



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0069010  
(43) 공개일자 2018년06월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
**C04B 40/00** (2006.01) **C04B 14/28** (2006.01)  
**C04B 22/06** (2006.01) **C04B 22/14** (2006.01)  
**C04B 24/04** (2006.01) **C04B 28/06** (2006.01)  
**C04B 40/06** (2006.01) **C04B 103/00** (2006.01)  
**C04B 103/10** (2006.01) **C04B 103/20** (2006.01)  
**C04B 111/00** (2006.01)

(52) CPC특허분류  
**C04B 40/0039** (2013.01)  
**C04B 14/28** (2013.01)

(21) 출원번호 10-2018-7013315

(22) 출원일자(국제) 2016년10월19일  
심사청구일자 없음

(85) 번역문제출일자 2018년05월10일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2016/075027

(87) 국제공개번호 WO 2017/067954  
국제공개일자 2017년04월27일

(30) 우선권주장  
15190508.0 2015년10월20일  
유럽특허청(EPO)(EP)

전체 청구항 수 : 총 18 항

(54) 발명의 명칭 알루미나 시멘트 조성물의 용결 및 경화를 개시하기 위한 안정화된 수성 조성물

### (57) 요 약

본 발명은 적어도 하나의 알칼리 및/또는 알칼라인 금속염을 포함하는 적어도 하나의 활성제 성분, 적어도 하나의 수용성 알칼리 및/또는 알칼라인 금속염을 포함하는 적어도 하나의 촉진제 성분, 시트르산, 타르타르산, 락트산, 살리실산, 글루콘산 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 지연제, 석회석 충전제, 커런덤, 들로마이트, 알칼리 내성 유리, 부순돌, 자갈, 조약돌 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 무기물 충전제, 적어도 하나의 중점제, 및 물을 포함하는, 알루미나 시멘트 조성물의 용결 및 경화를 개시하기 위한 장기 안정화된 수성 개시제 조성물; 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 제조 방법 및 무기물 표면에서 앵커링 수단의 화학적 고착을 위한 시스템에서 상기 조성물의 용도에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

*C04B 22/062* (2013.01)  
*C04B 22/147* (2013.01)  
*C04B 24/04* (2013.01)  
*C04B 28/06* (2013.01)  
*C04B 40/065* (2013.01)  
*C04B 2103/0008* (2013.01)  
*C04B 2103/10* (2013.01)  
*C04B 2103/20* (2013.01)  
*C04B 2111/00715* (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

적어도 하나의 알칼리 금속염 및/또는 알칼리 토금속염을 포함하는 적어도 하나의 활성제 성분,

적어도 하나의 수용성 알칼리 금속염 및/또는 알칼리 토금속염을 포함하는 적어도 하나의 촉진제 성분,

시트르산, 타르타르산, 락트산, 살리실산, 글루콘산 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 지연제,

석회석 충전제, 커런덤, 돌로마이트, 알칼리 내성 유리, 부순돌, 자갈, 조약돌 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 무기물 충전제,

적어도 하나의 증점제, 및

물

을 포함하는 장기 안정화된 수성 개시제 조성물.

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 적어도 하나의 활성제 성분 및 적어도 하나의 촉진제 성분이 리튬 금속염의 혼합물을 포함하는 것인 장기 안정화된 수성 개시제 조성물.

#### 청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 적어도 하나의 지연제가 시트르산, 타르타르산 또는 이들의 혼합물인 장기 안정화된 수성 개시제 조성물.

#### 청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 적어도 하나의 무기물 충전제가  $500 \mu\text{m}$  이하의 평균 입자 크기를 갖는 것인 장기 안정화된 수성 개시제 조성물.

#### 청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 적어도 하나의 무기물 충전제가 석회석 충전제 또는 석회석 충전제의 혼합물인 장기 안정화된 수성 개시제 조성물.

#### 청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 적어도 6개월의 저장 수명을 갖는 장기 안정화된 수성 개시제 조성물.

#### 청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 슬러리 또는 페이스트의 형태인 장기 안정화된 수성 개시제 조성물.

#### 청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, pH 값이 10을 초과하는 장기 안정화된 수성 개시제 조성물.

#### 청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서,

0.1 중량% 내지 4 중량%의 수산화리튬,

0.1 중량% 내지 5 중량%의 황산리튬 또는 황산리튬 일수화물,

0.05 중량% 내지 5 중량%의 시트르산,  
 0.05 중량% 내지 4 중량%의 타르타르산,  
 35 중량% 내지 45 중량%의 제1 무기물 충전제,  
 15 중량% 내지 25 중량%의 제2 무기물 충전제,  
 10 중량% 내지 20 중량%의 제3 무기물 충전제,  
 0.01 중량% 내지 0.5 중량%의 증점제, 및  
 15 중량% 내지 25 중량%의 물  
 을 포함하는 장기 안정화된 수성 개시제 조성물.

#### 청구항 10

제9항에 있어서, 제1 무기물 충전제, 제2 무기물 충전제 및 제3 무기물 충전제가 탄산칼슘 미분인 장기 안정화된 수성 개시제 조성물.

#### 청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 따른 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 제조하는 방법으로서,

- i) 물을 혼합 탱크에 도입하는 단계,
- ii) 교반하에 적어도 하나의 활성제 성분 및 적어도 하나의 촉진제 성분을 임의로 용해시키고 첨가하는 단계,
- iii) 이 혼합물에 적어도 하나의 지연제를 임의로 용해시키고 첨가하는 단계,
- iv) 교반 속도를 증가시키면서 적어도 하나의 무기물 충전제를 단계적으로 첨가하는 단계,
- v) 증점제를 첨가하는 단계, 및
- vi) 완전히 균질화될 때까지 교반을 지속하는 단계

를 포함하는, 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 제조하는 방법.

#### 청구항 12

경화성 수상 알루미나 시멘트 성분의 응결 및 경화를 활성화하는 방법으로서,

- i) 제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 따른 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 상기 수상 알루미나 시멘트 성분에 첨가하는 단계, 및
- ii) 이를 혼합하는 단계

를 포함하는, 경화성 수상 알루미나 시멘트 성분의 응결 및 경화를 활성화하는 방법.

#### 청구항 13

경화성 수상 알루미나 시멘트 성분을 포함하는 모르타르 시스템에서 제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 따른 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 용도.

#### 청구항 14

경화성 수상 알루미나 시멘트 성분을 포함하는 2-성분 모르타르 시스템에서 제1 성분으로서 제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 따른 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 용도.

#### 청구항 15

제14항에 있어서, 2-성분 모르타르 시스템이 적어도 5분의 초결 시간(initial set time)을 갖는 것인 용도.

#### 청구항 16

무기물 표면에서 앵커링 수단의 화학적 고착을 위해 사용되는 경화성 수상 알루미나 시멘트 성분의 응결 및 경

화를 활성화하기 위한 제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 따른 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 용도.

### 청구항 17

제16항에 있어서, 앵커링 수단이 앵커 로드, 나사형 앵커 로드, 볼트 또는 보강 철근인 용도.

### 청구항 18

제16항 또는 제17항에 있어서, 무기물 표면이 벽돌, 콘크리트, 투수성 콘크리트 또는 천연석으로 만든 구조물인 용도.

## 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 본 발명은 알루미나 시멘트 조성물의 응결 및 경화를 개시하기 위한 장기 안정화된 수성 개시제 조성물에 관한 것이다. 특히, 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 적어도 하나의 알칼리 및/또는 알칼라인 금속염을 포함하는 적어도 하나의 활성제 성분, 적어도 하나의 수용성 알칼리 및/또는 알칼라인 금속염을 포함하는 적어도 하나의 촉진제 성분, 시트르산, 타르타르산, 락트산, 살리실산, 글루콘산 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 자연제, 석회석 충전제, 커런덤, 돌로마이트, 알칼리 내성 유리, 부순돌, 자갈, 조약돌 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 무기물 충전제, 적어도 하나의 증점제, 및 물을 포함한다. 또한, 본 발명은 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 제조 방법, 및 무기물 표면, 예컨대 벽돌, 콘크리트, 투수성 콘크리트 또는 천연석으로 만든 구조물에서 앵커링 수단, 바람직하게는 금속 요소의 화학적 고착을 위한 시스템에서 상기 조성물의 용도에 관한 것이다.

## 배경기술

[0002] 수성 조성물, 특히 수성 혼탁액은 침전을 위해 충분히 큰 고형 입자를 함유하는 이종 혼합물이며 다소의 유체 또는 페이스트의 형태로 존재한다. 이러한 혼탁액의 이점은, 건축 화학의 임의의 응용 분야에서, 예컨대 벽돌, 콘크리트, 투수성 콘크리트 또는 천연석으로 만든 구조물과 같은 무기물 표면에서 앵커링 수단, 바람직하게는 금속 요소, 예컨대 앵커 로드, 특히 나사형 로드, 볼트, 보강 철근 등을 보어홀과 같은 리세스 내에 화학적으로 고착시키는데 직접 사용될 즉시 사용 가능한 용액을 형성하는데 있다.

[0003] 예를 들면, 빠른 경화가 원해지는 경우 자유 라디칼 중합성 수지를 기초로 하는 유기(물) 시스템이 사용된다. 그러나, 이러한 시스템은 일반적으로 오염, 고가, 환경과 이를 취급하는 사람에게 잠재적으로 위험 및/또는 독성인 것으로 알려져 있으며, 종종 특이적으로 표식될 필요가 있다.

[0004] 이러한 단점들을 극복하기 위해, 주로 알루미나 시멘트를 기초로 하는 무기(물) 시스템이 개발되었다. 알루미나 시멘트는 이의 주 성분으로서 모노칼슘 알루미네이트를 가지며 최종 제품이 장기간에 걸쳐 높은 수준의 기계적 성능을 나타내는 것으로 입증됨에 따라 빌딩 및 건축 산업에서 널리 사용된다. 또한, 알루미나 시멘트는 염기에 저항성이 있으며 최대 강도를 포틀랜드 시멘트보다 빠르게 달성하고 황산염 용액에 견딜 수 있다. 따라서, 알루미나 시멘트 시스템은 화학적 고착 분야에서 바람직하게 사용된다.

[0005] 특히, 종종 키트-오브-파츠(kit-of-parts)로 명명되는 다수의 2-성분 모르타르 시스템이 존재하며, 여기서 각 성분은 무기물 표면에서 앵커링 수단의 양호한 화학적 고착을 제공하기 위한 경화 공정을 개시하기 위해 사용 전에 또는 적용 중에 혼합되도록 의도된다. 하나의 성분은 이후 또 다른 성분에 의해 응결 및 경화하도록 개시되는 안정화된 시멘트질 조성물을 제공한다.

[0006] 알루미나 시멘트의 응결 및 경화를 위한 첨가제는 선행 기술로 알려져 있다. 예를 들어, US 3,826,665는 알루미나 시멘트의 응결 및 경화 성질을 개선하기 위한 보조 조성물을 기재한다.

[0007] DE 2 311 239는 리티아, 수용성 리튬 염 및 히드록실화 유기 산, 또는 이의 염 또는 에스테르를 포함하는, 알루미나 시멘트 및 모르타르의 응결(setting) 및 경화(hardening) 성질을 개선하기 위한 보조 조성물을 기재한다. 상기 유체는, 제조 중에 알루미나 시멘트 내에 또는 모르타르 및 콘크리트 내에 직접 혼입되거나 또는 적용 중에 혼합 수에 첨가될 수 있다. 그러나, 이 시스템의 단점은 활성제 조성물이 즉시 사용을 위해 충분한 시간 동안 저장될 수 없고 이에 따라 적용 전에 더 많은 절차 단계를 암시하는 원하는 응결 및 경화 시간에 따라 사용 전에 새로 준비되어야 한다는 점에 있다.

[0008] 무기물 표면에 앵커링 수단을 화학적으로 고착시키는 경우에, 빠른 경화 시간, 즉 5분 미만이 항상 바람직한 것은 아니다. 또한, 공지된 시스템의 대부분은 생성된 조성물의 가장 실제적인 적용을 위한 충분한 유동성을 결여 한다. 종종 이러한 선행 기술의 조성물은 또한 비교적 짧은 시간에 크랙이 형성되는 경향이 있거나 또는 고온의 영향하에도 요구의 기계적 성능을 나타내지 않는다. 또한, 이러한 시스템은 사용 전에 장기간 저장될 수 없다.

[0009] 따라서, 환경적 측면, 건강 및 안전성, 취급성, 저장 시간 및 적용시에 모르타르의 응결 및 경화 간의 우수한 밸런스의 관점에서 선행 기술 시스템보다 우수한, 알루미나 시멘트 조성물의 응결 및 경화를 개시하기 위한 장기 안정화된 수성 개시제 조성물에 대한 니즈가 존재한다. 또한, 화학적 앵커링 시스템의 취급성, 특성 및 기계적 성능에 악영향을 미치지 않으면서 무기물 표면에서 앵커링 수단의 화학적 고착을 위한 다-성분 시스템에서 사용될 수 있는 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 제공하는 것에 관심이 모아진다.

[0010] 상기의 관점에서, 본 발명의 목적은 선행 기술 조성물의 단점을 극복하는 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 제공하는 데 있다. 특히, 일 목적은, 즉시 사용 가능하고, 용이하게 그리고 생태친화적으로 취급될 수 있으며, 사용 전에 소정 시간 동안 안정적으로 저장될 수 있고, 적용시에 응결 및 경화 간에 우수한 밸런스를 나타내며, 앵커링 수단을 화학적으로 고착시킴에 있어 심지어 고온의 영향하에서도 시스템의 우수한 기계적 성능을 보장하는 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 제공하는 데 있다.

[0011] 또한, 본 발명의 목적은 비용 효과적이고, 생태친화적이며, 실행이 단순하고 수성 개시제 조성물을 적용하는데 있어 안정되고 용이한, 다-성분 시스템에서 사용될 수 있는 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 제조 방법을 제공하는 데 있다.

[0012] 이외에, 본 발명의 목적은 무기물 표면에 앵커링 수단을 화학적으로 고착하는 분야에 사용될 수 있는 화학적 앵커를 유도함에 있어 용이하게 수행될 수 있는, 경화성 수상 알루미나 시멘트 성분의 응결 및 경화의 활성화 방법을 제공하는 데 있다.

[0013] 나아가, 본 발명의 목적은 벽돌, 콘크리트, 투수성 콘크리트 또는 천연석으로 만든 구조물과 같은 무기물 표면에서 앵커링 수단, 바람직하게는 금속 요소의 화학적 고착을 위한 다-성분 시스템에서, 특히 2-성분 시스템에서 사용될 수 있는 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 제공하는 데 있다.

[0014] 본 발명의 상세한 설명으로부터 명백해질 이러한 목적 및 다른 목적은 독립항에 기재된 바와 같은 본 발명에 의해 해결된다. 종속항은 바람직한 실시양태와 관련된다.

### 발명의 내용

[0015] 일 양태에서, 본 발명은 실온에서 및 고온에서 소정 시간에 걸쳐 안정한, 알루미나 시멘트 조성물의 응결 및 경화를 개시하기 위한 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 제공한다. 특히, 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 적어도 하나의 알칼리 금속염 및/또는 알칼리 토금속염을 포함하는 적어도 하나의 활성제 성분, 적어도 하나의 수용성 알칼리 금속염 및/또는 알칼리 토금속염을 포함하는 적어도 하나의 촉진제 성분, 시트르산, 타르타르산, 락트산, 살리실산, 글루콘산 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 지연제, 석회석 충전제, 커런덤, 돌로마이트, 알칼리 내성 유리, 부순돌, 자갈, 조약돌 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 무기물 충전제, 적어도 하나의 증점제, 및 물을 포함한다.

[0016] 또 다른 양태에서, 본 발명은 상기 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 제조 방법을 제공한다.

[0017] 또 다른 양태에서, 본 발명은 상기 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 사용하여 경화성 수상 알루미나 시멘트 성분의 응결 및 경화의 활성화 방법을 제공한다.

[0018] 또 다른 양태에서, 본 발명은 벽돌, 콘크리트, 투수성 콘크리트 또는 천연석으로 만든 구조물과 같은 무기물 표면에서 앵커링 수단, 바람직하게는 금속 요소의 화학적 고착을 위한 다-성분 시스템, 특히 2-성분 시스템에서 사용될 수 있는 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 제공한다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0019] 하기 용어 및 정의가 본 발명의 문맥에서 사용될 것이다:

[0020] 본 발명의 문맥에서 사용되는 바와 같이, 단수 형태 "하나" 및 "그"는 문맥에서 달리 명시하지 않는 한 각각의 복수를 또한 포함한다. 따라서, 용어 "하나" 및 "그"는 문맥에서 달리 명시하지 않는 한 "하나 이상" 또는 "적어도 하나"를 의미하는 것으로 의도된다.

[0021] 본 발명의 문맥에서 용어 "알루미나 시멘트"는 주로 수경성(hydraulic) 활성 칼슘 알루미네이트로 이루어진 칼슘 알루미네이트 시멘트를 지칭한다. 대체명은 "고-알루미나 시멘트" 또는 프랑스어로 "시멘트 풍류"이다. 칼슘 알루미네이트 시멘트의 주 활성 성분은 모노칼슘 알루미네이트( $\text{CaAl}_2\text{O}_4$ ,  $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ , 또는 시멘트 화학자 표기법에서 CA)이다.

[0022] 본 발명의 문맥에서 용어 "저장 수명"은, 응결이나 반응성의 상실 없이, 성분이 기계적 수단에 의해 수성-조성물로 되돌아갈 수 있는 고체 생성물의 다소의 유동성의 수성 조성물의 형태로 머물러있는 시간을 지칭한다.

[0023] 본 발명의 문맥에서 용어 "개시제"는 특정의 화학 반응을 시작하기 위해 화학 환경을 변경하는 화합물 또는 조성물을 지칭한다. 본 발명에서 개시제는 모르타르 조성물의 pH 값을 변경시켜 최종 혼합물 중의 수경성 바인더를 탈블로킹시킨다.

[0024] 본 발명의 문맥에서 용어 "지연제"는 특정의 화학 반응을 지연시키기 위해 화학 환경을 변경하는 화합물 또는 조성물을 지칭한다. 본 발명에서 지연제는 모르타르 조성물의 칼슘 알루미네이트 시멘트의 수화 능력을 변경시켜 최종 혼합물 중의 수경성 바인더 작용을 지연시킨다.

[0025] 본 발명의 문맥에서 용어 "초결 시간(initial set-time)"은 성분 A와 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 혼합물이 혼합 후 응결하기 시작하는 시간을 지칭한다. 혼합 후 그 시간 동안, 혼합물은 고체 생성물의 다소의 유동성의 수성 조성물, 즉 혼탁액 또는 페이스트의 형태로 유지된다.

[0026] 본 발명의 문맥에서 용어 "안정한" 또는 "안정화된"은 수성 개시제 조성물의 점도 및 pH-값이 저장 동안 크게 변화가 없고 조성물이 응결되거나 경화되지 않는 것을 의미한다.

[0027] 본 발명의 문맥에서 용어 "장기 안정화된 수성 개시제 조성물"은 2-성분 모르타르 시스템과 관련하여 성분 B로서도 지칭된다.

[0028] 본 발명은 적어도 하나의 알칼리 금속염 및/또는 알칼리 토금속염을 포함하는 적어도 하나의 활성제 성분, 적어도 하나의 수용성 알칼리 금속염 및/또는 알칼리 토금속염을 포함하는 적어도 하나의 촉진제 성분, 시트르산, 타르타르산, 락트산, 살리실산, 글루콘산 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 지연제, 석회석 충전제, 커런덤, 돌로마이트, 알칼리 내성 유리, 부순돌, 자갈, 조약돌 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 무기물 충전제, 적어도 하나의 중점제, 및 물을 포함하는 장기 안정화된 수성 개시제 조성물에 관한 것이다.

[0029] 특히, 활성제 성분은 히드록시드, 클로라이드, 설페이트, 포스페이트, 일수소 포스페이트, 이수소 포스페이트, 나이트레이트, 카보네이트 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 알칼리 금속염 및/또는 알칼리 토금속염으로 구성되고, 바람직하게는 활성제 성분은 알칼리 금속염 또는 알칼리 토금속염이며, 더 바람직하게는 칼슘 금속염, 예컨대 수산화칼슘, 황산칼슘, 탄산칼슘 또는 인산칼슘, 나트륨 금속염, 예컨대 수산화나트륨, 황산나트륨, 탄산나트륨 또는 인산나트륨, 또는 리튬 금속염, 예컨대 수산화리튬, 황산리튬, 탄산리튬 또는 인산리튬이고, 가장 바람직하게는 수산화리튬이다. 일 바람직한 실시양태에서 장기 안정화된 수성 개시제 조성물에 사용되는 수산화리튬은 수산화리튬의 10% 수용액이다.

[0030] 이하에서 장기 안정화된 수성 개시제 조성물로도 지칭되는 본 발명의 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 약 0.01 중량%, 바람직하게는 적어도 약 0.02 중량%, 더 바람직하게는 적어도 약 0.05 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 약 1.0 중량%, 약 0.01 중량% 내지 약 40 중량%, 바람직하게는 약 0.02 중량% 내지 약 35 중량%, 더 바람직하게는 약 0.05 중량% 내지 약 30 중량%, 가장 바람직하게는 약 1.0 중량% 내지 약 25 중량%의 상기 활성제를 포함한다. 특히 바람직한 실시양태에서, 활성제는 물과 수산화리튬으로 구성된다. 장기 안정화된 수성 개시제 조성물에 포함되는 물의 함량은 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 약 1 중량%, 바람직하게는 적어도 약 5 중량%, 더 바람직하게는 적어도 약 10 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 약 20 중량%, 약 1 중량% 내지 약 60 중량%, 바람직하게는 약 5 중량% 내지 약 50 중량%, 더 바람직하게는 약 10 중량% 내지 약 40 중량%, 가장 바람직하게는 약 15 중량% 내지 약 30 중량%이다. 장기 안정화된 수성 개시제 조성물에 포함되는 수산화리튬 함량은 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 약 0.1 중량%, 바람직하게는 적어도 약 0.5 중량%, 더 바람직하게는 적어도 약 1.0 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 약 1.5 중량%, 약 0.1 중량% 내지 약 5 중량%, 바람직하게는 약 0.5 중량% 내지 약 4 중량%, 더 바람직하게는 약 1.0 중량% 내지 약 3 중량%, 가장 바람직하게는 약 1.5 중량% 내지 약 2.5 중량%이다. 가장 바람직한 실시양태에서, 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 총 중량을 기준으로 약 2.0 중량% 내지 약 20 중량%의, 수산화리튬의 10% 수용액을 포

함한다.

[0031]

촉진제 성분은 히드록시드, 클로라이드, 설페이트, 포스페이트, 일수소 포스페이트, 이수소 포스페이트, 나이트레이트, 카보네이트 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 적어도 하나의 알칼리 금속염 및/또는 알칼리 토금속염으로 구성되고, 바람직하게는 촉진제 성분은 알칼리 금속염 또는 알칼리 토금속염이고, 더 바람직하게는 수용성 알칼리 금속염 또는 알칼리 토금속염이며, 더 바람직하게는 칼슘 금속염, 예컨대 수산화칼슘, 황산칼슘, 탄산칼슘, 염화칼슘, 포름산칼슘 또는 인산칼슘, 나트륨 금속염, 예컨대 수산화나트륨, 황산나트륨, 탄산나트륨, 염화나트륨, 포름산나트륨 또는 인산나트륨, 또는 리튬 금속염, 예컨대 수산화리튬, 황산리튬, 황산리튬 일수화물, 탄산리튬, 염화리튬, 포름산리튬 또는 인산리튬이고, 가장 바람직하게는 황산리튬 또는 황산리튬 일수화물이다. 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 약 0.01 중량%, 바람직하게는 적어도 약 0.05 중량%, 더 바람직하게는 적어도 약 0.1 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 약 1.0 중량%, 약 0.01 중량% 내지 약 25 중량%, 바람직하게는 약 0.05 중량% 내지 약 20 중량%, 더 바람직하게는 약 0.1 중량% 내지 약 15 중량%, 가장 바람직하게는 약 1.0 중량% 내지 약 10 중량%의 상기 촉진제를 포함한다.

[0032]

본 발명의 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 특히 바람직한 실시양태에서, 수산화리튬의 10% 수용액/황산리튬 또는 황산리튬 일수화물의 비는 7/1 또는 6/1이다.

[0033]

본 발명에 따른 장기 안정화된 수성 개시제 조성물에 포함되는 적어도 하나의 자연제는 시트르산, 타르타르산, 락트산, 살리실산, 글루콘산 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되고, 바람직하게는 시트르산과 타르타르산의 혼합물이다. 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 약 0.1 중량%, 바람직하게는 적어도 약 0.2 중량%, 더 바람직하게는 적어도 약 0.5 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 약 1.0 중량%, 약 0.1 중량% 내지 약 25 중량%, 바람직하게는 약 0.2 중량% 내지 약 15 중량%, 더 바람직하게는 약 0.5 중량% 내지 약 15 중량%, 가장 바람직하게는 약 1.0 중량% 내지 약 10 중량%의 자연제를 포함한다.

[0034]

본 발명의 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 특히 바람직한 실시양태에서, 시트르산/타르타르산의 비는 1.6/1이다.

[0035]

충분한 프로세싱 시간을 보장하여, 초결 시간이 적어도 5분 또는 그 이상이도록 하기 위해, 모르타르 조성물의 미숙한 경화를 방지하는 적어도 하나의 자연제가 개시제 성분 이외에 별개의 농도로 사용된다.

[0036]

본 발명에 따른 장기 안정화된 수성 개시제 조성물에 포함되는 적어도 하나의 무기물 충전제는 석회석 충전제, 모래, 부순돌, 자갈, 조약돌 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되고, 석회석 충전제, 예컨대 각종 탄산칼슘, 커런덤 및 돌로마이트가 바람직하다. 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 적어도 하나의 무기물 충전제는 바람직하게는 탄산칼슘 또는 탄산칼슘의 혼합물이다. 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 약 30 중량%, 바람직하게는 적어도 약 40 중량%, 더 바람직하게는 적어도 약 50 중량%, 더 바람직하게는 적어도 약 60 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 약 70 중량%, 약 30 중량% 내지 약 95 중량%, 바람직하게는 약 35 중량% 내지 약 90 중량%, 더 바람직하게는 약 40 중량% 내지 약 85 중량%, 더 바람직하게는 약 45 중량% 내지 약 80 중량%, 가장 바람직하게는 약 50 중량% 내지 약 75 중량%의 적어도 하나의 무기물 충전제를 포함한다. 적어도 하나의 무기물 충전제는 알루미나 시멘트의 입자 크기에 상보적인 입자 크기를 얻도록 선택된다.

[0037]

적어도 하나의 무기물 충전제는 평균 입자 크기가 500  $\mu\text{m}$  이하, 더 바람직하게는 400  $\mu\text{m}$  이하, 가장 바람직하게는 350  $\mu\text{m}$  이하인 것이 바람직하다.

[0038]

본 발명의 특히 바람직한 실시양태에서, 장기 안정화된 수성 개시제 조성물에 포함되는 적어도 하나의 무기물 충전제는 3가지 상이한 탄산칼슘, 즉 탄산칼슘 미분(fines), 예컨대 상이한 Omyacarb<sup>®</sup> 타입(Omya International AG, 독일)의 혼합물이다. 가장 바람직하게는, 제1 탄산칼슘은 약 3.2  $\mu\text{m}$ 의 평균 입자 크기(d50%) 및 45  $\mu\text{m}$  체상에서 0.05%의 잔사(ISO 787/7에 따라 측정)를 갖는다. 제2 탄산칼슘은 약 7.3  $\mu\text{m}$ 의 평균 입자 크기(d50%) 및 140  $\mu\text{m}$  체상에서 0.5%의 잔사(ISO 787/7에 따라 측정)를 갖는다. 제3 탄산칼슘은 약 83  $\mu\text{m}$ 의 평균 입자 크기(d50%) 및 315  $\mu\text{m}$  체상에서 1.0%의 잔사(ISO 787/7에 따라 측정)를 갖는다. 본 발명의 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 특히 바람직한 실시양태에서, 제1 탄산칼슘/제2 탄산칼슘/제3 탄산칼슘의 비는 1/1.5/2 또는 1/1.4/2.2이다.

[0039]

유리한 실시양태에서, 본 발명의 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 하기 특성을 단독으로 또는 조합하여 추

가로 포함한다.

[0040] 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 부가적으로 중점제를 포함할 수 있다. 본 발명에 사용될 중점제는 벤토나이트, 이산화규소, 석영, 아크릴레이트 베이스의 중점제, 예컨대 알칼리-가용성 또는 알칼리-팽윤성 에멀젼, 흄드 실리카, 점토 및 티타네이트 퀼레이트화제로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 폴리비닐 알콜(PVA), 소수성 개질된 알칼리 가용성 에멀젼(HASE), HEUR로서 업계에 공지된 소수성 개질된 에틸렌 옥시드 우레탄 폴리머, 및 셀룰로스 중점제 예컨대 히드록시메틸 셀룰로스(HMC), 히드록시에틸 셀룰로스(HEC), 소수성 개질된 히드록시 에틸 셀룰로스(HMHEC), 나트륨 카복시메틸 셀룰로스(SCMC), 나트륨 카복시메틸 2-히드록시에틸 셀룰로스, 2-히드록시프로필 메틸 셀룰로스, 2-히드록시에틸 메틸 셀룰로스, 2-히드록시부틸 메틸 셀룰로스, 2-히드록시에틸 에틸 셀룰로스, 2-히드록시프로필 셀룰로스, 아타풀라이트 점토, 및 이들의 혼합물이 예시적으로 언급된다. 적합한 중점제는 상업적으로 입수 가능한 제품, 예컨대 Optigel WX (BYK-Chemie GmbH, 독일), Rheolate 1 (Elementis GmbH, 독일) 및 Acrysol ASE-60 (The Dow Chemical Company)이다. 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 총 중량을 기준으로 적어도 약 0.01 중량%, 바람직하게는 적어도 약 0.05 중량%, 더 바람직하게는 적어도 약 0.1 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 약 0.3 중량%, 약 0.01 중량% 내지 약 15 중량%, 바람직하게는 약 0.05 중량% 내지 약 10 중량%, 더 바람직하게는 약 0.1 중량% 내지 약 5 중량%, 가장 바람직하게는 약 0.3 중량% 내지 약 1 중량%의 상기 중점제를 포함한다.

[0041] 지연제 및 중점제의 존재는 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 전체 무기 성질을 변화시키지 않는다.

[0042] 개시제 및 지연제를 포함하는 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 수상으로, 바람직하게는 슬러리 또는 페이스트의 형태로 존재한다.

[0043] 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 pH 값은 10을 초과하고, 더 바람직하게는 11을 초과하고 가장 바람직하게는 12를 초과하고, 특히 10 내지 14, 바람직하게는 11 내지 13의 범위인 것이 바람직하다.

[0044] 바람직한 실시양태에서, 성분 B는 하기 성분을 포함하거나 그러한 성분으로 이루어진다:

[0045] 0.1 중량% 내지 4 중량%의 수산화리튬,

[0046] 0.1 중량% 내지 5 중량%의 황산리튬 또는 황산리튬 일수화물,

[0047] 0.05 중량% 내지 5 중량%의 시트르산,

[0048] 0.05 중량% 내지 4 중량%의 타르타르산,

[0049] 35 중량% 내지 45 중량%의 제1 무기물 충전제,

[0050] 15 중량% 내지 25 중량%의 제2 무기물 충전제,

[0051] 10 중량% 내지 20 중량%의 제3 무기물 충전제,

[0052] 0.01 중량% 내지 0.5 중량%의 중점제, 및

[0053] 15 중량% 내지 25 중량%의 물.

[0054] 가장 바람직한 실시양태에서, 성분 B는 하기 성분을 포함하거나 그러한 성분으로 이루어진다:

[0055] 1.5 중량% 내지 2.5 중량%의 수산화리튬,

[0056] 1 중량% 내지 4 중량%의 황산리튬 또는 황산리튬 일수화물,

[0057] 1 중량% 내지 3 중량%의 시트르산,

[0058] 0.5 중량% 내지 2 중량%의 타르타르산,

[0059] 35 중량% 내지 45 중량%의 제1 무기물 충전제,

[0060] 15 중량% 내지 25 중량%의 제2 무기물 충전제,

[0061] 10 중량% 내지 20 중량%의 제3 무기물 충전제,

[0062] 0.01 중량% 내지 0.5 중량%의 중점제, 및

[0063] 15 중량% 내지 25 중량%의 물.

[0064] 가장 바람직한 대체 실시양태에서, 성분 B는 하기 성분을 포함하거나 그러한 성분으로 이루어진다:

[0065] 3 중량% 내지 4 중량%의 수산화리튬,

[0066] 1 중량% 내지 10 중량%의 황산리튬 또는 황산리튬 일수화물,

[0067] 1 중량% 내지 5 중량%의 시트르산,

[0068] 1 중량% 내지 3 중량%의 타르타르산,

[0069] 25 중량% 내지 35 중량%의 제1 무기물 충전제,

[0070] 15 중량% 내지 25 중량%의 제2 무기물 충전제,

[0071] 10 중량% 내지 20 중량%의 제3 무기물 충전제,

[0072] 0.01 중량% 내지 0.5 중량%의 증점제, 및

[0073] 30 중량% 내지 40 중량%의 물.

[0074] 또 다른 가장 바람직한 실시양태에서, 성분 B는 하기 성분을 포함하거나 그러한 성분으로 이루어진다:

[0075] 0.2 중량% 내지 1.5 중량%의 수산화리튬,

[0076] 0.1 중량% 내지 1.0 중량%의 황산리튬 또는 황산리튬 일수화물,

[0077] 0.1 중량% 내지 1.0 중량%의 시트르산,

[0078] 0.1 중량% 내지 0.5 중량%의 타르타르산,

[0079] 35 중량% 내지 45 중량%의 제1 무기물 충전제,

[0080] 15 중량% 내지 25 중량%의 제2 무기물 충전제,

[0081] 10 중량% 내지 20 중량%의 제3 무기물 충전제,

[0082] 0.01 중량% 내지 0.5 중량%의 증점제, 및

[0083] 15 중량% 내지 25 중량%의 물.

[0084] 본 발명에 따른 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 하기와 같이 제조될 수 있다: 촉진제를 활성제의 수용액에 용해시킨 다음, 자연제의 후속 첨가 및 혼합물의 균질화를 실시한다. 혼합물이 균질화될 때까지 교반 속도를 증가시키면서 충전제(들)를 단계적으로 첨가한다. 마지막으로, 혼합물의 완전한 균질화까지 증점제를 첨가한다. 여기서, 본 발명에 따른 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 제조 방법은 하기 단계를 포함한다:

[0085] i) 물을 혼합 탱크에 도입하는 단계,

[0086] ii) 교반하에 적어도 하나의 활성제 성분 및 적어도 하나의 촉진제 성분을 임의로 용해시키고 첨가하는 단계,

[0087] iii) 이 혼합물에 적어도 하나의 자연제를 임의로 용해시키고 첨가하는 단계,

[0088] iv) 교반 속도를 증가시키면서 적어도 하나의 무기물 충전제를 단계적으로 첨가하는 단계,

[0089] v) 증점제를 첨가하는 단계, 및

[0090] vi) 완전히 균질화될 때까지 교반을 지속하는 단계.

[0091] 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 주위 온도 및 40°C에서 물의 증발을 피하기 위해 타이트하게 밀폐된 용기 에 보관되고 유동성, 균질성(침강에 대한 지시자), 및 pH 값에 대해 여러 시간 간격 후, 즉, 1주, 4주, 3개월 및 6개월 후에 임의의 변화를 평가했다. 모든 성분의 특성은 6개월 후에도 영향을 받지 않았으며, 따라서 저장 수명이 주위 온도 내지 40°C에서, 즉 약 20°C 내지 약 40°C의 온도 범위에서 최소 1주, 바람직하게는 최소 4주, 더 바람직하게는 최소 3개월, 가장 바람직하게는 최소 6개월이다.

[0092] 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 경화성 수상 알루미나 시멘트 성분의 응결 및 경화의 활성화 방법에 사용될 수 있다.

[0093] 본 발명에 따른 방법은 하기 단계를 포함한다:

[0094] i) 상술한 바와 같은 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 수상 알루미나 시멘트 성분에 첨가하는 단계, 및

[0095] ii) 이를 혼합하는 단계.

[0096] 바람직하게는, 장기 안정화된 수성 개시제 조성물이 첨가될 수 있는 시멘트 성분은 수상 알루미나 시멘트(CA) 또는 수상 칼슘 설포알루미네이트 시멘트(CAS)를 기초로 한다. 사용될 수 있는 칼슘 알루미네이트 시멘트는 급속 응결 및 급속 경화, 급속 건조 및 황산칼슘과의 혼합시 수축 보상, 우수한 부식 및 수축에 대한 내성을 특징으로 한다. 사용하기 적합한 이러한 칼슘 알루미네이트 시멘트는 예를 들면 Ternal<sup>®</sup> White(Kerneos, 프랑스)이다.

[0097] 특히, 시멘트 성분은 시멘트 성분의 총 중량을 기준으로 적어도 약 40 중량%, 바람직하게는 적어도 약 50 중량%, 더 바람직하게는 적어도 약 60 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 약 70 중량%, 약 40 중량% 내지 약 95 중량%, 바람직하게는 약 50 중량% 내지 약 85 중량%, 더 바람직하게는 약 60 중량% 내지 약 80 중량%, 가장 바람직하게는 약 70 중량% 내지 약 75 중량%의 알루미나 시멘트를 포함할 수 있다.

[0098] 대안으로, 시멘트 성분은 성분 A의 총 중량을 기준으로 적어도 약 20 중량%, 바람직하게는 적어도 약 30 중량%, 더 바람직하게는 적어도 약 40 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 약 50 중량%, 약 20 중량% 내지 약 80 중량%, 바람직하게는 약 30 중량% 내지 약 70 중량%, 더 바람직하게는 약 35 중량% 내지 약 60 중량%, 가장 바람직하게는 약 40 중량% 내지 약 55 중량%의 알루미나 시멘트, 및 시멘트 성분의 총 중량을 기준으로 적어도 약 5 중량%, 바람직하게는 적어도 약 10 중량%, 더 바람직하게는 적어도 약 15 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 약 20 중량%, 약 1 중량% 내지 약 50 중량%, 바람직하게는 약 5 중량% 내지 약 40 중량%, 더 바람직하게는 약 10 중량% 내지 약 30 중량%, 가장 바람직하게는 약 15 중량% 내지 약 25 중량%의 황산칼슘, 바람직하게는 황산칼슘 반수화물을 포함할 수 있다. 시멘트 성분의  $\text{CaSO}_4/\text{CAC}$ 의 비는 35:65 이하여야 한다.

[0099] 바람직하게는 시멘트 성분은 봉산, 카복실산, 인산, 메타인산, 아인산, 포스폰산, 및 이들의 염으로 이루어진 군으로부터 선택된 블로킹제에 의해 블로킹될 수 있다. 수경성 바인더 총 중량에 대한 알루미나 시멘트 및/또는 칼슘 설포알루미네이트 시멘트의 양은 하기 값: 50%, 60%, 70%, 80%, 90%, 95%, 99% 중 임의의 것보다 높거나 100%이다.

[0100] 시멘트 성분은 하기 특징들을 단독으로 또는 조합하여 추가로 포함할 수 있다. 시멘트 성분에 포함될 수 있는 가소제는 저분자량 (LMW) 폴리아크릴산 폴리머, 폴리포스포네이트 폴리옥스 및 폴리카보네이트 폴리옥스의 패밀리 유래의 초가소제, 및 폴리카복실레이트 에테르 그룹 유래의 에타크릴 초가소제, 및 이들의 혼합물, 예를 들면 Ethacryl<sup>TM</sup> G (Coatex, Arkema Group, 프랑스), Acumer<sup>TM</sup> 1051 (Rohm and Haas, 영국), 또는 Sika<sup>®</sup> ViscoCrete<sup>®</sup>-20 HE (Sika, 독일)로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 적합한 가소제는 상업적으로 입수 가능한 제품이다.

[0101] 시멘트 성분은 중점제를 부가적으로 포함할 수 있다. 사용될 수 있는 중점제는 유기(물) 제품, 예컨대 잔탄검, 웰란검 또는 DIUTAN<sup>®</sup> 검(CPKelko, 미국), 전분 유래 에테르, 구아 유래 에테르, 폴리아크릴아미드, 카라지난, 아가 아가, 및 무기(물) 제품, 예컨대 점토, 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 적합한 중점제는 상업적으로 입수 가능한 제품이다.

[0102] 시멘트 성분은 항균제 또는 살생물제를 더 포함할 수 있다. 사용될 수 있는 항균제 또는 살생물제는 이소티아졸리논 패밀리의 화합물, 예컨대 메틸이소티아졸리논(MIT), 옥틸이소티아졸리논(OIT) 및 벤조이소티아졸리논(BIT) 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 적합한 항균제 또는 살생물제는 상업적으로 입수 가능한 제품이다. Ecocide K35R(Progiven, 프랑스) 및 Nuosept OB 03(Ashland, 네덜란드)이 예시적으로 언급된다.

[0103] 시멘트 성분은 적어도 하나의 충전제, 특히 유기물 또는 무기물 충전제를 대안적으로 포함할 수 있다. 충전제는 석영 파우더, 바람직하게는 약 16  $\mu\text{m}$ 의 평균 결정립 사이즈(d50%)를 갖는 석영 파우더, 석영 모래, 점토, 플라이 애시, 흡드 실리카, 카보네이트 화합물, 안료, 산화티타늄, 경량(light) 충전제, 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다. 적합한 무기물 충전제는 상업적으로 입수 가능한 제품이다. 석영 파우더 Millisil W12 또는 W6 (Quarzwerke GmbH, 독일)이 예시적으로 언급된다.

[0104] 시멘트 성분에 포함되는 물 함량은 시멘트 성분의 총 중량을 기준으로 적어도 약 1 중량%, 바람직하게는 적어도 약 5 중량%, 더 바람직하게는 적어도 약 10 중량%, 가장 바람직하게는 적어도 약 20 중량%, 약 1 중량% 내지 약

50 중량%, 바람직하게는 약 5 중량% 내지 약 40 중량%, 더 바람직하게는 약 10 중량% 내지 약 30 중량%, 가장 바람직하게는 약 15 중량% 내지 약 25 중량%이다.

[0105] 가소제, 증점제뿐만 아니라 항균제 또는 살생물제의 존재는 시멘트 성분의 전체 무기 성질을 변화시키지 않는다.

[0106] 알루미나 시멘트 또는 칼슘 설포알루미네이트 시멘트를 포함하는, 장기 안정화된 수성 개시제 조성물이 첨가될 수 있는 시멘트 성분은 바람직하게는 수상으로, 가장 바람직하게는 슬러리 또는 페이스트의 형태로 존재한다.

[0107] 본 발명에 따른 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 경화성 수상 알루미나 시멘트 성분을 포함하는 모르타르 시스템에서 사용된다. 특히, 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 경화성 수상 알루미나 시멘트 성분을 포함하는 2-성분 모르타르 시스템에서 제1 성분으로서 사용된다. 바람직하게는, 본 발명에 따른 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 사용하면 적어도 5분의 초결 시간을 갖는 2-성분 모르타르 시스템이 제공된다.

[0108] 특히, 본 발명에 따른 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 무기물 표면에서 앵커링 수단의 화학적 고착을 위해 사용되는 경화성 수상 알루미나 시멘트 성분의 응결 및 경화를 활성화시키는데 사용된다. 바람직하게는, 앵커링 수단은 앵커 로드, 나사형 앵커 로드, 볼트, 또는 보강 철근이다. 앵커링 수단이 화학적으로 고착될 무기물 표면은 벽돌, 콘크리트, 투수성 콘크리트 또는 천연석으로 만든 구조물이다.

[0109] 하기 실시예는 본 발명을 제한함이 없이 이를 설명한다.

#### 실시예

##### 1. 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 제조

[0112] 장기 안정화된 수성 개시제 조성물(비교예 B1 및 B2, 본 발명예 B3 및 B4)은 표 1에 제시된 구성분을 혼합함으로써 초기에 제조된다. 주어진 비율은 중량%로 표시된다.

[0113] 장기 안정화된 수성 개시제 조성물에 대한 전형적인 혼합 프로토콜은 하기와 같다: 황산리튬을 수산화리튬의 10% 수용액에 용해시킨 다음 이 혼합물에 카복실산을 용해시키고 500 rpm에서 적어도 30분간 이를 균질화시키며; 5분에 걸쳐 교반 속도를 2000 rpm으로 증가시키면서 충전제 또는 충전제 혼합물을 단계적으로 첨가하고 2000 rpm에서 약 10분간 이의 균질화를 계속하며; 교반하면서 최종적으로 증점제를 첨가하고, 3분에 걸쳐 교반 속도를 2500 rpm으로 증가시키고; 최종적으로 5분간 균질화를 지속한다.

#### 표 1

표 1: 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 조성					
		비교예		본 발명예	
화합물	기능	B1	B2	B3	B4
LiOH 10% (물)	활성제	20.14	19.60	19.59	33.54
Li <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	촉진제	2.37	2.66	2.66	4.57
시트르산	지연제	-	1.64	1.64	2.81
타르타르산	지연제	-	1.02	1.02	1.75
충전제 1	충전제	36.77 <sup>1</sup>	44.93 <sup>4</sup>	35.78 <sup>1</sup>	27.22 <sup>1</sup>
충전제 2	충전제	23.26 <sup>2</sup>	19.47 <sup>5</sup>	22.53 <sup>2</sup>	17.14 <sup>2</sup>
충전제 3	충전제	17.00 <sup>3</sup>	10.48 <sup>6</sup>	16.54 <sup>3</sup>	12.58 <sup>3</sup>
Optigel WX	증점제	0.20	0.20	0.20	0.35

LiOH 10% (물), 독일 Bern Kraft GmbH에서 시판
Li <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 독일 Sigma-Aldrich Chemie GmbH에서 시판
시트르산, 독일 Sigma-Aldrich Chemie GmbH에서 시판
타르타르산, 독일 Sigma-Aldrich Chemie GmbH에서 시판
<sup>1</sup> Omyacarb 130-AI, 독일 Omya International AG에서 시판
<sup>2</sup> Omyacarb 15-H AI, 독일 Omya International AG에서 시판
<sup>3</sup> Omyacarb 2-AI, 독일 Omya International AG에서 시판
<sup>4</sup> Quarzsand F32, 독일 Quarzwerke GmbH에서 시판
<sup>5</sup> Millisil W6, 독일 Quarzwerke GmbH에서 시판
<sup>6</sup> Millisil W12, 독일 Quarzwerke GmbH에서 시판
Optigel WX, 독일 Rockwood Clay Additives GmbH에서 시판

## 2. 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 안정성 모니터링

[0115] 장기 안정화된 수성 개시제 조성물, 비교예 B1 및 B2, 본 발명예 B3 및 B4는 주위 온도 및 40°C에서 물의 증발을 피하기 위해 타이트하게 밀폐된 용기에 보관되었고 유동성, 균질성, 및 pH 값에 대해 여러 시간 간격 후, 즉, 1주, 4주, 3개월 및 6개월 후에 임의의 변화를 평가했다. 개시 능력이 또한 시험되었다.

[0116] pH 값을 측정하는 것은 수성 조성물, 즉 혼탁액의 안정성을 모니터링하는 좋은 방법이다. 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 그의 pH 값이 현저히 변하면 불안정한 것으로 간주된다.

[0117] 균질성의 평가는 수성 조성물, 즉 혼탁액의 안정성을 모니터링하는 좋은 방법이다. 장기 안정화된 수성 개시제 조성물은 경화 및 침강하기 시작한다면 불안정한 것으로 간주된다. 균질성의 평가는 침강에 대한 지시자로서 사용된다.

[0118] 본 발명의 수성 개시제 조성물 B3 및 B4의 성질, 특히 모든 성분의 성질은 6개월 후 영향을 받지 않았고, 이에 저장 수명은 주위 온도 및 40°C의 온도에서 적어도 6개월이다. pH 값은 12 이상을 유지했다. 개시 능력은 새로이 제조된 성분 B3 및 B4 각각과 완전히 비교되었다.

[0119] 그러나, 비교용 수성 개시제 조성물 B1 및 B2, 특히 B2, 모든 성분의 성질이 1주 후에 이미 변했다. 비교용 수성 개시제 조성물 B2는 주위 온도 및 40°C의 온도에서 경화 및 침강하기 시작했으며, 그 결과 충분한 시간 동안 저장될 수 없고 모르타르 적용 분야에 사용될 수 없는 불안정한 조성물을 초래했다.

## 3. 경화성 수상 알루미나 시멘트 성분의 개시

[0120] 본 발명의 장기 안정화된 수성 개시제 조성물의 개시 능력은, 장기 안정화된 수성 개시제 조성물 B1 내지 B4를 수상 알루미나 시멘트 성분(조성물 A1 내지 A3, 표 2)에 첨가하고, 이를 혼합하는 단계를 포함하는, 경화성 수상 알루미나 시멘트 성분의 응결 및 경화를 활성화함으로써 평가되었다.

[0121] 수상 알루미나 시멘트 성분(A1 내지 A3)은 표 2에 제시된 구성분을 혼합함으로써 초기에 제조된다. 주어진 비율은 중량%로 표시된다.

[0122] 수상 알루미나 시멘트 성분에 대한 전형적인 혼합 프로토콜은 하기와 같다: 필요한 양의 물을 청량하고, 물을 혼합 보울에 도입하며 pH 값 약 2가 얻어질 때까지 교반하에 인산을 여기에 서서히 첨가하고; 가소제를 첨가하고 100 내지 200 rpm에서 2분간 균질화하며; 큰 버킷에서 Ternal White<sup>®</sup> 및 충전제를 미리 혼합하고 덩어리 형성을 방지하기 위해 200 rpm에서 서서히 교반하면서 이 혼합물을 단계적으로 첨가하고, 교반 속도를 4000 rpm으로 증가시키며; 얻어진 pH 값은 약 4이고; 중첨제 및 마지막으로 항균제 또는 살생물제를 서서히 첨가하고 5000 rpm에서 5분간 이를 균질화한다.

## 표 2

표 2: 수상 알루미나 시멘트 성분의 조성				
		실시예		
화합물	기능	A1	A2	A3
탈이온수		19.78	19.98	20.00

인산 85%	블로킹제	0.90	0.91	0.9
Ternal White	알루미네이트 시멘트	70.00	77.80	40.50
CaSO <sub>4</sub> 반수화물	에트린자이트 형성제	-	-	17.3
Millisil W12	충전제	8.00	-	20.00
Acumer <sup>TM</sup> 1051	가소제	1.00	1.01	1.00
잔탄검	증점제	0.30	0.30	0.30
Nuosept OB 03	살생물제	0.02	0.02	0.02
인산 85%, 독일 Sigma-Aldrich Chemie GmbH에서 시판				
Ternal White <sup>®</sup> , 프랑스 Kerneos S.A.에서 시판				
CaSO <sub>4</sub> 반수화물, Prestia Selecta, 프랑스 Lafarge Platres에서 시판				
Millisil W12, 독일 Quarzwerke Frechen에서 시판				
Acumer <sup>TM</sup> 1051, 영국 Rohm and Haas Europe에서 시판				
잔탄검, 독일 Colltec GmbH & CO. KG에서 시판				
Nuosept OB 03, 네덜란드 Ashland Nederland B.V.에서 시판				

[0126] 별도로 제조한 후, 수상 알루미나 시멘트 성분 및 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 스피드 믹서에서 3:1의 부피비로 혼합하고 얻어진 모르타르 시스템의 초결 시간을 초음파 측정에 의해 측정한다.

[0127] 본 발명의 수성 개시제 조성물 B3 및 B4를 수상 알루미나 시멘트 성분 A1 내지 A3에 각각 첨가하면, 초결 시간이 적어도 5분, 특히 약 5 내지 25분 범위인 모르타르 시스템이 얻어졌다.

[0128] 그러나, 비교용 수성 개시제 조성물 B1을 수상 알루미나 시멘트 성분 A1 내지 A3에 각각 첨가하면, 초결 시간이 1분 미만인 모르타르 시스템이 얻어졌으며, 이는 화학적 앵커링 분야에서의 적용에 유용하지 않다. 개시 및 응결이 빠르게 일어났다. 비교용 수성 개시제 조성물 B2를 수상 알루미나 시멘트 성분 A1 내지 A3에 각각 첨가하는 것은 수행될 수 없었는데 그 이유는 B2가 1주의 저장 후에 이미 경화 및 침강되었기 때문이다.

[0129] 4. 기계적 성능의 결정

[0130] 별도 제조 후, 수상 알루미나 시멘트 성분 및 장기 안정화된 수성 개시제 조성물을 스피드 믹서에서 3:1의 부피비로 혼합하고 이를 14 또는 16 mm의 직경을 갖는 콘크리트 C20/25에서 준비된 보어홀 내에 도입한다. 보어홀은 해머 드릴링 또는 다이아몬드 코어링에 의해 만들어졌다.

[0131] 경화된 모르타르 조성물의 하중(load) 값은, 다르게 조건설정된 콘크리트 C20/25에서, 72 또는 60 mm의 앵커링 깊이를 갖는 M12 나사형 앵커 로드를, 14 또는 16 mm의 직경을 갖는 보어홀 내에 도입함으로써 결정된다 (표 3).

표 3

표 3: 시험된 콘크리트 C20/25의 조건		
샘플 번호	콘크리트 조건	보어홀 직경, mm
1	드라이 콘크리트, 분진 완전 제거됨, 실온	14, 해머 드릴링
2	물-포화된 콘크리트, 분진 50% 제거됨, 실온	14, 해머 드릴링
3	드라이 콘크리트, 분진 50% 제거됨, 실온	14, 해머 드릴링
4	물-포화된 콘크리트, 분진 완전 제거됨, 실온	14, 해머 드릴링
5	드라이 콘크리트, 분진 완전 제거됨, 실온	16, 해머 드릴링
6	드라이 콘크리트, 분진 완전 제거됨, 설치, 경화 및 -5°C에서 풀-아웃	14, 해머 드릴링
7	드라이 콘크리트, 분진 완전 제거됨, 설치, 경화 및 5°C에서 풀-아웃	14, 해머 드릴링
8	드라이 콘크리트, 분진 완전 제거됨, 설치, 경화 및 40°C에서 풀-아웃	14, 해머 드릴링
9	드라이 콘크리트, 분진 완전 제거됨, 24시간 후 80°C까지 가열, 24시간 후 80°C에서 풀-아웃	14, 해머 드릴링

10	드라이 콘크리트, 분진 완전 제거됨, 24시간 후 120°C까지 가열, 24시간 후 120°C에서 풀-아웃	14, 해머 드릴링
11	드라이 콘크리트, 분진 완전 제거됨, 3일 후 250°C까지 가열, 3일 후 250°C에서 풀-아웃	매입 깊이 60 mm를 갖는 짧은 보강 바
12	웨트 보어홀, 실온, 완전히 세정된 보어홀	14. 수세와 함께하는 다이아몬드 코어링
13	웨트 보어홀, 실온, 절반이 세정된 보어홀	14. 수세와 함께하는 다이아몬드 코어링
14	드라이 콘크리트, 분진 완전 제거됨, 실온	매입 깊이 60 mm를 갖는 짧은 보강 바

[0133] 평균 파손 하중은 수압 공구를 사용하여 고강도 스틸 로드를 사용하여 단단히 지지된 나사형 앵커 로드를 중앙에서 풀아웃시켜(잡아당겨) 결정된다. 3개의 나사형 앵커 로드를 각 경우에 제 위치에 맞추고 24시간 동안 경화시킨 후 하중 값을 평균값으로 결정한다. 최종 파손 하중은 결합 강도로 계산되며 표 4에서 N/mm<sup>2</sup> 단위로 제공된다.

#### 표 4

표 4: 결합 강도, N/mm <sup>2</sup>						
	비교예			본 발명예		
설시예 번호	1	2	3	4	5	6
샘플 번호	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. = 결정될 수 없었음

[0135] 표 4에서 알 수 있는 바와 같이, 본 발명 시스템은 모두 24시간 경화 후 상당한 결합 강도, 특히 고온에서 기계적 성능을 나타낸다. 임의의 유기 산 또는 모래-기반 무기물 충전제를 함유하지 않은 비교 시스템은 5분 미만의 초결 시간을 가졌거나 각각 빠르게 경화 또는 침강되었으며, 불충분한 취급 시간으로 인해, 보어홀 내에 도입될 수 없었고 금속 요소도 그 안에 앵커링될 수 없었다. 나아가, 유기 수지를 기초로 하는 주입 모르타르와 비교해서, 고온에서의 이들의 결합 강도는 250°C에서 하중 값의 상당한, 허용 불가능한 감소를 나타내는데, 종종 유기 시스템에서 0에 가까운 반면, 본 발명에는 결합 강도가 증가한다. 또한, 에트린자이트 타입 슬러리는 물의 존재 하에, 그리고 다이아몬드 드릴된 홀에서 특히 우수한 성능을 나타낸다.

[0136] 본 발명의 수성 개시제 조성물은 높은 수명, 즉 저장 수명을 가지며, 다시 말해 수성 개시제 조성물은 주위 온도 및 고온에서, 수주 내지 수개월에 이르는 기간 동안, 즉, 적어도 1주, 바람직하게는 적어도 4주, 더 바람직하게는 적어도 3개월, 가장 바람직하게는 적어도 6개월간 주위 온도 내지 40°C에서, 즉, 약 20°C 내지 약 40°C의 온도 범위에서 보관시 응결되지 않으며, 이에 따라 임의의 보관 또는 전달 지연에도 보호될 수 있음을 알 수 있다. 본 발명의 수성 개시제 조성물은 특히 수송 동안 슬러리 상태로 존재하고 분리되지 않으며, 이에 따라 현장에서의 구현이 보장될 수 있다. 또한, 조성물은 독성 및 생태독성이 적다.

[0137] 경화성 수상 알루미나 시멘트 성분은 본 발명의 수성 개시제 조성물에 의해 개시되면, 이는 유기물 시스템에 필적하는 경화 속도 및 기계적 강도를 제공하지만, 이의 실질적으로 무기물 조성물은 종래 기술의 공지된 시스템 보다 훨씬 더 독성이 적고 환경 오염이 거의 없으며, 보다 비용 효과적인 생산을 가능하게 한다.