이 약 230분이었지만 80°C 이상에서는 겔화 시간이 50분 이하로 급격히 짧아지는 경향을 나타내었다. 이는 PAA의 중합반응에서 반응 온도가 증가할수록 중합속도가 증가하는 특성과 잘 일치하였다. 한편, 황산알루미늄이 용액 중에 용해될 때, 해리된 $(SO_4)^{2-}$ 이온들이 제공하는 자유라디칼들은 PAA의 중합 반응에서 중합 개시제의 역할을 한다. 따라서, $(SO_4)^{2-}$ 이온의 농도 변화에 따른 PAA의 겔화 거동을 조사하기 위하여 acrylamide의 농도($C_{AA}=0.2$ M) 및 BIS의 농도($C_{BIS}=0.002$ M)는 고정시키고 황산알루미늄의 농도($C_{AS}=0.001$ M~0.05 M)를 변화시키면서 80°C에서 겔화 되는 시간을 측정 한 결과, 이를 Fig. 3에 나타내었다. 주어진 그림을 살펴보면, $C_{AS}=0.001$ M에서 $C_{AS}=0.01$ M까지는 겔화 시간이 급격히 짧아지다가 $C_{AS}=0.01$ M 이상에서는 서서히 겔화 시간이 길어지는 경향을 나타내었다. 이는 중합개시제의 농도가 증가하면 겔의 중합속도가 증가하여 겔화 시간이 급격히 감소되지만, 일정한 농도 이상으로 중합개시제가 증가하면 중합된 고분자의 사슬 길이가 감소되고, 이로 인하여 겔의 점도가 저하되어 겔화 시간이 증가되었다고 사료된다.

3.2. 합성수율

PAA 겔법에서 황산알루미늄의 농도 변화에 따른 알루미늄의 합성 수율을 조사하기 위하여 acrylamide의 농도($C_{AA}=0.2$ M) 및 BIS의 농도($C_{BIS}=0.002$ M)는 고정하고, 황산알루미늄의 농도($C_{AS}=0.001$ M~0.05 M)를 변화시키면서

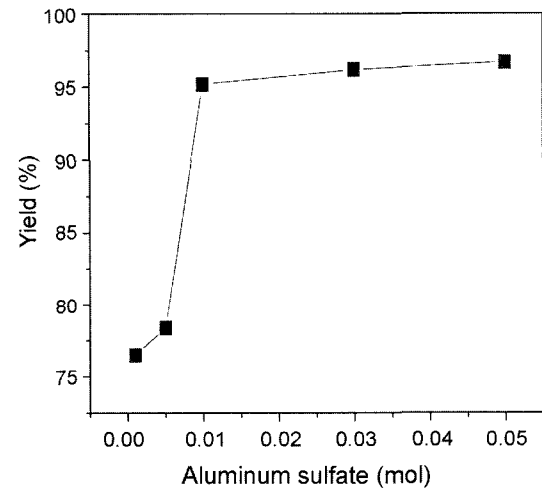


Fig. 4. The trend of yield as a function of aluminum sulfate concentration in the samples calcined at 1100°C for 2 h from the gel with $C_{AS}=0.001$ M~0.05 M, $C_{AA}=0.2$ M, and $C_{BIS}=0.002$ M.

80°C에서 중합 반응시켜서 얻어진 시료들을 1100°C, 2시간동안 하소시킨 후, 이들의 무게를 측정하여 합성수율을 계산한 결과를 Fig. 4에 나타내었다. 또한, 이들 하소된 시료들의 XRD 분석 결과를 Fig. 5에 나타내었다. 주어진 Fig. 4를 살펴보면, 황산알루미늄의 농도가 증가할수록 합성수율이 76.5%에서 96.7%까지 증가하는 것을 알 수 있다. 이는 겔을 형성시킨 고분자 사슬의 길이 연관된다고 사료된다. 즉, 중합개시제의 농도가 적으면 중합된 고분자의 사슬길이이 매우 길어서 Al^{3+} 이온을 포집하는 기공이 잘 발달되지 못했기 때문이다. 또한, 주어진 Fig. 5를 살펴보면, 황산알루미늄의 농도와는 무관하게 모두 $\alpha-Al_2O_3$ 결정상으로 존재함을 알 수 있다.

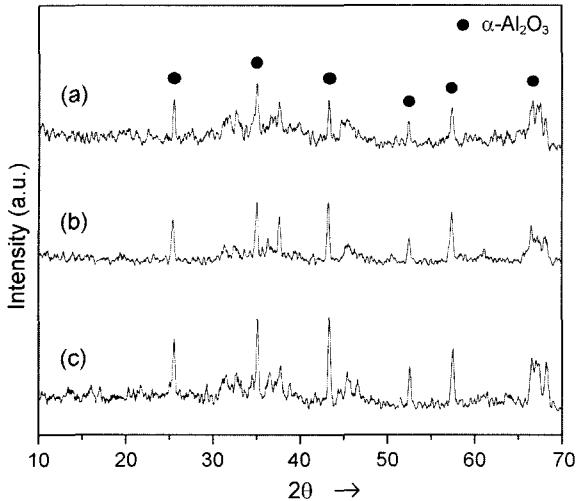


Fig. 5. XRD patterns of the samples calcined at 1100°C for 2 h from the gels containing (a) 0.001 M, (b) 0.01 M, and (c) 0.03 M of aluminum sulfate with $C_{AA}=0.2$ M, and $C_{BIS}=0.002$ M.

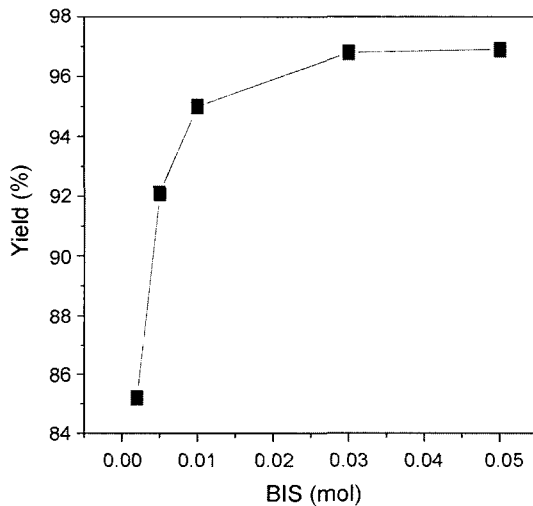


Fig. 6. The trend of yield as a function of BIS concentration in the samples calcined at 1100°C for 2 h from the gel with $C_{AS}=0.01$ M, $C_{AA}=0.2$ M, and $C_{BIS}=0.002$ M~0.05 M.

BIS의 농도 변화에 따른 알루미늄의 합성 수율을 조사하기 위하여 황산알루미늄의 농도($C_{AS}=0.01$ M) 및 acrylamide의 농도($C_{AA}=0.2$ M)를 고정하고, BIS의 농도($C_{BIS}=0.002$ M~0.05 M)를 변화시키면서 80°C에서 중합 반응시켜서 얻어진 시료들을 1100°C, 2시간동안 하소시킨 후, 합성수율을 계산한 결과를 Fig. 6에 나타내었다. 주어진 그림을 살펴보면, BIS의 농도가 증가할수록 수율이 85.2%에서 96.9%까지 증가하는 것을 알 수 있다. 이는 중합가교제인 BIS의 농도가 증가할수록 가교밀도가 증가하므로 PAA 겔의 내부에 Al^{3+} 이온을 잘 포집할 수 있는 밀폐기공의 수가 증가하였기 때문이라고 사료된다.

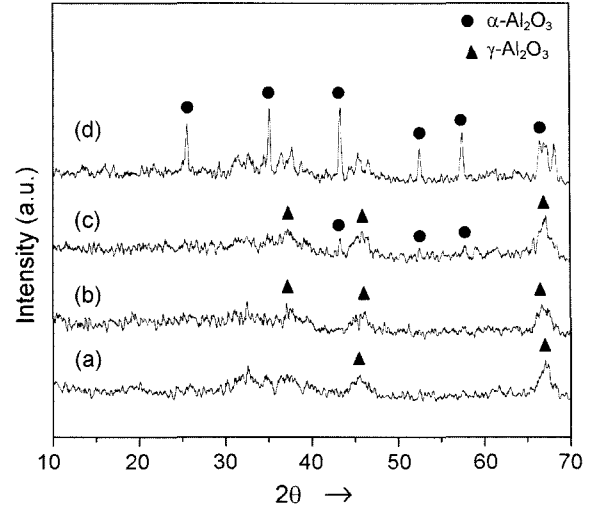


Fig. 7. XRD patterns of the samples calcined for 2 h at (a) 500°C, (b) 800°C, (c) 1000°C, and (d) 1100°C from the gels with $C_{AS}=0.01$ M, $C_{AA}=0.2$ M, and $C_{BIS}=0.002$ M.

3.3. 상전이 거동

PAA 겔법을 통하여 얻어진 흰색 건조 겔을 하소시킬 때, 하소온도 변화에 따른 최종 시료들의 상전이 및 결정상 특성을 분석하기 위하여 짧은 겔화시간 및 높은 수율을 제공하는 조건인 $C_{AS}=0.01$ M, $C_{AA}=0.2$ M, $C_{BIS}=0.002$ M의 조건으로 80°C에서 중합 반응시켜서 얻어진 겔들을 500°C, 800°C, 1000°C 및 1100°C에서 2시간동안 하소시킨 시료들의 XRD 분석 결과를 Fig. 7에 나타내었다. 주어진 Fig. 7을 살펴보면, 500°C 및 800°C에서 하소된 시료들에서는 $\gamma-Al_2O_3$ 결정상만이 존재하였고, 1000°C에서 하소된 시료에서는 $\gamma-Al_2O_3$ 및 $\alpha-Al_2O_3$ 상 결정상들이 공존하였고, 1100°C에서 하소된 시료에서는 $\alpha-Al_2O_3$ 결정상이 잘 발달되었음을 알 수 있다. 일반적으로 마이크론 크기의 황산알루미늄 또는 $\gamma-Al_2O_3$ 분말을 1000°C, 2시간동안 하소시키면 $\alpha-Al_2O_3$ 결정상으로 상전이가 잘 일어나지 않지만, PAA 겔법에서 제조된 시료에서는 $\alpha-Al_2O_3$ 결정상으로 상전이가 잘 일어남을 확인할 수 있다. 이는 PAA 겔법에서 제조된 시료들은 나노 크기의 입자들로 구성되어서 이들의 비표면적이 매우 크기 때문에 1000°C에서 $\alpha-Al_2O_3$ 결정상으로 상전이가 발생하였다고 사료된다.

3.4. 미세구조

황산알루미늄의 농도 변화에 따른 나노 입자의 크기 변화를 고찰하기 위하여 acrylamide의 농도($C_{AA}=0.2$ M) 및 BIS의 농도($C_{BIS}=0.002$ M)는 고정하고, 황산알루미늄의 농도($C_{AS}=0.001$ M~0.03 M)를 변화시키면서 80°C에서 중합 반응시켜서 얻어진 시료들을 1100°C, 2시간동안 하소시킨 시료들의 TEM 사진들을 Fig. 8에 나타내었다. 주어진 그림을 살펴보면, 황산알루미늄의 농도와는 무관하게 거의

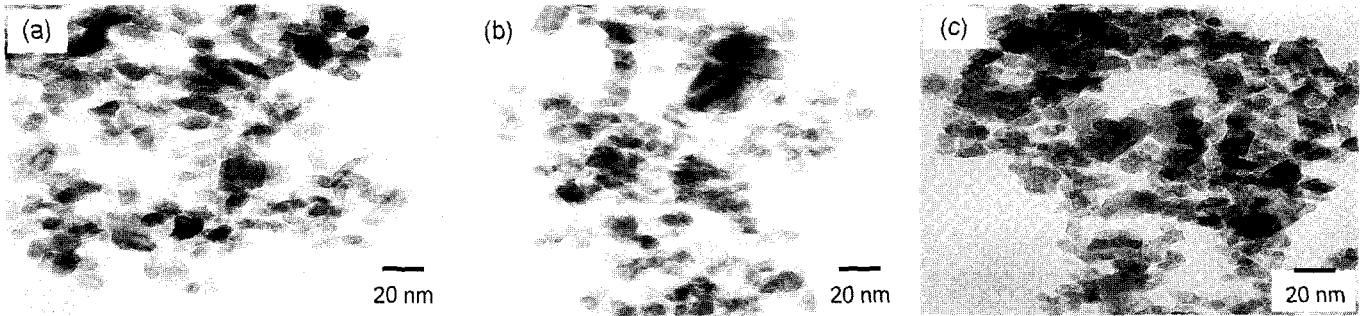


Fig. 8. TEM pictures of the samples calcined at 1100°C for 2 h from the gels containing (a) 0.001 M, (b) 0.01 M, and (c) 0.03 M of aluminum sulfate with $C_{AA}=0.2$ M, and $C_{BIS}=0.002$ M.

비슷한 형태인 약 10 nm 정도의 육각 판상형 나노 입자들이 미 응집된 상태로 존재함을 알 수 있다. 또한, 황산알루미늄의 농도가 증가할수록 알루미늄 나노 입자들이 좀 더 조밀하게 집합되어 있음을 알 수 있다.

중합 가교제의 농도 변화에 따른 나노 입자의 크기 변화를 고찰하기 위하여 황산알루미늄의 농도($C_{AS}=0.01$ M) 및 acrylamide의 농도($C_{AA}=0.2$ M)를 고정하고, BIS의 농도($C_{BIS}=0.002$ M~0.05 M)를 변화시키면서 80°C에서 중합 반응시켜서 얻어진 시료들을 1100°C, 2시간동안 하소시킨 시료들의 TEM 사진들을 Fig. 9에 나타내었다. 주어진 그

림을 살펴보면, BIS의 농도와는 무관하게 거의 비슷한 모양의 육각 판상형 알루미늄 나노 입자들이 미 응집된 상태로 존재함을 알 수 있다. 그렇지만, BIS의 농도가 증가할수록 나노 입자들의 크기는 점점 작아지는 경향을 확인할 수 있다. 즉, $C_{BIS}=0.002$ M에서는 약 15 nm 정도이었지만, $C_{BIS}=0.05$ M에서는 약 8 nm 정도까지 작아졌다. 이는 중합 가교제의 농도를 증가시키면, 가교밀도가 증가하여 PAA 겔의 내부에 Al^{3+} 이온을 잘 포집할 수 있는 밀폐 기공의 크기가 작아지므로 나노 입자의 크기가 작아진다고 사료된다.

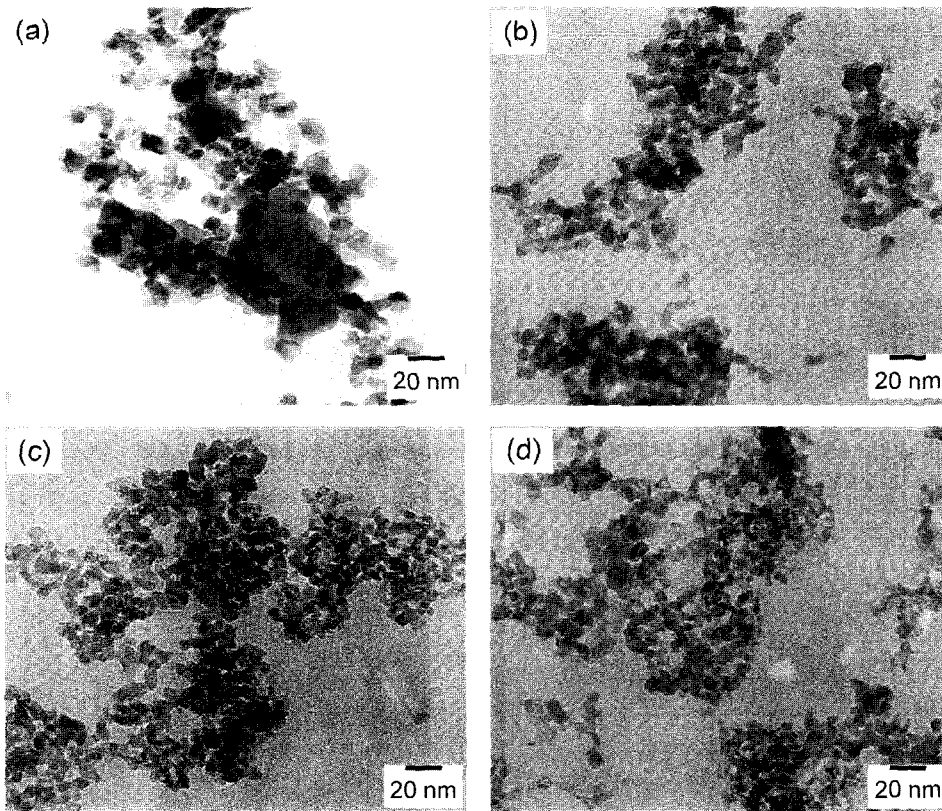


Fig. 9. TEM pictures of the samples calcined at 1100°C for 2 h from the gels containing (a) 0.002 M, (b) 0.005 M, (c) 0.01 M, and (d) 0.05 M of BIS with $C_{AS}=0.01$ M, $C_{AA}=0.2$ M.

4. 결 론

PAA 겔법을 통하여 고분자 망상구조 내에 Al^{3+} 이온들을 분산시킨 후, 이들을 하소 산화시켜서 미 응집된 나노 크기의 $\alpha-Al_2O_3$ 분말을 제조한 결과, 아래와 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. PAA의 중합 반응에서 반응온도가 증가함에 따라 PAA의 겔화 시간이 짧아졌다. 또한, 중합 개시제의 농도 변화에서는 $C_{AS}=0.001$ M에서 $C_{AS}=0.01$ M까지는 겔화 시간이 급격히 짧아지다가 $C_{AS}=0.01$ M 이상에서는 서서히 겔화 시간이 길어지는 경향을 나타내었다.

2. 황산 알루미늄 및 BIS의 농도가 증가할수록 알루미늄이나 합성 수율이 증가하는 경향을 나타내었다.

3. 하소된 시료들의 XRD 분석 결과, 하소온도가 $500^\circ C$ 및 $800^\circ C$ 에서는 $\gamma-Al_2O_3$ 결정상만이 존재하였고, $1000^\circ C$ 에서는 $\gamma-Al_2O_3$ 및 $\alpha-Al_2O_3$ 상 결정상들이 공존하였고, $1100^\circ C$ 에서는 $\alpha-Al_2O_3$ 결정상만이 존재하였다.

4. TEM 분석 결과, 황산알루미늄의 농도 0.001 M~ 0.03 M 범위에서 비슷한 형태인 약 10 nm 크기의 육각 판상형 알루미늄이나 나노 입자들이 미 응집된 상태로 존재하였다. 또한, BIS의 농도가 증가할수록 나노 입자들의 크기는 15 nm로부터 8 nm로 점점 작아졌다.

감사의 글

이 논문은 2003년도 한국학술진흥재단의 연구비에 의하여 지원되었음(KRF-2003-002-D00172).

REFERENCES

- H. Z. Wang, L. Gao, L. H. Gui, and J. K. Guo, "Preparation and Properties of Intragranular Al_2O_3 -SiC Nanocomposites," *Nanostruct. Mater.*, **10** [6] 947-53 (1998).
- C. Kaya, J. Y. He, X. Gu, and E. G. Butler, "Nanostructured Ceramic Powder by Hydrothermal Synthesis and their Applications," *Microporous & Mesoporous Mater.*, **54** 37-49 (2002).
- R. Vaen and D. Stöver, "Processing and Properties of Nanophase Ceramics," *J. Mater. Proc. Tech.*, **92-93** 77-84 (1999).
- D. Hreniak and W. Streck, "Synthesis and Optical Properties of Nd^{3+} -Doped $Y_3Al_5O_{12}$ Nanoceramics," *J. Alloy. & Comp.*, **341** 183-86 (2002).
- J. H. Choi, J. S. Yoo, Y. S. Han, J. Kim, H. K. Lee, and H. N. Kim, "A Study on the Synthesis of High-Purity $\alpha-Al_2O_3$ Ultra-Fine Powders by Wet Chemical Method," *J. Kor. Chem. Soc.*, **35** [3] 275-79 (1991).
- A. Douy and P. Odier, "The Polyacrylamide Gel : A Novel Route to Ceramic and Glassy Oxide Powders," *Mater. Res. Bull.*, **24** [9] 1119-26 (1989).
- Q. Li, L. Gao, and D. Yan, "The Crystal Structure and Spectra of Nano-Scale YAG : Ge^{3+} ," *Mater. Chem. & Phys.*, **64** 41-4 (2000).
- Y. L. Huang, D. S. Xue, P. H. Zhou, Y. Ma, and F. S. Li, " α -Fe- Al_2O_3 Nanocomposite Prepared by Sol-Gel Method," *Mater. Sci. & Eng.*, **A359** 332-37 (2003).
- C. K. Jo, C. W. Won, and B. S. Chun, "Preparation of High Purity-Ultra Fine Al_2O_3 by Sol-Gel Method," *J. of Kor. Inst. Metal.*, **28** [3] 210-16 (1990).
- D. H. Chen and X. R. He, "Synthesis of Nickel Ferrite Nanoparticles by Sol-Gel Method," *Mater. Res. Bull.*, **36** 1369-77 (2001).
- Y. C. Chen, X. Ai, C. Z. Huang, and B. Y. Wang, "Preparation of α -Alumina Coated Carbide Tools by The Sol-Gel Process," *Mater. Sci. & Eng.*, **A288** 19-25 (2000).
- W. M. Zeng, L. Gao, and J. K. Guo, "A New Sol-Gel Route Using Inorganic Salt for Synthesizing Al_2O_3 Nanopowders," *Nanostruct. Mater.*, **10** [4] 543-50 (1998).
- S. S. Park, E. H. Hwang, B. C. Kim, and H. C. Park, "Synthesis of Hydrated Aluminum Sulfate from Kaolin by Microwave Extraction," *J. Am. Ceram. Soc.*, **83** [6] 1341-45 (2000).