

화염법으로 제조된 감마-Al₂O₃ 나노입자의 화염조건에 따른 입자특성 연구

이 교 우*†

* 전북대학교 기계설계공학부, 친환경기계부품설계연구센터

Particle Characteristics of Flame-Synthesized γ -Al₂O₃ Nanoparticles

Gyo Woo Lee*†

* Div. of Mechanical Design Engineering, Chonbuk Nat'l Univ., Research Center for Eco-friendly Machine Components

(Received December 13, 2011 ; Revised January 20, 2012 ; Accepted January 25, 2012)

Key Words: Particle Characteristics(입자특성), Flame Synthesis(화염합성), Gamma-Al₂O₃ Nanoparticles(감마-Al₂O₃ 나노입자), X-ray Diffraction(X-선 회절), Scanning Electron Microscope(주사전자현미경), BET Specific Surface Area(BET 비표면적)

초록: 본 논문은 수소를 연료로 하는 확산화염을 이용하여 알루미늄 나노입자를 합성할 때, 합성되는 알루미늄 나노입자의 특성에 미치는 화염온도의 영향을 조사하였다. 합성된 나노입자의 특성을 전자현미경 이미지, 결정 구조 분석, 비표면적과 기공의 크기 분석, 화염온도 측정 등의 여러 특성분석 방법으로 조사하였다. 사용된 화염의 중심축 최고온도는 산화제의 산소농도가 19, 21, 30, 47%인 각각의 실험조건에서 1507.8K, 1593.8K, 1753.1K, 1998.7K으로 측정되었다. SEM 이미지 분석 및 BET 비표면적 측정을 통해서 47% 산소농도인 경우에는 50 nm 수준의 독립적인 구형입자가 생성되었음을 확인할 수 있었으며, 19%와 21%의 경우에는 응집된 상태의 20-30 nm 수준의 입자를 볼 수 있었다. XRD 결과에서는 감마(γ)-알루미늄이 주를 이루는 것으로 판단되었다. 이상의 결과를 바탕으로 촉매 담체로 사용하기 위한 알루미늄 나노입자를 연소합성 하기 위한 가장 적절한 조건으로 실험했던 네 경우 중에서는 산화제의 산소농도가 21%인 두 번째 경우를 선택할 수 있었다.

Abstract: In this study, γ -Al₂O₃ nanoparticles were synthesized by using coflow hydrogen diffusion flames. The synthesis conditions were varied with using several oxygen concentrations in the oxidizing air. The particle characteristics of the flame-synthesized Al₂O₃ nanoparticles were determined by examining the crystalline structure, shape, and specific surface area of the nanoparticles. The measured maximum centerline temperature of the flames ranged from 1507.8 K to 1998.7 K. The morphology and crystal structure of the Al₂O₃ nanoparticles were determined from SEM images and XRD analyses, respectively. The particle sizes were calculated from measured BET specific surface areas and ranged from 25 nm to 52 nm. From XRD analyses, it was inferred that a large number of the synthesized nanoparticles were γ -Al₂O₃ nanoparticles including θ -Al₂O₃ nanoparticles.

1. 서 론

알루미늄(Al₂O₃)은 여러 종류의 세라믹 재료 가운데 내열성이 우수하고 강도 등의 기계적 물성이 뛰어나기 때문에 내마모제, 점화플러그, 절연단자, 연마재, 세라믹 타일, 절삭공구, 생체재료, 촉매 담체 등의 다양한 용도에 사용되고 있다.^(1,2) 알루미늄 입자는 졸겔(sol-gel)법,⁽³⁻⁶⁾ 수열(hydrothermal)법,⁽⁷⁾ 동반 침전(coprecipitation)법, 기계적 밀링(mechanical milling),

증기상 반응(vapor-phase reaction)법, 그리고 화염을 이용하는 연소(combustion)법^(8,9) 등의 다양한 방법으로 만들어질 수 있다.

알루미늄은 소성온도가 높아짐에 따라 γ -, δ -, θ -, α -알루미늄으로의 상전이(phase transition)이 발생한다. 이러한 상전이 과정에서는 소결(sintering)에 의한 급격한 입자 비표면적의 변화가 수반될 수 있다. 즉, 감마(γ) 상에서 알파(α) 상으로 전이될수록 비표면적은 급격히 감소한다. 따라서 용도별도 적절하게 상이 조절된 알루미늄 입자의 제조기술이 필요하다. 즉, 높은 강도를 요하는 구

† Corresponding Author, gwlee@jbnu.ac.kr

© 2012 The Korean Society of Mechanical Engineers

조용 재료로 사용될 경우에는 알파-알루미늄이 필요하며, 내열성 지지체 등으로 사용될 경우에는 감마-알루미늄이 적절하다. 알파-알루미늄 입자는 고온에서 하소(calcining)하여 얻게 되는데, 그 과정 동안 나노입자의 그레인(grain)이 성장하므로 나노스케일의 알파-알루미늄 입자를 얻기는 쉽지 않다.^(1,2)

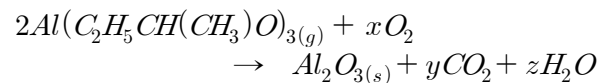
Park과 Jung⁽¹⁾은 화염법과 분무열분해법을 이용한 감마-알루미늄의 합성과 에어로졸 공정을 이용한 알파-알루미늄의 제조를 소개하고 있다. 또한 알루미늄 나노분말의 합성과 관련한 국내 기술동향과 연구방향을 제시하고 있는데, 결정상, 형상, 다공화 및 복합 기능화에 대한 연구가 미진함을 지적하고 있다. Mirjalili 등⁽²⁾은 알콕사이드의 졸겔법을 이용하여 나노스케일의 알파-알루미늄 제조 공정에서 저어주는(stirring) 시간의 영향에 대해 보고하였다. 하소(calcination) 온도를 1,000에서 1,200 °C 사이에서 수행하였으며, 그 결과 1,200 °C에서 하소한 입자가 가장 안정한 알파-상을 보임을 X-선 회절패턴을 통해서 보여주고 있다. Jiang 등⁽³⁾과 Ming 등⁽⁴⁾은 각각 알파-알루미늄과 감마-알루미늄을 제조하는 공정을 실험하여 보여주었다.

Hwang 등⁽⁵⁾은 졸겔법을 이용한 다공성 알루미늄 미분체 제조의 경우에서 물과 알콕사이드의 비가 입자의 결정화에 미치는 영향을 보고하였다. 물과 알콕사이드의 비를 달리함에 따라 하소 온도별 결정상이 달라짐을 다양한 X-선 회절패턴을 통해서 보여주고 있는데, 감마-, 델타- 세타-알루미늄으로의 상변화하는 경우와 이타-알루미늄에서 알파-알루미늄으로 직접 상변환 하는 경우를 보여주고 있다. 한편 Lee 등⁽⁶⁾은 졸겔법으로 제조된 복합 알루미늄 분말의 구조 특성에 미치는 실리카나 란타늄 등의 첨가제의 영향을 보고하였는데, 비교적 고온에서도 두 경우 모두 알파-알루미늄으로의 상전이를 지연시키는 것으로 보고하고 있다. 이 두 연구보다 앞서 Yoon 등⁽⁷⁾은 알루미늄 졸을 도핑한 감마-알루미늄의 상변화를 통해서 알파-알루미늄을 합성하는 연구를 수행하였다. 연구자들은 이러한 졸-효과를 통해서 상대적으로 매우 저온인 600 °C에서 감마상에서 알파상으로의 상변환이 시작됨을 보고하였으며, 수화물 형태의 알루미늄에서 출발하여 감마-, 델타, 세타, 알파-알루미늄으로의 상변환을 X-선 회절과 투과전자현미경 사진을 통해서 보고하였다. 2005년에 Park 등⁽⁸⁾은

Na(AOT) (Sodium bis 2-ethylhexyl sulfosuccinate) 등의 표면안정화 물질(surface stabilizing agent)을 사용하여, 알루미늄 알콕사이드로부터 알루미늄 입자를 졸겔법으로 합성하였는데, 입자의 크기를 정확히 제어하기 위해 필요한 변수들을 고찰하고 결과를 제시하였다. 한편, Rozita 등⁽⁹⁾은 상용 감마-알루미늄 나노입자에 대한 조사를 다양한 특성분석 방법을 동원하여 수행하고 결과를 고찰하였다.

Johannessen 등⁽¹⁰⁾은 확산화염에서 초미세입자(ultra fine particles)가 생성되고 성장하는 수학적 모델을 제시하고 유동과 입자의 성장을 함께 고려하여 계산하였으며, ATSB(aluminium-tri-sec-butoxide, $Al[C_2H_5CH(CH_3)O]_3$)를 전구체로 사용한 실험 결과와 비교하였다. 개발된 모델을 통해 비표면적과 입자직경을 실험과 유사하게 예측할 수 있었다. 한편, Kelekanjeri 등⁽¹¹⁾은 이소프로필 알코올에 녹은 알루미늄 아세틸아세토네이트를 연료로 하는 연소-기상증착법(combustion chemical vapor deposition)으로 실리카 기판 등에 알파-알루미늄 박막을 형성하였다.

일반적으로 화염을 이용하여 나노입자를 합성하는 연구에서는 화염 속에서 수증기(water vapor) 또는 산소분자와 반응하는 전구물질을 이용하게 된다. 본 연구에서는 알루미늄 나노입자의 전구물질로서 ATSB를 사용하였다. ATSB에 대한 총괄산화반응(overall oxidation reaction)은 다음과 같다.⁽¹⁰⁾



화염에서 형성된 1차 입자들은 전구체의 농도와 체류시간 및 화염온도 등의 다양한 조건에 따라 서로 응집하여 보다 큰 입자로 성장하게 된다.

본 논문은 수소를 연료로 하는 확산화염을 이용하여 알루미늄 나노입자를 합성할 때, 합성되는 알루미늄 나노입자의 특성에 미치는 화염온도의 영향을 조사하였다. 연료와 산화제의 유량조절을 통하여 화염온도를 변화시켰으며, 합성된 나노입자의 특성을 전자현미경 이미지, 결정구조 분석, 비표면적과 기공의 크기 분석, 화염온도 측정 등의 여러 특성분석 방법으로 조사하였다. 본 연구의 최종목적은 알루미늄 나노입자를 담체로

사용하는 촉매를 화염을 매개로 합성하고자 하는 것이며, 일차적으로 적절한 알루미나 입자의 생성조건을 결정하는 것이 주요한 목적이다.

2. 실험장치 및 방법

본 연구의 실험 과정을 Fig. 1에 나타냈다. Al₂O₃ 나노입자의 전구체로는 ATSB (Aluminum-Tri-Sec-Butoxide, Sigma Aldrich)를 사용하며, 버블러(증발기) 내에서 전구체는 170 °C로 유지되는 상태에서 아르곤(Ar) 가스를 운반기체로 하여 반응기 역할을 하는 화염 내로 공급된다. 전구체의 열손실을 줄이기 위하여 버너와의 거리를 최소화 하고 연결관에는 열선을 감아 보온하였다. 화염의 연료로는 수소가 사용되며, 산화제로는 질소 혹은 산소를 추가한 공기(부피 기준으로 산소농도 19, 21, 30, 47%)를 사용하여 화염조건에 변화를 주었다. 전구체 운반기체, 연료, 그리고 산화제는 각각 질량유량조절기(M.F.C., mass flow controller, Kofloc)를 거쳐서 버너에 공급되며, 버너는 2축 이송대(2-d traverse system, Samick LMS)를 통해서 공간상의 위치를 제어하였다.

버너는 3중 동축관으로 구성되어져 있으며, 전구체가 운반기체와 함께 공급되는 가장 중앙의 관은 내경 3.87 mm, 연료인 수소를 공급하는 두 번째 관은 내경 16.57 mm, 그리고 산화제를 공급

하는 세 번째 관은 내경 70.0 mm이다. 외부 공기에 의한 화염의 교란을 막기 위하여 길이 200 mm의 파이렉스관이 버너 위에 위치한다.

전구체 ATSB가 아르곤 가스와 함께 버너에 공급되어 화염대를 지나며 가수분해(hydrolysis)와 열분해 과정을 통하여 분말 상의 입자를 생성되고 성장한다. 화염을 통하여 생성된 입자의 포집은 화염을 벗어난 후에 추가적인 입자의 소결과 입자의 변화를 배제하기 위하여 버너 팁에서 230 mm 하류에서 입자를 스테인리스스틸 기판을 사용하여 열영동 포집 하였다.

포집된 입자는 FE-SEM (S-4700, Hitachi Inc., in KBSI Jeonju Center), BET (UPA-150, Microtrac, in KBSI Jeonju Center), XRD (DMAX-2500, Rigaku Inc.) 등을 이용하여 특성을 분석하였다. 또한, 급속압입법⁽¹²⁾을 이용한 온도측정을 위해 응답특성이 좋은 직경 50µm인 세선(fine wire)의 R-형 (Pt / Pt-13%Rd) 열전대를 사용하였다. 화염 내에서의 열전대의 체류시간은 0.5초로 설정하였으며, 발생된 열전대의 기전력은 A/D 컨버터(HP 34970A, Agilent)를 통해 디지털로 전환되어 컴퓨터에 저장되었다. 버너 팁을 기준으로 높이 10 mm부터 5 mm 간격으로 5 회 반복 측정하여 평균치를 구하였다.

Table 1은 연소합성 알루미나 나노입자를 합성하기 위한 유량 조건 등을 나타낸 것으로서 공급되는 모든 기체의 양과 전구체 증발온도를 일정하게 유지함으로써 각각의 조건에서 균일한 특성을 갖는 입자를 포집하기 위해서 사용되었다. 전구체인 ATSB는 170 °C로 유지된 증발기에 위치하며 운반기체인 아르곤이 0.3 lpm(liters per minute)의 유량으로 증발기를 통과하면서 화염 내

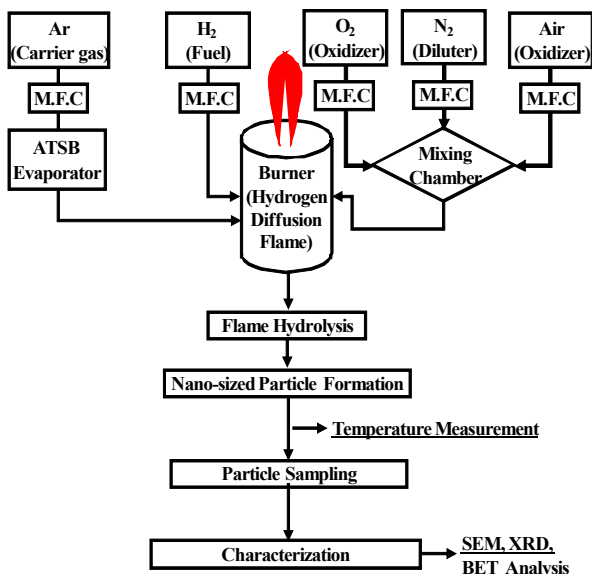


Fig. 1 Experimental procedure

Table 1 Experimental conditions

Gas	Flowrates (liters/min.)					O ₂ Concentration of Oxidizer (%)	Precursor (ATSB) Evaporation Temperature
	Ar	H ₂	O ₂	N ₂	Air		
Function	ATSB	Fuel	Oxidizer				
#1	0.3	2.0	0.0	3.7	30.0	19	170 °C
#2	0.3	2.0	0.0	0.0	33.7	21	
#3	0.3	2.0	3.7	0.0	30.0	30	
#4	0.3	2.0	11.1	0.0	22.6	47	
Tube Inner Diameter (mm)	3.87	16.57	70.0			-	-

부로 ATSB를 공급한다. 산화제가 공급되는 외측 관으로는 산소농도 조건에 맞추어 질소 혹은 산소를 공기에 미리 섞어 공급하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 온도측정을 통한 화염의 관찰

화염을 매개로 하는 입자의 생성과 성장이기 때문에 화염의 형태와 온도 등은 생성되는 입자에 매우 큰 영향을 주게 된다. 본 연구에서는 최적의 입자합성 조건을 찾기 위하여 몇 가지 화염 조건에 대하여 입자를 포집하고 그 특성을 확인하였다. 먼저, Fig. 2에서는 산화제 속의 산소농도가 다른 네 종류의 수소화염에서 알루미늄 나노입자가 합성되는 모습을 촬영한 사진으로, 좌측부터 19%, 21%, 30% 및 47% 산소농도의 경우를 보여주고 있다. 하부의 열은 색으로 나타나는 수소화염을 볼 수 있으며, 화염의 중앙부로 공급되는 전구체 ATSB에 의해 알루미늄 입자가 합성되어 하류로 배출되는 모습을 중앙에 나타난 밝은 부분을 통해서 확인할 수 있다. 중앙에 밝게 나타나는 입자의 생성 및 성장 영역이 산화제의 산소농도가 높아질수록 버너 팁에 접근하고 있

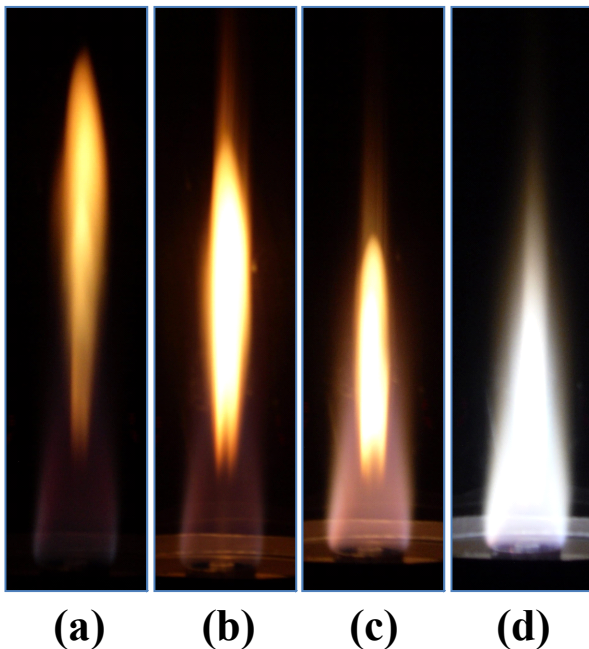


Fig. 2 Direct photographs of Al_2O_3 -forming H_2 -flames with several O_2 concentrations in oxidizing air: (a) 19%, (b) 21%, (c) 30%, (d) 47%

며, 이를 통해 화염길이 짧아지는 것을 확인할 수 있다.

화염의 온도는 R-형 열전대를 이용하여 Fig. 3과 같이 측정되었다. 산화제로 공기에 질소를 일부 섞어서 산소농도를 19%로 한 경우에는 중심축에서의 최고온도가 버너 팁에서 40 mm 하류에서 1507.8K로 측정되었으며, 공기를 산화제로 쓴 경우(산소농도 21%)에는 역시 축방향으로 하류 40 mm에서 1593.8K로 최고온도가 측정되었다. 산소부화된(oxygen-enriched) 경우인 30%와 47% 산소농도에서는 각각 버너 팁에서 35 mm와 25 mm 하류에서 1753.1K과 1998.7K으로 중심축 최고온도가 측정되었다. 산소농도가 증가될수록 축방향으로 최고온도의 위치가 좀 더 버너 팁으로 접근함을 알 수 있다.

Fig. 3에 표시된 온도측정은 ATSB는 투입하지 않고 운반기체인 아르곤만을 화염 내로 투입한 경우이며, 점점의 복사열손실을 보상(compensation)한 값이다. 점점의 복사열손실 보상은 1600K과 1800K 등에서 약 50도와 80도 정도의 값을 보이고 있다.⁽¹²⁾ 또한, 그래프에 나타난 추세선은 3차 및 4차 다항식을 사용하여 나타내었다. 측정된 화염의 온도는 중심축의 온도이기는 하지만, 아르곤가스의 희석효과로 인해 수소화염의 온도치고는 다소 낮게 측정된 것으로 생각된다. 하지만 합성된 입자의 생성조건을 논할 때 참고할 정도의 가치는 충분하다고 판단하였다.

3.2 SEM 및 BET 분석을 통한 입자특성 관찰

포집된 입자의 특성을 파악하기 위하여 먼저 정성적으로 입자의 크기나 형태 등을 조사하기

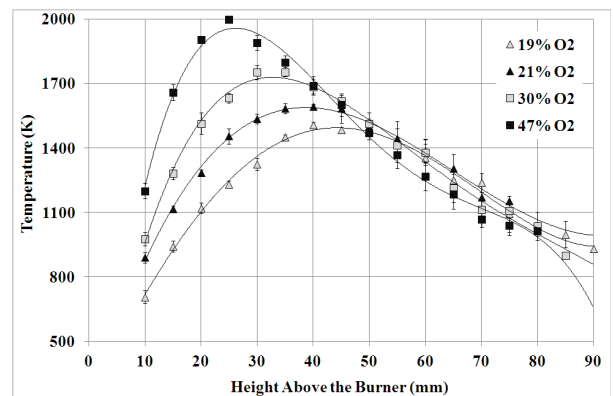


Fig. 3 Averaged axial temperature distributions for several O_2 concentrations in oxidizing air

위하여 SEM 이미지를 분석하였다. Fig. 4의 이미지에서는 산소농도 19%부터 47%까지 실험했던 네 가지 경우에 대한 입자의 형태를 보여주고 있다. Fig. 3에서 보듯이 공기 측의 산소농도가 증가할수록 입자의 생성과 성장이 이루어지는 중심축의 온도는 증가하고 있으며, 증가한 온도는 생성되고 성장하는 입자의 형태에 많은 영향을 줄 수 있음을 예상할 수 있다. 산소농도 19%와 21%인 Fig. 4의 (a)와 (b)의 외형적인 개별입자의 크기는 20 - 30 nm 수준으로 보이며, 입자 직경이 50 nm 이상으로 보이는 산소농도 47%인 (d)와는 많은 차이를 보이고 있다. 공기의 산소농도가 30%인 (c)는 (a)와 (b) 보다는 약간 큰 입자 크기를 보이고 있다. (a)에서 (c)까지는 개별 입자들이 서로 응집된 형태를 보이고 있으며, 이들과는 달리 (d)는 상대적으로 고온에서 소결(sintering) 등의 성장과정을 거친 후의 상태라서 비교적 직경이 큰 독립적인 입자 형태를 보이고 있다.

Fig. 4(a)에서 (d)로 갈수록 입자의 크기나 형태가 이렇게 달라지는 원인은 산화제 측의 산소농도가 증가되면서 화염의 온도가 상승하였기 때문이다. 앞선 Fig. 3의 고찰에서 보았듯이 열전대로 측정된 중심축의 최고온도는 1507.8K(산소농도 19%)에서 1998.7K(산소농도 47%)으로 상승하고 있다.

SEM 이미지에서 얻은 정성적인 정보를 보다

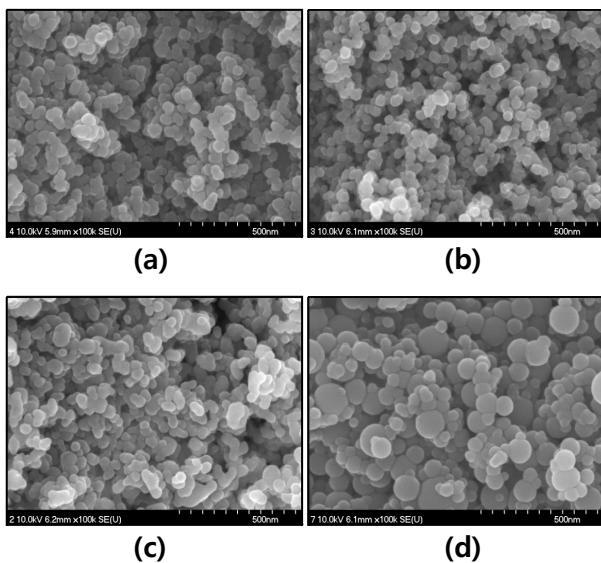


Fig. 4 SEM images of alumina nanoparticles synthesized with several O₂ concentrations in oxidizing air: (a) 19%, (b) 21%, (c) 30%, (d) 47%

구체적으로 정량화하기 위하여 입자의 비표면적과 기공(pore)의 크기를 측정하였다. Table 2에 합성한 분말의 조건에 따른 단위질량당 표면적과 기공의 크기를 나타내었으며, 측정된 비표면적을 바탕으로 입자의 평균직경을 계산하여 함께 표기하였다. 산화제 측의 산소농도가 19, 21, 30, 47% 일 때, 합성된 입자들의 비표면적은 각각 60.82, 63.44, 47.36 및 29.06 m²/g으로 측정되었다. 측정된 비표면적과 함께 일반적으로 알려져 있는 알루미나의 밀도 3.95 g/m³을 사용하여 입자의 평균 직경을 계산하였는데, 각각 25.0, 23.9, 32.1 그리고 52.3 nm로 계산되었다. 계산된 입자의 직경은 SEM 이미지와 비교하면 잘 부합함을 알 수 있다.

알루미나 나노입자를 촉매 담체로 사용하기 위해서 비표면적이 크고 보다 경제적으로 합성할 수 있어야 한다는 두 관점에서 보면, 입자직경과 비표면적, 그리고 SEM 이미지를 통한 외형적인 특징으로 비추어 보면, 본 실험의 경우에는 공기만을 산화제로 사용한 산소농도 21%의 경우가 제일 적절한 합성조건으로 보인다.

3.3 XRD 분석을 통한 결정상 관찰

서론에서 언급한 바와 같이 알루미나 입자는 다양한 결정상을 가진다. 본 실험에서 사용한 네 가지 유량조건에 대하여 합성된 입자의 결정상을 알아보기 위하여 XRD 분석을 실시했으며 결과를 Fig. 5에 나타내었다. XRD 분석은 X-선 회절을 이용하여 물질의 결정구조를 분석하는 것으로서, 입사각을 θ 라 하면 기하학적 구조에 의해 회절각은 2θ 가 되고, 회절각 2θ 와 그에 해당하는 회절 X-선의 강도(intensity)로 회절 패턴을 나타내

Table 2 Measured specific surface areas and calculated particle diameters

O ₂ Concentration of Oxidizer	Specific Surface Area (m ² /g)	Pore size (nm)		Calculated Particles Diameter (nm)
		Adsorption	Desorption	
19%	60.82	119.38	114.73	25.0
21%	63.44	118.62	114.10	23.9
30%	47.36	116.29	113.27	32.1
47%	29.06	192.03	180.13	52.3

는데, 회절패턴은 그 물질의 고유한 값이 된다.

우선 눈에 띄는 것은 2θ 값 30도에서 40도 사이에서 보이는 다수의 피크이다. Hwang 등⁽⁵⁾의 보고에 의하면 2θ 값이 33도, 37도, 그리고 39도 부근에서 델타(δ)- 및 세타(θ)-알루미나에 의해 피크가 나타나며, 델타(δ)-알루미나의 경우에는 피크의 비가 3:6:4이고, 세타(θ)-알루미나의 경우에는 4:4:3으로 나타난다고 언급하고 있다. 측정된 결과에서 보면 세 피크의 강도는 세타(θ)-알루미나에 의한 영향이 보다 많은 것으로 판단된다.

한편, 67도와 46도 부근에서는 매우 강한 피크를 보이는데 이는 감마(γ)-알루미나에 의한 것이다. 감마(γ)-알루미나는 67도, 46도, 그리고 85도 근처에서 각각 제1, 2, 3 피크를 나타낸다.⁽¹³⁾

세타(θ)-, 혹은 감마(γ)-알루미나와는 달리 알파(α)-알루미나는 2θ 값이 43도, 57도, 35도, 26도, 68도 일 때 각각 제 1, 2, 3, 4 피크를 보인다고 알려져 있다.⁽¹⁴⁾ Fig. 5에서 보는 바와 같이 측정된 XRD 패턴에서는 이러한 알파(α)-알루미나와의 연관성은 찾아보기 어렵다. 따라서 합성된 알루미나 나노입자는 감마(γ)-알루미나가 주를 이루며, 일부 세타(θ)-알루미나를 함유하고 있는 것으로 판단된다.

사용된 확산화염은 Fig. 3의 온도측정 결과에서도 볼 수 있듯이 축 방향으로 화염온도가 1,000도 내외의 매우 큰 온도차를 보이고 있고, 또한 반경방향으로의 온도변화도 좁은 영역에서 급격한 변화가 발생하므로 보다 큰 온도구배를 가진다. 때문에 생성되는 알루미나 입자는 XRD 결과에서 보이는 것처럼 다양한 결정상이 혼합된 상태로 포집된 것으로 보이며, 그 중에서도 감마

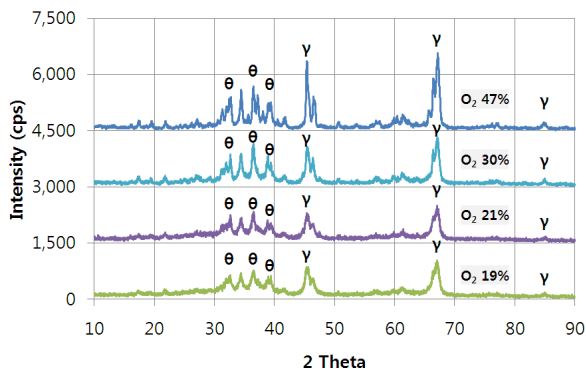


Fig. 5 X-ray diffraction patterns of the synthesized alumina nanoparticles with several O_2 concentrations in oxidizing air

(γ)-알루미나가 주를 이루는 것으로 판단된다. 이러한 경향은 실험조건으로 선택한 4가지 경우 모두에서 공통적으로 나타나고 있다.

4. 결론

본 논문은 수소를 연료로 하는 확산화염을 이용하여 알루미나 나노입자를 합성할 때, 합성되는 알루미나 나노입자의 특성에 미치는 화염온도의 영향을 조사하였다. 연료와 산화제의 유량조절을 통하여 화염온도를 변화시켰으며, 합성된 나노입자의 특성을 전자현미경 이미지, 결정구조 분석, 비표면적과 기공의 크기 분석, 화염온도 측정 등의 여러 특성분석 방법으로 조사하였다.

사용된 화염의 중심축 최고온도는 R-형 열전대를 이용한 급속삽입법으로 측정된 결과, 산화제의 산소농도가 19, 21, 30, 47%인 각각의 실험조건에서 1507.8K, 1593.8K, 1753.1K, 1998.7K으로 측정되었다.

SEM 이미지 분석 및 BET 비표면적 측정을 통해서 47% 산소농도인 경우에는 화염 내에서 온도가 비교적 높았기 때문에 소결 등을 통해서 50 nm 수준의 독립적인 구형입자가 생성되었음을 확인할 수 있었으며, 19%와 21%의 경우에는 응집된 상태의 20-30 nm 수준의 입자를 볼 수 있었다.

XRD 결과에서는 다양한 결정상이 혼합된 상태로 포집된 것으로 보이며, 그 중에서도 감마(γ)-알루미나가 주를 이루는 것으로 판단되었다. 이러한 경향은 실험조건으로 선택한 4가지 경우 모두에서 공통적으로 나타나고 있다.

이상의 결과를 바탕으로, 본 연구의 연소합성 조건에서 알루미나 나노입자를 촉매 담체로 사용하기 위해서 비표면적이 크고 보다 경제적으로 합성할 수 있어야 한다는 두 관점에서 보면, 촉매 담체로 사용하기 위한 알루미나 나노입자를 연소합성 하기 위한 가장 적절한 조건으로 실험했던 네 경우 중에서는 산화제의 산소농도가 21%인 두 번째 경우를 선택할 수 있었다.

참고문헌

- (1) Park, K. Y. and Jung, K. Y., 2009, "Synthesis of Nano-Structured Alumina Powders Thru the Aerosol Process," *Ceramist*, Vol. 12, No. 2, pp. 27~37.

- (2) Mirjalili, F., Abdullah, L. C., Mohamad, H., Fakhru'l-Razi, A., Radiah, A. B. D. and Aghababazadeh, R., 2011, "Process for Producing Nano-Alpha-Alumina Powder," *ISRN Nanotechnology*, Vol. 2011, Article ID 692594, pp. 1~5.
- (3) Jiang, L., Yubai, P., Changshu, X., Qiming, G. and Jingkun, J., 2005, "Low Temperature Synthesis of Ultrafine α -Al₂O₃ Powder by a Simple Aqueous sol-gel Process," *Ceramics International*, Vol. 32, No. 5, pp. 587~591.
- (4) Ming, G. M., Ying, J. Z. and Zi, L. X., 2007, "A New Route to Synthesis of γ -Alumina Nanorods," *Materials Letters*, Vol. 61, No. 8-9, pp. 1812~1815.
- (5) Hwang, U.-Y., Lee, S.-W., Lee, J.-W., Park, H.-S., Koo, K.-K., Yoo, S.-J., Yoon, H.-S. and Kim, Y.-R., 2001, "Synthesis of Porous Al₂O₃ Particles by sol-gel Method," *Journal of the Korean Institute of Chemical Engineers*, Vol. 39, No. 2, pp. 206~212.
- (6) Lee, J.-W., Yoon, H.-S., Chae, U.-S., Park, H.-J., Hwang, U.-Y., Park, H.-S., Park, D.-R. and Yoo, S.-J., 2005, "A Comparison of Structural Characterization of Composite Alumina Powder Prepared by sol-gel Method According to the Promoters," *Korean Chem. Eng. Res.*, Vol. 43, No. 4, pp. 503~510.
- (7) Youn, H.-J., Jang, J. W., Kim, I.-T. and Hong, K. S., 1999, "Low-Temperature Formation of α -Alumina by Doping of an Alumina-sol," *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 211, pp. 110~113.
- (8) Park, Y. K., Tadd, E. H., Zubris, M. and Tannenbaum R., 2005, "Size-Controlled Synthesis of Alumina Nanoparticles from Aluminum Alkoxides," *Materials Research Bulletin*, Vol. 40, pp. 1506~1512.
- (9) Rozita, Y., Brydson, R. and Scott, A. J., 2009, "An Investigation of Commercial Gamma-Al₂O₃ Nanoparticles," *Journal of Physics: Conference Series Vol. 241*, Article ID 012096.
- (10) Johannessen, T., Pratsinis, S. E. and Livbjerg, H., 2000, "Computational Fluid-Particle Dynamics for the Flame Synthesis of Alumina Particles," *Chemical Engineering Science*, Vol. 55, pp. 177~191.
- (11) Kelekanjeri, V. S. K. G., Carter, W. B. and Hampikian, J. M., 2006, "Deposition of α -Alumina via Combustion Chemical Vapor Deposition," *Thin Solid Films*, Vol. 515, pp. 1905~1911.
- (12) Lee, G. W., Chung, Y.-R. and Jurng, J., 1999, "Temperature Measurement in Concentric Diffusion Flames by Rapid Insertion Technique," *Journal of the Korean Society of Combustion*, Vol. 4, No. 2, pp. 75~83.
- (13) Verwey, E. J. W., 1977, "The Structure of the Electrolytical Oxide Layer on Aluminum," *Zeitschrift fuer Kristallographie, Kristallogometrie, Kristallphysik, Kristallchemie*, Vol. 91, pp. 317~320.
- (14) Dondi, M., Matteucci, F., Baldi, G., Barzanti, A., Cruciani, G., Zama, I. and Bianchi, C. L., 2008, "Gray-Blue (Al₂O₃)-(MoO_x) Ceramic Pigments: Crystal Structure, Colouring Mechanism and Performance," *Dyes Pigments*, Vol. 76, pp. 179~186.