

## 산화칼슘의 수화에 의한 수산화칼슘 미분말의 합성과 형상제어

민경소 · 최상호

한양대학교 무기재료공학과

(1991년 7월 24일 접수)

### Synthesis and Shape Control of Calcium Hydroxide Fine Powders by Hydration of Calcium Oxide

K.S. Min and S.H. Choi

Dept. of Inorganic Materials Eng., Hanyang Univ.

(Received July 24, 1991)

#### 요 약

CaO의 수화반응을 이용하여  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  미립자를 합성하고, 각 조건에서의 형상을 검토하였다. 용매로서 물을 사용한 경우  $1\ \mu\text{m}$  이하의 불규칙한 미세결정의 응집체로 되었으며, 형상제어가 불가능하였다. methanol 첨가용액에서는 판상으로 얻어졌으며, ethanol 첨가용액에서는 효과가 없었으나, ethanol에 5 vol%의 ethylene glycol을 치환첨가한 경우 매우 양호한 육각판상 입자를 얻었다. acetic acid 및 salicylic acid 용액에서는 육각판상 입자기 얻어졌으며 oxalic acid 용액에서는 매우 미세한 입자로 되었고, citric acid 용액에서는 구형의 입자로 되었으나, 일부 용액에서는 첨가된 산과의 반응에 의해 칼슘염으로 석출하는 경우도 있었다. 또한 수화반응시 기계적 교반 대신 ultra sonic vibration을 이용한 경우, 입자의 크기가 미세해졌다.

#### ABSTRACT

Calcium hydroxide fine powders were synthesized by hydration of calcium oxide, and the shapes of powders obtained were examined for each synthetic condition. When distilled water was used as a solvent, irregular and agglomerated submicron powders were obtained, and it was impossible to control of the shapes. In methanol-added solutions, hexagonal plate-like particles were obtained, but addition of ethanol had no effect. However on the occasion that substituted ethylene glycol for ethanol of 5 vol%, hexagonal plate-like powders were obtained. The shapes of powders synthesized in acetic acid and salicylic acid solutions were hexagonal plate-like, and were spherical and very fine in citric acid and oxalic acid solutions, respectively. But in some solutions, calcium salts were precipitated by the reaction between calcium and acid added. And the size of powders were very fine using ultrasonic vibration instead of mechanical agitation.

#### I. 서 론

원료분말의 특성과 성형체의 균일한 입자충진은 높은 신뢰성과 재현성을 갖는 ceramics를 제조하는데 큰 역할을 하며<sup>1)</sup>, 원료분말의 특성은 개개입자의 형상, 크기 및 입도분포 등에 영향을 받는다. 따라서 현재 많은 연구자들이 원료분말의 중요성에 대한 인식과 함께 이상적인 원료분말을 제조하는 것에 대한 연구를 진행 중이며<sup>2,3)</sup>, 본 연구실에서도 황산칼슘, 탄산칼슘 등 칼슘계 화합물 분체의 형상제어에 관해 일련의 연구를 행하여

왔다<sup>4-6)</sup>.

칼슘계 화합물은 칼슘이온의 반경이  $0.99\text{\AA}$ 으로 비교적 크고, 구조적으로 불안정한 것이 많기 때문에 물과 반응하기 쉬운 수화경화성만이 주로 평가되어 왔다. 그러나 불안정한 구조로 반응하기 쉽다는 특징은 물성을 제어하기 쉽다는 특징도 가지게 된다.

그 중에서도 수산화칼슘은 농지개량제, 건축자재, 치과용재료, 공해대책으로서의 아황산가스 희수제 및 기타 화학공업에 널리 사용되어 왔으며<sup>6)</sup>, 최근에는 층상구조를 갖고 있음에 착안하여 육각판상 수산화칼슘을 합성

하여, talc 및 kaolin 대체재로서의 이용도 모색되고 있다<sup>7)</sup>.

수산화칼슘의 합성방법에는 1) CaO의 수화반응을 이용하는 방법과 2)  $\text{Ca}^{2+}$  이온과  $\text{OH}^-$  이온을 혼유한 수용액을 반응시키는 방법으로 크게 나눌 수 있으며, 공업적으로는 산화칼슘의 수화에 의한 방법이 주로 행해지지만 이 경우 수화시 급격한 발열과 함께 매우 빠른 수화로 인하여 형상의 쟁여가 곤란하다.

CaO의 수화반응을 이용한 최근의 연구를 살펴보면, Y Tanaka 등<sup>8)</sup>은 수화반응시에 무기 또는 유기화합물의 칼슘염을 소량 용해시킨 수용액을 사용하여 육각판상 수산화칼슘 분말의 합성을 시도하였으나, 입자의 형상이 뚜렷하지 못했으며, 분포도 균일하지 않았다. 또한, T. Yasue 등<sup>9)</sup>은  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 의 헌탁액의 온도변화에 따른 용해도 차를 이용하여, 용해-석출을 반복함으로서 육각판상 입자를 얻었다. 그러나 5~80°C로 온도를 올리고 내리는 조작을 반복해야 하는 등 불편한 점이 있었다.

본 연구에서는 산화칼슘의 수화반응시 methanol, ethanol 및 각종 산을 첨가한 용액을 사용하여 그 영향을 검토하고, 반응온도, 숙성시간, 반응시 교반방법 등 여러가지 반응조건을 달리하면서 각 조건에서 수산화칼슘의 합성 여부를 확인하고, 그 형상을 검토해 보았다.

## 2. 실험 방법

### 2.1. 시료

출발원료로 사용된 CaO는  $\text{CaCO}_3$ (Kishida Chemicals Co., 99%)를 1000°C에서 6시간 하소하여 탈탄산시켜 사용하였다. Fig 1의 X선 회절도로부터 CaO 반으로 되어 있음을 확인하였고, 주사전자 현미경사진으로부터 입자의 형상은 일정하지 않음을 알 수 있었다. 첨가제로는 methanol, ethanol, ethylene glycol, citric acid, acetic acid, oxalic acid, salicylic acid 등을 사용하였다.

### 2.2. 실험방법

본 연구에서는 사용된 용매의 종류에 따라  $\text{CaO}-\text{H}_2\text{O}$ 계,  $\text{CaO}-\text{H}_2\text{O}-\text{ROH}$ 계,  $\text{CaO}-\text{H}_2\text{O}-\text{RCOOH}$ 계로 나누어 실험을 행하였다. 일정량의 용매(200 ml)가 들어있는 flask에 산화칼슘(1~10g)을 고반하면서 침가하여 수산화칼슘 분말을 합성하였으며, 반응시 공기중의 탄산ガ스에 의한 탄산화를 방지하기 위하여 반응용기를 밀봉하였다. 반응종료 후 침전물을 숙성(0~48시간)을 거쳐, 흡인여과에 의해 고액분리를 행한 후 진공건조기 중에서 건조하였다. 전조가 끝난 시료는 즉시 전공대시케이터에

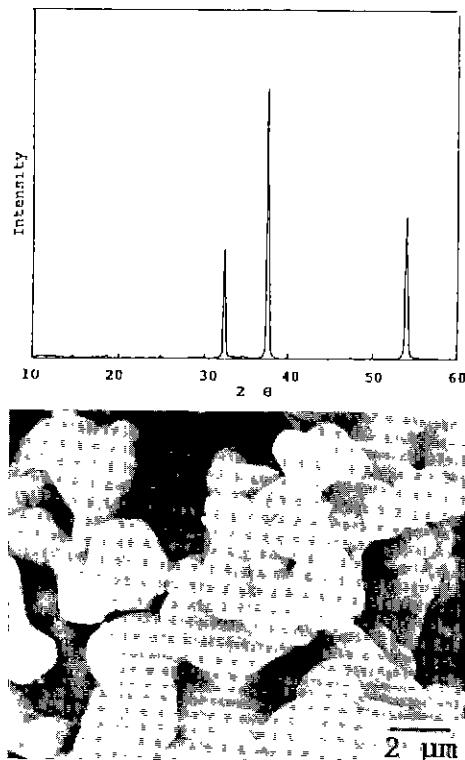


Fig. 1. XRD pattern and SEM micrograph of CaO used as a starting material.

넣어 보존하였다. 또한 합성시 기계적인 교반 대신 ultrasonic vibration을 이용하기도 하였다.

### 2.3. 특성평가

각 조건에서 얻어진 분말의 결정상을 분말 X-선 회절분석과 FT-IR 등으로, 입자의 크기, 형상, 입도분포, 응집상태 등을 주사형 전자현미경(SEM)으로 분석하였다. BET법으로 비표면적을 측정하였고, 시차열분석 및 열중량분석(DT-TGA)으로 열적특성을 조사하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. $\text{CaO}-\text{H}_2\text{O}$ 계 수화반응

산화칼슘의 수화에 의한 수산화칼슘의 생성반응은 아래 식과 같이 간단한 발열반응으로 쓸 수 있지만 반응기구는 매우 복잡하다<sup>10)</sup>.

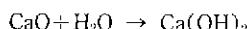


Fig. 2는 CaO의 농도를 0.5~5 wt%로 변화시켰을 때,

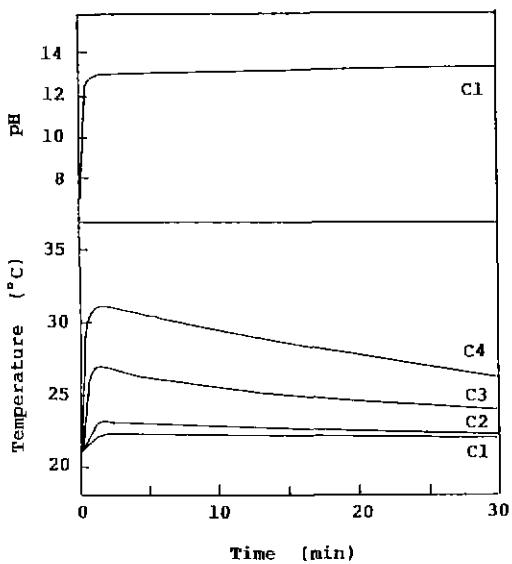


Fig. 2. Variations of pH and temperature of suspension during hydration reaction (CaO concentration (wt%); C1 : 0.5, C2 : 1, C3 : 3, C4 : 5).

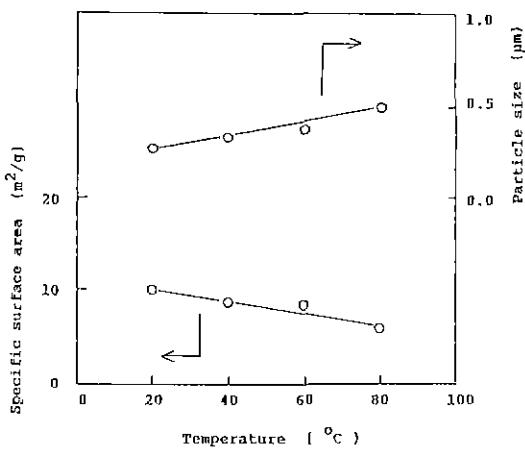


Fig. 3. Specific surface area and particle size of powders synthesized at various reaction temperatures in CaO-H<sub>2</sub>O system (C1).

반응시간의 경과에 따른 반응용액의 pH와 온도를 측정한 것이다. 수화초기 급격한 빨架子를 보이며, CaO의 양이 많아질수록 반응용액의 온도가 높아진다. pH는 초기에 급상승한 후, 약 13부근에서 일정하게 됨을 볼 수 있으며, 이는 Ca(OH)<sub>2</sub>의 용해에 의해 포화용액이 되었음을 나타내는 것이다. 온도의 상승과 pH가 13이 된 직후(약 2~3분 경과후) 합성분말을 X선 회절분석한 결과 모두

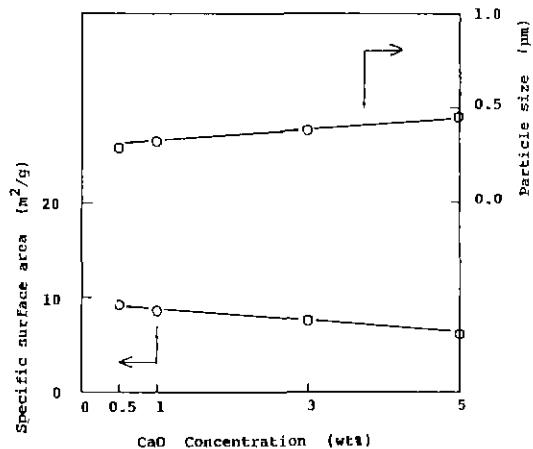


Fig. 4. Specific surface area and particle size of powders synthesized at various CaO concentrations in CaO-H<sub>2</sub>O system (Reaction Temperature: 20 °C, Reaction Time: 10 min).

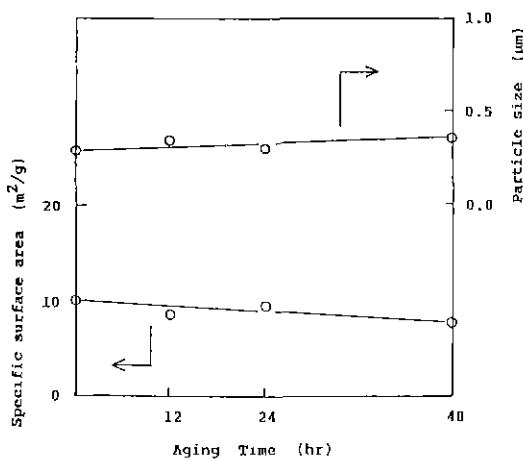


Fig. 5. Specific surface area and particle size of powders synthesized with various aging time in CaO-H<sub>2</sub>O system (C1).

Ca(OH)<sub>2</sub>로 됨을 보았다. 따라서 반응은 온도의 상승이 끝나는 반응초기에 완료된다고 생각되어 이하 실험의 반응시간은 10분으로 행하였다.

Fig. 3은 반응온도가 생성입자의 크기에 미치는 영향을 검토한 것으로, CaO의 농도를 0.5 wt%로 하고, 반응온도를 20~80°C로 변화시켰을 때 합성되어진 분말에 대해 BET법으로 측정하여 얻어진 비표면적과 이것으로부터 계산되어진 생성입자의 크기를 나타낸 것이다. 입자의 크기는 입자가 등가구(等價球)라는 가정하에 다음 식으

로 계산하였다<sup>11)</sup>.

$$D = 6/S\rho$$

여기서,  $D$ =입자의 직경( $\mu\text{m}$ )

$$S=\text{표면적}(\text{m}^2/\text{g})$$

$$\rho=\text{밀도}(\text{g}/\text{cm}^3)$$
이다.

반응온도의 증가에 따라 20°C에서 약 0.3  $\mu\text{m}$ , 80°C에서

약 0.5  $\mu\text{m}$  정도로 입자의 크기가 조금 커짐을 볼 수 있다.  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 는 온도의 증가에 따라 용해도가 감소하기 때문에 저온에서 벌용시킨 경우 입자가 미세해지는 것으로 생각되며, Yasue 등<sup>12)</sup>에 의하면 20°C 이하에서는 입자의 크기가 더욱 미세해 진다고 하였다.

Fig. 4와 5는 각각  $\text{CaO}$ 의 농도를 변화시킨 경우(0.5~5 wt%)와  $\text{CaO}$  농도 0.5 wt% 시 숙성시간을 변화시킨 경우

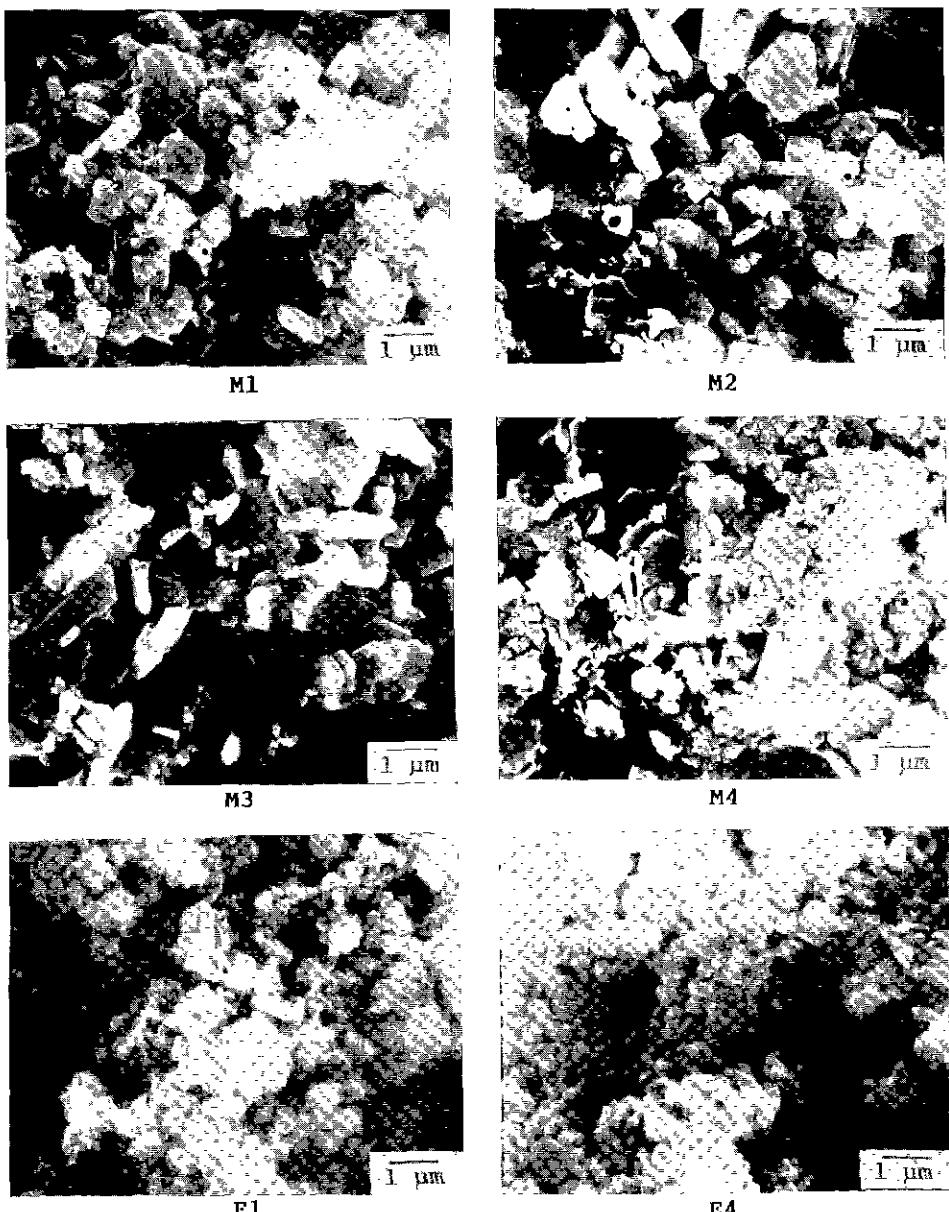


Fig. 6. SEM micrographs of powders with amount of alcohol added in  $\text{CaO}-\text{H}_2\text{O}-\text{ROH}$  system (M (Methanol vol%); M1 : 10, M2 : 20, M3 : 30, M4 : 40, E(Ethanol vol%); E1 : 10, E4 : 40).

(0~48 hr)의 비표면적과 입자의 크기를 나타낸 것으로 반응온도와 반응시간은 각각 20°C와 10분 이었다. 모두 입자의 크기에는 큰 변화가 없었다. 따라서 이하 실험에서는 CaO의 농도를 0.5 wt%로 하고, 축성을 행하지 않았다. 이를 합성분말을 주사전자 현미경으로 관찰해 보면 대부분 0.1 μm 이하의 미세결정이 심하게 응집되고 있었으며, 간혹 1 μm 이상의 큰 입자도 보이고 있다. 즉, 순수한 물을 사용하여 산화칼슘을 수화시킨 경우 입자의 형상과 입도분포는 매우 불규칙했으며, 입자의 형상제어는 불가능하였다.

### 3.2. CaO-H<sub>2</sub>O-ROH계 수화반응

Fig. 6은 CaO의 농도를 0.5 wt%로 고정하고, 종류수에 methanol 및 ethanol을 0~40 vol%까지 치환 첨가하였을 때 생성된 입자의 주사전자 현미경사진으로 M은 methanol 첨가용액을, E는 ethanol 첨가용액을 사용하여 얻어진 분말을 나타낸다. methanol을 첨가한 경우, 육각평상 입자로 되었으며, methanol 첨가량의 증가에 따라

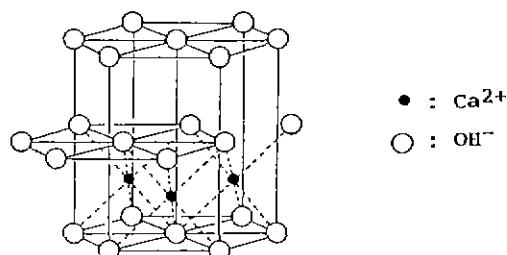


Fig. 7. Crystal structure of  $\text{Ca}(\text{OH})_2^{12)}$ .

육각평상 입자의 두께가 10 vol% 첨가시 약 0.4~0.35 μm에서 30 vol% 첨가시 약 0.15~0.2 μm로 얇아지고 있으나, 40 vol% 첨가시에는 얇은 육각평상 입자와 미세결정이 응집되어 있었다. 또한, ethanol 첨가용액의 경우에 있어서는 첨가효과가 보이지 않았다.

$\text{Ca}(\text{OH})_2$ 는 Fig. 7과 같은  $\text{CdI}_2$ 형의 층상구조로  $\text{OH}^-$ 의 육방최밀 층-전층에  $\text{Ca}^{2+}$ 층이 한층씩 번갈아 들어가 -OH-Ca-OH-OH-Ca-OH-와 같이 배열되어 있는 구조를

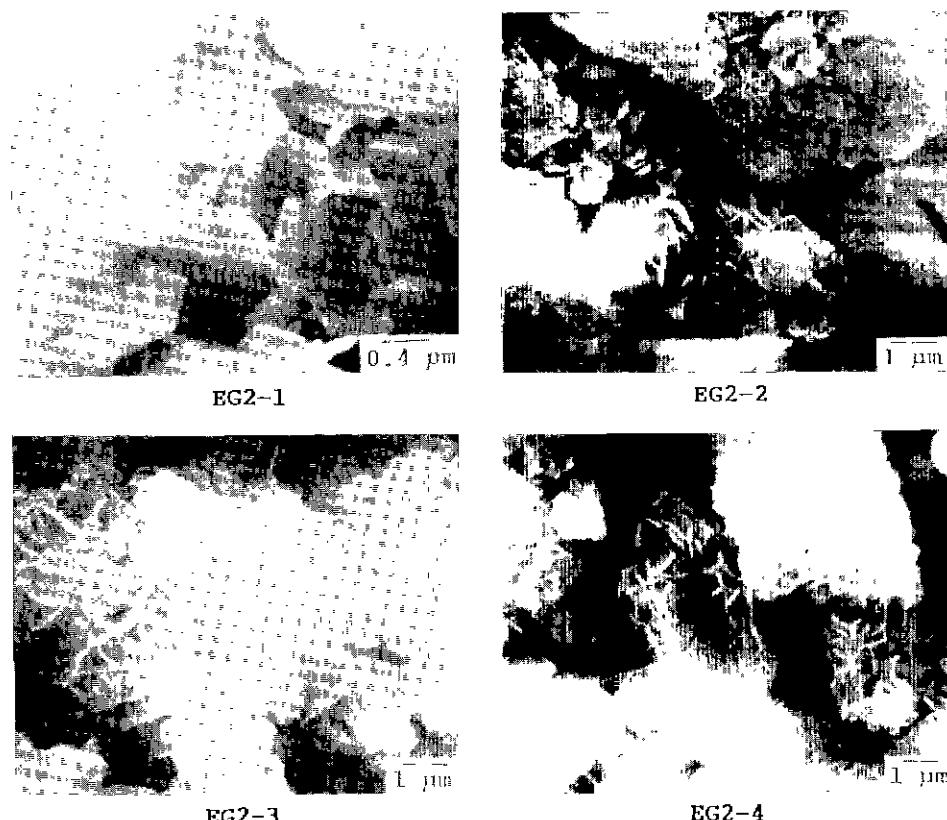


Fig. 8. SEM micrographs of powders with amounts of ethylene glycol added in  $\text{CaO}-\text{H}_2\text{O}-\text{ROH}$  system (EG2-1 : 5, EG2-2 : 10, EG2-3 : 15, EG2-4 : 20 (vol%)).

하고 있다<sup>12)</sup>. Ca-OH 사이(Ca-O 거리, 2.37Å)는 이온결합이지만, OH-OH 사이(O-O 거리, 3.33Å)는 van der Waals 힘에 의해 약하게 결합되어 있다<sup>13)</sup>. 따라서 탄소수가 작은 alcohol 분자는 약한 van der Waals 결합을 이루고 있는  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  층간에 용이하게 침입하며, 이때 OH-OH층이 분리되어 얇은 육각판상으로 된다<sup>14)</sup>.

Arai 등<sup>14,15)</sup>은  $\text{CaO}$  및  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 를 methanol 및 ethanol에 장기간 침지하여  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 의 OH基를 알콜基로 치환시켜, 표면개질을 시도하였다. 이때 methanol의 경우 methoxyl基( $\text{CH}_3\text{O}$ )에 의해 hydroxyl基(OH)의 약 32% 까지 교환이 가능하며, ethanol의 경우에는 ethoxyl基( $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$ )의 치환이 약 1% 정도로 억제된다고 하였다.

본 실험에서 methanol 첨가시에는 육각판상 입자가 되었으나, ethanol 첨가시에 육각판상 입자가 보이지 않는 것은 ethanol이  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  층간에 침입하기 위해서는 결정격자의 확대가 필요하나, 탄소수가 작은 methanol은 ethanol에 비해 크기가 작아, 약한 van der Waals 힘으로 결합되어 있는 OH-OH 사이로 침입해 들어가기 쉽기 때문으로 생각된다.

그러나 ethanol에 ethylene glycol을 소량 첨가함으로서 매우 양호한 육각판상 입자가 얻어졌다. Fig. 8은  $\text{CaO}$  농도를 0.5 wt%로 하고, ethanol을 20 vol% 치환첨가한 조건에서, ethanol 부분을 ethylene glycol로 5~20 vol% 치환첨가하여 합성하였을 때 얻어진 분말의 주사전자 현미경사진이다. 용매로서 중류수 80 vol%, ethanol 15 vol%, ethylene glycol 5 vol%를 사용한 EG2-1의 경우 1 μm 이하의 육각판상을 보이고, ethylene glycol의 양이 증가하면 입자는 작고 얇아지면서 응집하고 있는데, 용해도 증가에 인한 것으로 보인다.

### 3.3. $\text{CaO}\cdot\text{H}_2\text{O}\cdot\text{RCOOH}$ 계 수화반응

$\text{CaO}$ 의 수화에 의해  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  분말을 합성할 경우 형상제어가 어려운 것은 수화반응이 매우 빠르다는 것이다. 본 실험에서는 시멘트의 수화반응시 자연재로 널리 사용되는 citric acid[ $\text{C}_6\text{H}_5(\text{OH})(\text{COOH})_3$ ] 수용액과 또한 이와 같이 COOH基를 가진 acetic acid[ $\text{CH}_3\text{COOH}$ ], oxalic acid[ $\text{HOCOCOOH}$ ] 및 salicylic acid[ $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})\text{COOH}$ ] 수용액을 사용하여 그 영향을 검토하였다. 이하 acetic acid를 사용한 경우를 AA, citric acid를 사용한 경우를 CA, oxalic acid를 사용한 경우를 OA, salicylic acid를 사용한 경우를 SA라 표기했으며 ( )안의 숫자는 용액의 농도로 wt%이다.

Fig. 9는 citric acid 용액의 농도를 변화시킨 경우 (0.1~1 wt%) 시간의 경과에 따른 pH의 변화를 나타낸

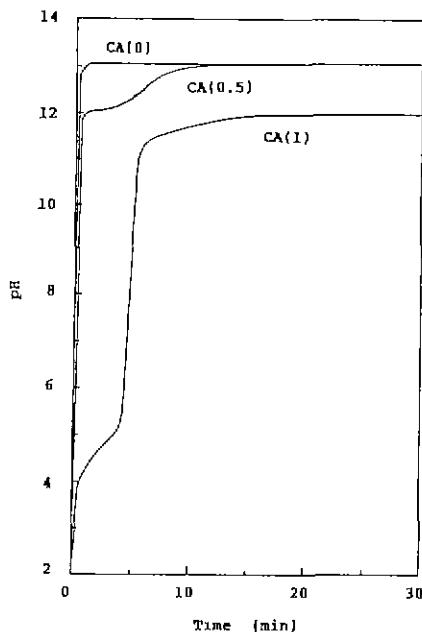


Fig. 9. Variations of pH in suspension using various citric acid solution (Citric acid concentration (wt%); CA(0); 0, CA(0.5); 0.5, CA(1); 1).

것으로, 중류수에서의 급격한 pH의 증가와는 달리, 2단계의 증가를 보인다. 이 실험에서는 반응시간을 30분으로 하였으며 6시간 숙성하였다. Citric acid의 농도를 달리한 용액에서 합성된 반응생성물의 주사전자 현미경사진을 Fig. 10에 나타내었다. 0.1 wt% 용액에서는 불규칙한 입자의 응집체로 중류수의 경우와 비슷하며, 0.5 wt% 용액에서는 분산성이 양호한 구형입자로 얻어졌고, 1 wt% 용액에서는 입자들이 매우 커져 있음을 볼 수 있다. Fig. 11의 X선 회절도를 보면 citric acid의 농도가 높아질수록  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 의 peak는 점차 감소하여, 1 wt% 용액에서는 비정질로 나타났다. 이것은 citric acid 첨가량이 증가에 따라  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 의 용해도가 증가하며, 1 wt% 첨가시에는 거의 모든  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 가 용해되어, 비정질 calcium citrate로 재석출되고, 숙성하는 동안 입자의 성장이 일어난 것으로 생각된다.

Fig. 12와 13에는 각종 산용액에서 합성된 분말의 주사전자 현미경사진과 X-선 회절분석도를 나타내었다. Fig. 12의 주사전자 현미경사진으로부터 acetic acid를 첨가한 경우 0.5 wt% 용액에서 육각판상의 입자를 보이며, oxalic acid 용액에서는 nano meter 단위의 매우 미세한 입자로, salicylic acid 용액에서는 0.1 wt%에서 매우 얇은 대형 육각판상입자로, 0.5 wt%에서는 주상의

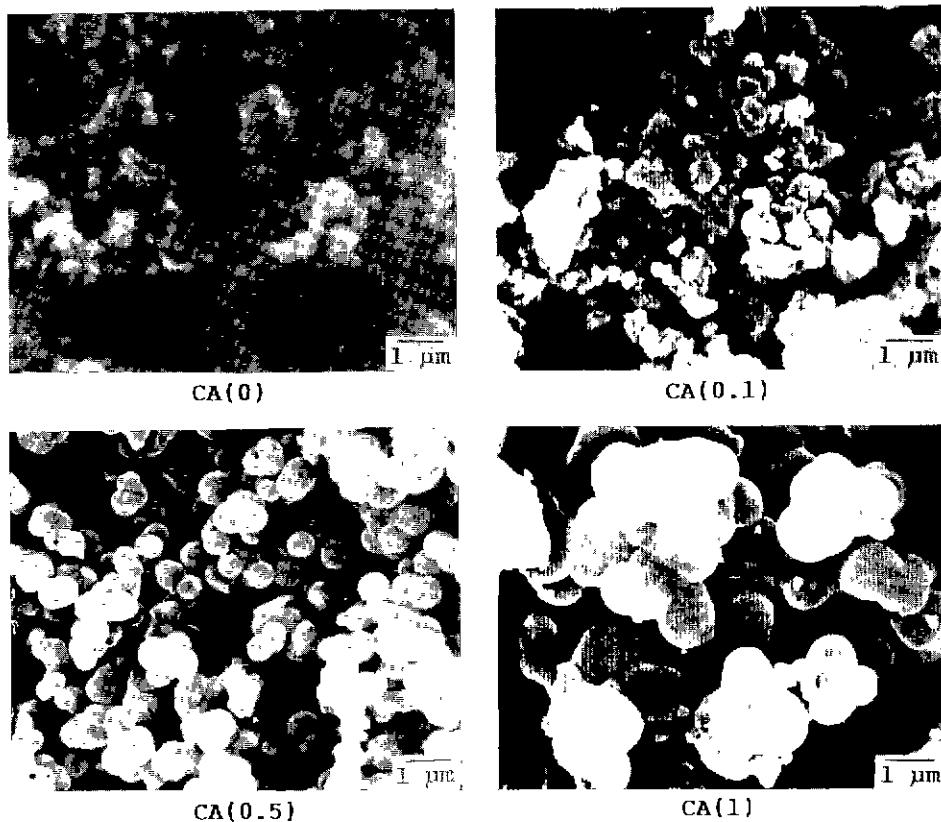


Fig. 10. SEM micrographs of powders synthesized at various citric acid concentrations in CaO-H<sub>2</sub>O-RCOOH system (Citric acid concentration (wt%): CA(0): 0, CA(0.1): 0.1, CA(0.5): 0.5, CA(1): 1).

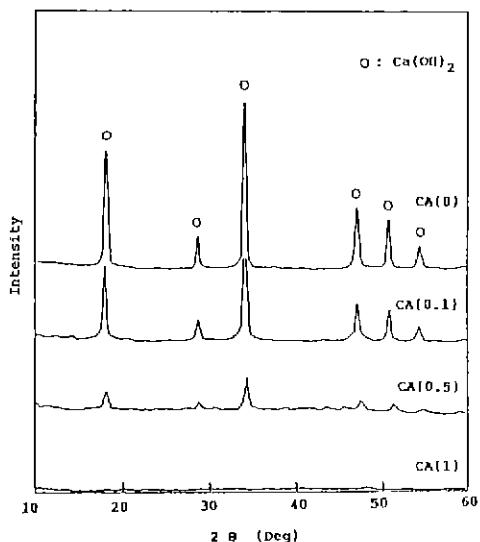


Fig. 11. XRD patterns of powders synthesized at various citric acid concentrations (Symbol represent sample in Fig. 10).

입자로 되었다 그러나 Fig. 11과 13의 X-선 회절도에서 acetic acid 용액에서는 수산화칼슘 peak만이 보이나, 다른 산용액에서는 비정질상이 나타나기도 하고, 또한 기타 칼슘염 등이 보이는데, 이것은 아래의 반응식과 같이 침가되어진 산과의 반응에 의해 칼슘염이 생성되고, Table 1에서처럼 calcium acetate와 같이 용해도가 큰 것은 석출되지 않지만, 용해도가 극히 작은 칼슘염은 석출되기 때문인 것으로 생각된다

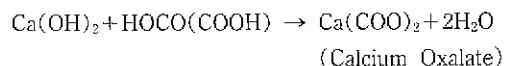
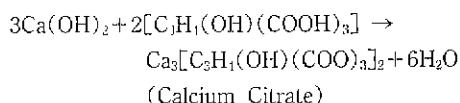
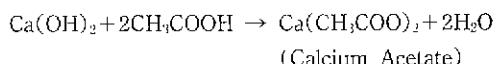


Fig. 14에 합성되어진 분말의 FT-IR spectra를 나타내

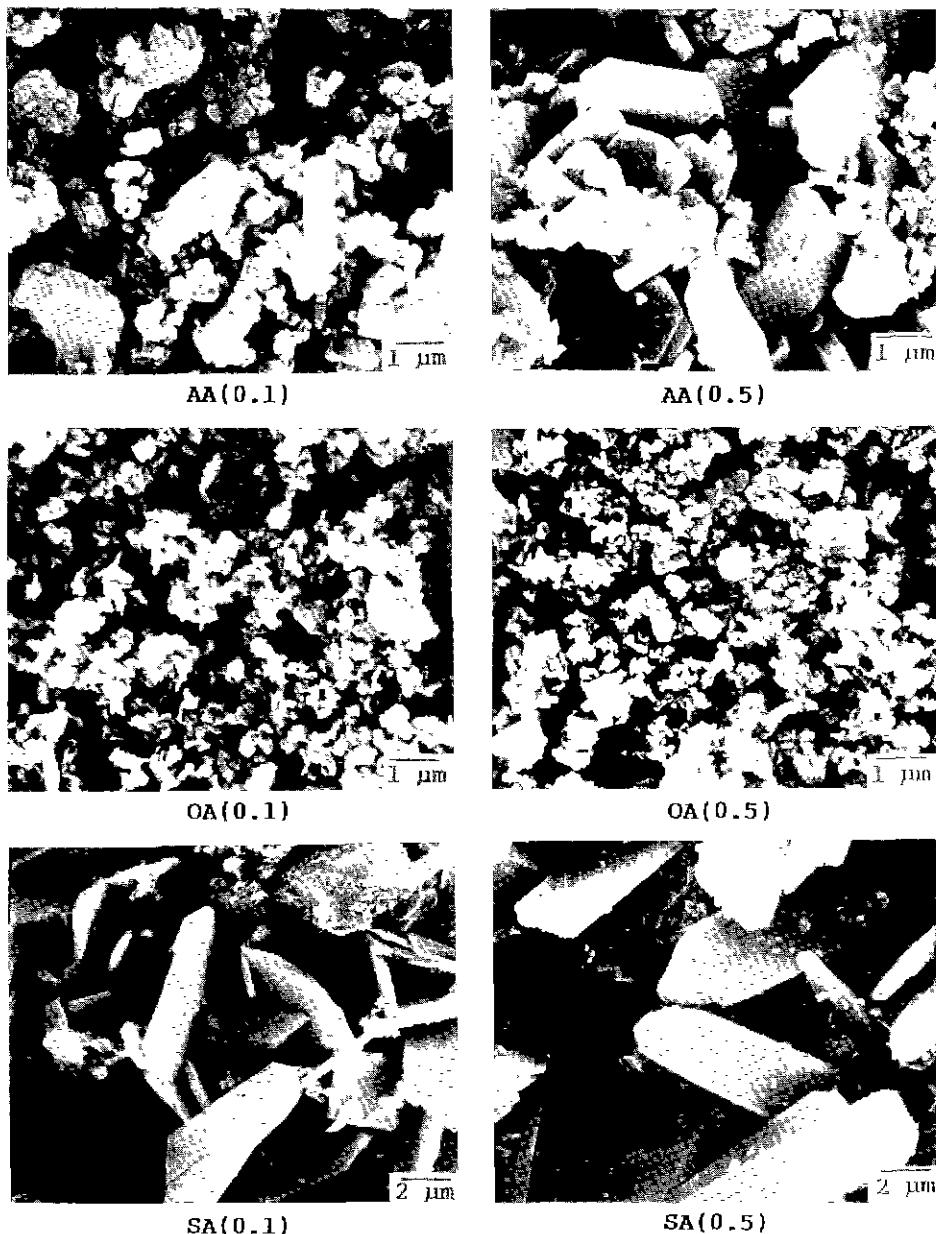
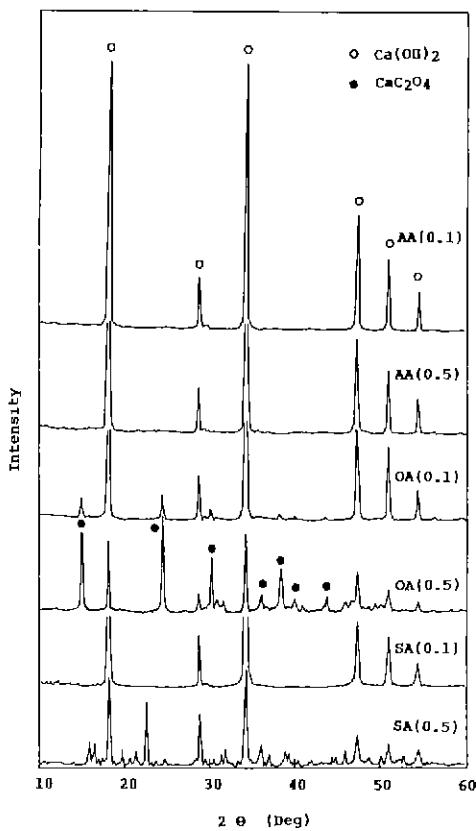


Fig. 12. SEM micrographs of powders synthesized with various acid solutions in  $\text{CaO}-\text{H}_2\text{O}-\text{RCOOH}$  system (AA: Acetic acid. OA: Oxalic acid, SA: Salicylic acid. Numeral: Amounts of solute (wt%)).

**Table 1.** Solubilities of Various Calcium Salts<sup>a)</sup>

Calcium Salts	Solubility (g/100 mL)	
Calcium Acetate	34.73	(20°C)
Calcium Citrate	0.085	(18°C)
Calcium Oxalate	$8.2 \times 10^{-1}$	(25°C)

었다. 0.5 wt% acetic acid 수용액에서 합성된 분말은 중류수에서의 경우와 같이  $3600\text{ cm}^{-1}$ 에서 날카로운 peak와,  $1400\text{ cm}^{-1}$ ,  $900\text{ cm}^{-1}$ ,  $400\text{ cm}^{-1}$ 에서의 peak 등 일반적인 수산화칼슘의 spectra를 보이고 있으나, 1 wt% citric acid 용액에서 합성된 비정질 분말에서는 수산화



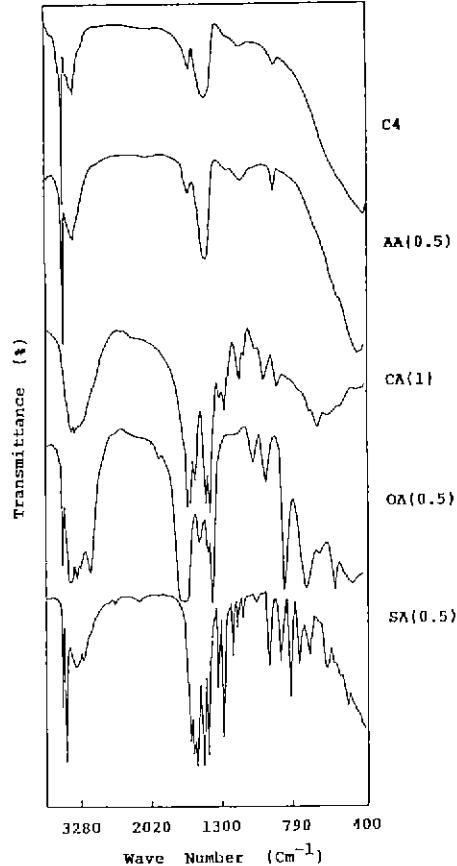
**Fig. 13.** XRD patterns of powders synthesized with various acid solutions in  $\text{CaO}-\text{H}_2\text{O}-\text{RCOOH}$  system (Symbol represent sample in Fig. 12).

칼슘에서 보이는  $3600\text{ cm}^{-1}$ 에서의 free-OH에 의한 날카로운 peak는 보이지 않고, -OH 기능기에 의한  $3400\sim 3200\text{ cm}^{-1}$ 에서의 비교적 강한 broad한 흡수와,  $1680\sim 1715\text{ cm}^{-1}$ 에서의 C=O stretch,  $1200\sim 1300\text{ cm}^{-1}$ 에서의 C-O stretch,  $1400\text{과 } 900\text{ cm}^{-1}$ 에서의 C-O-H에 의한 peak를 보이고 있다.

#### 3.4. Ultrasonic Vibration의 영향

일반적으로  $\text{CaO}$ 의 수화시 교반을 행하면 반응속도가 증가되며 입자들의 분산성이 좋아진다고 되어 있다<sup>[6]</sup>. 본 실험에서는 수화반응시 기계적인 교반대신에 ultrasonic vibration을 이용하여 그 영향을 검토하였다.

Fig. 15는 각 계에서 얻어진 대표적인 형상의 입자들에 대하여 기계적인 교반과 ultra sonic vibration과를 비교한 주사전자 현미경사진으로, 이때 사용된 진동주파수는 28 KHz이었다.  $\text{CaO}-\text{H}_2\text{O}$  계에서는 기계적 교반의 경우



**Fig. 14.** FT-IR spectra of synthesized powders.

크기와 형상이 매우 불규칙한 입자들이 심하게 응집되어 있었으나, ultrasonic vibration을 이용했을 경우 입자가 매우 미세해지고 비교적 고른 입도분포를 가짐을 볼 수 있다. 즉, Fig. 15에서  $\text{CaO}$ 의 농도가 5 wt%일 때, 기계적 교반의 경우(C4) 비표면적이  $5.94\text{ m}^2/\text{g}$ 이었으나, ultrasonic vibration을 사용한 경우(CU4) 비표면적이  $8.25\text{ m}^2/\text{g}$ 로 입자의 크기가 감소하였다.  $\text{CaO}-\text{H}_2\text{O}-\text{ROH}$  계에서 도 미세입자로 되었으며, citric acid 용액에서 생성된 구형입자의 경우에는 입자의 형상에 큰 영향을 미치지 않았다.

#### 4. 결 론

1. 반응용매로 물을 사용한 경우 특정형상이 없는 매우 미세한 입자의 응집체로 되었으며, 반응온도나 속성 등에 관계없이 일정한 모양과 크기의 입자를 얻을 수 없었다.

2. 반응용매에 methanol을 첨가한 경우 30 vol%까지

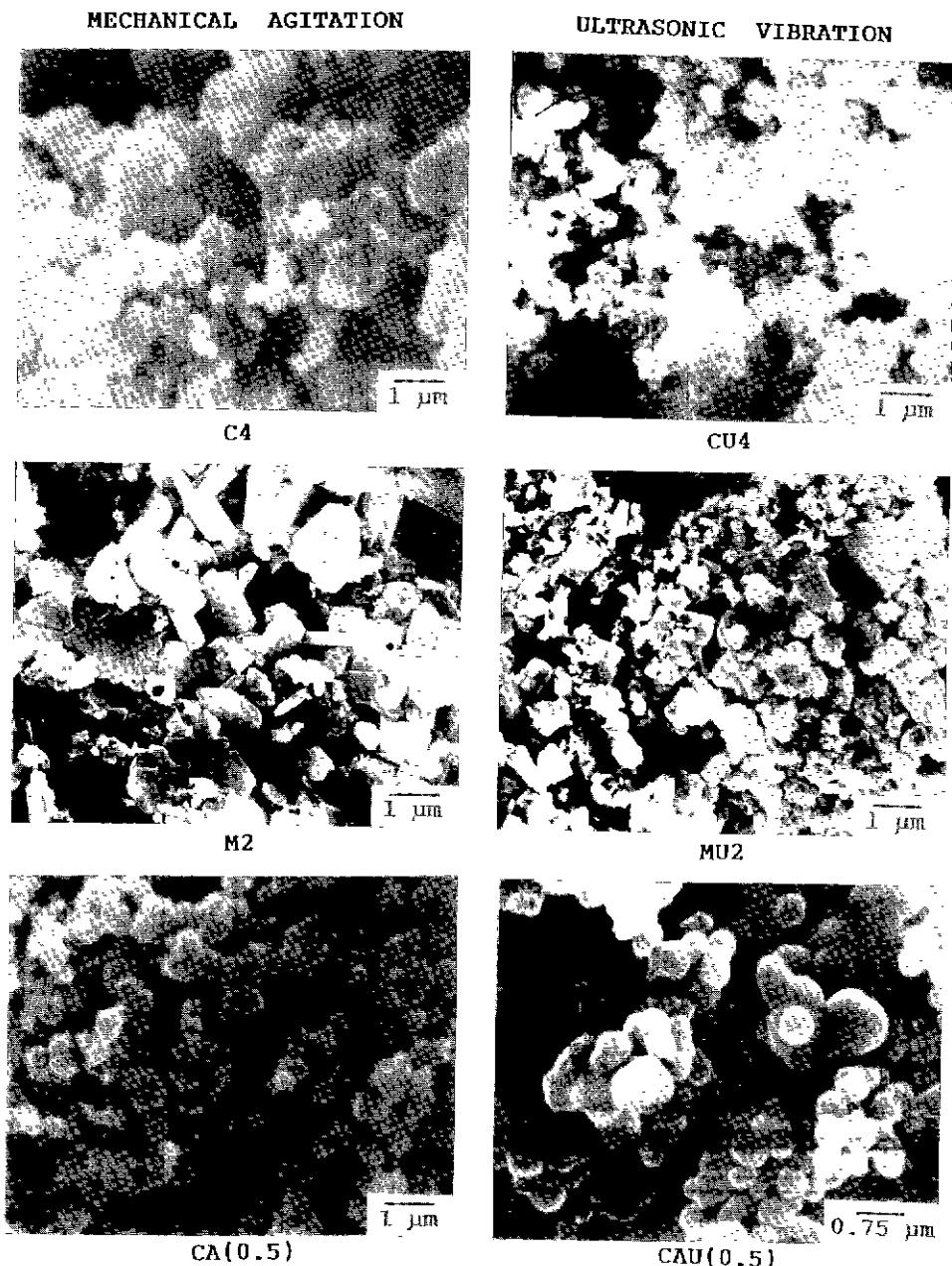


Fig. 15. SEM micrographs of powders synthesized using ultrasonic vibration instead of mechanical agitation.

육각판상 입자를 보이나, ethanol을 첨가한 경우 효과가 없었다. 그러나 ethanol에 5 vol%의 ethylene glycol을 첨가하면 매우 양호한 육각판상 입자를 얻을 수 있었다.

3. Acetic acid 용액에서는 판상으로, citric acid 용액에서는 구형의 입자로, oxalic acid 용액에서는 매우 미세한 입자로, salicylic acid 용액에서는 매우 큰 판상과

주상의 입자로 되었으나, 일부 분말에서는 용해도가 적은 calcium citrate, calcium oxalate 등이 석출하기도 하였다.

4 수화반응시 기계적 교반 대신 ultrasonic vibration을 이용한 경우, 입자의 크기가 미세해지며 균일해지는 경향이 있었다.

REFERENCES

1. H.K. Bowen, "Basic Research Needs on High Temperature Ceramics for Energy Applications," *Mater. Sci. Eng.*, **44**(1) 1-56 (1980).
2. S.K. Ellis, E.P. McNamara, Jr., "Powder Synthesis Research at CAMP," *Ceramic Bulletin*, **68**(5), 988 (1989).
3. F.F. Lange, "Powder Processing Science and Technology for Increased Reliability," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(1), 3-15 (1989).
4. 배동식, 이구종, 최상훈, "인산 석고로부터 섬유상 반수석고의 생성," *요업학회지*, **27**(5), 577 (1990).
5. 민경소, 최상훈, "액상-기상반응법에 의한 탄산칼슘 미분말의 합성과 형상제어," *요업학회지*, **28**(3), 205 (1991).
6. 石膏石灰學會編, "石膏石灰 ハンドブック," p.174, 技報堂 (1972).
7. T. Yasue, Y. Tsuchida, Y. Arai, "Synthesis of Hexagonal Plate-like Crystal of Calcium Hydroxide," *Gypsum & Lime*, No. 189, 83 (1984).
8. Y. Tanaka, M. Setoguchi, "Effect of Calcium Salt on Crystal Growth of  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  in Aqueous Solution," *Gypsum & Lime*, No. 183, 59 (1983).
9. T. Yasue, Y. Kojima, Y. Arai, "Synthesis of Hexagonal Plate-like Crystal of Calcium Hydroxide by Hydration of Calcium Oxide," *Gypsum & Lime*, No. 206, 3 (1987).
10. K. Schweden, "Requirements Applicable to the Properties of the Intermediate Products in the Lime Works-Hydrate from Soft-Burned Lime," *Zement-Kalk-Gips*, No. 7, 337 (1973).
11. 日本化學會編, "超微粒子—科學と應用," p. 13, 學會出版センター (1985).
12. 荒井康次著, "粉體の材料化學," p. 119, 培風館 (1988).
13. A.F. Wells, "Structural Inorganic Chemistry," p. 521 Clarendon Press, Oxford (1975).
14. Y. Arai, T. Yasue, Y. Wakui, "Methoxidation of Calcium Hydroxide and Characteristics of the Product," *J. Jap. Chem. Soc.*, No. 9, 1402 (1981).
15. T. Yasue, Y. Wakui, Y. Arai, "Ethoxidation of Calcium Hydroxide and Characteristics of the Product," *Gypsum & Lime*, No. 175, 245 (1981).
16. R.S. Boynton, "Chemistry and Technology of Lime and Limestone," p. 334, John Wiley & Sons, Inc. (1980).