



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2012년11월19일  
(11) 등록번호 10-1202625  
(24) 등록일자 2012년11월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
*COIF 7/02* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2004-0014096

(22) 출원일자 2004년03월02일

심사청구일자 2009년02월04일

(65) 공개번호 10-2004-0078570

(43) 공개일자 2004년09월10일

(30) 우선권주장

JP-P-2003-00056806 2003년03월04일 일본(JP)

(뒷면에 계속)

(56) 선행기술조사문헌

KR1020020088393 A\*

\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

스미또모 가가꾸 가부시끼가이샤

일본 도쿄도 주오쿠 신가와 2초메 27-1

(72) 발명자

마끼하지메

일본에히메켄니이하마시호시고에쵸20-1

다께우찌요시아끼

일본에히메켄니이하마시와카미즈쵸1-5-214

(74) 대리인

특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 10 항

심사관 : 이진홍

(54) 발명의 명칭 **α-알루미나 입자물의 제조 방법**

**(57) 요약**

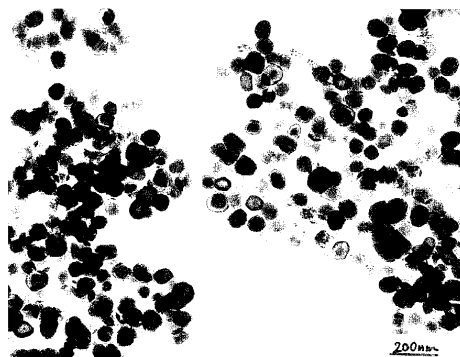
α-알루미나 입자물의 제조 방법을 기술한다. α-알루미나 입자물을 제조하는 방법은 하기의 단계 (I a) 및 (I b), 또는 단계 (II) 를 포함한다:

(I a) pH 5 이하 및 60 °C 이하의 온도 조건 하에서 물, 종자 결정 및 알루미늄 화합물의 가수분해에 의해 수득되는 가수분해물을 함유하는 혼합물로부터 물을 제거하는 단계;

(I b) 생성된 분말을 하소시키는 단계;

(II) 75 내지 1 중량% 의 α-알루미나 전구체 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 형태) 및 25 내지 99 중량% 의 종자 결정 (금속 성분의 산화물 형태)을 함유하는 혼합 분말을 하소시키는 단계.

**대표도** - 도1



(30) 우선권주장

JP-P-2003-00139911 2003년05월19일 일본(JP)

JP-P-2003-00208791 2003년08월26일 일본(JP)

---

**특허청구의 범위**

**청구항 1**

하기의 단계 (Ia) 및 (Ib) 를 포함하는, α-알루미나 입자물의 제조 방법:

(Ia) pH 5 이하 및 60 °C 이하의 온도 조건 하에서 물, 종자 결정 및 알루미늄 화합물의 가수분해에 의해 수득되는 가수분해물을 함유하는 혼합물로부터 물을 제거하는 단계;

(Ib) 생성된 분말을 하소시키는 단계,

여기서, 종자 결정은 알루미나임.

**청구항 2**

제 1 항에 있어서, 단계 (Ia) 의 알루미늄 화합물이 알루미늄 염 또는 알루미늄 알콕시드인 방법.

**청구항 3**

제 2 항에 있어서, 알루미늄 염이 알루미늄 무기염 및 알루미늄 유기염으로 이루어진 군으로부터 선택되는 1 종 이상인 방법.

**청구항 4**

제 3 항에 있어서, 알루미늄 무기염이 알루미늄 니트레이트, 알루미늄 술페이트, 알루미늄 암모늄 술페이트, 암모늄 알루미늄 카르보네이트 히드록시드로 이루어진 군으로부터 선택되는 1 종 이상인 방법.

**청구항 5**

제 3 항에 있어서, 알루미늄 유기염이 알루미늄 옥살레이트, 알루미늄 아세테이트, 알루미늄 스테아레이트, 알루미늄 락테이트 및 알루미늄 라우레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1 종 이상인 방법.

**청구항 6**

제 1 항에 있어서, 단계 (Ia) 에서 염기를 알루미늄 화합물의 가수분해 전에 알루미늄 화합물에 첨가하는 방법.

**청구항 7**

제 1 항에 있어서, 단계 (Ia) 에서 가수분해물 및 종자 결정을 수중에서 분산시키는 방법.

**청구항 8**

제 1 항에 있어서, 단계 (Ia) 에서 가수분해물 ( $Al_2O_3$  의 형태)/종자 결정 (금속 성분의 산화물 형태) 의 중량비가 99 내지 1 중량%/1 내지 99 중량% 인 방법.

**청구항 9**

제 1 항에 있어서, 단계 (Ia) 에서 물의 함량이 가수분해물 및 종자 결정의 총 함량의 100 중량부에 대하여 150 내지 1000 중량부인 방법.

**청구항 10**

삭제

**청구항 11**

삭제

**청구항 12**

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

제 1 항에 있어서, 단계 (Ib) 에서 하소가 600 내지 1000 °C 에서 수행되는 방법.

**명세서**

**발명의 상세한 설명**

**발명의 목적**

**발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술**

[0004] 발명이 속하는 기술분야

[0005] 본 발명은 α-알루미나 입자물의 제조 방법에 관한 것이다. 더욱 특별하게는, 본 발명은 넥킹 (necking) 을 갖는 소량의 α-알루미나 입자물을 제공하는 α-알루미나 입자물을 제조하는 방법에 관한 것이다.

[0006] 그 분야의 종래기술

[0007] α-알루미나는, 결정상이 α이고 반투명 튜브 등의 소결체 제조용 원료로서 광범위하게 사용되는 알루미나 [Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>] 이다. α-알루미나를 제조하기 위한 방법으로서, 알루미늄 가수분해물 및 종자 결정을 수중에서 분산시켜 제조되는 수성 혼합물로부터 물을 제거하여 알루미늄 가수분해물 및 종자 결정을 함유하는 분말 혼합물을 수득하고, 상기 분말 혼합물을 하소시키는 공지된 방법이 있다 [A. Krell, NanoStructured Materials, Vol. 11, 1141 (1999)].

**발명이 이루고자 하는 기술적 과제**

[0008] 그러나, 여기에 기술된 방법에서, 수득된 α-알루미나는 넥킹을 갖는 다량의 입자물을 가지고 있어서, 농밀한 소결체를 제조하기가 어렵다.

**발명의 구성 및 작용**

[0009] 발명의 요약

[0010] 본 발명가는 α-알루미나 입자물을 제조하는 방법을 연구하였고, 그 결과로 본 발명을 완성하였다.

[0011] 즉, 본 발명은 하기의 단계 (Ia) 및 (Ib), 또는 단계 (II) 를 포함하는, α-알루미나 입자물의 제조 방법을 제공한다:

[0012] (Ia) pH 5 이하 및 60 °C 이하의 온도 조건 하에서 물, 종자 결정 및 알루미늄 화합물의 가수분해에 의해 수득되는 가수분해물을 함유하는 혼합물로부터 물을 제거하는 단계;

[0013] (Ib) 생성된 분말을 하소시키는 단계;

[0014] (II) 75 내지 1 중량% 의 α-알루미나 전구체 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 형태) 및 25 내지 99 중량% 의 종자 결정 (금속 성분의 산화물 형태)를 함유하는 혼합 분말을 하소시키는 단계.

[0015] 바람직한 구현예의 상세한 설명

[0016] 본 발명의 제조 방법 I

[0017] 단계 (Ia) 에서, 물, 종자 결정 및 가수 분해물을 함유하는 혼합물로부터 물이 제거된다.

[0018] 단계 (Ia) 에서 사용되는 가수 분해물은 pH 5 이하 및 60 °C 이하의 온도에서 알루미늄 화합물의 가수분해에 의해 수득된다.

[0019] 본원에서 사용되는 알루미늄 화합물은, 예를 들면, 알루미늄 염 또는 알콕시드이다. 알루미늄 염에는 알루미늄 무기염, 예컨대, 알루미늄 니트레이트, 알루미늄 술페이트, 알루미늄 암모늄 술페이트 및 암모늄 알루미늄

카르보네이트 히드록시드; 및 알루미늄 유기염, 예컨대, 알루미늄 옥살레이트, 알루미늄 아세테이트, 알루미늄 스테아레이트, 알루미늄 락테이트 및 알루미늄 라우레이트가 포함되고, 바람직하게는 알루미늄 무기염, 더욱 바람직하게는 알루미늄 니트레이트이다. 알콕시드에는, 예를 들면, 알루미늄 이소프로폭시드, 알루미늄 에톡시드, 알루미늄 sec-부톡시드 및 알루미늄 t-부톡시드가 포함된다.

- [0020] 알루미늄 화합물이 알루미늄 염인 경우, 가수분해는, 알루미늄 염을 물의 존재 하에서 염기와 반응시키는 것, 예를 들면, 알루미늄 염을 물에 용해시켜 수용액을 획득하고 염기를 이에 첨가하거나 또는 알루미늄 염의 용해에 의해 획득된 수용액을 염기에 첨가시켜 수행되는 것이 유리하다. 수용액에서 알루미늄 염의 농도는  $Al_2O_3$  형태로 바람직하게는 약 0.01 몰/L 이상 포화 농도 이하이고, pH 는 바람직하게는 0 내지 2 이다. 알루미늄 염이 완전히 물에 용해되는 것이 바람직하다. 알루미늄 염 수용액은 물을 제외하고 유기 용매를 함유할 수 있고, 용매는 하기 하소 과정에서 증발 또는 분해되는 것일 수 있고, 이의 예에는 극성 유기 용매 (알코올, 예컨대, 메탄올, 에탄올, n-프로판올, 이소프로판올) 및 비극성 유기 용매 (사염화탄소, 벤젠, 헥산 등)이 포함된다. 염기는 비금속 성분, 예컨대, 암모니아수, 암모니아 가스 및 탄산 암모늄을 함유하는 화합물이고, 바람직하게는 암모니아수이다. 이 경우에 염기의 농도는 약 1중량% 내지 50중량%, 바람직하게는 약 1중량% 내지 25중량% 이다. 염기의 함량은 가수 분해에 의해 획득되는 슬러리(slurry)의 pH 가 5 이하가 되도록 하는 양이다.
- [0021] 알루미늄 화합물이 알루미늄 알콕시드인 경우, 가수분해, 예를 들면, pH 가 5 이하인 물을 알루미늄 알콕시드에 첨가하거나 또는 알루미늄 알콕시드를 pH 가 5 이하인 물에 첨가하여 수행될 수 있다. 일반적으로, pH 5 이하인 물은 산 (질산 등)을 물에 첨가시켜 제조될 수 있다.
- [0022] 가수분해는 통상적으로 pH 가 5 이하인 조건 하에서 완전하게 수행될 수 있고, 초기부터 종결까지 pH 가 5 이하인 것이 바람직하다.
- [0023] 가수분해는 약 60 °C 이하에서 수행된다. 가수분해 온도는 바람직하게는 약 50 °C 이하, 더욱 바람직하게는 약 35 °C 이하, 전술한 수용액의 빙점 이상, 바람직하게는 약 0 °C 이상이다.
- [0024] 획득된 가수분해물은 숙성(aging)될 수 있다. 숙성은, 예를 들면, 가수분해물을 약 60 °C 이하, 바람직하게는 약 50 °C 이하, 더욱 바람직하게는 약 35 °C 이하, 전술한 용액의 빙점 이상, 바람직하게는 약 0 °C 이상의 온도에서 약 1 시간 이상 약 72 시간 미만으로 유지시켜 수행될 수 있다.
- [0025] 통상적으로, 가수분해물 및 물을 함유하는 혼합물은 가수분해에 의해 획득될 수 있다. 혼합물은 졸 또는 겔 형태를 가지거나 또는 가수분해물의 침전물을 함유하는데, 이는 가수분해물이 비수용성이기 때문이다.
- [0026] 단계 (Ia) 에서 혼합물에 함유되는 종자 결정은, 예를 들면, 금속 산화물, 예컨대, 알루미늄 ( $Al_2O_3$ ), 산화철 ( $Fe_2O_3$ ) 또는 산화크롬 ( $Cr_2O_3$ ) 이다. 종자 결정은 바람직하게는 강옥의 결정 구조를 갖는 금속 산화물이고, 상기 금속 산화물은, 예를 들면,  $\alpha$ -알루미나,  $\alpha$ -산화철 또는  $\alpha$ -산화크롬이고, 바람직하게는  $\alpha$ -알루미나이다.
- [0027] 종자 결정은 통상적으로 평균 1 차 입자 직경이 약 0.01  $\mu m$  이상, 바람직하게는 약 0.05  $\mu m$  이상이고, 통상적으로 약 0.5  $\mu m$  이하이다.
- [0028] 종자 결정은 통상적으로 BET 비표면적이 약 12  $m^2/g$  이상, 바람직하게는 약 15  $m^2/g$  이상이고, 통상적으로는 150  $m^2/g$  이하이다.
- [0029] 유리하게는, 종자 결정으로서 사용되는  $\alpha$ -알루미나는, 예를 들면, 알루미늄 이소프로폭시드의 가수분해에 의해 획득되는 알루미늄 히드록시드를 예비 하소시켜 전이 알루미나를 획득하고, 획득된 전이 알루미나를 분쇄하고, 이어서 하소시키고 분쇄하는 방법에 의해 제공될 수 있다. 산화철 및 산화크롬은, 예를 들면, 시판되는 산물을 분쇄시키는 방법으로 제공될 수 있다.
- [0030] 가수분해물 대 종자 결정 [= 가수 분해물 ( $Al_2O_3$  의 형태)/종자 결정 (금속 성분의 산화물의 형태)] 의 중량비는 99 내지 1 중량%/1 내지 99 중량%, 바람직하게는 96 내지 1 중량%/4 내지 99 중량%, 더욱 바람직하게는 75 내지 1 중량%/25 내지 99 중량% 이다.
- [0031] 단계 (Ia) 에서 혼합물 내에 함유된 물로서, 통상적으로, 정제수, 이온 교환수 및 증류수가 사용된다. 물의 함량은 가수분해물 및 종자 결정의 총 함량의 100 중량부에 대하여 통상적으로 약 150 중량부 이상, 바람직

하계는 약 200 중량부 이상이고, 통상적으로 약 1000 중량부 이하, 바람직하게는 약 500 중량부 이하이다.

- [0032] 전술한 가수분해물, 종자 결정 및 물을 함유하는 혼합물의 제조 방법은, 예를 들면 하기의 방법에 의해서 수행될 수 있다:
- [0033] (I-1) 물과 가수분해물을 혼합시키고, 종자 결정을 이에 혼합시키고;
- [0034] (I-2) 물과 종자 결정을 혼합시키고, 가수분해물을 이에 혼합시키고;
- [0035] (I-3) 종자 결정을 가수분해 후 가수분해물을 함유하는 물 슬러리에 혼합시키고;
- [0036] (I-4) 알루미늄 화합물과 종자 결정을 혼합시키고, 혼합물을 가수분해시키고;
- [0037] (I-5) 물과 종자 결정을 혼합시키고, 이 혼합물을 알루미늄 화합물과 혼합시키고, 이어서, 혼합물을 가수분해시킨다. 상기 방법에서, (I-4) 방법이 바람직하다. 혼합은 유리하게는 교반기, 볼 밀(ball mill), 진동 밀, 매질 교반 밀 등이 장착된 용기를 사용하여 수행된다. 혼합에 있어서, 필요한 경우에, 유기 분산제, pH 조절제, 물과 혼합가능한 용매 (메탄올, 에탄올, n-프로판올, 이소프로판올 등)이 첨가될 수 있다.
- [0038] 단계 (Ia) 에서 물의 제거는 혼합물에 함유된 물을 증발시켜 건조 고체를 수득하는 방법에 의해 수행될 수 있고, 이는 통상적으로 약 100 °C 이하에서 수행된다. 유리하게는, 물의 제거는, 특히, 빙냉 건조 및 감압 건조 등의 방법 또는 여과 및 원심 분리 등의 고체-액체 분리에 의해 혼합물로부터 물 및 고체를 분리하고, 이어서 수득된 고체를 건조시키는(열 전도성 히터 또는 자동 온도 조절 장치 등을 사용한 열 건조, 공기 건조에 의해) 방법에 의해 수행된다. 건조는 공기 또는 불활성 기체 (예를 들면, N<sub>2</sub>, Ar) 하에서 수행되고, 이의 압력은 통상적으로 1 아톰(atom) 이하이다.
- [0039] 단계 (Ia) 에서 물의 제거에 의해 수득되는 혼합물은 통상적으로 분말이고, 가수분해물 및 종자 결정을 함유한다.
- [0040] 단계 (Ib) 는 단계 (Ia) 에서 수득되는 분말의 하소를 제공한다.
- [0041] 유리하게는, 하소는, 예를 들면, 분말을 관형 전기 화로(furnace), 박스형 전기 화로, 터널 화로, 장 적외선 화로, 극초단파 화로, 셰프트(shaft) 화로, 반사 화로, 회전 화로, 롤러 히스 (Roller Hearth) 화로를 사용하여 하소 온도로 가열하고, 하소 온도에서 유지하는 방법에 의해 수행된다. 하소는 배치(batch) 방식으로 또는 연속적으로 수행될 수 있다. 이는 정지 형 또는 유량 형으로 수행될 수 있다. 하소 온도는 통상적으로 약 600 °C 이상, 바람직하게는 약 700 °C 이상이고, 통상적으로 약 1000 °C 이하, 바람직하게는 약 950 °C 이하이다. 실온에서 하소 온도로의 온도 상승 속도는 통상적으로 약 150°C/h 내지 500 °C/h 이고, 하소 온도에 도달 후 이 온도가 지속되는 지속 시간, 즉, 하소 시간은 통상적으로 약 10 분 이상, 바람직하게는 약 30 분 이상이고, 통상적으로는 약 24 시간 이하, 바람직하게는 약 10 시간 이하이다. 하소는 통상적으로는 공기 또는 불활성 기체 (N<sub>2</sub>, Ar) 하에서 수행된다. 추가로, 하소는 또한 수증기의 부분압이 조절되는 공기, 예를 들면, 수증기의 부분압이 약 600 Pa 이하의 공기 하에서 수행될 수 있다.
- [0042] 혼합물의 하소에 의해 수득되는 α-알루미나 입자물은 분쇄될 수 있다. 유리하게는, 분쇄는, 예를 들면, 중형 분쇄기, 예컨대, 진동 밀 및 볼 밀 또는 기류(airflow) 분쇄기, 예컨대, 젯 밀을 사용하여 수행된다. 추가로, 하소에 의해 수득되는 α-알루미나 입자물 또는 전술한 분쇄에 의한 α-알루미나 입자물이 분류될 수 있다.
- [0043] 본 발명의 제조 방법 II
- [0044] 단계 (II) 에서, α-알루미나 전구체 및 종자 결정을 함유하는 혼합 분말을 하소시킨다.
- [0045] 단계 (II) 에서 α-알루미나 전구체는 하기의 하소에 의해 α-알루미나가 되는 화합물일 수 있고, 이의 예에는 전술한 알루미늄 염, 알루미늄 알콕시드, 전이 알루미늄, 알루미늄 히드록시드, 알루미늄 화합물의 가수분해물 등이 포함된다. 전이 알루미늄은, 예를 들면 결정상이 γ, χ, θ, ρ 또는 κ 인 화합물이다. 알루미늄 히드록시드는 무정형 화합물 또는 결정 상이 깁사이트(gibbsite), 보헤마이트(boehmite), 유사-보헤마이트, 바이에라이트(bayerite), 노르스트란드라이트(norstrandite) 또는 디아스포어(diaspore) 인 결정성 화합물이다. 알루미늄 화합물의 가수분해물로서, 단계 (Ia) 에서 전술한 가수분해물과 동일한 화합물이 사용된다.
- [0046] 단계 (II) 에서 종자 결정은 하기의 하소에서 α-알루미나 전구체로부터 α-알루미나로의 상 전환을 촉진시키

는 것일 수 있고, 이는 통상적으로는 금속화합물이고, 이의 예에는 알루미늄( $Al_2O_3$ ), 산화철( $Fe_2O_3$ ) 및 산화크롬( $Cr_2O_3$ )이 포함된다. 종자 결정은 바람직하게는 강옥 결정 구조를 갖는 금속 산화물이고, 상기 금속 산화물은, 예를 들면,  $\alpha$ -알루미나,  $\alpha$ -산화철 또는  $\alpha$ -산화크롬이고, 바람직하게는  $\alpha$ -알루미나이다. 종자 결정은 평균 1 차 입자 직경이 통상적으로는 약 0.01  $\mu m$  이상, 바람직하게는 약 0.05  $\mu m$  이상이고, 통상적으로는 약 0.5  $\mu m$  이하이다. 종자 결정은 통상적으로 BET 비표면적이 약 12  $m^2/g$  이상, 바람직하게는 약 15  $m^2/g$  이상이고, 통상적으로는 150  $m^2/g$  이하이다. 종자 결정으로서 사용되는  $\alpha$ -알루미나는, 예를 들면, 알루미늄 이소프로폭시드의 가수분해에 의해서 수득되는 알루미늄 히드록시드를 예비 하소시켜 전이 알루미늄을 수득하고, 이를 분쇄한 후, 하소시키고 분쇄하는 방법에 의해 제공될 수 있다. 산화철 및 산화크롬은, 예를 들면, 시판되는 산물을 분쇄시키는 방법으로 제공될 수 있다.

[0047]  $\alpha$ -알루미나 전구체 대 종자 결정 [=  $\alpha$ -알루미나 전구체 ( $Al_2O_3$ 의 형태)/종자 결정 (금속 성분의 산화물 형태)]의 중량비는 75 내지 1 중량%/25 내지 99 중량%, 바람직하게는 75 내지 50 중량%/25 내지 50 중량%이다.

[0048] 단계 (II) 상에서 혼합 분말의 제조 방법은, 예를 들면, 하기의 방법에 의해서 수행될 수 있다:

[0049] (II-1)  $\alpha$ -알루미나 전구체와 종자 결정을 건조 혼합시키고;

[0050] (II-2) 물을  $\alpha$ -알루미나 전구체, 종자 결정 및 물을 함유하는 혼합물로부터 제거한다.

[0051] 상기 방법 중, (II-2)가 바람직하다. 방법 (II-1)은 볼 밀 또는 진동 밀을 사용하여 수행될 수 있다. 방법 (II-2)는 단계 (Ia)에서 전술한 혼합물의 제조와 동일한 방법으로 수행될 수 있다.

[0052] 유리하게는, 단계 (II)에서의 하소는, 예를 들면, 분말을 판형 전기 화로, 박스형 전기 화로, 터널 화로, 장적외선 화로, 극초단파 화로, 슈프트 화로, 반사 화로, 회전 화로, 플러 허스 화로를 사용하여 하소 온도로 가열하고, 하소 온도에서 유지하는 방법에 의해 수행된다. 하소는 배치 방식으로 또는 연속적으로 수행될 수 있다. 이는 정지형 또는 유량형으로 수행될 수 있다. 하소 온도는 통상적으로 약 600  $^{\circ}C$  이상, 바람직하게는 약 700  $^{\circ}C$  이상이고, 통상적으로 약 1000  $^{\circ}C$  이하, 바람직하게는 약 950  $^{\circ}C$  이하이다. 실온에서 하소 온도로의 온도 상승 속도는 통상적으로 약 150  $^{\circ}C/h$  내지 500  $^{\circ}C/h$  이고, 하소 온도에 도달 후 이 온도가 지속되는 지속 시간, 즉, 하소 시간은 통상적으로 약 10 분 이상, 바람직하게는 약 30 분 이상이고, 통상적으로는 약 24 시간 이하, 바람직하게는 약 10 시간 이하이다. 하소는 통상적으로는 공기 또는 불활성 기체 ( $N_2$ , Ar) 하에서 수행된다. 하소는 또한 수증기의 부분압이 조절되는 공기, 예를 들면, 수증기의 부분압이 약 600 Pa 이하의 공기 하에서 수행될 수 있다.

[0053] 혼합물의 하소에 의해 수득되는  $\alpha$ -알루미나 입자물은 분쇄될 수 있다. 유리하게는, 분쇄는, 예를 들면, 중형 분쇄기, 예컨대, 진동 밀 및 볼 밀 또는 기류 분쇄기, 예컨대, 젯 밀을 사용하여 수행된다. 추가로, 하소에 의해 수득되는  $\alpha$ -알루미나 입자물 또는 전술한 분쇄에 의한  $\alpha$ -알루미나 입자물이 분류될 수 있다.

[0054] 본 발명의 제조 방법에 의해 수득되는  $\alpha$ -알루미나 입자물

[0055] 본 발명의 제조 방법에 의해 수득되는  $\alpha$ -알루미나 입자물은 넥킹을 갖는 소량의 입자물을 가지고, 평균 1 차 입자 직경이 통상적으로는 약 10 nm 이상, 바람직하게는 약 20 nm 이상이고 약 200 nm 이하, 바람직하게는 100 nm 이하, 더욱 바람직하게는 60 nm 이하이다.

[0056] 상기  $\alpha$ -알루미나 입자물은  $\alpha$ -비율이 통상적으로는 약 90% 이상, 바람직하게는 약 95% 이상이고, BET 비표면적이 통상적으로는 약 13  $m^2/g$  이상, 바람직하게는 약 15  $m^2/g$  이상이고, 통상적으로는 약 150  $m^2/g$  이하, 바람직하게는 약 100  $m^2/g$  이하이다.

[0057] 본 발명의 제조 방법에 의해 수득되는  $\alpha$ -알루미나 입자물이 넥킹을 갖는 소량의 입자물을 가지고, 작은 평균 1 차 입자 직경을 가지기 때문에, 이는  $\alpha$ -알루미나 소결체, 특히, 농밀한  $\alpha$ -알루미나 소결체 생성용 원료로서 유용하다. 상기  $\alpha$ -알루미나 소결체는 고강도가 요구되는, 예컨대, 절단 도구, 바이오세라믹스 및 방탄판용 요소로서 적합하다. 상기  $\alpha$ -알루미나 소결체는, 화학적 안정성, 예컨대, 탁월한 부패 방지성 등에 기인하여, 반도체 제조용 장치의 일부, 예컨대, 와퍼 핸들러 (wafer handler); 전기 부분, 예컨대, 산소 센서; 반투과성 튜브, 예컨대, 나트륨 램프 및 금속 할라이드 램프; 또는 세라믹 필터로서 사용된다. 세라믹 필터는 방출 가스 내에 함유된 고체 성분의 제거; 알루미늄 용융물의 여과; 음식물의 여과 (예를 들면, 맥주); 또는 석유



처리 중에 생성되는 기체 또는 CO, CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub> 기체의 선택적 투과용으로 사용된다.

- [0058] 본 발명의 제조 방법에 의해 획득되는 α-알루미나 입자물은, 자기 미디어 적용 형태의 적용 층에 대한 이의 첨가에 의해 헤드 클리닝(head cleaning) 특성 및 항마모성을 향상시키기 위한 첨가물, 토너 또는 수지 충전제로서 사용된다. α-알루미나 입자물은 또한 광택제로서 또한 사용될 수 있다. 예를 들면, α-알루미나 입자물을 매질, 예컨대 물에 분산시켜 획득되는 슬러리는 반도체 CMP의 광택 및 하드 디스크 기판의 광택용으로 적합하다. 테일의 표면에 α-알루미나 입자물을 코팅시켜 획득되는 광택 테일은 하드 디스크 및 자기 헤드의 정밀 광택용으로 적합하다.
- [0059] 추가로, α-알루미나 입자물은 화장품용 첨가물, 브레이크 라이닝(lining)에 대한 첨가물 또는 촉매 운반체로서 사용되고, 추가로, 전기 전도성 소결체 및 열 전도성 소결체의 재료로서 사용된다.
- [0060] 실시예
- [0061] 하기의 실시예는 본 발명을 상세히 예시할 것이나, 본 발명의 범주를 제한하는 것은 아니다. α-알루미나 입자물의 특성을 하기의 방법에 따라 측정하였다.
- [0062] α-비율 (%): 이는, 분말 X 선 회절장치를 사용하여 획득된 회절 스펙트럼으로부터 알루미나 α상 (012) 평면의 피크 강도 I<sub>α(012)</sub> 및 알루미나 θ상 (440) 평면의 피크 강도 I<sub>θ(440)</sub>를 사용하여 하기 식 (1)에 따라 계산된다:
- [0063] α-비율 (%) = I<sub>α(012)</sub> / (I<sub>α(012)</sub> + I<sub>θ(440)</sub>) × 100 (%) (1)
- [0064] BET 비표면적 (m<sup>2</sup>/g): 이는 질소 흡수 방법에 의해 측정되었다.
- [0065] 넥킹 정도: α-알루미나 입자물의 투과 전자 현미경 사진 상의 20 이상의 입자물 중에, 집적된 2 이상의 1차 입자 형태의 것의 비율을 계산하였다. 측정 방법은 하기의 모델 다이어그램(diagram)으로 설명될 것이다.
- [0066] 다이어그램에서:
- [0067] 비집적 1차 입자 형태의 입자물: 18
- [0068] 집적된 2개의 1차 입자 형태의 입자물: 1
- [0069] 집적된 3개의 1차 입자 형태의 입자물: 1.
- [0070] 이경우, 넥킹 정도는 10%였다 [= 2 / (18+1+1)].
- [0071] 평균 1차 입자 직경 (μm): α-알루미나 입자물의 투과 전자 현미경 사진으로부터, 임의의 20 이상 입자물의 각 1차 입자의 상수 방향(constant direction)으로의 최대 직경을 측정하였고, 측정값의 평균값을 계산하였다.
- [0072] 실시예 1
- [0073] [중자 결정 슬러리의 제조]
- [0074] 알루미늄 이소프로폭시드의 가수분해에 의해 획득된 알루미늄 히드록시드를 예비 하소시켜 주 결정상이 θ이고, 3 중량%의 α-알루미나를 함유하는 전이 알루미나를 획득하였고, 이어서, 상기 전이 알루미나를 젯 밀을 사용하여 분쇄하여 0.21 g/cm<sup>3</sup>의 벌크(bulk) 농도를 갖는 분말을 획득하였다.
- [0075] 100 g의 상기 분말을 8000 cm<sup>3</sup> 용량의 화로[상품명: "Tubular atmosphere furnace", MOTOYAMA K.K. 사제]에 붓고, -15 °C의 이슬점을 갖는 건조 공기(수증기 부분압: 165 Pa)를 화로에 1 L/분의 속도로 도입하였고, 상기 분말을, 화로 내 대기의 이슬점을 -15 °C로 유지시키면서, 1170 °C까지 가열하였고, 상기 온도를 3시간 동안 유지한 후에, 서서히 냉각시켜 하소된 알루미나 물질을 획득하고, 이어서, 상기 알루미나 화소 물질을 진동 밀(분쇄 매질: 알루미나)을 사용하여 분쇄시켜 BET 비표면적이 16 m<sup>2</sup>/g인 α-알루미나를 획득하였다.
- [0076] 20 중량부의 상기 α-알루미나를 pH 4인 80 중량부의 질산에 첨가시키고, 이어서, 직경 2 mm의 알루미나 비드(bead)를 가진 볼 밀을 사용하여 3시간 동안 분산시켜 중자 결정 슬러리를 획득하였다.
- [0077] [α-알루미나 입자물의 제조]



[0078] 375.13g(1 몰) 의 알루미늄 니트레이트 수산화물  $[Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O]$  (Wako Pure Chemical Industries Ltd. 사제, 시약 특급(guaranteed reagent)) 를 정제수에 용해시켜, 전체 부피가  $1000\text{ cm}^3$  가 되도록 하여, pH 2.1 의 알루미늄 니트레이트 수용액 1155 g 을 수득하였다. 상기 용액의 알루미늄 니트레이트 수용액  $250\text{ cm}^3$  에 상기 수득한 7.08 g 의 종자 결정 슬러리 (1.42 g 의  $\alpha$ -알루미나 함유) 을 첨가하고, 이어서, 40 g 의 25% 암모니아수 (Wako Pure Chemical Industries Ltd. 사제, 시약 특급) 를  $25\text{ }^\circ\text{C}$  에서 교반하면서, 마이크로 회전 펌프를 사용하여 2 g/분의 공급 속도로 첨가하여, 알루미늄 니트레이트의 가수분해물을 함유하는 pH 4 의 슬러리를 수득하였다. 상기 슬러리를  $25\text{ }^\circ\text{C}$  에서 24 시간동안 유지하고, 이어서, 감압 건조기를 사용하여 슬러리로부터 물을 증발시켜 건조 분말을 수득하였다. 상기 분말은 가수분해물 및 10 중량% 의  $Al_2O_3$  형태의 종자 결정 ( $\alpha$ -알루미나)를 함유하였다. 상기 분말을 막자 사발(mortar)을 사용하여 분쇄한 후에 알루미나 도가니에 부었다. 상기 알루미나 도가니를 박스형 전기 화로에 두었다. 분말을 공기 중에서  $300\text{ }^\circ\text{C/h}$  의 속도로  $950\text{ }^\circ\text{C}$  까지 가열하고, 3 시간 동안  $950\text{ }^\circ\text{C}$  에서 하소시켜  $\alpha$ -알루미나 입자물을 수득하였다. 상기  $\alpha$ -알루미나 입자물의 특성을 표 1 에 제시한다.  $\alpha$ -알루미나 입자물의 사진을 도 1 에 제시한다.

[0079] 실시예 2

[0080] 실시예 1 의 [ $\alpha$ -알루미나 입자물의 제조] 에서, 암모니아수가 첨가될 때의 온도를  $5\text{ }^\circ\text{C}$  로 변화시키고, 하소 온도를  $935\text{ }^\circ\text{C}$  로 변화시킨 것을 제외하고는 실시예 1 과 동일한 실시예 의해서  $\alpha$ -알루미나 입자물을 수득하였다. 상기 실시예에서, 슬러리는 암모니아수의 첨가 종결시 pH 가 4.2 였다. 상기  $\alpha$ -알루미나 입자물의 특성은 표 1 에 제시된다.

[0081] 실시예 3

[0082] 실시예 1 의 [ $\alpha$ -알루미나 입자물의 제조] 에서, 암모니아수가 첨가될 때의 온도를  $50\text{ }^\circ\text{C}$  로 변화시키고, 암모니아수의 첨가 함량을 43 g 으로 변화시킨 것을 제외하고는 실시예 1 과 동일한 실시예 의해서  $\alpha$ -알루미나 입자물을 수득하였다. 상기 실시예에서, 슬러리는 암모니아수의 첨가 종결시 pH 가 3.6 이었다. 상기  $\alpha$ -알루미나 입자물의 특성은 표 1 에 제시된다.

[0083] 실시예 4

[0084] 375.13g의 알루미늄 니트레이트 수산화물  $[Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O]$  (Wako Pure Chemical Industries Ltd. 사제, 시약 특급) 를 정제수에 용해시켜, 전체 부피가  $1000\text{ cm}^3$  가 되도록 하여, 1155 g 의 알루미늄 니트레이트 수용액을 수득하였다. 상기 알루미늄 니트레이트 용액의  $250\text{ cm}^3$  에 실시예 1 의 [종자 결정 슬러리의 제조] 에서와 동일한 실시예 의해 수득한 7.08 g 의 종자 결정 슬러리를 첨가하고, 이어서, 41 g 의 25% 암모니아수 (Wako Pure Chemical Industries Ltd. 사제, 시약 특급) 를,  $25\text{ }^\circ\text{C}$  에서 교반하면서, 마이크로 회전 펌프를 사용하여 2 g/분의 공급 속도로 첨가하였다. 첨가의 종결 시에, 알루미늄 니트레이트의 가수분해물을 함유하는 pH 4 의 슬러리를 수득하였다. 상기 슬러리를 스테인레스 강철로 이루어진 배트(bat) 에 넣고, 상기 배트를 자동 온도 조절 장치에 두고, 공기 중에서  $100\text{ }^\circ\text{C}$  까지 가열하여 물을 증발시켜, 가수분해물 및 종자 결정을 함유하는 건조 분말을 수득하였다. 상기 분말을 알루미나 도가니에 붓고, 알루미나 도가니를 박스형 전기 화로에 두었다. 분말을 공기 중에서  $300\text{ }^\circ\text{C/h}$  의 속도로  $950\text{ }^\circ\text{C}$  까지 가열하고, 3 시간 동안  $950\text{ }^\circ\text{C}$  에서 하소시켜  $\alpha$ -알루미나 입자물을 수득하였다. 상기  $\alpha$ -알루미나 입자물의 특성을 표 1 에 제시한다.

[0085] 실시예 5

[0086] 실시예 1 의 [ $\alpha$ -알루미나 입자물의 제조] 에서, 하소 온도를  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  로 변화시킨 것을 제외하고는 실시예 1 과 동일한 실시예 의해서  $\alpha$ -알루미나 입자물을 수득하였다. 상기  $\alpha$ -알루미나 입자물의 특성은 표 1 에 제시된다.

[0087] 비교예 1

[0088] 375.13g의 알루미늄 니트레이트 수산화물  $[Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O]$  (Wako Pure Chemical Industries Ltd. 사제, 시약 특급) 를 정제수에 용해시켜, 전체 부피가  $1000\text{ cm}^3$  가 되도록 하여, 1155 g 의 알루미늄 니트레이트 수용액을 수득하였다. 상기 용액의 알루미늄 니트레이트 수용액  $250\text{ cm}^3$  에 실시예 1 의 [종자 결정 슬러리의 제조] 에서와 동일한 실시예 의해 수득한 7.08 g 의 종자 결정 슬러리를 첨가하고, 이어서, 34.1 g 의 25% 암모니아수

(Wako Pure Chemical Industries Ltd. 사제, 시약 특급) 를, 75 °C 에서 교반하면서, 마이크로 회전 펌프를 사용하여 2 g/분의 공급 속도로 첨가하였다. 첨가의 종결 시에, 알루미늄 니트레이트의 가수분해물을 함유하는 pH 3.9 의 슬러리를 수득하였다. 상기 슬러리를 7 일 동안 유지하고, 이어서, 회전 증발기를 사용하여 20 °C 에서 건조시켜 건조 분말을 수득하였다. 상기 분말을 막자 사발을 사용하여 분쇄한 후, 알루미늄 도가니에 부었다. 상기 알루미늄 도가니를 박스형 전기 화로에 두었다. 분말을 공기 중에서 300 °C/h 의 속도로 1000 °C 까지 가열하고, 3 시간 동안 1000 °C 에서 하소시켜 α-알루미나 입자물을 수득하였다. 상기 α-알루미나 입자물의 특성을 표 1 에 제시한다. α-알루미나 입자물의 사진을 도 2 에 제시한다.

[0089] 비교예 2

[0090] 실시예 1 의 [α-알루미나 입자물의 제조] 에서, 25 중량% 의 암모니아수 첨가 함량을 48 g 으로 변화시키고, 하소 온도를 940 °C 로 변화시킨 것을 제외하고는 실시예 1 과 동일한 실시예 의해서 α-알루미나 입자물을 수득하였다. 상기 실시예에서, 슬러리는 암모니아수의 첨가 종결시 pH 가 7.9 였다. 상기 α-알루미나 입자물의 특성은 표 1 에 제시된다.

[0091] 비교예 3

[0092] 실시예 1 의 [α-알루미나 입자물의 제조] 에서, 종자 결정 슬러리를 첨가하지 않고, 하소 온도를 1025 °C 로 변화시킨 것을 제외하고는 실시예 1 과 동일한 실시예 의해서 α-알루미나 입자물을 수득하였다. 상기 α-알루미나 입자물의 특성은 표 1 에 제시된다.

[0093] 실시예 6

[0094] 375.13g의 알루미늄 니트레이트 수산화물 [Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O] (Wako Pure Chemical Industries Ltd. 사제, 시약 특급) 를 정제수에 용해시켜, 전체 부피가 1000 cm<sup>3</sup> 가 되도록 하여, 1155 g 의 알루미늄 니트레이트 수용액을 수득하였다. 상기 알루미늄 니트레이트 수용액 250 cm<sup>3</sup> 에 실시예 1 의 [종자 결정 슬러리의 제조] 에서와 동일한 실시예 의해 수득한 27.32 g 의 종자 결정 슬러리를 첨가하고, 이어서, 40 g 의 25% 암모니아수 (Wako Pure Chemical Industries Ltd. 사제, 시약 특급) 를, 25 °C 에서 교반하면서, 마이크로 회전 펌프를 사용하여 2 g/분의 공급 속도로 첨가하였다. 첨가의 종결 시에, 알루미늄 니트레이트의 가수분해물을 함유하는 pH 4.1 의 슬러리를 수득하였다. 상기 슬러리를 25 °C 에서 24 시간동안 유지한 후, 감압 건조기를 사용하여 20 °C 에서 건조시켜 건조 분말을 수득하였다. 상기 분말은 가수분해물 및 30 중량% 의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 형태의 종자 결정 (α-알루미나)를 함유하였다. 상기 분말을 막자 사발을 사용하여 분쇄한 후에 알루미늄 도가니에 부었다. 상기 알루미늄 도가니를 박스형 전기 화로에 두었다, 상기 분말을 공기 중에서 300 °C/h 의 속도로 940 °C 까지 가열하고, 3 시간 동안 940 °C 에서 하소시켜 α-알루미나 입자물을 수득하였다. 상기 α-알루미나 입자물의 특성을 표 1 에 제시한다. α-알루미나 입자물의 사진을 도 3 에 제시한다.

**표 1**

[0095] α-알루미나 입자물의 특성

	α-비율 (%)	BET 비표면적 (m <sup>2</sup> /g)	넥킹 정도 (%)	1 차 입자 직경 (nm)
실시예 1	97	15.4	0	68
실시예 2	97	17.8	5	66
실시예 3	97	19.6	10	72
실시예 4	98	15.9	5	64
실시예 5	97	12.6	15	76
비교예 1	97	16.1	80	72
비교예 2	98	16.8	85	113
비교예 3	98	16.2	95	164
실시예 6	98	15.8	0	50

**발명의 효과**

[0096] 본 발명의 제조 방법에 의해 수득되는 α-알루미나 입자물이 넥킹을 갖는 소량의 입자물을 가지고, 작은 평균 1

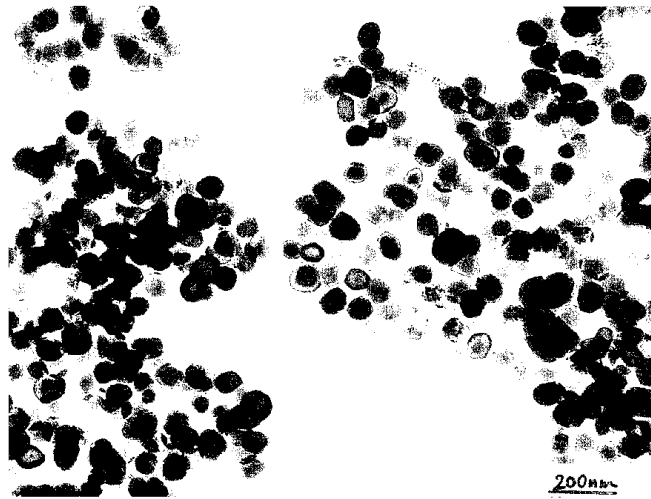
차 입자 직경을 가지기 때문에, 이는  $\alpha$ -알루미나 소결체, 특히, 농밀한  $\alpha$ -알루미나 소결체 생성용 원료로서 유용하다.

### 도면의 간단한 설명

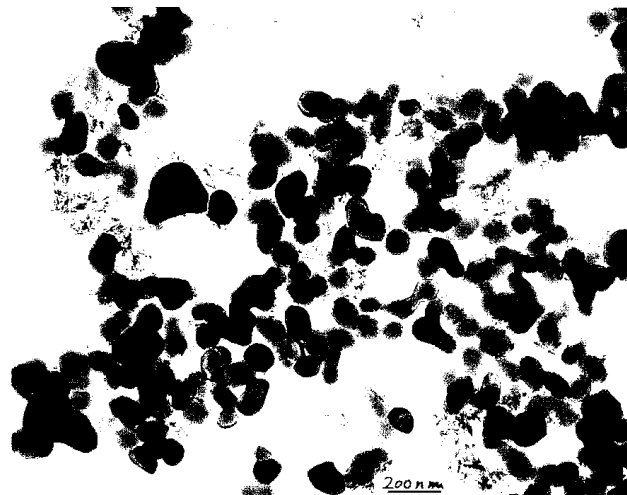
- [0001] 도 1 은 실시예 1 에서 획득된  $\alpha$ -알루미나 입자물의 투과 전자 현미경 사진을 나타낸다.
- [0002] 도 2 는 비교예 1에서 획득된  $\alpha$ -알루미나의 투과 전자 현미경 사진을 나타낸다.
- [0003] 도 3 은 실시예 6 에서 획득된  $\alpha$ -알루미나 입자물의 투과 전자 현미경 사진을 나타낸다.

### 도면

도면1



도면2



도면3

