



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호

10-2017-0093947

(43) 공개일자

2017년08월16일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C08K 3/30 (2006.01)

C08J 3/24 (2006.01)

C08K 5/14 (2006.01)

C09D 7/12 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C08K 3/30 (2013.01)

C08J 3/242 (2013.01)

(21) 출원번호

10-2017-7019041

(22) 출원일자(국제)

2015년12월15일

심사청구일자

2017년07월10일

(85) 번역문제출일자

2017년07월10일

(86) 국제출원번호

PCT/EP2015/079680

(87) 국제공개번호

WO 2016/096779

국제공개일자

2016년06월23일

(30) 우선권주장

14198583.8

2014년12월17일

유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인

아크조 노벨 케미칼즈 인터내셔널 비.브이.

네덜란드 엔엘-6824 비엠 아르헨 벨페르베그 76

(72) 발명자

스틴스마 마리아

네덜란드 엔엘-6824 엔엔 아르헨 니콜라스 비트스
트라트 2에이

마요르 마르쿠스 올리버

네덜란드 엔엘-3811 이엑스 아메르스포르트 하비
크 23

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

유미특허법인

전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 **유기 퍼옥사이드를 포함하는 분말 혼합물**

(57) 요약

본 발명은 분말 혼합물에 관한 것으로서, 상기 분말 혼합물은

- 하나 이상의 분말화된 유기 퍼옥사이드 20 중량% 내지 90 중량%, 및
- 하나 이상의 분말화된 충전제 물질 10 중량% 내지 80 중량%

를 포함하고,

상기 분말화된 충전제 물질 중 60 중량% 이상은 바륨 설페이트이다.

(52) CPC특허분류

C08K 5/14 (2013.01)

C09D 7/1216 (2013.01)

C09D 7/1233 (2013.01)

C08K 2003/3045 (2013.01)

C08K 2201/005 (2013.01)

(72) 발명자

안선 마르틴 헤르마누스 마리아

네덜란드 엔엘-8131 지엠 베이헤 메이도른 34

주이더두인 알버트 툴란드

네덜란드 엔엘-8501 엠알 오레 드 스텔 47

덴 브라베르 안토니

네덜란드 엔엘-6841 에이티 아른험 플리에스트라트
7

명세서

청구범위

청구항 1

분말 혼합물로서,

- 하나 이상의 분말화된 유기 퍼옥사이드 20 중량% 내지 90 중량%, 및
- 하나 이상의 분말화된 충전제 물질 10 중량% 내지 80 중량%

를 포함하고,

상기 분말화된 충전제 물질 중 60 중량% 이상은 바륨 설페이트인, 분말 혼합물.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 분말 혼합물이 물 1 중량% 내지 30 중량%를 포함하는 것을 특징으로 하는, 분말 혼합물.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 유기 퍼옥사이드가 다이벤조일 퍼옥사이드, 치환된 다이벤조일 퍼옥사이드, 다이(tert-부틸퍼옥시이소프로필)벤젠, 다이쿠밀 퍼옥사이드, 다이(다이클로로벤조일)퍼옥사이드, 다이이소프로필 퍼옥시다이카르보네이트, 다이(t-부틸사이클로헥실)퍼옥시다이카르보네이트, 다이세틸 퍼옥시다이카르보네이트, 다이미리스틸 퍼옥시다이카르보네이트 및 다이테카노일 퍼옥사이드로 이루어진 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는, 분말 혼합물.

청구항 4

제3항에 있어서,

상기 유기 퍼옥사이드가 다이벤조일 퍼옥사이드 및 치환된 다이벤조일 퍼옥사이드로 이루어진 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는, 분말 혼합물.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 유기 퍼옥사이드가 다이(4-메틸벤조일) 퍼옥사이드인 것을 특징으로 하는, 분말 혼합물.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서,

바륨 설페이트가, 평균 입자 크기(d50)가 0.5 미크론 내지 3 미크론 범위인 1차 입자를 함유하는 것을 특징으로 하는, 분말 혼합물.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 따른 분말 혼합물의 제조 방법으로서,

하나 이상의 분말화된 유기 퍼옥사이드 20 중량% 내지 90 중량% 및 하나 이상의 분말화된 충전제 물질 10 중량% 내지 80 중량%를, 평균 입자 직경(d50)이 200 미크론 미만인 도달할 때까지 균질화하고 탈집적화(deagglomeration)하고,

상기 분말화된 충전제 물질 중 60 중량% 이상은 바륨 설페이트인, 분말 혼합물의 제조 방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 분말화된 유기 퍼옥사이드가 물 5 중량% 내지 70 중량%를 함유하는 것을 특징으로 하는, 분말 혼합물의 제조 방법.

청구항 9

제7항 또는 제8항에 있어서,

상기 유기 퍼옥사이드가 다이벤조일 퍼옥사이드, 치환된 다이벤조일 퍼옥사이드, 다이(tert-부틸퍼옥시이소프로필)벤젠, 다이쿠밀 퍼옥사이드, 다이(다이클로로벤조일)퍼옥사이드, 다이이소프로필 퍼옥시다이카르보네이트, 다이(t-부틸사이클로헥실)퍼옥시다이카르보네이트, 다이세틸 퍼옥시다이카르보네이트, 다이미리스틸 퍼옥시다이카르보네이트 및 다이테카노일 퍼옥사이드로 이루어진 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는, 분말 혼합물의 제조 방법.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 유기 퍼옥사이드가 다이벤조일 퍼옥사이드 및 치환된 다이벤조일 퍼옥사이드로 이루어진 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는, 분말 혼합물의 제조 방법.

청구항 11

제10항에 있어서,

상기 유기 퍼옥사이드가 다이(4-메틸벤조일) 퍼옥사이드인 것을 특징으로 하는, 분말 혼합물의 제조 방법.

청구항 12

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 따른 분말 혼합물을 포함하는 코팅 조성물.

청구항 13

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 따른 분말 혼합물의 용도로서,
라디칼적으로 경화성인 열경화성 수지를 경화시키기 위한, 용도.

청구항 14

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 따른 분말 혼합물의 용도로서,
코팅 조성물을 경화시키기 위한, 용도.

청구항 15

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 따른 분말 혼합물의 용도로서,
라디칼 중합 공정에서 개시제로서 사용되기 위한, 용도.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 유기 퍼옥사이드를 포함하는 분말 혼합물에 관한 것이다. 본 발명은 또한, 이러한 혼합물의 제조 방법, 및 코팅 조성물을 포함하여 다양한 적용들에서의 이의 용도에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 유기 퍼옥사이드는 다양한 적용들, 예컨대 중합 반응(예, (메트)아크릴레이트, 스티렌 및 비닐 클로라이드의 중합)의 개시, 고무 및 엘라스토머의 가교, 및 (메트)아크릴 수지, 불포화된 폴리에스테르 수지 및 비닐 에스테르 수지의 경화에서 광범위하게 사용된다.

[0003] 유기 퍼옥사이드는 분해에 취약하다는 점에서 꽤 불안정한 화합물이다. 이러한 불안정성은 이러한 화합물을 라디칼 중합의 개시 및 경화 반응에 적합하도록 만든다. 그러나, 이러한 불안정성은 또한, 안전성 유해를 초래할

수 있다. 많은 유기 퍼옥사이드들은 안전한 방식으로 저장되고 운송될 수 있기 위해 회석되어야 한다.

- [0004] 지둔화(phlegmatization)라고도 하는 이러한 회석은 액체 지둔화제(phlegmatizer) - 상기 지둔화제 중 퍼옥사이드의 용액, 페이스트, 에멀전 또는 현탁액을 초래함 - 또는 고체 지둔화제를 사용하여 수행될 수 있다. 유기 퍼옥사이드 자체가 고체 형태인 경우, 고체 지둔화제를 사용한 회석은 유기 퍼옥사이드와 고체 지둔화제의 고체 혼합물을 제공할 것이다.
- [0005] 당연히게도, 지둔화된 유기 퍼옥사이드가 충분히 장기간 동안 안정한 것이 중요하며, 이는 2개의 구성성분 모두가 균질한 혼합물로 유지되고, 개별 상들을 형성하기 위해 분리되지 않음을 의미한다.
- [0006] 고체 유기 퍼옥사이드에 대해 알려진 고체 지둔화제는 칼슘 카르보네이트이다. 칼슘 카르보네이트의 이점은, 이것이 상대적으로 저렴하고 취급이 용이하다는 점이며; 단점은 이의 흡습성 및 산 민감성이다.
- [0007] 이의 흡습성은, 이러한 코팅 조성물을 물, 습한 환경 및 오염에 매우 민감하게 만들기 때문에, 코팅 조성물에 사용되어야 하는 유기 퍼옥사이드에 대한 지둔화제로서의 이러한 물질의 적합성을 낮춘다. 이러한 문제점은 또한, 다른 흡습성 물질, 예컨대 마그네슘 설페이트에서도 존재한다.
- [0008] 또한, 이의 산 민감성은 코팅 적용, 보다 특히 산과 접촉할 수 있거나 또는 산성 성분을 함유하는 코팅에 대한 CaCO_3 의 적합성을 낮춘다. 예를 들어, CaCO_3 -함유 코팅과 산 사이의 접촉은 코팅을 저하시키고 상기 코팅으로부터의 CO_2 발생을 초래할 반응을 초래한다. 이는 명백하게도 바람직하지 못하고, 산과 접촉할 수 있는 코팅에 사용하기에 CaCO_3 -함유 퍼옥사이드 조성물을 부적합하게 만든다. 이는 또한, 코팅 조성물의 다른 성분들의 선택을 제한하며: 이러한 다른 성분들은 비-산성이어야 한다.
- [0009] 동일한 문제점들은 또한, 다른 카르보네이트 염, 예컨대 마그네슘 카르보네이트 또는 바륨 카르보네이트를 함유하는 퍼옥사이드 제형에서도 발생할 수 있다.
- [0010] 현재, 바륨 설페이트를 지둔화제로서 사용함으로써, 분리에 안정하고 코팅 적용에 보다 적합한 지둔화된 유기 퍼옥사이드 분말이 제조될 수 있는 것으로 발견되었다.
- [0011] BaSO_4 는 흡습성이 아닐 뿐만 아니라 산 민감성도 아니고, 이러한 물질의 작은 1차 입자는 투명하고, 따라서, 코팅 조성물 및 투명한 복합물 시스템에 적용하기에 이상적이다.
- [0012] 더욱이, 예상과는 달리, 크기 및 밀도가 상당히 차이 나는 2개의 분말들로부터 안정한 분말 혼합물을 제조하는 것이 가능한 것으로 발견되었다. 안정한 분말 혼합물은 하기 실시예에서 기재되는 바와 같이 가속화된 분리 시 분리되지 않는 혼합물이다.
- [0013] BaSO_4 의 1차 입자는 유기 퍼옥사이드 입자보다 상당히 더 작다. BaSO_4 는 부가적으로, 고체 유기 퍼옥사이드 (1.0-1.3 g/ml)보다 훨씬 더 높은 밀도(4.5 g/ml)를 가진다. 따라서, 당업자는 이들 분말의 혼합물이 불안정할 것으로 예상할 것이다. 놀랍게도, 이러한 혼합물은 불안정하지 않다.

발명의 내용

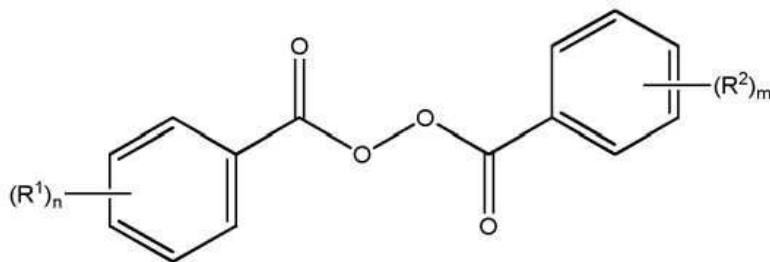
- [0014] 따라서, 본 발명은 분말 혼합물에 관한 것으로서, 상기 분말 혼합물은
- [0015] - 하나 이상의 분말화된 유기 퍼옥사이드 20 중량% 내지 90 중량%, 및
- [0016] - 하나 이상의 분말화된 충전제 물질 10 중량% 내지 80 중량%
- [0017] 를 포함하고,
- [0018] 상기 분말화된 충전제 물질 중 60 중량% 이상은 바륨 설페이트이다.
- [0019] 이러한 분말 혼합물은 분말 형태를 가지며; 즉, 이러한 분말 혼합물은 페이스트 또는 현탁액이 아니다.
- [0020] 분말 혼합물은 분말화된 충전제 물질을 10 중량% 이상, 보다 바람직하게는 20 중량% 이상, 보다 더 바람직하게는 40 중량% 이상, 가장 바람직하게는 50 중량% 이상으로 포함한다. 분말 혼합물은 분말화된 충전제 물질을 80 중량% 이하, 가장 바람직하게는 70 중량% 이하로 포함한다.
- [0021] 상기 분말화된 충전제 물질 중 60 중량% 이상, 보다 바람직하게는 70 중량% 이상, 보다 더 바람직하게는 80 중량% 이상, 보다 더 바람직하게는 90 중량% 이상, 가장 바람직하게는 100 중량% 이상은 바륨 설페이트로 이루어

진다.

[0022] 바륨 설페이트 이외의 적합한 충전제 물질은 바람직하게는 무기 충전제 물질이다. 이의 예로는, 카르보네이트, 예컨대 칼슘 카르보네이트, 마그네슘 카르보네이트 및 바륨 카르보네이트, 실리카, 카올리나이트 및 칼슘 포스페이트 등이 있다.

[0023] 본 발명에 따른 분말 혼합물에 존재할 수 있는 유기 퍼옥사이드는 20℃에서 고체인 유기 퍼옥사이드이다. 이로는, 다이벤조일 퍼옥사이드, 치환된 다이벤조일 퍼옥사이드, 다이(tert-부틸퍼옥시이소프로필)벤젠, 다이쿠밀 퍼옥사이드, 다이(다이클로로벤조일)퍼옥사이드, 다이이소프로필 퍼옥시다이카르보네이트, 다이(t-부틸사이클로헥실)퍼옥시다이카르보네이트, 다이세틸 퍼옥시다이카르보네이트, 다이미리스틸 퍼옥시다이카르보네이트 및 다이데카노일 퍼옥사이드 등이 있다.

[0024] 보다 바람직한 유기 퍼옥사이드는 다이벤조일 퍼옥사이드 및 치환된 다이벤조일 퍼옥사이드이다. 치환된 다이벤조일 퍼옥사이드는 하기 식을 가진다:



[0025]

[0026] 상기 식에서,

[0027] R^1 은 할로젠(Cl, Br 또는 F) 원자, 및 1개 내지 10개의 탄소 원자를 가진 선형 또는 분지형 알킬기, 아릴기 또는 아랄킬기로부터 선택되고, 이는 선택적으로 O, P, S 및/또는 Si-함유 관능기로 치환되며,

[0028] R^2 는 할로젠(Cl, Br 또는 F) 원자, 및 1개 내지 10개의 탄소 원자를 가진 선형 또는 분지형 알킬기, 아릴기 또는 아랄킬기로부터 선택되고, 이는 선택적으로 O, P, S 및/또는 Si-함유 관능기로 치환되며,

[0029] n 및 m은 개별적으로 0 내지 5의 범위의 정수로부터 선택되고,

[0030] n+m은 1 이상이다.

[0031] 보다 바람직한 구현예에서, n=m=1이다.

[0032] 추가의 바람직한 구현예에서, R^1 및 R^2 는 둘 다 1개 내지 6개의 탄소 원자를 가진 알킬기이다. 보다 더 바람직하게는, R^1 및 R^2 는 둘 다 메틸기이다.

[0033] 가장 바람직하게는, 유기 퍼옥사이드는 벤조일 퍼옥사이드 또는 다이(4-메틸벤조일) 퍼옥사이드이다. 다이(4-메틸벤조일) 퍼옥사이드가 가장 바람직한 유기 퍼옥사이드이다.

[0034] 분말 혼합물은 분말화된 유기 퍼옥사이드를 20 중량% 이상, 가장 바람직하게는 30 중량% 이상으로 포함한다. 분말 혼합물은 분말화된 유기 퍼옥사이드를 90 중량% 이하, 보다 바람직하게는 80 중량% 이하, 보다 더 바람직하게는 60 중량% 이하, 가장 바람직하게는 40 중량% 이하로 포함한다.

[0035] 본 발명에 따른 분말 혼합물은 물을 바람직하게는 1-30 중량%, 보다 바람직하게는 1-20 중량%, 가장 바람직하게는 5-15 중량%로 포함한다. 물은 퍼옥사이드의 분해 시 유리되는 에너지를 흡수함으로써 상기 혼합물의 안전성을 추가로 증가시키는 역할을 한다. 따라서, 물의 존재는 분말 혼합물의 보다 양호한 수송 분류화를 가능하게 한다.

[0036] 바륨 설페이트는 평균 입자 직경(d_{50})이 바람직하게는 0.1 미크론 이상, 보다 바람직하게는 0.5 미크론 이상인 1차 입자를 함유한다. 평균 1차 입자 직경(d_{50})은 바람직하게는 20 미크론 미만, 보다 바람직하게는 10 미크론 미만, 보다 더 바람직하게는 5 미크론 미만, 가장 바람직하게는 3 미크론 미만이다.

[0037] 용어 "평균 1차 입자 직경"은 부피 중앙값(d_{50})을 지칭한다. 이는, 계면활성제(Teepol CH30) 20 중량% 및 광학

농도에서 측정되는 입자 5 중량% 내지 25 중량%를 포함하는 초음파 전처리된 수성 현탁액을 사용하여 레이저 광 회절(SYMPATEC GmbH사에 의해 제작되고 QUIXEL 습식 분산액 모듈이 장착된 HELOS 레이저 광 회절 분석기)에 의해 확인될 수 있다.

- [0038] 본 발명에 따른 분말 혼합물은 2개 이상의 분말들의 혼합물을 균질화하고 탈집적화(deagglomeration)함으로써 제조될 수 있다. 상기 분말은, 상기 기재된 바와 같이 레이저 광 회절에 의해 확인되는 바와 같이 평균 1차 입자 직경(d50)이 200 미크론 미만에 도달할 때까지 분쇄된다.
- [0039] 혼합물을 균질화하고 탈집적화하는 데 다양한 장치들, 예컨대 해머 밀, 터보 밀 또는 핀 밀이 사용될 수 있다.
- [0040] 물이 상기 혼합물에 존재하는 경우, 요망되는 물 함량이 수득될 때까지 이러한 물의 일부가 분쇄 동안 또는 분쇄 후에 증발에 의해(예, 온화한 가열에 의해) 제거될 수 있다.
- [0041] 바람직한 방법에서, 물은 물-함유 분말화된 유기 퍼옥사이드 형태의 혼합물에 첨가된다.
- [0042] 보다 더 바람직한 방법에서, 5-70 중량%, 보다 바람직하게는 10-50 중량%, 가장 바람직하게는 20-40 중량%의 물을 함유하는 분말화된(치환된) 다이벤조일 퍼옥사이드가 무기 충전제의 존재 하에 분쇄된다.
- [0043] 놀랍게도, 밀도가 크게 서로 다른 2개의 분말들로부터 안정한 분말 혼합물을 제조하는 것이 가능한 것으로 발견되었다. 실온에서, 바륨 설페이트의 밀도는 4.5 g/ml인 반면, 고체 유기 퍼옥사이드의 밀도는 1.0-1.3 g/ml의 범위이다.
- [0044] 본 발명에 따른 분말 혼합물은 코팅 조성물, 폴리에스테르 수지 및 다른 라디칼적으로 경화성인 열경화성 수지에서 경화제로서 적용되고, 라디칼 중합 공정, 예컨대 (메트)아크릴 수지의 중합 공정에서 개시제로서 적용된다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0045] 실시예
- [0046] 실시예 1
- [0047] 다이(4-메틸벤조일)퍼옥사이드 및 바륨 설페이트로 된 3개의 서로 다른 조성물들을, 바륨 설페이트를 다이(4-메틸벤조일)퍼옥사이드와 수동으로 혼합함으로써 제조하였다. 생성된 혼합물을 1.5 mm 체(sieve)가 장착된 해머 밀을 사용하여 처리하여, 균질한 혼합물을 수득하였다.
- [0048] 상기 조성물들에서, 퍼옥사이드 함량 및 바륨 설페이트 유형(천연 또는 합성)은 서로 달랐다.
- [0049] 조성물 A: 65 중량% 합성 BaSO₄(Blanc Fixe micro, ex. Sachtleben Chemie GmbH; d50 = 0.7 미크론) 및 35 중량% 다이(4-메틸벤조일)퍼옥사이드.
- [0050] 조성물 B: 60 중량% 천연 BaSO₄(CIMBAR EX, ex CIMBAR Performance Minerals; d50=0.8-1.4 미크론), 및 25 중량%의 물을 함유하는 다이(4-메틸벤조일)퍼옥사이드 40 중량%.
- [0051] 조성물 C: 60 중량% 천연 BaSO₄(CIMBAR UF, ex CIMBAR Performance Minerals; d50=1.6-5.8 미크론), 및 25 중량%의 물을 함유하는 다이(4-메틸벤조일)퍼옥사이드 40 중량%.
- [0052] 각각의 조성물을, 15° 각도로 기울어져 있는 스테인리스강 실린더(직경 10-11 cm, 길이 50 cm)에 충전하고, 이의 축 주변으로 이를 20±0.5분 동안 서서히 회전시킴으로써 분리 안정성에 대해 시험하였다.
- [0053] 실린더의 상부, 중간부 및 하부로부터, 샘플을 취하고, 각각의 샘플의 활성 산소 함량을 요오드 적정에 의해 확인하였다. 이들 활성 산소 함량을 분리 시험 전의 조성물('출발 샘플')의 활성 산소 함량과 비교하였다.
- [0054] 혼합물은, 하기와 같은 경우 분리되는 것으로 여겨진다:
- [0055] $(|p_o - p_u|)/p_o > M$ 또는 $(|p_o - p_m|)/p_o > M$ 또는 $(|p_o - p_l|)/p_o > M$
- [0056] 여기서: p_o = 출발 샘플의 활성 산소 함량
- [0057] p_u = 상부층 샘플의 활성 산소 함량

[0058] p_m = 중간층 샘플의 활성 산소 함량

[0059] p_l = 하부층 샘플의 활성 산소 함량

[0060] M = 허용된 상대 편차(10%)

[0061] 3개의 조성물들에 대한 결과는 하기와 같았다:

표 1

조성물	상대 편차 (%)		
	상부층	중간층	하부층
A	2.4	2.4	0.7
B	0.9	3.0	2.9
C	2.2	1.4	0.7

[0063] 따라서, 모든 3개의 샘플들은 분리에 대해 안정한 것으로 여겨졌다.

[0064] 실시예 2

[0065] 피옥사이드 및 바륨 설페이트로 된 2개의 서로 다른 조성물들을, 바륨 설페이트를 피옥사이드와 수동으로 혼합함으로써 제조하였다. 생성된 혼합물을 1.5 mm 체가 장착된 해머 밀을 사용하여 처리하여, 균질한 혼합물을 수득하였다.

[0066] 조성물 D: 70 중량% 합성 $BaSO_4$ (Blanc Fixe micro, ex. Sachtleben Chemie GmbH; d50 = 0.7 마이크론) 및 30 중량% 다이(tert-부틸피옥시-이소프로필)벤젠.

[0067] 조성물 E: 70 중량% 천연 $BaSO_4$ (Blanc Fixe micro, ex. Sachtleben Chemie GmbH; d50 = 0.7 마이크론) 및 30 중량% 다이쿠밀피옥사이드.

[0068] 각각의 조성물을 실시예 1에 기재된 시험을 사용하여 분리 안정성에 대해 시험하였다. 그 결과는 하기와 같다:

표 2

조성물	상대 편차 (%)	
	상부층	하부층
D	2.9	0.6
E	3.3	1.7

[0070] 2개 샘플 모두는 분리에 대해 안정한 것으로 여겨졌다.

[0071] 비교예

[0072] 30 중량% 다이(4-메틸벤조일)피옥사이드 및 70 중량% 마그네슘 설페이트 헵타하이드레이트를 포함하는 조성물(ex-Sigma Aldrich)을, 마그네슘 설페이트를 다이(4-메틸벤조일)피옥사이드와 수동으로 혼합함으로써 제조하였다. 이러한 혼합 직후, 매우 습식인 혼합물을 수득하였으며, 이러한 혼합물은 분쇄할 수 없었다. 이는 마그네슘 설페이트의 흡습성(hygroscopy)으로 인한 것이었다.

[0073] 따라서, 분말 혼합물이 수득될 수 없었다.

[0074] 무수 마그네슘 설페이트를 사용하는 것은 선택사항이 아니었다. 무수 마그네슘 설페이트는 매우 흡습성이고, 물 또는 수분과 발열 반응한다. 그 결과, 물 또는 수분과의 접촉은 조성물의 온도를 증가시킬 것이고, 다이(4-메틸벤조일)피옥사이드의 분해를 초래할 수 있다.