



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0124701  
(43) 공개일자 2019년11월05일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C04B 38/10 (2006.01) C04B 35/10 (2006.01)  
C04B 35/63 (2006.01) C04B 38/00 (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
C04B 38/10 (2013.01)  
C04B 35/10 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2019-7018800
- (22) 출원일자(국제) 2018년02월26일  
심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2019년06월28일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2018/006924
- (87) 국제공개번호 WO 2018/155681  
국제공개일자 2018년08월30일
- (30) 우선권주장  
JP-P-2017-035244 2017년02월27일 일본(JP)

- (71) 출원인  
가부시키키가이샤 시라이시 줌오 쟁류쇼  
일본 효고켄 아마가사끼시 모토타마쵸 4쵸메 78반쵸
- (72) 발명자  
다지카 마사히코  
일본 효고켄 아마가사끼시 모토타마쵸 4쵸메 78반쵸 가부시키키가이샤 시라이시 줌오 쟁류쇼 나이  
우메모토 쇼타  
일본 효고켄 아마가사끼시 모토타마쵸 4쵸메 78반쵸 가부시키키가이샤 시라이시 줌오 쟁류쇼 나이  
시마이 슌조  
일본 지바켄 도가네시 다이카타 62반쵸 4고
- (74) 대리인  
특허법인코리아나

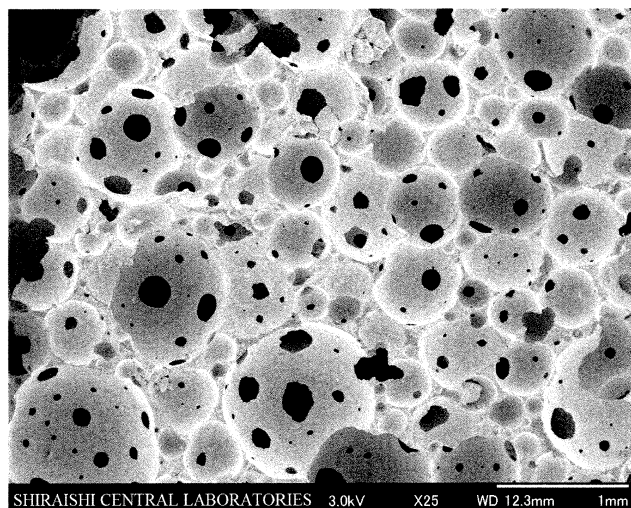
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 탄산칼슘 다공질 소결체의 제조 방법

(57) 요약

탄산칼슘 다공질 소결체를 간단하게 제조할 수 있는 제조 방법을 제공한다. 탄산칼슘과 겔화제를 함유하는 분산액을 조제하는 공정과, 분산액에 발포제를 첨가한 후 교반하여 기포를 발생시켜, 발포체를 제작하는 공정과, 발포체를 겔화하는 공정과, 겔화된 발포체를 소결함으로써, 탄산칼슘 다공질 소결체를 제조하는 공정을 구비하는 것을 특징으로 하고 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

**C04B 35/6303** (2013.01)

**C04B 38/0045** (2013.01)

**C04B 2235/445** (2013.01)

**C04B 2235/661** (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

탄산칼슘과 겔화제를 함유하는 분산액을 조제하는 공정과,  
상기 분산액에 발포제를 첨가한 후 교반하여 기포를 발생시켜, 발포체를 제작하는 공정과,  
상기 발포체를 겔화하는 공정과,  
겔화된 상기 발포체를 소결함으로써, 탄산칼슘 다공질 소결체를 제조하는 공정을 구비하는, 탄산칼슘 다공질 소결체의 제조 방법.

#### 청구항 2

제 1 항에 있어서,  
상기 분산액이 소결 보조제를 함유하는, 탄산칼슘 다공질 소결체의 제조 방법.

#### 청구항 3

제 2 항에 있어서,  
상기 소결 보조제가, 리튬, 나트륨 및 칼륨 중의 적어도 2 종의 탄산염 또는 불화물을 함유하고, 또한 융점이 600 °C 이하인, 탄산칼슘 다공질 소결체의 제조 방법.

#### 청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,  
상기 분산액이, 상기 탄산칼슘을 20 체적% 이상 함유하는, 탄산칼슘 다공질 소결체의 제조 방법.

#### 청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,  
상기 발포체의 소결은, 가소결한 후, 본 소결하는 공정인, 탄산칼슘 다공질 소결체의 제조 방법.

#### 청구항 6

제 5 항에 있어서,  
가소결의 온도가 200 ~ 500 °C 의 범위 내이고, 본 소결의 온도가 가소결의 온도 이상이고, 또한 420 ~ 600 °C 의 범위 내인, 탄산칼슘 다공질 소결체의 제조 방법.

#### 청구항 7

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,  
상기 탄산칼슘이, 투과형 전자 현미경 관찰에 의해 측정된 입자경 분포에 있어서의 평균 입자경 ( $D_{50}$ ) 이 0.05 ~ 0.30  $\mu\text{m}$  의 범위 내인, 탄산칼슘 다공질 소결체의 제조 방법.

#### 청구항 8

제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 있어서,  
상기 탄산칼슘의 BET 비표면적이 5 ~ 25  $\text{m}^2/\text{g}$  인, 탄산칼슘 다공질 소결체의 제조 방법.

#### 청구항 9

제 1 항 내지 제 8 항 중 어느 한 항에 있어서,  
상기 탄산칼슘의 순도가 99.9 질량% 이상인, 탄산칼슘 다공질 소결체의 제조 방법.

**청구항 10**

순도가 99.9 질량% 이상인, 탄산칼슘 다공질 소결체 제조용 탄산칼슘.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은, 탄산칼슘 다공질 소결체의 제조 방법에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 탄산칼슘 소결체는, 인공 진주의 성장핵이나 생체 용도 등에 대한 응용이 기대되고 있어, 그 제조 방법에 대해 여러 가지로 연구되고 있다. 종래의 탄산칼슘 소결체의 제조 방법에서는, 일반적으로, 탄산칼슘과 소결 보조제의 혼합물을 정수압 프레스에 의해 성형체로 하고, 이 성형체를 탄산 가스 분위기 중에서 소결함으로써 제조되고 있다 (특허문헌 1 및 비특허문헌 1).

**선행기술문헌**

**특허문헌**

[0003] (특허문헌 0001) 일본 공개특허공보 2007-254240호

**비특허문헌**

[0004] (비특허문헌 0001) 토마즈리 사토코 외 "탄산칼슘의 소결에 있어서의 출발 물질의 영향" 무기 머티리얼 학회 학술 강연회 강연 요지집 Vol.105th P.46-47 (2002.11.14)

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0005] 탄산칼슘 소결체를 다공질로 함으로써, 탄산칼슘 소결체의 표면적을 높일 수 있고, 생체 용도 등 다양한 용도에 있어서 유용한 탄산칼슘 소결체로 할 수 있다. 이와 같은 관점에서, 종래부터, 탄산칼슘 다공질 소결체를 간이하게 제조할 수 있는 방법이 요망되고 있다.

[0006] 본 발명의 목적은, 탄산칼슘 다공질 소결체를 간이하게 제조할 수 있는 제조 방법을 제공하는 것에 있다.

**과제의 해결 수단**

[0007] 본 발명의 제조 방법은, 탄산칼슘과 겔화제를 함유하는 분산액을 조제하는 공정과, 분산액에 발포제를 첨가한 후 교반하여 기포를 발생시켜, 발포체를 제작하는 공정과, 발포체를 겔화하는 공정과, 겔화된 발포체를 소결함으로써, 탄산칼슘 다공질 소결체를 제조하는 공정을 구비하는 것을 특징으로 하고 있다.

[0008] 본 발명에 있어서, 분산액은, 소결 보조제를 함유하고 있어도 된다. 이 경우, 소결 보조제로는, 리튬, 나트륨 및 칼륨 중의 적어도 2 종의 탄산염 혹은 불화물을 함유하고, 또한 융점이 600 °C 이하인 소결 보조제를 들 수 있다.

[0009] 분산액은, 탄산칼슘을 20 체적% 이상 함유하는 것이 바람직하다.

[0010] 소결하는 공정은, 가 (假) 소결한 후, 본 (本) 소결하는 공정인 것이 바람직하다.

[0011] 가소결의 온도는, 200 ~ 500 °C 의 범위 내이고, 본 소결의 온도는, 가소결의 온도 이상이고, 또한 420 ~ 600

℃ 의 범위 내인 것이 바람직하다.

[0012] 탄산칼슘으로는, 예를 들어, 투과형 전자 현미경 관찰에 의해 측정된 입자경 분포에 있어서의 평균 입자경 ( $D_{50}$ ) 이 0.05 ~ 0.30  $\mu\text{m}$  의 범위 내인 것이 바람직하게 사용된다. 탄산칼슘의 BET 비표면적은, 5 ~ 25  $\text{m}^2/\text{g}$  인 것이 바람직하다.

[0013] 본 발명에 있어서, 탄산칼슘의 순도는 99.9 질량% 이상이어도 된다. 불순물 함유량이 적은 고순도 탄산칼슘을 사용함으로써, 소결 보조제를 첨가하지 않아도 다공질 소결체를 제작하는 것이 가능하다. 이 때의 탄산칼슘의 순도는, 99.9 질량% 이상인 것이 바람직하고, 99.99 질량% 이상인 것이 보다 바람직하다.

[0014] 본 발명의 탄산칼슘 다공질 소결체 제조용 탄산칼슘은, 순도가 99.9 질량% 이상인 것을 특징으로 하고 있다.

### 발명의 효과

[0015] 본 발명에 의하면, 탄산칼슘 다공질 소결체를 간단하게 제조할 수 있다.

### 도면의 간단한 설명

[0016] 도 1 은, 실시예 1 의 탄산칼슘 다공질 소결체를 나타내는 주사형 전자 현미경 사진 (배율 25 배) 이다.

도 2 는, 실시예 1 의 탄산칼슘 다공질 소결체를 나타내는 주사형 전자 현미경 사진 (배율 150 배) 이다.

도 3 은, 실시예 1 의 탄산칼슘 다공질 소결체를 나타내는 주사형 전자 현미경 사진 (배율 5000 배) 이다.

도 4 는, 실시예 1 의 탄산칼슘 다공질 소결체를 나타내는 주사형 전자 현미경 사진 (배율 20000 배) 이다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0017] 이하, 바람직한 실시형태에 대해 설명한다. 단, 이하의 실시형태는 단순한 예시이고, 본 발명은 이하의 실시형태에 한정되는 것은 아니다.

[0018] (탄산칼슘)

[0019] 본 발명에 있어서 사용하는 탄산칼슘은, 탄산칼슘 다공질 소결체의 제조에 사용할 수 있는 것이면 특별히 한정되지 않는다. 치밀한 벽부를 갖는 다공질 소결체를 제작할 수 있다는 관점에서는, 투과형 전자 현미경 관찰에 의해 측정된 입자경 분포에 있어서의 평균 입자경 ( $D_{50}$ ) 이 0.05 ~ 0.30  $\mu\text{m}$  의 범위 내인 탄산칼슘이 바람직하다.

[0020] 투과형 전자 현미경 관찰에 의해 측정된 입자경 분포에 있어서의 평균 입자경 ( $D_{50}$ ) 은, 0.05 ~ 0.30  $\mu\text{m}$  의 범위 내인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 0.08 ~ 0.25  $\mu\text{m}$  의 범위 내이고, 더욱 바람직하게는 0.10 ~ 0.20  $\mu\text{m}$  의 범위 내이다. 평균 입자경 ( $D_{50}$ ) 을 이와 같은 범위 내로 함으로써, 치밀한 벽부를 갖는 다공질 소결체를 제조할 수 있다. 투과형 전자 현미경 관찰에 의한 입자경 분포는, 측정 대상인 탄산칼슘을 투과형 전자 현미경 관찰로 1000 개 이상 측정함으로써 구할 수 있다.

[0021] 본 발명에 있어서 사용하는 탄산칼슘은, 예를 들어, 일반적으로 잘 알려진 석회유에 탄산 가스를 주입하여 반응시키는 탄산 가스 화합법에 의해 제조할 수 있다. 특히 평균 입자경 ( $D_{50}$ ) 이 0.1  $\mu\text{m}$  를 초과하는 입자에 대해서는 일본 특허 제0995926호의 제조 방법에 따라 제조할 수 있다.

[0022] 본 발명에 있어서 사용하는 탄산칼슘의 BET 비표면적은, 5 ~ 25  $\text{m}^2/\text{g}$  인 것이 바람직하고, 7 ~ 20  $\text{m}^2/\text{g}$  인 것이 보다 바람직하고, 8 ~ 15  $\text{m}^2/\text{g}$  인 것이 더욱 바람직하다. BET 비표면적을 상기의 범위 내로 함으로써, 탄산칼슘의 소결성을 높일 수 있다. 이 때문에, 치밀한 벽부를 갖는 다공질 소결체를 제조할 수 있다.

[0023] 본 발명에 있어서 사용하는 탄산칼슘의 순도는, 99.0 질량% 이상인 것이 바람직하고, 99.5 질량% 이상인 것이 보다 바람직하고, 99.6 질량% 이상인 것이 더욱 바람직하다.

[0024] 본 발명에 있어서 사용하는, 순도가 99.7 질량% 이상인 고순도 탄산칼슘을 사용할 수 있다. 고순도 탄산칼슘을 사용함으로써, 소결에 필요한 소결 보조제의 양을 줄일 수 있다. 또, 소결 보조제를 사용하지 않고, 소결할 수도 있다. 순도는, 99.8 질량% 이상인 것이 바람직하고, 99.9 질량% 이상인 것이 보다 바람직하고,

99.95 질량% 이상인 것이 더욱 바람직하다. 이와 같은 고순도 탄산칼슘은, 예를 들어, 일본 공개특허공보 2012-240872호에 개시된 방법으로 제조할 수 있다.

[0025] 또한, 고순도 탄산칼슘의 순도의 상한값은 특별히 한정되는 것은 아니지만, 일반적으로는, 99.9999 질량% 이다.

[0026] (소결 보조제)

[0027] 본 발명에 있어서 사용하는 소결 보조제는, 탄산칼슘을 소결시켜 다공질 소결체를 제조하는 것이 가능한 것이라면, 특별히 한정되지 않고 사용할 수 있다. 소결 보조제로는, 예를 들어, 리튬, 나트륨 및 칼륨 중의 적어도 2 종의 탄산염을 함유하고, 또한 용점이 600 °C 이하인 소결 보조제를 들 수 있다. 소결 보조제의 용점은, 550 °C 이하인 것이 바람직하고, 530 °C 이하인 것이 보다 바람직하고, 450 ~ 520 °C 의 범위인 것이 더욱 바람직하다. 소결 보조제의 용점을 상기 범위로 함으로써, 보다 저온에서 소성하여 탄산칼슘 다공질 소결체를 제조할 수 있다. 소결시에는, 탄산칼슘에 첨가하여 사용하므로, 실제의 용점은 상기의 온도 보다 더 낮아지기 때문에 소결 보조제로서 충분히 기능한다. 소결 보조제는, 탄산칼륨 및 탄산리튬의 혼합물인 것이 바람직하다. 소결 보조제의 용점은, 예를 들어, 상도 (相圖) 로부터 구할 수 있고, 시차열 분석 (DTA) 에 의해 측정하는 것도 가능하다.

[0028] 또, 리튬, 나트륨 및 칼륨 중의 적어도 2 종의 불화물을 함유하고, 또한 용점이 600 °C 이하인 소결 보조제를 들 수 있다. 이와 같은 소결 보조제도, 상기의 용점의 범위를 갖는 것이 바람직하다. 이와 같은 소결 보조제로서, 예를 들어, 불화칼륨, 불화리튬 및 불화나트륨의 혼합물을 들 수 있다. 구체적으로는, 예를 들어, 불화칼륨 10 ~ 60 몰%, 불화리튬 30 ~ 60 몰%, 및 불화나트륨 0 ~ 30 몰% 의 조성 범위를 갖는 혼합물을 들 수 있다. 이와 같은 범위로 함으로써, 보다 낮은 온도에서 소성하여, 치밀한 벽부를 갖는 탄산칼슘 다공질 소결체를 제조할 수 있다.

[0029] 소결 보조제의 함유 비율은, 탄산칼슘과 소결 보조제의 합계에 대해, 0.1 ~ 3.0 질량% 의 범위 내인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 0.2 ~ 2.5 질량% 의 범위 내이고, 더욱 바람직하게는 0.3 ~ 2.0 질량% 의 범위 내이다. 소결 보조제의 함유 비율이 지나치게 적으면, 탄산칼슘이 충분히 소결되지 않는 경우가 있다. 소결 보조제의 함유 비율이 지나치게 많으면, 탄산칼슘 다공질 소결체의 벽부의 밀도를 높일 수 없는 경우가 있다.

[0030] (겔화제)

[0031] 본 발명의 분산액에는, 겔화제가 함유된다. 겔화제를 함유함으로써, 발포 후의 분산 발포체 중의 기포의 강도가 올라가, 발포체의 형상을 안정화시킬 수 있다. 겔화제로는, 메틸셀룰로오스 등의 다당류나, 이소부틸렌-무수 말레산 공중합체의 알칼리 수용성 폴리머 등을 들 수 있다.

[0032] 분산액 중의 겔화제의 함유량은, 탄산칼슘 100 질량부에 대해 0.1 ~ 5 질량부의 범위가 바람직하고, 0.5 ~ 3 질량부의 범위가 보다 바람직하다. 겔화제의 함유량이 지나치게 적으면, 발포체 중의 기포의 강도가 올라가지 않아, 발포체의 형상을 안정화시킬 수 없는 경우가 있다. 겔화제의 함유량이 지나치게 많아지면, 함유량에 비례한 상기 효과를 얻을 수 없는 경우가 있다.

[0033] (분산액)

[0034] 본 발명에 있어서는, 물 등의 분산매에 탄산칼슘을 서서히 첨가하면서, 디스퍼, 믹서, 볼 밀 등의 교반력이 강한 장치를 사용하여, 탄산칼슘을 분산매에 분산시키는 것이 바람직하다. 소결 보조제가 필요한 경우에는, 일반적으로, 분산액에 첨가한다. 탄산칼슘의 함유량은, 일반적으로, 분산액 중에 있어서 30 ~ 70 질량% 인 것이 바람직하다. 이 때, 필요하다면 탄산칼슘 100 질량부에 대해 0 ~ 3 질량부 정도의 폴리아크릴산염 등의 고분자 계면 활성제를 분산제로서 첨가해도 된다.

[0035] 겔화제는, 탄산칼슘의 첨가 전, 첨가 후, 혹은 탄산칼슘의 첨가와 동시에, 분산매에 첨가할 수 있다.

[0036] (발포제)

[0037] 본 발명에 있어서 사용하는 발포제로는, 라우릴황산트리에탄올아민 등의 알킬황산에스테르염, 폴리옥시에틸렌알킬에테르황산에스테르염, 폴리옥시에틸렌알킬에테르아세트산염, 알킬폴리글루코사이드 등을 들 수 있다.

[0038] (발포체의 제작)

- [0039] 본 발명에서는, 상기 분산액에 발포제를 첨가한 후 교반하여 기포를 발생시킴으로써 발포체를 제작한다. 발포체는, 분산액 중의 발포제의 농도가 0.01 ~ 5 질량% 정도가 되도록 첨가하는 것이 바람직하고, 0.1 ~ 3 질량% 정도가 되도록 첨가하는 것이 보다 바람직하다. 교반은, 핸드 믹서나 디스퍼 등으로 실시하는 것이 바람직하다. 교반을 실시함으로써 분산액의 온도가 상승하는 경우가 있기 때문에, 필요하다면, 분산액을 냉각시키면서 교반을 실시해도 된다.
- [0040] (발포체의 겔화)
- [0041] 본 발명에 있어서는, 제작된 발포체를 겔화한다. 발포체를 겔화함으로써, 소결시에 발포체의 형상을 유지할 수 있다. 겔화시키는 방법으로는, 분산액 중의 칼슘 이온으로 가교 구조를 만듦으로써 겔화시키는 방법, 겔화제 자체의 온도 특성을 이용하여 겔화를 촉진시키는 방법 등을 들 수 있다.
- [0042] 겔화된 발포체는, 건조시켜 적어도 일부의 수분을 제거한 후, 소결하는 것이 바람직하다. 건조 온도는, 30 ~ 200 °C 의 범위인 것이 바람직하다.
- [0043] (발포체의 소결)
- [0044] 본 발명에 있어서는, 겔화된 발포체를 소결함으로써, 탄산칼슘 다공질 소결체를 제조한다. 본 발명에 있어서는, 가소결한 후, 본 소결하는 것이 바람직하다. 이로써, 발포체 중에 함유되어 있는 유기분이 잔존, 탄화되어 거무스름해지거나, 유기분이 급격하게 분해를 일으킴으로써, 소결체에 균열의 발생을 일으키는 것을 방지할 수 있다.
- [0045] 가소결의 온도는 200 ~ 500 °C 의 범위 내인 것이 바람직하고, 300 ~ 420 °C 의 범위 내인 것이 보다 바람직하다. 본 소결의 온도는, 가소결의 온도 이상이고, 또한 420 ~ 600 °C 의 범위 내인 것이 바람직하고, 450 ~ 540 °C 의 범위 내인 것이 보다 바람직하다.
- [0046] 또, 가소결 및 본 소결시의 승온 속도는, 2 ~ 20 °C/분의 범위 내인 것이 바람직하다. 이로써, 유기분이 급격하게 분해를 일으킴으로써, 소결체에 균열의 발생을 일으키는 것을 방지할 수 있다.
- [0047] 소결시의 분위기는, 공기 중인 것이 바람직하다. 그러나, 본 발명은 이것에 한정되는 것이 아니고, 탄산 가스 분위기 중, 혹은 질소 가스 등의 불활성 가스 분위기 중에서 소결해도 된다. 본 발명에 의하면, 공기 중에서 소결시켜도, 탄산칼슘 다공질 소결체를 제조할 수 있다.
- [0048] (탄산칼슘 다공질 소결체)
- [0049] 본 발명의 탄산칼슘 다공질 소결체의 기공률은, 50 체적% 이상인 것이 바람직하고, 60 체적% 이상인 것이 보다 바람직하고, 70 체적% 이상인 것이 보다 바람직하고, 80 체적% 이상인 것이 더욱 바람직하고, 82 체적% 이상인 것이 특히 바람직하다. 이로써, 탄산칼슘 다공질 소결체를, 생체 용도 등에도 사용할 수 있다. 또한, 탄산칼슘 다공질 소결체의 기공률의 상한값은 특별히 한정되는 것은 아니지만, 일반적으로는, 95 체적% 이다.
- [0050] 본 발명의 탄산칼슘 다공질 소결체는, 소결체의 외부에 이르는 연통공이 형성되어 있는 것이 바람직하다. 이로써, 다공질 소결체 내부의 탄산칼슘을 외부의 분위기와 용이하게 접촉시킬 수 있다. 따라서, 예를 들어, 생체 용도 등에 더욱 바람직하게 사용할 수 있다.
- [0051] 실시예
- [0052] 이하, 본 발명에 따른 구체적인 실시예를 설명하지만, 본 발명은 이들 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- [0053] <실시예 1>
- [0054] (탄산칼슘)
- [0055] 순도 99.61 질량%, 평균 입자경 (D<sub>50</sub>) 0.15 μm, BET 비표면적 10 m<sup>2</sup>/g 인 탄산칼슘을 사용하였다. 평균 입자경 (D<sub>50</sub>) 은, 측정 대상인 탄산칼슘 입자에 대해, 투과형 전자 현미경 관찰에 의해 1500 개의 입자경을 측정하여, 입자경 분포로부터 구하였다. BET 비표면적은, 시마즈 제작소 제조의 플로소브 2200 을 사용하여, 1 점법에 의해 측정하였다. 순도는, 차분법에 의해 도출하였다. 구체적으로는, 유도 결합 플라즈마 발광 분석 장치를 사용하여, 질량이 이미 알려진 시료를 용해시킨 측정 검액 중의 불순물량을 측정하고, 얻어진 결과의 합을 불순물 함량으로 하여, 전체에서 불순물 함량을 뺀 값을 순도로 하였다.

- [0056] 상기의 탄산칼슘을 사용하여, 이하와 같이 하여, 탄산칼슘 다공질 소결체를 제조하였다.
- [0057] (분산액의 조제)
- [0058] 이온 교환수 55 질량부와, 탄산칼슘 100 질량부와, 메틸셀룰로오스 0.55 질량부와, 특수 폴리카르복실산형 고분자 계면 활성제 2.5 질량부 (유효 부수 1.0 질량부) 와, 탄산칼륨 0.32 질량부와, 탄산리튬 0.28 질량부를 호모디스퍼를 사용하여 혼합하여, 분산액을 얻었다. 메틸셀룰로오스는 겔화제이고, 특수 폴리카르복실산형 고분자 계면 활성제는 분산제이며, 탄산칼륨 및 탄산리튬은 소결 보조제이다.
- [0059] (발포체의 제작)
- [0060] 얻어진 분산액에, 발포제로서의 라우릴황산트리에탄올아민 0.97 질량부 (유효 부수 0.39 질량부) 를 첨가하고, 핸드 믹서로, 1000 rpm, 10 분간 교반하여 기포를 발생시켜, 발포체를 제작하였다.
- [0061] (발포체의 겔화)
- [0062] 발포체를 종이로 제작한 성형형에 넣고, 성형형을 열풍 건조기로 옮겨, 열풍 건조기 내에서 발포체를 80 ℃, 0.5 시간 가열함으로써, 발포체를 겔화시켰다. 겔화된 발포체를, 80 ℃, 12 시간 가열함으로써, 건조시켰다.
- [0063] (발포체의 소결)
- [0064] 겔화하여 건조시킨 발포체를, 가소결 온도 (400 ℃) 까지 5 ℃/분의 승온 속도로 승온시키고, 승온 후 10 시간 가소결을 실시하였다. 다음으로, 400 ℃ 로부터, 동일한 승온 속도로 본 소결 온도 (510 ℃) 까지 승온시켜, 승온 후 3 시간 본 소결을 실시하고, 그 후, 10 ℃/분의 속도로 실온까지 냉각시켜, 탄산칼슘 다공질 소결체를 얻었다.
- [0065] 얻어진 탄산칼슘 다공질 소결체의 기공률은, 82 체적% 였다. 기공률은, 소결체를 직방체 블록상으로 잘라 내어, 블록의 중량과 겔보기 체적으로부터 밀도를 구하고, 탄산칼슘의 진밀도 2.711 g/cm<sup>3</sup> 로 나누어, 상대 밀도 (%) 를 구하고, 100 % 로부터 상대 밀도를 뺀 값을 기공률로 하였다.
- [0066] <실시에 2>
- [0067] 발포체의 양을, 0.97 질량부에서 0.04 질량부로 변경한 것 이외에는, 실시예 1 과 동일하게 하여, 발포체를 제작하고, 제작된 발포체를 겔화하고 소결하여, 탄산칼슘 다공질 소결체를 얻었다. 얻어진 탄산칼슘 다공질 소결체의 기공률은, 64 체적% 였다.
- [0068] <실시에 3>
- [0069] 겔화제로서, 이소부틸렌-무수 말레산 공중합체의 알칼리 수용성 폴리머를 사용하는 것 이외에는, 실시예 1 과 동일하게 하여, 발포체를 제작하고, 제작된 발포체를 겔화하고 소결하여, 탄산칼슘 다공질 소결체를 얻었다. 얻어진 탄산칼슘 다공질 소결체의 기공률은, 78 체적% 였다.
- [0070] <비교예 1>
- [0071] 겔화제를 사용하지 않은 것 이외에는, 실시예 1 과 동일하게 하여, 발포체를 제작하고, 제작된 발포체를 겔화하고 소결하였다. 그러나, 소결시에 발포체의 형상을 유지할 수 없어, 탄산칼슘 다공질 소결체를 얻을 수 없었다.
- [0072] <탄산칼슘 다공질 소결체의 주사형 전자 현미경 관찰>
- [0073] 도 1 ~ 도 4 는, 실시예 1 에서 얻어진 탄산칼슘 다공질 소결체의 주사형 전자 현미경 사진이다. 도 1 은 배율 25 배, 도 2 는 배율 150 배, 도 3 은 배율 5000 배, 도 4 는 배율 20000 배이다. 도 1 및 도 2 로부터 분명한 바와 같이, 탄산칼슘 다공질 소결체는, 소결체의 외부에 이르는 연통공을 갖고 있는 것을 알 수 있다. 또, 도 3 및 도 4 로부터 분명한 바와 같이, 탄산칼슘 입자가 치밀하게 소결되어, 치밀한 벽부를 갖는 다공질 소결체가 형성되어 있는 것을 알 수 있다.
- [0074] <실시에 4>
- [0075] 순도 99.99 질량%, 평균 입자경 (D<sub>50</sub>) 0.15 μm, BET 비표면적 10 m<sup>2</sup>/g 인 탄산칼슘을 사용하고, 소결 보조제로서의 탄산칼륨 및 탄산리튬을 분산액에 첨가하지 않은 것 이외에는, 실시예 1 과 동일하게 하여, 발포체를 제작

하고, 제작된 발포체를 겔화하고 소결하여, 탄산칼슘 다공질 소결체를 얻었다. 얻어진 탄산칼슘 다공질 소결체의 기공률은, 84 체적% 였다.

[0076] <실시에 5>

[0077] 순도 99.91 질량%, 평균 입자경 ( $D_{50}$ ) 0.15  $\mu\text{m}$ , BET 비표면적 10  $\text{m}^2/\text{g}$  인 탄산칼슘을 사용하고, 소결 보조제로서의 탄산칼슘 및 탄산리튬을 분산액에 첨가하지 않은 것 이외에는, 실시예 1 과 동일하게 하여, 발포체를 제작하고, 제작된 발포체를 겔화하고 소결하여, 탄산칼슘 다공질 소결체를 얻었다. 얻어진 탄산칼슘 다공질 소결체의 기공률은, 81 체적% 였다.

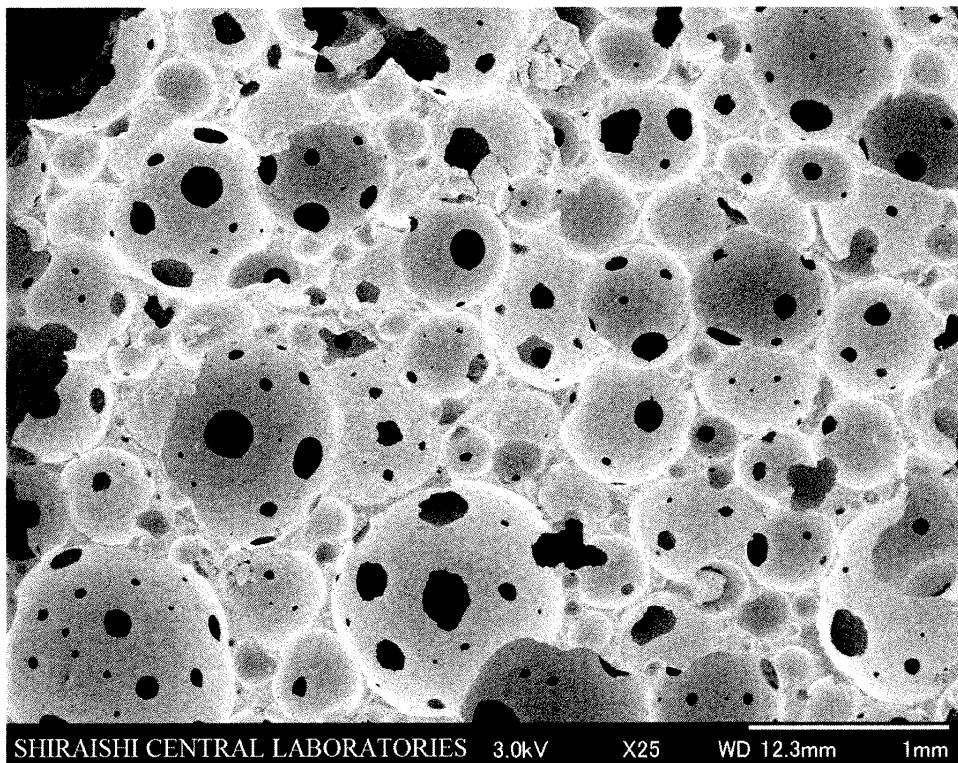
[0078] <참고예 1>

[0079] 소결 보조제로서의 탄산칼슘 및 탄산리튬을 분산액에 첨가하지 않은 것 이외에는, 실시예 1 과 동일하게 하여, 발포체를 제작하고, 제작된 발포체를 겔화하고 소결했지만, 탄산칼슘 다공질 소결체는 얻어지지 않았다.

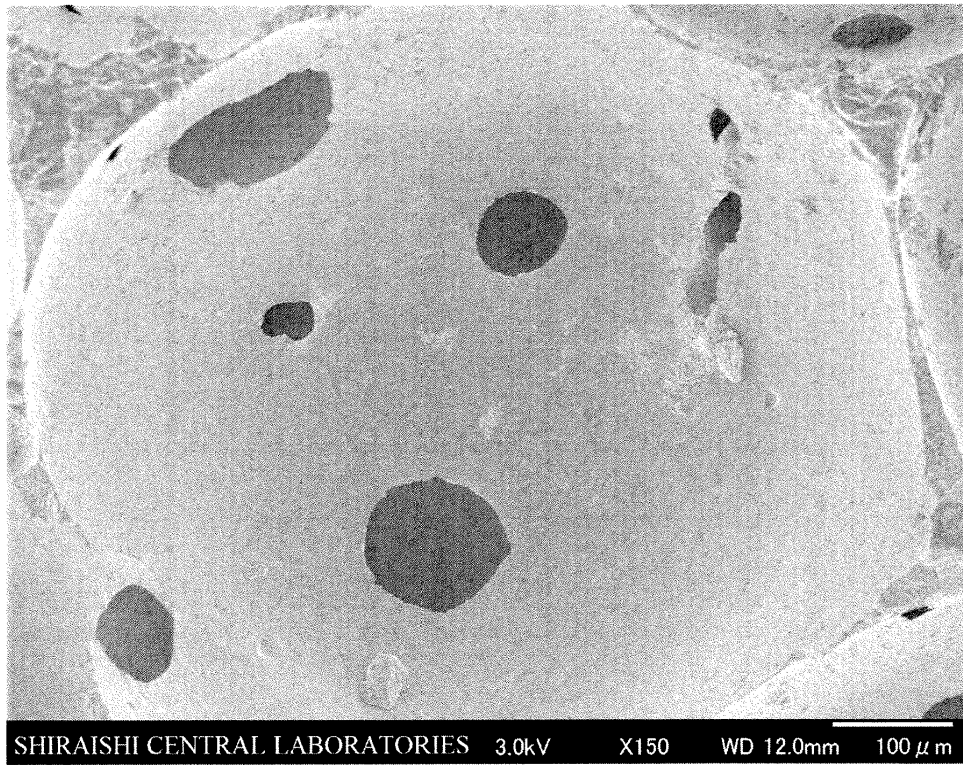
[0080] 실시예 4 및 5 와 참고예 1 의 비교로부터, 고순도 탄산칼슘을 사용함으로써 소결 보조제를 사용하지 않고, 탄산칼슘 다공질 소결체를 제조할 수 있는 것을 알 수 있다.

## 도면

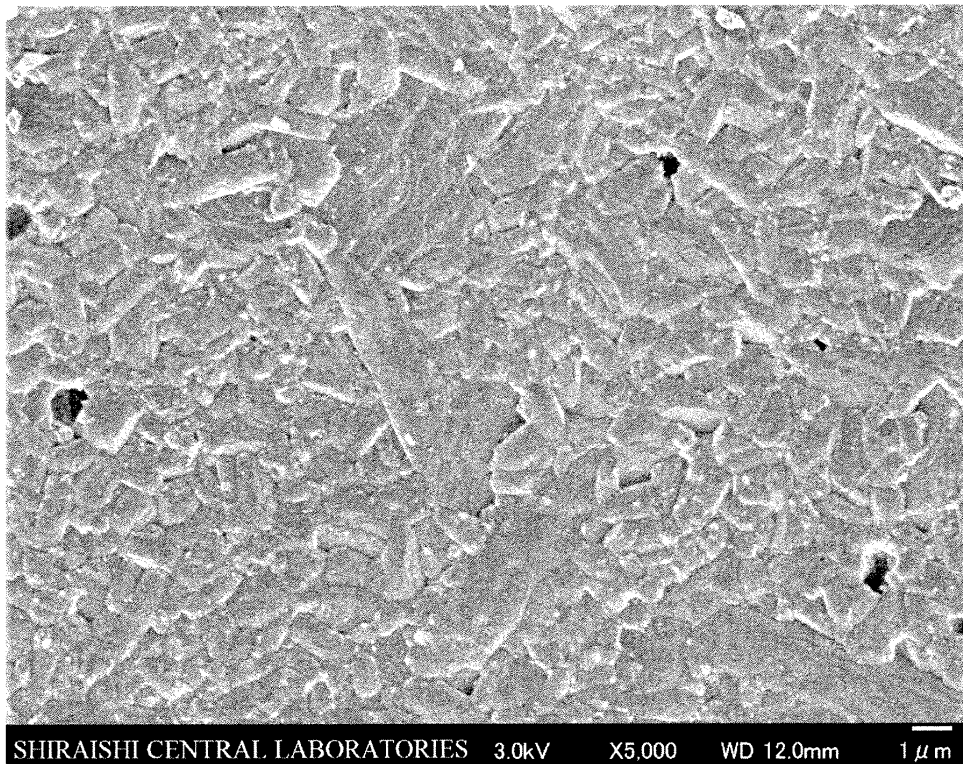
### 도면1



도면2



도면3



도면4

