

## 바륨헥사알루미늄에이트 합성에 관한 연구

백영순\*, 박성욱, 김형진  
 한양대학교 공과대학 화학공학과  
 한국가스공사 연구개발원\*

The study on synthesis of BaO·6Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Young-Soon Baek\*, Seung-Uk Park, Hyung-Jin Kim  
 Dept. of Chem. Eng., College of Eng. Hanyang University  
 Korea Gas Corporation R & D Center\*

## 서론

촉매연소에 이용되는 활성물질의 담지체로서 주로 알루미늄이 많이 쓰인다. 하지만 알루미늄은 1000℃ 이상의 온도에서는 소결현상으로 인해 비표면적이 급격히 저하된다. 본 연구에서는 금속 알콕사이드법에 의해 복합 알콕사이드를 합성하고, 이를 sol-gel 법으로 가수분해 반응시켜 얻은 전구체를 소성하여 barium hexaaluminate를 제조하였다. 복합알콕사이드 합성시 알코올의 종류 및 양, 반응시간을 변화시키므로써 barium hexaaluminate 전구체 물성에 미치는 영향을 관찰하였으며, 가수분해시 물의 양 및 반응온도, 그리고 숙성시간을 변화시켰을 때의 barium hexaaluminate의 비표면적과 입자크기에 미치는 영향을 알아 보았다.

## 실험

Barium hexaaluminate를 제조하기 위해 바륨금속, aluminum iso-propoxide를 질소분위기에서 용매에 녹인후, 같은 분위기에서 가수분해 반응을 실시하였다. 반응시 반응기에서 증발되어 나오는 용매를 환류시키기위해 반응기 상부에 냉각기를 설치하였다. 가수분해후 생성물을 숙성시키고 1300℃에서 5시간 소성하여 barium hexaaluminate를 얻었다.

본 연구의 실험조건을 Table.1에 나타내었다.

Table 1. Experimental condition

Sample	solvent	R(H <sub>2</sub> O/MOR) <sup>a)</sup>	R'(ROH/MOR) <sup>b)</sup>	Temp.(°C)	time(hr)
S1	i-propanol	1.0	9	80	12
S2	i-propanol	1.0	9	80	15
S3	i-propanol	1.0	9	80	18
S4	i-propanol	1.0	9	30	12
S5	i-propanol	1.0	9	50	12
S6	i-propanol	1.0	9	80	12
S7	i-propanol	1.0	14	80	12
S8	i-propanol	1.0	20	80	12
S9	i-propanol	1.0	26	80	12
S10	i-propanol	1.0	39	80	12
S11	i-propanol	0.5	20	80	12
S12	i-propanol	5.0	20	80	12
S13	i-propanol	10.0	20	80	12
S14	methanol	1.0	20	80	12
S15	ethanol	1.0	20	80	12

a) The ratio of added water to alkoxide

b) The ratio of added alcohol to alkoxide

**결과 및 토의**

합성시킨 barium hexaaluminate를 1000,1200,1300,1500℃에서 5시간 소성한후 관찰한 XRD pattern을 Fig.1에 나타내었다.

1000℃로 소성한 시료는 회절선이 보이지 않았고, 1200℃이상으로 소성한 경우에는 bariumhexa-aluminate만이 나타났다. Intensity는 소성온도가 증가할수록 증가하는 경향을 보이고 있다.

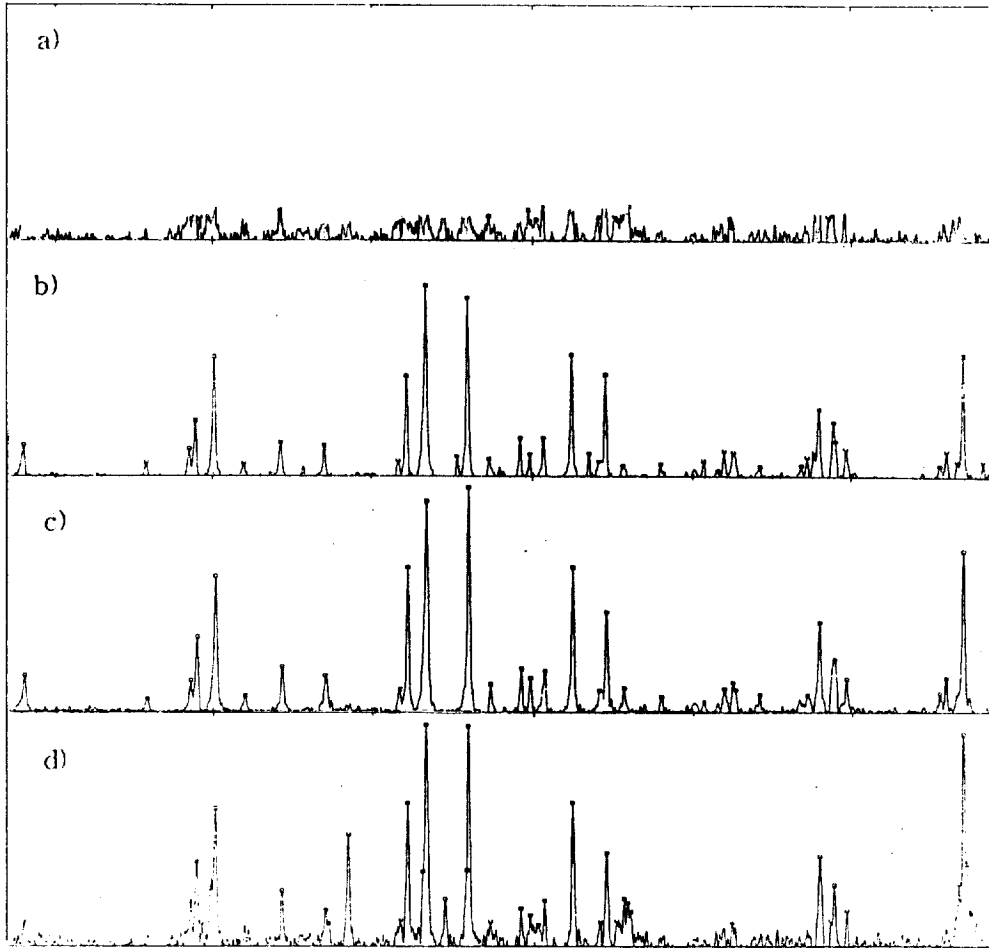


Fig. 1. XRD pattern of BaO·6Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> calcined at various Temp.  
 a)1000℃    b)1200℃    c)1300℃    d)1500℃

소성온도에 따른 표면적의 변화를 Fig. 2에 나타내었다. 소성온도 1000℃에서 알루미나와 barium hexaaluminate의 표면적은 유사하게 나타났으나, 소성온도를 1000℃이상으로 증가시키에 따라 표면적은 급격히 감소하였다. 알루미나의 경우 1200℃에서 비표면적은 5m<sup>2</sup>/g인데 비해 barium hexaaluminate는 약 70m<sup>2</sup>/g으로, barium hexaaluminate는 고온에서 표면적을 유지하는 우수한 담체로 사료된다. 이러한 결과는 바륨의 첨가가 고온에서 표면적을 유지하는 데 효과적임을 보여 준다.

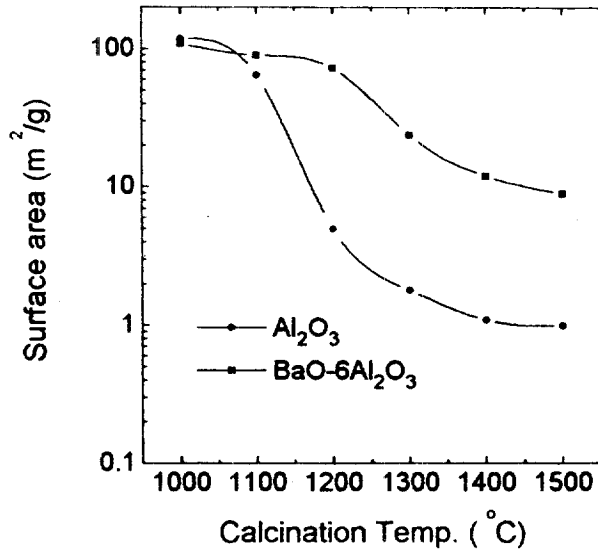


Fig. 2. Effect of calcination Temp. on surface area

가수분해 반응시 시간에 따른 수평균입자크기를 Fig. 3에 나타내었다. 평균입자크기는 반응시간이 증가하면서 약 500nm에서 700nm로 증가하는 경향을 보이고 있으며, 대부분 반응초기에 입자가 빠르게 성장됨을 알수있다.

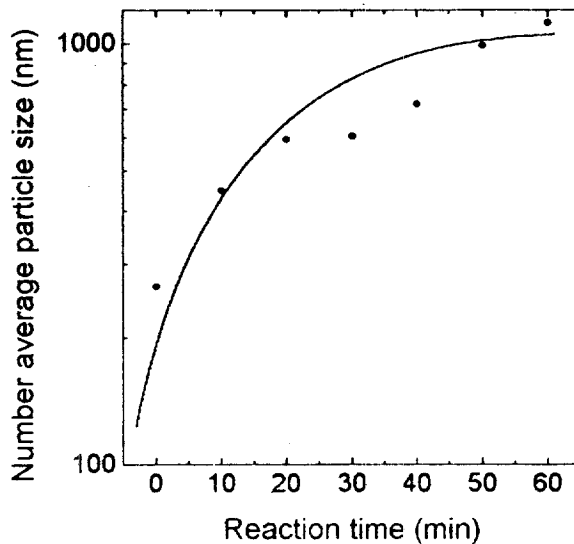


Fig. 3. Number average particle size distribution by reaction time

용매로 사용되는 알콜양의 영향을 알아본 결과를 Fig. 4에 나타내었다. 용매의 사용량이 증가함에 따라 비표면적이 증가, R'=20-26사이에서 비표면적이 최대값을 나타내다가 감소하는 경향을 보이고 있다.

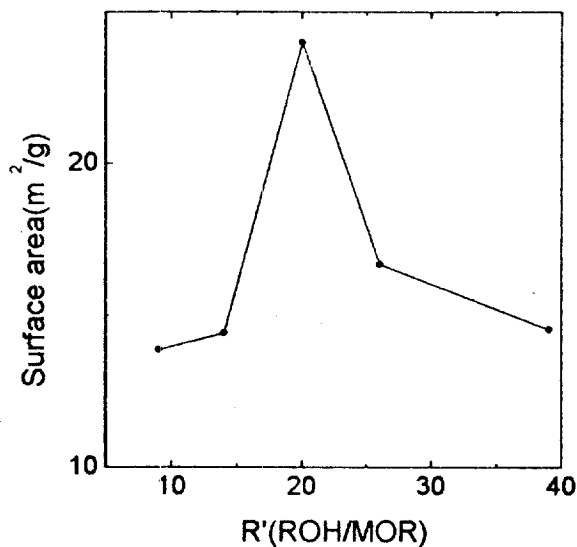


Fig. 4. Effect of R'(ROH/MOR) on surface area

**참고문헌**

1. A. Kato, H. Yamashita, S. Matsuda, *Studies in Surf. Sci. Catal.*, **44**, 25 (1988)
2. M. Machida, K. Eguchi, H. Arai, *Chem. Lett.*, 151(1986)
3. M. Machida, K. Eguchi, H. Arai, *J. Catal.*, **103**, 358(1987)
4. M. Machida, K. Eguchi, H. Arai, *J. Catal.*, **120**, 377(1989)
5. 山下, 加藤, 渡邊, 松田, 日本化學學會誌, 1169(1986)