

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6669862号  
(P6669862)

(45) 発行日 令和2年3月18日 (2020.3.18)

(24) 登録日 令和2年3月2日 (2020.3.2)

(51) Int. Cl.

F I

C O 4 B 22/06 (2006.01)  
 C O 4 B 22/08 (2006.01)  
 C O 4 B 22/14 (2006.01)  
 C O 4 B 24/06 (2006.01)  
 C O 4 B 14/28 (2006.01)

C O 4 B 22/06 Z  
 C O 4 B 22/08 Z  
 C O 4 B 22/14 A  
 C O 4 B 24/06 A  
 C O 4 B 14/28

請求項の数 16 (全 19 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2018-519942 (P2018-519942)  
 (86) (22) 出願日 平成28年10月19日 (2016.10.19)  
 (65) 公表番号 特表2018-536609 (P2018-536609A)  
 (43) 公表日 平成30年12月13日 (2018.12.13)  
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2016/075027  
 (87) 国際公開番号 W02017/067954  
 (87) 国際公開日 平成29年4月27日 (2017.4.27)  
 審査請求日 平成30年6月2日 (2018.6.2)  
 (31) 優先権主張番号 15190508.0  
 (32) 優先日 平成27年10月20日 (2015.10.20)  
 (33) 優先権主張国・地域又は機関  
 欧州特許庁 (EP)

(73) 特許権者 591010170  
 ヒルティ アクチエンゲゼルシャフト  
 リヒテンシュタイン国 9494 シャー  
 ン, フェルトキルヒャーシュトラッセ  
 100  
 Feldkircherstrasse  
 100, 9494 Schaan, L  
 IECHTENSTEIN  
 (74) 代理人 100123342  
 弁理士 中村 承平  
 (72) 発明者 アルミン プファイル  
 ドイツ連邦共和国 86916 カウフェ  
 リング カールシュトラッセ 5

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルミナセメント組成物の凝固及び硬化を開始するための安定化された水性組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

水酸化物、塩化物、硫酸塩、リン酸塩、一水素リン酸塩、二水素リン酸塩、硝酸塩、及びこれらの混合物から成る群から選択される少なくとも1つのナトリウム又はリチウム塩を含む少なくとも1つの活性剤成分と、

水酸化物、塩化物、硫酸塩、リン酸塩、一水素リン酸塩、二水素リン酸塩、硝酸塩、炭酸塩、及びこれらの混合物から成る群から選択される、前記活性剤成分とは組成の異なる少なくとも1つのナトリウム又はリチウム塩を含む少なくとも1つの促進剤成分と、

クエン酸、酒石酸、乳酸、サリチル酸、グルコン酸、及びこれらの混合物から成る群から選択される少なくとも1つの抑制剤と、

石灰石充填剤、銅玉石、ドロマイト、耐アルカリガラス、砕石、砂利、小石、及びこれらの混合物から成る群から選択される少なくとも1つの鉱物充填剤と、

少なくとも1つの増粘剤と、

水と、

を含む、ことを特徴とする長期的に安定化された水性開始剤組成物。

【請求項 2】

前記少なくとも1つの活性剤成分及び前記少なくとも1つの促進剤成分は、リチウム金属塩の混合物を含む、ことを特徴とする請求項 1 に記載の長期的に安定化された水性開始剤組成物。

【請求項 3】

前記少なくとも 1 つの抑制剤がクエン酸、酒石酸、又はこれらの混合物である、ことを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の長期的に安定化された水性開始剤組成物。

【請求項 4】

前記少なくとも 1 つの鉱物充填剤の平均粒子サイズが最大 500  $\mu\text{m}$  である、ことを特徴とする請求項 1 乃至 3 の何れか 1 つに記載の長期的に安定化された水性開始剤組成物。

【請求項 5】

前記少なくとも 1 つの鉱物充填剤が石灰石充填剤又は石灰石充填剤の混合物である、ことを特徴とする請求項 1 乃至 4 の何れか 1 つに記載の長期的に安定化された水性開始剤組成物。

【請求項 6】

前記水性開始剤組成物はスラリー又はペーストの形態である、ことを特徴とする請求項 1 乃至 5 の何れか 1 つに記載の長期的に安定化された水性開始剤組成物。

【請求項 7】

前記水性開始剤組成物の pH 値が 10 以上である、ことを特徴とする請求項 1 乃至 6 の何れか 1 つに記載の長期的に安定化された水性開始剤組成物。

【請求項 8】

前記水性開始剤組成物は、

0.1 wt. - % 乃至 4 wt. - % の水酸化リチウムと、

0.1 wt. - % 乃至 5 wt. - % の硫酸リチウム又は硫酸リチウム－水和物と、

0.05 wt. - % 乃至 5 wt. - % のクエン酸と、

0.05 wt. - % 乃至 4 wt. - % の酒石酸と、

35 wt. - % 乃至 45 wt. - % の第 1 の平均粒子サイズを有する鉱物充填剤と、

15 wt. - % 乃至 25 wt. - % の第 2 の平均粒子サイズを有する鉱物充填剤と、

10 wt. - % 乃至 20 wt. - % の第 3 の平均粒子サイズを有する鉱物充填剤と、

0.01 wt. - % 乃至 0.5 wt. - % の増粘剤と、

15 wt. - % 乃至 25 wt. - % の水と、

を含む、ことを特徴とする請求項 1 乃至 7 の何れか 1 つに記載の長期的に安定化された水性開始剤組成物。

【請求項 9】

前記第 1 の平均粒子サイズを有する鉱物充填剤、前記第 2 の平均粒子サイズを有する鉱物充填剤、及び前記第 3 の平均粒子サイズを有する鉱物充填剤が炭酸カルシウム細骨材である、ことを特徴とする請求項 8 に記載の長期的に安定化された水性開始剤組成物。

【請求項 10】

i) 混合槽に水を入れる工程と、

ii) 攪拌中に前記少なくとも 1 つの活性剤成分及び前記少なくとも 1 つの促進剤成分を溶解及び追加する工程と、

iii) この混合物に前記少なくとも 1 つの抑制剤を溶解及び追加する工程と、

iv) 攪拌速度の増加中に前記少なくとも 1 つの鉱物充填剤を段階的に加える工程と、

v) 増粘剤を加える工程と、

vi) 完全に均質化するまで攪拌を継続する工程と、

を含む、ことを特徴とする請求項 1 乃至 9 の何れか 1 つに記載の長期的に安定化された水性開始剤組成物を生成する方法。

【請求項 11】

i) 請求項 1 乃至 9 に記載の長期的に安定化された水性開始剤組成物を水相アルミナセメント成分に加える工程と、

ii) これらを混合する工程と、

を備える、ことを特徴とする硬化性水相アルミナセメント成分の凝固及び硬化を活性化する方法。

【請求項 12】

硬化性水相アルミナセメント成分を含むモルタル系における請求項 1 乃至 9 の何れか 1

10

20

30

40

50

つに記載の長期的に安定化された水性開始剤組成物の使用。

【請求項 1 3】

硬化性水相アルミナセメント成分を含む 2 成分モルタル系の第 1 の成分としての請求項 1 乃至 9 の何れか 1 つに記載の長期的に安定化された水性開始剤組成物の使用。

【請求項 1 4】

鉱物質の面におけるアンカー手段の化学的留付けのために使用される硬化性水相アルミナセメント成分の凝固及び硬化の活性化のための請求項 1 乃至 9 の何れか 1 つに記載の長期的に安定化された水性開始剤組成物の使用。

【請求項 1 5】

前記アンカー手段はアンカーロッド、ねじ付きアンカーロッド、ボルト、又は鉄筋である、ことを特徴とする請求項 1 4 に記載の使用。

【請求項 1 6】

前記鉱物質の面は、煉瓦、コンクリート、透水性コンクリート、又は自然石からできた構造物である、ことを特徴とする請求項 1 4 又は 1 5 に記載の使用。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、アルミナセメント組成物の凝固及び硬化を開始するための長期的に安定化された水性開始剤組成物に関する。特に、長期的に安定化された水性開始剤組成物は、少なくとも 1 つのアルカリ及び / 又はアルカリ金属塩を含む少なくとも 1 つの活性剤成分と、少なくとも 1 つの水溶性アルカリ及び / 又はアルカリ金属塩を含む少なくとも 1 つの促進剤成分と、クエン酸、酒石酸、乳酸、サリチル酸、グルコン酸、及びこれらの混合物から成る群から選択される少なくとも 1 つの抑制剤 (retarder) と、石灰充填剤、鋼玉石、ドロマイト、耐アルカリガラス、碎石、砂利、小石、及びこれらの混合物から成る群から選択される少なくとも 1 つの鉱物充填剤と、少なくとも 1 つの増粘剤と、水とを含む。さらに本発明は、長期的に安定化された水性開始剤組成物を生成する方法及び煉瓦、コンクリート、透水性コンクリート、又は自然石からできた構造物等の鉱物質の面 (被留付け面) におけるアンカー段、好ましくは金属要素の化学的留付けのためのシステム (構造物) における該組成物の使用に関する。

【背景技術】

【0002】

水性組成物、特に水性懸濁液は、沈降に十分な大きさの個体粒子を含む異質混合物であり、多少なりとも流体又はペーストの形態で形成される。係る懸濁液の優位性は、煉瓦、コンクリート、透水性コンクリート、又は自然石からできた構造物等の鉱物質の面における掘削孔等の凹部に、アンカー手段、好ましくはアンカーロッド、特にネジ棒、ボルト、鉄筋等の金属部材の化学的留付け等の如何なる建設化学用途にも直接用いることができる、すぐに使用できる液剤として使用が可能なことである。

【0003】

例えば、ラジカル重合性樹脂をベースとする有機系の組成物は、迅速な硬化が望ましい場合に使用される。しかし、かかる系の組成物は環境を汚染し、高価で、環境及び取り扱う人に潜在的に有害及び / 又は危険となることが一般的に知られているばかりか、そのことを明確に表記しなければならない場合も多い。

【0004】

これらの弱点を克服するため、アルミナセメントをベースとする主に無機質の系による組成物が開発された。アルミナセメントの主たる構成要素はモノカルシウムアルミネートであり、最終製品として長期間に渡って高水準の機械的性能を発揮するため、建築及び建設業界で広く用いられている。さらに、アルミナセメントは、塩基に耐性があり、ポルトランドセメントより速く最大強度に達し、硫酸塩溶液に耐えることができる。そのため、アルミナセメント系組成物は、化学的な留付けの分野で好適に用いられる。

【0005】

特に、パーツキット (kit-of-parts) と呼ばれることがある 2 成分モルタル系留付け材の多くは、鋳物質の面におけるアンカー手段の良好な化学的留め付けのための硬化過程を開始するため、使用前又は塗布中にその各成分がそれぞれ混合されるようになっている。1 つの成分が安定化されたセメント組成物に作用し、そしてもう 1 つの成分により凝固及び硬化が開始される。

【0006】

アルミナセメントの凝固及び硬化のための添加物は、先行技術より知られている。例えば、特許文献 1 には、アルミナセメントの凝固及び硬化特性を改善するためのアジュバント (adjuvant) 組成物が記載されている。

【0007】

特許文献 2 は、酸化リチウム、水溶性リチウム塩、ヒドロキシル化有機酸、又はその塩若しくはエステルを含む、アルミナセメント及びモルタルの凝固及び硬化特性を改善するためのアジュバント組成物を記載している。上述の流体は、製造中に直接アルミナセメント又はモルタル及びコンクリートに取り込むか、塗布中に混合水に加えてもよい。しかし、これらの短所は、活性剤組成物をすぐに使用可能な状態で十分な時間保管できないことに加え、所望の凝固時間及び硬化時間によっては使用前になってから新たに準備しなければならないことから、塗布前により多くの工程が必要となることである。

【0008】

鋳物質の面におけるアンカー手段の化学的留付けには、5 分未満の硬化といった迅速な硬化が必ずしも望ましいわけではない。さらに、ほとんどの既知の留付け材において、生成される組成物の実用的な用途の大半で流動性が欠如している。このような先行技術の組成物はしばしば、比較的短時間でひび割れが発生する傾向があるか、又は温度上昇の影響により所要の機械的性能を発揮しなくなる。さらに、これらの留付け材は、使用前に長期間保管することができない。

【0009】

そのため、アルミナセメント組成物の凝固及び硬化を開始するための長期的に安定化された水性開始剤組成物であって、環境、健康、安全性、取扱い、保存時間、及びモルタルの凝固と硬化の良好なバランスにおいて先行技術の系よりも優れたものが必要とされる。さらに、化学的留付け材の取扱い、特性、及び機械的性能に悪影響を与えずに鋳物質の面にアンカー手段を化学的に留付けるために多成分系留付け材で用いることができる長期的に安定化された水性開始剤組成物を提供することが望まれる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0010】

【特許文献 1】米国特許第 3 8 2 6 6 6 5 号明細書

【特許文献 2】独国特許第 2 3 1 1 2 3 9 号明細書

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

上記に鑑み、本発明の目的は、先行技術の組成物の短所を克服する長期的に安定化された水性開始剤組成物を提供することである。特に、取り扱いが容易で環境に優しく、すぐに使用可能な状態にある長期的に安定化された水性開始剤組成物であって、使用前に一定期間安定的に保管することができ、塗布時に凝固と硬化のバランスが良好に保たれ、高温状態でアンカー手段の化学的留付けを行う際にも留付け材の優れた機械的性能を発揮する、長期的に安定化された水性開始剤組成物を提供することを目的とする。

【0012】

さらに本発明の目的は、費用対効果に優れ、環境に優しく、使い易く、水性開始剤組成物の安定的かつ容易な塗布に繋がる、多成分系留付け材で使用が可能な、長期的に安定化された水性開始剤組成物を生成する方法を提供することである。

【0013】

加えて、本発明の目的は、鉱物質の面におけるアンカー手段の化学的留付けに使用できる接着系アンカーとして容易に用いることができる硬化性水相アルミナセメント成分の凝固及び硬化を活性化する方法を提供することである。

【0014】

さらに本発明の目的は、煉瓦、コンクリート、透水性コンクリート、又は自然石からできた構造物等の鉱物質の面におけるアンカー手段、好ましくは金属部材の化学的留付けのための多成分系留付け材、特に2成分系留付け材で使用することができる長期的に安定化された水性開始剤組成物を提供することである。

【0015】

これらの目的及び発明の詳細な説明から明らかになるそれ以外の目的は、独立項が記載する通りの本発明によって解決される。従属項は、本発明の態様に関する。

【課題を解決するための手段】

【0016】

本発明の1つの態様において、本発明は、室温及び高温で一定期間安定となる、アルミナセメント組成物の凝固及び硬化を開始するための、長期的に安定化された水性開始剤組成物を提供する。特に、長期的に安定化された水性開始剤組成物は、少なくとも1つのアルカリ及び/又はアルカリ土類金属塩を含む少なくとも1つの活性剤成分と、少なくとも1つの水溶性アルカリ及び/又はアルカリ土類金属塩を含む少なくとも1つの促進剤成分と、クエン酸、酒石酸、乳酸、サリチル酸、グルコン酸、及びこれらの混合物から成る群から選択される少なくとも1つの抑制剤 (retarder) と、石灰充填剤、鋼玉石、ドロマイト、耐アルカリガラス、碎石、砂利、小石、及びこれらの混合物から成る群から選択される少なくとも1つの鉱物充填剤と、少なくとも1つの増粘剤と、水とを含む。

【0017】

その他の態様において、本発明は、該長期的に安定化された水性開始剤組成物を生成する方法を提供する。

【0018】

さらにその他の態様において、本発明は、長期的に安定化された水性開始剤組成物を用いて、硬化性水相アルミナセメント成分の凝固及び硬化を活性化する方法を提供する。

【0019】

さらにその他の態様において、本発明は、煉瓦、コンクリート、透水性コンクリート、又は自然石からできた構造物等の鉱物質の面におけるアンカー手段、好ましくは金属部材の化学的留付けのための多成分系留付け材、特に2成分系留付け材で使用することができる、長期的に安定化された水性開始剤組成物を提供する。

【発明を実施するための形態】

【0020】

本発明では、以下の用語と定義が用いられる。

【0021】

本発明において、単数形である「a」及び「an」という用語は、内容から明確ではない限り、それぞれ複数の状況も網羅している。従って、「a」又は「an」という用語は、明確な記載がない限り、「1つ以上」又は「少なくとも1つ」を意味する用語である。

【0022】

本発明における「アルミナセメント」という用語は、主に水硬性カルシウムアルミネートから成るカルシウムアルミネートセメントを指す。代替の用語としては、「高アルミナセメント」又はフランス語の「Ciment fondu」がある。カルシウムアルミネートセメントの主な有効成分は、モノカルシウムアルミネート (セメント化学者が用いる記号では、 $\text{CaAl}_2\text{O}_4$ 、 $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ 、又はCA) である。

【0023】

本発明における「保存可能期間 (shelf life)」という用語は、成分が多少なりとも個体物の流体水性組成物の形態にあり、凝固や反応性の低下を引き起こさずに機械的手段によって水性組成物の状態に戻る期間を指す。

## 【0024】

本発明における「開始剤」という用語は、特定の化学反応を開始させる、化学環境を変化させる化合物又は組成物を指す。本発明において、開始剤はモルタル組成物のpH値を変化させ、よって最終混合物における水硬性結合材(hydraulic binder)が遮断(de-blocking)されない。

## 【0025】

本発明における「抑制剤(retarder)」という用語は、特定の化学反応を遅延させるために、化学環境を変化させる化合物又は組成物を指す。本発明において、抑制剤はモルタル組成物のカルシウムアルミネートセメントの水和能力を変化させ、よって最終混合物における水硬性結合作用を遅延させる。

10

## 【0026】

本発明において、「初期凝固時間」という用語は、成分Aと長期的に安定化された水性開始剤組成物の混合物が混合後に凝固を開始する時間を指す。混合後のある期間、混合物は個体物のペースト又は懸濁液として多少なりとも流体水性組成物の形態を保つ。

## 【0027】

本発明における「安定した」又は「安定化された」という用語は、保管中に水性開始剤組成物の粘度及びpH値が大きく変化せず、組成物が凝固又は硬化しないことを指す。

## 【0028】

本発明における「長期的に安定化された水性開始剤組成物」という用語は、2成分モルタル系留め付け材の成分Bを指す。

20

## 【0029】

本発明は、少なくとも1つのアルカリ及び/又はアルカリ土類金属塩を含む少なくとも1つの活性剤成分と、少なくとも1つの水溶性アルカリ及び/又はアルカリ土類金属塩を含む少なくとも1つの促進剤成分と、クエン酸、酒石酸、乳酸、サリチル酸、グルコン酸、及びこれらの混合物から成る群から選択される少なくとも1つの抑制剤と、石灰充填剤、鋼玉石、ドロマイト、耐アルカリガラス、碎石、砂利、小石、及びこれらの混合物から成る群から選択される少なくとも1つの鉱物充填剤と、少なくとも1つの増粘剤と、水を含む、長期的に安定化された水性開始剤組成物に関する。

## 【0030】

特に、活性剤成分は、水酸化物、塩化物、硫酸塩、リン酸塩、一水素リン酸塩、二水素リン酸塩、硝酸塩、炭酸塩、及びこれらの混合物から成る群から選択される少なくとも1つのアルカリ及び/又はアルカリ土類金属塩を含む。活性剤成分は、好ましくはアルカリ又はアルカリ土類金属塩、より好ましくは水酸化カルシウム、硫酸カルシウム、炭酸カルシウム、若しくはリン酸カルシウム等のカルシウム金属塩、水酸化ナトリウム、硫酸ナトリウム、炭酸ナトリウム若しくはリン酸ナトリウム等のナトリウム金属塩、又は水酸化リチウム、硫酸リチウム、炭酸リチウム、若しくはリン酸リチウム等のリチウム金属塩であって、最も好ましくは水酸化リチウムである。本発明の態様において、長期的に安定化された水性開始剤組成物で用いられる水酸化リチウムは、水酸化リチウムの10%水溶液である。

30

## 【0031】

本発明の長期的に安定化された水性開始剤組成物であって、以下で述べる長期的に安定化された水性開始剤組成物は、長期的に安定化された水性開始剤組成物の全重量に対して、少なくとも約0.01wt.-%、好ましくは少なくとも約0.02wt.-%、より好ましくは少なくとも約0.05wt.-%、最も好ましくは少なくとも約1.0wt.-%、約0.01wt.-%乃至約40wt.-%、好ましくは約0.02wt.-%乃至約35wt.-%、より好ましくは約0.05wt.-%乃至約30wt.-%、最も好ましくは約1.0wt.-%乃至約25wt.-%の該活性剤を含む。特に好ましい態様において、活性剤は水と、水酸化リチウムとを含む。長期的に安定化された水性開始剤組成物の水含有量は、長期的に安定化された水性開始剤組成物の全重量に対して、少なくとも約1wt.-%、好ましくは少なくとも約5wt.-%、より好ましくは少なくとも

40

50

約 10 wt. - %、最も好ましくは少なくとも約 20 wt. - %、約 1 wt. - %乃至約 60 wt. - %、好ましくは約 5 wt. - %乃至約 50 wt. - %、より好ましくは約 10 wt. - %乃至約 40 wt. - %、最も好ましくは約 15 wt. - %乃至約 30 wt. - %である。長期的に安定化された水性開始剤組成物の水酸化リチウム含有量は、長期的に安定化された水性開始剤組成物の全重量に対して、少なくとも約 0.1 wt. - %、好ましくは少なくとも約 0.5 wt. - %、より好ましくは少なくとも約 1.0 wt. - %、最も好ましくは少なくとも約 1.5 wt. - %、約 0.1 wt. - %乃至約 5 wt. - %、好ましくは約 0.5 wt. - %乃至約 4 wt. - %、より好ましくは約 1.0 wt. - %乃至約 3 wt. - %、最も好ましくは約 1.5 wt. - %乃至約 2.5 wt. - %である。本発明の態様において、長期的に安定化された水性開始剤組成物は、長期的に安定化された水性開始剤組成物の全重量に対して、約 2 wt. - %乃至約 20 wt. - %の水酸化リチウムの 10 % 水溶液を含む

10

**【0032】**

促進剤成分は、水酸化物、塩化物、硫酸塩、リン酸塩、一水素リン酸塩、二水素リン酸塩、硝酸塩、炭酸塩、及びこれらの混合物から成る群から選択される少なくとも1つのアルカリ及び/又はアルカリ土類金属塩を含む。促進剤成分は、好ましくはアルカリ又はアルカリ土類金属塩、さらに好ましくは水溶性のアルカリ又はアルカリ土類金属塩、より好ましくは水酸化カルシウム、硫酸カルシウム、炭酸カルシウム、塩化カルシウム、ギ酸カルシウム、若しくはリン酸カルシウム等のカルシウム金属塩、水酸化ナトリウム、硫酸ナトリウム、炭酸ナトリウム、塩化ナトリウム、ギ酸ナトリウム、若しくはリン酸ナトリウム等のナトリウム金属塩、又は水酸化リチウム、硫酸リチウム、硫酸リチウム一水和物、炭酸リチウム、塩化リチウム、ギ酸リチウム、若しくはリン酸リチウム等のリチウム金属塩であって、最も好ましくは硫酸リチウム又は硫酸リチウム一水和物である。長期的に安定化された水性開始剤組成物は、長期的に安定化された水性開始剤組成物の全重量に対して、少なくとも約 0.01 wt. - %、好ましくは少なくとも約 0.05 wt. - %、より好ましくは少なくとも約 0.1 wt. - %、最も好ましくは少なくとも約 1.0 wt. - %、約 0.01 wt. - %乃至約 25 wt. - %、好ましくは約 0.05 wt. - %乃至約 20 wt. - %、より好ましくは約 0.1 wt. - %乃至約 15 wt. - %、最も好ましくは約 1.0 wt. - %乃至約 10 wt. - %の該促進剤を含む。

20

**【0033】**

本発明の長期的に安定化された水性開始剤組成物の態様において、水酸化リチウムの 10 % 水溶液 / 硫酸リチウム又は硫酸リチウム一水和物の比は 7 / 1 又は 6 / 1 である。

30

**【0034】**

本発明の長期的に安定化された水性開始剤組成物に含まれる該少なくとも1つの抑制剤は、クエン酸、酒石酸、乳酸、サリチル酸、グルコン酸、及びこれらの混合物から成る群から選択されるが、クエン酸と酒石酸の混合物が好ましい。長期的に安定化された水性開始剤組成物は、長期的に安定化された水性開始剤組成物の全重量に対して、少なくとも約 0.1 wt. - %、好ましくは少なくとも約 0.2 wt. - %、より好ましくは少なくとも約 0.5 wt. - %、最も好ましくは少なくとも約 1.0 wt. - %、約 0.1 wt. - %乃至約 25 wt. - %、好ましくは約 0.2 wt. - %乃至約 15 wt. - %、より好ましくは約 0.5 wt. - %乃至約 15 wt. - %、最も好ましくは約 1.0 wt. - %乃至約 10 wt. - %の該抑制剤を含む。

40

**【0035】**

本発明の長期的に安定化された水性開始剤組成物の態様において、クエン酸 / 酒石酸の比は 1.6 / 1 である。

**【0036】**

初期の凝固時間を少なくとも5分とするための、十分な処理時間を確保するため、モルタル組成物の早期の硬化を防ぐ少なくとも1つの抑制剤は、開始剤成分とともに、特定の濃度で用いられる。

**【0037】**

50

本発明の長期的に安定化された水性開始剤組成物に含まれる該少なくとも1つの鉱物充填剤は、石灰充填剤、砂、碎石、砂利、小石、及びこれらの混合物から成る群から選択されるが、様々な炭酸カルシウム、鋼玉石、ドロマイト等の石灰充填剤が好ましい。長期的に安定化された水性開始剤組成物の該少なくとも1つの鉱物充填剤は、炭酸カルシウム又は炭酸カルシウムの混合物が好ましい。長期的に安定化された水性開始剤組成物は、長期的に安定化された水性開始剤組成物の全重量に対して、少なくとも約30wt.-%、好ましくは少なくとも約40wt.-%、より好ましくは少なくとも約50wt.-%、さらにより好ましくは少なくとも約60wt.-%、最も好ましくは少なくとも約70wt.-%、約30wt.-%乃至約95wt.-%、好ましくは約35wt.-%乃至約90wt.-%、より好ましくは約40wt.-%乃至約85wt.-%、さらにより好ましくは約45wt.-%乃至約80wt.-%、最も好ましくは約50wt.-%乃至約75wt.-%の少なくとも1つの鉱物充填剤を含む。該少なくとも1つの鉱物充填剤は、アルミナセメントの粒子サイズを補完する粒子サイズを持つように選択される。

10

**【0038】**

該少なくとも1つの鉱物充填剤の平均粒子サイズは最大500 $\mu$ mであることが好ましく、より好ましくは最大400 $\mu$ m、最も好ましくは最大350 $\mu$ mである。

**【0039】**

本発明の態様において、長期的に安定化された水性開始剤組成物に含まれる該少なくとも1つの鉱物充填剤は、3つの異なる炭酸カルシウム、具体的には複数種のおミアカルブ（登録商標）（オムヤインターナショナル社、ドイツ）等の炭酸カルシウム細骨材（fine）の混合物である。第1の炭酸カルシウムは約3.2 $\mu$ mの平均粒子サイズ（d50%）を有し、45 $\mu$ m篩上で残分0.05%（ISO787/7に基づいて決定）を有することが最も好ましい。第2の炭酸カルシウムは約7.3 $\mu$ mの平均粒子サイズ（d50%）を有し、140 $\mu$ m篩上で残分0.5%（ISO787/7に基づいて決定）を有する。第3の炭酸カルシウムは約83 $\mu$ mの平均粒子サイズ（d50%）を有し、315 $\mu$ m篩上で残分1.0%（ISO787/7に基づいて決定）を有する。本発明の長期的に安定化された水性開始剤組成物の態様において、第1の炭酸カルシウム/第2の炭酸カルシウム/第3の炭酸カルシウムの比は、1/1.5/2又は1/1.4/2.2である。

20

**【0040】**

本発明の態様において、本発明の長期的に安定化された水性開始剤組成物は以下の特性の何れか1つ又は組み合わせをさらに含む。

30

**【0041】**

長期的に安定化された水性開始剤組成物は、増粘剤をさらに含んでよい。本発明に用いられる増粘剤は、ベントナイト、二酸化ケイ素、石英、アルカリ可溶性又は膨潤性の乳化剤等のアクリレートをベースとする増粘剤、フュームシリカ、粘土、及びチタンキレート剤から成る群から選択してよい。特筆すべきは、ポリビニルアルコール（PVA）、疎水性変性アルカリ可溶性エマルジョン（HASE）、HEURとして知られる先行技術である疎水性変性エチレンオキサイドウレタンポリマー、ヒドロキシメチルセルロース（HMC）、ヒドロキシエチルセルロース（HEC）、疎水性変性ヒドロキシエチルセルロース（HMHEC）、カルボキシメチルセルロースナトリウム（SCMC）、カルボキシメチル2-ヒドロキシエチルセルロースナトリウム、2-ヒドロキシプロピルメチルセルロース、2-ヒドロキシエチルメチルセルロース、2-ヒドロキシプロピルメチルセルロース、2-ヒドロキシエチルエチルセルロース、2-ヒドロキシプロピルセルロース、アタバルジャイトクレ、及びこれらの混合物等のセルロース系増粘剤である。適した増粘剤は、オブティゲルWX（BYKケミー社、ドイツ）、レオレート1（エレメンティス社、ドイツ）、アクリゾールASE-60（ダウ・ケミカル社）等の市販の製品である。長期的に安定化された水性開始剤組成物は、長期的に安定化された水性開始剤組成物の全重量に対して、少なくとも約0.01wt.-%、好ましくは少なくとも約0.05wt.-%、より好ましくは少なくとも約0.1wt.-%、最も好ましくは少なくとも約0.3wt.-%、約0.01wt.-%乃至約15wt.-%、好ましくは約0.05wt.-%

40

50



乃至約 10 wt. - %、より好ましくは約 0.1 wt. - %乃至約 5 wt. - %、最も好ましくは約 0.3 wt. - %乃至約 1 wt. - %の該増粘剤を含む。

【0042】

抑制剤及び増粘剤が含まれていても、長期的に安定化された水性開始剤組成物の全体的な無機物的性質は変わらない。

【0043】

開始剤と抑制剤とを含む長期的に安定化された水性開始剤組成物は水相の状態で、スラリー又はペーストの形態であると好ましい。

【0044】

長期的に安定化された水性開始剤組成物の pH 値は 10 以上であることが好ましく、より好ましくは 11 以上、最も好ましくは 12 以上、特に pH 値の範囲は 10 乃至 14、好ましくは 11 乃至 13 である。

10

【0045】

本発明の好ましい態様において、成分 B は以下の成分を含むか、以下の成分から成る。

0.1 wt. - %乃至 4 wt. - %の水酸化リチウム、

0.1 wt. - %乃至 5 wt. - %の硫酸リチウム又は硫酸リチウム一水和物、

0.05 wt. - %乃至 5 wt. - %のクエン酸、

0.05 wt. - %乃至 4 wt. - %の酒石酸、

35 wt. - %乃至 45 wt. - %の第 1 の鉱物充填剤、

15 wt. - %乃至 25 wt. - %の第 2 の鉱物充填剤、

10 wt. - %乃至 20 wt. - %の第 3 の鉱物充填剤、

0.01 wt. - %乃至 0.5 wt. - %の増粘剤、

15 wt. - %乃至 25 wt. - %の水。

20

【0046】

本発明のもっとも好ましい態様において、成分 B は以下の成分を含むか、以下の成分から成る。

1.5 wt. - %乃至 2.5 wt. - %の水酸化リチウム、

1 wt. - %乃至 4 wt. - %の硫酸リチウム又は硫酸リチウム一水和物、

1 wt. - %乃至 3 wt. - %のクエン酸、

0.5 wt. - %乃至 2 wt. - %の酒石酸、

35 wt. - %乃至 45 wt. - %の第 1 の鉱物充填剤、

15 wt. - %乃至 25 wt. - %の第 2 の鉱物充填剤、

10 wt. - %乃至 20 wt. - %の第 3 の鉱物充填剤、

0.01 wt. - %乃至 0.5 wt. - %の増粘剤、

15 wt. - %乃至 25 wt. - %の水。

30

【0047】

本発明のもっとも好ましい代替の態様において、成分 B は以下の成分を含むか、以下の成分から成る。

3 wt. - %乃至 4 wt. - %の水酸化リチウム、

1 wt. - %乃至 10 wt. - %の硫酸リチウム又は硫酸リチウム一水和物、

1 wt. - %乃至 5 wt. - %のクエン酸、

1 wt. - %乃至 3 wt. - %の酒石酸、

25 wt. - %乃至 35 wt. - %の第 1 の鉱物充填剤、

15 wt. - %乃至 25 wt. - %の第 2 の鉱物充填剤、

10 wt. - %乃至 20 wt. - %の第 3 の鉱物充填剤、

0.01 wt. - %乃至 0.5 wt. - %の増粘剤、

30 wt. - %乃至 40 wt. - %の水。

40

【0048】

本発明の別のもっとも好ましい態様において、成分 B は以下の成分を含むか、以下の成分から成る。

50

0.2 wt. - % 乃至 1.5 wt. - % の水酸化リチウム、  
 0.1 wt. - % 乃至 1.0 wt. - % の硫酸リチウム又は硫酸リチウム－水和物、  
 0.1 wt. - % 乃至 1.0 wt. - % のクエン酸、  
 0.1 wt. - % 乃至 0.5 wt. - % の酒石酸、  
 3.5 wt. - % 乃至 4.5 wt. - % の第 1 の鉱物充填剤、  
 1.5 wt. - % 乃至 2.5 wt. - % の第 2 の鉱物充填剤、  
 1.0 wt. - % 乃至 2.0 wt. - % の第 3 の鉱物充填剤、  
 0.01 wt. - % 乃至 0.5 wt. - % の増粘剤、  
 1.5 wt. - % 乃至 2.5 wt. - % の水。

#### 【0049】

10

本発明の長期的に安定化された水性開始剤組成物は、以下の通り生成することができる。促進剤を活性剤の水溶液で溶解し、続いて抑制剤を加えて混合物を均質化する。攪拌速度を増加させると同時に、混合物が均質化するまで充填剤を段階的に加える。最後に、混合物が完全に均質化するまで増粘剤を加える。そのため、本発明の長期的に安定化された水性開始剤組成物を生成する方法には、以下の工程が含まれる。

- i) 混合層に水を入れる工程、
- ii) 攪拌中に該少なくとも 1 つの活性剤成分及び該少なくとも 1 つの促進剤成分を任意に溶解及び追加する工程、
- iii) この混合物に該少なくとも 1 つの抑制剤を任意に溶解及び追加する工程、
- iv) 攪拌速度の増加中に該少なくとも 1 つの鉱物充填剤を段階的に加える工程、
- v) 増粘剤を加える工程、
- vi) 完全に均質化するまで攪拌を継続する工程。

20

#### 【0050】

長期的に安定化された水性開始剤組成物は、常温及び 40℃ で水分が蒸発しないように密閉された容器に保管され、1 週間、4 週間、3 カ月、6 カ月等、一定期間経過後には、流動性、均質性（沈降の指標）、及び pH 値の変化を確認した。全ての成分の特性に 6 か月経過後も変化がなかった。40℃ 以下の常温、具体的には温度範囲約 20℃ 乃至 40℃ において、保存可能期間（shelf life）は少なくとも 1 週間、好ましくは少なくとも 4 週間、より好ましくは少なくとも 3 カ月、最も好ましくは少なくとも 6 か月である。

#### 【0051】

30

長期的に安定化された水性開始剤組成物は、硬化性水相アルミナセメント成分の凝固及び硬化を活性化する方法において用いることができる。

#### 【0052】

本発明の方法は、以下の工程を備える。

- i) 上述の長期的に安定化された水性開始剤組成物を水相アルミナセメント成分に加える工程、
- ii) これらを混合する工程。

#### 【0053】

長期的に安定化された水性開始剤組成物を加えることができるセメント成分は、水相アルミナセメント（CA）又は水相スルホアルミン酸カルシウムセメント（CAS）をベースとする。使用可能なカルシウムアルミネートセメントは、迅速な凝固及び硬化、硫酸カルシウムと混合した際の迅速な乾燥及び収縮補償、並びに優れた耐腐食性及び耐収縮性を特徴とする。このような使用に適したカルシウムアルミネートセメントとしては、例えばターナルホワイト（登録商標）（ケルネオス社、フランス）がある。

40

#### 【0054】

特にセメント成分は、セメント成分の全重量に対して、少なくとも約 40 wt. - %、好ましくは少なくとも約 50 wt. - %、より好ましくは少なくとも約 60 wt. - %、最も好ましくは少なくとも約 70 wt. - %、約 40 wt. - % 乃至約 95 wt. - %、好ましくは約 50 wt. - % 乃至約 85 wt. - %、より好ましくは約 60 wt. - % 乃至約 80 wt. - %、最も好ましくは約 70 wt. - % 乃至約 75 wt. - % のアルミ

50

ナセメントを含んでよい。

【0055】

それに代えて、セメント成分は、成分Aの全重量に対して、少なくとも約20wt.-%、好ましくは少なくとも約30wt.-%、より好ましくは少なくとも約40wt.-%、最も好ましくは少なくとも約50wt.-%、約20wt.-%乃至約80wt.-%、好ましくは約30wt.-%乃至約70wt.-%、より好ましくは約35wt.-%乃至約60wt.-%、最も好ましくは約40wt.-%乃至約55wt.-%のアルミナセメントを含み、またセメント成分の全重量に対して、少なくとも約5wt.-%、好ましくは少なくとも約10wt.-%、より好ましくは少なくとも約15wt.-%、最も好ましくは少なくとも約20wt.-%、約1wt.-%乃至約50wt.-%、好ましくは約5wt.-%乃至約40wt.-%、より好ましくは約10wt.-%乃至約30wt.-%、最も好ましくは約15wt.-%乃至約25wt.-%の硫酸カルシウム、好ましくは硫酸カルシウム半水化物を含んでよい。該セメント成分のCaSO<sub>4</sub>/CAC比は35:65以下とすべきである。

10

【0056】

セメント成分は、ホウ酸、カルボン酸、リン酸、メタリン酸、亜リン酸、ホスホン酸、及びこれらの塩から成る群から選択される遮断剤(blocking agent)により遮断できることが好ましい。アルミナセメント及び/又はスルホアルミン酸カルシウムセメントの水硬性結合材の総重量に対する含有量は、50%、60%、70%、80%、90%、95%、99%以上又は100%である。

20

【0057】

セメント成分は、以下の特性の何れか1つ又は組み合わせをさらに含んでよい。セメント成分に含めることができる可塑剤は、低分子(LMW)ポリアクリル酸系ポリマー、ポリホスホネートポリオックス及びポリカーボネートポリオックス群からの流動化剤、ポリカルボキシレートエーテル群からのエタクリル流動化剤、及びこれらの混合物から成る群から選択することができ、例えば、エタクリル(登録商標)G(コーテックス社、アルケマグループ、フランス)、アキューマ(登録商標)1051(ローム・アンド・ハース社、イギリス)、又はシーカ(登録商標)ピスコクリート(登録商標)-20HE(シーカ社、ドイツ)といった可塑剤である。適した可塑剤は市販されている。

30

【0058】

セメント成分は、増粘剤をさらに含んでよい。使用が可能な増粘剤は、キサンタンガム、ウェランガム、又はDIUTAN(登録商標)ガム(シーピー・ケルコ社、アメリカ)等の有機物、澱粉由来エーテル、グアー由来エーテル、ポリアクリルアミド、カラギーナン、寒天、粘土等の鉱物、及びこれらの混合物から成る群から選択してよい。適した増粘剤は市販されている。

【0059】

セメント成分は、抗菌剤又は殺菌剤をさらに含んでよい。使用が可能な抗菌剤又は殺菌剤は、メチルイソチアゾリノン(MIT)、オクチルイソチアゾリノン(OIT)、ベンゾイソチアゾリノン(BIT)、及びこれらの混合物等のイソチアゾリノン群の化合物から成る群から選択してよい。適した抗菌剤又は殺菌剤は市販されている。エコサイドK35R(プロギブン社、フランス)及びニュオセプトOB03(アッシュランド社、オランダ)が例として挙げられる。

40

【0060】

セメント成分は、代替的に少なくとも1つの充填剤、特に有機充填剤又は鉱物充填剤を含んでよい。充填剤は、石英粉末、好ましくは平均粒子サイズ(d<sub>50</sub>%)が約16µmの石英粉末、石英砂、粘土、飛灰、フュームシリカ、カーボネート化合物、顔料、酸化チタン、軽充填剤(light filler)、及びこれらの混合物から成る群から選択してよい。適した鉱物充填剤は市販されている。石英粉末ミリシルW12又はW6(クオーツヴェルケ社、ドイツ)が例として挙げられる。

【0061】

50

セメント成分に含まれる水分は、セメント成分の全重量に対して、少なくとも約 1 w t . - %、好ましくは少なくとも約 5 w t . - %、より好ましくは少なくとも約 1 0 w t . - %、最も好ましくは少なくとも約 2 0 w t . - %、約 1 w t . - %乃至約 5 0 w t . - %、好ましくは約 5 w t . - %乃至約 4 0 w t . - %、より好ましくは約 1 0 w t . - %乃至約 3 0 w t . - %、最も好ましくは約 1 5 w t . - %乃至約 2 5 w t . - %でもよい。

【 0 0 6 2 】

可塑剤、増粘剤、及び抗菌剤又は殺菌剤が含まれていても、セメント成分の全体的な無機質の性質は変わらない。

【 0 0 6 3 】

アルミナセメント又はスルホアルミン酸カルシウムセメントを含み、長期的に安定化された水性開始剤組成物を加えることができるセメント成分は、水相の状態が好ましく、スラリー又はペーストの形態であるともっとも好ましい。

【 0 0 6 4 】

本発明の長期的に安定化された水性開始剤組成物は、硬化性水相アルミナセメント成分を備えたモルタル系留付け材に用いられる。特に、長期的に安定化された水性開始剤組成物は、硬化性水相アルミナセメント成分を含む 2 成分モルタル系留付け材において第 1 の成分として用いられる。好ましくは、本発明の長期的に安定化された水性開始剤組成物の使用により、初期凝固時間が少なくとも 5 分の 2 成分モルタル系留付け材が生成される。

【 0 0 6 5 】

特に、本発明の長期的に安定化された水性開始剤組成物は、鋳物質の面におけるアンカー手段の化学的留付けに用いる硬化性水相アルミナセメント成分の凝固及び硬化の活性化に使用する。アンカー手段は、アンカーロッド、ねじ付きアンカーロッド、ボルト、又は鉄筋であることが好ましい。アンカー手段が化学的に留付けられる鋳物質の面は、煉瓦、コンクリート、透水性コンクリート、又は自然石からできた構造物である。

【 0 0 6 6 】

以下の実施例では、本発明の技術的範囲を限定することなく本発明を説明する。

【実施例】

【 0 0 6 7 】

1 . 長期的に安定化された水性開始剤組成物の生成

【 0 0 6 8 】

長期的に安定化された水性開始剤組成物（比較例 B 1 及び B 2、本発明の実施例 B 3 及び B 4）は最初に表 1 に記載の構成要素の混合により最初に生成される。与えられる比率は、w t . - %で表す。

【 0 0 6 9 】

長期的に安定化された水性開始剤組成物の混合の一般的要領は、以下の通り。硫酸リチウムを水酸化リチウムの 1 0 % 水溶液に溶解し、引き続きカルボン酸をこの混合液で溶解し、少なくとも 3 0 分間 5 0 0 r p m で十分に均質化する。5 分間で攪拌速度を 2 0 0 0 r p m に増加させる間に充填剤又は充填剤混合物を段階的に加え、1 0 分間 2 0 0 0 r p m で継続的に均質化する。最後に攪拌中に増粘剤を加え、3 分間で攪拌速度を 2 5 0 0 r p m に増加させる。最後に、5 分間均質化を継続する。

【 0 0 7 0 】

10

20

30

40

## 【表 1】

表 1: 長期的に安定化された水性開始剤組成物の組成

		比較例		本発明の実施例	
化合物	機能	B1	B2	B3	B4
LiOH 10% (水)	活性剤	20.14	19.60	19.59	33.54
Li <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	促進剤	2.37	2.66	2.66	4.57
クエン酸	抑制剤	-	1.64	1.64	2.81
酒石酸	抑制剤	-	1.02	1.02	1.75
充填剤 1	充填剤	36.77 <sup>1</sup>	44.93 <sup>4</sup>	35.78 <sup>1</sup>	27.22 <sup>1</sup>
充填剤 2	充填剤	23.26 <sup>2</sup>	19.47 <sup>5</sup>	22.53 <sup>2</sup>	17.14 <sup>2</sup>
充填剤 3	充填剤	17.00 <sup>3</sup>	10.48 <sup>6</sup>	16.54 <sup>3</sup>	12.58 <sup>3</sup>
オブティゲル WX	増粘剤	0.20	0.20	0.20	0.35

ドイツのベルンクラフト社が販売する LiOH 10% 水酸化リチウム (水)

ドイツのシグマアルドリッチケミー社が販売する Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (硫酸リチウム)

ドイツのシグマアルドリッチケミー社が販売するクエン酸

ドイツのシグマアルドリッチケミー社が販売する酒石酸

<sup>1</sup>ドイツのオムヤインターナショナル社が販売するオミアカルブ 130-AI

<sup>2</sup>ドイツのオムヤインターナショナル社が販売するオミアカルブ 15-H AI

<sup>3</sup>ドイツのオムヤインターナショナル社が販売するオミアカルブ 2-AI

<sup>4</sup>ドイツのクオーツヴェルケ社が販売するクオーツサンド F32

<sup>5</sup>ドイツのクオーツヴェルケ社が販売するミリシル W6

<sup>6</sup>ドイツのクオーツヴェルケ社が販売するミリシル W12

ドイツのロックウッドクレイアディティブス社が販売するオブティゲル WX

## 【0071】

2. 長期的に安定化された水性開始剤組成物の安定性のモニタリング

## 【0072】

長期的に安定化された水性開始剤組成物である比較例 B 1 及び B 2 並びに本発明の実施例 B 3 及び B 4 は、常温及び 40 で水分が蒸発しないように密閉された容器に保管され、1 週間、4 週間、3 カ月、6 カ月等、一定期間経過後には、流動性、均質性、及び pH 値の変化を確認する。開始能力の試験も行われた。

## 【0073】

pH 値の測定は、水性組成物の安定度、具体的には懸濁度のモニタリングに適した方法である。pH 値が大きく変化する場合は、長期的に安定化された水性開始剤組成物が不安定であると考えられる。

## 【0074】

均質性の評価は、水性組成物の安定度、具体的には懸濁度のモニタリングに適した方法である。硬化と沈降が始まった場合は、長期的に安定化された水性開始剤組成物が不安定と考えられる。均質性の評価は、沈降の指標として用いられる。

## 【0075】

本発明の水性開始剤組成物 B 3 及び B 4 の特性、特にその全ての成分が 6 カ月経過後も影響を受けていないため、保存可能期間は常温及び 40 で少なくとも 6 カ月である。pH 値は 12 以上であった。開始能力は、新たに生成した成分 B 3 及び成分 B 4 と同等であった。

## 【0076】

しかし、比較例である水性開始剤組成物 B 1 及び B 2 の特性、特に B 2 の特性を含めて

、その全ての成分の特性は１週間後にはすでに変化していた。比較例の水相開始剤組成物 B 2 の硬化及び沈降は、常温及び 40 で始まり、十分な時間保管することも、モルタル用途に有用ともならない不安定な組成物である。

【 0 0 7 7 】

３．硬化性水相アルミナセメント成分の開始

【 0 0 7 8 】

本発明の長期的に安定化された水性開始剤組成物の開始能力は、長期的に安定化された水性開始剤組成物 B 1 乃至 B 4 を水相アルミナセメント成分（表 2 の組成物 A 1 乃至 A 3 ）に加える工程と、これらを混合する工程とを含む硬化性水相アルミナセメント成分の凝固及び硬化の活性化により評価した。

【 0 0 7 9 】

表 2 で特定する構成要素を混合することによって、水相アルミナセメント成分（ A 1 乃至 A 3 ）が最初に生成される。与えられる比率は、w t . - % で表す。

【 0 0 8 0 】

水相アルミナセメント成分の混合の一般的要領は、以下の通り。必要な水量を重み付けし、ミキシングボールに水を入れる。p H 値が約 2 になるまで攪拌下でリン酸をゆっくりと加え、可塑剤を加えて 1 0 0 r p m 乃至 2 0 0 r p m で 2 分間均質化する。ターナルホワイト（登録商標）と充填剤を大きなバケツで予備混合し、塊化を防ぐために 2 0 0 r p m でゆっくりと攪拌する間にこの混合物を段階的に加え、攪拌速度を 4 0 0 0 r p m に増加させる。得られる p H 値は約 4 。増粘剤をゆっくりと加え、最後には抗菌剤又は殺菌剤を加え、5 分間 5 0 0 0 r p m で均質化を行う。

【 0 0 8 1 】

【表 2】

表 2: 水相アルミナセメント成分の組成

		実施例		
化合物	機能	A1	A2	A3
脱イオン水		19.78	19.98	20.00
リン酸 85%	遮断剤	0.90	0.91	0.9
ターナルホワイト	アルミナセメント	70.00	77.80	40.50
CaSO <sub>4</sub> ヘミハイドレート	エトリンジヤイト フォーム	-	-	17.3
ミリシル W12	充填剤	8.00	-	20.00
アキューマ™ 1051	可塑剤	1.00	1.01	1.00
キサンタンガム	増粘剤	0.30	0.30	0.30
ニュオセプト OB 03	殺菌剤	0.02	0.02	0.02

ドイツのシグマアルドリッチケミー社が販売する 85 % のリン酸

フランスのケルネオス社が販売するターナルホワイト（登録商標）

フランスのラファルジュプラトル社が販売する CaSO<sub>4</sub>ヘミハイドレート、プレスティアセレクト

ドイツのクオーツヴェルケ・フレヒェン社が販売するミリシル W 1 2

イギリスのローム・アンド・ハース社が販売するアキューマ（登録商標） 1 0 5 1

ドイツのコールテック社が販売するキサンタンガム

オランダのアッシュランドネーデルラント社が販売するニュオセプト OB 0 3

10

20

30

40

50

## 【 0 0 8 2 】

別々に生成後、水相アルミナセメント成分及び長期的に安定化された水性開始剤組成物を高速混合器で体積比 3 : 1 により混合し、生成されたモルタル系の初期凝固時間を超音波で計測した。

## 【 0 0 8 3 】

本発明の水性開始剤組成物 B 3 及び B 4 を水相アルミナセメント成分 A 1 乃至 A 3 にそれぞれ加えると、初期凝固時間が少なくとも 5 分、特に 5 分乃至 2 5 分の範囲のモルタル系留付け材が生成される。

## 【 0 0 8 4 】

しかし、比較例の水性開始剤組成物 B 1 を水相アルミナセメント成分 A 1 乃至 A 3 にそれぞれ加えると、モルタル系留付け材の初期凝固時間が少なくとも 1 分以下となり、化学的留付けの用途には不向きであることが判明した。開始と凝固が早すぎる段階で発生した。比較例の水性開始剤組成物 B 2 は 1 週間の保管後にすでに硬化及び沈降していたため、B 2 を水相アルミナセメント成分 A 1 乃至 A 3 にそれぞれ加えることはできなかった。

10

## 【 0 0 8 5 】

4 . 機械的性能の判定

## 【 0 0 8 6 】

別々に生成後、水相アルミナセメント成分及び長期的に安定化された水性開始剤組成物を高速混合器で体積比 3 : 1 により混合し、C 2 0 / 2 5 コンクリートに形成された直径が 1 4 mm 又は 1 6 mm の掘削孔に注入する。掘削孔は、ハンマードリル又はダイヤモンドコアリングにより形成された。

20

## 【 0 0 8 7 】

硬化されたモルタル組成物の荷重値は、状態が異なる C 2 0 / 2 5 コンクリートにおいて、定着深が 7 2 mm 又は 6 0 mm の M 1 2 ねじ付きアンカーロッドを直径が 1 4 mm 又は 1 6 mm の掘削孔に挿入することにより判定される ( 表 3 ) 。

## 【 0 0 8 8 】

【表 3】

表 3: コンクリート C20/25 の状態の試験

サンプル 番号	コンクリートの状態	mmで示す掘削孔 の直径
1	乾燥状態のコンクリート、ごみは完全に除去、室温	14, ハンマードリルでの掘削
2	水分が飽和状態のコンクリート、ごみは50% 除去、室温	14, ハンマードリルでの掘削
3	乾燥状態のコンクリート、ごみは50% 除去、室温	14, ハンマードリルでの掘削
4	水分が飽和状態のコンクリート、ごみは完全に除去、室温	14, ハンマードリルでの掘削
5	乾燥状態のコンクリート、ごみは完全に除去、室温	16, ハンマードリルでの掘削
6	乾燥状態のコンクリート、ごみは完全に除去、-5°Cで設置、硬化、引き抜き	14, ハンマードリルでの掘削
7	乾燥状態のコンクリート、ごみは完全に除去、5°Cで設置、硬化、引き抜き	14, ハンマードリルでの掘削
8	乾燥状態のコンクリート、ごみは完全に除去、40°Cで設置、硬化、引き抜き	14, ハンマードリルでの掘削
9	乾燥状態のコンクリート、ごみは完全に除去、24時間後に80°Cまで加熱、24時間後に80°Cで引き抜き	14, ハンマードリルでの掘削
10	乾燥状態のコンクリート、ごみは完全に除去、24時間後に120°Cまで加熱、24時間後に120°Cで引き抜き	14, ハンマードリルでの掘削
11	乾燥状態のコンクリート、ごみは完全に除去、3日後に250°Cまで加熱、3日後に250°Cで引き抜き	埋設深 60 mm の短い鉄筋
12	湿潤状態の掘削孔、室温、完全に清掃された掘削孔	14, 水洗によるダイヤモンドコアリング
13	湿潤状態の掘削孔、室温、清掃が半ば完了した掘削孔	14, 水洗によるダイヤモンドコアリング
14	乾燥状態のコンクリート、ごみは完全に除去、室温	埋設深 60 mm の短い鉄筋

## 【 0 0 8 9 】

平均破壊荷重は、高強度の鉄棒に強力に支持されたねじ付きアンカーロッドを水圧工具で中心から引き抜くことにより判定される。それぞれの状況で、3つのねじ付きアンカーロッドは固定されており、それらの荷重値は24時間の硬化後に平均値として判定される。終局破壊荷重は、接着力として計算され、表4に単位  $\text{N/mm}^2$  で示されている。

## 【 0 0 9 0 】



【表 4】

表 4: 単位  $\text{N/mm}^2$  で表す接着力

	比較例			本発明の実施例		
番号	1	2	3	4	5	6
サンプル 番号	A2 + B1	A2 + B2	A1 + B2	A1 + B3	A2 + B3	A3 + B4
1	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	14.6	14.6	11.2
2	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	12.3	13.7	16.5
3	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	13.1	13.5	10.4
4	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	13.1	13.7	16.4
5	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	n.d.	11.2	9.0
6	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	n.d.	9.7	4.4
7	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	n.d.	13.1	12.0
8	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	n.d.	14.0	13.8
9	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	n.d.	21.3	20.2
10	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	n.d.	21.6	21.4
11	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	9.5	9.7	n.d.
12	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	n.d.	11.9	13.7
13	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	n.d.	10.0	16.3
14	c.n.b.d.	c.n.b.d.	c.n.b.d.	8.9	8.9	7.0

c.n.b.d. = 判定不能

## 【0091】

表 4 に見られる通り、本発明の全ての系は硬化から 24 時経過後も接着力が大きく、特に高温での機械的性能が高い。有機酸又は砂をベースとする鉱物充填剤を含まない比較例の留付け材は、初期凝固時間が 5 分未満又は硬化及び沈降が早すぎる他、取扱時間が不足していたため、どの掘削孔に注入することも、金属要素を定着させることも可能ではなかった。さらに、有機樹脂をベースとする注入モルタルと比較すると、注入モルタルは高温下では接着力は高いが、許容範囲を超えるほどの大きな荷重値の減少が発生し、有機系留付け材では 250 でゼロに近づくこともあるが、本発明の実施例では接着力が増加した。さらに、エトリンジャイト (ettringite) 系のスラリーは、水を含む場合及びダイヤモンド掘削孔で特に高い性能を発揮する。

## 【0092】

本発明の水性開始剤組成物は長い寿命すなわち保存可能期間を有することが示された。ということは、常温又は高温で 2 週間から数カ月、具体的には少なくとも 1 週間、好ましくは少なくとも 4 週間、より好ましくは少なくとも 3 カ月、最も好ましくは少なくとも 6 カ月、40 までの常温、具体的には約 20 乃至約 40 の範囲で、水性開始剤組成物を保管でき、貯蔵や配送の遅れから保護する。本発明の水性開始剤組成物はスラリーの状

態を保ち、特に運搬中に偏析しないため、設置が確実に行われる。さらに、組成物は毒性及び生態毒性がほとんどない。

【 0 0 9 3 】

硬化性水相アルミナセメント成分が本発明の水性開始剤組成物により開始されると、実現する硬化速度と機械的強度は有機系留付け材と同程度である一方、その本質的な鉱物組成により害はるかに少なく、ほとんど環境汚染を引き起こさないうえ、先行技術に基づく既知の留付け材よりも費用対効果に優れた生産が可能である。

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	
<b>C 0 4 B</b>	<b>20/00</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>C 0 4 B</b> 20/00 B
<b>C 0 4 B</b>	<b>28/06</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>C 0 4 B</b> 28/06
<b>B 2 8 C</b>	<b>7/04</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>B 2 8 C</b> 7/04

(72)発明者 パスカル ペロル  
ドイツ連邦共和国 8 6 8 9 9 ランツベルグ アム レッヒ アーホルンアレー 1 1 3

審査官 小野 久子

(56)参考文献 欧州特許出願公開第 0 2 6 7 9 5 6 0 ( E P , A 2 )  
米国特許出願公開第 2 0 1 0 / 0 1 7 5 5 8 9 ( U S , A 1 )  
特開昭 6 3 - 0 8 9 4 4 0 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)  
C 0 4 B 2 / 0 0 - 3 2 / 0 2  
C 0 4 B 4 0 / 0 0 - 4 0 / 0 6  
B 2 8 C 7 / 0 4