

Effect of pH of Aluminum Hydroxides Gel Obtained by Hydrolysis of $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ Solution on Crystal Growth of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Platelets

Dong Uk Choe, Byung Ki Park*,†, and Myung Wan Han

Department of Chemical Engineering, Chungnam National University, Daejeon 305-764, Korea

*Energy Materials Research Center, Korea Research Institute of Chemical Technology, Daejeon 305-600, Korea

(Received August 15, 2007; Accepted September 19, 2007)

$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 용액의 가수분해에 의해 얻어진 Aluminum Hydroxides Gel의 pH가 판상 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 결정성장에 미치는 영향

최동욱 · 박병기*† · 한명완

충남대학교 화학공학과

*한국화학연구원 에너지소재연구센터

(2007년 8월 15일 접수; 2007년 9월 19일 승인)

ABSTRACT

To precipitate the complex gels of the pH 6, 7, 8, 9 included in a flux and an aluminum hydroxides gel, an aqueous solution of a mixture of Na_2CO_3 and $\text{Na}_2\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ was added with stirring in an aqueous solution of a mixture of $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, Na_2SO_4 and K_2SO_4 , and then the complex gels were aged in 20 h at 90°C. As the hydrolysis pH changed, it had an effect on the physical properties such as the crystal structure, crystal morphology and a phase transition temperature of the AlO(OH) gel, and also on the crystal structure, crystal morphology, particle size and particle size distribution of the $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ platelets prepared by molten-salt precipitation. Also, in this study, the complex gels were crystallized at 1,200°C and thereafter dried at 110°C, and then it was investigated to effect of the hydrolysis pH on the crystal structure, morphology and particle size distribution of the $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ platelets crystals using XRD, DTA, SEM and particle size analyzer.

Key words : AlO(OH) , $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ platelets, Molten-salt, Filler, Crystal growth

1. 서 론

판상 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 은 연마재, 절연제, 세라믹재료의 기계적 성질을 향상시키기 위한 보강재, 열전도도를 향상시키기 위한 첨가제, 그리고 전주안료 기질과 같은 기능성 세라믹재료로 많이 사용되고 있다.^{1,2)} 기능성 세라믹 재료로 이용하기 위해서는 입자의 형태, 크기, 표면구조 및 두께를 조절할 수 있는 전구물질의 합성기술과 결정성장 제어기술이 필요하다. 기능성 세라믹재료로 사용되는 판상 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정체는 육방정의 판상 조밀구조로 1.7 정도의 굴절률과 0.1~1.5 μm 의 두께 그리고 2~60 μm 정도의 크기를 나타내며, 용점이 2,050°C이고 산 및 알칼리 용액에 용해되지 않아야 한다. 전구체인 AlO(OH) 와 용제인 Na_2SO_4 및 K_2SO_4 혼합 젤의 물리화학적 특성과 용융염(molten salt)의 작용에 따라 판상 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정체의 형태에 많은 영향을 받게 되는데, 특히 AlO(OH) 젤의 물리화

학적 특성에 많은 영향을 받는다.³⁾

이와 같은 판상 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정체의 전구물질은 용액화학법(sol-gel)에 의해 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 수용액을 알칼리로 가수분해하고 숙성하여 얻어진 AlO(OH) 와 용제인 Na_2SO_4 , K_2SO_4 혼합 젤을 이용하는 방법이 유리한데, AlO(OH) 는 약 400°C 이상에서 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 로 상전이 되고 AlO(OH) 의 물리화학적 특성에 따라 600°C 이상에서 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 를 석출하며,⁴⁻⁸⁾ Na_2SO_4 , K_2SO_4 는 약 840°C에서 용융염을 형성한다. 판상 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정체는 용융염에서 Al(OH)_3 , AlO(OH) 및 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 를 600~1,300°C 온도로 가열하여 제조하며, 이 과정에서 핵생성 및 결정성장을 수반하게 된다.⁹⁻¹²⁾ $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 와 Na_2SO_4 , K_2SO_4 혼합용액을 Na_2CO_3 용액으로 가수분해하여 혼합 젤을 석출시킬 때, 가수분해 pH에 따라 젤의 결정구조, 형태, 비표면적, 기공크기분포 등과 같은 물리화학적 특성이 변하며, 이를 건조하고 용융염석출법¹³⁾에 의해 결정화하면 다양한 형태의 결정입자가 석출된다.

판상 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정체의 핵생성은 용융염 용액 내에서 용액의 과포화도에 의존하면서 젤 입자의 용접에 의해 핵생성이 이루어지는 균일핵생성과 용액을 포함하고 있는

†Corresponding author : Byung Ki Park

E-mail : bkpark@kRICT.re.kr

Tel : +82-42-860-7022 Fax : +82-42-861-4245

용기 또는 용액 내의 다른 고체표면이나 불순물의 표면에서 핵생성이 이루어지는 불균일핵생성으로 구분된다.¹⁴⁾ 대부분의 핵생성과 같이 판상 α-Al₂O₃ 결정체의 핵생성은 불균일핵생성에 의해 이루어지는데, 핵생성이 도가니 표면이나 이물질 입자표면 등 고체표면에서 생성하므로 계면에너지 값이 균일핵생성 때보다 훨씬 작아지게 되고 이로 인해 활성화에너지(activation energy)가 낮아져 핵생성이 매우 용이하다.¹⁵⁾ 불균일핵생성은 용액이 고체표면과 이루는 접촉각(wetting angle)의 크기에 따라 활성화에너지 값이 크게 변하며, 접촉각이 작을수록 핵생성에 필요한 구동력이 작아 핵생성이 쉽다. 그러나 접촉각이 작은 경우나 할지라도 핵생성이 용이하지 않은 경우도 있는데, 이것은 표면에서의 화학적 친화력이나 물리적 특성 또는 젤 자체의 pH 증가에 따른 활성화에너지의 증가가 접촉각보다 더 중요하기 때문이다. 따라서 고체표면에서의 미세한 기공이나 흠 그리고 핵생성물질과 고체표면이 서로 화학적 활성을 나타내거나 젤 자체의 알칼리도가 높을 경우에는 매끄러운 평면에서보다 핵생성이 용이하다.¹⁶⁾

용융염에서 α-Al₂O₃ 결정을 성장시킬 때 상전이 온도는 200~600°C 정도 낮아지게 되며, 액상선 이상 또는 액상선 이하에서 고상의 핵을 생성시키고 용액의 과포화도와 산소의 확산에 의한 성장이 이루어지기 때문에, 핵생성 및 결정성장을 위한 표면자유에너지 값과 체적자유에너지 값이 작아져 판상 α-Al₂O₃ 결정의 성장에 필요한 활성화에너지를 크게 낮출 수 있다. 이러한 용융염은 수용성이기 때문에 물에 용해시킨 다음 여과하고 수세하면 고상의 판상 α-Al₂O₃ 결정체를 쉽게 얻을 수 있다.

이 연구에서는 Al₂(SO₄)₃·18H₂O와 Na₂SO₄ 및 K₂SO₄ 혼합용액을 Na₂CO₃와 Na₂PO₄·12H₂O 혼합용액으로 pH 6~9로 가수분해하여 전구물질을 제조하고 건조한 후, 1,200°C에서 용융염석출법으로 판상 α-Al₂O₃ 결정체를 제조하였는데, 연마재, 세라믹재료, 절연체 및 진주안료 기질로 이용되는 판상 α-Al₂O₃ 결정체의 결정성장에 젤의 가수분해 pH가 미치는 영향을 조사하였다.

2. 실험 방법

Al₂(SO₄)₃와 Na₂SO₄ 및 K₂SO₄ 혼합용액의 가수분해 pH가 α-Al₂O₃의 결정성장에 어떠한 영향을 미치는지 탐색하기 위해 원료물질로 Al₂(SO₄)₃·18H₂O(Aldrich)에 Na₂SO₄ 및 K₂SO₄(Duksan Pure Chem. 99%)를 용해한 혼합용액을 사용하였으며, 이것을 가수분해 하기 위한 알칼리원으로 Na₂CO₃(Duksan Pure Chem., 99%)와 Na₂PO₄·12H₂O(Junsei Chem. Co., Japan)를 중류수에 희석한 용액을 사용하였다. 반응장치는 heating mantle (MS-DM604)이 부착된 1l용량의 3구 플라스크를 사용하였고, 균일한 가수분해속도를 유지하기 위해 microprocessor peristaltic 펌프

(model: 7014-10)를 사용하여 실험하였다.

Al(OH) 젤의 가수분해 pH 범위를 탐색하기 위해 Al₂(SO₄)₃·18H₂O 용액 412 g, Na₂SO₄ 56 g 그리고 K₂SO₄ 45 g을 중류수에 용해한 혼합용액을 Na₂CO₃와 Na₂PO₄·12H₂O를 중류수에 희석한 용액으로 가수분해하여 pH 6, 7, 8, 9로 각각 조절하였다. 가수분해 pH가 6보다 낮을 경우 무정형의 Al(OH) 젤이 포함된 혼합 젤 침전물의 생성이 어렵고, pH가 9를 초과할 경우는 NaAl(OH)₂(CO)₃ 결정이 생성되어 판상 α-Al₂O₃ 결정체를 얻을 수 없었다. 이후 침전물의 온도를 90°C로 올려서 20시간 동안 숙성한 다음 110°C로 24시간 건조하여 시료를 제조하였다. 이렇게 제조한 시료를 5 mm 이하로 분쇄한 다음 1,200°C의 온도로 결정화하였다. 그 후 물에 용해하여 여과 및 수세 그리고 건조하여 판상 α-Al₂O₃ 결정체를 얻었다.

겔 침전물의 결정구조를 확인하기 위하여 X-선 회절분석기(XRD, Rigaku D/MAX-2200V X-Ray Diffractometry)를 사용하였으며, interval 0.02, scan speed 5°/min로 하여 5°≤2θ≤80° 범위에서 분석하였다. 젤 침전물의 강열감량 및 상전이 온도를 조사하기 위하여 공기분위기에서 승온속도를 10°C/min로 1,400°C까지 가열하면서 시차열분석(TG/DTA, TA Instruments SDT 2960)을 실시하였다. 판상 α-Al₂O₃ 결정체의 형태변화는 주사현미경(SEM, JSM-6700F, JEOL Co., Japan)으로 관찰하였고, 가수분해 pH에 따른 판상 α-Al₂O₃ 결정의 입도분포 변화를 측정하기 위해 레이저입도분석기(PSA, Malvern Instruments Ltd., Malvern, UK)를 사용하였다.

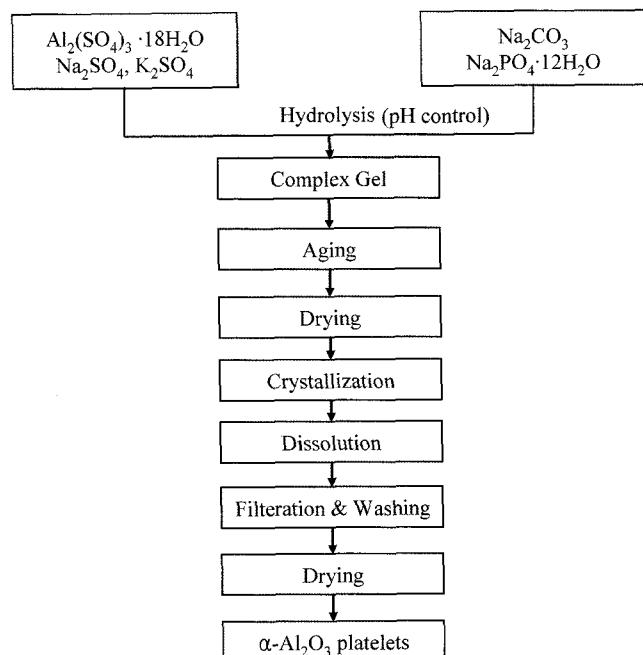


Fig. 1. Schematic diagram for preparation process of the flaky α-Al₂O₃ crystal.

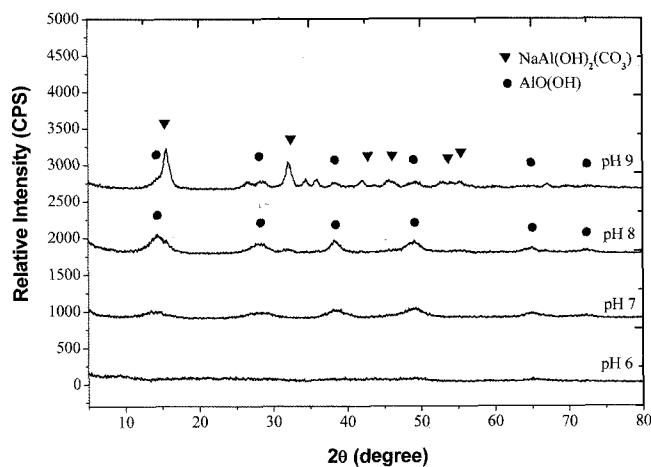


Fig. 2. XRD patterns of the gel precipitates as a function of the hydrolysis pH.

3. 결과 및 고찰

3.1. Aluminum hydroxides 젤의 결정구조 및 입자형태 변화

관상 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정체의 전구물질인 aluminum hydroxides 젤의 결정구조는 가수분해 pH에 따라 변화한다. Fig. 2의 X-선 회절패턴에서 보는 바와 같이 pH 6의 경우는 무정형의 젤만 석출되고, pH 7부터는 AlO(OH) 결정이 석출되기 시작하며, 가수분해 pH 8인 경우는 회절강도의 크기가 증가하여 결정이 성장함을 알 수 있다. pH 9인 경우는 결정이 더욱 성장한 AlO(OH)와 $\text{NaAl}(\text{OH})_2(\text{CO}_3)$ 결정이 함께 석출되는 것을 관찰할 수 있다. 가수분해 pH가 증가하면 결정성장을 위한 활성화에너지가 증가하여 결정은 빠르게 성장하고, 시간이 경과함에 따라 입자간 응축이 발생하여 더욱 성장하게 된다.^{7,12,16-19)} 또한 수용액 상태에서 생성된 젤 입자의 결정성장은 $[\text{AlO}(\text{OH})]_2$ 층 사이에 존재하는 OH^- 이온에 의해서 결정되는데, 가수분해 pH가 낮을수록 젤의 밀도가 증가하며, $[\text{AlO}(\text{OH})]_2$ 층 사이에 OH^- 이온이 많이 존재하게 되고, 층 사이의 거리가 증가하여 $[\text{AlO}(\text{OH})]_2$ 층의 뒤틀림현상이 발생하게 되므로 결정성장이 둔화하게 된다.^{6,20)} 젤의 가수분해 pH가 증가하여 pH 9 이상일 경우에는 석출된 젤이 숙성과정에서 재용해되어 $\text{NaAl}(\text{OH})_2(\text{CO}_3)$ 구조의 알루미늄염을 생성시킨다.

가수분해 pH의 변화에 따라 혼합 젤에 포함된 aluminum hydroxides 젤의 입자형태도 변한다. Fig. 3의 TEM 사진에서 보는 바와 같이 가수분해 pH가 6정도로 낮을 경우는 무정형의 젤만 존재하는데, 그 이유는 열역학적으로 불안정한 젤이 산성 영역에서 안정한 결정으로 발달하기 위한 에너지를 공급받지 못하기 때문이다. pH 7에서는 침상의 결정이 석출되었으며, pH 8에서는 침상입자가 많이 성장했음을 관찰할 수 있다. 그러나 pH 9에서는 우측의 응집된 입자와 좌측 하단의 침상입자가 동시에 관찰된다. 우

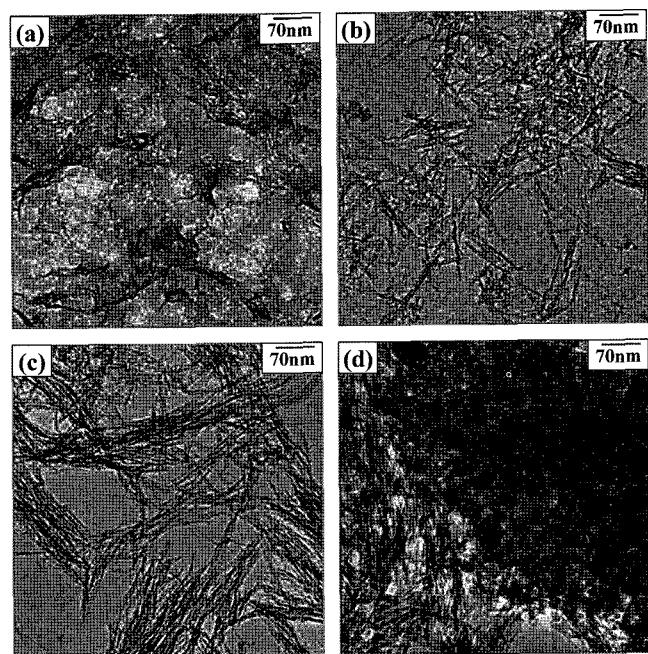


Fig. 3. TEM micrograph of the gel precipitates as a function of the hydrolysis pH: (a) pH 6, (b) pH 7, (c) pH 8, and (d) pH 9.

측의 응집된 부분이 $\text{NaAl}(\text{OH})_2(\text{CO}_3)$ 구조의 알루미늄염이며, 좌측 하단의 침상입자는 AlO(OH) 결정이다.²¹⁻²⁴⁾

3.2. Aluminum hydroxides 젤의 상변화

pH 6, 7, 8, 9로 가수분해하고 숙성하여 얻어진 혼합 젤을 여과하고 순수로 충분히 수세한 후 110°C에서 24시간 건조한 aluminum hydroxides 젤의 열시차 변화를 Fig. 4에 나타내었다. 그림에서 pH 6에서 가수분해하고 숙성하여 얻어진 젤 침전물은 상변화는 어떠한 흡열피크도 관찰되지 않는다는, 이것은 젤 침전물이 결정으로 발달하지 않은 무정형이기 때문이다. pH 7에서 가수분해하고 숙성하여

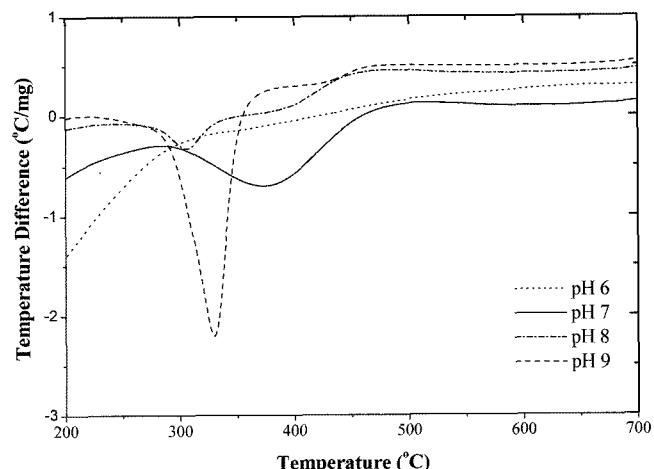


Fig. 4. DTA curves of the aluminum hydroxides gel precipitates as a function of the hydrolysis pH.

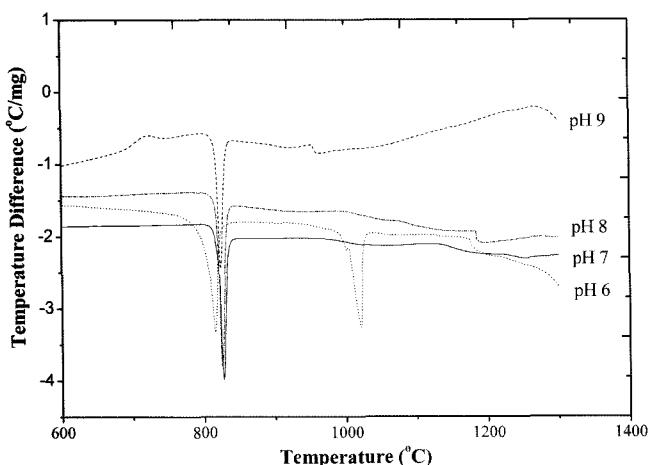


Fig. 5. DTA curves of the complex gels precipitates as a function of the hydrolysis pH.

얻어진 젤 침전물은 380°C 부근의 온도에서 흡열피크가 나타나는데, 이것은 AlO(OH) 결정 내부의 OH⁻이온이 응축되어 물로 이탈됨으로써 γ -Al₂O₃로 상전이되면서 나타나는 피크이다. pH 8로 가수분해하고 숙성한 젤 침전물은 310°C 부근에서 NaAl(OH)₂(CO)₃가 NaAlO₂로 상전이 되면서 나타나는 흡열피크와 380°C 부근에서 AlO(OH)가 γ -Al₂O₃로 상전이 되면서 나타나는 흡열피크가 관찰된다. 가수분해 pH가 9일 경우에는 330°C 부근에서 큰 흡열피크와 420°C 부근에서의 미세한 흡열피크가 관찰되는데, 330°C 부근에서는 NaAl(OH)₂(CO)₃가 NaAlO₂로 상전이 되면서 나타나는 피크이고, 420°C 부근에서는 소량의 AlO(OH)가 γ -Al₂O₃로 상전이 되면서 나타나는 피크이다. 따라서 가수분해 pH가 7일 경우에는 대부분 AlO(OH) 결정이 석출되며 가수분해 pH 8 이상부터는 NaAl(OH)₂(CO)₃ 형태의 알루미늄염으로 재결정 되는 것을 알 수 있다.

3.3. 용융염에서 aluminum hydroxides 젤의 상변화

Fig. 5는 가열온도에 따른 aluminum hydroxides 젤과 Na₂SO₄ 및 K₂SO₄ 혼합 젤의 상변화를 나타낸 DTA 곡선이다. 그림에서 840°C 부근의 흡열피크는 Na₂SO₄ 및 K₂SO₄가 용융되면서 나타나는 피크이며, 모든 가수분해 조건에서 거의 같게 나타난다. pH 6으로 가수분해하고 숙성한 혼합 젤은 약 1,100°C의 특정한 온도에서 큰 흡열피크를 나타내는데, 무정형의 aluminum hydroxides 젤이 용융염 용액에서 Fig. 6의 XRD와 같이 α -Al₂O₃를 빠르게 석출시키면서 나타나는 피크이다. 이와 같은 현상은 열역학적으로 불안정한 무정형의 미세한 aluminum hydroxides 젤 입자는 특정한 온도범위에서 안정한 구조의 α -Al₂O₃로 핵생성 및 결정성장이 빠르게 이루어진다는 사실을 나타내는 것이다. pH 7에서 가수분해하고 숙성한 혼합 젤은 약 1,100°C에서부터 1,200°C에 걸쳐 완만한 흡열곡선을 나타낸다. 이는 온도의 증가에 따라 결정의 성장이 서서

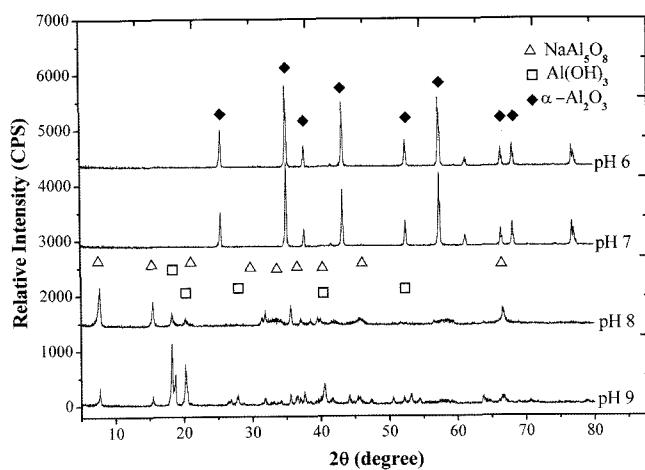


Fig. 6. XRD patterns of the crystallized gel as a function of the hydrolysis pH.

히 진행되어 나타나는 현상으로 가수분해와 숙성을 통하여 성장한 침상 AlO(OH) 결정이 용융염 용액에서 응집을 통하여 판상결정의 석출과 성장을 위한 활성화에너지가 증가하기 때문이다. 따라서 안정한 구조의 α -Al₂O₃로 결정을 성장시키기 위해서는 1,100°C 이상의 온도에서 충분한 시간 동안 유지하는 것이 필요하다. pH 8 이상에서 가수분해하고 숙성한 혼합 젤은 920°C 부근에서의 흡열피크와 1,100~1,200°C에 걸쳐 완만한 흡열피크가 나타난다. 이는 Fig. 6에서 보는 바와 같이 920°C 부근에서 NaAl₅O₈ 결정의 석출과 1,100~1,200°C 온도에서 Al(OH)₃ 결정이 각각 석출되어 나타나는 피크이다. 따라서 가수분해 pH가 8이상으로 증가하면 판상 α -Al₂O₃ 결정석출이 불가능하기 때문에 가수분해 pH는 7 이하로 유지해야 한다.

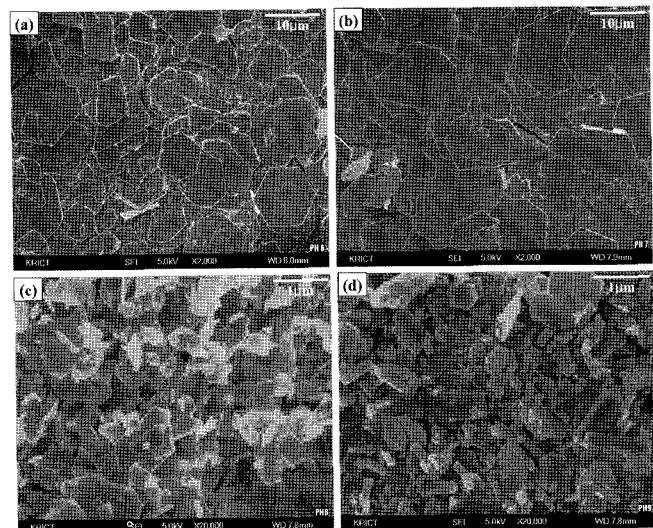


Fig. 7. SEM micrograph of the crystals precipitated in a molten salt as a function of the hydrolysis pH: (a) pH 6, (b) pH 7, (c) pH 8, and (d) pH 9.

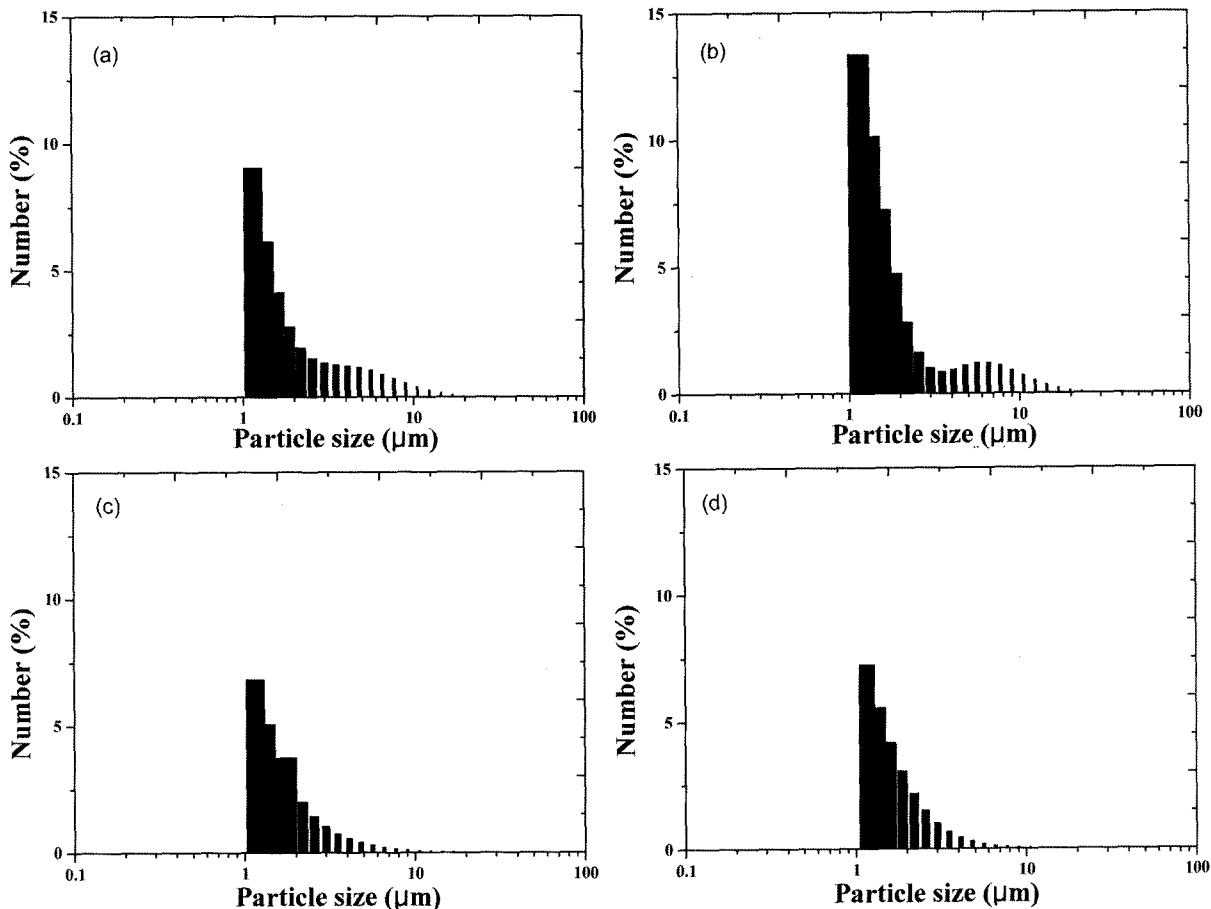


Fig. 8. Particle size distributions of the crystals precipitated in a molten salt as a function of the hydrolysis pH: (a) pH 6, (b) pH 7, (c) pH 8, and (d) pH 9.

3.4. 용융염에서 결정의 형태변화

Fig. 7에서와 같이 무정형의 aluminum hydroxides 젤이 석출되는 pH 6에서는 판상 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 입자가 생성되지만, 입자의 크기는 평균 10 μm 정도로 비교적 작다. 이것은 aluminum hydroxides 젤이 침상의 $\text{Al}(\text{OH})$ 결정으로 성장하지 못할 경우 침상입자의 응집에 의한 판상결정의 성장이 이루어지지 못하고 미세한 젤 입자가 짧은 시간 내에 결정의 석출과 성장이 동시에 이루어지기 때문이다. Fig. 8의 입도분포곡선에서도 pH 6에서 가수분해하고 숙성한 경우에는 입자의 대부분이 10 μm 이하로 나타나는 것을 알 수 있다. 그러나 결정의 석출온도가 1,100°C 정도로 한정되고, 짧은 시간에 결정의 석출이 이루어지기 때문에 연마재와 같이 특정한 크기의 입자가 요구되는 세라믹재료의 제조에는 매우 유리하다. 진주안료 기질과 같이 평균 15~20 μm 크기의 판상입자가 요구되는 세라믹재료에 있어서는 Fig. 8과 같이 5~10 μm 의 특정 범위에서 Gaussian 곡선을 나타내는 pH 7에서 가수분해하고 숙성하여 제조한 입자가 바람직하다. 가수분해 pH가 8인 경우는 Fig. 7(c)와 같이 2 μm 이하의 매우 작은 판상입자가

석출되지만 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 입자를 얻을 수가 없고, pH 9로 가수분해하고 숙성한 시료는 Fig. 7(d)에서 보는 바와 같이 육각 주상이 섞여있는 NaAl_5O_8 결정과 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 결정이 석출되어 판상입자가 요구되는 세라믹재료에는 적용이 곤란하다.

4. 결 론

$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 와 Na_2SO_4 혼합용액을 Na_2CO_3 와 $\text{Na}_2\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 혼합용액으로 가수분해하여 얻어진 혼합 젤을 전구체로 하여 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정체를 제조할 때 가수분해 pH는 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정체의 입자 형태에 많은 영향을 주었다. 가수분해 pH가 6일 경우는 무정형의 aluminum hydroxides 젤이 1,100°C의 좁은 온도범위에서 급격한 결정화과정을 거치면서 판상 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정체를 생성시켰고 입자의 크기는 평균 10 μm 정도였다. 가수분해 pH가 7일 경우는 가수분해 과정에서 대부분 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 결정이 석출되었으며, 1,100°C 이상의 온도에서 서서히 성장하여 평균 15~20 μm 크기의 판상 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 결정이 생성되었다. 한편, 가수분해

pH가 8일 경우는 판상의 결정을 석출했지만 α -Al₂O₃ 결정을 얻을 수 없었고, 입자의 크기도 2 μm 이하로 세라믹재료로 사용하기에 입자의 크기가 작았으며, 가수분해 pH가 9일 경우는 판상 및 육각주상이 혼합된 NaAl₅O₈ 결정과 Al(OH)₃ 결정이 석출되어 세라믹재료로 사용하기에 부적합하였다.

REFERENCES

- 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(in Korean)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **39** [10] 1007-10 (2002).
- R. F. Hill, R. Danzer, and R. T. Paine, "Synthesis of Aluminum Oxide Platelets," *J. Am. Ceram. Soc.*, **84** [3] 514-20 (2001).
- B. K. Park, J. M. Lee, D. S. Suhr, and K. S. Lim, "Preparation of α -Al₂O₃ Platelets from Aluminum Hydroxides Gel(in Korean)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **41** [8] 610-17 (2004).
- K. R. Han, J. W. Jang, C. S. Lim, and K. S. Hong, "Effects of α -Al₂O₃ Seeds and Alumina sol on α -Aumina Powder Derived from γ -Al₂O₃(in Korean)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **32** [4] 482-88 (1995).
- C. A. Shaklee and G. L. Messing, "Growth of α -Al₂O₃ Platelets in the HF- γ -Al₂O₃ system," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77** [11] 2977-84 (1994).
- 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** [6] 1341-45 (2000).
- W. D. Kingery, H. K. Bowen, and D. R. Uhlmann, *Introduction to Ceramics*; Vol. 4, pp. 581-816, John Wiley & Sons, New York, 2nd Ed., 1976.
- D. U. Choe, B. K. Park, J. K. Suh, and J. M. Lee, "Effect of Aging Time of AlO(OH) Gel Precipitated by Hydrolysis of Aluminum Sulfate on Crystal Growth of the Flaky α -Al₂O₃(in Korean)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **43** [9] 575-81 (2006).
- S. Hashimoto and A. Yamaguchi, "Synthesis of α -Al₂O₃ Platelets Using Sodium Sulfate Flux," *J. Mater. Res.*, **14** [12] 4667-72 (1999).
- S. Hashimoto and A. Yamaguchi, "Formation of Porous Aggregations Composed of Al₂O₃ Platelets Using Potassium Sulfate Flux," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **19** 335-39 (1999).
- N. S. Bell, S.-B. Cho, and J. H. Adair, "Size Control of α -Alumina Particles Synthesized in 1,4-Butanediol Solution by α -Alumina and α -Hematite Seeding," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81** [6] 1411-20 (1998).
- K. Daimon and E. Kato, "Morphology of Corundum Crystallized by Heating Mixture of η -Al₂O₃ and AlF₃," *J. Crystal Growth*, **75** 348-52 (1986).
- A. Cneyt Ta, "Molten Salt Synthesis of Calcium Hydroxyapatite Whiskers," *J. Am. Ceram. Soc.*, **84** [2] 295-300 (2001).
- L. Breevi, *Crystal Growth Kinetics and Mechanisms*; pp. 1289-99 in *Encyclopedia of Surface and Colloid Science*, Vol. 1, Ed. by Arthur T. Hubbard, New York, 2002.
- B. C. Lippens Active Alumina European Research Center, Texaco Belgium N.V., Ghent, Belgium and J. J. Steggerda University of Nijmegen, The Netherlands **4** 171-211 (1970).
- Kato, E., Dimon, K., Yamaguchi, A., and Yamada, T., "Sinterability of Alumina Powders Prepared in Different Processed from Hydrated Sulfate, *Yogyo-kyakai-Shi(in Jpn)*," **85** 134-40 (1977).
- B. K. Park, J. K. Suh, J. M. Lee, and D. S. Suhr, "The Rehydration Properties of Aphous Alumina Powder in Low Water/Alumina Ratio(in Korean)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **35** [10] 1085-93 (1998).
- B. K. Park, J. K. Suh, J. M. Lee, and D. S. Suhr, "Preparaton of High-capacity Ceramic Catalytic Support from Gibbsite(in Korean)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **39** [3] 245-51 (2002).
- B. K. Park, J. M. Lee, and D. S. Suhr, "Preparation of Fe₂O₃ Supported γ -alumina Catalyst by Hydrothermal Method(in Korean)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **40** [7] 683-89 (2003).
- B. K. Park, J. M. Lee, and D. S. Suhr, "Effect of CH₃COOH Concentration on Characteristics of Fe₂O₃ Supported γ -Alumina Catalyst by Hydrothermal Method(in Korean)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **40** [8] 758-64 (2003).
- K. Okada and T. Nagashima, "Relationship between Formation Conditions, Properties, and Crystalline Size of Boehmite," *J. Kor. Chem. Eng.*, **34** [1] 28-35 (1996).
- B. K. Park, H. S. Lee, Y. H. Kim, and J. M. Lee, "Preparation of Porous Boehmite Gel from Waste AlCl₃ Solution(in Korean)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **40** [11] 864-71 (2004).
- D. U. Choe, B. K. Park, and J. M. Lee, "Effect of Water and Aluminum Sulfate Mole Ratio on Pore Characteristics in Synthesis of AlO(OH) Nano Gel by Homogeneous Precipitation(in Korean)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **43** [9] 564-68 (2006).
- D. U. Choe, B. K. Park, J. K. Suh, and J. M. Lee, "Effect of pH on Pore Characteristics in Synthesis of High Porous AlO(OH) Gel by Hydrolysis of Al₂(SO₄)₃ and Na₂SO₄ Mixed Solution(in Korean)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **44** [6] 325-30 (2007).