

## 카올린으로부터 고분자 젤법에 의한 알루미나 나노입자의 마이크로파 합성

박성수 · 황채호 · 김지경\* · 김동현\* · 이상근\* · 박희찬\*<sup>†</sup>

부경대학교 응용화학공학과

\*부산대학교 재료공학과

(2004년 5월 14일 접수; 2004년 7월 15일 승인)

### Microwave Synthesis of Alumina Nanoparticles by Polymer Gel Method from Kaolin

Seong Soo Park, Chae Ho Hwang, Ji Kyung Kim,\* Dong Hyun Kim,\*  
Sang Gun Lee,\* and Hee Chan Park\*<sup>†</sup>

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

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

(Received May 14, 2004; Accepted July 15, 2004)

#### 초 록

본 연구에서는 재래식 및 마이크로파 polyacrylamide(PAA) 겔법을 사용하여 카올린에서 추출된 황산 알루미늄 수용액으로부터 육각 판상형의  $\alpha$ - $Al_2O_3$  나노 입자들을 성공적으로 합성하였다. 재래식 PAA 겔법에 비하여 마이크로파 PAA 겔법에서는 상대적으로 겔화시간은 짧으며, 합성수율은 상대적으로 높았다. 재래식 및 마이크로파 시료들에서 황산 알루미늄의 농도 변화에 따라 나노 입자들의 크기는 거의 변하지 않지만, 가교제의 농도가 증가함에 따라 나노 입자들의 크기는 작아졌다. 가교제의 농도가 0.01 M 이상인 조건에서는 재래식 시료들에 비하여 마이크로파 시료들에서 나노 입자들의 크기는 상대적으로 컸다.

#### ABSTRACT

Hexagonal sheet typed  $\alpha$ - $Al_2O_3$  nano particles were synthesized successfully at various conditions with the aluminum sulfate solution extracted from kaolin through the conventional and microwave assisted polyacrylamide (PAA) gel methods. Shorter gel time and higher yield were obtained in the microwave assisted PAA gel method, compared to conventional method. The size of nano particles was not changed by increasing the concentration of aluminum sulfate, but decreased with increasing the concentration of cross-linking agent in both the conventional and microwave samples. Above 0.01 M concentration of cross-linking agent, the sizes of nano particles in the microwave samples were relatively larger than those in the conventional samples.

**Key words :** Nano powder, PAA, Gel,  $\alpha$ - $Al_2O_3$ , Conventional, Microwave

#### 1. 서 론

전자 및 통신 산업의 기술들이 급속하게 발달함에 따라 전자 및 통신 제품들이 소형화, 경량화 및 박막화되고 있는 추세이고, 이로 인하여 나노 기술의 상업화가 대두되고 있는 실정이다. 따라서, 최근 나노 소재들의 합성 및 공정의 개발에 많은 연구들이 진행되고 있으며, 합성 및 공정 개발의 수단으로 마이크로파의 응용 가능성이 제기된다.

정보 통신 분야에서는 300 GHz~300 MHz 주파수대의

마이크로파는 파장이 짧아서 많은 정보를 실어 보낼 수 있으므로 위성통신, 정보통신 등의 분야에 널리 응용되고 있고, 소재 분야에서는 마이크로파의 급속 가열, 선택적 가열 및 부피 발열 등의 특성을 잘 이용하여 소재 제조용 마이크로파 공정을 상업화 하고 있다.<sup>1)</sup> 예를 들면, 1960년경부터 마이크로파는 식품, 펄프 및 광물의 건조 또는 가열에 성공적으로 적용되었고, 최근에는 폐기물 처리, 세라믹 소결, 무기물 분해, 유기물의 합성 등의 분야에 응용하려는 연구들이 진행되고 있다.<sup>2-4)</sup> 특히, 1980년대 중반 Gedye가 가정용 전자레인지에서 유기 합성 반응의 가능성을 보고하였고, Kingston이 마이크로파에 의한 유기 분해 반응의 가능성을 보고한 후, 마이크로파를 이용한 유·무기 재료들의 합성 및 분해에 관심이 집중되고 있다.<sup>5,6)</sup> 화학반응에서 마이크로파 효과는 물질과 마이크로

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

파간의 상호작용으로 발생되며, 이 작용은 열적 및 비열적 효과로 나뉜다.<sup>7)</sup> 열적 효과는 전자기장하에서 극성 분자들의 쌍극자 회전에 의한 마찰과 교반의 에너지 손실 기구에 의해 열이 방출되는 현상이다. 비열적 효과는 화학반응에서 반응물들의 충돌 빈도수 증가, 화학반응의 활성화 에너지 감소 또는 확산능의 증가 등으로 설명되고 있다.

최근, 나노 세라믹스 재료의 합성과 이의 특성에 관한 연구는 많은 연구자들에게 매우 관심있는 분야가 되고 있다. 세라믹스 재료 중에서 알루미나는 우수한 기계적 특성, 전기적 특성, 내열성 등의 많은 장점을 갖고 있기 때문에 전자 재료, 파인 세라믹스, 담체 재료, 복합체, 연마제 등 폭 넓게 사용되고 있다.<sup>8)</sup> 고순도  $\alpha$ - $Al_2O_3$  미세분말의 합성법으로는  $AlCl_3$  수용액과 암모니아 기체의 반응법, 플라즈마 증발법, 알루미늄염 수용액의 중화법, 암모니움 명반의 열분해법, 유기알루미늄의 가수분해법 등을 들 수 있다.<sup>9-11)</sup>  $\alpha$ - $Al_2O_3$ 는 액상반응 과정에서 입자들의 응집이 잘 일어나고, 하소 과정에서 결정성상이 빠르게 일어나므로 나노 크기의  $\alpha$ - $Al_2O_3$  분말을 제조하기가 매우 어렵다. 그렇지만, 근래에 산화물 나노입자를 합성하기 위하여 polyacrylamide(PAA) 겔법을 이용하면 낮은 온도에서 나노 크기 분말의 합성이 가능하다는 보고가 있다.<sup>12,13)</sup> PAA 겔법에서는 출발물질로 값비싼 금속 알루미늄을 사용하지 않고, PAA의 가교도 조절에 의해 나노 입자의 크기를 조절할 수 있으며, 응집되지 않은 나노 입자들의 합성이 기대된다.

따라서, 본 연구에서는 국내 하동산 카올린으로부터 추출되는 황산알루미늄을 알루미늄 이온의 공급원으로 사용하였고, 재래식 및 마이크로파 에너지가 제공된 PAA 겔법을 통하여 여러 합성 조건에서 형성된 고분자 망상 구조에 알루미늄 이온을 포집하여 나노 알루미나 입자를 제조하였다. 재래식 및 마이크로파 여러 합성 조건에서 얻어진 시료들을 비교 분석함으로써 마이크로파, 황산알루미늄 농도, 모노머 농도, 중합 가교제 농도, 반응온도 등이  $\alpha$ - $Al_2O_3$  나노 분말의 수율 및 입자 특성에 미치는 영향을 비교·조사하였다.

## 2. 실험 방법

### 2.1. 시약

본 연구에서는 국내 하동산 halloysite질 백색 카올린으로부터 본 실험실에서 합성된  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 14-18H_2O$ (순도 98%)를 일반전기로서 약 300°C, 12시간동안 열처리하여  $Al_2(SO_4)_3$ 를 제조하여 출발물질로 사용하였다.<sup>14-17)</sup> 제조된 황산알루미늄에서  $Al^{3+}$  이온들은 중합반응에서 Al 이온의 공급원 역할을 하였고,  $(SO_4)^{2-}$  이온들은 중합반응에서 자유라디칼들을 생성시키는 중합 개시제의 역할

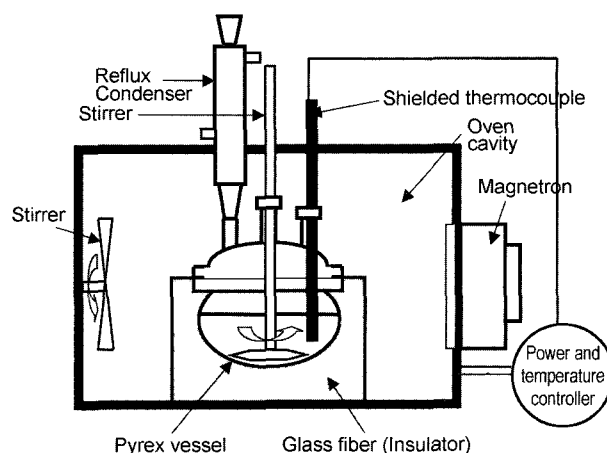


Fig. 1. Schematic representation of a microwave synthesis unit.

을 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

시료합성을 위하여 재래식(hot plate 사용) 및 Fig. 1에 주어진 마이크로파 가열장치를 사용하였다. 이 마이크로파 장치는 개조된 가정용 전자레인지 용기에 주파수가 2.45 GHz 이고 출력이 700 W인 마그네트론 2개를 부착시켰고, 열전대하 온도조절기에 의해 On-Off 방식으로 반응물의 온도가 자동제어 되도록 하였다. 이들 장치에 각기 500 ml 용 분리형 삼구플라스크를 설치하여 100 ml의 이차 증류수를 넣고, 50 rpm의 교반속도로 교반하면서 주어진 물농도의 황산알루미늄( $C_{AS}=0.001\sim 0.05$  M), acrylamide( $C_{AA}=0.2$  M) 및 BIS( $C_{BIS}=0.002\sim 0.05$  M)를 순차적으로 투입하였다. 이때, 실온에서 투입된 반응물들은 이차 증류수에 잘 용해되었다. 이 반응물들을 약 70~100°C에서 일정한 시간동안 중합 반응시켜서 투명한 PAA 겔을 얻었다. 얻어진 투명한 겔을 건조로에서 80°C, 24시간동안 건조시켜서 흰색 건조겔을 얻었다. 얻어진 건조겔을 일반 전기로 내에서 1100°C, 2시간동안 하소시켜서  $Al_2O_3$  나노 분말들을 제조하였고, 이들의 무게를 칭량하였다. 알루미나 합성 수율은 투입된 황산알루미늄으로부터 계산된 알루미나 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  $CuK\alpha$ , 30 kV - 25 mA, 5°/min의 주사 속도로 하였다. 시료들의 입자 크기와 미세구조 분석은 투과형전자현미경(TEM; JEM-2010, JEOL Co., Japan)

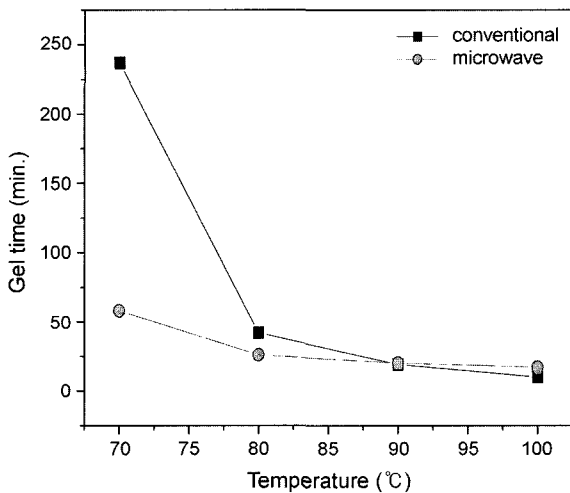


Fig. 2. The change of gel time as a function of reaction temperature under the conventional process and microwave process for the gel with  $C_{AS}=0.001$  M,  $C_{AA}=0.2$  M, and  $C_{BIS}=0.002$  M.

을 이용하여 관찰하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1. 마이크로파 겔화거동

PAA 중합시 PAA의 겔화 거동에 마이크로파 조사 및 반응온도가 미치는 영향을 조사하기 위하여 황산알루미늄 농도( $C_{AS}$ )=0.001 M, acrylamide 농도( $C_{AA}$ )=0.2 M 및 BIS 농도( $C_{BIS}$ )=0.002 M으로 고정하여 재래식 및 마이크로파 가열장치를 이용하여 70~100°C의 온도 범위에서 반응물들의 겔화 시간을 측정하였고, 이 결과를 Fig. 2에 나타내었다. 재래식 겔화에서는, 70°C에서는 겔화시간이 약 230분이었지만 80°C 이상에서는 겔화시간이 약 50분 이하로 급격히 짧아지는 경향을 나타낸다. 마이크로파 겔화에서는 모든 온도 범위에서 거의 겔화시간이 약 50분 이하로 나타난다. 이는 PAA 중합에서 반응 온도가 증가할수록 중합속도가 증가하는 경향을 알 수 있고, 마이크로파가 겔화를 촉진시킨다는 경향을 알 수 있다.

PAA의 겔화 거동에 마이크로파 조사 및 중합개시제 농도가 미치는 영향을 조사하기 위하여 재래식 및 마이크로파 가열장치를 이용하여 반응물의 온도를 약 80°C로 유지하면서  $C_{AA}=0.2$  M 및  $C_{BIS}=0.002$  M으로 고정하고  $C_{AS}=0.001\sim 0.05$  M으로 변화시키면서 반응물들의 겔화 시간을 측정하였고, 이 결과를 Fig. 3에 나타내었다. 재래식 및 마이크로파 겔화에서 거의 동일하게  $C_{AS}=0.001$  M에서  $C_{AS}=0.01$  M까지는 겔화시간이 급격히 짧아지고  $C_{AS}=0.01$  M 이상에서는 서서히 겔화시간이 길어지는 경향을 나타낸다. 한편, 재래식에 비하여 마이크로파 겔화에서는 중합개시제의 농도와는 무관하게 겔화 시간이 약 10분 정도로 동일하게 짧다는 것을 알 수 있다.

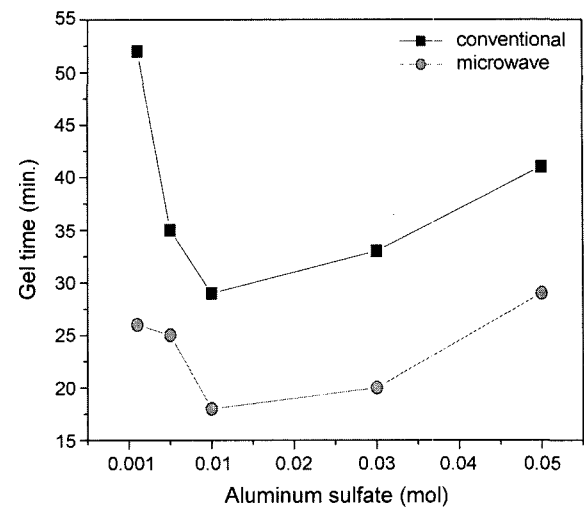


Fig. 3. The change of gel time as a function of aluminum sulfate concentration at 80°C under conventional process and microwave process for the gels with  $C_{AS}=0.001\sim 0.05$  M,  $C_{AA}=0.2$  M, and  $C_{BIS}=0.002$  M.

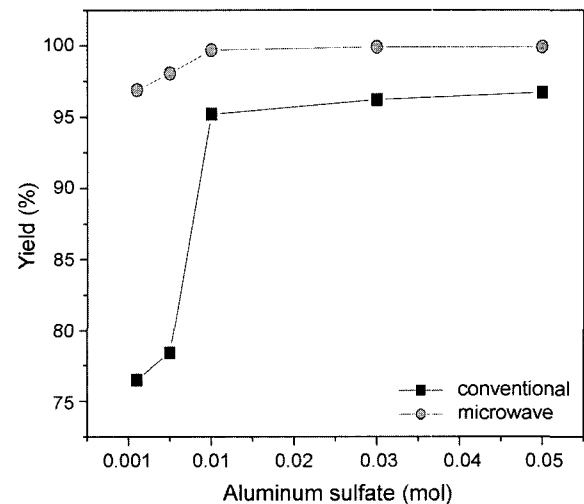
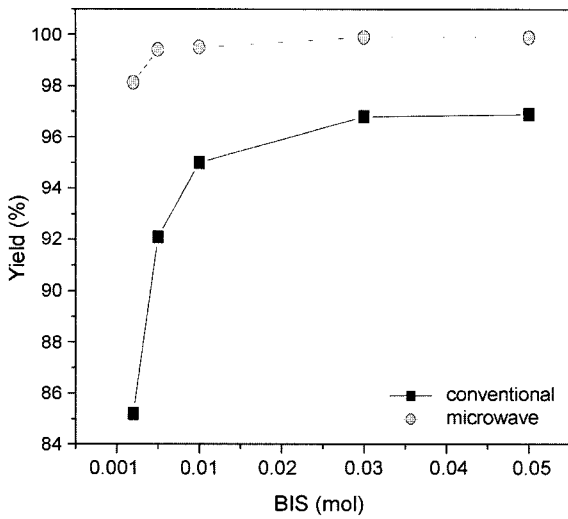


Fig. 4. The trend of yield as a function of aluminum sulfate concentration in the samples calcined at 1100°C for 2 h under the conventional process and microwave process from the gel with  $C_{AS}=0.001\sim 0.05$  M,  $C_{AA}=0.2$  M, and  $C_{BIS}=0.002$  M.

#### 3.2. 합성수율

알루미나의 합성 수율에서 마이크로파 및 황산알루미늄 농도의 영향을 조사하기 위하여  $C_{AA}=0.2$  M,  $C_{BIS}=0.002$  M 및  $C_{AS}=0.001\sim 0.05$  M의 중합 조건에서 재래식 및 마이크로파 가열장치를 이용하여 반응물들을 약 80°C에서 중합시켜서 얻어진 시료들을 1100°C, 2시간동안 하소시킨 후, 이들의 무게를 측정하여 합성수율을 계산하였고, 이들의 결과를 Fig. 4에 나타내었다. XRD 분석 결과, 하소된 시료들은 모두  $\alpha$ - $Al_2O_3$  결정상으로 존재함을 알 수 있었다.



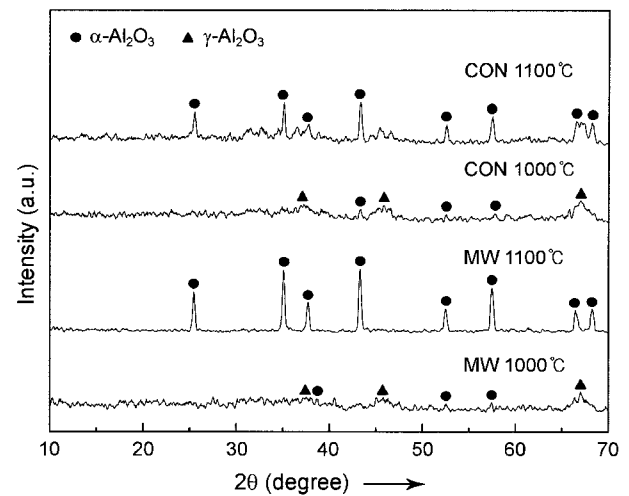
**Fig. 5.** The trend of yield as a function of BIS concentration in the samples calcined at 1100°C for 2 h under conventional process and microwave process from the gel with  $C_{AS}=0.001$  M,  $C_{AA}=0.2$  M, and  $C_{BIS}=0.002\sim 0.05$  M.

황산알루미늄 농도가 증가할수록 재래식 겔화에서는 합성수율이 76.5%에서 96.7%까지 증가하지만, 마이크로파 겔화에서는 합성수율이 97.0%에서 99.1%까지 증가하는 것을 알 수 있다.

알루미늄의 합성 수율에서 마이크로파 및 가교제 농도의 영향을 조사하기 위하여  $C_{AA}=0.2$  M,  $C_{AS}=0.01$  M 및  $C_{BIS}=0.002\sim 0.05$  M의 중합 조건에서 재래식 및 마이크로파 가열장치를 이용하여 반응물들을 약 80°C에서 중합시켜서 얻어진 시료들을 1100°C, 2시간동안 하소시킨 후, 이들의 무게를 측정하여 합성수율을 계산하였고, 이들의 결과를 Fig. 5에 나타내었다. XRD 분석 결과, 하소된 시료들은 모두  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  결정상으로 존재함을 알 수 있었다. BIS 농도가 증가할수록 재래식 겔화에서는 합성수율이 85.2%에서 96.9%까지 증가하지만, 마이크로파 겔화에서는 합성수율이 98.0%에서 99.9%까지 증가하는 것을 알 수 있다. 재래식 및 마이크로파 겔화에서 가교제 농도가 증가할수록 합성 수율이 증가하는 것은 가교제인 BIS 농도가 증가할수록 가교밀도가 증가하여 PAA 겔의 내부에  $\text{Al}^{3+}$  이온을 잘 포집할 수 있는 밀폐 기공의 수가 증가하기 때문이라고 사료된다.<sup>12)</sup> 그러나, 충분한 설명을 위한 깊은 연구가 요구된다. 또한, 재래식에 비하여 마이크로파 겔법에서 합성수율이 높은 것은 생성된 겔에 마이크로파의 비열적 효과에 의한 높은 중합속도 또는 높은 가교 밀도가 제공되기 때문이라고 사료된다.

### 3.3. 하소온도 영향

재래식 및 마이크로파 PAA 겔법을 통하여 얻어진 시료들을 하소시킬 때, 하소온도 변화에 따른 시료들의 상

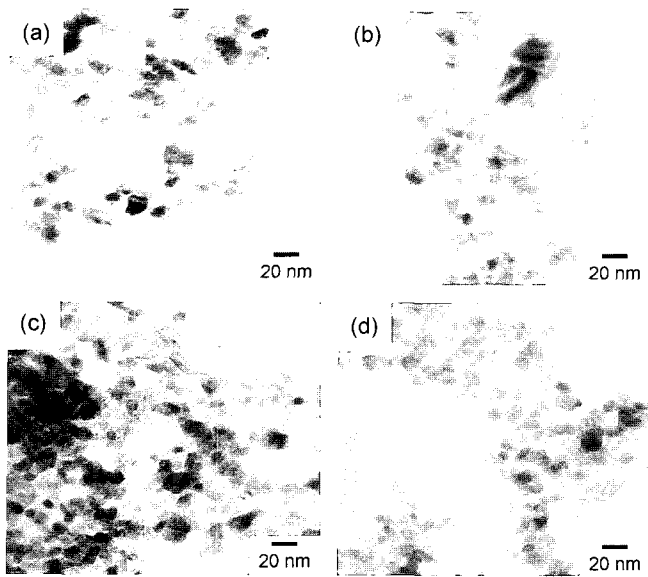


**Fig. 6.** XRD patterns of the samples calcined at 1000°C and 1100°C for 2 h from the gels synthesized at 80°C with  $C_{AS}=0.01$  M,  $C_{AA}=0.2$  M, and  $C_{BIS}=0.002$  M using conventional and microwave gel method (CON and MW denote conventional and microwave heating, respectively).

전이 및 결정상 특성을 분석하기 위하여  $C_{AS}=0.01$  M,  $C_{AA}=0.2$  M,  $C_{BIS}=0.002$  M의 조건으로 80°C에서 중합시켜서 얻어진 시료들을 1000°C 및 1100°C에서 2시간동안 하소시킨 후, 하소된 시료들의 XRD 분석 결과를 Fig. 6에 나타내었다. 하소된 재래식 및 마이크로파 시료들의 X선 회절 패턴을 살펴보면, 1000°C에서는  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  및  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  상 결정상들이 공존하고, 1100°C에서는  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  결정상만이 존재하는 것을 볼 수 있다. 일반적으로 마이크로파 크기의 황산알루미늄 또는  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  분말을 1000°C, 2시간동안 하소시킬 때  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  결정상으로 상전이가 잘 일어나지 않지만, PAA 겔법으로 제조된 나노 크기의 시료들에서는  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  결정상으로 상전이가 잘 일어나는 것을 알 수 있다. 이는 PAA 겔법에서 제조된 시료들은 나노 크기의 입자들로 구성되어서 이들의 비표면적이 매우 크기 때문에 1000°C에서  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  결정상으로 상전이가 용이하게 일어난다고 사료된다. 1100°C에서 하소되었을 때, 재래식에 비하여 마이크로파 시료의 X선 회절 피크 강도가 상대적으로 크다는 것을 볼 수 있는데, 이는 마이크로파 시료가 상대적으로 높은 결정성을 보유하고 있음을 의미한다.

### 3.4. 미세구조

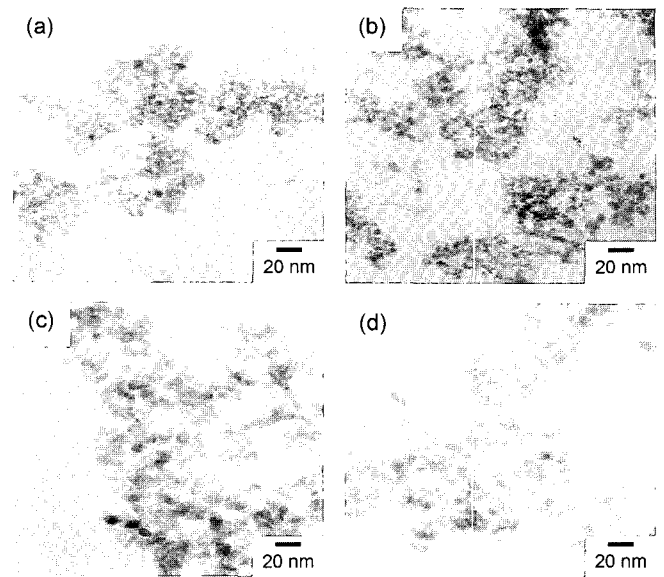
마이크로파 조사 및 황산알루미늄의 농도 변화에 따른 미세구조 변화를 관찰하기 위하여  $C_{AA}=0.2$  M,  $C_{BIS}=0.002$  M 및  $C_{AS}=0.001$  M과 0.01 M의 중합 조건에서 재래식 및 마이크로파 가열장치를 이용하여 반응물들을 약 80°C에서 중합시킨 후, 이들을 1100°C, 2시간동안 하소시켜서 얻어진 시료들의 TEM 사진들을 Fig. 7에 나타내었다. 주어진



**Fig. 7.** TEM micrographs of the samples calcined at 1100°C for 2 h from the gels synthesized at 80°C with fixing  $C_{AA}=0.2$  M and  $C_{BIS}=0.002$  M for (a)  $C_{AS}=0.001$  M, (b)  $C_{AS}=0.01$  M using the conventional, and for (c)  $C_{AS}=0.001$  M, (d)  $C_{AS}=0.01$  M using the microwave gel method.

그림을 살펴보면, 마이크로파 조사 및 황산알루미늄의 농도와는 무관하게 거의 비슷한 미세구조이고, 약 15 nm 정도 크기의 육각 판상형 나노 입자들이 미 응집된 상태로 존재하고, 황산알루미늄의 농도가 높을 때 알루미늄 나노 입자들이 좀 더 조밀하게 집합되어 있는 것을 볼 수 있다.

마이크로파 및 가교제의 농도 변화에 따른 미세구조 변화를 관찰하기 위하여  $C_{AA}=0.2$  M,  $C_{AS}=0.01$  M 및  $C_{BIS}=0.002$  M과 0.005 M의 중합 조건에서 재래식 및 마이크로파 가열장치를 이용하여 반응물들을 약 80°C에서 중합시킨 후, 이들을 1100°C, 2시간동안 하소시켜서 얻어진 시료들의 TEM 사진들을 Fig. 8에 나타내었다. 주어진 그림을 살펴보면, 재래식 및 마이크로파 시료들에서 BIS의 농도가 높을 때 육각 판상형 나노 입자들의 크기가 작아짐을 확인할 수 있다. 이는 중합 가교제의 농도를 증가시키면, 가교밀도가 증가하여 PAA 겔의 내부에  $Al^{3+}$  이온을 잘 포집할 수 있는 밀폐 기공의 크기가 작아지므로 나노 입자들의 크기가 작아진다고 사료된다. 한편, 재래식 시료에서는 육각 판상형 나노 입자들의 크기가 약 5 nm 정도 이고, 마이크로파 시료에서는 약 10 nm 정도임을 알 수 있다. 이는 마이크로파의 비열적 효과에 기인되었다고 말할 수 있다. 즉, 향상된 이온 확산능에 기인하여 겔의 밀폐 기공에 많은  $Al^{3+}$  이온들이 존재하였거나, 높은 중합속도에 기인하여 상대적으로 큰 밀폐 기공들이 형성되었기 때문이라고 사료된다.



**Fig. 8.** TEM micrographs of the samples calcined at 1100°C for 2 h from the gels synthesized at 80°C with fixing  $C_{AS}=0.01$  M and  $C_{AA}=0.2$  M for (a)  $C_{BIS}=0.002$  M and (b)  $C_{BIS}=0.005$  M using the conventional, and for (c)  $C_{BIS}=0.002$  M and (d)  $C_{BIS}=0.005$  M using the microwave gel method.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 재래식 및 마이크로파 에너지를 이용하는 PAA 겔법으로 5~15 nm 크기의  $\alpha-Al_2O_3$  나노 분말을 여러 합성 조건에서 제조하였고, 합성 수율 및 시료들의 특성을 분석한 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 재래식에 비하여 마이크로파 겔화에서 겔화시간이 상대적으로 짧았다. 중합개시제의 농도를 변화시켰을 때,  $C_{AS}=0.01$  M까지는 겔화시간이 급격히 짧아지고  $C_{AS}=0.01$  M 이상에서는 서서히 겔화시간이 길어졌다.
2. 모노머 및 개시제의 농도가 일정한 경우, BIS 농도가 증가할수록 재래식 겔화에서는 합성수율이 85.2%에서 96.9%까지 증가하지만, 마이크로파 겔화에서는 98.0%에서 99.9%까지 증가하였다. BIS의 농도가 증가할수록 육각 판상형 나노 입자들이 점점 작아지는 경향을 나타내었고, 재래식에 비하여 마이크로파 시료에서 나노 입자의 크기가 상대적으로 컸다.
3. 1100°C에서 하소된 시료의 경우, 재래식에 비하여 마이크로파 시료의 X-선 회절 피크 강도가 상대적으로 높았다.

#### 감사의 글

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

REFERENCES

1. A. C. Metaxas and R. J. Meredith, "Industrial Microwave Heating," pp. 296-305, Peter Peregrinus Ltd., United Kingdom, 1993.
2. W. H. Sutton, "Microwave Processing of Ceramic Materials," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **68** 376-86 (1989).
3. S. Caddick, "Microwave Assisted Organic Reactions," *Tetrahedron*, **51** 10402-03 (1995).
4. H. M. Kingston and S. J. Haswell, "Microwave Enhanced Chemistry," pp. 455-64, Am. Chem. Soc., Washington DC, 1997.
5. K. D. Raner, C. R. Strauss, and R. W. Trainor, "A New Microwave Reactor for Batchwise Organic Synthesis," *J. Org. Chem.*, **60** 2456-60 (1995).
6. C. R. Strauss and R. W. Trainor, "Developments in Microwave-Assisted Organic Chemistry," *Aust. J. Chem.*, **48** 1665-69 (1995).
7. L. Perreux and A. Loupy, "A Tentative Rationalization of Microwave Effects in Organic Synthesis according to the Reaction Medium, and Mechanistic Consideration," *Tetrahedron*, **57** 9199-223 (2001).
8. H. Z. Wang, L. Gao, L. H. Gui, and J. K. Guo, "Preparation and Properties of Intragranular Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC Nanocomposites," *Nanostruct. Mater.*, **10** 947-53 (1998).
9. C. Kaya, T. Y. He, X. Gu, and E. G. Butler, "Nanostructured Ceramic Powder by Hydrothermal Synthesis and their Application," *Microporous & Mesoporous Mater.*, **54** 37-49 (2002).
10. R. Vaen and D. Stöver, "Processing and Properties of Nanophase Ceramics," *J. Mater. Proc. Tech.*, **92-93** 77-84 (1999).
11. D. Hreniak and W. Streck, "Synthesis and Optical Properties of Nd<sup>3+</sup>-Doped Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> Nanoceramics," *J. Alloy & Comp.*, **341** 183-86 (2002).
12. A. Douy and P. Odier, "The Polyacrylamide Gel : A Novel Route to Ceramic and Glassy Oxide Powders," *Mater. Res. Bull.*, **24** 1119-26 (1989).
13. Q. Li, L. Gao, and D. Yan, "The Crystal Structure and Spectra of Nano-Scale YAG : Ge<sup>3+</sup>," *Mater. Chem. & Phys.*, **64** 41-4 (2000).
14. 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** 1341-45 (2000).
15. S. S. Park, K. S. Jung, B. W. Kim, S. E. Lee, and H. C. Park, "The Synthesis and Characterization of Beta Alumina Powder by Microwave Extraction and Calcination Method," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **38** [8] 749-54 (2001).
16. H. C. Park, J. H. Park, B. W. Kim, S. E. Lee, J. H. Kim, and S. S. Park, "A Study for the Synthesis and Characterization of  $\gamma$ -Alumina Powder by Ultrasonic Irradiation," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **38** 921-27 (2001).
17. S. W. Kim, S. H. Lee, J. H. Park, J. H. Kim, S. S. Park, and H. C. Park, "Characteristics of Alumina Particles Synthesized by Microwave Heating," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **39** 1007-10 (2002).