



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년08월03일
(11) 등록번호 10-1171088
(24) 등록일자 2012년07월30일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
CO1F 11/18 (2006.01) CO1B 31/24 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2010-0046287
(22) 출원일자 2010년05월18일
심사청구일자 2010년05월18일
(65) 공개번호 10-2011-0126822
(43) 공개일자 2011년11월24일
(56) 선행기술조사문헌
논문1
논문2
논문3

(73) 특허권자
한국지질자원연구원
대전광역시 유성구 과학로 124 (가정동)
(72) 발명자
방준환
대전광역시 유성구 구죽로 16, 112동 1005호 (송강동, 한마을아파트)
장영남
대전광역시 유성구 대덕대로541번길 68, 102동 801호 (도룡동, 현대아파트)
(74) 대리인
특허법인남춘

전체 청구항 수 : 총 2 항

심사관 : 이진홍

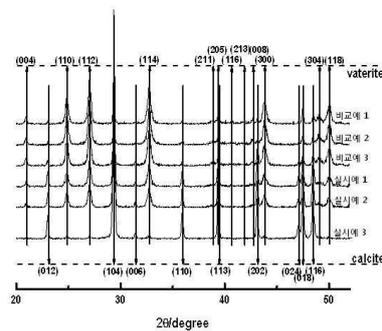
(54) 발명의 명칭 칼사이트형 탄산칼슘의 제조방법 및 그 제조방법에 의하여 제조된 칼사이트형 탄산칼슘

(57) 요약

본 발명은, 칼슘화합물 및 탄산화합물 용액으로부터 탄산칼슘을 제조하는 방법에 있어서, 상기 탄산화합물 용액에 계면활성제로 SDS(sodium dodecyl sulfate)를 임계미셀농도(critical micelle concentration) 이상의 농도로 첨가하여 혼합한 후, 칼슘화합물 용액과 혼합하여 탄산칼슘을 제조하는 것을 특징으로 하는 칼사이트형 탄산칼슘의 제조방법에 관한 것이다.

본 발명에 의하면, 합성 탄산칼슘의 크기, 형태 및/또는 동질이상에 영향을 미칠 수 있는 칼슘 소스와 탄산염 소스의 두 가지 용액에서의 SDS의 임계 미셀 농도(critical micelle concentration)의 관련성에 관한 연구에 의하여, 바람직한 탄산칼슘의 동질이상 형태를 수득하는 방법을 제공하고, 다양한 농도를 가진 SDS를 탄산칼슘의 제조공정에 첨가함으로써 칼슘 이온의 격리에 의한 칼사이트형 탄산칼슘을 제조할 수 있는 방법을 제공할 수 있다.

대표도 - 도2



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 GP2010-018

부처명 지식경제부

연구사업명 일반사업

연구과제명 산업부산물을 이용한 CO2 저감 및 자원실용화 기술개발

주관기관 한국지질자원연구원

연구기간 2010년 01월 01일 ~ 2014년 12월 31일

특허청구의 범위

청구항 1

칼슘화합물 및 탄산화합물 용액으로부터 탄산칼슘을 제조하는 방법에 있어서, 상기 탄산화합물 용액으로 0.5M의 소듐 카보네이트(Na_2CO_3) 용액에 계면활성제로 SDS(sodium dodecyl sulfate)를 임계미셀농도(critical micelle concentration) 이상의 농도인 0.88 내지 10mM를 첨가하여 혼합한 후, 칼슘화합물 용액으로 0.5M의 칼슘 클로라이드(CaCl_2) 용액과 혼합하여 탄산칼슘을 제조하는 것을 특징으로 하는 칼사이트형 탄산칼슘의 제조방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

탄산화합물 용액으로 0.5M의 소듐 카보네이트(Na_2CO_3) 용액에 임계미셀농도(critical micelle concentration) 이상의 농도인 0.88 내지 10mM의 SDS(sodium dodecyl sulfate)를 첨가하여 혼합액을 생성하는 단계;

상기 혼합액에 칼슘화합물 용액으로 0.5M의 칼슘 클로라이드(CaCl_2) 용액을 혼합하여 탄산칼슘 침전물을 생성하는 단계;

상기 탄산칼슘 침전물을 숙성하는 단계;

상기 숙성된 탄산칼슘 침전물을 여과하는 단계; 및

상기 여과된 침전물을 세정제로 세정하는 단계를 포함하는 칼사이트형 탄산칼슘의 제조방법.

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

명세서

기술분야

본 발명은 칼사이트형 탄산칼슘의 제조방법 및 그 제조방법에 의하여 제조된 칼사이트형 탄산칼슘에 관한 것으로

[0001]

로, 보다 상세하게는 탄산칼슘의 바람직한 동질이상 형태를 수득하기 위하여 계면활성제의 농도를 조절함으로써 칼사이트형 탄산칼슘을 주요 생성물로 얻을 수 있는 칼사이트형 탄산칼슘의 제조방법 및 그 제조방법에 의하여 제조된 칼사이트형 탄산칼슘에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 탄산칼슘과 같은 천연 또는 합성 무기 물질은 건축, 의약, 화장품 및 화학공정에 매우 유용하다. 형태, 동질이상 및 크기를 조절하면 그 유용성을 더욱 강화할 수 있다. 결과적으로, 무기 물질의 특성들을 조절하기 위하여 합성방법들은 계면활성제 및/또는 중합체와 같은 유기 분자를 이용하여 개발되어 왔다.
- [0003] 장 등의 연구는 고압 하에서 탄산칼슘의 형태에서의 음이온, 양이온 및 비이온의 계면활성제의 활동을 소개하였다. 세가지 타입의 계면활성제들은 칼사이트를 생산하였으나, 그들의 형태는 유사하지 않았다. 비이온 계면활성제, 트윈 80은 특이한 결정면이 억제된 판 형태의 결정을 나타내었다. 양이온 계면활성제, CTAB(cetyl trimethylammonium bromide)는 형태의 상당한 변형이 없이 전형적인 사방육면체 탄산칼슘으로 되었다. 음이온 계면활성제의 음전하를 띤 친수성 그룹들은 부분적으로 음이온들의 심한 과포화를 이끌어낼 수 있어, 이는 교질입자(micelle)의 형성에 의한 음이온 그룹들 중에 양이온들을 격리시킨다.
- [0004] 탄산 칼슘의 결정화에 대한 다른 음이온 계면활성제의 다른 영향이 또한 연구됐다. SDBS(소듐 도데실벤젠설포네이트)는 0.5 ~ 5mM농도의 범위에서 칼사이트(calcite)를 배터라이트(vaterite)로 변환하는 탄산 칼슘의 동질이상 변환과 관련되어 있다. 부가하여 사방육면체로부터 구로의 형태적인 변환이 생긴다. 술폰산 그룹에 연결된 벤젠링은 SDBS의 헤드그룹들의 공간적인 위치를 계면활성제/핵의 표면으로 변경하고, 이것은 배터라이트로의 변환을 야기할 수 있다. 그러나, DDS(소듐 도데실설포네이트)와 연관된 칼사이트 생산은 중요치 않은 형태적 변경을 보여주었다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0005] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위하여 안출된 것으로, 합성 탄산칼슘의 크기, 형태 및/또는 동질이상에 영향을 미칠 수 있는 칼슘 소스와 탄산염 소스의 두 가지 용액에서의 SDS의 임계 미셀 농도(critical micelle concentration)의 관련성에 관한 연구에 의하여, 바람직한 탄산칼슘의 동질이상 형태를 수득하는 방법을 제공하는 것을 그 목적으로 한다.
- [0006] 본 발명의 다른 목적은 다양한 농도를 가진 SDS를 탄산칼슘의 제조공정에 첨가함으로써 칼슘 이온의 격리에 의한 칼사이트형 탄산칼슘을 제조할 수 있는 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0007] 본 발명은 상기의 목적을 달성하기 위한 것으로, 칼슘화합물 및 탄산화합물 용액으로부터 탄산칼슘을 제조하는 방법에 있어서, 상기 탄산화합물 용액에 계면활성제로 SDS(sodium dodecyl sulfate)를 임계미셀농도(critical micelle concentration) 이상의 농도로 첨가하여 혼합한 후, 칼슘화합물 용액과 혼합하여 탄산칼슘을 제조하는 것을 특징으로 하는 칼사이트형 탄산칼슘의 제조방법을 제공한다.
- [0008] 또한, 상기 칼슘화합물은 칼슘 클로라이드 디하이드레이트($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 칼슘 클로라이드(CaCl_2), 칼슘 옥사이드(CaO), 칼슘 하이드록사이드($\text{Ca}(\text{OH})_2$) 또는 이들의 혼합물인 것을 특징으로 한다.
- [0009] 또한, 상기 탄산화합물은 소듐 카보네이트(Na_2CO_3), 소듐 바이카보네이트(NaHCO_3), 카본다이옥사이드(CO_2) 또는 이들의 혼합물인 것을 특징으로 한다.
- [0010] 또한, 상기 SDS(sodium dodecyl sulfate)는 0.88 mM 내지 10 mM의 농도범위로 첨가하고, 상기 칼슘화합물과 탄산화합물의 용액에서의 칼슘 이온 및 카보네이트 이온의 농도는 각각 0.5 ~ 1M인 것을 특징으로 한다.

- [0011] 또한, 본 발명은 탄산화합물 용액에 임계미셀농도(critical micelle concentration) 이상의 농도로 SDS(sodium dodecyl sulfate)를 첨가하여 혼합액을 생성하는 단계; 상기 혼합액에 칼슘화합물 용액을 혼합하여 탄산칼슘 침전물을 생성하는 단계; 상기 탄산칼슘 침전물을 숙성하는 단계; 상기 숙성된 탄산칼슘 침전물을 여과하는 단계; 및 상기 여과된 침전물을 세정제로 세정하는 단계를 포함하는 칼사이트형 탄산칼슘의 제조방법을 제공한다.
- [0012] 또한, 상기 칼슘화합물은 칼슘 클로라이드 디하이드레이트($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 칼슘 클로라이드(CaCl_2), 칼슘 옥사이드(CaO), 칼슘 하이드록사이드($\text{Ca}(\text{OH})_2$) 또는 이들의 혼합물인 것을 특징으로 한다.
- [0013] 또한, 상기 탄산화합물은 소듐 카보네이트(Na_2CO_3), 소듐 바이카보네이트(NaHCO_3), 카본다이옥사이드(CO_2) 또는 이들의 혼합물인 것을 특징으로 한다.
- [0014] 또한, 상기 SDS(sodium dodecyl sulfate)는 0.88 mM 내지 10 mM의 농도범위로 첨가하고, 상기 칼슘화합물과 탄산화합물의 용액에서의 칼슘 이온 및 카보네이트 이온의 농도는 각각 0.5 ~ 1M인 것을 특징으로 한다.
- [0015] 또한, 본 발명은 상기의 제조방법에 의하여 제조된 칼사이트형 탄산칼슘을 제공한다.

발명의 효과

- [0016] 본 발명에 의하면, 합성 탄산칼슘의 크기, 형태 및/또는 동질이상에 영향을 미칠 수 있는 칼슘 소스와 탄산염 소스의 두 가지 용액에서의 SDS의 임계 미셀 농도(critical micelle concentration)의 관련성에 관한 연구에 의하여, 바람직한 탄산칼슘의 동질이상 형태를 수득하는 방법을 제공하고, 다양한 농도를 가진 SDS를 탄산칼슘의 제조공정에 첨가함으로써 칼슘 이온의 격리에 의한 칼사이트형 탄산칼슘을 제조할 수 있는 방법을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0017] 도 1은 본 발명의 실시예 및 비교예에 따른 탄산칼슘 결정의 IR 스펙트럼.
 도 2는 본 발명의 실시예 및 비교예에 따른 탄산칼슘 엑스레이 회절 패턴.
 도 3a 및 도 3b는 각각 등식 (1)에 의한 칼사이트(a) 및 배터라이트(b)의 특정한 결정면의 발달 정도를 나타낸 그래프.
 도 4a 및 도 4b는 각각 본 발명의 비교예 및 실시예에 따른 합성 탄산칼슘의 FE-SEM 이미지.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0018] 본 발명은, 칼슘화합물 및 탄산화합물 용액으로부터 탄산칼슘을 제조하는 방법에 있어서, 상기 탄산화합물 용액에 계면활성제로 SDS(sodium dodecyl sulfate)를 임계미셀농도(critical micelle concentration) 이상의 농도로 첨가하여 혼합한 후, 칼슘화합물 용액과 혼합하여 탄산칼슘을 제조하는 것을 특징으로 하는 칼사이트형 탄산칼슘의 제조방법에 관한 것이다.
- [0019] 이하, 본 발명을 첨부한 도면을 참조하여 상세히 설명한다.
- [0020] 칼슘 이온의 소스인 칼슘화합물은 칼슘 클로라이드 디하이드레이트($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 칼슘 클로라이드(CaCl_2), 칼슘 옥사이드(CaO), 칼슘 하이드록사이드($\text{Ca}(\text{OH})_2$) 등 수용액상에서 칼슘이온을 공급하는 시약 및 화합물을 사용할 수 있으며, 바람직하게는 칼슘 클로라이드 디하이드레이트($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)를 사용한다. 카보네이트 이온의 소스인 탄산화합물은 소듐 카보네이트(Na_2CO_3), 소듐 바이카보네이트(NaHCO_3), 카본다이옥사이드(CO_2) 등 수용액상에서 탄산이온을 공급하는 시약 및 화합물을 사용할 수 있으며, 바람직하게는 소듐 카보네이트(Na_2CO_3)를 사용한다.
- [0021] 음이온성 계면활성제인 SDS(Sigma-Aldrich, 99%)의 높은 농도는 합성된 탄산칼슘의 결정형태의 변경과 동질이상

에 영향을 미친다.

- [0022] 칼슘 클로라이드 디하이드레이트($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 소듐 카보네이트(Na_2CO_3) 두 용액에서의 음이온성 계면활성제인 SDS(Sigma-Aldrich, 99%)의 농도가 0.88 내지 10mM의 범위에서 사용가능한 칼슘 이온 및 카보네이트 이온의 농도는 각각 0.5 내지 1M의 범위내이며, SDS의 임계미셀농도(CMC)는 각각 0.79mM(0.5M 칼슘 소스 용액) 그리고 0.88mM(0.5M 카보네이트 소스 용액)이다.
- [0023] 이하, 실시예를 들어 본 발명을 설명한다. 이는 본 발명을 설명하기 위한 것으로 본 발명의 범위가 하기 실시예의 범위로 한정되지는 않는다.
- [0024] 실시예
- [0025] 실시예 1
- [0026] 칼슘이온의 공급원으로는 칼슘 클로라이드 디하이드레이트($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)를 사용하며, 카보네이트 이온은 소듐 카보네이트(Na_2CO_3)를 사용한다. 각각의 용액의 농도는 0.5M이다.
- [0027] 칼슘 소스 용액 및 카보네이트 소스 용액에 각각 SDS(Sigma-Aldrich, 99%)를 첨가하고, 각각의 소스 용액의 균질성이 보장되도록 교반과 초음파를 인가한다. 그 후 칼슘 소스 용액 및 카보네이트 소스 용액을 등부피로 교반없이 혼합한 후, 숙성하였다. 칼슘 소스 용액 및 카보네이트 소스 용액에 첨가하는 SDS의 농도는 각각 0mM 및 0.88mM으로 한다.
- [0028] 혼합된 용액에서 침전물을 23℃의 온도로 20시간 동안 숙성하며, 0.2 μm 의 혼합된 셀룰로스 이스터 멤브레인(Advantec)으로 거른다. 차가운 에탄올로 입자들을 수차례 씻어주고, 에탄올은 30℃에서 증발한다.
- [0029] 실시예 2
- [0030] 칼슘 소스 용액 및 카보네이트 소스 용액에 첨가하는 SDS의 농도를 각각 0.79mM 및 0.88mM으로 한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 공정으로 탄산칼슘을 제조하였다.
- [0031] 실시예 3
- [0032] 칼슘 소스 용액 및 카보네이트 소스 용액에 첨가하는 SDS의 농도를 각각 10.0mM 및 10.0mM으로 한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 공정으로 탄산칼슘을 제조하였다.
- [0033] 비교예 1
- [0034] 칼슘 소스 용액 및 카보네이트 소스 용액에 첨가하는 SDS의 농도를 각각 0.0mM 및 0.0mM으로 한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 공정으로 탄산칼슘을 제조하였다.
- [0035] 비교예 2
- [0036] 칼슘 소스 용액 및 카보네이트 소스 용액에 첨가하는 SDS의 농도를 각각 0.79mM 및 0.0mM으로 한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 공정으로 탄산칼슘을 제조하였다.
- [0037] 비교예 3
- [0038] 칼슘 소스 용액 및 카보네이트 소스 용액에 첨가하는 SDS의 농도를 각각 0.1mM 및 0.1mM으로 한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 공정으로 탄산칼슘을 제조하였다.

[0039] 표 1은 각 실시예 및 비교예의 각각 이온의 소스 용액에서의 SDS의 다양한 농도 및 그들의 혼합의 정보를 제공해준다. 모든 용액의 혼합 및 회석은 실내 온도에서 행해졌다.

표 1

	SDS 농도(mM)	
	0.5M 칼슘 소스 용액	0.5M 카보네이트 소스 용액
실시예 1	0	0.88
실시예 2	0.79	0.88
실시예 3	10.0	10.0
비교예 1	0	0
비교예 2	0.79	0
비교예 3	0.1	0.1

[0041] # 각각 용액의 부피는 50 mL.

[0042] 실험방법

[0043] * 분말 X선 회절법(powder X-ray Diffractometry) : 합성된 탄산칼슘 입자의 동질이상을 판명.

[0044] * IR : 동질이상 판정 및 입자 위에 SDS가 남아있을 가능성을 규정.

[0045] * FE-SEM(S4700, HITACHI) : 입자를 확대하여 입자의 형태를 확인.

[0046] * 레이저 스펙터링 입자 사이즈 분석기(Sympated GmbH, HELOS/RODOS & SUCCELL) : 입자의 사이즈 분포 측정.

[0047] * 제타 포텐셜 측정(오슈카 일렉트로닉스, ELS-8000)

[0048] 실험결과

[0049] 도 1은 탄산칼슘 결정의 IR 스펙트럼을 나타낸 것이다. 이로부터 칼사이트(calcite), 배터라이트(vaterite), 아라고나이트(aragonite)의 존재 여부를 알아낼 수 있다. 칼사이트 피크들은 712 cm^{-1} , 877 cm^{-1} 및 1430 cm^{-1} 에서 측정된다. 744 cm^{-1} 의 피크로부터 배터라이트의 공존을 증명할 수 있다. 1090 cm^{-1} 에서의 작은 피크는 아라고나이트의 존재를 추측하게 한다. SDS의 봉우리는 이들 스펙트럼에서 발견되지 않는데, 이는 에탄올이 미립자 표면의 계면활성제를 제거하는데 충분히 효과가 있기 때문이다.

[0050] 도 2는 본 발명의 실시예 및 비교예의 탄산칼슘 엑스레이 회절 패턴을 나타낸 것이다. 상기 도 1의 결과에도 불구하고, 회절 패턴은 합성 탄산칼슘이 아라고나이트를 포함하지 않으며, 칼사이트와 배터라이트 만을 포함하고 있음을 알 수 있다. 두개의 용액에서 SDS가 증가할 때, 칼사이트가 대부분 형성된다. SDS가 카보네이트 소스 용액에 임계미셀농도 미만으로 투여되는 경우에, 배터라이트가 주로 존재한다. 칼슘 소스 용액에서 SDS의 존재의 효과는 무시가능한 것을 알 수 있다.

[0051] 도 2의 엑스레이 회절 패턴은 실시예 3에서 칼사이트; 비교예 1, 비교예 2 및 비교예 3에서 소량의 칼사이트와 대부분의 배터라이트; 및 실시예 1 및 실시예 2에서는 대부분의 칼사이트와 소량의 배터라이트를 확인할 수 있었다.

[0052] 작은 1090 cm^{-1} 에서는 IR 피크로부터 아라고나이트의 존재가 의심스러웠지만, X-레이 패턴에서는 발견되지 않는다. 1099 cm^{-1} 에서의 칼사이트 스펙트럼의 피크 하나는 1090 cm^{-1} 가 이동하였다고 평가한다. IR 투과율 스펙트럼과 X-레이 회절패턴과 일치하는 아라고나이트는 발견되지 않았다.

[0053] 칼슘 소스 용액이 아닌 카보네이트 소스 용액에서의 SDS는 탄산칼슘의 동질이상의 변경을 일으켰다. 비교예 1

및 비교예 2의 혼합용액은 공통으로 카보네이트 소스 용액에서 SDS의 농도가 0mM이었다.

[0054] 카보네이트 소스 용액에서 SDS 농도가 증가하면 배터라이트로부터 칼사이트로의 동질이상의 변형을 촉진한다. 특히 SDS의 농도가 임계미셀농도(CMC)가 되었을 때, 대부분 칼사이트로 변화한다. 카보네이트 소스 용액에서 SDS의 임계미셀농도는 동질이상 변형의 중요한 포인트로 역할을 한다. SDS가 임계미셀농도 미만인 상황에서는 결정이 SDS교질입자에 의한 칼슘이온의 유리나 격리가 없어 배터라이트로 쉽게 자란다. 비교예 1과 실시예 1의 혼합용액에 따라 칼슘 소스 용액의 SDS의 농도변화는 칼사이트 그리고/또는 배터라이트 형성에 대해 영향을 주지 않음을 알 수 있다. 탄산칼슘의 동질이상은 카보네이트 이온이 존재하는 용액환경에 의해 조절된다. 음전하로 대전된 음이온 계면활성제의 헤드그룹은 비결정질의 탄산칼슘의 원자핵 표면에 충분한 전자를 공급한다. 그리고 이것은 배터라이트의 칼사이트로의 변화를 발전시킨다. 따라서 합성된 탄산칼슘의 동질이상의 형태는 카보네이트 소스 용액에 추가하는 SDS에 의한 것으로 추측할 수 있다.

[0055] 탄산칼슘 동질이상인 칼사이트와 배터라이트의 특정한 결정면의 발달 정도는 다음의 등식에 의해 계산될 수 있다.

$$\% hkl = \frac{I_{hkl} / I_{hkl}^*}{\sum_{hkl} (I_{hkl} / I_{hkl}^*)} \times 100 \quad (1)$$

[0057] I_{hkl}^* 는 칼사이트(JCPDS 05-0586) 및 배터라이트(JCPDS 25-0127)의 기준 세기이며, I_{hkl} 는 상기 샘플들의 XRD 패턴의 세기를 나타낸다.

[0058] 등식 (1)은 각 결정 동질이상의 정형적 균등을 표현하는 것이며, 이를 그래픽으로 도 3에 나타내었다. 도 3a 및 도 3b는 각각 등식 (1)에 의한 칼사이트(a) 및 배터라이트(b)의 특정한 결정면의 발달정도를 나타낸 것으로, JCPDS 05-0586 및 JCPDS 25-0127가 양 동질이상의 참고세기를 제공하였다.

[0059] 칼사이트의 결정면의 발달은 혼합된 용액들 사이에서 명확한 차이를 가지지 않는다. 반면에 배터라이트 결정면의 발달은 특이적이며(205), 그것의 비율은 카보네이트 소스 용액에서의 SDS농도에 따라 증가한다. 따라서, 카보네이트 소스 용액에서의 SDS의 임계미셀농도는 배터라이트 결정면의 발달에서의 임계점으로 작용함을 알 수 있다.

[0060] 표 2는 본 발명에 따른 실시예 및 비교예의 혼합 용액으로부터 합성된 탄산칼슘 입자의 크기 분포와 제타 포텐셜을 나타내었다.

표 2

혼합용액	크기(μm)	제타 포텐셜(mV)
비교예 1	7.62	3.34
비교예 2	7.92	-2.06
비교예 3	8.25	-2.18
실시예 1	7.82	-2.91
실시예 2	7.70	-6.25
실시예 3	7.36	-5.54

[0062] * 50% 축적된(accumulated) 크기

[0063] 표 2는 합성된 탄산칼슘 입자의 제타 포텐셜과 입도분포를 보여준다. 보다 높은 SDS의 농도가 배터라이트로부터 칼사이트로의 동질이상 변형을 증진하는 것처럼, SDS의 다양한 농도가 입도분포에 영향을 주는 것을 기대할 수 있었으나, 축적된 사이즈의 50%는 모두 약 8 μm의 크기로 좁은 분포를 보였으며, 카보네이트 소스 용액 및 칼슘 소스 용액에서의 SDS 농도와는 무관하였다. 카보네이트 이온은 비교예 1 용액으로부터의 합성된 입자들의 제타 포텐셜이 포지티브이기 때문에 칼슘 이온에 충분하게 반응할 것으로 추측되었다. 제타 포텐셜은 SDS의 농

도가 칼슘 소스 용액의 임계미셀농도의 용액(비교예 2 및 실시예 2)과 만났을 때 두 번 가파르게 변화하였다. 결정화 과정에서 SDS의 첨부는 탄산칼슘에 네가티브 제타 포텐셜을 준다.

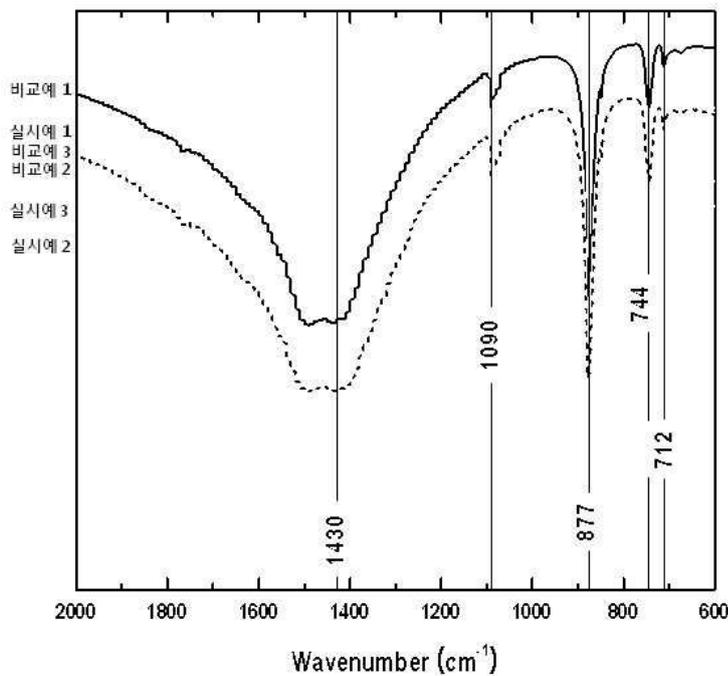
[0064] 도 4는 본 발명의 실시예 및 비교예에 따라 합성된 탄산칼슘의 형태를 나타낸 FE-SEM 이미지이다. 배터라이트는 '쌀' 모양의 형태이고(도 4a), 합성 칼사이트가 입방체(cubic) 형태(도 4b)로 나타났다. 탄산염 소스 용액에 SDS의 투입량이 증가될 때, 칼사이트는 뚜렷이 보이는 반면, 매우 작은 배터라이트는 사라진다. 이러한 경향은 도 4b의 실시예 1, 실시예 2 및 실시예 3의 이미지들을 통해 잘 알 수 있다.

[0065] FE-SEM 이미지 및 X-ray 패턴에서 본 것처럼, 배터라이트로부터 칼사이트로의 동질이상 변형은 명확하다. 탄산칼슘의 결정화에서 조제된 유기분자들은 동질이상의 변화, 비결정질에서의 칼사이트 또는 배터라이트로의 변화를 일으킨다. 카보네이트 소스 용액에서의 고질입자는 XRD 패턴에 의해 형태학적 변형인 깔끔한 구형태에서 거친 표면의 구형태로의 변형과, 배터라이트에서 칼사이트로의 변화하는 동질이상 변형을 촉진하는 것을 확인할 수 있다.

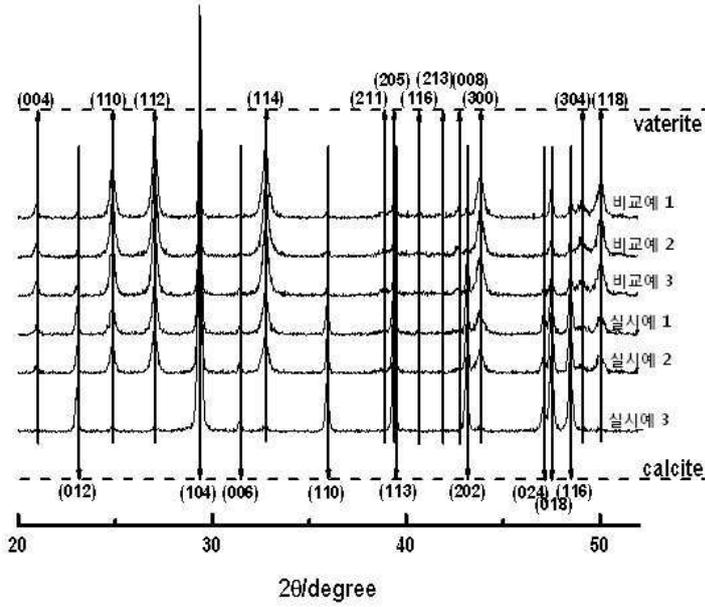
[0066] 본 발명은 다양한 변경을 가할 수 있고 여러 가지 실시예를 가질 수 있는 바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고 상세한 설명에 상세하게 설명하였으나, 이는 본 발명을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

도면

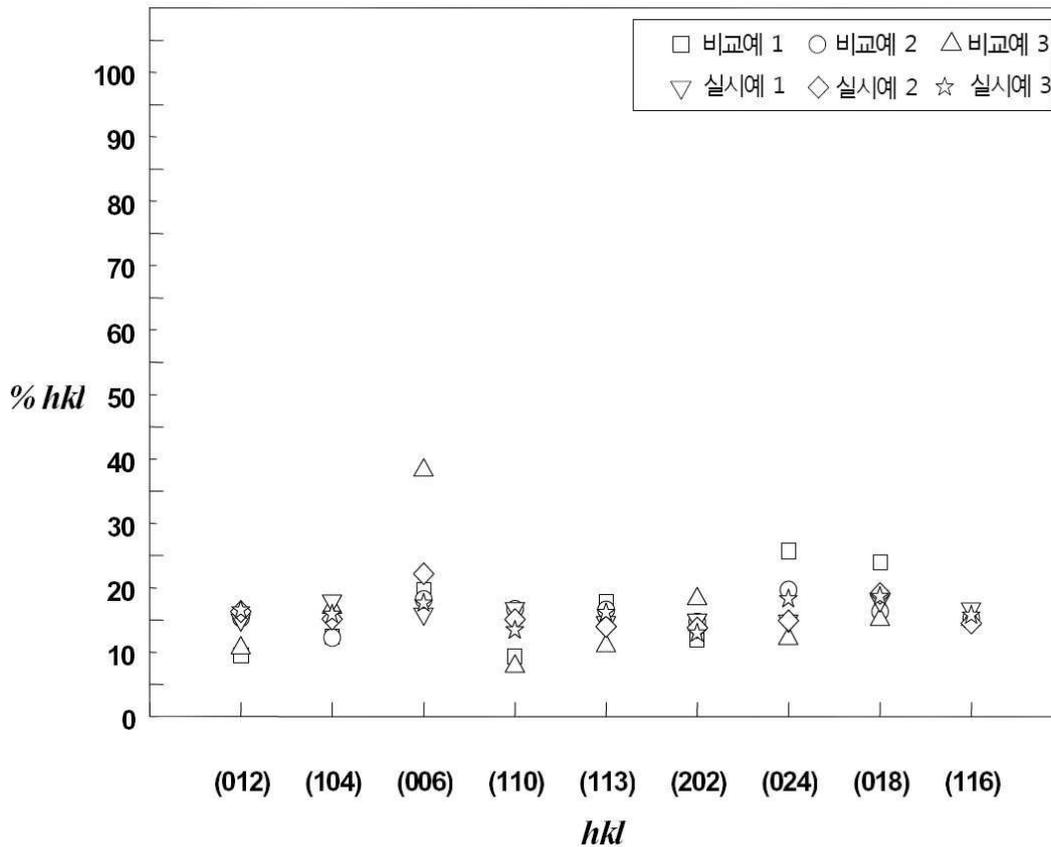
도면1



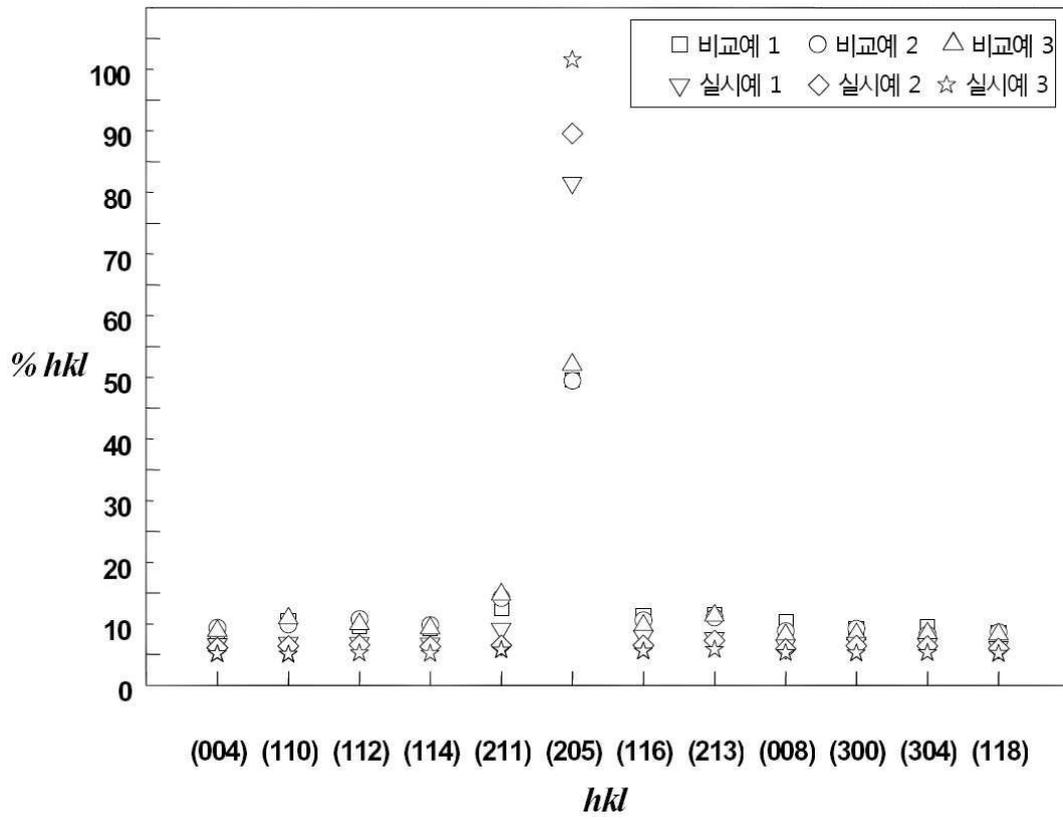
도면2



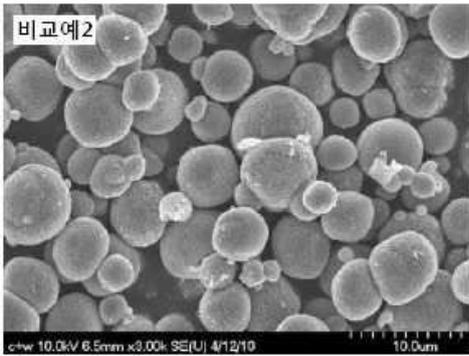
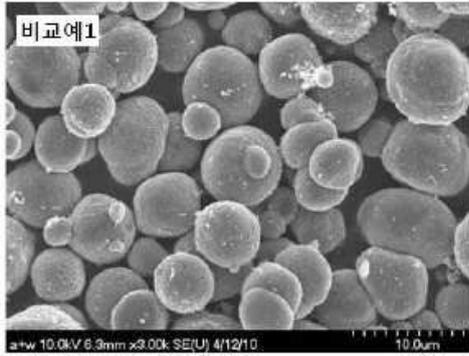
도면3a



도면3b



도면4a



도면4b

