

알루미늄 알콕사이드 전구체로부터 합성된 감마 알루미나의 합성조건이 그 물성에 미치는 영향

백은주 · 남영우†

숭실대학교 화학공학과
(1994년 1월 11일 접수, 1994년 4월 19일 채택)

Effects of Synthesis Conditions on Physical Properties of γ -Alumina Made from Al-alkoxide Precursors

Eun-Joo Baek and Young-Woo Nam†

Department of Chemical Engineering, Soong Sil University
(Received 11 January 1994; accepted 19 April 1994)

요 약

알루미늄 알콕사이드를 합성하고 이를 sol-gel법으로 가수분해시켜 얻은 알루미늄 수화물을 소성하여 감마 알루미나를 제조하였다. 알루미늄 알콕사이드 합성시 알코올의 종류를 변화시키므로서 알킬기가 감마알루미나의 물성에 미치는 영향을 관찰하였으며, 알루미늄 알콕사이드의 가수분해시 회석제인 벤젠과 물의 사용량, 해리제인 염산의 함량을 변화시키므로써 이를 가수분해조건이 감마알루미나의 비표면적과 세공부피에 미치는 영향을 조사하였다.

Abstract—Al-alkoxides were prepared and hydrolyzed by sol-gel method to get Al-hydroxides. Al-hydroxides were calcined to form γ -alumina. The effects of alkyl groups of Al-alkoxide prepared from different alcohols on the properties of γ -alumina were observed. The effect of hydrolysis conditions on the specific surface area and pore volume of γ -alumina were examined with varying the contents of benzene, water and HCl.

1. 서 론

알루미나는 알루미늄 수화물을 소성함에 따라 여러 가지 상으로 전이하는데, 사용되는 알루미늄 수화물의 구조와 형태에 따라 상전이 과정이 다르게 나타난다. 일반적으로 Gibbsite와 Bayerite는 시성식이 같은 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 로 표시되나 구조적인 차이에 의하여 Gibbsite는 소성온도가 상승함에 따라 x , κ 및 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 순으로 Baye-
rite는 η , θ 및 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 로 상전이하며, $\text{AlO}(\text{OH})$ 로 표시되는 Boehmite는 γ , δ , θ 및 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 순으로 상전이

된다[1, 2]. 이를 전이 알루미나중에서 촉매의 담체와 흡착제로는 γ 와 η -알루미나가 사용된다. 알루미나의 제조방법에는 Bauxite를 원료로 하는 습식법인 Bayer process와 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 나 AlCl_3 를 이용하여 알루미늄 수화물을 침전시켜 제조하는 방법 등이 있으며 건식법으로는 알루미늄 수화물분말이나 무수 AlCl_3 를 이용하는 flame 법, plasma법, discharge법 등이 있다[3-5]. 공업적인 알루미나의 제조방법으로는 Bayer process가 많이 사용되고 있으나 원료물질중에 포함되어 있는 Fe, Ni, Pb 등과 같은 불순물로 인하여 이 방법으로 제조된 알루

미나는 촉매의 담체로 사용할 때 활성이나 선택성이 저하될 우려가 있다.

1846년 Ebelman과 Bouquet는 silicon과 boron의 알록사이드를 처음으로 합성하였으며 일반적으로 $M(OR)_x$ 형태의 금속 알록사이드는 금속과 알코올의 hydroxyl hydrogen과의 치환반응에 의하여 제조된다[6, 7]. 알루미늄 알록사이드를 합성하여 이를 sol-gel법으로 가수분해시켜 알루미늄 수화물을 제조하는 방법은 용액상태에서 반응이 진행되므로 화학적으로 균일하고 세공분포가 좁으며 입자의 크기가 작고 입자모양이 구형이어서 큰 비표면적을 갖으며 원료를 정제함으로써 순도를 높이기도 쉽다[8].

알루미늄 알록사이드의 sol-gel가수분해에 의하여 $Al(OH)$ 가 얻어지며 이를 소성하면 소성조건에 따라 여러 종류의 전이 알루미나를 얻을 수 있다. 알루미늄 알록사이드를 가수분해시킬 때 알루미늄 수화물이 균일한 입자 크기의 콜로이드 sol상태가 되도록 가수분해시켜야만 세공분포가 좁은 알루미나가 얻어지나 알루미늄 알록사이드의 가수분해속도가 빠르기 때문에 이를 조절할 수 있는 기술개발이 필요하다.

본 연구에서는 고순도 감마 알루미나제조에 관한 기초 자료를 얻기 위하여 알루미늄 알록사이드를 제조할 때 알코올 종류를 변화시키므로써 알킬기가 감마 알루미나의 물성에 어떤 영향을 미치는지 알아 보았으며, 가수분해 조건과 소성온도의 변화가 감마 알루미나의 물성에 미치는 영향을 조사하였다.

2. 실험

2-1. 알루미늄 알록사이드의 합성

알루미늄판을 $2\text{ cm} \times 1\text{ cm}$ 크기로 절단한 후 1N-HCl과 1N-NaOH 용액을 사용하여 산화 피막을 제거하였다. 이 금속편을 0.5% $HgCl_2$ 용액으로 아말감화시킨 후 과량의 알코올이 담긴 플라스크에 넣고 가열 맨틀과 응축기를 이용하여 알코올의 비등점을 유지하며 반응시켰다. 아말감화된 알루미늄은 대기중에서 쉽게 산화되므로 과량의 알코올이 담긴 플라스크에 신속하게 옮겨 넣었으며 ethyl alcohol, iso-propyl alcohol 및 sec-butyl alcohol을 사용하여 각각의 비등점을 $78^\circ C$, $82^\circ C$ 및 $99^\circ C$ 에서 반응시켰다. 반응혼합물을 김입종류하여 알루미늄 ethoxide [$Al(OC_2H_5)_3$], iso-propoxide [$Al(OC_3H_7)_3$] 및 tert-butoxide [$Al(OC_4H_9)_3$]를 얻었다. 종류조건은 $Al(OC_2H_5)_3$ 의 경우 $120\text{-}130^\circ C$ 및 5 mmHg, $Al(OC_3H_7)_3$ 의 경우 $145\text{-}150^\circ C$ 와 5 mmHg, $Al(OC_4H_9)_3$ 의 경우 $205\text{-}210^\circ C$ 및 7 mmHg였다.

2-2. 알루미늄 알록사이드의 가수분해

알루미늄 알록사이드는 다른 금속 알록사이드와는 달리 가수분해 속도가 매우 빨라 수분과 접촉하게 되면 즉시 백색침전이 생성된다. 이 침전물을 해리시켜 sol 및 gel상태로 유도하기 위하여 강전해질인 염산을 해리제로 사용하였고 그 양을 0.03-0.09 몰배로 변화시켜 해리제 사용량이 최종생성물인 감마 알루미나의 물성에 미치는 영향을 조사하였다. 알루미늄 알록사이드의 농도는 희석제인 벤젠을 0.5-1.5 몰배 사용하여 조절하였고, 물의 양은 알루미늄 알록사이드의 30-90 몰배에 해당하는 중류수를 사용하였다.

벤젠으로 희석한 알루미늄 알록사이드를 $85^\circ C$ 의 중류수에 첨가하면서 격렬히 교반하였다. 해리제로 염산을 넣은 후 약 20분간 교반하여 콜로이드 sol을 만든 후 계속 가열하여 gel상태로 만들었다. Gel point는 교반을 멈추고 관찰하여 침전물이 없는 상태임을 확인한 뒤 계속 가열하였을 때 발생한 기포가 상승하지 못하고 정지하는 상태로 보았다. 생성된 투명한 gel을 $85^\circ C$ 에서 24시간 동안 숙성시킨 후 $110^\circ C$ 에서 4일간 건조하여 $Al(OH)$ 를 얻었다.

2-3. 감마 알루미나의 제조

알루미늄 알록사이드를 가수분해하여 얻은 $Al(OH)$ 는 소성온도에 따라 γ , δ , θ 및 α -알루미나로 상전이하며 대략 소성온도가 $400\text{-}700^\circ C$ 일 때 감마알루미나가 얻어진다. 본 연구에서는 muffle furnace(Model PS-150)를 사용하여 1시간 동안 소성하여 감마알루미나를 제조하였으며 500, 600 및 $700^\circ C$ 로 소성온도를 변화시킴으로써 소성온도가 감마알루미나의 물성에 미치는 영향을 연구하였다.

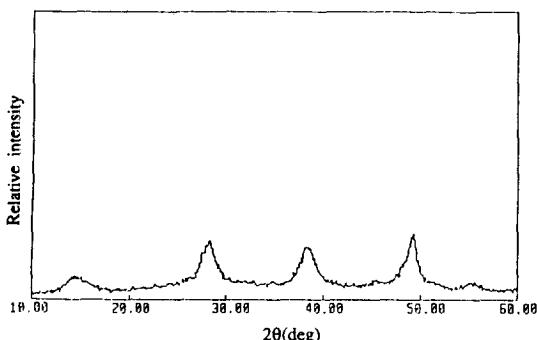
2-4. 물성측정 및 분석방법

2-4-1. X-선 회절분석

X-Ray diffractometer(Rigaku사제, DMAX III Model)를 사용하여 Cu-K α X-선(파장 1.54\AA)으로 scanning speed $5^\circ/\text{min}$, full scale 2000 cps, 2θ $10\text{-}60^\circ$ 조건에서 $Al(OH)$ 와 이를 소성시켜 얻은 감마알루미나를 분석하였다.

2-4-2. 비표면적과 세공분포측정

B.E.T법을 이용하는 비표면적 측정장치를 사용하여 시료를 $100^\circ C$ 진공하에서 12 hr동안 탈착처리한 후 질소의 액화온도에서 N_2 가스를 주입시켜 흡착된 질소가스의 양으로부터 비표면적을 구하였고 흡착 및 탈착동온선으로부터 세공분포를 측정하였다.

Fig. 1. X-ray diffraction diagram of $\text{AlO}(\text{OH})$.

3. 실험결과 및 고찰

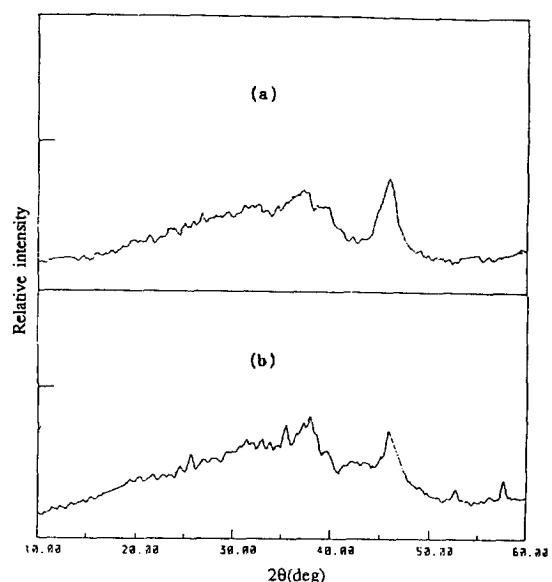
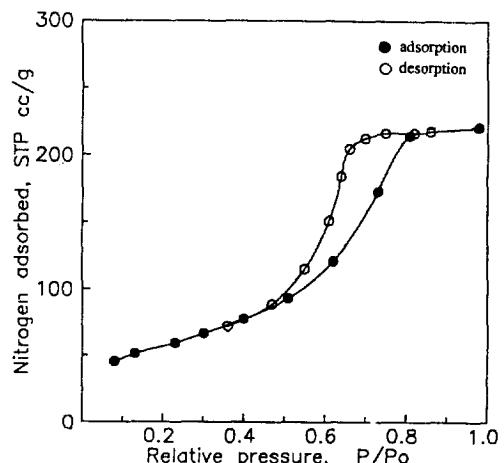
3-1. 알루미늄 알콕사이드의 가수분해반응

알루미늄 조각과 알코올의 반응물을 강압증류하여 얻은 알루미늄 알콕사이드를 벤젠으로 희석한 용액은 투명하였으며 파랑의 물이 들어 있는 반응기에 서서히 주입하여 가수분해반응을 진행시킴에 따라 흰색 침전이 용액 전체에 균일하게 분산되었다. 금속 알콕사이드는 가수분해반응시 알콕시기들이 hydroxyl기로 치환되면 관능기로서 작용하는 $-\text{OH}$ 기로 말미암아 단량체 분자들이 화학반응을 일으켜 고분자물질로 변하는데 이 반응에서 알콕사이드는 1차 단계인 핵생성 과정을 통하여 약 $10\text{-}20\text{\AA}$ 의 단량체 입자가 되어 sol상태로 용액중에 존재하게 된다. 2차 단계는 축합반응을 통한 핵성장 단계로 입자들이 결합하여 $50\text{-}100\text{\AA}$ 정도의 거대입자로 되는 과정이며 3차 단계는 이 거대입자가 가교결합하여 사슬형 구조를 이루어 설포상 또는 괴상의 3차원적인 연속망상구조를 이룬다[9, 10].

알루미늄 알콕사이드를 합성한 후 이를 가수분해하여 제조한 $\text{AlO}(\text{OH})$ 의 X선 회절분석 결과를 Fig. 1에 수록하였다. 회절각(2θ) 14, 28, 38 및 48도에서 특성피크를 확인함으로써 $\text{AlO}(\text{OH})$ 가 생성되었음을 확인하였다[11, 12]. Fig. 1은 Al-iso-propoxide로부터 제조된 $\text{AlO}(\text{OH})$ 의 결과이며 다른 알콕사이드로부터 제조된 $\text{AlO}(\text{OH})$ 도 강도의 차이는 있었으나 동일한 특성피크를 보였다.

3-2. 감마알루미나의 제조

본 연구에서 $\text{AlO}(\text{OH})$ 를 소성하여 제조한 감마 알루미나와 시판되는 Merck사의 감마 알루미나의 X선 회절분석 결과를 비교하여 Fig. 2에 나타내었다. 시판용 감마 알루미나의 주피크는 $2\theta = 38^\circ$ 와 46° 에서 나타나며 본 실험에서 제조한 시료의 주피크와 일치함을 관찰할

Fig. 2. XRD diagram of (a) manufactured and (b) commercial γ -alumina.Fig. 3. Adsorption and desorption isotherm of γ -alumina.

수 있다. 이로부터 본 연구에서 제조된 알루미나가 감마 알루미나임을 확인할 수 있다.

Fig. 3은 액체 질소 온도에서 측정한 감마 알루미나의 흡탈착 등온선으로 히스테리시스(hysteresis) 현상이 관찰된다. De Boer는 히스테리시스의 형태를 다섯 가지로 분류하고 그에 따른 세공 모양을 제시하였다[13]. 그의 분류에 따르면 본 실험에서 제조된 감마 알루미나의 세공형태는 잉크병과 유사한 모양임이 예측된다.

Table 1. Effect of Al-alkoxide on specific surface area and pore volume of γ -alumina

Al-alkoxide	Specific surface area (m ² /g)	Pore volume (cc/g)
Al(OC ₂ H ₅) ₃	221.52	0.3788
Al(OC ₃ H ₇) ₃	201.72	0.4480
Al(OC ₄ H ₉) ₃	172.08	0.4859

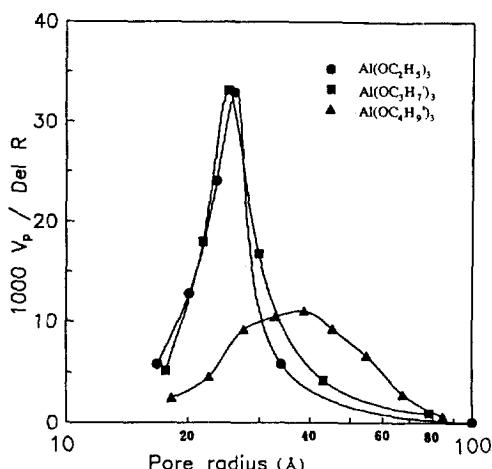


Fig. 4. Effect of Al-alkoxide on pore size distribution of γ -alumina.

3-3. 감마 알루미나의 제조조건에 따른 물성치의 변화 3-3-1. 알루미늄 알록사이드의 영향

알코올의 종류를 달리하여 제조된 감마 알루미나의 비표면적과 세공부피를 Table 1에 수록하였다. 가수분해반응은 1몰배의 벤젠, 30몰배의 물, 0.05몰배의 HCl 등 동일한 조건에서 수행되었으며, 생성된 수화물을 85°C에서 24시간 숙성시킨 후 500°C에서 1시간 소성시킨 후의 결과이다. 감마 알루미나의 비표면적은 ethyl alcohol, iso-propyl alcohol, sec-butyl alcohol로부터 제조된 것 순으로 컸으며, 세공부피는 역순이었다. Adkins는 알루미늄 알록사이드가 가수분해되어 형성된 알루미늄 수화물에서 hydroxyl group에 의해 채워진 공간의 크기는 hydroxyl group의 부피에 의해서가 아니라 alkyl group에 의존한다고 보고하였다[14]. 따라서 알루미늄 알록사이드의 alkyl group의 크기와 형태가 Al-hydroxide가 열처리되는 동안 H₂O로서 제거되어 생기는 감마 알루미나의 세공 크기를 결정하는 요인으로 생각된다.

Fig. 4에 도시된 세공분포곡선에서 Al-ethoxide와 Al-propoxide로부터 제조된 알루미나의 메디안 세공반경이 25Å 정도이고 ethoxide의 경우 propoxide의 경우 보다 더 좁은 세공분포를 갖음을 관찰할 수 있다. 이 결과

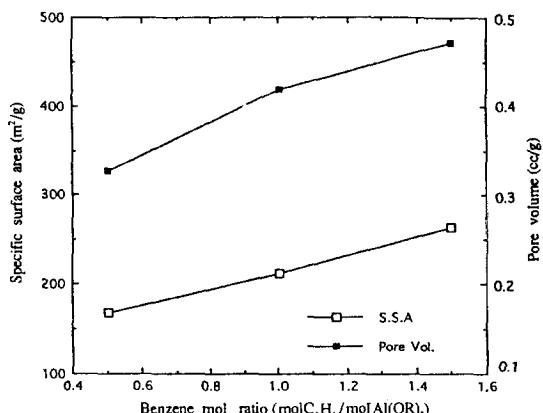


Fig. 5. Effect of benzene mol ratio on specific surface area and pore volume of γ -alumina.

로부터 ethoxide의 경우 propoxide의 경우보다 세공부피가 작은 것이 실명되며 측정된 결과에서는 잘 나타나 있지 않지만 20Å 이하의 미세공이 ethoxide의 경우 잘 발달하여 propoxide의 경우보다 비표면적이 더 크게 나타난 것으로 추정된다. Butoxide로부터 제조된 알루미나는 메디안 세공반경이 대략 38Å 정도로 앞의 두 경우보다 상당히 크며 넓은 세공분포를 보이고 있다. 이는 butoxide의 알킬기가 ethoxide나 propoxide의 알킬기 보다 크기와 형태가 크기 때문에 비교적 큰 세공이 형성되었고 따라서 세공부피는 가장 크고 비표면적은 가장 작게 나타난 것으로 생각된다. 이상의 결과는 알루미늄 원자에 결합되는 알킬기의 크기와 형태가 이로부터 제조되는 알루미나의 물성에 많은 영향을 미침을 보여주고 있다.

3-3-2. 희석제인 벤젠의 영향

가수분해반응에서 희석제로 사용되는 벤젠의 사용량이 감마 알루미나의 물성에 미치는 영향을 알기 위하여 Al-iso-propoxide를 0.5, 1.0 및 1.5몰배의 벤젠으로 각각 희석한 후, 30몰배의 물과 0.05몰배의 HCl을 사용하여 가수분해하였다. 얻어진 Al(OH)를 85°C에서 24시간 숙성시킨 후 600°C에서 1시간 소성하여 제조한 감마 알루미나의 비표면적과 세공부피를 Fig. 5에 도시하였다. 벤젠의 몰비가 증가함에 따라 감마 알루미나의 비표면적과 세공부피가 동시에 증가하는 경향을 보이고 있으며 이는 벤젠의 사용량이 증가하면 감마 알루미나의 세공형성이 촉진됨을 보여 주는 결과이다.

핵생성은 용액이 파포화 상태일 때 일어나며 반응물인 알록사이드의 농도가 높을 경우 가수분해 반응속도가 커서 핵생성이 빨라지고 이들의 성장속도가 커서 핵생성량은 한정되고 입자의 크기가 커지는 반면 알록사이

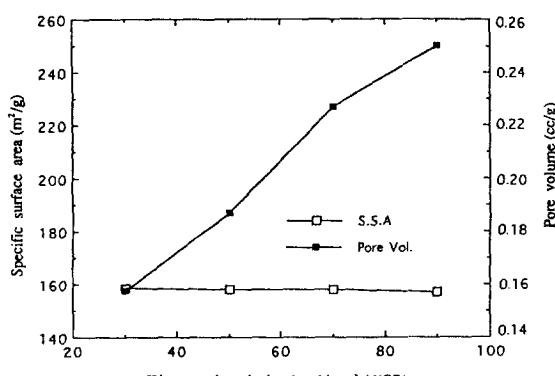


Fig. 6. Effect of water content on specific surface area and pore volume of γ -alumina.

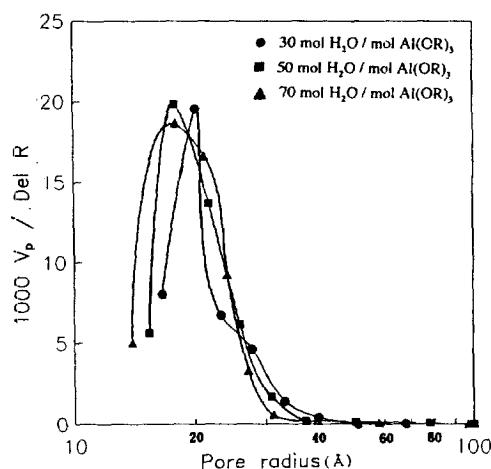


Fig. 7. Effect of water content on pore size distribution of γ -alumina.

드의 농도가 낮을 때는 상대적으로 핵생성량이 많아지므로 핵의 성장은 제한을 받아 입자 크기가 작아질 것으로 예상된다. 작은 입자들이 가교하여 망상구조를 이룰 때 큰 입자들의 가교시 보다 세공부피와 비표면적이 더 커질 것이므로 희석제인 벤젠의 사용량이 증가함에 따라 세공부피와 비표면적이 커진 것으로 생각된다.

3-3-3. 가수분해시 사용한 물의 양의 영향

단량체로부터 거대입자로의 성장은 알콕사이드와 물의 비율과 pH의 영향을 받으며 그에 따라 입자의 크기 및 입자구조의 치밀도 등도 다르게 나타난다. Al-iso-propoxide의 가수분해시 벤젠 1.0몰배, HCl 0.09몰배의 조건에서 물의 양을 변화시킨 후 700°C에서 소성하여 제조한 감마 알루미나의 비표면적과 세공부피를 측정하여 Fig. 6에 도시하였다. 비표면적은 물 사용량의 영

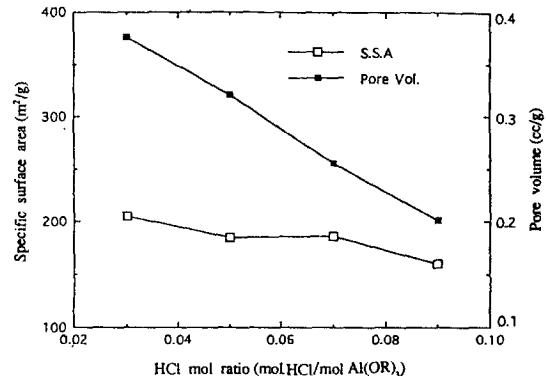


Fig. 8. Effect of HCl content on specific surface area and pore volume of γ -alumina.

향을 거의 받지 않았으나 세공부피는 물의 사용량이 증가함에 따라 커지는 경향을 보였다. Fig. 7은 세공분포곡선으로 물의 사용량이 증가하여도 전체적인 세공분포에는 큰 차이가 없으나 세공분포폭이 다소 커지는 경향을 보이고 있다.

본 연구에서는 pH값을 측정하지 않았지만 HCl의 사용량은 일정한 반면 물의 사용량이 변화하였기 때문에 용액의 pH값은 물의 양이 증가함에 따라 커졌을 것이다. 알콕사이드에 대한 HCl의 사용량은 일정하였으나 물의 사용량이 증가함에 따라 HCl의 상대적인 농도가 감소하여 물 사용량 증가의 영향은 해리제인 HCl 농도의 감소와 같은 경향을 보일 것으로 예상된다.

3-3-4. 해리제인 HCl의 영향

알루미늄 알콕사이드는 다른 금속 알콕사이드와는 달리 가수분해 반응속도가 매우 크기 때문에 가수분해시킨 후 특정 pH에서 해리되는 성질을 이용하여 sol-gel 상태로 유도하는 방법이 사용된다. 본 연구에서는 해리제로 HCl을 선정하여 Al-iso-propoxide를 0.5몰배의 벤젠에 용해하고 90몰배의 물을 사용하여 가수분해한 후 500°C에서 소성하여 HCl의 사용량에 따른 감마 알루미나의 비표면적과 세공부피를 측정하여 Fig. 8에 도시하였다. 해리제 량이 증가할수록 감마 알루미나의 세공부피는 상당히 감소하였고 비표면적은 큰 변화는 없었으나 약간 감소하는 경향을 보이고 있다. 해리제 사용량의 증가는 용액의 pH값이 작아짐을 의미하고 앞에서 언급한 바와 같이 물 사용량 감소와 비슷한 의미이며 실제로 Fig. 6과 8은 동일한 경향을 보이고 있음을 확인할 수 있다.

Yoldas[15]는 금속-hydroxide를 clear sol로 해리시키기 위해서는 최소 한계량의 전해질을 첨가해야 하며 그 전해질의 양에 따라 gelling point가 달라지고 최종

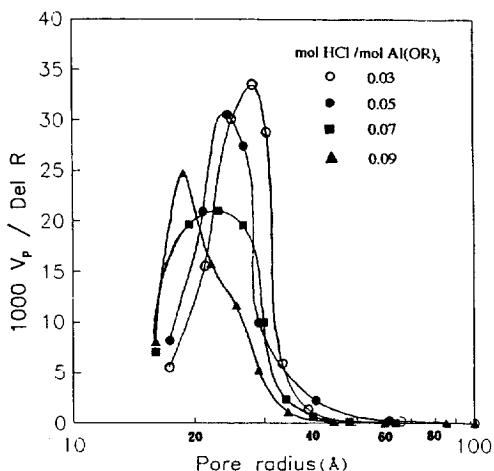


Fig. 9. Effect of HCl content on pore size distribution of γ -alumina.

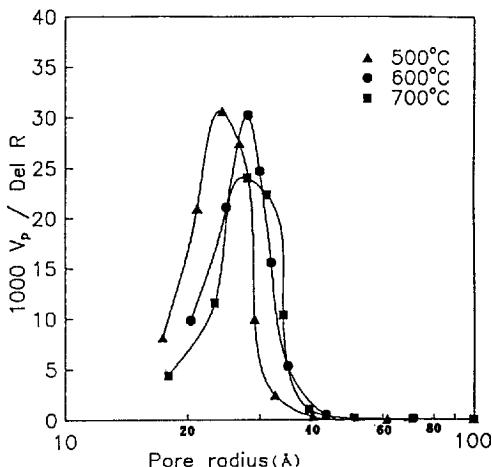


Fig. 11. Effect of calcination temperature on pore size distribution of γ -alumina.

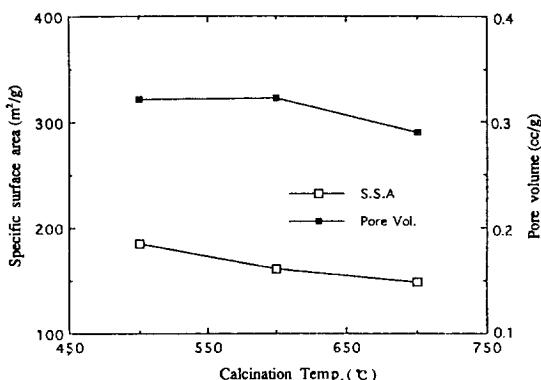


Fig. 10. Effect of calcination temperature on specific surface area and pore volume of γ -alumina.

생성물인 oxide의 특성이 달라진다고 보고하였다. Al-hydroxide의 경우 HNO_3 를 해리제로 사용하였을 때 critical acid range는 알록사이드 1 mole당 0.03-0.1 mol acid이며 0.07 mol acid/mol alkoxide일 때 최대 세공부피를 얻을 수 있으며 acid양이 그 이상으로 증가하면 세공부피가 작아진다고 발표하였다. 본 연구에서는 최적 해리제 양은 얻을 수 없었으나 Fig. 9에 도시된 바와 같이 해리제 사용량이 많아질수록 세공크기가 작아지는 경향을 관찰할 수가 있으며 이는 Yoldas가 질산을 해리제로 사용하였을 때 얻은 결과와 부합된다. HCl 사용량이 증가할수록 세공부피가 작아지는 경향으로 보아 최대 세공부피를 얻을 수 있는 최적 HCl 사용량은 Al-iso-propoxide의 0.03 몰배 이하 범위에 존재할 것으로 생각된다.

3-3-5. 소성온도의 영향

Al-iso-propoxide를 벤젠 0.5몰배, 물 90몰배, HCl 0.05 몰배를 사용하여 얻은 $Al(OH)$ 를 소성하여 소성온도에 따른 감마 알루미나의 비표면적과 세공부피를 Fig. 10에 나타내었다. $Al(OH)$ 는 470°C 부근에서 결합수가 떨어져 미세공이 형성되기 때문에 500°C로 소성하면 최대 비표면적을 갖는 감마 알루미나로 전이한다고 보고된 바 있다[16]. 본 연구에서도 500°C에서 소성한 감마 알루미나의 비표면적이 제일 커으며 소성온도가 상승함에 따라 비표면적이 감소하는 경향을 보이고 있다. Fig. 11의 세공분포곡선을 보면 500°C에서 가장 작은 미세공이 발달하고 600°C로 소성하면 500°C로 소성했을 때 보다 세공분포가 약간 큰 쪽으로 이동하고 있다. 700°C로 소성하면 600°C의 경우와 비교하여 세공크기의 변화는 없으나 세공량이 감소됨을 관찰할 수 있다. 이는 고온소성시 세공의 붕괴나 막힘현상이 진행되는 것으로 추측된다.

4. 결 론

알루미늄과 알코올을 출발물질로 하여 알루미늄 알록사이드를 합성하고 이를 sol-gel법으로 가수분해시켜 감마 알루미나를 제조하였으며 제조조건에 따른 감마 알루미나의 물성변화를 연구하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 감마 알루미나의 비표면적은 ethyl alcohol, iso-propyl alcohol, sec-butyl alcohol로부터 제조된 것 순으로 커으며, 세공부피는 역순이었다. 이는 알루미늄원자에 결합하는 ethyl alcohol의 알킬기가 iso-propyl alcohol과 sec-butyl alcohol의 알킬기보다 크기와 형태가

작기 때문에 ethyl alcohol로부터 제조된 감마 알루미나에 보다 작은 미세공이 형성되어 비표면적은 크고 세공부피는 작은 결과를 보인 것으로 생각된다.

(2) 희석제인 벤젠의 몰비가 증가함에 따라 감마 알루미나의 세공형성이 촉진되어 비표면적과 세공부피가 동시에 증가하였다.

(3) 가수분해시 물의 사용량이 증가하여도 전체적인 세공분포에는 큰 차이가 없었으며 세공분포폭은 다소 커지는 경향을 보였다. 이 결과로 감마 알루미나의 비표면적은 물의 사용량에 영향을 받지 않았으나 세공부피는 물의 사용량이 증가함에 따라 커지는 경향을 보였다.

(4) 해리제로 HCl을 사용하였을 때 0.03-0.1 mol acid/mol alkoxide인 범위에서 해리제의 사용량이 증가함에 따라 세공크기와 세공량이 감소하여 세공부피와 비표면적이 감소하였다. 따라서 최대 세공부피는 알콕사이드의 0.03 몰배 이하의 HCl을 사용할 때 얻을 수 있을 것으로 생각된다.

(5) 500°C에서 소성한 감마 알루미나의 비표면적이 제일 컷으며 소성온도가 상승함에 따라 비표면적이 감소하였다. 소성온도 500°C에서는 미세공이 잘 형성되었으며 600°C의 경우 500°C로 소성했을 때 보다 세공분포가 약간 큰 쪽으로 이동하였다. 700°C의 경우 600°C와 비교하여 세공크기의 변화는 없었으나 세공량이 감소되었다.

참고문헌

- Papee, D. and Tertian, R: "Aluminum Compounds", 41(1960).
- Dwivedi, R. K. and Gowda, G.: *J. Mater. Sci. Let.*, **4**, 331(1985).
- Leonard, A. J., Couwelaert, F. V. and Fripiat, J. J.: *J. Phys. Chem.*, **71**, 695(1967).
- Dynys, F. W. and Halligan, J. W.: *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**, 442(1982).
- Plummer, M.: *J. Appl. Chem.*, **8**, 35(1958).
- Bradley, D. C., Mehrotra, R. C. and Gaur, D. P.: "Metal Alkoxides", Academic Press, 231(1978).
- Bradley, D. C.: "Process in Inorganic Chemistry", 303(1960).
- Johnson, D. W.: *Ceram. Bull.*, **60**, 221(1981).
- Catone, D. L. and Matijevic, E.: *J. Col. and Int. Sci.*, **48**, 291(1974).
- Zarzycki, J., Prassas, M. and Phialippou, J.: *J. Mater. Sci.*, **17**, 3371(1982).
- Iler, R. K.: *J. Am. Ceram. Soc.*, **44**, 618(1961).
- Hwang, K. M.: *HWAHAK KONGHAK*, **33**, 263 (1989).
- De Boer, J. H.: "The Structure and Properties of Porous Materials", Butterworth, London, 68(1958).
- Adkins, H. and Briggs: *Proc. Roy. Soc. London, 100A* **88**, 2175(1921).
- Yoldas, B. E.: *J. Mater. Sci.*, **10**, 1856(1975).
- Kumagi, M. and Messing, G. L.: *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**, 500(1985).

- Papee, D. and Tertian, R: "Aluminum Compounds", 41(1960).