

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2017年12月7日(07.12.2017)



(10) 国際公開番号

WO 2017/209096 A1

- (51) 国際特許分類:
C04B 35/00 (2006.01) *A01K 61/57* (2017.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2017/020011
- (22) 国際出願日: 2017年5月30日(30.05.2017)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2016-108635 2016年5月31日(31.05.2016) JP
- (71) 出願人: 株式会社白石中央研究所 (SHIRAISHI CENTRAL LABORATORIES CO., LTD.) [JP/JP]; 〒6600085 兵庫県尼崎市元浜町4丁目7番地 Hyogo (JP). 国立大学法人山形大学 (NATIONAL UNIVERSITY CORPORATION YAMAGATA UNIVERSITY) [JP/JP]; 〒9908560 山形県山形市小白川町一丁目4番12号 Yamagata (JP).
- (72) 発明者: 鵜沼 英郎 (UNUMA, Hidero); 〒9928510 山形県米沢市城南四丁目3-16 国立大学法人山形大学工学部内 Yamagata (JP). 伊藤 潤 (ITO, Jun); 〒9928510 山形県米沢市城南四丁目3-16 国立大学法人山形大学工学部内 Yamagata (JP). 田近 正彦 (TAJIKI, Masahiko); 〒6600085 兵庫県尼崎市元浜町4丁目7番地 株式会社白石中央研究所内 Hyogo (JP).
- (74) 代理人: 特許業務法人 宮▲崎▼・目次特許事務所 (MIYAZAKI & METSUGI); 〒5400028
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING CALCIUM CARBONATE SINTERED COMPACT

(54) 発明の名称: 炭酸カルシウム焼結体の製造方法

(57) Abstract: Provided is a method for producing a calcium carbonate sintered compact with which it is possible to produce a calcium carbonate sintered compact that can be sintered at a lower temperature and has a higher density. The method is characterized by providing: a step for preparing calcium carbonate and a sintering aid that has a melting point of not more than 600°C and is a mixture of potassium fluoride, lithium fluoride, and sodium fluoride; a step for producing a molded article by compression-molding a mixture of calcium carbonate and the sintering aid mixed so that the sintering aid is present in an amount of 0.1-3.0% by mass; and a step for producing a calcium carbonate sintered compact by sintering the molded article.

(57) 要約: より低温で焼結することができ、かつより密度の高い炭酸カルシウム焼結体を製造することができる炭酸カルシウム焼結体の製造方法を提供する。炭酸カルシウムと、フッ化カリウム、フッ化リチウム及びフッ化ナトリウムの混合物であって融点が600°C以下である焼結助剤とを準備する工程と、焼結助剤が0.1~3.0質量%となるように混合した炭酸カルシウムと焼結助剤の混合物を圧縮成形して成形体を作製する工程と、成形体を焼結することにより、炭酸カルシウム焼結体を製造する工程とを備えることを特徴としている。



WO 2017/209096 A1

明 細 書

発明の名称：炭酸カルシウム焼結体の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、炭酸カルシウム焼結体の製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] 炭酸カルシウム焼結体は、人工真珠の成長核などへの応用が期待されており、その製造方法について種々研究されている。従来の炭酸カルシウム焼結体の製造方法では、一般に、炭酸カルシウムと焼結助剤の混合物を静水圧プレスにより成形体とし、この成形体を炭酸ガス雰囲気中で焼結することにより製造されている（特許文献1及び非特許文献1）。

[0003] 従来の技術においては、焼結助剤として、一般にリチウム、ナトリウム及びカリウムの内の少なくとも2種の炭酸塩が用いられている。特許文献1及び非特許文献1では、炭酸リチウム、炭酸ナトリウム及び炭酸カリウムの混合物が、焼結助剤として用いられている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2007-254240号公報

非特許文献

[0005] 非特許文献1：都祭聡子ら“炭酸カルシウムの焼結における出発物質の影響”
無機マテリアル学会学術講演会講演要旨集 Vol. 105 th P. 46
-47 (2002. 11. 14)

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 炭酸カルシウム焼結体の製造においては、より低温で焼結することができ、かつより密度の高い炭酸カルシウム焼結体を製造できる方法が望まれている。

[0007] 本発明の目的は、より低温で焼結することができ、かつより密度の高い炭

酸カルシウム焼結体を製造することができる炭酸カルシウム焼結体の製造方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

- [0008] 本発明の炭酸カルシウム焼結体の製造方法は、炭酸カルシウムと、フッ化カリウム、フッ化リチウム及びフッ化ナトリウムの混合物であって融点が600℃以下である焼結助剤とを準備する工程と、焼結助剤が0.1～3.0質量%となるように混合した炭酸カルシウムと焼結助剤の混合物を圧縮成形して成形体を作製する工程と、成形体を焼結することにより、炭酸カルシウム焼結体を製造する工程とを備えることを特徴としている。
- [0009] 本発明においては、成形体を380～600℃で焼結することが好ましい。
- [0010] 本発明においては、圧縮成形が、一軸成形であることが好ましい。
- [0011] 本発明においては、成形体を空气中で焼結することが好ましい。
- [0012] 本発明においては、炭酸カルシウムが、純度99質量%以上であることが好ましい。
- [0013] 本発明において、炭酸カルシウムは、透過型電子顕微鏡観察により測定した粒子径分布における平均粒子径 (D_{50}) が0.05～0.30 μm の範囲内であり、レーザー回折式粒度分布測定法により測定した粒子径分布における90%粒子径 (D_{90}) が3 μm 以下であり、BET比表面積が5～25 m^2/g であることが好ましい。
- [0014] 本発明においては、炭酸カルシウム焼結体の相対密度が95%以上であることが好ましい。

発明の効果

- [0015] 本発明によれば、より低温で焼結することができ、かつより密度の高い炭酸カルシウム焼結体を製造することができる。

発明を実施するための形態

- [0016] 以下、好ましい実施形態について説明する。但し、以下の実施形態は単なる例示であり、本発明は以下の実施形態に限定されるものではない。

[0017] (炭酸カルシウム)

本発明において用いる炭酸カルシウムは、炭酸カルシウム焼結体の製造に用いることができるものであれば特に限定されない。密度の高い成形体を作製することができるという観点からは、透過型電子顕微鏡観察により測定した粒子径分布における平均粒子径 (D_{50}) が $0.05 \sim 0.30 \mu\text{m}$ の範囲内であり、レーザー回折式粒度分布測定法により測定した粒子径分布における 90% 粒子径 (D_{90}) が $3 \mu\text{m}$ 以下であり、BET比表面積が $5 \sim 25 \text{m}^2/\text{g}$ である炭酸カルシウムが好ましい。

[0018] 透過型電子顕微鏡観察により測定した粒子径分布における平均粒子径 (D_{50}) は、 $0.05 \sim 0.30 \mu\text{m}$ の範囲内であることが好ましく、より好ましくは $0.08 \sim 0.25 \mu\text{m}$ の範囲内であり、さらに好ましくは $0.10 \sim 0.20 \mu\text{m}$ の範囲内である。平均粒子径 (D_{50}) をこのような範囲内にすることにより、密度の高い成形体を作製することができ、密度の高い炭酸カルシウム焼結体を製造することができる。透過型電子顕微鏡観察による粒子径分布は、測定対象である炭酸カルシウムを透過型電子顕微鏡観察で 1000 個以上測定することにより求めることができる。

[0019] レーザー回折式粒度分布測定法により測定した粒子径分布における 90% 粒子径 (D_{90}) が $3 \mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、より好ましくは $2.5 \mu\text{m}$ 以下であり、さらに好ましくは $2.0 \mu\text{m}$ 以下である。レーザー回折式粒度分布測定法で粒子径分布を求めることにより、炭酸カルシウムの凝集体の粒子径分布を求めることができる。透過型電子顕微鏡観察により測定した粒子径分布における平均粒子径 (D_{50}) が上記範囲内であり、レーザー回折式粒度分布測定法により測定した粒子径分布における 90% 粒子径 (D_{90}) が上記範囲である炭酸カルシウムは、粒子径分布がシャープであり、成形時の粉体のパッキング性に優れているので、高い密度の成形体を作製することができ、その結果密度の高い炭酸カルシウム焼結体を製造することができる。

[0020] また、本発明においては、透過型電子顕微鏡観察により測定した粒子径分

布における10%粒子径 (D_{10}) に対する90%粒子径 (D_{90}) の比 (D_{90}/D_{10}) が、2.3以下であることが好ましく、2.2以下であることがより好ましく、2.1以下であることがさらに好ましい。 D_{90}/D_{10} がこのような範囲となることにより、粒子径分布がさらにシャープとなり、成形体及び炭酸カルシウム焼結体の密度をさらに高めることができる。

[0021] 本発明において用いる炭酸カルシウムは、例えば、一般的に良く知られた石灰乳に炭酸ガスを吹き込んで反応させる炭酸ガス化合法により製造することができる。特に平均粒子径 (D_{50}) が0.1 μm を超える粒子については特許第0995926号の製造方法に従い製造することができる。

[0022] 本発明において用いる炭酸カルシウムのBET比表面積は、5~25 m^2/g であることが好ましく、7~20 m^2/g であることがより好ましく、8~15 m^2/g であることがさらに好ましい。BET比表面積を上記の範囲内にするにより、炭酸カルシウムの焼結性を高めることができる。このため、密度の高い炭酸カルシウム焼結体を製造することができる。

[0023] 本発明において用いる炭酸カルシウムの純度は、99.0質量%以上であることが好ましく、99.5質量%以上であることがより好ましく、99.7質量%以上であることがさらに好ましい。

[0024] (焼結助剤)

本発明において用いる焼結助剤は、炭酸カルシウムと、フッ化カリウム、フッ化リチウム及びフッ化ナトリウムの混合物であって融点が600°C以下である焼結助剤が用いられる。上記の結焼結助剤の融点は、550°C以下であることが好ましく、400~500°Cの範囲内であることがさらに好ましい。このような範囲とすることにより、より低い温度で焼成し、より高い密度の炭酸カルシウム焼結体を製造することができる。焼結の際には、炭酸カルシウムに添加して使用することから、実際の融点は上記の温度よりさらに低くなるため焼結助剤として十分に機能する。焼結助剤の融点は、示差熱分析(DTA)により求めることができる。

[0025] 焼結助剤は、フッ化カリウム10~60モル%、フッ化リチウム30~6

0モル%、及びフッ化ナトリウム0～30モル%の組成範囲を有する混合物であることが好ましい。このような範囲とすることにより、より低い温度で焼成し、より高い密度の炭酸カルシウム焼結体を製造することができる。

[0026] (炭酸カルシウムと焼結助剤の混合物)

本発明においては、焼結助剤の含有割合が0.1～3.0質量%となるように、炭酸カルシウムに焼結助剤を混合して混合物を調製する。焼結助剤の含有割合は、好ましくは0.2～2.5質量%であり、さらに好ましくは0.3～2.0質量%である。混合物中における焼結助剤の含有割合が少なすぎると、炭酸カルシウムが十分に焼結しない場合がある。焼結助剤の含有割合が多すぎると、炭酸カルシウム焼結体の密度を高めることができない場合がある。

[0027] (成形体)

本発明においては、上記混合物を圧縮成形して成形体を作製する。圧縮成形は、一軸成形であることが好ましい。本発明によれば、一軸成形による成形体を用いて、高い密度を有する炭酸カルシウム焼結体を製造することができる。しかしながら、本発明においては、一軸成形に限定されるものではなく、静水圧プレス成形、あるいはドクターブレード成形、鋳込み成形など他に知られた成形方法により成形体を作製してもよい。

[0028] 本発明において、成形体の相対密度は、50%以上であることが好ましく、55%以上であることがより好ましく、58%以上であることがさらに好ましい。成形体の相対密度は、成形体のかさ密度を、炭酸カルシウムの理論密度(2.711g/cm³)で割った値である。成形体のかさ密度は、後述するアルキメデス法により測定することができる。上記成形体の相対密度は、196.1Mpa(2000kgf/cm²)の成形圧で、一軸プレス成形したときに得られるものであることが好ましい。上記範囲の相対密度にすることにより、より高い密度の炭酸カルシウム焼結体を得ることができる。

[0029] (炭酸カルシウム焼結体の製造)

本発明においては、上記の成形体を焼結することにより、炭酸カルシウム

焼結体を製造する。より簡易な工程で焼結するという観点からは、焼結の際の雰囲気は、空気中であることが好ましい。しかしながら、本発明はこれに限定されるものではなく、従来と同様に、炭酸ガス雰囲気中、あるいは窒素ガスなどの不活性ガス雰囲気中で焼結してもよい。本発明によれば、空気中で焼結させても、高い密度を有する炭酸カルシウム焼結体を製造することができる。

[0030] 焼成温度が低すぎると、炭酸カルシウムが十分に焼結しない場合がある。焼成温度が高すぎると、炭酸カルシウムが分解し酸化カルシウムが生成しやすくなるため好ましくない。焼成温度は、380～600℃の範囲内であることが好ましく、より好ましくは390～580℃の範囲内であり、さらに好ましくは400～560℃の範囲内である。

[0031] 炭酸カルシウム焼結体の相対密度は、95%以上であることが好ましく、96%以上であることがより好ましく、97%以上であることがより好ましく、98%以上であることがさらに好ましく、99%以上であることが特に好ましい。

実施例

[0032] 以下、本発明に従う具体的な実施例を説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

[0033] <炭酸カルシウムの製造>

表1及び表2に示す粒子径分布及びBET比表面積を有する炭酸カルシウムを製造した。平均粒子径(D_{50})が0.1 μm を超える粒子については、特許第0995926号の製造方法に従い製造した。それ以外については、石灰乳に炭酸ガスを吹き込んで反応させる一般的な炭酸ガス化合法により製造した。なお、表1に示す実施例1～3及び比較例1～4では、同じ炭酸カルシウムを用いている。

[0034] <透過電子顕微鏡観察による粒子径の測定>

得られた炭酸カルシウムについて、透過型電子顕微鏡観察により粒子径分布を測定した。測定対象である炭酸カルシウム粒子について、1500個の

粒子径を測定し、粒子径分布から平均粒子径 (D_{50}) 並びに D_{90} 、 D_{10} を求めた。各炭酸カルシウムの平均粒子径 (D_{50}) 並びに D_{90} 、 D_{10} 、及び D_{90}/D_{10} の値を表 1 及び表 2 に示した。

[0035] <レーザー回折式粒度分布測定法による粒子径の測定>

得られた炭酸カルシウムについて、レーザー回折式粒度分布測定法により粒子径分布を測定した。その具体的な測定方法は以下のように行なった。測定装置として (株) 島津製作所製レーザー回折式粒度分布測定装置 SALDA-2000J を用い、0.2%ヘキサメタリン酸ナトリウム溶液 100 mL に試料 1 g を加えた後サンプルに投入し、規定の吸光度に達した後、超音波を 1 分間照射し測定を行った。その測定した粒子径分布から、90%粒子径 (D_{90}) を求め、表 1 及び表 2 に示した。

[0036] <BET比表面積の測定>

得られた炭酸カルシウムについて、BET比表面積を測定し、結果を表 1 及び表 2 に示した。

[0037] また、得られた炭酸カルシウムについて、純度を測定したところ、いずれの炭酸カルシウムも 99.8%であった。

[0038] <焼結助剤>

各実施例では、フッ化物系焼結助剤を用いた。フッ化物系焼結助剤として、フッ化カリウムとフッ化リチウムとフッ化ナトリウムの混合物を用いた。混合割合は、モル比で、フッ化カリウム：フッ化リチウム：フッ化ナトリウム = 40 : 49 : 11 である。混合物の融点 (共融温度) は、463°C である。

[0039] 各比較例では、炭酸塩系焼結助剤を用いた。炭酸塩系焼結助剤として、炭酸カリウムと炭酸リチウムの混合物を用いた。混合割合は、モル比で、炭酸カリウム：炭酸リチウム = 38 : 62 である。混合物の融点 (共融温度) は、488°C である。

[0040] <成形体の作製>

焼結助剤の含有量が表 1 及び表 2 に示す量となるように、焼結助剤と炭酸

カルシウムとを混合した。この混合物を適量のジルコニアボールが入ったポリエチレン瓶に入れ、一晚乾式混合を行い、原料粉末とした。この原料粉末を円筒状の金型内に入れ、プレス機を用いて一軸プレス成形した。98 Mpa (1000 kgf/cm²) の成形圧で1分間予備プレス成形した後、196.1 Mpa (2000 kgf/cm²) の成形圧で1分間プレス成形した。

[0041] <成形体の焼成>

得られた成形体を、空气中で表1及び表2に示す焼成温度で3時間焼成した。なお、焼成温度に達するまで毎分10℃で昇温させた。この焼成により、炭酸カルシウム焼結体を得た。

[0042] <成形体及び焼結体の密度の測定>

アルキメデス法より成形体及び焼結体のかさ密度 ρ_b [g/cm³] を求め、得られたかさ密度を炭酸カルシウムの理論密度 (2.711 g/cm³) で割り、その相対密度を求めた。成形体及び焼結体のかさ密度は、次のように求めた。まず、成形体あるいは焼結体の試料の乾燥重量 W_1 を測定し、湯煎したパラフィン中にその試料を10分程度静置した後、取り出して常温になるまで冷やした。冷めた後にパラフィンを含有した試料の重量 W_2 を測定した。その後、その試料の水中重量 W_3 を測定し、下記の式より試料のかさ密度 ρ_b を求めた。

[0043] $\text{かさ密度 } \rho_b \text{ [g/cm}^3\text{]} = W_1 \rho_w / (W_2 - W_3)$

ρ_w : 水の密度 [g/cm³]

W_1 : 試料の乾燥重量 [g]

W_2 : パラフィンを含有した試料の重量 [g]

W_3 : 試料の水中重量 [g]

[0044] 成形体及び焼結体のかさ密度及び相対密度を表1及び表2に示した。

[0045] (焼結助剤による影響：実施例1～3及び比較例1～4)

[0046]

[表1]

	炭酸カルシウム				成形体			焼結助剤		炭酸カルシウム焼結体		
	レーザー回折式粒度分布測定法による粒子径		電子顕微鏡観察による粒子径		BET比表面積 (m ² /g)	かさ密度 (g/cm ³)	相対密度 (%)	種類	含有量 (質量%)	焼成温度 (°C)	かさ密度 (g/cm ³)	相対密度 (%)
	D ₉₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	D ₁₀ (μm)	D ₉₀ /D ₁₀								
実施例1	2.1	0.19	0.15	0.09	12.7	1.68	62.0	フッ化物系	1.2	420	2.66	98.1
比較例1	2.1	0.19	0.15	0.09	12.7	1.68	62.0	炭酸塩系	1.2	420	1.90	70.0
比較例2	2.1	0.19	0.15	0.09	12.7	1.68	62.0	炭酸塩系	1.2	480	2.63	97.0
実施例2	2.1	0.19	0.15	0.09	12.7	1.65	60.9	フッ化物系	0.6	450	2.69	99.2
比較例3	2.1	0.19	0.15	0.09	12.7	1.65	60.9	炭酸塩系	0.6	450	1.76	64.9
実施例3	2.1	0.19	0.15	0.09	12.7	1.65	60.9	フッ化物系	0.3	510	2.66	98.1
比較例4	2.1	0.19	0.15	0.09	12.7	1.65	60.9	炭酸塩系	0.3	510	1.71	63.1

[0047] 実施例1～3においては、フッ化物系焼結助剤を用いており、比較例1～

4においては、炭酸塩系焼結助剤を用いている。表1に示すように、フッ化物系焼結助剤を用いた実施例1～3は、炭酸塩系焼結助剤を用いた比較例1、3及び4に比べ、高い密度の炭酸カルシウム焼結体を得られている。また、実施例1と比較例2の比較から明らかなように、同程度の密度の炭酸カルシウム焼結体を製造する場合、フッ化物系焼結助剤を用いることにより、低い温度で焼成できることがわかる。

[0048] (炭酸カルシウムの粒子径分布による影響：実施例2及び4～8)

[0049]

[表2]

	炭酸カルシウム										炭酸カルシウム焼結体				
	レーザー回折式粒度分布測定法による粒子径			電子顕微鏡観察による粒子径				成形体			焼結助剤		焼成温度 (°C)	かさ密度 (g/cm ³)	相対密度 (%)
	D ₉₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	D ₁₀ (μm)	D ₉₀ (μm)	D ₁₀ (μm)	D ₅₀ /D ₁₀	BET比表面積 (m ² /g)	かさ密度 (g/cm ³)	相対密度 (%)	種類	含有量 (質量%)				
実施例4	1.9	0.18	0.12	0.09	0.09	2.0	15.0	1.68	62.0	フッ化物系	0.6	450	2.67	98.5	
実施例2	2.1	0.19	0.15	0.09	0.09	2.1	12.7	1.65	60.9	フッ化物系	0.6	450	2.69	99.2	
実施例5	2.3	0.25	0.20	0.13	0.13	1.9	8.5	1.73	63.8	フッ化物系	0.6	450	2.68	98.9	
実施例6	8.5	0.07	0.04	0.02	0.02	3.5	35.0	1.23	45.4	フッ化物系	0.6	450	2.30	84.8	
実施例7	4.1	0.40	0.32	0.15	0.15	2.7	5.5	1.44	53.1	フッ化物系	0.6	450	2.45	90.4	
実施例8	5.5	0.23	0.15	0.10	0.10	2.3	12.5	1.49	55.0	フッ化物系	0.6	450	2.53	93.3	

[0050] 表2に示すように、実施例2、4及び5では、透過型電子顕微鏡観察によ

り測定した粒子径分布における平均粒子径 (D_{50}) が $0.05 \sim 0.30 \mu\text{m}$ の範囲内であり、かつレーザー回折式粒度分布測定法により測定した粒子径分布における90%粒子径 (D_{90}) が $3 \mu\text{m}$ 以下である炭酸カルシウムを用いている。これにより、静水圧プレス成形を用いずとも、高い密度の成形体及び高い密度の炭酸カルシウム焼結体が得られている。

請求の範囲

- [請求項1] 炭酸カルシウムと、フッ化カリウム、フッ化リチウム及びフッ化ナトリウムの混合物であって融点が600℃以下である焼結助剤とを準備する工程と、
- 前記焼結助剤が0.1～3.0質量%となるように混合した前記炭酸カルシウムと前記焼結助剤の混合物を圧縮成形して成形体を作製する工程と、
- 前記成形体を焼結することにより、炭酸カルシウム焼結体を製造する工程とを備える、炭酸カルシウム焼結体の製造方法。
- [請求項2] 前記成形体を380～600℃で焼結する、請求項1に記載の炭酸カルシウム焼結体の製造方法。
- [請求項3] 前記圧縮成形が、一軸成形である、請求項1または2に記載の炭酸カルシウム焼結体の製造方法。
- [請求項4] 前記成形体を空气中で焼結する、請求項1～3のいずれか一項に記載の炭酸カルシウム焼結体の製造方法。
- [請求項5] 前記炭酸カルシウムが、純度99質量%以上である、請求項1～4のいずれか一項に記載の炭酸カルシウム焼結体の製造方法。
- [請求項6] 前記炭酸カルシウムが、透過型電子顕微鏡観察により測定した粒子径分布における平均粒子径 (D_{50}) が0.05～0.30 μm の範囲内であり、レーザー回折式粒度分布測定法により測定した粒子径分布における90%粒子径 (D_{90}) が3 μm 以下であり、BET比表面積が5～25 m^2/g である、請求項1～5のいずれか一項に記載の炭酸カルシウム焼結体の製造方法。
- [請求項7] 前記炭酸カルシウム焼結体の相対密度が95%以上である、請求項1～6のいずれか一項に記載の炭酸カルシウム焼結体の製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2017/020011

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C04B35/00(2006.01)i, A01K61/57(2017.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C04B35/00-35/22, C04B35/622-35/84, A01K61/57

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2017	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2017

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
JSTPlus/JSTChina/JST7580 (JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2007-254240 A (Yoshizawa Lime Industry Co., Ltd.), 04 October 2007 (04.10.2007), claim 1 (Family: none)	1-7
Y	JP 2007-063085 A (Shoji SEIKE), 15 March 2007 (15.03.2007), claim 1; paragraph [0007] (Family: none)	1-7
Y	Yutaka HASHIZUKA, "Sintering of Calcium Carbonate", Kagawa Prefectural Industrial Technology Center Kenkyu Hokoku, 1998.05, no.5, pages 1 to 4	1-7

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 18 July 2017 (18.07.17)	Date of mailing of the international search report 01 August 2017 (01.08.17)
--------------------------------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------

Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.
--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/020011

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 7-242415 A (Inax Corp.), 19 September 1995 (19.09.1995), claims 1, 4; paragraph [0017] & DE 19507309 A1 & NL 9500371 A	1-7
Y	JP 6-087649 A (Toshiba Tungaloy Co., Ltd.), 29 March 1994 (29.03.1994), paragraphs [0016], [0017] (Family: none)	1-7
Y	JP 62-007664 A (Shinagawa Refractories Co., Ltd.), 14 January 1987 (14.01.1987), page 2, lower right column, line 3 to page 3, upper right column, line 3 (Family: none)	1-7
Y	BENEŠ, O., KONINGS, R. J. M., Thermodynamic properties and phase diagrams of fluoride salts for nuclear applications, Journal of Fluorine Chemistry, 2009, Vol.130, Issue 1, PP.22-29, ISSN 0022-1139, DOI:10.1016/j.jfluchem.2008. 07.014	1-7
A	JP 10-226566 A (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 25 August 1998 (25.08.1998), claims (Family: none)	1-7

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C04B35/00(2006.01)i, A01K61/57(2017.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C04B35/00 - 35/22, C04B35/622 - 35/84, A01K61/57

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2017年
日本国実用新案登録公報	1996-2017年
日本国登録実用新案公報	1994-2017年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JSTPlus/JSTChina/JST7580 (JDreamIII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2007-254240 A (吉澤石灰工業株式会社) 2007.10.04, [請求項1] (ファミリーなし)	1-7
Y	JP 2007-063085 A (清家捷二) 2007.03.15, [請求項1], [0007] (ファミリーなし)	1-7

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

18.07.2017

国際調査報告の発送日

01.08.2017

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
 郵便番号100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

浅野 昭

電話番号 03-3581-1101 内線 3465

4 T

5794

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	橋塚豊, 炭酸カルシウムの焼結, 香川県工業技術センター研究報告, 1998.05, No.5, PP.1-4	1-7
Y	JP 7-242415 A (株式会社イナックス) 1995.09.19, [請求項1], [請求項4], [0017] & DE 19507309 A1 & NL 9500371 A	1-7
Y	JP 6-087649 A (東芝タンガロイ株式会社) 1994.03.29, [0016], [0017] (ファミリーなし)	1-7
Y	JP 62-007664 A (品川白煉瓦株式会) 1987.01.14, 第2頁右下欄3行-第3頁右上欄3行 (ファミリーなし)	1-7
Y	BENEŠ, O., KONINGS, R. J. M., Thermodynamic properties and phase diagrams of fluoride salts for nuclear applications, Journal of Fluorine Chemistry, 2009, Vol.130, Issue 1, PP.22-29, ISSN 0022-1139, DOI:10.1016/j.jfluchem.2008.07.014	1-7
A	JP 10-226566 A (信越化学工業株式会社) 1998.08.25, [特許請求の範囲] (ファミリーなし)	1-7