

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4322678号  
(P4322678)

(45) 発行日 平成21年9月2日(2009.9.2)

(24) 登録日 平成21年6月12日(2009.6.12)

(51) Int. Cl.

F 1

<b>C 0 4 B 28/14</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 4 B 28/14	
<b>C 0 4 B 22/16</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 4 B 22/16	A
<b>C 0 4 B 24/30</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 4 B 22/16	Z
<b>C 0 4 B 24/38</b>	<b>(2006.01)</b>	C O 4 B 24/30	B
		C O 4 B 24/38	Z

請求項の数 50 (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願2003-554596 (P2003-554596)  
 (86) (22) 出願日 平成14年12月9日 (2002.12.9)  
 (65) 公表番号 特表2005-512933 (P2005-512933A)  
 (43) 公表日 平成17年5月12日 (2005.5.12)  
 (86) 国際出願番号 PCT/US2002/039362  
 (87) 国際公開番号 W02003/053878  
 (87) 国際公開日 平成15年7月3日 (2003.7.3)  
 審査請求日 平成17年11月28日 (2005.11.28)  
 (31) 優先権主張番号 10/015,066  
 (32) 優先日 平成13年12月11日 (2001.12.11)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 596172325  
 ユナイテッド・ステイツ・ジブサム・カンパニー  
 アメリカ合衆国、イリノイ州、シカゴ、  
 ウェスト アダムズ ストリート 550  
 (74) 代理人 100080791  
 弁理士 高島 一  
 (72) 発明者 ヴェラマスナニ、シュリニヴァス  
 アメリカ合衆国、イリノイ州 60030、  
 グレイスレイク、ナンバー303、カン  
 トリー ドライブ 1907

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 永久変形に対する耐性が増大した石膏含有組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

硫酸カルシウム材料と、水と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を含む組成物であって、該組成物を成型して硬化石膏の連結マトリックスを含む 1.27 cm の石膏板を形成し、幅 1.5 cm × 長さ 6.1 cm × 高さ 1.27 cm の前記石膏板の長さ方向の両端を 2 つの 1.27 cm 幅の支持体上に水平に置き、温度 32、相対湿度 90% の条件下、2 週間、前記石膏板をこの位置に保った後、前記石膏板の端の上縁の間に延びる想像上の水平面からの、前記石膏板の上面中央の距離 (cm) を測定する方法により、たわみを測定したとき、前記たわみが約 0.25 cm 未満である、組成物。

【請求項 2】

混合物が 化デンブンを更に含む、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】

混合物が水性の泡を更に含む、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 4】

混合物が 化デンブンを更に含む、請求項 3 に記載の組成物。

【請求項 5】

水と混合したとき、機械加工できる硬化石膏含有製品の製造に有用な組成物であって、デンブんと、水再分散可能ポリマーの粒子と、硫酸カルシウム材料と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を含む、組成物。

【請求項 6】

10

20

水と混合したとき、石膏板の端間の接合部を仕上げるために有用な組成物であって、結合剤と、増粘剤と、非レベリング剤と、硫酸カルシウム材料と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を含む、組成物。

【請求項 7】

吸音タイル製造に有用な組成物であって、糊化デンプンと、鉱滓綿と、硫酸カルシウム材料と、水と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を含む、組成物。

【請求項 8】

吸音タイル製造に有用な組成物であって、糊化デンプンと、発泡パーライト粒子と、繊維補強剤と、硫酸カルシウム材料と、水と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を含む、組成物。

10

【請求項 9】

石膏板製造に有用な組成物であって、硫酸カルシウム材料と、水と、促進剤と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を含む、組成物。

【請求項 10】

混合物が 化デンプンを更に含む、請求項 9 に記載の組成物。

【請求項 11】

混合物が水性の泡を更に含む、請求項 9 に記載の組成物。

【請求項 12】

混合物が 化デンプンを更に含む、請求項 11 に記載の組成物。

【請求項 13】

硫酸カルシウム材料と、水と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を含む組成物であって、硬化石膏の連結マトリックスを含む製品を製造するために該組成物を使用するとき、テトラメタホスフェート化合物を混合物に含めなかった場合よりも大きな強度を該製品が有する、組成物。

20

【請求項 14】

混合物が 化デンプンを更に含む、請求項 13 に記載の組成物。

【請求項 15】

混合物が水性の泡を更に含む、請求項 13 に記載の組成物。

【請求項 16】

混合物が 化デンプンを更に含む、請求項 15 に記載の組成物。

30

【請求項 17】

永久変形に対する耐性が増大した硬化石膏含有製品の製造方法であって、硫酸カルシウム材料と、水と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を形成すること、及び、

硫酸カルシウム材料が、硬化石膏材料の連結マトリックスを形成するのに十分な条件下に混合物を維持すること

を含む方法であって、

永久変形に対してテトラメタホスフェート化合物を混合物に含めなかった場合よりも大きな耐性を硬化石膏含有製品が有する量で、テトラメタホスフェート化合物を混合物に含めている、方法。

40

【請求項 18】

混合物中のテトラメタホスフェート化合物の濃度が、硫酸カルシウム材料の重量に基づき約 0.004 ~ 約 2.0 重量%である、請求項 17 に記載の方法。

【請求項 19】

混合物中のテトラメタホスフェート化合物の濃度が、硫酸カルシウム材料の重量に基づき約 0.04 ~ 約 0.16 重量%である、請求項 17 に記載の方法。

【請求項 20】

混合物中のテトラメタホスフェート化合物の濃度が、硫酸カルシウム材料の重量に基づき約 0.08 重量%である、請求項 17 に記載の方法。

【請求項 21】

50

永久変形に対してより大きな耐性を有するのに加え、硬化石膏含有製品がまた、テトラメタホスフェート化合物を混合物に含めなかった場合よりも大きな強度を有する、請求項 17 に記載の方法。

【請求項 22】

混合物が 化デンブンを更に含む、請求項 17 に記載の方法。

【請求項 23】

硫酸カルシウム材料が、硫酸カルシウム硬石膏；硫酸カルシウム半水和物；又は、カルシウム及び硫酸のイオン；のうちの 1 つ以上を含む、請求項 17 に記載の方法。

【請求項 24】

硫酸カルシウム材料が、硫酸カルシウム半水和物を含む、請求項 23 に記載の方法。

10

【請求項 25】

請求項 17 に記載の方法によって製造された硬化石膏含有製品。

【請求項 26】

強度が増大した硬化石膏含有製品の製造方法であって、

硫酸カルシウム材料と、水と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を形成すること、及び

硫酸カルシウム材料が、硬化石膏材料の連結マトリックスを形成するのに十分な条件下に混合物を維持すること

を含む方法であって、

テトラメタホスフェート化合物を混合物に含めなかった場合よりも大きな強度を硬化石膏含有製品が有する量で、テトラメタホスフェート化合物を混合物に含めている、方法。

20

【請求項 27】

混合物中のテトラメタホスフェート化合物の濃度が、硫酸カルシウム材料の重量に基づき約 0.004 ~ 約 2.0 重量%である、請求項 26 に記載の方法。

【請求項 28】

混合物中のテトラメタホスフェート化合物の濃度が、硫酸カルシウム材料の重量に基づき約 0.04 ~ 約 0.16 重量%である、請求項 26 に記載の方法。

【請求項 29】

混合物中のテトラメタホスフェート化合物の濃度が、硫酸カルシウム材料の重量に基づき約 0.08 重量%である、請求項 26 に記載の方法。

30

【請求項 30】

混合物が 化デンブンを更に含む、請求項 26 に記載の方法。

【請求項 31】

硫酸カルシウム材料が、硫酸カルシウム硬石膏；硫酸カルシウム半水和物；又は、カルシウム及び硫酸のイオン；のうちの 1 つ以上を含む、請求項 26 に記載の方法。

【請求項 32】

硫酸カルシウム材料が硫酸カルシウム半水和物を含む、請求項 31 に記載の方法。

【請求項 33】

請求項 26 に記載の方法によって製造された硬化石膏含有製品。

【請求項 34】

40

少なくとも焼き石膏、水、及び少なくとも 1 つのテトラメタホスフェート化合物から形成される硬化石膏の連結マトリックスを含む石膏板であって、

幅 15 cm × 長さ 61 cm × 高さ 1.27 cm の前記石膏板の長さ方向の両端を 2 つの 1.27 cm 幅の支持体上に水平に置き、温度 32 °C、相対湿度 90% の条件下、2 週間、前記石膏板をこの位置に保った後、前記石膏板の端の上縁の間に延びる想像上の水平面からの、前記石膏板の上面中央の距離 (cm) を測定する方法により、たわみを測定したとき、前記たわみが約 0.25 cm 未満である、石膏板。

【請求項 35】

テトラメタホスフェート化合物の量が、焼き石膏の約 0.004 ~ 約 2.0 重量%である、請求項 34 に記載の石膏板。

50

## 【請求項 36】

硬化石膏が、カバーシートの中に挟まれたコア材料の形態である、請求項 34 に記載の石膏板。

## 【請求項 37】

カバーシートが紙を含む、請求項 36 に記載の石膏板。

## 【請求項 38】

テトラメタホスフェート化合物が、ナトリウム テトラメタホスフェート、リチウム テトラメタホスフェート、カリウム テトラメタホスフェート、アンモニウム テトラメタホスフェート、アルミニウム テトラメタホスフェート、及びそれらの混合物からなる群から選択される、請求項 34 に記載の石膏板。

10

## 【請求項 39】

テトラメタホスフェートがナトリウム テトラメタホスフェートである、請求項 34 に記載の石膏板。

## 【請求項 40】

硬化の完了後、過剰水の乾燥前に前記石膏板の長さ $\times$ 幅を測定し、次いで、乾燥後に再び前記石膏板の長さ $\times$ 幅を測定して、幅 122 cm 当たり約 0.15 cm 未満かつ長さ 366 cm 当たり約 0.76 cm 未満の乾燥収縮を有する、請求項 34 に記載の石膏板。

## 【請求項 41】

硬化の完了後、過剰水の乾燥前に前記石膏板の長さ $\times$ 幅を測定し、次いで、乾燥後に再び前記石膏板の長さ $\times$ 幅を測定して、その幅で約 0.13% 未満、その長さで約 0.26% 未満の乾燥収縮を有する、請求項 34 に記載の石膏板。

20

## 【請求項 42】

化デンブンを更に含む、請求項 34 に記載の石膏板。

## 【請求項 43】

化デンブンの量が、石膏の約 0.08 ~ 約 0.5 重量% である、請求項 42 に記載の石膏板。

## 【請求項 44】

化デンブンの量が、石膏の約 0.16 ~ 約 0.4 重量% である、請求項 42 に記載の石膏板。

## 【請求項 45】

化デンブンの量が、石膏の約 0.3 重量% である、請求項 42 に記載の石膏板。

30

## 【請求項 46】

硬化石膏が、その中に均一に分布した空隙を有する、請求項 34 に記載の石膏板。

## 【請求項 47】

硬化石膏が、式：

## 【化 1】



(式中、X は、2 ~ 20 の数であり、Y は、0 ~ 10 の数でありかつ発泡剤もしくは発泡剤のブレンドの少なくとも 50 重量% であり、M はカチオンである) を有する少なくとも 1 つの発泡剤から更に形成される、請求項 46 に記載の石膏板。

40

## 【請求項 48】

Y が、発泡剤の 86 ~ 99 重量% である、請求項 47 に記載の石膏板。

## 【請求項 49】

硬化石膏が、化デンブンを更に形成される、請求項 46 に記載の石膏板。

## 【請求項 50】

カバーシートの中に挟まれた材料のコアを含む石膏板であって、コアが、硬化石膏の連結マトリックスを含み、該板が、

カバーシートの中に混合物を形成又は堆積させること(但し、混合物は、硫酸カルシウ

50

ム材料、水、及び1つ以上のテトラメタホスフェート化合物を含む)、及び

硫酸カルシウム材料が、硬化石膏の連結マトリックスを形成するのに十分な条件下に混合物を維持すること

を含む方法によって製造され、

幅15cm×長さ61cm×高さ1.27cmの前記石膏板の長さ方向の両端を2つの1.27cm幅の支持体上に水平に置き、温度32、相対湿度90%の条件下、2週間、前記石膏板をこの位置に保った後、前記石膏板の端の上縁の間に延びる想像上の水平面からの、前記石膏板の上面中央の距離(cm)を測定する方法により、たわみを測定したとき、前記たわみが約0.25cm未満である、石膏板。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

発明の技術分野

本発明は概して、石膏組成物に関する。より詳細には、本発明は、増大した、強度、寸法安定性、及び永久変形に対する耐性を示す硬化石膏含有組成物、それに関連する、方法、石膏含有組成物、及び製品に関する。

【背景技術】

【0002】

発明の背景

硬化石膏(硫酸カルシウム二水和物)は、多くのタイプの製品に一般に含まれる周知の原料である。例として、硬化石膏は、従来のプラスターを使用して製造される最終製品(例えば、プラスターで表面仕上げされたビル内壁)の主要成分であり、また、ビルの内壁や天井の典型的乾式壁建築で使用される紙の表面を持つ石膏板での主要成分である。更に、硬化石膏は、石膏/セルロース繊維の複合の板及び製品の主要成分であり、石膏板の端間の接合部を埋め、滑らかにする製品にも含まれる。また、精密に機械加工される、造形や型製造に有用な材料などの多くの特殊材料によって、硬化石膏を主要量含む製品が製造される。

【0003】

典型的には、このような石膏含有製品は、焼き石膏(硫酸カルシウム半水和物及び/又は硫酸カルシウム硬石膏)と水(及び適宜、他の成分)との混合物を形成することによって製造される。この混合物は、所望の形状に又は表面上に成形され、次いで、焼き石膏と水との反応によって、硬化させ、硬化(即ち、再水和)石膏を形成させ、結晶性水和石膏(硫酸カルシウム二水和物)のマトリックスを形成させる。硬化石膏結晶の連結マトリックス(interlocking matrix)の形成を可能にし、そうして、石膏含有製品中の石膏構造に強度を与えるのは、焼き石膏の所望の水和である。穏やかな加熱を用いて残りの遊離の(即ち、未反応の)水を飛ばし、乾燥製品を得る。

【0004】

このような石膏含有製品の1つの問題は、該製品が、永久変形(例えば、たわみ)を、特に高い湿度、温度又は負荷の条件下で、受けることが多いことである。例えば、たわみの可能性は、石膏を含む板及びタイルが、水平に位置するように保存又は使用される場合、特に問題がある。この点に関し、これらの製品中の硬化石膏マトリックスが永久変形に対して十分には耐性ではないならば、製品は、それらが、固定又は基礎構造によって支持されている点の間の領域でたわみ始めうる。このことは、見苦しくありえ、また、製品の使用中、困難を引き起こしうる。更に、多くの適用において、石膏含有製品は、認知しうるたわみ無しに負荷(例えば、断熱又は凝結の負荷)に耐えることができないかもしれない。

【0005】

このような硬化石膏含有製品の別の問題は、それらの製造、加工、商業用途の間に寸法安定性が損なわれうるということである。例えば、硬化石膏製品の製造においては、石膏が硬化された後、通常、マトリックスに残るかなりの量の遊離(即ち、未反応の)水が存

10

20

30

40

50

在する。過剰の水を飛ばすための硬化石膏の乾燥に際し、マトリックス中の連結硬化石膏結晶は、水が蒸発するに従い、互いにより近づくように動く傾向がある。この点で、水が、石膏マトリックスの結晶の隙間から離れるとき、マトリックスは、石膏結晶上の水によってかかる毛細管圧に抵抗していた硬化石膏の自然の力から収縮する傾向がある。水性焼き石膏混合物中の水の量が増加するにつれて、寸法安定性の欠如は問題が大きくなる。

【0006】

最終乾燥製品が実現した後でさえ（特に、例えば、硬化石膏が膨張や収縮をし易い温度変化や湿度変化の条件下）、寸法安定性はまた問題になる。例えば、高湿度や高温に曝された石膏の板又はタイルの石膏マトリックスの結晶隙間中に取りこめられた水分は、湿気のある板が膨張することを引き起こすことによって、たわみ問題を悪化させうる。

10

【0007】

このような寸法不安定性が避けられれば、又は最小化されれば、種々の利点が生じよう。例えば、石膏板が乾燥中に収縮しなければ、現存の石膏板製造方法はより多くの製品をあたえよう。そして、正確な形態と寸法割合を保つように信頼されることが望まれる石膏含有製品（例えば、成形や型製造での使用のために）は、それらの目的をより良く果たそう。

【0008】

国際公開第W099/08979号は、永久変形（例えば、たわみ）に対する耐性や増大した寸法安定性の目標を達成するための、増大材料としてのポリホスフェートの使用を記載している。W099/08979によれば、硫酸カルシウム材料が再水和し、硬化石膏を形成する前に硫酸カルシウム材料を処理するのにポリホスフェートを使用しようが（即ち、「硬化前処理」）、既に硬化した石膏を処理するのにポリホスフェートを使用しようが（即ち、「硬化後処理」）、一般的にはポリホスフェートは、永久変形に対する耐性と増大した寸法安定性の利益を生じる。多くの状況において、硬化後処理を行うことは、硬化前処理よりも達成するのが、より複雑で困難である。なぜなら、例えば、硬化石膏が設置されている場合、硬化石膏中に増大材料を吸収させること、又は硬化石膏を増大材料に接触させること（例えば、硬化石膏が紙で覆われている場合）は、困難でありうるからである。即ち、硫酸カルシウム材料の硬化前処理によって、永久変形に対する耐性や増大した寸法安定性を付与することが、一般的により望ましい。しかし、W099/08979で記載されたポリホスフェートの殆ど全ては、硬化前処理で使用されるとき、得られる硬化石膏含有製品の強度に対して負の効果をもたす。

20

30

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

従って、得られる硬化石膏含有製品の強度（例えば、圧縮強度）を維持又は好ましくは増大させつつ、硬化前処理で永久変形に対する耐性や増大した寸法安定性を付与する必要性が続いている。W099/08979で開示されたポリホスフェート増大材料のうち、トリメタホスフェート化合物のみが、硬化前処理における添加により実際に強度を増大させることが見出された。製造と原料選択に柔軟性を与えるため、得られる硬化石膏製品の強度を維持又は好ましくは増大させつつ、硫酸カルシウム材料の硬化前処理において永久変形に対する耐性や増大した寸法安定性を達成するための別の増大材料を同定することがのぞましいであろう。

40

【0010】

従って、得られる硬化石膏製品の強度を維持又は好ましくは増大させつつ、永久変形（例えば、たわみ）に対する耐性や寸法安定性を増大させるための硫酸カルシウム材料の別の硬化前処理の当該分野における必要性が存在することが上記から理解されよう。本発明は、この必要性を満たす。本発明のこれら及び他の利点、並びに更なる発明の特徴は、本明細書記載の本発明の説明から明らかであろう。

【課題を解決するための手段】

【0011】

50

### 発明の簡単な要旨

本発明は、硫酸カルシウム材料を含む組成物、硬化石膏含有製品、及び、強度を維持もしくは増大させつつ、永久変形に対する増大した耐性を有する硬化石膏含有製品を製造する方法を提供する。

#### 【0012】

本発明によれば、硫酸カルシウム材料の硬化前処理でテトラメタホスフェート化合物（例えば、塩又はイオン）を含めることは、組成物の圧縮強度を維持もしくは好ましくは増大させつつ永久変形（例えば、たわみ）に対する耐性を増大することが見出された。更に、硬化前処理でのテトラメタホスフェートの添加は、得られる硬化石膏含有製品の寸法安定性を増大させることが予測される。テトラメタホスフェート化合物や硫酸カルシウム材料などの特定の用語を記載するため、利便性の故に単数形を使用するが、「a」、「an」、「the」などの単数形の語は、本明細書中で違うように示されていなければ、又は文脈で明瞭に否定されていなければ、単数と複数（例えば、テトラメタホスフェート化合物（複数）、硫酸カルシウム材料（複数）など）の両方を包含するように意味することが理解されようということに注意すべきである。

10

#### 【0013】

従って、一局面では、本発明は、硫酸カルシウム材料と、水と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を含む組成物を提供する。本明細書で使用するとき、用語「硫酸カルシウム材料」は、硫酸カルシウム硬石膏、硫酸カルシウム半水和物、カルシウム及び硫酸のイオン、又は上記のいずれかの混合物を指すが、硫酸カルシウム二水和物（即ち、硬化石膏）を指すことは意味しない。幾つかの実施態様では、硫酸カルシウム材料を水和して硫酸カルシウム二水和物（即ち、硬化石膏）を製造する割合を増大させる促進剤は、場合により組成物に含める（例えば、板を製造するために組成物を使用するとき）。当業者に容易に理解されるように、幾つかの実施態様では、化デンブン、水性の泡、及び/又は他の成分も場合により含めうる。

20

#### 【0014】

本発明の組成物は、圧縮強度を維持もしくは増加させつつたわみ耐性を示す硬化石膏含有製品を製造するのに有用である。望ましくは、硬化石膏の連結マトリックスを含む 1.27 cm 板を形成するように該組成物を成型するとき、ASTM C 473 - 95 に基づき測定して、該板の 61 cm 長 (foot length) 当たり約 0.25 cm 未満のたわみ耐性を板は有する。また、硬化石膏の連結マトリックスを含む製品を製造するために組成物を使用するとき、製品は、テトラメタホスフェート化合物が混合物に含められなかった場合と、少なくとも同じ強度、好ましくは、より大きい強度を有する。

30

#### 【0015】

幾つかの実施態様では、硬化石膏の少なくとも一部が、ホスト粒子中の接近可能な空隙内及び近傍に位置するように、組成物は、硬化石膏とホスト粒子とを含む。結果として、別の局面では、本発明は、粒子中に接近可能な空隙を有するホスト粒子と、硫酸カルシウム半水和物（但し、その少なくとも一部は、ホスト粒子の空隙内及び近傍で結晶形態である）と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を含む組成物を提供する。硬化石膏の連結マトリックスを含む 1.27 cm 板を形成するように該組成物を成型するとき、ASTM C 473 - 95 に基づき測定して、該板の 61 cm 長当たり約 0.25 cm 未満のたわみ耐性を該板は好ましくは有し、該板は、テトラメタホスフェート化合物が混合物に含められなかった場合と、少なくとも同じ強度、好ましくはより大きい強度を有する。

40

#### 【0016】

本発明の幾つかの実施態様では、機械加工できる硬化石膏含有製品又は接合化合物を製造するため、組成物を水と混合する。機械加工できる硬化石膏含有製品は、デンブンと、水再分散型ポリマー粒子と、硫酸カルシウム半水和物と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を含む。接合化合物は、石膏板の端間の接合部を仕上げるために有用であり、結合剤と、増粘剤と、非レベルング剤 (non-leveling agent) と、硫酸カルシウム半水和物と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を含む。

50

## 【 0 0 1 7 】

本発明の組成物の幾つかの実施態様は、吸音タイル製造に有用である。このような組成物は以下の混合物を含む：硫酸カルシウム材料、水、及びテトラメタホスフェート化合物、並びに、1つ以上の、糊化デンプン、鉱滓綿、発泡パーライト粒子、及び/又は繊維補強剤。例として、幾つかの実施態様では、組成物は、糊化デンプンと、鉱滓綿と、硫酸カルシウム材料と、水と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を含む。別の例として、幾つかの実施態様では、組成物は、糊化デンプンと、発泡パーライト粒子と、繊維補強剤と、硫酸カルシウム材料と、水と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を含む。

## 【 0 0 1 8 】

本発明の別の局面では、永久変形に対して増大した耐性を有する硬化石膏含有製品の製造方法が提供される。本方法は、硫酸カルシウム材料と、水と、テトラメタホスフェート化合物との混合物を形成することを含む。硫酸カルシウム材料が硬化石膏材料の連結マトリックスを形成するのに十分な条件下に、混合物を維持する。テトラメタホスフェート化合物を混合物に含めなかった場合よりも永久変形に対してより大きな抵抗力を硬化石膏含有製品が有する量で、テトラメタホスフェート化合物を混合物に含める。

## 【 0 0 1 9 】

本発明の更に別の局面では、強度が増大した硬化石膏含有製品の製造方法が提供される。本方法は、硫酸カルシウム材料、水、及びテトラメタホスフェート化合物の混合物を形成することを含む。硫酸カルシウム材料が硬化石膏材料の連結マトリックスを形成するのに十分な条件下に、混合物を維持する。テトラメタホスフェート化合物を混合物に含めなかった場合よりも大きな強度を硬化石膏含有製品が有する量で、テトラメタホスフェート化合物を混合物に含ませる。

## 【 0 0 2 0 】

更に別の局面では、本発明は、硬化石膏製品を提供する。幾つかの実施態様では、硬化石膏製品は石膏板である。例えば、本発明は、少なくともも焼き石膏、水、及びテトラメタホスフェート化合物から、即ち、それらを用いて、形成される硬化石膏の連結マトリックスを含む石膏板を提供する。好ましくは、石膏板は、強度を維持又は増大しつつ、ASTM C 473 - 95に基づき測定して、該板の61 cm長当たり約0.25 cm未満のたわみ耐性を有する。

## 【 0 0 2 1 】

幾つかの実施態様では、硬化石膏製品は、カバーシートの上に挟まれた材料のコアを含む石膏板である。コアは、硬化石膏の連結マトリックスを含む。好ましくは、板は、カバーシートの間に混合物を形成又は堆積させることを含む方法によって製造される（但し、混合物は、硫酸カルシウム材料、水、及びテトラメタホスフェート化合物を含む）。硫酸カルシウム材料が硬化石膏の連結マトリックスを形成するのに十分な条件下に、混合物を維持する。強度を維持もしくは増大しつつ、ASTM C 473 - 95に基づき測定して、板の61 cm長当たり約0.25 cm未満のたわみ耐性を石膏板が有する量で、テトラメタホスフェート化合物を混合物に含める。

## 【 発明を実施するための最良の形態 】

## 【 0 0 2 2 】

添付の図面を参照して、及び、以下の好ましい実施態様の詳細な説明で、本発明は、最も良く理解されうる。

## 【 0 0 2 3 】

好ましい実施態様の説明

本発明は、硫酸カルシウム材料の硬化前処理におけるテトラメタホスフェートを提供する。本発明は、種々の硬化石膏含有製品を製造するために、従来技術で使用される組成物及び方法に類似した組成物及び方法を用いて実施できる。種々の硬化石膏含有製品を製造するための、本発明の幾つかの好ましい実施態様の組成物及び方法と従来技術で使用される組成物及び方法との本質的差異は、テトラメタホスフェート化合物（テトラメタホスフェート塩など）を含めることである。テトラメタホスフェート化合物を使用して本明細書

10

20

30

40

50



記載の混合物を形成できるが、テトラメタホスフェートは、混合物中でイオンとして存在しうる（特に、水が存在し、硬化と乾燥前では）ことが当業者には理解されよう。従って、用語「テトラメタホスフェート化合物」は、このような化合物自体又はテトラメタホスフェートイオンを意味することを意図している。本発明は、本発明の方法の実施において硬化前処理において特に有用であるので、焼き石膏の再水和による硬化石膏の連結マトリックスの形成はテトラメタホスフェートイオンの存在下起こり、それによって本発明の利点が生じる。他の点では、本発明の組成物及び方法は、従来技術の対応する組成物及び方法と同じでありうる。

#### 【0024】

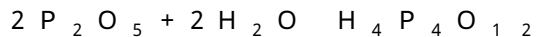
本発明の組成物に含まれるテトラメタホスフェート化合物（シクロテトラホスフェートとも言う）は、組成物の他の成分と有害には相互作用しない任意の水溶性テトラメタホスフェート化合物又はイオンを含みうる。有用な塩の幾つかの例は、とりわけ、ナトリウムテトラメタホスフェート、カリウムテトラメタホスフェート、アンモニウムテトラメタホスフェート、リチウムテトラメタホスフェート、アルミニウムテトラメタホスフェート、及びそれらの混合塩である。ナトリウムテトラメタホスフェートが好ましい。

10

#### 【0025】

テトラメタホスフェート化合物は、任意の適切な方法で製造できる。例えば、一実施態様では、テトラメタホスフェート化合物は、ナトリウムテトラメタホスフェートの形態でありえ、それは、以下のように、約7未満の温度で五酸化リンを水和して、テトラメ

20



次いで、以下のように、この酸を水酸化ナトリウムと反応させて4水和物であるナトリウムテトラメタホスフェートを形成する。



ナトリウムテトラメタホスフェートは高溶性形態にあるので、塩又は溶媒を溶液生成物に加えて、ナトリウムテトラメタホスフェートを堆積させることができる。例えば、エタノール又は塩化ナトリウムが、この目的のために加えられうる。同様に、カリウム、リチウム、アルミニウムなどのテトラメタホスフェート塩を製造できる。シクロテトラホスフェートの合成は、例えば、Bell, R. N.; Audrieth, L. F.; Hill, O. F. *Industrial and Engineering Chemistry* 1952, 44, 568（これは、引用により本明細書に援用される）に記載されている。

30

#### 【0026】

いずれの特定の理論にも縛られるのを望まないが、硬化前処理におけるテトラメタホスフェート化合物の添加は、硬化が起きた後、結晶性石膏構造における各接点での強度を増大させると仮説が立てられる。結果として、テトラメタホスフェート化合物は、硬化石膏含有製品に増大した強度と寸法安定性を与えると考えられる。寸法安定性に関し、以下のことが期待され、好まれる：得られる石膏製品、例えば、板は、122 cm幅 (foot width) 当たり約0.15 cm未満かつ366 cm長当たり約0.76 cm未満の乾燥収縮を示す、及び/又は、石膏製品は、その幅で約0.13%未満、その長さで約0.26%未満の乾燥収縮を示す（ここで、長さとは幅は、ASTM C473-95に基づき測定される）。当業者に理解されるように、乾燥収縮は、硬化（水和）の完了後、過剰の水が飛ばされるとき起こりうる収縮である。このことは、例えば、硬化水和の完了後、しかし、過剰水の乾燥（例えば、炉における）前、板の長さとは幅を測定し（例えば、ASTM C473-95に基づいて）、次いで、乾燥後に再び測定し、次いで、差異を計算することによってなされる。

40

#### 【0027】

好ましい実施態様では、焼き石膏の重量に基づき、約0.004～約2.0重量%の濃度で、テトラメタホスフェート塩を焼き石膏の水性混合物中に溶解し、混合物中にテトラ

50

メタホスフェートイオンを得る。テトラメタホスフェート化合物の好適濃度は、約0.04～約0.16%である。より好適な濃度は約0.08%である。本発明の幾つかの実施態様の実施においては、より容易な貯蔵と配送のために、所望ならば、テトラメタホスフェート塩を、水に予め溶解して、水溶液の形態で混合物中に添加できる。

【0028】

本発明の好ましい実施態様によれば、テトラメタホスフェートイオンは、焼き石膏を水和して硬化石膏が形成される間、焼き石膏の水性混合物に存在することだけが必要である。従って、初期段階で混合物中にテトラメタホスフェート化合物を添加することは、通常、非常に便利で、従って好ましい。

【0029】

やや遅い段階で焼き石膏と水との混合物にテトラメタホスフェート化合物を添加することも十分である。例えば、典型的な石膏板の製造において、水と焼き石膏とを共に混合装置に入れ、十分に混合し、次いで、通常、移動ベルト上のカバーシートに堆積させる。焼き石膏が再水和して硬化石膏が形成される主要な部分が起こる前に、第2のカバーシートを堆積した混合物の上に配置する。混合装置での製造の間、石膏含有混合物にテトラメタホスフェート化合物を加えることが最も便利であるが、例えば、テトラメタホスフェートイオン水溶液が、堆積した混合物中にしみ込み、硬化石膏を形成する水和の大半が起こるときにテトラメタホスフェートイオン水溶液が存在しているように、第2のカバーシートを堆積物上に配置する直前に、焼き石膏の堆積した水性混合物上に該イオンの水溶液を噴霧することによって、後期段階でテトラメタホスフェートイオンを添加することも十分である。

【0030】

混合物中にテトラメタホスフェート化合物を添加する他の別の方法は、当業者には明白であろうし、勿論、本発明の範囲内であると考えられる。例えば、塩が溶解し、焼き石膏の水性混合物の堆積がカバーシートと接触するようになったとき、塩によりテトラメタホスフェートイオンが混合物を通じて移動するように、テトラメタホスフェート塩又は塩溶液でカバーシートの一方又は両方をプレコートすることも可能でありうる。別の代替は、焼き石膏を水と混合し再水和が引き起こされるときに塩が既に存在するように、生の石膏が加熱され焼き石膏が形成される前においてさえ、テトラメタホスフェート塩を生石膏と混合することである。

【0031】

本発明で使用される焼き石膏は、従来技術の対応する実施態様で有用であると典型的に見出された濃度の形態でありうる。本発明の実施で使用される焼き石膏は、天然源又は合成源からのアルファ硫酸カルシウム半水和物、ベータ硫酸カルシウム半水和物、水溶性硫酸カルシウム硬石膏、又はそれらの任意のもの及び全ての混合物でありうる。幾つかの好ましい実施態様では、アルファ硫酸カルシウム半水和物は、比較的高い強度を有する硬化石膏のその高い収率故に使用される。他の好ましい実施態様では、ベータ硫酸カルシウム半水和物、又はベータ硫酸カルシウム半水和物と水溶性硫酸カルシウム硬石膏との混合物が使用される。

【0032】

所望の性質を付与し、製造を容易にするために、例えば、水性の泡、硬化促進剤、硬化抑制剤、再か焼阻害剤 (recalcination inhibitor)、結合剤、接着剤、分散補助剤、レベリング剤もしくは非レベリング剤、増粘剤、殺菌剤、殺真菌剤、pH調整剤、着色剤、補強材料、難燃剤、撥水剤、充填剤、及びそれらの混合物などの他の通常の添加剤は、慣例の量で本発明の実施で使用できる。

【0033】

方法及び組成物がカバーシートの上に挟まれた硬化石膏含有材料のコアを含む石膏板を製造するためである幾つかの好適な本発明の実施態様では、テトラメタホスフェート化合物は、上記濃度と方法で使用される。他の点では、組成物及び方法は、例えば、米国特許第4,009,062号及び同第2,985,219号(それらの開示は引用により本明

10

20

30

40

50

細書に援用される)に記載のような従来技術の石膏板を製造するための対応する組成物及び方法と同じ成分及び同じ方法で実施できる。この好適な本発明の組成物と方法を用いて製造される板は、改良された、強度、永久変形に対する耐性、及び寸法安定性を示す。

【0034】

板の表面シートが紙を含む石膏板を製造するための好適な方法及び組成物では、さもなければ僅かに増加する非常に高い湿度条件下での紙の離層リスクを避けるために、化デンプンも使用される。原料のデンプンの化は、少なくとも85の温度の水で煮ることによって、又は他の周知の方法によって達成される。

【0035】

本発明の目的に役立つ容易に利用できる化デンプンの幾つかの例は(それらの商品名で記載する)、PCF1000デンプン(Lauhoff Grain Co.から入手可)、並びに、AMERIKOR818デンプン及びHQM PREGELデンプン(両方ともArcher Daniels Midland Co.から入手可)である。

【0036】

本発明の好適な実施で使用するために、化デンプンは、焼き石膏の重量に基づき濃度約0.08~約0.5重量%で焼き石膏の水性混合物に含める。化デンプンの好適濃度は、約0.16~約0.4%である。より好適な濃度は約0.3%である。従来技術の対応する実施態様も(多くがそうであるように)化されていないデンプンを含むならば、本発明の実施態様の化デンプンはまた、通常使用される従来技術のデンプンの量の全て又は一部を置換するのに役立つ。

【0037】

発泡剤を用い、硬化石膏含有製品中に空隙を得、より軽い重量を提供する本発明の実施態様では、発泡硬化石膏製品の製造に有用であることが公知の通常の発泡剤のいずれのものをも使用できる。多くのこのような発泡剤は周知であり、容易に市販で、例えば、ペンシルバニア、アンブラーのGEO Specialty Chemicalsから入手できる。有用な発泡剤の更なる説明については、例えば、米国特許第4,676,835号;同5,158,612号;同5,240,639号;同5,643,510号;1995年6月22日公開のPCT国際出願公開第WO95/16515号を参照。

【0038】

多くの場合、強度を維持するのに助けるために、石膏製品中に比較的大きな空隙を形成することが好適であろう。このことは、焼き石膏スラリーと接触するときと比較的不安定である泡を生じる発泡剤を用いることによって達成されうる。好ましくは、このことは、比較的不安定な泡を生じることが公知の発泡剤多量と、比較的安全な泡を生じることが公知の発泡剤少量とをブレンドすることによって達成される。

【0039】

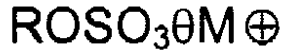
このような発泡剤混合物は、「オフラインで」、即ち、発泡石膏製品の製造プロセスとは別に、ブレンドできる。しかし、プロセスの構成要素の「オンライン」部分として、同時に、そして連続的にこのような発泡剤をブレンドすることが好ましい。このことは、例えば、その後焼き石膏スラリーに添加されそれと混合される水性の泡の流れを生ずるために使用される泡発生器において、又は泡発生器の直前で、異なる発泡剤の別々の流れをポンプし、それらの流れを一緒にすることによって達成されうる。このようにブレンドすることによって、ブレンド中の発泡剤の割合は単純かつ効率的に調整されえ(例えば、別々の流れの一方又は両方の流速を変えることによって)、発泡硬化石膏製品中に所望の空隙特性を達成しうる。このような調整は、このような調整が必要かどうかを決定するための最終製品の試験に則してなされよう。このような「オンライン」ブレンドと調整の更なる説明は、米国特許第5,643,510号及び同第5,683,635号に見出されうる。

【0040】

不安定な泡を生じるのに有用な発泡剤の1タイプの例は、式

【0041】

【化1】



【0042】

(式中、Rは、2～20個の炭素原子を含むアルキル基であり、Mはカチオンである)を有する。好ましくは、Rは、8～12個の炭素原子を含むアルキル基である。

【0043】

安定な泡を生じるのに有用な発泡剤の1タイプの例は、式

【0044】

【化2】



【0045】

(式中、Xは、2～20の数であり、Yは、0～10の数でありかつ発泡剤の少なくとも50重量%では0より大きく、Mはカチオンである)を有する。

【0046】

本発明の幾つかの好ましい実施態様では、上記式(Q)及び(J)を有する発泡剤は、一緒にブレンドされ、式(Q)発泡剤と、式(J)発泡剤(Yは0)の一部が、発泡剤の得られるブレンドの86～99重量%と一緒に構成する。

【0047】

本発明の幾つかの好ましい実施態様では、水性の泡は、式

【0048】

【化3】



【0049】

(式中、Xは、2～20の数であり、Yは、0～10の数でありかつ発泡剤の少なくとも50重量%では0であり、Mはカチオンである)を有するブレンドされた発泡剤から生じている。好ましくは、式(Z)発泡剤の86～99重量%ではYは0である。

【0050】

方法及び組成物が、硬化石膏と補強材料の粒子とを含む複合板の製造のためのものである幾つかの好適な本発明の実施態様では、テトラメタホスフェート化合物は、上記濃度と方法で使用される。複合製品は、硬化石膏とホスト粒子とを含み、硬化石膏の少なくとも一部は、ホスト粒子中の接近可能な空隙内及び近傍に位置するのが特に好ましい。本発明の組成物は、粒子中に接近可能な空隙を有するホスト粒子と、焼き石膏(その少なくとも一部は、ホスト粒子中の空隙内及び近傍で結晶形態である)と、水溶性テトラメタホスフェート塩との混合物を含む。組成物を水と混合して、水と、粒子中に接近可能な空隙を有するホスト粒子と、焼き石膏(その少なくとも一部は、ホスト粒子中の空隙内及び近傍で結晶形態である)、テトラメタホスフェートイオンとの発明混合物を製造することもできる。方法は、このような混合物を形成すること、表面上又は型内にそれを堆積させること、及びそれを硬化し乾燥させることを含む。他の点では、組成物及び方法は、例えば、米国特許第5,320,677号(その開示は引用により本明細書に援用される)に記載のような従来技術の複合板を製造するための対応する組成物及び方法と同じ成分及び同じ方法で実施できる。

【0051】

方法及び組成物が機械加工できる材料の製造のためのものである幾つかの好ましい実施態様では、テトラメタホスフェート化合物は、上記濃度と方法で使用される。このような

10

20

30

40

50

実施態様の幾つかの好適形態では、組成物は、焼き石膏と、水溶性テトラメタホスフェート塩と、デンプンと、水再分散型ポリマー粒子との混合物を含む。組成物を水と混合して、水と、焼き石膏と、テトラメタホスフェートイオンと、デンプンと、水再分散型ポリマー粒子との発明混合物が製造できる。方法は、このような混合物を形成すること、表面上又は型内にそれを堆積させること、及びそれを硬化し乾燥させることを含む。

【0052】

テトラメタホスフェートの塩とイオンを含めること以外の側面では、組成物及び方法は、例えば、米国特許第5,534,059号(その開示は引用により本明細書に援用される)に記載のような従来技術の機械加工できるプラスター材料を製造するための対応する組成物及び方法と同じ成分及び同じ方法で実施できる。

10

【0053】

方法及び組成物が、石膏板の端間の接合部を仕上げるために使用される材料の製造のためのものである幾つかの好適な本発明の実施態様では、テトラメタホスフェートの塩又はイオンは、上記濃度で使用される。テトラメタホスフェートの塩及びイオンを含めること以外の側面では、組成物及び方法は、例えば、米国特許第3,297,601号(その開示は引用により本明細書に援用される)に記載のような従来技術の接合部仕上げ材料を製造するための対応する組成物及び方法と同じ成分及び同じ方法で実施できる。このような実施態様の幾つかの好適形態では、組成物は、焼き石膏と、水溶性テトラメタホスフェート塩と、結合剤と、増粘剤と、非レベリング剤との混合物を含む。組成物を水と混合して、焼き石膏と、テトラメタホスフェートイオンと、結合剤と、増粘剤と、非レベリング剤との発明混合物を製造できる。方法は、このような混合物を形成すること、石膏板の端間の接合部にそれを挿入すること、それを硬化し乾燥させることを含む。

20

【0054】

このような好適な接合部仕上げの実施態様では、結合剤、増粘剤、及び非レベリング剤は、接合化合物の分野の当業者に周知の成分から選択される。例えば、結合剤は通常のラテックス結合剤でありえ、ポリ(ビニルアセテート)及びポリ(エチレン-コ-ビニルアセテート)が好適でありえ、組成物の約1~約15重量%の範囲で含まれる。有用な増粘剤の例はセルロース増粘剤、例えば、エチルヒドロキシ、エチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、又はヒドロキシエチルセルロースであり、組成物の約0.1~約2重量%の範囲で含まれる。適切な非レベリング剤の例は、アタパルジャイト、セピオライト、ベントナイト、及びモンモリロナイト粘土であり、組成物の約1~約10重量%の範囲で含まれる。

30

【0055】

方法及び組成物が、吸音タイルの製造のためのものである幾つかの好適な発明の実施態様では、テトラメタホスフェート化合物は、上記濃度で含まれる。このような実施態様の幾つかの好適形態では、組成物は、水と、焼き石膏と、テトラメタホスフェートイオンと、糊化デンプンと、鉍滓綿との混合物、又は水と、焼き石膏と、テトラメタホスフェートイオンと、糊化デンプンと、発泡パーライト粒子と、繊維補強剤との混合物を含む。方法は、このような混合物を形成すること、トレー内にそれを成型すること、及びそれを硬化し乾燥させることを含む。テトラメタホスフェート化合物を含めること以外の側面では、組成物及び方法は、例えば、米国特許第5,395,438号及び同第3,246,063号(それらの開示は引用により本明細書に援用される)に記載のような従来技術の吸音タイルの製造のための対応する組成物及び方法と同じ成分及び同じ方法で実施できる。

40

【実施例】

【0056】

本発明の幾つかの好ましい実施態様を更に説明するために、以下の実施例を提示するが、本発明の範囲のいかなる限定としても解釈されるべきではない。違うように記載されていないならば、組成物及び混合物中の材料の濃度は、存在する焼き石膏の重量に基づき重量%で示されている。略語「STMP」は、ナトリウムトリメタホスフェートを表し、略語「SC」は、ナトリウムシクロテトラホスフェート(即ち、ナトリウムテトラメタ

50

ホスフェート)を表す。

【0057】

実施例1：永久変形に対する耐性（実験室石膏板たわみ耐性）

硬化石膏含有板のサンプルを、本発明に基づき実験室で製造し、永久変形に対する耐性に関し、ナトリウム テトラメタホスフェートを含まない方法及び組成物を用い製造したサンプル板と比較した。

【0058】

低速度で10秒間、4リットルのワーリングブレンダー中で混合することによってサンプルを製造した：ベータ硫酸カルシウム半水和物0.7kg（United States Gypsum CompanyのSouthardプラント）；「環境（climate）安定化促進剤」（CSA）と文献中で言われている米国特許第3,573,947号（その開示は引用により本明細書に援用される）に記載のような、効率を維持するために糖でコーティングされ、加熱された硫酸カルシウム半水和物の微粉碎粒子を含む硬化促進剤粉末1.0g；水道水1L；及び、添加剤0g（対照サンプル）、ナトリウム トリメタホスフェート0.7g（0.1%）、又はナトリウム テトラメタホスフェート0.7g（0.1%）。このようにして形成したスラリーをトレー中に成型し、平らな石膏板サンプルを製造した。各々の寸法は約15×61×1.27cmである。硫酸カルシウム半水和物が硬化し、硬化石膏（硫酸カルシウム二水和物）の連結マトリックスが形成された後、恒量まで44のオープンで板を乾燥した。各々の板の最後に測定された重量を記録した。石膏板のたわみ性能に対する紙カバーの影響を回避するために、これらの板に紙の上張りは適用しなかった。

【0059】

次いで、各々の乾燥した板を、2つの1.27cm幅の支持体（その長さは、板の全幅を伸ばした）上、水平位置に置いた（板の各端に1つの支持体）。温度32と相対湿度90%の持続周囲条件下、特定期間（本実施例では2週間）、板をこの位置に保った。次いで、板の端の上縁の間に延びる想像上の水平面からの、板の上面中央の距離（cm）を測定することによって、板のゆがみ（即ち、たわみの程度）を測定した。板の硬化石膏マトリックスの永久変形に対する耐性は、板のたわみの程度に逆比例すると考えられる。従って、たわみの程度が大きい程、硬化石膏マトリックス含有板の永久変形に対する相対耐性は小さい。「ゆがみ」として測定した、永久変形に対する耐性の試験を表1に報告する。

【0060】

【表1】

表1

添加剤	ゆがみ
対照	8.26cm
STMP	0.051cm
NaClを用いて堆積させたテトラメタホスフェート	0.025cm
エタノールを用いて堆積させたテトラメタホスフェート	0.076cm

【0061】

表1に見られるように、硬化前処理で焼き石膏スラリーにテトラメタホスフェートを含ませた2つのサンプルは、対照と比較して顕著に小さいゆがみ（即ち、たわみ）を示し、STMPを使用したサンプルのゆがみに匹敵する小さなゆがみを示した。

【0062】

実施例2：水和速度

本実施例は、ホスフェート添加剤が存在しない場合（対照）及びナトリウム トリメタ

ホスフェートが存在する場合の水和速度と比較した、本発明に基づく硬化前処理においてナトリウム シクロテトラホスフェートが存在する場合の焼き石膏から硫酸カルシウム二水和物への水和速度を示す。

【0063】

4つのバッチを製造した。各バッチに関し、硫酸カルシウム半水和物(United States Gypsum CompanyのSouthardプラント)1200gを測り、別にしておいた。CSA 3gを、全てが十分に分散するまで硫酸カルシウム半水和物粉末とブレンドした。2.4の水1320ml量を測り、高剪断刃を有する4リットルのワーリングブレンダーに注ぎ入れた。

【0064】

バッチの1つには、エタノールで堆積させたナトリウム シクロテトラホスフェート1.2g(0.1%)を加えた。第2のバッチでは、NaClで堆積させたナトリウム シクロテトラホスフェート1.2g(0.1%)を加えた。第3のバッチでは、ナトリウム トリメタホスフェート(STMP)1.2g(0.1%)を加えた。第4のバッチでは、ホスフェートは加えなかった。

【0065】

各バッチにおいて、粉末化した混合物を10秒間浸漬し、次いで、中速度で30秒間ブレンドして、スラリーを形成した。各バッチで、スラリーを型に注ぎ入れ、9個の立方体(一辺5cm)を成型させた。

【0066】

残りのスラリーを、断熱試験セルに注ぎ入れた。温度を温度プローブで5秒毎に測定し、記録した。硬化反応は発熱性であるので、反応の程度は温度上昇で測定した。50%水和までの時間は、試験中記録された最小温度と最大温度との間の midpoint の温度に達する時間(分)であるとして測定した。結果を表2に示す。表2は、各バッチについての水和時間を示す。

【0067】

【表2】

表2

添加剤	50%水和までの全時間	98%水和までの全時間
SC/エタノール	6.8	10.0
SC/NaCl	6.6	9.6
STMP	6.2	9.3
対照	6.6	9.5

【0068】

表2に見られるように、添加剤の各々は、水和速度に殆ど影響を与えなかった。従って、有利に、硬化前処理でのテトラメタホスフェートの添加が、水和時間に顕著な悪影響を与えること無しに、たわみ耐性と圧縮強度を増大させる。

【0069】

実施例3 - 実験室立方体圧縮強度

本実施例は、硬化前処理においてテトラメタホスフェート化合物を含めて製造された立方体の圧縮強度を、ホスフェート添加剤無しで製造した立方体の圧縮強度、そして、硬化前処理においてナトリウム トリメタホスフェートを含めて製造された立方体と比較する。用いた試験方法は、ASTM C472-93に基づいた。

【0070】

実施例2で記載した各バッチ由来の9個の立方体について硫酸カルシウム半水和物を硬化し、硫酸カルシウム二水和物を形成した後、立方体を型から取り出し、少なくとも72時間4.4の通風オープン中で乾燥し、恒量にした。乾燥した立方体は、約800kg/m<sup>3</sup>の密度を有していた。

【0071】

各乾燥立方体の圧縮強度をSATEC試験機で測定した。各バッチについて試験した9個のサンプルの平均値として、結果を下記の表3で報告する。対照サンプルの強度値は変動した。なぜならば、ベータ硫酸カルシウム半水和物の種々の源及び/又はベータ硫酸カルシウム半水和物の異なるバッチを使用したからである。表の結果は、立方体の密度に関し理論的期待値(表3で「標準」として表した)と比較して、 $\text{kgf/cm}^2$ での測定された圧縮強度と強度の%変化の形式で報告する。

【0072】

【表3】

表3

立方体 シリーズ	湿重量 (g)	乾燥重量 (g)	失われた %H <sub>2</sub> O	強度 kgf/cm <sup>2</sup>	標準強度 kgf/cm <sup>2</sup>	% 標準
SC/イタノール	187.7	105.1	44.0%	<u>90.4</u>	<u>63.5</u>	142%
SC/NaCl	188.1	105.3	44.0%	<u>92.1</u>	<u>64.1</u>	144%
STMP	187.6	105.1	44.0%	<u>99.1</u>	<u>63.6</u>	156%
無	187.2	104.8	44.0%	<u>86.9</u>	<u>62.8</u>	138%

10

【0073】

表3に見られるように、硬化前処理においてナトリウム テトラメタホスフェート又はナトリウム トリメタホスフェートを用いて製造された立方体の圧縮強度は、対照と比較して増大した。このように、本発明に基づき、硬化前処理でナトリウム テトラメタホスフェート化合物を含めなかった場合よりも、立方体はより大きな強度を有することを表3は示している。混合物に加えたナトリウム テトラメタホスフェートの濃度がかなり小さかったならば(例えば、0.004%程度)、測定可能な強度増加は見られなかったかもしれないが、依然として強度減少はないであろう。

20

【0074】

特許、特許出願、及び刊行物を含む、本明細書で引用した全ての参考文献は、引用によりその全体が本明細書に援用される。

好適な実施態様を強調して本発明を記載したが、好適な実施態様のバリエーションを使用してもよく、本明細書に具体的に説明したのとは異なるように本発明を実施してもよいことが意図されることは当業者に明白であろう。従って、本発明は、以下の特許請求の範囲で規定された本発明の範囲内に包含される全ての改変物を含むものである。

30



---

フロントページの続き

- (72)発明者 ユイ、チアン  
アメリカ合衆国、イリノイ州 60030、グレイスレイク、サンドパイパー コート 1252
- (72)発明者 フランク、ウィリアム、エイ.  
アメリカ合衆国、イリノイ州 60046、リンデンハースト、イースト グランド アヴェニュー  
2416

審査官 正 知晃

- (56)参考文献 特表2003-531096(JP,A)  
特開昭62-187152(JP,A)  
特表2001-504795(JP,A)  
特表2003-523910(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C04B 7/00 - 28/36