

AlCl₃ 폐액으로부터 다공성 Boehmite Gel의 제조

박병기[†] · 이학수* · 김영호* · 이정민

한국화학연구원 화학공정연구센터

*충남대학교 정밀공업화학과

(2004년 9월 11일 접수; 2004년 10월 27일 승인)

Preparation of Porous Boehmite Gel from Waste AlCl₃ Solution

Byung-Ki Park,[†] Hak-Soo Lee,* Young-Ho Kim,* and Jung-Min Lee

Center of Chemical Engineering, Korea Research Institute of Chemical Technology, Daejeon 305-343, Korea

*Department of Fine Chemical Engineering and Chemistry, Chung-Nam National University, Daejeon 305-795, Korea

(Received September 11, 2004; Accepted October 27, 2004)

초 록

폐 염화알루미늄(AlCl₃) 수용액과 수산화나트륨(NaOH) 용액의 가수분해 반응에 의해 무정형의 수산화알루미늄 겔을 석출시키고, 이를 숙성하여 다공성 유사베마이트(pseudo-boehmite) 겔을 제조하였다. pH를 7.6~11.6 범위로 조절하고 반응온도를 60~100°C로 변화시켜 2~24시간 숙성시켰을 때, 겔 침전물의 결정변화, 적외선흡수스펙트럼의 변화, 비표면적 및 기공구조의 변화를 조사하여 최대 기공부피를 갖는 유사베마이트 겔의 제조조건을 확립하였다. pH 7.6~9.6 범위에서 석출된 겔 침전물로부터 250~357 m²/g 정도의 비표면적과 0.4~0.74 cc/g의 기공부피 그리고 58~114 Å의 평균기공크기를 갖는 다공성 유사베마이트가 제조되었으며, pH 10.6~11.6 범위에서 석출된 겔 침전물로부터는 기공이 거의 없는 베이어라이트(bayerite)가 제조되었다.

ABSTRACT

Porous pseudo-boehmite gel was prepared through the aging process of amorphous aluminum hydroxides gel precipitated by the hydrolysis reaction of dilute NaOH solution and AlCl₃ solution. In this study, the synthesis method was studied on porous pseudo-boehmite gel having maximum pore volume, as being investigated the changes of crystal structure, infrared rays absorption spectrum, BET surface area and pore structure when the hydrolysis reaction is controlled in the range of pH 7.6~11.6 and the aging process is hold up for 2~24 h at 60~100°C. We could find that the gel precipitates deposited in range of pH 7.6~9.6 were developed into porous pseudo-boehmite which surface area was 250~357 m²/g, pore volume was 0.4~0.74 cc/g and average pore size was 58~114 Å. However, the gel precipitates deposited in range of pH 10.6~11.6 were developed into bayerite which pore volume was very little.

Key words : Aluminum chloride, Porous material, Boehmite, γ alumina, Catalytic support, Catalyst

1. 서 론

수산화알루미늄은 결정내부에 포함된 구조수의 양에 따라 깁사이트(gibbsite) 및 베이어라이트(bayerite)와 같은 3수화물, 베마이트(boehmite) 및 다이아스포어(diaspore)와 같은 1수화물, 그리고 Al₂O₃ 1몰 당 1몰 이하의 물 분자를 포함하는 무수물이 있다. 이 중 1수화물 형태인 유사베마이트는 γ -Al₂O₃의 전구체로 촉매담체에 많이 사용되며, 배기가스 정화촉매와 에틸렌산화물 제조 촉매 등 화학촉매, 그리고 흡착제 및 세라믹제품의 전구물질로 많이 사용되고 있다.¹⁻⁸⁾ 이는 화학적으로 안정하고 충분한 비

표면적과 높은 기공부피를 가지며 융점이 높고 절연성, 기계적 강도, 경도 등의 물리적인 성질이 탁월하기 때문이다. 이외에도 흡착제나 담체 또는 세라믹재료를 성형할 때 결합제로 사용된다. Farkas, Gado^{9,10)} 등에 의하면 이러한 유사베마이트의 결정구조는 알루미늄이온을 중심으로 하는 팔면체 모서리에 산소원자가 배위되어 단위격자를 이루고, 이러한 단위격자가 평면으로 연결되어 (AlOOH)₂ 층을 이루며 층과 층 사이는 수소결합을 형성한다. 유사베마이트는 기본적으로는 Al₂O₃ 1몰 당 1몰의 물분자를 포함하고 있는 베마이트와 동일한 결정구조를 가지며, 체인으로 구성된 (AlOOH)₂층 사이에 Al₂O₃ 1몰당 1.1~1.8몰의 물분자를 포함하고 있다. 결정은 5~10 nm의 크기를 가지며 X-선 회절패턴은 베마이트 결정과 똑같은 회절각 위치에서 반가폭이 넓고 매우 broad한 특성피크를 나타낸다. 유사베마이트는 탈수 전 비표면적이 많게는 500 m²/g에

[†]Corresponding author : Byung-Ki Park
E-mail : bkpark@kriect.re.kr
Tel : +82-42-860-7022 Fax : +82-42-860-7590

달할 정도로 매우 높고 탈수 후 기공부피가 최대 1.2 cc/g 정도 되며, 400~600°C에서 하소하면 결정수와 표면에 흡착된 수분의 이탈로 인해 최대 30 wt%의 무게감소를 나타내면서 γ -Al₂O₃로 상전이 된다. 이러한 특성을 지니는 유사베마이트는 겐사이트나 베이어라이트를 수열반응시켜 제조하기도 하지만, 대개는 겐사이트의 급속열분해를 통해 얻어진 비정질알루미나를 수화시켜 제조하는 급속열분해법과, 본 연구에서와 같이 알루미늄염 수용액을 가수분해시켜 제조하는 중화침전법, 그리고 알루미늄 유기금속을 가수분해시켜 제조하는 알콕사이드법 등 주로 3가지 방법으로 제조된다.¹¹⁾ 다공성 유사베마이트의 촉매활성과 흡착특성을 높이기 위해서는 입자의 결정형태, 비표면적 및 기공부피 그리고 기공크기 등과 같은 물리적 특성을 잘 조절해야 하는데, 중화침전법에 의해 다공성 유사베마이트를 제조할 때는 가수분해 pH, 숙성온도 그리고 숙성시간에 따라 물리적 특성에 많은 변화가 나타난다.

본 연구에서는 스타일렌모노머 제조공정에서 폐기되는 염화알루미늄 수용액을 NaOH 수용액으로 가수분해시켜 무정형의 수산화알루미늄 겔 침전물을 석출시키고, 숙성을 통한 중축합반응으로 유사베마이트 겔을 합성하였다. 가수분해 pH, 숙성온도 및 숙성시간을 조절하여 최적의 기공특성을 갖는 다공성 유사베마이트 겔을 제조하고자 하였으며, 이에 따른 물리적 특성의 변화는 XRD, TG/DTA, FT-IR, SEM 및 N₂ BET법 등을 이용하여 조사하였다.

2. 실험 방법

2.1. 원료물질 및 실험장치

다공성 유사베마이트 제조를 위한 원료물질은 스타일렌모노머 제조공정에서 촉매로 사용되고 수용액 형태로 대량 폐기되는 13% 염화알루미늄(AlCl₃) 수용액을 별도의 정제 없이 증류수에 1:9의 무게 비로 희석하여 사용하였다. 폐 염화알루미늄 수용액을 가수분해시키기 위한 알칼리 원료로는 수산화나트륨(NaOH, Jin, 99%)을 증류수에 희석한 24% 용액을 사용하였다. 반응장치는 1 l 용량의 3구 플라스크와 $\pm 3^\circ\text{C}$ 범위 이내의 온도조절이 가능하고 자동온도조절장치가 부착된 heating mantle(MS-DM604)를 사용하였으며, 가수분해속도를 일정하게 유지시켜 균일한 침전물이 석출되도록 하기 위해 microprocessor peristaltic 펌프(model : 7014-10)를 사용하였다.

2.2. 실험방법

13% 폐염화알루미늄 수용액을 증류수 2 l에 희석한 용액 700 g을 1 l 용량의 3구 플라스크에 투입하고 상온에서 약 10분간 혼합시킨 다음, 24% 수산화나트륨 용액을 일정한 속도로 적하하여 pH 7.6에서 pH 11.6 범위로 가수분해 시켰다. 약 5분 동안 300~500 rpm으로 균일하게 혼

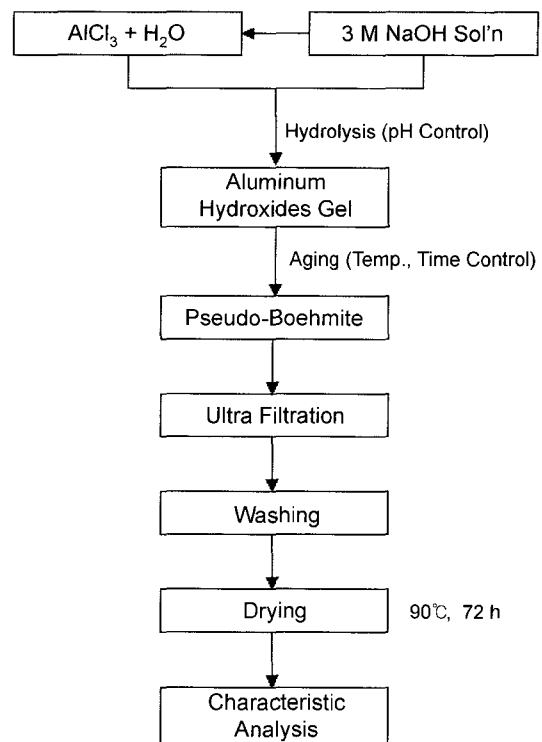


Fig. 1. Flow diagram for preparation of porous pseudo-boehmite gel.

합하고 60~100°C 온도로 2~24시간 숙성한 다음 여과 및 수세하여 다공성 유사베마이트 겔을 제조하였다. 실험에 대한 모든 과정은 Fig. 1에 나타난 바와 같다.

2.3. 분석장치

겔 침전물의 결정구조를 확인하기 위하여 X-선 회절분석기(XRD, Rigaku Denksa)를 사용하였으며, interval 0.04, scan speed 5°/min로 하여 5° ≤ 2θ ≤ 80° 범위에서 분석하였다. 겔 침전물의 O-H, Al-O, Al-OH 및 H-O-H 결합구조를 조사하기 위해 KBr과 시료의 무게비를 1:200으로 하여 원통형 시편을 만든 다음, 적외선분광분석기(FT-IR, MIDAC GRAMS/386)를 이용하여 400~4,000 cm⁻¹의 주파수범위에서의 흡수스펙트럼을 분석하였다. 겔 침전물의 강열감량 및 상전이 온도를 조사하기 위하여 공기분위기에서 10°C/min의 승온속도로 1,200°C까지 가열하면서 시차열분석(TG/DTA, Dupont 2,000)을 실시하였다. 결정입자의 형태변화는 주사현미경(SEM: JSM-840A, JEOL)을 통해 관찰하였고, 비표면적, 기공부피 및 기공크기분포의 변화는 N₂ BET법(ASAP 2000, Micro. Inst.)에 의해 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 결정구조 및 입자의 형태변화

일반적으로 베마이트는 (020), (120), (140), (031), (200),

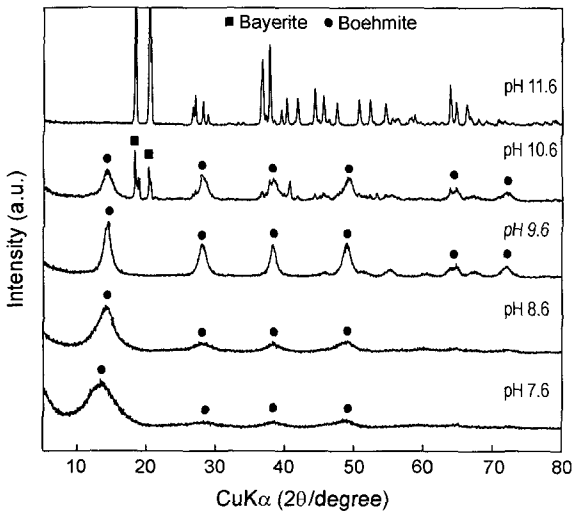


Fig. 2. XRD pattern of various gel precipitates as a function of pH, obtained at different pH.

(051) 결정면의 X-선 회절각이 14.4°, 28.2°, 38.3°, 48.9°, 64.1°, 그리고 72.0°에서 나타나며, 유사베마이트와 베마이트는 같은 회절각 위치에서 회절강도의 크기만 다르다. Fig. 2는 AlCl₃ 수용액을 pH 7.6부터 pH 11.6까지 변화시켜 가수분해시키고, 90°C로 24시간 숙성시킨 겔 침전물을 여과 및 수세한 후 90°C로 72시간 건조한 시료의 XRD

분석결과이다. pH 7.6 및 pH 8.6에서 얻어진 겔 침전물은 결정이 잘 발달하지 않아 X-선 회절강도가 매우 낮은 유사베마이트 결정이 생성되었으며, pH 10.6 및 pH 11.6에서 얻어진 겔 침전물은 20°의 회절각 위치에서 베이어라이트의 주 피크가 나타났다. pH 9.6에서 얻어진 겔 침전물은 14.4°의 회절각 위치에서 주 피크를 나타내는 발달된 유사베마이트 구조를 보였다. 이와 같은 결정구조의 변화는 Fig. 3의 SEM 사진으로부터 잘 관찰할 수 있다. 그림에서 pH 9.6까지 pH가 증가할수록 침상결정의 두께가 두꺼워지고 길이가 감소하는 것을 알 수 있다. 이는 온도 및 pH의 증가로 인해 결정성장을 위한 활성화에너지가 증가하면 작은 크기의 가느다란 침상결정은 빠르게 성장하고, 시간이 경과함에 따라 입자간 응축이 발생하기 때문이다.¹¹⁾ 따라서 낮은 pH 영역에서 가수분해했을 경우는 숙성온도를 높여 결정성장을 위한 활성화 에너지를 충분히 증가시켜야 한다고 생각되며, 100°C 이상 온도에서 수열반응에 의한 합성이 바람직하다고 보여진다. 반대로, 가수분해 pH가 11.6 이상으로 지나치게 높을 때는 석출된 수산화알루미늄 겔이 재 용해되어 Fig. 2의 X-선 회절패턴과 Fig. 3(d)의 SEM 사진에서 보는바와 같이 3수화물인 Al(OH)₃ 구조의 베이어라이트로 재결정된다.

가열온도에 따른 중량감소 및 열 시차의 변화를 Fig. 4 및 5에 나타내었다. 그림에서 pH 7.6-9.6 범위에서 가수

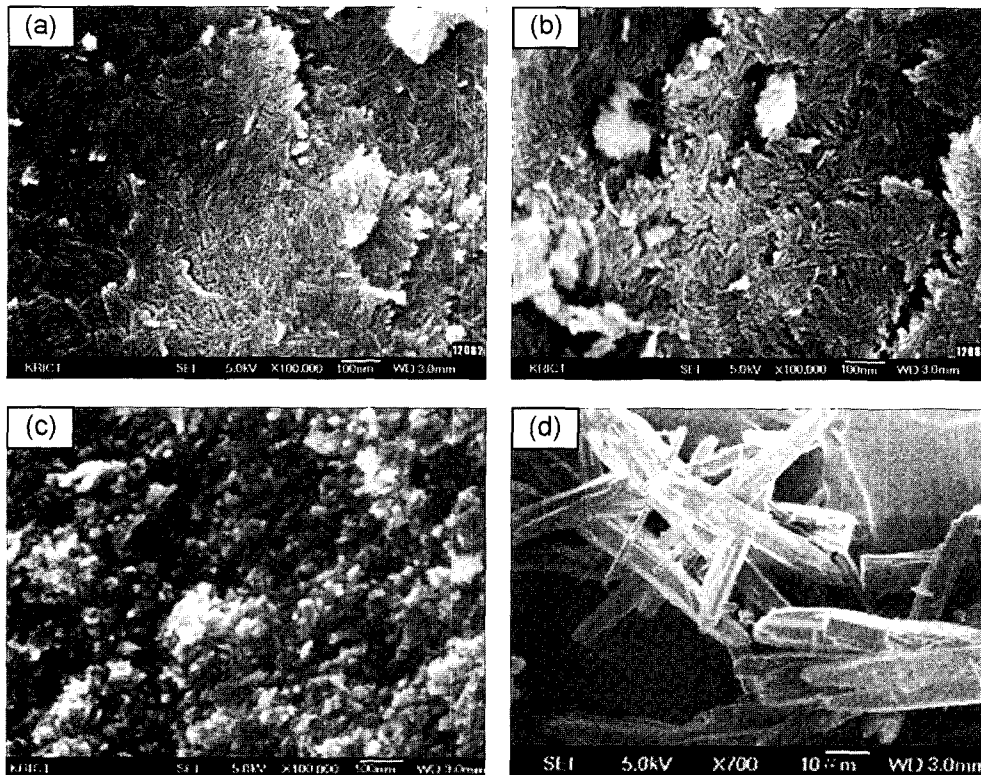


Fig. 3. SEM micrographs of various gel precipitates as a function of pH : (a) pH 7.6, (b) pH 8.6, (c) pH 9.6, and (d) pH 11.6.

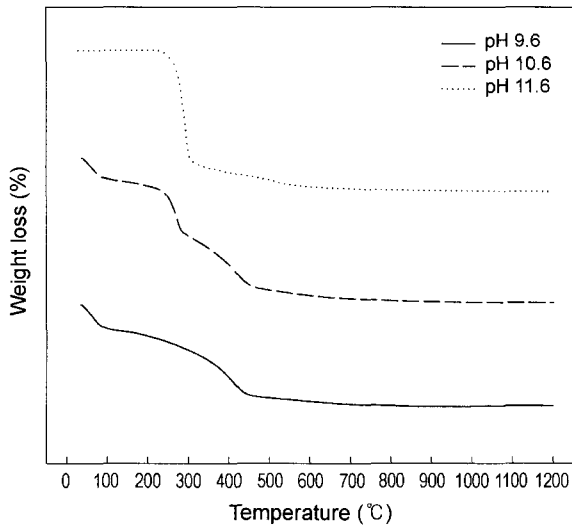


Fig. 4. TG curve of various gel precipitates as a function of pH, obtained at different pH.

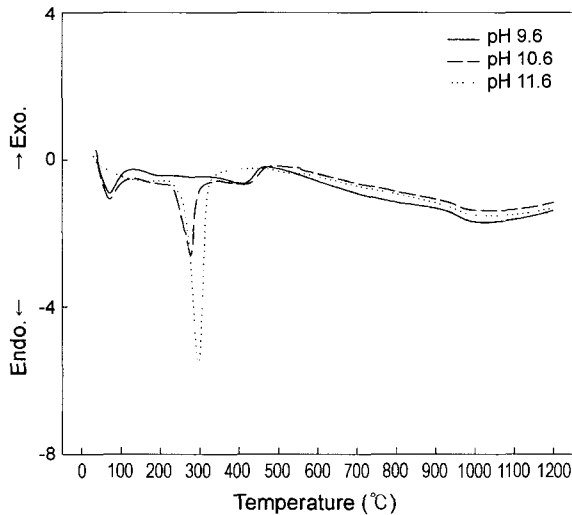
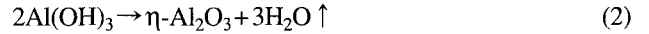


Fig. 5. DTA curve of various gel precipitates as a function of pH, obtained at different pH.

분해하고 숙성하여 얻어진 겔 침전물은 200°C 이하의 온도에서 약 6~12 w%의 무게감소가 일어나는데, 이는 표면에 흡착되었던 물이 이탈되면서 발생한 것으로 보여진다. 200~450°C 온도에서 16 w%의 큰 무게 감소는 유사베마이트 결정내부의 구조수가 이탈되어 γ -Al₂O₃로 상전이되면서 발생한 것이며, 450°C 이후에는 거의 변화가 없는 것을 보아 무수물 형태로 존재함을 알 수 있다. pH 10.6에서 얻어진 겔 침전물은 200°C 이하에서 흡착수의 이탈로 인한 4 w%의 무게감소와, 300°C 부근에서 10 w%의 무게감소 및 350~450°C 부근에서 9 w%의 무게감소가 발생하였다. 이것은 약 293°C에서 η -Al₂O₃로 상전이 되는 베이어라이트와 350~450°C 온도에서 γ -Al₂O₃로 상전이 되는 유사베마이트의 두 가지 상이 공존하고 있는 것을 의

미하며, Fig. 2의 XRD 분석결과와도 일치한다. 일반적으로 가열에 따른 베마이트 및 베이어라이트의 구조변화와 무게 감소는 다음과 같이 표시된다.



$$\text{무게감소}(\text{wt}\%) = (1 - (W'/W)) \times 100 \quad (3)$$

(W : 탈수 전 무게, W' : 탈수 후 무게)

여기서, 식(1)은 베마이트의 가열 후 구조변화이고, 식(2)는 베이어라이트의 가열 후 구조변화를 나타낸 것이며, 식(3)은 가열에 기인한 무게감소를 나타낸 식이다. 베마이트는 체인으로 구성된 (AlOOH)₂층 사이에서 OH 그룹이 응축되어 Al₂O₃ 1몰당 1몰의 물분자가 이탈되어 무수알루미늄 γ -Al₂O₃ 형태로 변하는데, 실제로 유사베마이트의 중량 감소는 이론적으로 순수한 베마이트의 결정수가 차지하는 무게비율 15 w% 보다 조금 높은 16 w%의 수치를 나타낸다. 이와 같은 결과는 유사베마이트의 결정구조에 기인한 것으로, (AlOOH)₂층 사이에 구조적으로 Al₂O₃ 1몰당 1몰 이상의 물분자를 포함하고 있기 때문이다. 이와 같이 AlCl₃ 용액을 수산화나트륨 용액으로 가수분해할 때, pH의 변화에 따라 유사베마이트의 결정구조에 변화가 수반되는 것은 Deltombe, Pourbaix 등에 의해 확인된 바와 같이 Al³⁺의 용해도 차이가 발생하기 때문이라고 보여진다.¹²⁾

Fig. 6은 60, 70, 80, 90, 그리고 100°C 온도에서 24시간 숙성한 겔 침전물을 여과 및 수세하여 90°C로 24시간 건조시킨 시료에 대한 XRD 분석결과이고, Fig. 7은 이에 따른 입자의 형태변화를 나타낸 사진이다. 또한 Fig. 8은 90°C에서 2시간, 8시간, 16시간, 그리고 24시간 숙성시킨 겔 침전물에 대한 XRD 분석결과이다. 그림에서 모든 온

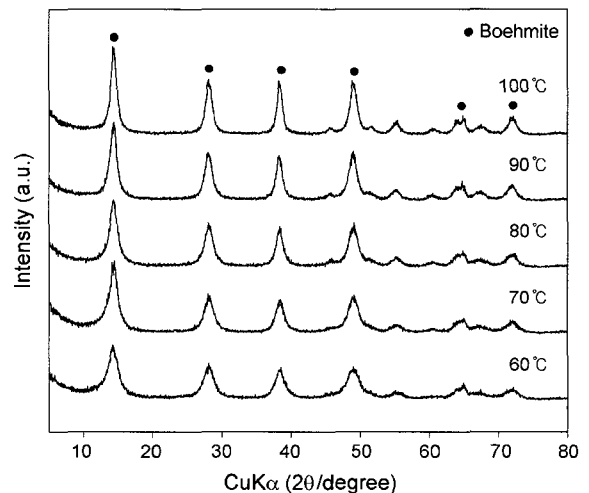


Fig. 6. XRD pattern of various pseudo-boehmites as a function of temperature, obtained at different aging temperature.

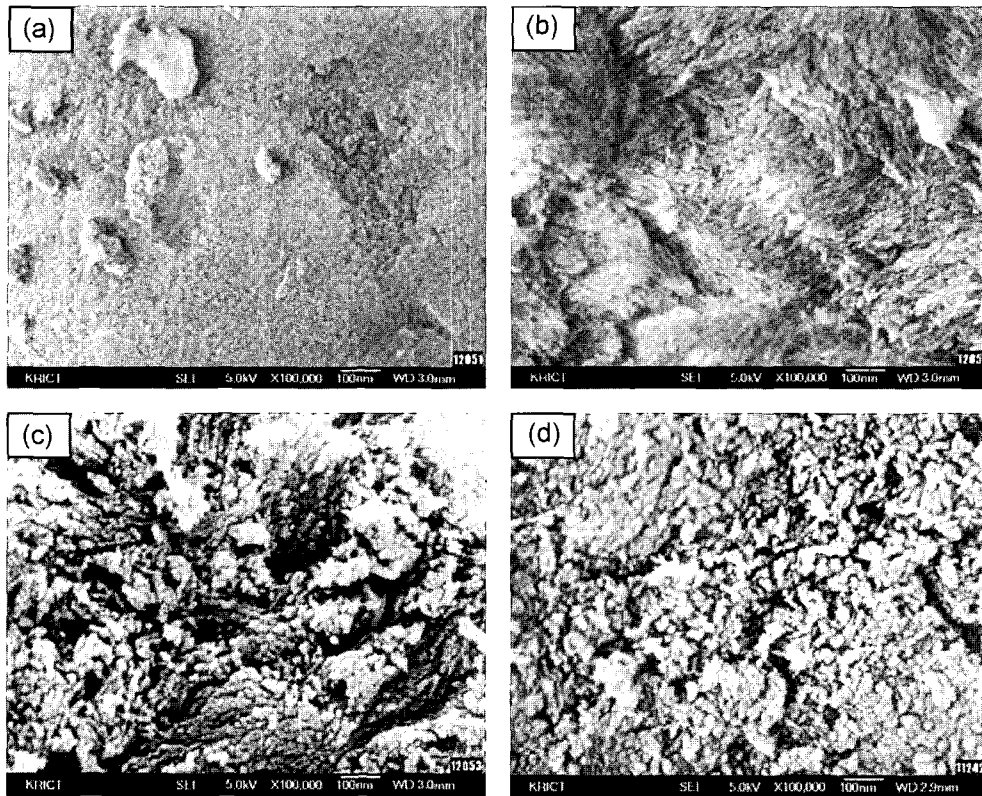


Fig. 7. SEM micrographs of various pseudo-boehmites as a function of temperature, obtained at different aging temperature : (a) 60°C, (b) 70°C, (c) 80°C, and (d) 90°C.

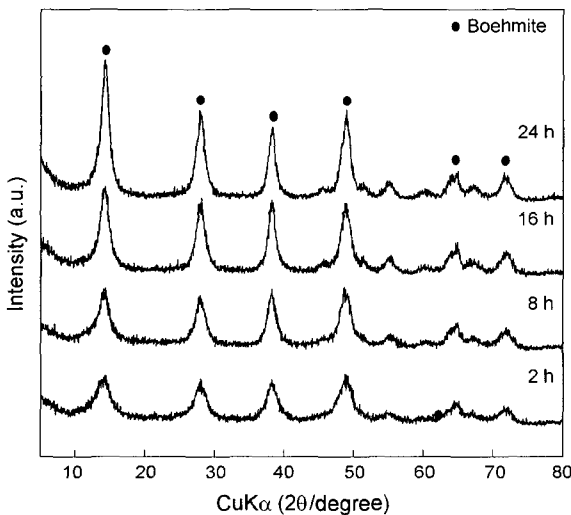


Fig. 8. XRD pattern of various pseudo-boehmites as a function of time, obtained at different aging time.

도 및 시간대에 걸쳐 유사베마이트 결정이 관찰되었지만, 시간과 온도가 증가함에 따라 X-선 회절강도가 증가하고, 결정성장에 기인한 입자간 응축으로 인해 결정의 두께가 증가하는 것을 알 수 있다.^{11,21)} 수용액 상태에서 생성된 겔 입자의 결정성장은 6배위체인 AlO_6 층 사이에 존재하

는 물 분자에 의해서 결정되는 것으로 알려져 있는데, 가수분해 pH 및 숙성온도가 낮을수록 AlO_6 층 사이에 물이 많이 존재하게 되고, 층 사이의 거리가 증가하여 AlO_6 층의 뒤틀림 현상을 초래함으로써 결정성장이 둔화되게 된다.¹³⁾ Fig. 5에서 보는바와 같이 결정수의 이탈에 기인한 350~450°C 범위에서의 완전한 흡열피크가 생성되는 것으로 보아 본 연구에 의해 제조된 유사베마이트는 일반적인 유사베마이트의 상전이 온도 450°C 보다 비교적 낮은 온도에서 $\gamma-Al_2O_3$ 로 상전이 되는 것을 알 수 있다.

3.2. 적외선흡수스펙트럼의 변화

숙성온도와 숙성시간에 따른 유사베마이트의 결정구조는 XRD 분석 이외에 적외선분광분석으로 확인할 수 있다. Fig. 9는 수용액의 pH를 7.6~11.6까지 변화시켜 제조한 시료를 90°C에서 24시간 건조시킨 시료의 적외선분광분석 결과이다. 유사베마이트의 흡수대는 대략 3,800~2,400 cm^{-1} 에서 흡착수에 의한 것과, 1,630 cm^{-1} 부근에서 기공에 존재하는 물이나 수화된 물에 의한 O-H 신축진동영역, 1,300~1,000 cm^{-1} 에서 O-H 굽힘진동영역 그리고 1,000~400 cm^{-1} 에서 Al-O 진동영역으로 구분된다.¹³⁻¹⁸⁾ pH 7.6, pH 8.6, pH 9.6에서 3,290 cm^{-1} 흡수대는 흡착수(O-H)에 의한 것이며, 3,100 cm^{-1} 과 1,071 cm^{-1} 에서의 흡수대는 유사베마

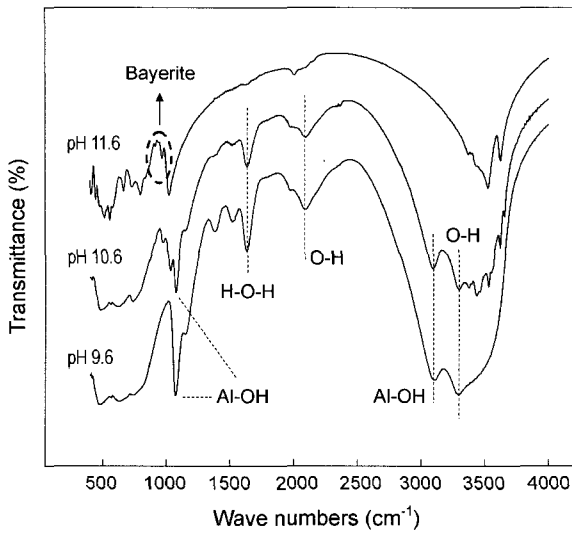


Fig. 9. FT-IR spectra of various gel precipitates as a function of pH, obtained at different pH.

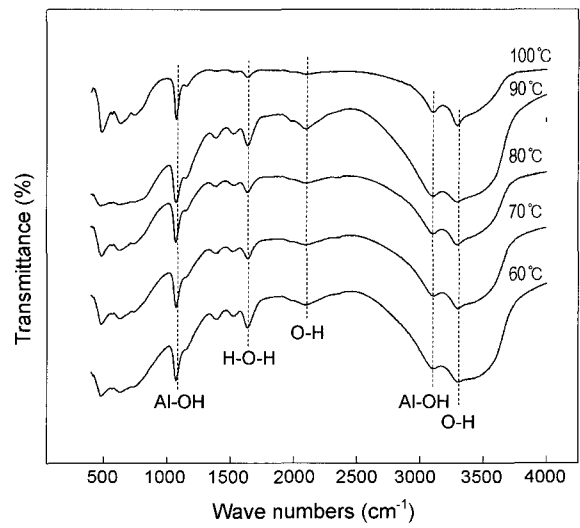


Fig. 10. FT-IR spectra of various pseudo-boehmites as a function of temperature, obtained at different aging temperature.

이트 결정 내의 Al-OH 굽힘진동에 의한 것이다. 특히, 1,071 cm⁻¹에서의 흡수대는 유사베마이트 결정내부의 구조수와 관계되어 있다고 한다.¹⁸⁾ 1,635 cm⁻¹ 부근에서의 흡수대는 기공에 존재하는 물 또는 수화된 물인 H-O-H 구조의 자유수에 의한 것이며, 2,090 cm⁻¹의 흡수대는 약한 O-H 수소결합에 의해 나타난 스펙트럼이다.¹⁶⁾ 그리고 800 cm⁻¹ 이하의 주파수대에서 나타난 3개의 흡수대는 유사베마이트, 베이어라이트 및 김사이트 모두에서 나타나는 흡수대이다.¹³⁾ pH 10.6, pH 11.6에서 나타나는 879 cm⁻¹와 979 cm⁻¹의 흡수대는 베이어라이트의 생성에 의한 흡수대이다.²⁰⁾ 결과적으로 pH 7.6~9.6에서는 유사베마이트가 형성되지만, pH 10.6~11.6에서는 베이어라이트가 생성된다는 사실을 확인할 수 있다. 이는 Fig. 2의 XRD 분석결과와 일치되며, Fig. 5의 가수분해 pH 변화에 따른 SEM 분석결과에서도 확인할 수 있다. Fig. 10은 숙성온도에 따른 적외선분광분석 결과인데, 모든 온도영역에서 유사한 흡수대를 나타내었다. 따라서 흡수스펙트럼의 변화는 가수분해 pH에만 의존하고 숙성온도와는 무관함을 알 수 있다.

3.3. 비표면적 및 기공구조의 변화

Fig. 11은 가수분해 pH에 따른 겔 침전물의 비표면적을 액체질소온도에서 질소 흡/탈착 등온선을 이용하여 plotting 한 그림이다. 등온선의 형태를 보면 pH 9.6 이하에서 가수분해한 시료는 흡착곡선과 탈착곡선이 불일치 하는 이력현상이 발생하는 것을 알 수 있다. pH 7.6과 pH 8.6에서의 등온선은 IUPAC 분류에 의한 H3형으로서, 기공의 모양이 slit형이거나 판형 입자상에 형성된 기공으로 보여지며, pH 9.6에서는 H2형의 기공형태를 보인다. Fig. 13

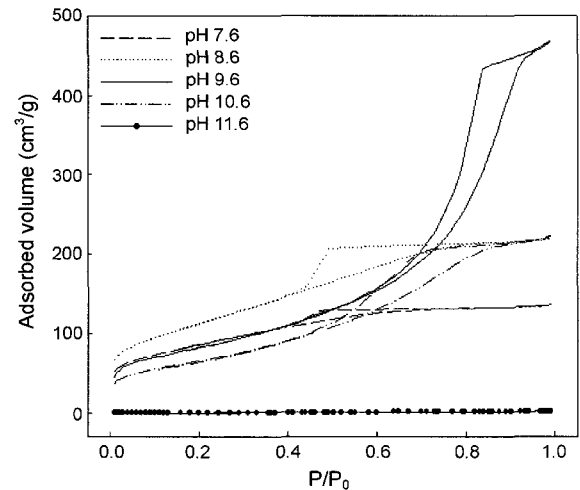


Fig. 11. N₂ ads./des. isotherm of various gel precipitates as a function of pH, obtained at different pH.

은 pH의 변화에 따른 기공분포의 변화를 나타낸 그림이다. pH 7.6~8.6에서는 Fig. 2의 XRD 분석결과에 나타난 바와 같이 유사베마이트 결정의 성장이 둔화되어 50 Å의 미세기공이 주로 분포하며, pH 9.6에서는 유사베마이트 결정의 성장이 원활하여 100 Å 범위의 기공으로 발달하게 된다. Table 1에는 가수분해 pH에 따른 겔 침전물의 비표면적, 기공부피 및 기공크기 변화를 나타내었다.

가수분해 pH를 9.6으로 일정하게 하고 반응온도와 반응시간을 변화시켰을 때, XRD 및 적외선분광분석 결과에서 보는바와 같이 모든 영역에서 유사베마이트 결정만 석출되었다. Fig. 12는 폐 AlCl₃ 용액을 pH 9.6에서 가수분해시키고 60~100°C 범위로 24시간 숙성시켜 제조한 유사베마이트의 질소 흡/탈착 등온선이다. 숙성온도 변화에

Table 1. Physical Properties of Pseudo-Boehmite Gel Prepared at Various Hydrolysis pH

Hydrolysis pH	BET surface area (m ² /g)	Pore volume (cc/g)	Pore diameter (Å)
pH 7.6	310	0.23	27
pH 8.6	409	0.34	33
pH 9.6	297	0.71	97
pH 10.6	238	0.33	58
pH 11.6	3.5	0.0041	47

Table 2. Physical Properties of Pseudo-Boehmite Gel Prepared at Various Aging Temperature

Aging temperature (°C)	BET surface area (m ² /g)	Pore volume (cc/g)	Pore diameter (Å)
60°C	357	0.51	58
70°C	335	0.56	67
80°C	303	0.59	80
90°C	297	0.71	97
100°C	261	0.74	114

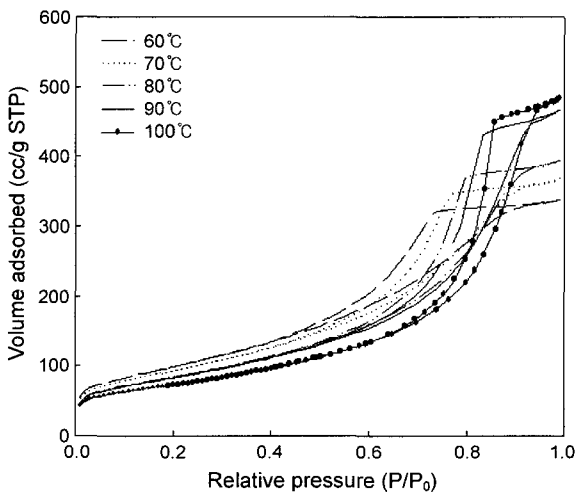


Fig. 12. N₂ ads./des. isotherm of various pseudo-boehmites as a function of temperature, obtained at different aging temperature.

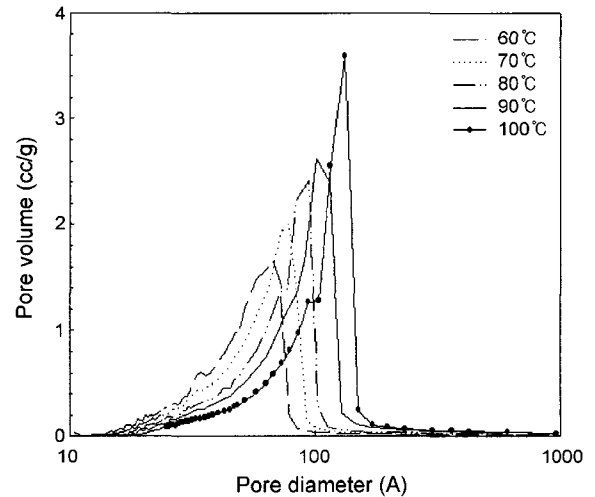


Fig. 14. Pore size distribution of various pseudo-boehmites as a function of temperature, obtained at different aging temperature.

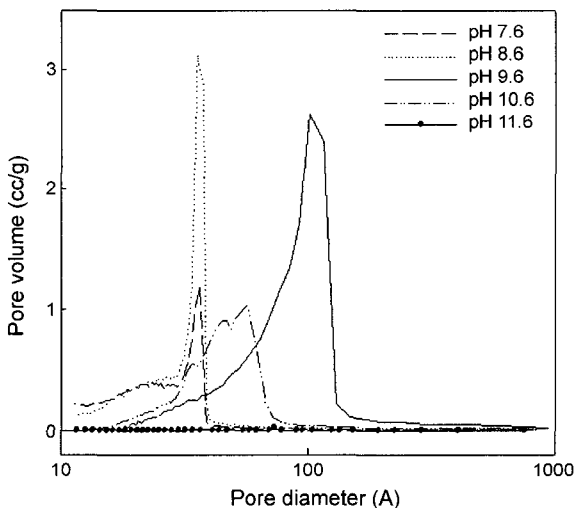


Fig. 13. Pore size distribution of various gel precipitates as a function of pH, obtained at different pH.

상대압에서도 탈착되지 않아 생기는 현상이라 보여진다. 상대압 0.2 이하에서 N₂ BET법에 의한 비표면적은 숙성 온도가 60°C일 때 357 m²/g이지만, 100°C에서는 261 m²/g로 감소하고 있다. 이는 겔 침전물의 숙성온도가 높을수록 작은 크기의 기공은 소멸되고 큰 기공으로 발전하면서 흡착과 탈착이 분리되는 상대압이 증가하기 때문인 것으로 보여진다. Table 2에서 보면 기공부피는 60°C의 숙성온도에서 0.51 cc/g, 100°C의 숙성온도에서 0.74 cc/g으로 온도에 비례하여 증가하는 것을 알 수 있다.

Fig. 14는 숙성온도의 변화에 따른 기공분포의 변화를 나타낸 그림인데, 숙성 온도가 증가할수록 60~70 Å의 미세한 기공이 소멸되고 100~300 Å 크기의 큰 기공으로 발달하는 것을 알 수 있다.

4. 결 론

폐 염화알루미늄 수용액을 수산화나트륨 용액으로 가수분해시키고 숙성하여 다공성 유사베마이트를 제조할 때, 겔 침전물은 가수분해 pH 및 숙성온도에 많은 영향을 받았으며, 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

상관없이 이력현상이 발생하는 것은 IUPAC 분류에 의한 H2형으로써 ink-bottle 세공 또는 좁은 통로로 이어진 원통형 세공으로써, 세공에 흡착된 질소가 간혀 흡착과 동일한

1. pH 7.6~9.6 범위에서는 AlO(OH)의 화학조성을 갖는 다공성 유사베마이트가 제조되었으며, pH 10.6 이상에서는 Al(OH)₃ 구조의 기공이 거의 없는 베이어라이트가 제조되었다.

2. 숙성온도가 60°C에서 100°C로 증가함에 따라 비표면적은 357 m²/g에서 261 m²/g로 감소하였으며, 평균기공크기는 58 Å에서 114 Å으로, 기공부피는 0.4 cc/g에서 0.74 cc/g으로 각각 증가하였다.

3. 가수분해를 pH 9.6으로 하고 90~100°C 범위의 온도로 24시간 숙성시켰을 때 기공부피가 최대 0.74 cc/g인 다공성 유사베마이트 겔을 제조할 수 있었다.

REFERENCES

1. R. K. Oberlander, "Aluminas for Catalysts-their Preparation and Properties," *Appl. Ind. Catalysis*, **3** 63 (1984).
2. P. Nortier and M. Soustelle, "Alumina Carriers for Automotive Pollution Control," *Catalysis and Automotive Pollution Control*, ed. by Crucq and A. Frennet, Elsevier Sci. Pub. 275 (1987).
3. R. B. Bagwell and G. L. Messing, "Critical Factor in the Production of Sol-Gel Derived Porous Alumina," *Key Eng. Mater.*, **115** 45-64 (1996).
4. C. Misra, "Aluminum Oxide (Hydrate)," *Encyclopedia of Chem. Tech.*, 4th ed., **2** 317 (1992).
5. L. K. Hudson, C. Misra, and K. Wefers, "Aluminum Oxide," *Ullmann's Encyclopedia of Ind. Chem.*, 5th ed., **A1** 557 (1985).
6. B. C. Lippens and J. J. Steggerda, "Active Alumina," *Phys. and Chem. Aspects of Adsorbents and Catalysts*, **4** 171 (1970).
7. R. Dale Woosley, "Activated Alumina Desiccants," *Alumina Chem.*, 2nd ed. *Am. Ceram. Soc.*, 241 (1990).
8. C. N. Satterfield, "Heterogeneous Catalysis in Practice," McGraw Hill (1980).
9. W. A. Deer, R. A. Howie, and J. Zussman, "Rock Forming Minerals," Longmans, London, **5** 111-16 (1969).
10. L. Farkas, P. Gado, and P. E. Wermer, *Mat. Res. Bull.*, **12** 1213-18 (1977).
11. B. K. Park, J. K. Suh, J. M. Lee, and D. S. Suhr, "The Rehydration Properties of Amorphous Alumina Powder in Low Water/Alumina Ratio," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **35** [10] 1085-93 (1998).
12. K. Okada and T. Nagashima, "Relationship between Formation Conditions, Properties, and Crystalline Size of Boehmite," *J. Colloid and Int. Sci.*, **253** 308-14 (2002).
13. K. H. Lee and B. H. Ha, "Preparation and Characteristic for γ -Alumina," *J. Kor. Chem. Eng.*, **34** [1] 28-35 (1996).
14. J. A. Gadsden, "Infrared Spectra of Minerals and Related Inorganic Compounds," Batterworths, Reading, Mass (1975).
15. K. Nakamoto, "Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds," Wiley, New York (1978).
16. K. H. Lee and B. H. Ha, "Preparation and Characteristic for γ -Alumina," *J. Kor. Ins. Chem. Eng.*, **34** [1] 28-35 (1996).
17. J. A. Gadsden, "Infrared Spectra of Minerals and Related Inorganic Compounds," Batterworths, Reading, Mass. (1975).
18. U. Y. Hwang, S. W. Lee, H. S. Park, K. K. Koo, S. J. Yoo, H. S. Yoon, and Y. R. Kim, "Synthesis of Porous Al₂O₃ Particles by Sol-Gel Method," *J. Kor. Chem. Eng.*, **39** [2] 199-205 (2001).
19. B. K. Park, J. K. Suh, J. M. Lee, and D. S. Suhr, "Preparation of High-Capacity Ceramic Catalytic Support from Gibbsite," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **39** [3] 245-51 (2002).
20. J. T. Kim, M. C. Kim, and W. H. Nam, "Characterization of OH Groups on Alumina by Infrared Spectroscopy," *J. Kor. Chem. Eng.*, **25** [3] 229-36 (1987).
21. Z. J. Galas, S. Janiak, W. Mista, J. Wrzyszczyk, and M. Zawadzki, "Morphological and Phase Changes of Transition Aluminas During their Rehydration," *J. Mat. Sci.*, **28** 2075-78 (1993).