

## 炭酸カルシウム焼結多孔体の作製

((株)白石中央研究所) ○梅本 奨大・田近 正彦, (山形大学) 鵜沼 英郎, (上海珪酸塩研究所) 島井 駿蔵

**Preparation of calcium carbonate porous ceramics** /S. Umemoto, M. Tajika (Shiraishi Central Laboratories), H. Unuma (Yamagata University), S. Shimai (Shanghai Institute of Ceramics)/ CaCO<sub>3</sub> porous ceramics were prepared by foaming and gel-casting method followed by pressureless sintering in air. Calcite powder (consisted of monodispersed particles with 150 nm in diameter.) and gelation agent (methyl cellulose) were dispersed in water by using a polyacrylate-based dispersant to prepare a slurry containing 40 vol% of calcite powder. The slurry was whisked, dried and then sintered in air. The obtained CaCO<sub>3</sub> porous ceramics consisted of densely sintered frameworks and aligned macroscopic pores containing microspores in their internal walls and had open cell structure. The apparent porosity was controlled by changing the starting slurry concentration.

E-mail: umemoto\_shota@shiraishi.co.jp

### 【緒言】

炭酸カルシウムは多くの産業分野で主にフィラーとして利用されているほか、高い生体親和性、生体吸収性を有していることも広く知られている。炭酸カルシウムの主な使用用途はセメントやソーダガラスの原料、鉄鋼の不純物除去剤、またゴム、製紙、プラスチック、塗料等のフィラーである。これらの用途は粉体の炭酸カルシウムを製品の一部として混合して利用する場合がほとんどであり、固化体、特にセラミックスとして利用する試みは少なかった。それは炭酸カルシウムの分解温度が 600°C以下と低く、直接固化体を作製することが難しかったためである。しかし、原料粒子の形状操作および適切な焼結助剤の開発により、分解温度以下の焼結方法が開発され【1】、相対密度 99%の焼結体の作製が可能となった。さらに多孔質体を作製できれば浄水用フィルター、土壤改良材、触媒担体、生体材料など機能材料への利用用途の拡大が期待できる。そこで本研究では既存の焼結体作製技術を応用し、炭酸カルシウム焼結多孔体の作製を試みた。

### 【実験】

出発原料として炭酸カルシウム粉末（一次粒子径 150nm）、メチルセルロース、ポリカルボン酸塩系分散剤を使用した。1 wt%メチルセルロース水溶液 240 g に分散剤を添加し、ディスパーで攪拌を行いながら、炭酸カルシウム 434 g を少量ずつ添加し、炭酸カルシウムスラリーを調製した。スラリーに起泡剤としてラウリル硫酸トリエタノールアミンを添加後、ハンドミキサーで攪拌を行い、炭酸カルシウムフォームを作製した。フォームを型枠に流し込み、80 °Cの温風乾燥機で 16 h 乾燥し、得られた成型体を各辺 3 cm程度の立方体状に切り出した。成型体を 400°Cで仮焼して、有機分を除去し、510°Cで本焼成し、焼結体を得た。焼成時の昇温速度は 5 °C/min で一定とした。本研究では、分散剤および起泡剤の添加量におけるスラリー粘性を測定し、添加量の最適値を評価した。焼結多孔体の物性評価として、SEM による微構造観察を行い、寸法による見掛け密度測定から、焼結多孔体の気孔率を導出した。焼結多孔体の一軸圧縮試験を行い、圧縮強度を評価した。

### 【結果と考察】

Fig. 1 に焼結体の微構造観察写真を示す。多孔体は  $\phi$  数百  $\mu\text{m}$  程度の気孔を有しており、それぞれの気孔中には  $\phi$  数～数十  $\mu\text{m}$  程度の連通孔を有している構造を確認した。また、壁面の構造からは直径数百 nm～数  $\mu\text{m}$  の粒子が観察でき、焼成によって炭酸カルシウムが粒成長し緻密化している様子が確認できた。起泡剤の添加量をスラリー全量に対して 0.04 ~ 1.0 vol%の範囲で変量したところ、添加量の増加に伴い、気孔率が 64 ~ 87% の範囲で一様に増加し、気孔径も 100  $\mu\text{m}$  から 1000  $\mu\text{m}$  の範囲で増加する傾向が見られた。ただし、気孔率 64%の多孔体は気孔径が小さく、連通孔の存在を確認することができなかった。圧縮強度および弾性率については気孔率 64%の多孔体が最も高い値を示していたが、圧縮強度 : 11kPa、弾性率 : 160kPa 程度であり、主に生体材料用途で研究されている HAp 焼結多孔体と比較すると強度は小さかった。

### 【参考文献】

[1] J.Ito, H.Unuma et al. *Materials Chemistry and Physics* 192 (2017) 304.

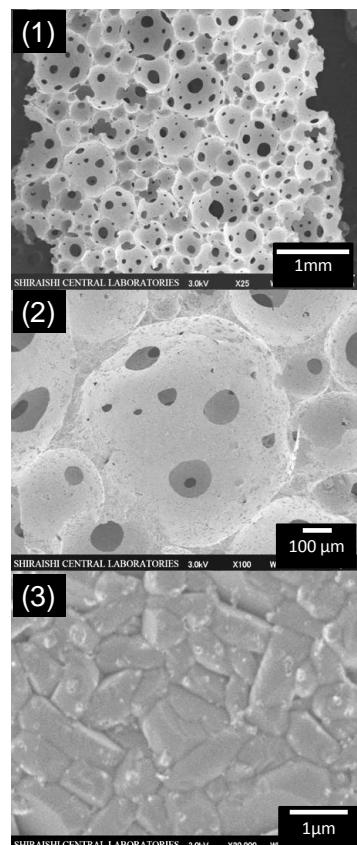


Fig. 1 SEM-image of calcium carbonate porous ceramics  
(1)×25 (2)×100 (3)×20K