

## Fabrication of $\alpha$ -Alumina Nanopowders by Thermal Decomposition of Ammonium Aluminum Carbonate Hydroxide (AACH)

Yong-Taeg O, Dong-Chan Shin, and Sang-Woo Kim\*<sup>†</sup>

Department of Advanced Materials Engineering, Chosun University, Gwangju 501-759, Korea

\*Nano-Materials Research Center, Korea Institute of Science and Technology, Secul 136-791, Korea

(Received February 6, 2006; Accepted March 23, 2006)

### 암모늄 알루미늄 탄산염(AACH)의 열분해에 의한 $\alpha$ -알루미나 나노분말 제조

오용택 · 신동찬 · 김상우\*<sup>†</sup>

조선대학교 신소재공학과

\*KIST 재료연구부 나노재료연구센터

(2006년 2월 6일 접수; 2006년 3월 23일 승인)

#### ABSTRACT

$\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopowders were fabricated by the thermal decomposition and synthetic of Ammonium Aluminum Carbonate Hydroxide (AACH). Crystallite size of 5 to 8 nm were fabricated when reaction temperature of AACH was low, 8°C, and the highest [NH<sub>4</sub><sup>+</sup>][AlO(OH)<sub>n</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3-n/2</sub>][HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>] ionic concentration to pH of the Ammonium Hydrogen Carbonate (AHC) aqueous solution was 10. The phase transformation from NH<sub>4</sub>Al(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, rhombohedral (Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>), amorphous-,  $\theta$ -,  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> was examined at each temperature according to the AACH. A Time-Temperature-Transformation (TTT) diagram for thermal decomposition in air was determined. Homogeneous, spherical nanopowders with a particle size of 70 nm were obtained by firing the 5 to 8 nm crystallites, which had been synthesized from AACH at pH 10 and 8°C, at 1150°C for 3 h in air.

**Key words :** Ammonium Aluminum Carbonate Hydroxide (AACH), pH,  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Nanopowders, TTT diagram

### 1. 서 론

투광성 세라믹스나 레이저 소자용 단결정 등의 특수한 용도에 이용되는 알루미나는 고순도로 미세하며 균일한 입자를 가져야 한다는 특징을 가지고 있다.<sup>1,2)</sup> 그 알루미나 제조법은 암모늄명반의 열분해법, 유기알루미늄 가수분해법, ethylene chlorohydrin, 암모늄알루미늄 탄산염의 열분해법, Bayer법 등이 있다.<sup>3-5)</sup> 이들의 제조법은 모염을 소성하여 얻어지며  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 소결성은 모염의 화학조성에 의해 결정되고 그 중에서 암모늄알루미늄 탄산염의 열분해법에 의해 얻어진  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 소결성이 가장 좋다고 보고되고 있다.<sup>6)</sup>

암모늄 알루미늄 탄산염의 열분해법으로서는 탄산수소 암모늄(NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>) 수용액과 암모늄 명반(NH<sub>4</sub>Al(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>) 수용액과 반응시켜서 암모늄 알루미늄 탄산염(NH<sub>4</sub>AlO(OH)HCO<sub>3</sub>)을 제조하고 이것을 열분해 하여  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말을 제조하는 방법이다. 여기서 암모늄 알루미늄 탄산염의 제조조건으로서는 반응액의 pH나 반응액 중의 이온종류 및

그 농도가 중요하다. 지금까지 이와 같은 방법에 의해서 합성된 분말을 열분해법에 의해 얻어진  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자크기는 200 nm 이상이었다. 그리고 최근에 나노분말을 제조하는 방법으로서 AACH를  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 상까지 열분해하여 파쇄한 후 수소나 고진공분위기 중에서 열처리하여 60 nm를 제조하였다고 보고되고 있다.<sup>7-10)</sup> 그러나  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 상을 파쇄하는 과정에서 혼입되는 불순물의 문제로 인하여 고순도의 분말을 제조하기가 어렵다. 또한 소결조제를 첨가하는 경우에는  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말 중에 첨가하여 혼합한 후 사용하기 때문에 소결체 제조시 결정입자는  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자크기에 의해 결정된다.

따라서 본 연구에서는 암모늄 명반과 탄산수소암모늄을 저온에서 반응시켜 암모늄알루미늄탄산염(AACH) 전구체를 제조하고 이 전구체를 열분해를 통해서 각각의 NH<sub>4</sub>Al(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, rhombohedral(Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>), amorphous-,  $\theta$ -,  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>에 대한 TTT 상태도 작성 및 나노분말의 제조에 관한 것이다.

### 2. 실험 방법

암모늄 알루미늄 탄산염(NH<sub>4</sub>AlO(OH)HCO<sub>3</sub>, 이후 AACH

<sup>†</sup>Corresponding author : Sang Woo Kim

E-mail : swkim@kist.re.kr

Tel : +82-2-958-5526 Fax: +82-2-958-5529

로 표기) 전구체 분말을 제조하기 위한 원료는 탄산수소 암모늄( $\text{NH}_4\text{HCO}_3$ , sigma E.P.), 암모늄 명반( $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ , sigma E.P.)을 이용하였다.

AACH는 1.5 mol/l의 탄산수소암모늄 수용액 중에 0.1 mol/l의 암모늄 명반 수용액을 적정하여 제조하였다. 이하에서는 탄산수소암모늄 및 암모늄 명반 수용액을 각각 AHC 및 AA 수용액이라고 기술한다. AHC 수용액의 pH는 염산(HCl, wako pure chemical industries, Ltd. GR.)과 암모니아(25%  $\text{NH}_3$  in water, wako pure chemical industries, Ltd. GR.)를 첨가하여 8~11의 범위로 조절하고 반응온도는 8~20°C로 하였다.

소정의 pH로 조정된 AHC 수용액 100 ml을 소정의 온도에서 유지한 수용액 중의 비커에 넣고 이 용액을 magnetic stirrer로 교반시키면서 AA 수용액 100 ml를 10 ml/min의 속도로 적정하여 30 min 반응시켜 침전물을 생성시켰다. 얻어진 침전물은 암모니아 물로 세척한 후 60°C에서 건조하였다.

연속적인 가열과정 중 AACH로부터  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 까지의 열분해법에 의한 상 전위과정을 조사하기 위하여 TG-DTA (Netzsch, STA 409 PC)을 이용하여 가열속도 10°C/min로 행하였다. 건조된 AACH 분말의 열분해법에 따른 상 전위 온도를 조사하기 위하여 상온에서 1200°C에서 열처리 하였다.

제조된 분말과 열분해한 시료의 결정상은 X-선회절 장치(XRD: Rigaku D-Max III A)으로 입자의 형상, 크기 및 미세조직은 FE-SEM(Hitachi, S-4700)을 이용하여 확인하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 반응온도와 AHC 수용액의 pH 농도 및  $[\text{NH}_4^+]$

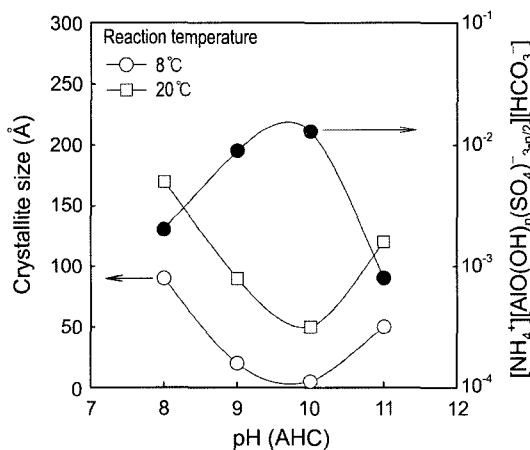
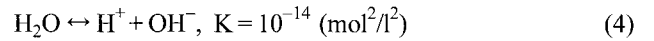
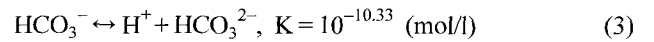
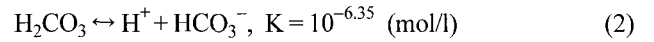
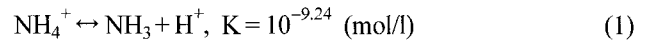


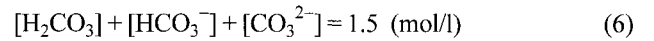
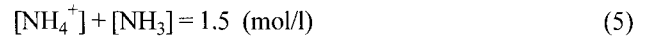
Fig. 1. Change of crystallite size of synthesized AACH and  $[\text{NH}_4^+][\text{AlO}(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-n/2}][\text{HCO}_3^-]$  calculated by the master variable technique of ionic equilibrium in AHC and AA aqueous solutions as a function of pH of AHC aqueous solution.

$[\text{AlO}(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-n/2}][\text{HCO}_3^-]$  이온 농도에 따른 AACH 제조시의 입자크기 변화를 그래프로 나타낸 것이다. 반응 온도 8°C에서 AHC 수용액의 pH가 8의 경우에 AACH 결정입자크기는 80 nm이었고, pH가 9의 경우에는 20 nm, pH가 10의 경우에는 5~8 nm, pH가 11의 경우에는 70 nm로 pH의 변화에 따라 AACH 결정입자크기가 변화하였다. 반응온도 20°C에서 pH가 8의 경우에는 170 nm이었고, 9의 경우에는 80 nm, 10의 경우에는 50 nm, 11의 경우에는 130 nm로 변화하였다. AACH 합성 중에 존재하는  $[\text{NH}_4^+][\text{AlO}(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-n/2}][\text{HCO}_3^-]$  이온 농도는 pH에 따라 변화하였다. AACH 분말의 결정입자크기는 AHC 수용액의  $[\text{NH}_4^+][\text{AlO}(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-n/2}][\text{HCO}_3^-]$  이온 농도가 높은 pH 10의 조건에서 제조할 경우에 가장 작은 입자크기를 얻었다. pH가 8, 11과 같이  $[\text{NH}_4^+][\text{AlO}(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-n/2}][\text{HCO}_3^-]$  이온 농도가 작아지며 AACH 결정입자 크기도 크게 성장하였다.

AHC 수용액과 AA 수용액의 반응에 의한 AACH가 생성하는 경우 염인 AHC 및 AA의 분해는 pH에 의존한다.<sup>6,10)</sup> AHC 수용액 중에는  $\text{NH}_4^+$ 와  $\text{HCO}_3^-$ 으로 분리되고, 식 (1)~(4)로 표현되며 평형상수<sup>11)</sup>(25°C)의 식이 성립된다.

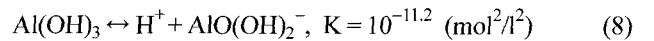
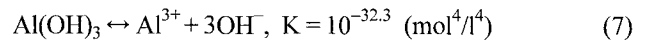


그리고 본 연구에서 이용한 AHC 수용액의 농도가 1.5 mol/l이기 때문에 물질지배의 조건으로서는 식 (5), (6)이 성립된다.



식 (1)~(6)에 의한 pH에 대한 각 화학 종류의 농도  $[\text{NH}_3]$ ,  $[\text{NH}_4^+]$ ,  $[\text{H}_2\text{CO}_3]$ ,  $[\text{HCO}_3^-]$ ,  $[\text{CO}_3^{2-}]$  변화를 알 수 있다.

또한 AA 수용액에 대한 이온 평행의 주요변수도 AHC 수용액의 경우와 같이 아래의 순서로 구할 수 있다. AA는 수용액에서는  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ 로 분리되고 식 (4)를 대입하여 식 (7), (8)이 성립된다.



그리고 본 연구에서 이용한 AA 수용액의 농도가 0.1 mol/l이기 때문에 물질을 지배하는 조건으로서는 식 (9), (10)이 성립된다.

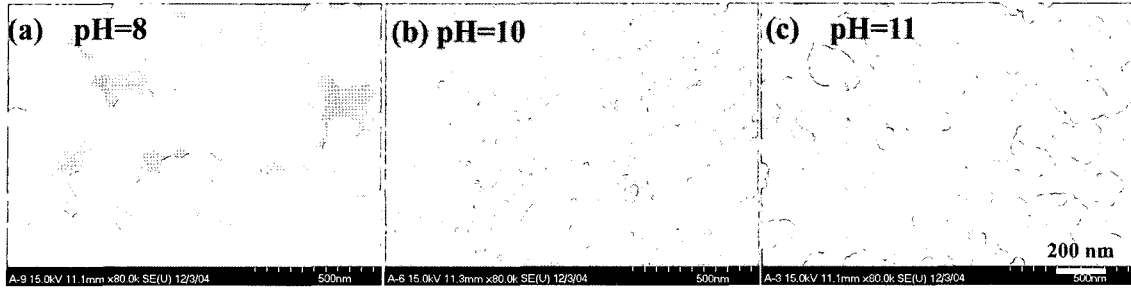


Fig. 2. SEM photographs showing the AACH size change by the pH; (a) 8, (b) 10, and (c) 11 at 8°C.

$$[Al^{3+}] \leq 0.1 \text{ (mol/l)} \tag{9}$$

$$[AlO(OH)_2^-] \leq 0.1 \text{ (mol/l)} \tag{10}$$

식 (4), (7)~(10)에 의한 pH에 대한 각 화학 종류의 농도  $[Al^{3+}]$ ,  $[AlO(OH)_2^-]$  변화를 알 수 있다.

AACH의 합성하기 위해서는 Kato에 의하면  $HCO_3^-$ 와  $AlO(OH)_2^-$ 가 필요하다고 보고하고 있다.<sup>11)</sup> AACH의 생성에는 식 (1)~(10)에서 나타낸 것처럼 AHC, AA 수용액에 대한 이온평형 주요변수에 의한  $NH_4^+$ ,  $HCO_3^-$ ,  $AlO(OH)_2^-$  이온이 필요하다. 따라서 AHC 수용액의 pH 농도 즉,  $[NH_4^+][AlO(OH)_n(SO_4)_{3-n/2}][HCO_3^-]$  이온 농도가 높은 조건에서 제조할 경우에 가장 입자크기가 작은 AACH 분말을 얻을 수 있다고 생각된다.

Fig. 2는 반응온도 8°C에서 AHC 수용액의 pH를 8, 10, 11로 변화시켜 합성한 AACH 분말의 SEM 관찰결과를 나타낸다. AHC 수용액의 pH를 8로 한 경우에는 AACH의 입자가 약 80 nm이었고, pH를 10으로 하면 5~8 nm이었고, 11로 하면 40 nm의 크기의 결정입자를 얻을 수 있다.

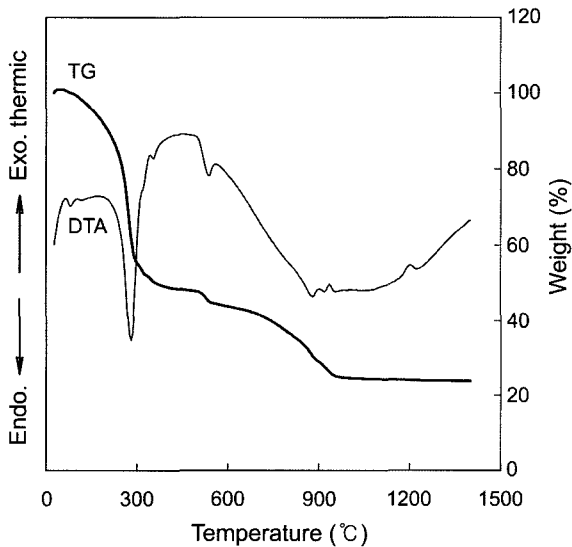


Fig. 3. TG-DTA curves of AACH powders. Heating rate 10°C/min.

따라서 AACH 전구체 분말이 가장 적은 최적 조건은 반응온도는 8°C와 AHC 수용액의 pH를 10으로 결정하였다.

Fig. 3은 AA 수용액과 AHC 수용액을 반응시켜 얻어진 전구체 분말의 TG-DTA 측정결과를 나타낸다. AACH 전구체 분말의 DTA 결과를 보면 260°C, 535°C, 890°C에서 3개의 흡열피크와 923°C, 1200°C 부근에 2개의 발열피크가 확인되었다. DTA의 곡선에 따른 TG곡선을 보면 260°C 부근의 흡열피크는 AACH 전구체 분말 중에  $OH^-$  및  $CO_3^{2-}$ 가 분리와 증발과정에 의한 것으로 무게 감소는 32%이었고, 535°C 부근에서의 흡열피크는 유기물의 분리와 증발과정에 의한 18%의 무게 감소와 890°C에서의 흡열피크는 분말 중에 결합되어 있는  $SO_4^{2-}$  가스의 분해에 흡열피크로서 30%의 무게 감소로 나타내었으며 그 이상의 온도에서는 무게감소 없이 일정하였다. 이때의 발열피크가 확인된 923°C까지의 총 무게 감소는 73%이었다.

Fig. 4는 AA 수용액과 AHC 수용액을 반응시켜 얻어진 AACH 전구체분말을 각각의 열분해 온도에서 3 h 유지하여 제조된 시편의 XRD 측정결과를 보여주고 있다. 본 실험조건에서 얻어진 합성분말은 모두 AACH를 나타내었고, AACH 전구체 분말을 300°C에서 열분해한 경우에는  $NH_4Al(SO_4)_2$ 상의 Hexagonal 결정상 피크가 관찰되었으며 300~600°C에서 열분해한 경우에는 rhombohedral ( $Al_2(SO_4)_3$ ) 상의 피크만 관찰되었고, 700°C에서 열분해한 경우에는 amorphous로 결정상 피크가 관찰되지 않았고, 950°C에서는  $\theta$ -상만, 1050°C에서는  $\theta$ - $Al_2O_3$  상 중에서  $\alpha$ -의 결정화 피크가 석출하였다. 그리고 1150°C에서는 고온 안정상인  $\alpha$ - $Al_2O_3$  결정상의 피크만이 확인되었다.

Fig. 5는 5 nm 입자크기의 합성분말을 각각의 열분해 온도와 등온 유지시간에 따른 XRD 결과(Fig. 4와 같이)를 토대로 작성한 TTT 상태도를 나타낸다. AACH는 200°C 이하에서 존재하였고, 200~400°C에서는 AACH가  $NH_4Al(SO_4)_2$ 상으로 존재하는 영역, 400~700°C에서는  $NH_4Al(SO_4)_2$  중에  $NH_4^+$ 가 분리되고 증발하여 rhombohedral( $Al_2(SO_4)_3$ ) 상으로 존재하는 영역, 700~900°C에서는 rhombohedral ( $Al_2(SO_4)_3$ )가 상전위하여 비정질인 amorphous로 존재하는 영역, 900~1000°C에서는 비정질인 amorphous- 중에  $\theta$ -상

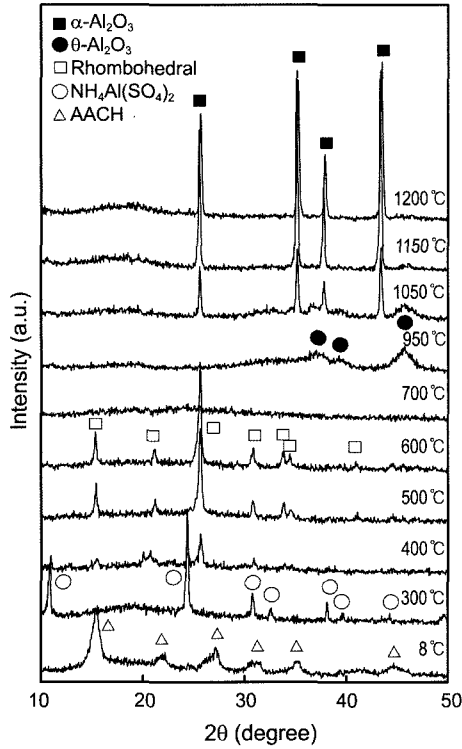


Fig. 4. XRD patterns of phase transformation by the thermal decomposition of AACH.

이 석출하여 두 개의 상이 공존하는 영역, 1000~1100°C 에서는  $\theta$ -상만 존재하는 영역, 1100~1200°C에서는  $\theta$ -상 중에  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  상이 석출하는 영역, 1200°C 이상에서는  $\alpha$ -

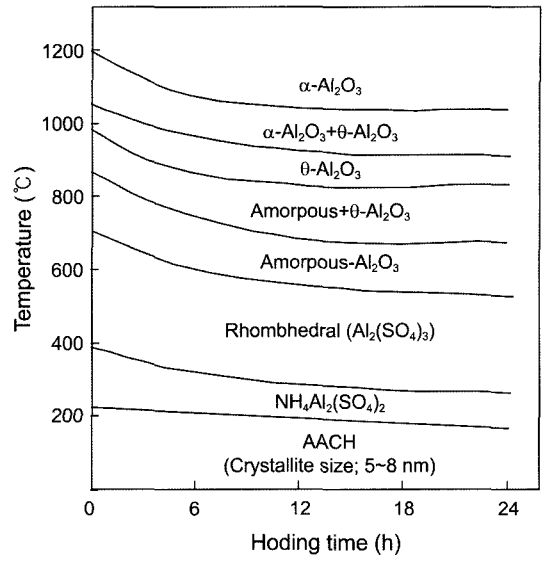


Fig. 5. TTT diagram by the thermal decomposition of AACH.

$\text{Al}_2\text{O}_3$  상만 존재하는 영역으로 열분해 온도와 등온유지 시간에 따라 5개의 상의 영역이 존재하는 것을 알 수 있다. 즉, AACH로부터  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 까지의 열분해 및 상전이 과정을 조사한 결과 AACH 전구체 분말의 크기나 열처리조건에 관계없이  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ , rhombohedral( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ), amorphous-,  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 을 경유하여  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 로 상전위하는 것이 확인되었다.

Fig. 6은 Fig. 5의 TTT 상태도에서 나타난 각각의 상에 대한 미세구조를 SEM 관찰 결과를 보여준다. Fig. 6(a)는

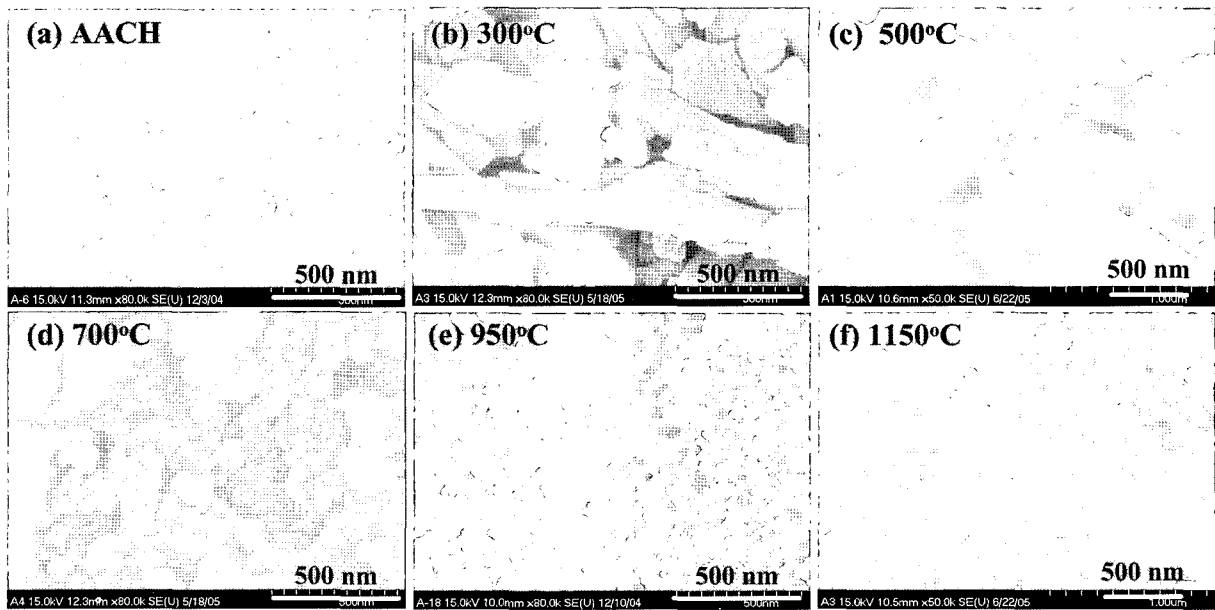


Fig. 6. SEM photographs of phase transformation by the thermal decomposition of AACH. The thermal decomposition temperature; (a) AACH, (b) 300°C, (c) 500°C, (d) 700°C, (e) 950°C, and (f) 1150°C for 3 h, respectively.

최적의 합성조건에서 제조된 AACH로 전구체는 5~8 nm의 입자크기로 구성되어 있다. Fig. 6(b)는 Fig. 6(a)를 300°C에서 3 h 열처리하면 AACH 중  $\text{OH}^-$  및  $\text{CO}_3^{2-}$ 가 분해되고 증발하여  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ 으로 괴상 형태를 보이고 있다. Fig. 6(c)는 500°C에서 3 h 열처리하면  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$  중  $\text{NH}_4^+$ 가 분리와 증발하여 rhombohedral( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ )로 변화하고 입자형태는 Fig. 6의 (b) 보다 작은 판상형으로 나타났다. Fig. 6(d)는 700°C에서 3 h 열처리한 것으로 rhombohedral( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ) 중의  $\text{SO}_4^{2-}$ 가 분리와 증발을 거쳐 비정질인 amorphous- $\text{Al}_2\text{O}_3$ 로 되었으며 입자크기는 100 nm 이었다. Fig. 6(e)는 950°C에서 3 h 열처리한 것으로 amorphous-에서  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  상으로 상전위 되었고 입자크기는 20 nm 아주 작아졌다. 그리고 Fig. 6(f)는 1150°C에서 3 h 열처리하면 20 nm 크기의  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  상이 고온 안정상인  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  상으로 상전위 되었고 입자는 구형에 가까운 70 nm 크기로 성장하였다. 따라서 고온 안정상인 70 nm 크기의  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  나노분말을 제조하기 위해서는 5~8 nm 크기의 AACH 전구체 분말의 합성과 1150°C에서 3 h 열분해가 필요하다.

#### 4. 결 론

암모늄 알루미늄 탄산염(AACH)의 열분해에 의해  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  나노분말을 제조하기 위하여 탄산수소암모늄(AHC) 수용액의 pH 및 반응온도가 AACH 입자크기에 미치는 영향을 조사하였다. AACH를 제조하기 위한 최적 조건으로써 반응온도는 8°C, AHC 수용액의 pH는 10일 때 생성되는 전구체의 입자크기는 5~8 nm이었다. AACH 분말의 결정입자크기는 AHC 수용액의  $[\text{NH}_4^+][\text{AlO}(\text{OH})_n(\text{SO}_4)^{3-n/2}][\text{HCO}_3^-]$  이온 농도가 높은 pH 10의 조건에서 제조할 경우에 가장 작은 입자크기를 얻었다. pH가 8이나 11의 경우에는  $[\text{NH}_4^+][\text{AlO}(\text{OH})_n(\text{SO}_4)^{3-n/2}][\text{HCO}_3^-]$  이온 농도가 감소되는 영역에서 AACH 결정입자 크기는 크게 성장하였다. AACH 전구체 분말의 열분해과정을 통해  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2$ , rhombohedral ( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ), amorphous,  $\theta$ -,  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  등의 상전위 되는 온도를 확인하였다. 또한 등온열처리하여 TTT 상태도를 작성하여 각각의 상전위 영역을 표시하였다. AACH 전구체 분말은 열분해온도 1150°C에서 3 h 열처리하면 70 nm 크기를 갖는  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  결정상을 얻었다. 이러한 TTT 상태도와 70 nm 입자크기를 갖는 알루미늄 나노분말은 고강도 고투광성 소결체 제조 및 다양한 구조체 세라믹스 분야에 응용될 수 있다.

#### Acknowledgment

본 연구는 산업자원부·에너지관리공단 에너지절약 기술개발사업(프로젝트형사업) 지원으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

#### REFERENCES

1. Y. T. O, J. B. Koo, K. J. Hong, J. S. Park, and D. C. Shin, "Effect of Grain Size on Transmittance and Mechanical Strength of Sintered Alumina," *Mater. Sci. and Eng. A*, **374** 191-95 (2004).
2. A. M. Maczura, K. P. Goodboy, and J. J. Koenig, "Aluminum Oxide (Aluminum)," in: Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 3<sup>rd</sup> Edition, Wiley, New York, 218, 1984.
3. K. Kubo, G. Jinpo, E. Mizuwzteri, H. Takahashi, and S. Hayakawa, "Powders-Theories and Application," *Maruzen*, **2** 37 (1979).
4. C. C. Ma, X. X. Zhou, X. Xu, and T. Zhu, "Synthesis and Thermal Decomposition of Ammonium Aluminum Carbonate Hydroxide (AACH)," *Mat. Chem. and Phys.*, **72** 374-79 (2001).
5. Z. Li, X. Feng, H. Yao, and X. Guo, "Ultrafine Alumina Powders Derived from Ammonium Aluminum Carbonate Hydroxide," *J. Mater. Sci.*, **39** 2267-69 (2004).
6. K. Hayashi, S. Toyoda, K. Nakashima, and K. Morinaga, "Optimum Synthetic Condition of Ammonium Aluminum Carbonate Hydroxide (AACH) as Starting Material for Fine  $\alpha$ -Alumina Powders," *J. Ceram. Soc. Jpn. Int. Edition*, **98** 29-34 (1990).
7. S. Fujino, T. Torikai, Y. Miyake, and K. Morinaga, "Preparation of Nano Sized  $\alpha$ -Alumina Powders by Thermal Decomposition of Ammonium Aluminum Carbonate Hydroxide (AACH)," *18th International Japan-Korea Seminar on Ceramics*, pp. 305-09, 2001.
8. K. Morinaga, T. Torikai, K. Nakagawa, and S. Fujino, "Fabrication of Fine  $\alpha$ -Alumina Powders by Thermal Decomposition of Ammonium Aluminum Carbonate Hydroxide (AACH)," *Acta Materialia*, **48** 4735-41 (2000).
9. X. D. Sun, J.-G. Li, F. Zhang, X. Qin, Z. Xiu, H. Ru, and J. You, "Synthesis of Nanocrystalline  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  Powders from Nonometric Ammonium Aluminum Carbonate Hydroxide," *J. Am. Ceram. Soc.*, **86** 1321-25 (2003).
10. T. Torikai, K. Nakagawa, and K. Morinaga, "Effects of Firing Ammonium Aluminum Carbonate Hydroxide (AACH) under Various Atmosphere Conditions on Particle Size of  $\alpha$ -Alumina," *Eng. Sci. Report Archive*, **22** 1-6 (2000).
11. S. Kato, T. Iga, S. Hatano, and Y. Izawa, "Effect of Synthetic Conditions of  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3$  on Sinterability of Alumina by Thermal Decomposition," *Yogyo-Kyokai Shi*, **84** 255-58 (1976).