

보헤마이트로부터 α -알루미나 분말 제조시 분말 물성에 미치는 음이온의 영향

임경란 · 임창섭 · 장진욱*

한국과학기술연구원 세라믹스연구부

*서울대학교 무기재료공학과

(1995년 12월 30일 접수)

Influence of Anions on Physical Properties of α -Alumina Powder Derived from Boehmite

Kyoung Ran Han, Chang Sup Lim and Jin Wook Jang*

Div. of Ceramics, Korea Institute of Sci. and Tech.

*Dept. of Inorg. Mater. and Eng., Seoul Nat. Univ.

(Received December 30, 1995)

요 약

탄소수가 많은 알콜 제조 공정에서 부산물로 생성되는 보헤마이트는 Cl^- , NO_3^- , CH_3COO^- 등의 음이온을 소량 포함하고 있다. 이러한 음이온의 종류가 보헤마이트를 열처리하여 얻어진 γ -알루미나에 알루미나 졸과 α -알루미나 seed($d_{50}=0.36 \mu\text{m}$)를 첨가하여 α -알루미나 분말을 제조할 때 분말의 물성에 미치는 영향을 조사하였다. Cl^- 을 포함한 Disperal 20/1과 10/1은 구형의 분말을, NO_3^- 를 포함한 Disperal 20/2는 등방형의 분말을, 그리고 CH_3COO^- 가 포함된 Disperal 10/3은 불균일한 모양과 크기의 분말을 제조할 수 있었다. 이들 α -알루미나는 모두 $d_{50}<0.5 \mu\text{m}$ 초미분의 분말들이었다. Disperal 10/1을 $1200^\circ\text{C}/1 \text{ h}$. 열처리하여 만든 α -알루미나 분말은 성형밀도가 53%에 이르나, $1550^\circ\text{C}/2 \text{ h}$.으로도 소결이 이뤄지지 않았고 이는 분말의 평균입도가 $3 \mu\text{m}$ 이상임을 의미한다. Disperal 20/1, 20/2, 10/3으로부터 제조된 α -알루미나 분말은 44~47%의 비교적 낮은 성형 밀도를 나타내나, $1500^\circ\text{C}/2 \text{ h}$. 혹은 $1550^\circ\text{C}/2 \text{ h}$.의 조건으로 소결시 AKP-30과 같은 소결 밀도를 나타내었다.

ABSTRACT

Boehmite which is the by-product in alcohol process contains anions such as Cl^- , NO_3^- , or CH_3COO^- . Influence of these anions was studied on properties of α -alumina powders prepared by treating the transformed γ -alumina with the alumina sol and α -alumina seeds ($d_{50}=0.36 \mu\text{m}$). Disperal 20/1 and 10/1 containing Cl^- produced spherical powder, Disperal 20/2 with NO_3^- produced equiaxed powder, and Disperal 10/3 with CH_3COO^- irregular shaped and sized powder. All of these α -alumina powders were submicron. Although the green density of the alumina powder derived from Disperal 10/1 by calcination at $1200^\circ\text{C}/1 \text{ h}$. was 53%, it did not sinter even at 1550°C for 2 h, which implies that its d_{50} is greater than $3 \mu\text{m}$. The others gave green densities in the range of 44~47%, but they sintered as well as the AKP-30 at $1500^\circ\text{C}/2 \text{ h}$. or $1550^\circ\text{C}/2 \text{ h}$.

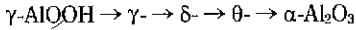
Key words: Submicron alumina powder, γ -alumina, Influence of anions, Sintered density

1. 서 론

α -알루미나는 수산화알루미늄, 황산염등을 열처리하여 전이 알루미나(transition alumina)를 거쳐 얻어진다^{1,2)}. 전이 알루미나는 일반적으로 nm 크기의 미세 분말로 > $150 \text{ m}^2/\text{g}$ 의 매우 큰 비표면적을 가지고 있으나, α -알루

미나로 상전이가 일어날 때 coarsening이 일어나며, 비 표면적이 $10 \text{ m}^2/\text{g}$ 이하로 급격히 감소한다. $\gamma \rightarrow \alpha$ -알루미나로의 전이에 관한 구조적, 열역학적 연구가 많은 연구자들에 의해 행하여져 왔으며 이러한 전이는 부분적으로 확산에 의한 핵생성과 성장(nucleation and growth)에 의해 진행된다고 알려져 있다³⁻⁶⁾.

보헤마이트는 topotactic하게 분해되어 γ -alumina가 되며 다음과 같은 과정을 거쳐 α -알루미나로 전이된다²⁾.



열처리 과정에서 겪는 여러 상전이 중 $\theta \rightarrow \alpha$ -알루미나로 전이가 일어날 때($\sim 1200^\circ\text{C}$) 심한 응집이 발생한다. 따라서 이러한 응집을 줄이기 위한 방법으로서, 미세한 α -알루미나, 혹은 α -알루미나와 동일구조(isostructure)를 가지며 격자 상수가 $\sim 5\%$ 차이 나는 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 를 seed로 이용하여 α -알루미나로의 전이온도를 낮춤으로서 응집을 제어하는 방법들이 연구되어 왔다⁷⁻⁹⁾.

이전에 본 저자들에 의해 보고된 바와 같이 보헤마이트를 열처리하여 얻은 γ -알루미나에 알루미나 졸 3 wt%와 α -알루미나($d_{50} \cong 0.36 \mu\text{m}$) 3 wt%을 첨가한 후 열처리하면 $\gamma \rightarrow \alpha$ -알루미나로의 상전이 온도가 낮아지며 고온 열처리때 심하게 일어나는 응집을 막을 수 있다는 현상을 좀 더 자세히 관찰하기 위해, 불순물로 섞여 있는 음이온이 위와 같은 과정을 거쳐 제조된 알루미나 분말의 물리적 성질에 미치는 영향을 조사하였다.

2. 실험 방법

2.1. 원료

본 연구에 사용된 보헤마이트는 독일 Condea사의 Disperal series로 그 특징을 Table 1에 보여준다. α -알루미나는 일본 Sumitomo사의 AKP30($d_{50} \cong 0.36 \mu\text{m}$)을 사용하였으며, 알루미나 졸은 Al(O-i-Bu)₃(Alfa Products, +95%)와 HCO₂H를 사용하여 제조하였다¹⁰⁾.

2.2. 알루미나 분말 제조

위의 보헤마이트를 700°C 에서 2시간 열처리하여 γ -알루미나를 얻었다. γ -알루미나를 3 wt% α -알루미나와 함께 고순도 알루미나 불을 사용하여 하소 과정에서 생긴 응집을 분쇄하기 위하여 증류수에서 24시간 밀링한 다음, γ -알루미나의 표면을 modify 하고 분산을 좋게 하기 위해 3 wt%에 해당하는 알루미나 졸을 첨가한 후, 다시 12시간 밀링을 행하였다. 이 슬러리를 건조한 후 분당 10°C 로 승온하여 1100°C 에서 1시간 열처리하여 α -알루미나로 전이시킨 다음, 분쇄를 위하여 알루미나 불(직경 5 mm)을 사용하여 24시간 습식 밀링한 후 건조하여 알루미나 분말을 제조하였다. 또한 Disperal 20/1, 10/1, 10/3은 1150°C 에서 1시간 열처리에서는 θ -알루미나가 나타나므로, seeding 및 알루미나 졸 첨가 효과를 비교하기 위한 실험으로서 이들을 1200°C 에서 1시간 열처리하여 α -알

Table 1. Characteristics of Various Boehmite Powder

Disperal	Special	10/1	20/1	20/2	10/3
Al ₂ O ₃	% min.	65	65	65	65
Carbon	% max.	0.5	0.5	0.5	5.0
SiO ₂	% max.	0.025	0.025	0.025	0.025
Fe ₂ O ₃	% max.	0.020	0.020	0.020	0.020
Na ₂ O	% max.	0.005	0.005	0.005	0.005
NO ₃ ⁻	% max.	—	—	3.5	—
Cl ⁻	% max.	3.5	3.5	—	—
CH ₃ COO ⁻	% max.	—	—	—	12
Surface Area	m ² /g	>160	>160	>160	>230
Con. of Al ₂ O ₃	(wt%) in dispersion	7	13	13	7

루미나로 만든 후 습식 밀링한 후 건조하여 분말을 얻었다.

2.3. 분말의 특성 측정

분말의 크기와 모양을 관찰하기 위해 알루미나 분말을 에탄올에서 초음파를 사용하여 분산시킨 후 TEM(JEOL, 200CX)을 사용하여 160 kV 에서 관측하였다. 분말의 입도 분포는 알루미나 분말을 0.05%의 calgon 용액에 초음파를 사용하여 분산시킨 후 원심 분리 입도 분포기(Shimazu, SA-CP2)를 사용하여 측정하였다.

분말의 열분석은 TG/DSC(Netzsch STA 409)을 이용하여 $\sim 20 \text{ mg}$ 의 분말을 Pt/Rh crucible에 넣고 공기를 흘려주면서 분당 10°C 로 실온에서 1300°C 까지 올리면서 측정하였다.

제조된 분말의 소결성을 보기 위해 직경 10 mm의 pellet을 1 ton/cm^2 에서 일축성형하여 분당 5°C 로 승온하여 $1450 \sim 1550^\circ\text{C}$ 에서 2시간 유지한 후 노냉하였다. 소결밀도는 water immersion 방법으로 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

Ziegler process을 종결하기 위해 사용하는 산의 종류에 따라, 부산물로 얻어지는 보헤마이트의 큰 차이는 Table 1에 보여준 것처럼 음이온의 종류와 분산성이다. 그러나, 이들 분말로부터 같은 공정을 거쳐 제조된 α -알루미나 분말은 Fig. 1에 보여준 것처럼 모양과 크기가 다를 수 있다.

Fig. 1(b), (d), (f)와 (h)는 여러 종류의 보헤마이트를 1200°C 에서 단순히 1시간 열처리하여 얻어진 α -알루미나

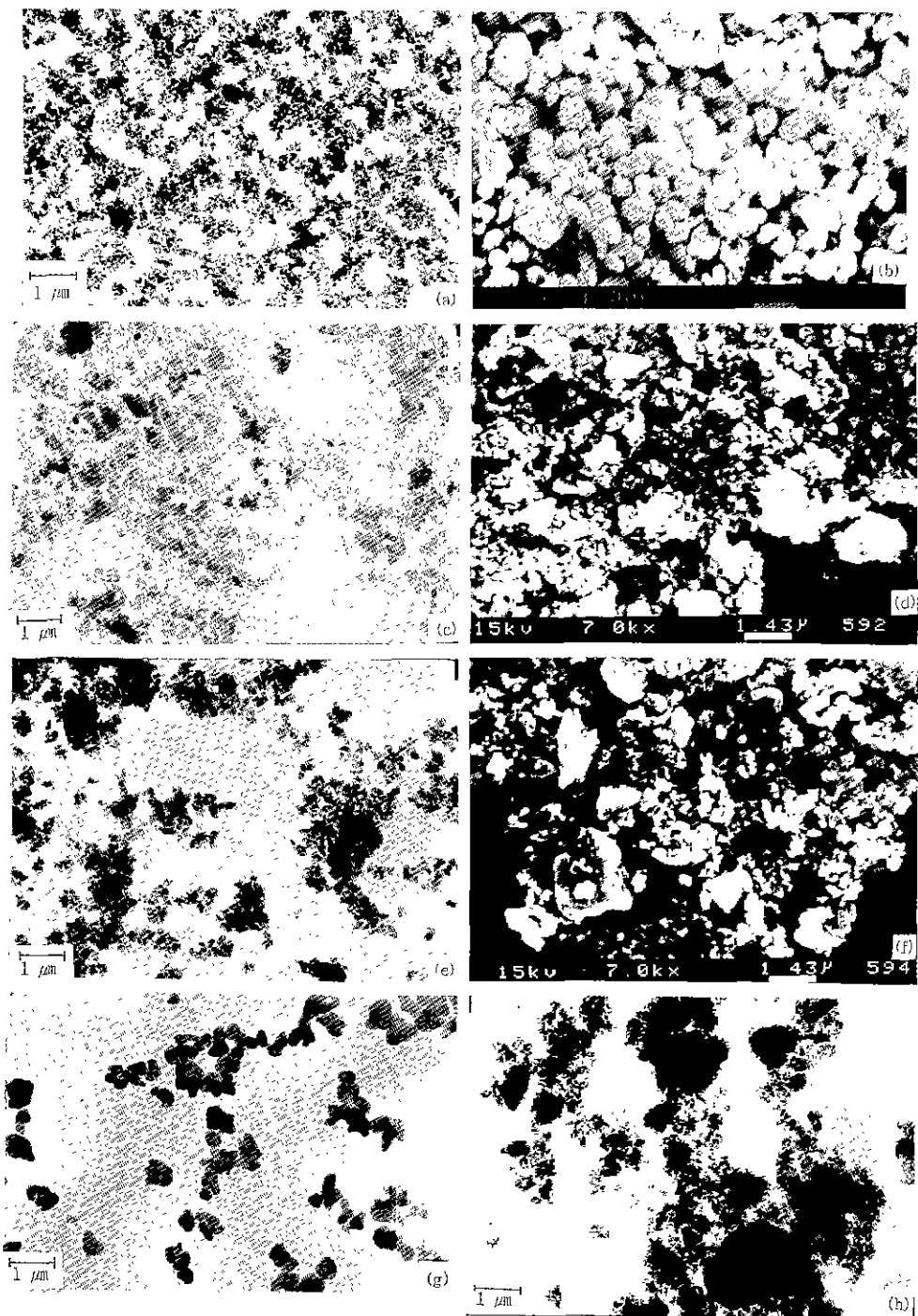


Fig. 1. TEM micrographs of α -alumina powders prepared from boehmite by treating with the sol and the α - Al_2O_3 ($d_{50}=0.36 \mu\text{m}$) and followed by calcination at 1100°C for 1 h.: (a) Dispersal 20/1, (c) Dispersal 10/3, (e) Dispersal 20/2, and (g) Dispersal 10/1, or by calcination untreated boehmite at 1200°C for 1 h.: (b) Dispersal 20/1, (d) Dispersal 10/3, (f) Dispersal 20/2, and (h) Dispersal 10/1.

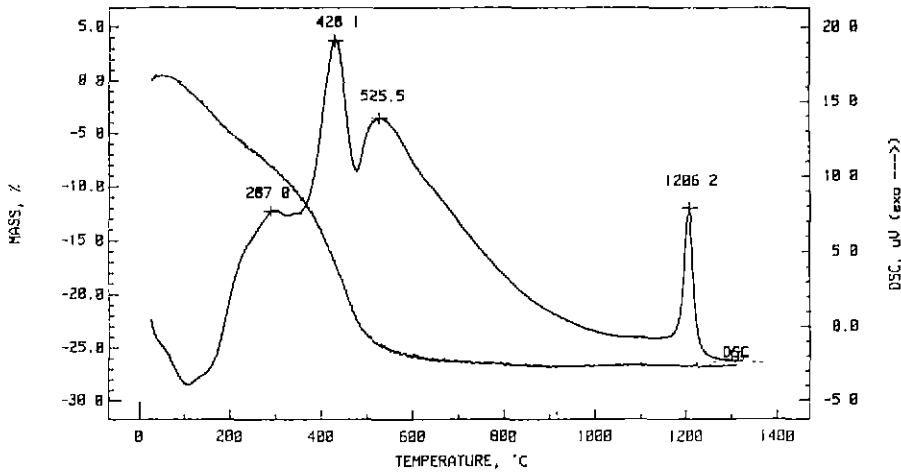


Fig. 2. DSC unves of Disperal 10/3 with a heating rate of 10°C/min under a flowing air.

분말을 나타내며, 보헤마이트를 700°C에서 2시간 열처리하여 얻어진 γ -알루미나를 α -알루미나와 알루미나 졸로 처리한 후, 1100°C에서 1시간 열처리하여 얻어진 α -알루미나 분말의 형상은 Fig. 1(a), (c), (e)와 (g)에 나타나 있다. Cl⁻이 포함된 Disperal 20/1의 경우 알루미나 졸과 seed로 처리된 분말(a)은 $\sim 0.1 \mu\text{m}$ 의 구형의 미세 분말이 주를 이룬다. 그러나, α -알루미나나 알루미나졸로 처리되지 않은 분말(b)은 대체로 균일한 4~6 μm 의 크기이다.

Fig. 2의 DSC곡선을 보면 Disperal 10/3은 3개의 발열 peak을 나타낸다. 12 wt%의 CH₃COO⁻가 포함된 Disperal 10/3의 경우는 Fig. 1(c)와 (d)에서 보는 바와 같이 1200°C의 단순한 열처리로도 Cl⁻가 섞여 있는 보헤마이트의 경우와는 다르게 대체로 0.1~0.3 μm 의 미세분말로 이루어져 있으며 1~2 μm 의 큰 응집체 및 결정이 많이 섞여 있는 α -알루미나를 얻었다. 이는 섞여있는 CH₃COO⁻가 분해되어 산화 및 탄화 과정을 거쳐 날아감으로서 미세분말도 생성되는 반면 발열반응에 의한 부분적 가열로 커다란 응집체가 생성되어 α -상으로의 결정화 열처리에서 잘 분해되지 않은 커다란 결정이 생성되었음을 알 수 있다. 알루미나 졸과 seed로 처리된 분말을 1100°C에서 열처리하면 Fig. 1(c)에 보여준 것처럼 $\sim 1 \mu\text{m}$ 의 응집체도 있으나 수십 μm 의 많은 1차 입자들로 구성된 α -알루미나로 0.2~0.3 μm 의 입자들이 주를 이룬다.

3 wt%의 NO₃⁻가 섞여 있는 보헤마이트로부터 얻은 알루미나 분말의 경우는 Fig. 1(e)와 (f)을 관찰하면, 단순한 열처리에 의해 생성된 α -알루미나 분말은 10/3의

경우와 비슷한 모양으로 nm 크기의 미세한 분말과 분쇄되지 못한 1~2 μm 크기의 응집체와 결정들이 서로 혼합되어 있으나, 졸과 seed로 처리된 분말은 $\sim 0.1 \mu\text{m}$ 의 고른 분말이었다. 또한 Cl⁻가 같은 양 포함된 보헤마이트라도 Fig. 1(a)와 (g)로부터 Disperal 20/1과 10/1은 같은 공정을 거쳤지만 서로 다른 모양의 α -알루미나 분말이 제조되었음을 알 수 있다. Fig. 1(g)는 Disperal 10/1을 알루미나 졸과 알루미나 seed로 처리하여 얻은 α -알루미나 분말로서 Disperal 20/1의 경우처럼 거의 구형이나 크기는 0.3~0.5 μm 로서 Desperal 10/1로 제조된 분말보다 좀 더 큰 입자분포를 가지고 있음을 보여준다. 또한 1200°C에서 1시간 열처리하여 얻은 α -알루미나 분말도 대체로 분말 20/1의 경우와는 달리 Fig. 1(h)에서 보는 것처럼 $\sim 0.1 \mu\text{m}$ 의 입자들이 $\sim 2 \mu\text{m}$ 의 커다란 응집체들과 섞여 있다. Table 1에서 보인 바와 같이 제조사에서 제공한 자료에 의하면 Disperal 20/1과 10/1의 차이는 분산되는 슬러리의 알루미나 양의 차이 뿐이다. 그러나 DSC에서 $\theta \rightarrow \alpha$ -알루미나로의 상전이 온도가 20/1이 1209.7°C로 10/1의 1218.7°C보다 9°C 낮게 나타나므로 20/1로부터 제조된 α -알루미나의 입자가 작은 것은 당연하다고 판단된다.

위의 결과를 볼 때 보헤마이트로부터 α -알루미나를 제조할 때 포함된 음이온의 종류에 따라 입자의 모양이 많이 좌우되며, 또한 보헤마이트 종류에 따라 α -알루미나 입도분포가 많은 영향을 받게 됨을 알 수 있다. 즉 Cl⁻가 포함된 보헤마이트로부터 제조된 분말은 거의 구형이며 크기가 고른 편이다. NO₃⁻가 포함된 보헤마이트로부터는 제조된 분말의 모양은 거의 등방형에 가까우며

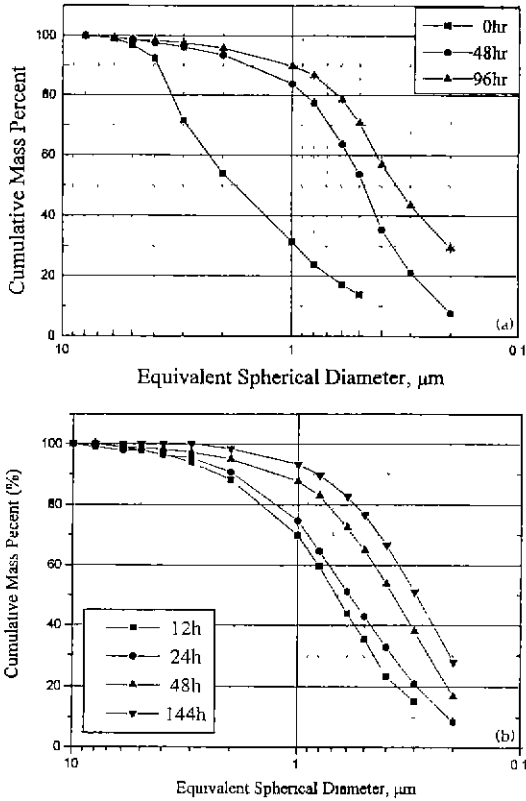


Fig. 3. Particle size distribution as a function of milling time for α -alumina powder derived from: (a) Disperal 20/1 and (b) Disperal 10/3.

크기는 역시 균일한 편이다. 그러나 CH_3COO^- 가 포함된 보헤마이트로부터는 모양도 크기도 고르지 못하다. 이와 같은 음이온의 영향을 자세히 조사하는 것은 흥미 있겠으나, 본 논문의 취지는 이러한 현상을 관찰하고 음이온이 입도분포와 소결에 미치는 영향을 자세히 조사하는 데 있다. Seeding과 알루미나 졸을 사용하여 제조된 분말중 10/3과 20/1을 사용한 분말의 입도분포를 Fig. 3에 나타내었다. Fig. 3(a)는 Disperal 20/1으로부터 제조된 분말의 밀링 시간이 입도분포에 미치는 영향을 나타내었다. 1100°C 에서 1시간 열처리된 α -알루미나 분말 그 자체로도 평균입도가 $1.8\ \mu\text{m}$ 이며, $>4\ \mu\text{m}$ 의 분말이 $\sim 7\%$ 로, 이는 Disperal 20/1을 1200°C 에서 1시간 열처리하여 얻은 α -알루미나 분말을 48시간 불밀링하여 얻은 분말의 $4\sim 6\ \mu\text{m}$ 보다 훨씬 작음을 볼 수 있다. 밀링시간을 48시간, 96시간으로 증가시킴으로서 평균입도가 $1.8\ \mu\text{m}$ 에서 $0.48\ \mu\text{m}$, $0.35\ \mu\text{m}$ 로 작아짐을 알 수 있었다. 또한 Disperal 10/3의 경우 밀링시간이 12, 24, 48, 144시간으로

Table 2. Characteristics of Prepared α -Alumina from Various Boehmite with 3 wt% of α -Alumina ($d_{50}=0.36\ \mu\text{m}$) Seeds and 3 wt% of the Alumina Sol.

Disperal	Milling Time (h)	D_{50} (μm)	Green Density (g/cm^3)	Sintered density (g/cm^3)		
				1450°C	1500°C	1550°C
				/2 h.	/2 h.	/2 h.
10/1**	48	n.a#	2.12	n.s*	n.s	n.s
20/1	24	0.48	1.75	3.78	3.80	3.90
20/2	96	0.35	1.87	3.73	3.89	3.90
10/3	72	0.35	1.88	3.53	3.88	3.91
AKP-30		0.36	2.19	3.87	3.89	3.89

*: not sintered, #: not available

** : treated at 1200°C for 1 h. without sol and seeds for comparison

증가함에 따라 평균입도도 $0.68, 0.58, 0.37, 0.29\ \mu\text{m}$ 로 감소함을 볼 수 있었다. 따라서 미량의 알루미나 졸과 seed로 γ -알루미나를 처리하면 응집 발생을 효과적으로 억제할 수 있으며, 미분말로 쉽게 분쇄됨을 알 수 있었다.

포함된 음이온이 제조된 알루미나 분말의 소결성에 미치는 영향을 보기 위해 본 논문에서 제시한 방법에 따라 제조된 α -알루미나 분말을 $1450\sim 1550^\circ\text{C}$ 에서 2시간 소결한 결과를 Table 2에 보여준다.

위의 결과 중 특이한 점은 Disperal 10/1로부터 단순한 열처리로 제조된 α -알루미나 분말은 $2.12\ \text{g}/\text{cm}^3$ 의 높은 성형밀도를 보여주나 1550°C 에서 2시간의 조건으로도 소결이 일어나지 않았다는 것이다. 20/1로부터 얻은 분말의 입도 분포가 $4\sim 6\ \mu\text{m}$ 이므로 $\theta \rightarrow \alpha$ -알루미나로의 상전이 온도가 9°C 높은 10/1의 경우 이보다 좀더 큰 입도분포를 보일 것이며, 따라서 packing 밀도도 sub-micron 분말의 경우보다 높을 것이나, 표면적이 작아서 1550°C 에서는 소결이 일어나지 못할 것으로 예상된다. 그러나 20/1, 20/2, 10/3로부터 제조된 분말은 상분화된 AKP-30과 비교하여 볼 때, 상대 성형밀도가 50% 이하로 granule화 된 AKP-30의 55%보다 많이 낮으나 소결은 같은 정도로 잘 이루어짐을 알 수 있었다. 1450°C 에서 2시간 소결시에는 AKP-30의 소결이 빨리 이루어지나, 1500°C , 1550°C 가 되면 같은 정도로 이루어짐을 알 수 있었다. 이는 낮은 성형밀도에 기인한 것이며, 10/3의 경우 1450°C 에서 $3.53\ \text{g}/\text{cm}^3$ 로 특히 낮은 이유는 섞여 있던 수십 μm 의 미세분말들의 소결이 빨리 진행되어

부분적 소결로 미세 기공이 생성되어 소결이 빨리 진행되지 못하나 1500°C에서는 분말의 표면 활성화 에너지가 충분히 높아져 소결이 이루어진 것으로 설명된다.

이들 분말이 1550°C의 소결온도에서 높은 소결밀도를 보여주므로, 분말의 성형밀도를 granule을 만들어 증가시키면 소결이 보다 낮은 온도에서 쉽게 이루어질 것으로 예상된다.

4. 결 론

Long chain의 알콜을 제조하는 Ziegler process 부산물로 생성되는 보헤마이트는 반응을 종결시키는 과정에서 사용되는 산의 종류에 따라 Cl^- , NO_3^- , CH_3COO^- 가 불순물로 첨가되어 있다. Cl^- 가 포함된 Disperal 20/1을 1200°C에서 1시간 열처리한 후 48시간 볼밀링으로 분쇄하여 제조된 α -알루미나는 4~6 μm 의 입도분포를 보여 주었다.

이러한 보헤마이트를 열처리하여 얻은 γ -알루미나를 알루미나 졸과 알루미나 seed을 이용하여 1100°C에서 1시간 열처리하여 α -알루미나를 제조할 때 보헤마이트에 포함된 소량의 음이온이 제조된 α -알루미나 분말의 모양과 입도 분포 및 소결밀도에 미치는 영향을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Cl^- 가 포함된 Disperal 20/1로 부터 제조된 α -알루미나 분말은 ~0.1 μm 구형의 초미분이었으나, 같은 Cl^- 가 포함되어 있는 Disperal 10/1로 부터는 입자의 모양은 거의 구형으로 비슷하나 크기가 ~0.3~0.5 μm 인 분말을 얻었다.

2. NO_3^- 가 포함된 Disperal 20/2로부터는 0.1~0.3 μm 의 등방형 α -알루미나 분말을 얻었다.

3. CH_3COO^- 가 포함된 Disperal 10/3으로 부터는 ~1 μm 의 응집체도 섞여 있으나 수십 nm 크기의 많은 입자들이 섞여 있으며 0.2~0.3 μm 의 입자들이 주를 이루는 α -알루미나 분말을 얻었다.

4. Disperal 10/1을 1200°C에서 1시간 열처리한 후 48시간 볼밀링하여 만든 α -알루미나 분말은 4~6 μm 분포를 나타내었다. 이 분말을 일축성형시 성형밀도는 53%나 되나, 1550°C/2 h. 열처리로 소결이 되지 않았으나, Disperal 20/1, 20/2, 10/3을 α -알루미나 seeds와 알루미나 졸로 처리하여 얻은 α -알루미나 분말은 성형밀도가 44~

47%로 낮으나 1500, 혹은 1550°C에서 상업용 알루미나인 AKP-30만큼 높은 소결밀도를 보였다.

감사의 글

본 연구는 코스모산업(주)의 연구비 지원으로 이루어졌으며, 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. F.W. Dynys and J.W. Halloran, "Alpha Alumina Formation in Alum-Derived Gamma Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**(9), 442-48 (1982).
2. W.H. Gitzen, Alumina as a Ceramic Material; pp. 7-28, Special Publication No. 4, The American Ceramic Society, Inc., Columbus, OH, 1970.
3. R.K. Iler, "Fibrillar Colloidal Boehmite; Progressive Conversion to Gamma, Theta, and Alpha Aluminas," *J. Am. Ceram. Soc.*, **44**(12), 618-24 (1961).
4. S.J. Wilson, "Phase Transformations and Development of Microstructure in Boehmite-Derived Transition Aluminas," *Proc. Br. Ceram. Soc.*, **28**, 281-94 (1979).
5. S.J. Wilson and G.D. McConnell, "A Kinetic Study of the System Gamma $AlOOH/Al_2O_3$," *J. Solid State Chem.*, **34**, 315-22 (1980).
6. P.A. Badkar, and J.E. Bailey, "The Mechanism of Simultaneous Sintering and Phase Transformation in Alumina," *J. Mat. Sci.*, **11**, 1994-1806 (1976).
7. T. Tsuchida, R. Furuchi, T. Ishii, and K. Itoh, "The Effect of Cr^{3+} and Fe^{3+} ions on the Transformation of Different Aluminum Hydroxides to $\alpha-Al_2O_3$," *Thermochim. Acta*, **64**, 337-53 (1983).
8. G.C. Bye and G.T. Simpkin, "Influence of Cr and Fe on the Formation of $\alpha-Al_2O_3$ from $\gamma-Al_2O_3$," *J. Am. Ceram. Soc.*, **57**(8), 367-71 (1974).
9. H. Yaparlar and H. Hausner, "Densification of Alumina Derived from Aluminum Hydroxide Precipitated with $\alpha-Al_2O_3$ Seeds," pp. 417-23 in Ceramic Transactions, vol. 22, Ceramic Powder Science, IV, Ed. by Hirano, G.L. Messing and H. Hausner, Am. Ceramic Soc., Westerville, OH, 1991.
10. K.R. Han, C.S. Lim, and M.J. Hong, "New Alumina Sol Derived from $Al(O-i-Bu)_3$ and Formic Acid," submitted to publication.