



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2007년11월27일  
(11) 등록번호 10-0777640  
(24) 등록일자 2007년11월13일

- (51) Int. Cl.  
*C09D 5/34* (2006.01)
- (21) 출원번호 10-2002-7009436  
(22) 출원일자 2002년07월23일  
심사청구일자 2004년11월24일  
번역문제출일자 2002년07월23일  
(65) 공개번호 10-2002-0093796  
공개일자 2002년12월16일  
(86) 국제출원번호 PCT/US2001/043526  
국제출원일자 2001년11월16일  
(87) 국제공개번호 WO 2002/44255  
국제공개일자 2002년06월06일  
(30) 우선권주장  
09/724,736 2000년11월28일 미국(US)  
(56) 선행기술조사문헌  
US 05494947 A  
US 05498645 A  
WO 0037547 A1
- (73) 특허권자  
유나이티드 스테이츠 짐섬 컴파니  
미국, 일리노이 60661-3637, 시카고, 웨스트 아담스 스트리트 550
- (72) 발명자  
이모르디노, 살바토레, 씨., 주니어.  
미합중국, 위스콘신53179, 트레보르, 259  
쓰에비뉴12340  
밀러, 찰스, 제이.  
미합중국, 일리노이즈60050,  
맥헨리, 브로르손레인5018  
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인  
강성배
- 전체 청구항 수 : 총 15 항  
심사관 : 이순국

(54) 경량 레디-믹스 이음화합물

(57) 요약

본 발명의 이음화합물은 75미크론 이하의 평균입자크기를 갖고 고전단 스트레스 시험하에서 불과 1.5% 밀도증가를 나타내는 속빈 수지 마이크로스피어를 이용한다.

(72) 발명자

**시마글리오, 스코트, 에이.**

미합중국, 일리노이즈 60031,  
거니, 비터넛레인 #3044115

**피클스, 데이비드, 마틴**

영국, 브리스톨 비에스 28이제이, 사우쓰웰 스트리트, 디  
파트먼트 오브 애나토미, 유니버시티 오브 브리스톨

(81) 지정국

국내특허 : 알바니아, 아르메니아, 오스트리아, 오스트레일리아, 아제르바이잔, 보스니아 헤르체고비나, 바베이도스, 불가리아, 브라질, 벨라루스, 캐나다, 스위스, 중국, 쿠바, 체코, 독일, 덴마크, 에스토니아, 스페인, 핀란드, 영국, 그루지야, 헝가리, 이스라엘, 아이슬란드, 일본, 케냐, 키르기즈스탄, 북한, 대한민국, 카자흐스탄, 세인트루시아, 스리랑카, 리베이라, 레소토, 리투아니아, 룩셈부르크, 라트비아, 몰도바, 마다가스카르, 마케도니아 공화국, 몽고, 말라위, 멕시코, 노르웨이, 뉴질랜드, 슬로베니아, 슬로바키아, 타지키스탄, 투르크멘, 터키, 트리니다드 토바고, 우크라이나, 우간다, 우즈베키스탄, 베트남, 폴란드, 포르투갈, 루마니아, 러시아, 수단, 스웨덴, 싱가포르, 아랍에미리트, 안티구와 바부다, 코스타리카, 도미니카, 알제리, 모로코, 탄자니아, 남아프리카, 벨리제, 모잠비크, 필리핀, 에콰도르, 그라나다, 콜롬비아, 감비아, 크로아티아, 인도네시아, 인도, 시에라리온, 짐바브웨, 오만, 가나, 세르비아 앤 몬테네그로

AP ARIPO특허 : 케냐, 레소토, 말라위, 수단, 스와질랜드, 우간다, 시에라리온, 가나, 감비아, 짐바브웨, 모잠비크, 탄자니아, 잠비아

EA 유라시아특허 : 아르메니아, 아제르바이잔, 벨라루스, 키르기즈스탄, 카자흐스탄, 몰도바, 러시아, 타지키스탄, 투르크멘

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴, 핀란드, 사이프러스, 터키

OA OAPI특허 : 부르키나파소, 베닌, 중앙아프리카, 콩고, 코트디부아르, 카메룬, 가봉, 기니, 말리, 모리타니, 니제르, 세네갈, 차드, 토고, 기니 비사우, 적도 기니

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

기질에 대한 이음화합물의 결합력을 증가시키는 결합제, 물 및 충전제들을 포함하여 이루어지며,

여기에서 상기 충전제들은 하나의 충전제로서 속빈 수지 마이크로스피어를, 그리고 다른 하나의 충전제로서 분말화된 탄산칼슘, 운모, 활석, 견운모, 규조토, 점토, 애터필라이트, 세펠라이트 및 고령토, 황산칼슘 이수화물, 황산칼슘 무수석고, 황산칼슘 반수화물, 및 프로필라이트 및 펄라이트 및 팽창 펄라이트들로 이루어지는 그룹으로부터 선택되는 부가의 충전제들을 포함하며, 경량 이음화합물 총 건조중량에 대해 5 내지 52.5중량%의 양으로 존재하고, 상기 속빈 수지 마이크로스피어는 동중중합체, 공중합체, 또는 동중중합체 및/또는 하나 이상의 아크릴로니트릴 ("ACN"), 비닐이텐 클로라이드("VDC"), 또는 메틸 메타크릴레이트("MMA") 단량체로 형성된 공중합체의 혼합물로 이루어지는 그룹으로부터 선택되는 수지로 만들어지는 벽을 포함하며, 75미크론 이하의 평균 입자크기를 갖고, 고전단 스트레스 시험에서 1.5% 밀도 증가를 나타내는 것이며, 여기에서 고전단 스트레스 시험은 시험할 마이크로스피어를 물, 소포제 및 가수 규산마그네슘의 용액에 부유시켜 표준 현탁을 얻고, 이 표준 현탁액을 고속 상업적 음료 혼합기로 8분까지 혼합하여 제조 중의 마이크로스피어에 주어지는 스트레스를 자극하며, 이때의 고전단 조건은 부유된 속빈 수지 마이크로스피어를 14,000rpm으로 혼합하여 이루어지며,

상기 결합제는 라텍스 에멀전, 비닐 아세테이트, 아크릴수지, 알코올, 및 폴리 비닐 아세테이트, 에틸렌 비닐 아세테이트, 및 전분들로 이루어지는 그룹으로부터 선택되며, 경량 이음화합물 총 건조중량에 대해 1 내지 3.5 중량%의 양으로 존재하고, 그리고

잔량으로서 물을 포함하여 이루어짐을 특징으로 하는 경량 이음화합물.

### 청구항 2

제 1 항에 있어서, 방향을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 이음화합물.

### 청구항 3

삭제

### 청구항 4

제 1 항에 있어서, 상기 마이크로스피어는 25 내지 55미크론의 평균 입자크기를 갖는 것을 특징으로 하는 이음화합물.

### 청구항 5

삭제

### 청구항 6

삭제

### 청구항 7

제 1 항에 있어서, 상기 결합제가 라텍스 결합제임을 특징으로 하는 이음화합물.

### 청구항 8

제 1 항에 있어서, 상기 충전제가 팽창 펄라이트 임을 특징으로 하는 이음화합물.

### 청구항 9

제 1 항에 있어서, 폴리에틸렌 글리콜 또는 메톡시폴리에틸렌 글리콜을 추가적으로 포함하는 것을 특징으로 하는 이음화합물.

### 청구항 10

삭제

#### 청구항 11

제 1 항에 있어서, 추가적으로 제 2 충전제를 포함하고, 상기 제 2 충전제가 탄산칼슘, 황산칼슘 이수화물 또는 그의 결합을 포함하는 것을 특징으로 하는 이음화합물.

#### 청구항 12

삭제

#### 청구항 13

제 1 항에 있어서, 상기 수지 마이크로스피어가 아크릴로니트릴 공중합체 마이크로스피어임을 특징으로 하는 이음화합물.

#### 청구항 14

라텍스 결합제;

점증제;

방부제;

분산제;

탄산칼슘 충전제;

도데실 벤젠 술폰산 또는 도데실 벤젠 술폰산염; 및

속빈 아크릴로니트릴 공중합체 마이크로스피어를 포함하여 이루어지며,

여기에서 상기 속빈 아크릴로니트릴 공중합체 마이크로스피어는 75미크론 이하의 평균 입자크기를 갖고, 고전단 스트레스 시험에서 1.5% 밀도 증가를 나타내는 것이며, 여기에서 고전단 스트레스 시험은 시험할 마이크로스피어를 물, 소포제 및 가수 규산마그네슘의 용액에 부유시켜 표준 현탁액을 얻고, 이 표준 현탁액을 고속 상업적 음료 혼합기로 8분까지 혼합하여 제조 중의 마이크로스피어에 주어지는 스트레스를 자극하며, 이때의 고전단 조건은 부유된 속빈 아크릴로니트릴 공중합체 마이크로스피어를 14,000rpm으로 혼합하여 이루어지며,

상기 결합제는 경량 이음화합물 총 건조중량에 대해 1 내지 3.5중량%의 양으로 존재하고, 그리고

잔량으로서 물을 포함하여 이루어짐을 특징으로 하는 경량 이음화합물.

#### 청구항 15

제 14 항에 있어서, 상기 마이크로스피어는 25 내지 55미크론의 평균 입자크기를 갖는 것을 특징으로 하는 이음화합물.

#### 청구항 16

이음화합물이 결합제, 점증제, 방부제, 분산제 및 하나 이상의 충전제를 포함하여 이루어지며, 상기 이음화합물의 성분들을 젖은 성분으로서 속빈 수지 마이크로스피어와 물 및 건조 성분으로서 나머지 성분들을 분류하는 단계;

상기 젖은 성분들을 함께 혼합하는 단계;

상기 건조 성분들을 함께 혼합하는 단계;

상기 젖은 성분들과 건조 성분들을 주된 혼합기에서 함께 결합하는 단계;

75미크론 이하의 평균 입자크기를 갖고 고전단 스트레스 시험하에서 1.5% 밀도 증가를 나타내는 속빈 수지 마이크로스피어를 상기 주된 혼합기에 직접 첨가하는 단계; 및

상기 이음화합물이 균질하게 될 때까지 혼합하는 단계;

를 포함하며,

여기에서 고전단 스트레스 시험은 시험할 마이크로스피어를 물, 소포제 및 가수 규산마그네슘의 용액에 부유시켜 표준 현탁을 얻고, 이 표준 현탁액을 고속 상업적 음료 혼합기로 8분까지 혼합하여 제조 중의 마이크로스피어에 주어지는 스트레스를 자극하며, 이때의 고전단 조건은 부유된 속빈 수지 마이크로스피어를 14,000rpm으로 혼합하여 이루어짐을 특징으로 하는 경량 이음화합물의 제조방법.

#### 청구항 17

제 16 항에 있어서, 상기 건조 성분들 중 일부는 미리 측량되어 주머니 덤프에 놓여있는 것을 특징으로 하는 방법.

#### 청구항 18

제 16 항에 있어서, 상기 첨가단계 이전에 상기 수지 마이크로스피어를 물에 미리 분산시키는 단계를 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

#### 청구항 19

제 2 항에 있어서, 상기 방향이 바닐라 추출물을 포함함을 특징으로 하는 이음화합물.

#### 청구항 20

제 9 항에 있어서, 상기 폴리에틸렌 글리콜 또는 메톡시폴리에틸렌 글리콜이 건조 기준으로 고체 중량의 0.5 내지 2%의 농도로 존재하는 것을 특징으로 하는 이음화합물.

### 명세서

#### 기술 분야

<1> 본 발명은 석고 벽판의 인접 패널들 사이의 이음부를 채우고 코팅하는데 사용되기 위한 이음화합물용 조성물에 관한 것이다. 보다 상세하게, 도포기 피로, 작업 완성시간을 줄이고, 포장된 제품의 운송 비용을 줄이는 건식 경량 이음화합물용 조성물에 관한 것이다.

#### 배경 기술

<2> 건물 건축시, 가장 흔한 요소 중의 하나는 벽 및/또는 천장의 건축에 사용되는, 종종 건벽으로 알려져 있는 석고 벽판이다. 석고 벽판으로 제조되는 벽은 전통적으로 나무 스티드 또는 금속 뼈대에 패널을 붙이고, 인접한 패널들 사이의 이음부를 이음화합물로 불리는 특별히 제조된 접착제로 처리하여 건설된다. 건벽 패널의 측모서리는 테이퍼되어, 완성될 때 모노리스 표면이 만들어지는 방식으로 인접한 패널들 사이의, 이음매에 이음화합물이 적용되도록 한다. 이러한 과정은 일반적으로 벽판의 인접 모서리에 의해서 형성된 이음부내에 테이핑 이음화합물을 두고, 그러한 화합물내에 액체-투과성 종이 또는 유리섬유 테이프를 끼워넣어서 진행된다. 건조(또는 응고)시, 토폭 이음화합물로 불리는 제 2 코팅이 이음부 위에 적용되고, 그 후 건조시 약하게 모래로 덮을 수 있다. 제 3 또는 최종 코팅이 적용되고, 건조되고, 약하게 모래로 덮여서 건벽 이음매가 있는 곳의 표식을 감추는 매끄러운 모노리스 표면을 만든다. 다른 타입의 이음화합물은 이음 테이프를 끼워넣고 최종 코팅을 적용하는데 모두 사용될 수 있는 만능 등급이다. 특별한 적용도구의 이용을 통해 완성된 벽 및 이음부에 패턴화되거나 텍스처된 효과가 주어질 수 있다.

<3> 몇 가지 카테고리의 이음화합물이 있다. 건식 화합물은 물의 증발을 통해서 경화하는 반면에, 세팅식 이음화합물은 경화과정 중에 물과 화학적으로 반응한다. 세팅식 이음화합물은 일반적으로 스티코우 또는 파리의 플라스틱으로도 알려져 있는 황산칼슘 반수화물을 베이스로서 이용한다. 물이 세팅식 분말에 첨가될 때, 수화반응을 통해서 황산칼슘 반수화물과 반응하여 엇갈린 매트릭스의 황산칼슘 이수화물 결정을 형성한다. 엇갈린 결정 매트릭스는 화합물에 증가된 강도를 부여한다. 건식에 대한 세팅식 이음화합물의 잇점은 완성된 이음부의 전체적인 강도로, 그것은 수축 및 균열을 덜하게 할 뿐만 아니라 추가되는 마무리 전에 이음화합물이 완전히 건조되도록 기다려야 하는 지배를 받지 않게 한다. 건식 이음화합물은 일반적으로 레디 믹스(ready mixed) 형태이기 때문에, 제조자에 의해서 첨가되고 혼합되는 물과 사용되기 쉬운 잇점을 갖는다. 제 3 형태의 이음화합물은 황산칼슘 반수화물계화합물의 세팅 작용과 레디 믹스 화합물의 이용의 용이성을 결합시킨다. 레디 믹스 세팅식 이

이음화합물의 성질은 참고문헌으로 인용된 미국특허 제5,746,822호에 개시되어 있다.

- <4> 경량의 이음화합물은 윌리엄(Williams)의 미국특허 제4,454,267호 및 스트러스. 펄라이트(Struss, Perlite)의 미국특허 제4,657,594호와 같은 종래기술에 공지되어 있으며, 그것은 흑요석과 유사한 유리같은 암석 형태로, 분말의, 열 팽창된 것이고, 실리콘계 화합물로 즉시 표면처리 되어 이음화합물에 사용되기 위한 경량의 충전제를 제공한다. 특별한 처리는 팽창 펄라이트를 물에 둔감하게 만들어 그것은 모세관 작용에 의해 물을 빨아들이지 않는다. 코팅된 펄라이트의 물-둔감성에도 불구하고, 젖어 분산되기 위해서 일정한 양의 유용한 물을 여전히 필요로 한다. 많은 양의 펄라이트를 이용하면 이음화합물의 전반적인 물 요구량, 건조시간, 강도, 결합, 점도 및 표면 흡수 특성에 부정적인 영향을 준다. 팽창 펄라이트는 또한 이음화합물의 물리적 성질을 더 열화시킬 수 있는 혼합 중의 파괴에 영향을 받기 쉽다.
- <5> 몬트고메리(Montgomery) 등의, 미국특허 제4,824,879호는 이음화합물의 밀도와 수축을 감소시키기 위해서 팽창 펄라이트 또는 속빈유리 마이크로스피어(hollow glass microspheres)를 첨가하는 것을 가르친다. 상기 설명한 바와 같이, 일정한 물리적 성질의 저하없이 이음화합물에 이용될 수 있는 펄라이트의 양에 대해서 한계가 있다. 유리 마이크로스피어가 사용될 수 있으나, 그들은 파손되기 쉽다. 마이크로스피어가 깨져 열릴 때, 그들은 깨진 구에 의해서 뒤에 남은 공극을 물과 다른 첨가제로 채움으로 인해 생성 이음화합물의 밀도를 매우 증가시킨다. 그런 다음에, 우리는 가라앉는 경향이 있고, 분산되기 어려워서 유동학적 성질에 바람직하지 않은 변화를 가져온다. 파손이 생길 때마다, 밀도 증가를 보상하기 위해서 보다 많은 마이크로스피어가 첨가되어야 하며, 차례로 제제화(formulation)의 비용을 증가시킨다. 유리 및 펄라이트는 또한 생성될 수 있는 먼지 때문에 불리하다. 유리 마이크로스피어는 크기 및 밀도에 한계가 있다. 이러한 한계는 전체적인 밀도를 낮추기 위해서 제제화에 더 많은 양이 첨가될 것을 요한다.
- <6> 세팅식 이음화합물에 폴리아크릴레이트 마이크로스피어를 이용하는 것은 카플란(Kaplan)의 미국특허 제5,494,947호에 개시되어 있다. 이러한 문헌은 응고 후에 유연하게 남아있는 조립식 벽 및 천장에 사용되어, 조립식 유니트의 운송 및 최종 조립 과정의 균열을 최소화하는 이음화합물에 관한 것이다. 이러한 폴리아크릴레이트 수지의 표면 화학은 그것이 물 속에서 쉽게 분산되기 보다는 그 자체에 붙는 경향이 있어서, 수용성 매질에서 분산되기 어려워 일반적으로 용인할 수 없는 덩어리를 형성하는 결과를 가져온다.
- <7> 따라서, 본 발명의 목적은 물의 밀도보다 작은 최종 이용 밀도를 갖는 개선된 경량 이음화합물을 제공하는 것이다.
- <8> 본 발명의 목적은 또한 매끄러운 완성된 표면을 제공하는 개선된 경량 이음화합물을 제공하는 것이다.
- <9> 본 발명의 또 다른 목적은 제조 및 최종 사용 중에 파손되는 경향을 최소화하는 마이크로스피어를 이용한 개선된 경량의 이음화합물을 제공하는 것이다.
- <10> 본 발명의 또 다른 목적은 수용성 매질에서 쉽게 분산되는 마이크로스피어를 이용한 개선된 경량의 이음화합물을 제공하는 것이다.

### 발명의 상세한 설명

- <11> 상기 열거한 목적들은 속빈 수지 마이크로스피어가 경량 이음화합물에서 충전제로서 특징을 나타내는 본 발명에 의해서 부합되거나 본 발명은 상기 목적들을 능가한다. 본 발명의 제제화를 이용하여 물의 밀도보다 작은 밀도를 얻을 수 있다. 유리 마이크로스피어와 동일한 중량 퍼센트의 수지 마이크로스피어를 이용하면 유리에 대한 수지의 훨씬 더 작은 밀도로 인해 밀도에 큰 변화를 준다. 수지 마이크로스피어는 또한 유리 마이크로스피어가 폴리비닐 알코올과 사용될 때 이음화합물이 강화되거나 겔이 되게 하는 보고된 역상호작용이 생기지 않도록 한다.
- <12> 보다 구체적으로, 본 발명의 이음화합물은 적어도 하나의 결합제 및 하나 이상의 충전제와 함께, 75미크론 이하의 평균 입자크기를 갖는 속빈 수지 마이크로스피어를 포함하고 고전단 시험에서 불과 1.5% 밀도증가를 나타내는 적어도 하나의 충전제를 포함한다. 경량의 충전제로서 속빈 수지 마이크로스피어를 사용하면 물보다 작은 밀도를 갖는 매우 가벼운 이음화합물의 제제화가 제공되고, 건벽 위에 적용될 때 과립상 표면을 나타내지 않음과 동시에, 적용 특성을 향상시킨다. 마이크로스피어는 특히, 케이크로도 알려져 있는, 미리 젖은 형태로 첨가될 때, 다른 성분들과 쉽게 혼합된다.
- <13> 수지 마이크로스피어는 유리 마이크로스피어의 밀도보다 밀도가 훨씬 낮다. 이러한 낮은 밀도 때문에, 유리 마이크로스피어에 비해서 결과적인 부피에서 동일한 변화를 얻는데 더 적은 수지 마이크로스피어가 요구된다. 이

는 이음화합물의 다른 성질에 악영향을 주지 않으면서 매우 경량의 이음화합물을 제조하게 한다.

- <14> 하기 설명에서, 모든 퍼센트는 건조 기준으로 모든 고체의 중량으로서 계산되었다.
- <15> 본 발명의 경량 이음화합물은 75미크론 이하의 평균 입자크기를 갖는 속빈 수지 마이크로스피어를 포함하고 고전단 시험에서 불과 1.5% 밀도증가를 나타내는, 하나 이상의 충전제 및 결합제를 포함한다. 바람직한 실시예는 습식 또는 건식 중 어느 하나의 이음화합물에 아크릴로니트릴 수지 마이크로스피어를 사용한다.
- <16> 바람직하게, 이음화합물은 결합제, 충전제, 점증제, 방부제 및 분산제로 이루어져 있다. 경량의 이음화합물 뿐만 아니라 전통적인 이음화합물에도 본 발명의 제제화가 유익하다. 이음화합물의 정확한 이용 및 원하는 성질에 따라서 많은 선택적인 성분들이 이음화합물에 첨가되기에 적합하다.
- <17> 이음화합물에 이용되기에 적합한 모든 결합제는 본 발명에 이용되기에 적합하다. 결합제는 그것의 기질, 일반적으로 건벽에 대한 이음화합물의 부착을 강화하는데 이용된다. 허용가능한 결합제는 라텍스 에멀전, 비닐 아세테이트, 아크릴수지, 알코올, 및 폴리 비닐 아세테이트, 에틸렌 비닐 아세테이트, 및 전분과 같은 분산가능한 분말을 포함하나 이에 한정되지 않는다. 라텍스 결합제가 본 발명에서 바람직하다. 전형적인 이음 경량 화합물에서의 라텍스 결합제의 농도는 총 건조량의 약 1% 내지 약 2.5%의 범위이다. 전형적인 경량 이음화합물내 결합제의 농도는 1% 내지 약 3%의 범위이다. 본 발명에서 결합제의 농도는 밀도의 추가적인 강하 및 유지되는 허용가능한 부착성질에 대한 효과를 보충하기 위해서 종래의 경량 이음화합물에 비해서 보통 약간 더 높다. 본 발명에서, 라텍스 결합제의 농도는 약 1% 내지 약 3.5%이다.
- <18> 본 발명의 이음화합물내 핵심 성분은 일정한 물리적 성질에 부합하는 속빈 수지 마이크로스피어이다. 본 발명에 이용되기에 적합한 바람직한 셸(shell) 수지는 동중중합체, 공중합체, 또는 동중중합체 및/또는 하나 이상의 아크릴로니트릴 ("ACN"), 비닐이텐 클로라이드("VDC"), 또는 메틸 메타크릴레이트("MMA") 단량체로 형성된 공중합체의 혼합물이다. 특히 바람직한 수지는 폴리아크릴로니트릴 ("PACN"), 폴리비닐이텐 클로라이드("PVDC"), ACN 및 VDC로부터 형성된 공중합체, 및 ACN, VDC, 및 MMA로부터 얻은 공중합체이다. 마이크로스피어는 붕괴되지 않고(깨지기 쉽지 않은) 압축에 대해 높은 탄성을 증명하며 일반적인 이음 처리 제조과정 및 뒤이은 고객 조제품의 발휘된 전단 스트레스(전단-안정성)를 잘 견딜 수 있다. 점증된 수용액내 마이크로스피어의 표준 현탁액에 해밀톤 비치®모델번호 930 상업적 음료 혼합기에서 14,000RPM으로 8분동안 고전단 혼합이 수반되고, 제조과정 동안 마이크로스피어에 부여되는 스트레스를 자극한다.
- <19> 마이크로스피어의 바람직한 밀도는 약 0.009 내지 약 0.13g/cc이다. 이러한 밀도 범위의 마이크로스피어는 이음화합물의 전체적인 부피를 증가시키는데 최상의 효과를 갖는다. 그러나, 그들은 중량에 의한 측정 및 마이크로스피어의 첨가를 허용하기에 여전히 충분히 무겁다.
- <20> 마이크로스피어의 물속에서의 균질한 분산은 매끄러운, 균일한 표면의 완성된 이음화합물을 얻는데 중요하다. 마이크로스피어가 적당히 분산되지 않는다면, 용인할 수 없는 덩어리가 많은 텍스처가 생긴다. 분산하기 어려운 수지 마이크로스피어 또한 이음화합물 제조 시간을 증가시킨다. 미분산된 마이크로스피어가 존재하는 일부 제조 상황에서, 이음화합물 제조 효능은 감소하고 단위 비용은 증가한다.
- <21> 마이크로스피어의 입자크기는 전통적인 혼합물에 비해서 완성된 이음화합물의 표면 텍스처에 두드러진 차이가 없을 정도로 바람직하게 충분히 작다. 일반적으로, 이는 마이크로스피어가 75미크론 이하의 평균 직경을 갖는 것을 의미한다. 입자가 너무 작을 경우, 표면과 부피의 비는 전체적인 밀도를 낮추기 위한 마이크로스피어의 능력을 감소시킬 것이다. 마이크로스피어 입자크기의 바람직한 범위는 직영이 약 25 내지 55미크론이다.
- <22> 마이크로스피어는 또한 매우 소수가 제조 중 관찰되는 혼합 조건하에서 파괴될 정도로 충분히 강하다. 이음화합물의 중량을 감소시키도록 작용할 때, 마이크로스피어는 그들이 손상되지 않고 남아있는 동안에만 계속된다. 그들이 파괴될 때, 그들은 붕괴되어 다른 더 무거운 물질과 함께 액체가 후에 남는 공극을 채우게 한다. 그런 다음에, 이음화합물 자체가 농축되고, 밀도의 증가와 함께 부피의 손실이 관찰된다. 파괴는 일부 혼입공기를 고려하여 계산된 이론적 밀도와 혼합물의 실제 밀도를 비교하여 알아낼 수 있다. 마이크로스피어가 제조과정동안 붕괴된다면, 결과적인 이음화합물의 밀도는 부피의 손실 및 밀도의 증가를 보상하기 위해서 훨씬 더 많은 구가 첨가될 것을 요하면서, 증가할 것이다. 깨지기 쉽지 않은 전단 안정한 마이크로스피어의 선택적인 이용은 보통 이음화합물의 밀도 증가, 전체적인 예상 부피의 감소, 및 더 낮은 제품 산출량에 의해서 나타나는 파괴 및 붕괴를 막도록 돕는다.
- <23> 마이크로스피어가 붕괴되도록 하는 다른 많은 스트레스가 이음화합물의 제조 중에 존재한다. 마이크로스피어 강도에 대한 가장 큰 스트레인은 이음화합물의 제조 중, 혼합의 전단힘에 의한 스트레스와 물질 전달 중의 압력

이 마이크로스피어 셀 벽의 중간물을 이끄는 위치에 존재한다. 수지 타입, 구 크기, 셀 두께, 및 화학적 환경은 모두 마이크로스피어가 가공 및 최종 사용 스트레스를 견디는 능력에 관련된다.

<24> 본 발명에 이용되기에 적합하게 되기 위해서, 생성물 밀도의 증가에 의해 측정되는 것과 같은, 수지 마이크로스피어 붕괴는 고 스트레스 시험에서 불과 1.5% 밀도 증가에 한정된다. 본 발명의 목적을 위해서, 그러한 시험 하에서, 마이크로스피어는 물, 소포제 및 가수 규산마그네슘, 예를 들어, 라포나이트®RD(사우썬 클레이 프로덕트사, 콘졸라스, 텍사스)의 용액에 부유된다. 이러한 시험에 이용된 소포제는 하이마 D-829(레인보우 케미컬사,레이크 블러프, 일리노이)였다. 표준 현탁액을 해밀톤 비치®모델번호 930 고속 상업적 음료 혼합기로 8분까지 혼합하면 제조 중의 마이크로스피어에 주어지는 스트레스를 자극한다. 고전단 조건은 부유된 속빈 수지 마이크로스피어를 14,000rpm으로 혼합하여 이루어진다. 혼합기에는 세로 6½" 직경의 스피들이 장착되어 있다. 스피들의 저부에는 완전히 연장될 때 날개 끝에서 날개 끝까지 치수가 1½"인 네 부분의 교반기 버튼이 있다. 단단한, 1" 디스크 교반기가 교반기 버튼으로부터 스피들 위 1¼"에 위치한다. 표준용액을 깊이가 6¼"인 스테인레스틸 컵에 붓고 8분 동안 혼합하였다.

<25> 현탁제를 포함하는 현탁액은 마이크로스피어의 낮은 밀도가 대부분의 용매에서 중간 분리를 이끌어, 밀도 측정을 비실용적으로 만들기 때문에 필요하다. 합성적으로 제조된 가수 규산마그네슘은 물에서 제조될 때, 우수한 현탁힘으로, 경량의 마이크로스피어가 상부로 부유되어 분리되는 것을 방지하면서, 높은 틱소트로픽(thixotropic) 용액을 만든다. 현탁 보조제로서 가수 규산마그네슘의 이용에 부가해서, 초기 혼합 및 연이은 고전단 시험 중의 혼입공기의 수준을 최소화하기 위해서 소포제가 이용된다.

<26> 하기 표 1에 나타낸, 표준 수용성 현탁액은 마이크로스피어 샘플에 대한 고전단의 효과를 평가하기 위해서 사용되었다.

표 1

첨가순서	원료	양(그램)	비중	퍼센트
1	물	550	1.0	93.94%
2	하이-마 D-829	1.5	N/A	0.26%
3	라포나이트®RD	14	2.0	2.39%
4	엑스판셀®	20	0.15	3.42%

<28> 사용된 원료의 양 및 그에 대응하는 비중에 기초해서, 마이크로스피어가 있고 없는 수용성 현탁액의 이론적 밀도를 계산하여 표 2에 기재하였다.

표 2

마이크로스피어가 없는 이론적 밀도	8.451b/gal(1.01g/cc)
마이크로스피어가 있는 이론적 밀도	7.061b/gal(0.85g/cc)

<30> 하이-마 D-829 소포제를 실온(73°F)의 물 550그램에서 약하게 교반한 다음에 라포나이트®RD 가수 규산마그네슘 14 그램을 첨가하였다. 용액을 해밀톤 비치®모델번호 930 혼합기를 이용하여 고전단하에서 20분동안 혼합하였고 그 지점에서 용액의 밀도를 가르드코 미국 갤런 컵당 표준중량을 이용해서 측정하여 갤런당 8.436파운드(1.0106g/cc)인 것으로 밝혀졌다. 20그램의 엑스판셀®091WE 마이크로스피어를 공기의 혼입을 최소화하도록 주의하면서, 맑은 점증된 액체에 수동식으로 혼합하였다. 마이크로스피어 현탁액의 밀도는 고전단 혼합 전에 가르드코 미국 갤런 컵당 표준중량을 이용하여 측정하였다. 그런 다음에 현탁액을 해밀톤 비치®모델번호 930 혼합기를 이용하여 2분 증가량으로 고전단하에서 혼합하였다. 각각의 2분 증가량 후에 마이크로스피어의 생존을 결정하기 위한 밀도 측정이 수반되었다. 표 3은 각 2분 고전단 노출 전후 마이크로스피어의 현탁액에 대해서 측정된 밀도를 나타낸다.

표 3

혼합시간 (분)	밀도		%부피 (감소)
	갤런당 파운드	(g/cc)	

0분	6.569	(0.7870)	
2분	6.632	(0.7945)	0.75%
4분	6.666	(0.7986)	1.15%
6분	6.671	(0.7991)	1.21%
8분	6.672	(0.7993)	1.22%

<32> 표 4는 경량의 이음화합물의 제조에 충전제로서 사용되기에 바람직한 마이크로스피어 성질을 요약하였다.

#### 표 4

<33> 마이크로스피어 셀 조성물	PACN, PVDC. MMA가 있거나 없는
입자크기(중량 평균 직경)	25-55미크론
밀도(g/cc)	0.009-0.13
물에서 매우 분산가능한	예
깨지기 쉽지 않은	예
전단 안정	예
용매저항	예
"젖은 케이크 형태"로 이용가능한	예
젖은 케이크 형태의 고체 함량 %	10-30

<34> 마이크로스피어의 제조에 이용되는 가장 바람직한 중합체 수지는 스웨텐, 노벨 공업의 익스판셀®091 WE에 사용된 것과 같은, PACN이다. 이러한 마이크로스피어의 수지 셀은 혼합의 전단힘과 이음화합물의 제조시 물질 전달 중의 압력에 의해서 생기는, 스트레스에 대해서 허용가능한 저항을 입증하였다. 이러한 마이크로스피어의 평균 입자크기는 75미크론 이하이며, 경량 제제화에 채택될 때, 결과 물질은 매끄러운, 비-과립상 표면을 입증하였다. 마이크로스피어는 또한 특히 물속에서 분산되기 쉬운 미리 젖은 케이크(10중량%)에 제공된다. PVDC는 마이크로스피어의 제조시, 임의로 PACN과 결합해서, 또는 단독으로 사용된다. 일부 경우에, MMA는 PVDC 및/또는 PACN과 결합해서 이용된다.

<35> 참고문헌으로 결합된, 미국특허 제4,722,943호 및 제5,342,689호에 개시된 것과 같은 코팅된 마이크로스피어 또한 유용하다. 코팅은 제조과정 및 그 다음의 이용동안 자유 유동 보조제로서 작용하나, 코팅은 물질의 밀도에 크게 가산하여 전체적인 이음화합물 제제화 밀도에서 동등한 강하를 얻기 위해서 더 큰 농도를 요구한다. 제제화는 마이크로스피어에 이용된 코팅제의 증가된 수준을 보상하기 위해서 바람직하게 조정되나, 이는 추가적인 가공시간 및 장치를 요할 것이다.

<36> 본 발명의 이음화합물은 이용될 충전제 중 하나로서 수지 마이크로스피어를 포함한다. 추가적인 충전제의 이용은 이음화합물에 특정한 성질을 부여하기 위해서 바람직하다. 특히, 건식 제제화를 위해서 바람직한 추가 충전제는 미세하게 분말화된 탄산칼슘이다. 보통 이음화합물의 건중량의 적어도 약 50중량%를 포함하고 일반적으로 건중량의 약 50-98%의 범위에 놓이는 건조 분말이다. 운모, 활석, 견운모, 규조토, 점토, 애터필라이트, 세펠라이트 및 고령토, 황산칼슘 이수화물, 황산칼슘 무수석고, 황산칼슘 반수화물, 및 프로필라이트와 같은 부가적인 충전제도 적합하다. 모든 충전제와 모든 결합제의 비는 바람직하게 약 15:1 내지 약 5:1의 범위이다.

<37> 필라이트 또는 팽창 필라이트는 화합물의 중량이 중요한 경우 마이크로스피어에 첨가해서 사용될 수 있는 또 다른 경량 충전제이며, 바람직한 실시예의 경량 제제화에 이용된다. 경량 이음화합물에 팽창 필라이트를 이용하는 것은 참고문헌으로 인용된 미국특허 제4,454,267호에 개시되어 있다. 팽창 필라이트는 많은 크랙과 균열을 포함하는 매우 경량의 물질이다. 물질이 모세관 작용에 의해서 흡수된 물로 인해 중량이 증가하지 않도록 참고로 인용되어 있는 미국특허 제4,525,388호의 가르침에 따라서 처리되어야 한다. 처리된, 팽창 필라이트는 이용될 경우 바람직하게 물을 제외한 이음화합물의 모든 성분들의 중량에 기초해서 적어도 5%의 농도로 존재한다.

<38> 이음화합물과 기질간의 결합은 점증제, 가소제 및/또는 폴리비닐 알코올 분말의 첨가에 의해서 향상된다. 셀룰로오스성 점증제는 가장 우수한 결과를 제공하는 메토셀®240S와 함께 바람직하다. 통상적인 셀룰로오스성 점증제, 예를 들어, 에틸하이드록시 에틸셀룰로오스, 하이드록시프로필 메틸셀룰로오스, 메틸하이드록시프로필 셀룰

로오스 및 하이드록시에틸 셀룰로오스 또한 본 발명의 이음화합물에 적합하다. 셀룰로오스성 점증제의 농도는 이음화합물 성분들의 건중량의 약 0.05% 내지 약 2%의 범위이다.

- <39> 폴리에틸렌 글리콜("PEG") 및/또는 메톡시폴리에틸렌 글리콜은 존재하는 이음화합물에 선택적으로 첨가될 수 있다. 이러한 첨가제 중 어느 하나가 경화된 이음화합물의 표면 흡수 성질을 제어하는데 이용될 수 있다. 이러한 첨가제는 또한 물질의 습도 및 저하를 개선한다. 이용될 경우, PEG는 이음화합물의 건중량의 약 0.1% 내지 2% 범위의 농도로 첨가된다.
- <40> 본 이음화합물의 다른 바람직한 첨가제는 계면활성제, 습윤제, 비누 및 알킬 벤젠 술포산염을 포함한다. 비누, 또는 세제는 많은 가능한 작용기로부터 선택된, 산, 염기, 향균제, 재부착방지제, 색소, 방향, 소포제, 거품제, 하이드로트로프, 모이스처라이저, 방부제, 용매, 점증제 또는 계면활성제를 포함하나 이에 한정되지 않는 성분들의 복합 혼합물이다. 알킬벤젠 술포산염은 참고문헌으로 인용된, 균열, 크레이터링 및 수축 감소용 이음화합물 첨가제에 대한 공동출원 미국특허출원 제 \_\_\_\_\_호에서 개시하는 바와 같이, 이러한 특성의 제제화에 특히 유용한 특정한 계면활성제이다. 본 발명의 바람직한 이음화합물은 크레이터 저항, 크랙 저항 및 수축감소를 포함한 이음화합물의 몇 가지 성질을 개선하기 위해서 나트륨 도데실 벤젠 술포산염을 이용한다. 경량 이음화합물에서, 비누 및 알킬 벤젠 술포산염 또한 이음화합물의 밀도를 감소시키도록 도와준다.
- <41> 본 발명의 제제화를 이용하여 이음화합물의 밀도의 상당한 감소를 얻을 수 있다. 바람직한 생성물 밀도는 갤런당 8.35파운드이하, 물의 밀도 이하이다. 가장 바람직한 실시예에서, 갤런당 8파운드 이하의 밀도를 갖는 생성물을 얻는다.
- <42> 수지 마이크로스피어의 이용은 또한 결과적으로 전통적인 이음화합물에 비해서 다른 냄새를 갖는 이음화합물이 생성되게 한다. 원한다면, 이음화합물의 냄새를 보다 좋게 하기 위해서 바닐라 추출물과 같은 향기가 첨가될 수 있다.
- <43> 적당한 점도를 얻기 위해서 레디-믹스 이음화합물에 물이 첨가된다. 그러나, 경량 제제화를 만들 때, 화합물내 물의 양을 최소화하도록 주의하여야 한다. 원하는 완성된 생성물 밀도가 물 자체의 것보다 작을 때 생성물의 밀도에 물이 첨가된다. 부가해서, 물의 수준이 최소화될 때, 수축 및 균열에 대한 저항이 강화된다. 마이크로스피어가 분산을 돕기 위해서 코팅될 때, 코팅 또한 이음화합물의 전체적인 중량에 기여한다. 마이크로스피어에 첨가된 코팅제의 퍼센트를 보상하기 위해서 제제화내 충전제의 전체적인 수준을 감소시킬 필요가 있을 수 있다.
- <44> 미리 젖은 수지 마이크로스피어 케이크로 레디-믹스 이음화합물을 제조하는 것은 전통적인 충전제로 이음화합물을 제조하는 것과 비교해서 다른 가공방법을 요한다. 전통적으로, 젖은 성분과 건조한 성분이 첨가되고 주된 습식 혼합기로 이동하기 전에 개별적으로 혼합된다. 마이크로스피어가 미리 젖은 케이크에 공급될 때, 그들의 고유의 경량 성질 때문에 젖은 성분 시스템의 이동 라인을 방해하는 경향이 있다. 건조 성분이 90%와 같이 높은 수분의 충전제 케이크와 접촉할 때 젖어 버리기 때문에, 젖은 충전제 케이크 또한 건조 성분 시스템에 도입될 때 덩어리가 생기게 한다. 방해, 이동 라인의 오염, 및 미리 젖은 건조한 첨가제의 덩어리를 방지하기 위해서, 수지 마이크로스피어는 다른 성분들과 분리되어 있는, 주된 혼합기에 직접 첨가된다. 마이크로스피어에 부가해서, 시간 조절은 중요하지 않다. 마이크로스피어는 젖은 성분 그룹 또는 건조 성분 그룹의 일부로서 첨가되지 않는 한, 다른 성분들의 첨가 전, 첨가 중 또는 후에 적합하게 첨가된다.
- <45> 원한다면, 미리 젖은 수지 케이크는 먼저 물에 분산된 다음에 주된 혼합기로 직접 펌프로 퍼올려질 수 있다. 수지 마이크로스피어는 물보다 상당히 더 가볍고, 물의 표면에 뜨는 경향이 매우 크다. 따라서, 주된 혼합기로의 펌핑 중에 분산된 상태로 유지하기 위해서 슬러리를 완전하게 혼합하는데 중요하다. 젖은 충전제 케이크를 유체화하는데 이용된 물은 보통 주된 혼합기에 직접 첨가된 혼합 물에서 제거된다. 따라서 최종 레디-믹스 이음화합물 생성물내 물의 양은 조정되어야 한다.
- <46> 수지 마이크로스피어의 건조 분말형태가 다른 건조 성분들과 혼합될 수 있으나, 구 밀도가 매우 낮기 때문에 주의해야 한다. 그들은 공기로 쉽게 분산되어, 천천히 가라앉는 구름을 형성한다. 공기로의 방출을 최소화하도록 분말을 처리하는 것이 바람직하다.
- <47> 이음화합물의 혼합은 바람직하게 전통적인 이음화합물에 비해서 더 낮은 전단에서 실시된다. 높은 점도 혼합은 구에 고전단을 만든다. 이음화합물의 밀도는 마이크로스피어가 파괴될 때 증가한다. 혼합의 전단 스트레스를 마이크로스피어 셀벽이 손상되는 지점 이하로 유지함으로써 파괴가 최소로 되도록 주의를 기울여야 한다.
- <48> 충전 위치로 이동하기 전에 혼입된 공기를 제거하기 위해 진공을 이용하면 이러한 이음화합물에 부정적인 영향

을 준다. 마이크로스피어의 벽 강도가 진공이 적용될 때를 초과한다면, 마이크로스피어의 셀은 스트레스를 받아서, 붕괴되고 이음화합물이 고밀화되는 결과를 가져올 것이다. 진공이 이용될 때 특히 주된 혼합기와 충전 위치 사이의 밀도가 증가하고, 그것은 마이크로스피어의 파괴와 함께 혼입공기의 감소로 인한 것이다. 제조 시험은 제제화가 더 낮은 점도에서 혼합될 때 이동 중 진공을 불필요하게 만드는 더 적은 공기를 혼입하는 경향이 있다는 것을 보여주었다.

<49> 하기 실시예는 일차적인 제조 시험에 의한 것이다. 시험의 목적은 경량 수지 마이크로스피어와 레디 믹스 이음화합물 제조 시스템의 결합가능성을 결정하는 것이다.

## 실시예

<50> 실시예 1(비교 실시예)

<51> 알버타, 캘거리, 캐나다 석고사로부터 입수가 가능한 CGC 만능 라이트 이음화합물을 대조구 레디-믹스, 만능 이음화합물로 선택하여 비교 목적으로 벤치마크하였다. 제제화는 속빈 열가소성 수지 마이크로스피어, 폴리에틸렌 글리콜, 또는 알킬 벤젠 술폰산염을 포함하지 않았다.

<52> 표 5에 나타난 바와 같이, 대조 시험은 점도 측정 뿐만 아니라 혼합기 및 충전위치 밀도를 벤치마킹하는 것을 포함하였다.

표 5

<53>

대조 배치 플랜트 시험 데이터	
혼합기 밀도	8.58ppg (1.03g/cc)
충전위치 밀도	9.62ppg (1.15g/cc)
혼합기 점도	375 브라벤더 유닛
충전위치 점도	560 브라벤더 유닛

<54> 추가적인 시험이 실험실에서 실시되었으며, 표 6에 구체적으로 기재하였다. 갬런컵 당 가드너 중량을 이용하여 밀도를 결정하였다. 건조 이음화합물 1/8" 두께의 패널에 변형된 414 듀로미터로 경도를 시험하였다. 손수건 및 도포기 도구 양자로 이음화합물의 적용 성질을 시험하였다. 적용의 용이함은 10을 최고로 하여, 1-10의 등급으로 주관적으로 판단하였다.

표 6

<55>

대조 배치 실험실 데이터	
시험 점도, 브라벤더 유닛	300
고체	53.49%
수축	20.03%
계산 밀도	9.03ppg(1.08g/cc)
실제 밀도	9.11ppg(1.09g/cc)
손수건 적용 성질	8
도구 10" 압 박스 적용 성질	7
실온 부착	우수
냉운 기후 부착	조악
고온 기후 부착	양호
평균 1/8" 표면 강도	84.3
건조후 틈 균열의 존재	무
건조후 체크 균열의 존재	소수

<56> 부착시험을 특정한 온도 및 습도 수준에서 실시하였다. 부착시험 건본을 각제어환경에서 24시간동안 경화되게 하였다. 실온 부착시험을 75°F 및 50% 상대습도에서 실시하였다. 추운 및 더운 기후시험은 40°F, 80% 상대습도와 90°F, 90% 상대습도에서 각각 실시하였다.

<57> 실시예 2

<58> 하기 시험 배치 제제화는 경량 속빈 수지 마이크로스피어를 포함하는 레디 믹스 이음화합물의 제조가능성을 결정하기 위해서 평가되었다.

## 표 7

<59>

실시예 2 제제화			
원료	lbs.	(kg)	퍼센트
이마스코®200	1468	(667)	74.07%
실브리코®#35-34	242	(110)	12.21%
수퍼젤 B	75	(34)	3.78%
메토셀®240S	11	(5)	0.55%
메토셀®J75MSN	6	(2.7)	0.30%
폴리비놀 BP05S	4	(1.8)	0.20%
아질산나트륨	2.11	(.96)	0.11%
아미칼®48	0.38	(.17)	0.02%
나산®78-5692	112	(51)	5.65%
누오셉트®95	2.5	(1.14)	0.13%
카보왁스®8000	17	(7.7)	0.86%
엑스판셀®091WE	42	(19.1)	2.12%
총 건조량	1981.99	(900.9)	
첨가된 혼합수	1318.51	(599.32)	
이론밀도	8.401ppg	(1.006g/cc)	

<60> 각 주머니가 대략 18.8 습식 파운드(8.5kg.)의 엑스판셀®091WE 마이크로스피어를 함유하는 2½주머니가 각각 첨가되고 각각 50갤런(189.1ℓ) 스테인레스 스틸 탱크 속의 25갤런(94.6ℓ)의 물과 혼합되었다. 3인치 프로펠러 타입 교반기가 있는 표준 라이팅™ 혼합기를 사용하여 균질한 슬러리가 관찰될 때까지 마이크로스피어를 혼합하였다. 넓은 층의 수지 마이크로스피어가 탱크 액체 위에 부유하여 불충분한 혼합이 생겼는지에 대해서 관심있게 하는 것이 관찰되었다. 연이은 실시예에서, 표면층의 적당한 혼합을 확실히 위해서 제 2 프로펠러 혼합기가 첨가되었다. 마이크로스피어를 분산하는데 사용된 물은 일반적으로 주된 혼합기에 첨가된 처음 물에서 제거되었다. 건조한 벌크 성분들의 무게를 재고 건조한 용기에 넣었다. 살균제와 같은 비-벌크 건조 첨가제를 측량하여 백 덤프에 넣은 다음에 건조 용기로 옮겼다. 건조 용기 속의 첨가제를 주된 습식 혼합기로 이동하기 전에 혼합하였다. 벌크 액체 성분들 대기탱크 속에서 계량하였다. 액체 보유탱크 및 건조 혼합기 양자의 내용물을 마이크로스피어 슬러리 및 충분한 물과 함께 큰 주된 습식 혼합기에 전달하여 혼합될 때 첨가제가 부드러운, 반죽 같은 굳기를 형성하였다. 그런 다음에 최적의 혼합 점도를 얻기 위해서 제 2 부분의 물이 첨가되었다. 그런 다음에 포장 전에 잘 조정된 생성물 점도에 트립 물이 첨가되었다.

## 표 8

<61>

실시예 2 플랜트 시험 데이터	
혼합기 밀도	7.39ppg (0.885cc/g)
충전위치 밀도	7.82ppg (0.937cc/g)
혼합기 점도	390BU
충전위치 점도	530BU

<62> 추가적인 시험이 실험실에서 실시되었다. 하기 표 9에 결과를 나타냈다.

표 9

<63>

실시에 2 실험실 시험 데이터	
시험 점도, 브라벤더 유닛	300
고체	49.40%
수축	16.04%
이론 밀도	8.401ppg(1.006g/cc)
실제 밀도	8.331ppg(.998g/cc)
손수건 적용 성질	10
도구 10" 압 박스 적용 성질	8
실온 부착	우수
냉온 기후 부착	조악
고온 기후 부착	우수
평균 1/8" 표면 강도	82.3
건조후 틈 균열의 존재	무
건조후 체크 균열의 존재	무

<64> 실시예 3은 제 2 제조 시험에 의한 것이다. 시험의 목적은 최적 주된 혼합기 점도를 결정하고, 마이크로스피어 사전혼합 탱크에 제 2 교반기를 첨가하여 마이크로스피어 분산을 개선하고 혼합시간을 줄이고, 주된 혼합기의 부피를 보다 잘 이용하기 위해서 배치 크기를 증가시키고, 마이크로스피어 대 건조 첨가제 시스템이 있는 사전 혼합 탱크에 폴리에틸렌 글리콜을 도입하는 가능성을 연구하는 것이었다.

<65> 실시예 3

<66> 하기에서 시험 배치 제제화를 평가하였다.

표 10

<67>

실시에 3 제제화			
원료	lbs.	(kg)	퍼센트
이마스코®200	1545	(702)	74.13%
실브리코®35-34	255	(116)	12.24%
수퍼겔 B	79	(36)	3.79%
메토셀®240S	12	(5.5)	0.58%
메토셀®J75MSN	6	(2.7)	0.29%
폴리비닐 BPO5S	4.2	(1.9)	0.20%
아질산나트륨	2.22	(1.0)	0.11%
아미칼®48	0.4	(.18)	0.02%
나산®78-5692	118	(53.6)	5.66%
누오셉트®95	2.6	(1.2)	0.12%
카보왁스®8000	17.7	(8.0)	0.85%
엑스판셀®091WE	42	(19.1)	2.02%
총 건조량	2084.12	(947.33)	
첨가된 혼합수	1518.79	(690.36)	
이론밀도	8.487ppg	(1.017g/cc)	

<68> 엑스판셀®마이크로스피어 및 PEG는 엑스판셀®마이크로스피어 2.5주머니와 PEG 17.71bs.(8.0kg.)을 이용하여 물에서 미리 슬러리화 되었다. 먼저, 마이크로스피어를 물 85갤런(321.725ℓ)으로 슬러리화한 다음에 대략 20갤런(76ℓ)의 물을 PEG와 함께 첨가하여 총 105갤런(397ℓ)이 되었다. 미리 슬러리된 물을 포함하지 않는, 처음 57갤런(216ℓ)의 물을 첨가하여 총 초기 물이 162갤런(613ℓ)이 되었다. 주된 혼합기로의 19갤런(72ℓ)의 첨가는 최종 물이 182갤런(689ℓ)인 것을 보였다.

표 11

<69>

실시에 3 플랜트 시험 영역		
혼합기 밀도	7.67ppg	(.919g/cc)
충전 위치 밀도	8.25ppg	(.988g/cc)
혼합기 점도	300BU	
충전 위치 점도	420BU	
24시 점도	600BU	
48시 점도	680BU	
72시 점도	700BU(안정)	

<70>

추가적인 시험이 실험실에서 실시되었다. 표 12는 결과를 나타낸다.

표 12

<71>

실시에 3 실험실 시험 데이터	
시험 점도	300BU
고체	52.19%
수축	15.57%
이론 밀도	8.487ppg(1.017g/cc)
실제 밀도	8.08ppg(.968g/cc)
손수건 적용 성질	10
도구 10" 압 박스 적용 성질	8
실은 부착	우수
냉은 기후 부착	보통
고온 기후 부착	무시험
평균 1/8" 표면 강도	84.6
건조후 틈 균열의 존재	매우 소수
건조후 체크 균열의 존재	무

<72>

하기 실시에 4는 제 3의 제조시험에 의한 것이다. 시험의 목적은 분야에서 평가하기 위한 시험물질을 제조하고, 제제화의 냄새를 개선하기 위해서 방향을 첨가하고, 알킬 벤젠 술폰산염의 첨가가 제제화의 적용성질을 향상시키는지를 평가하는 것이다.

<73>

실시에 4

<74>

바람직한 제제화는 표 13에서 설명하였다.

표 13

<75>

실시예 4 제제화			
원료	lbs.	(kg)	퍼센트
이마스코®200	1532	(696)	72.91%
실브리코®#35-34	255	(116)	12.14%
수퍼겔 B	91	(41.4)	4.33%
메토셀®240S	12	(5.5)	0.57%
나트로솔®250 HXR	6	(2.7)	0.29%
폴리비닐 BP05S	4.2	(1.9)	0.20%
아질산나트륨	2.22	(1.0)	0.11%
아미칼®48	0.4	(.18)	0.02%
나산®78-5692	118	(53.6)	5.62%
누오셀®95	2.6	(1.2)	0.12%
바닐라 추출물	0.83	(.38)	0.04%
위트코네이트®90	2	(0.9)	0.10%
카보왁스®8000	17.7	(8.0)	0.85%
엑스판셀®091WE	42	(19.1)	2.02%
총 건중량	2084.12	(947.33)	
첨가된 혼합수	1518.79	(690.36)	
이론밀도	8.487ppg	(1.017g/cc)	

<76>

표 14는 제조 플랜트 및 실험실에서 얻은 결합된 시험결과를 반영한다. 결과는 제제화가 대조구 레디 믹스 만능 이음화합물에 대한 바람직한 적용 및 물리적 성질을 가짐과 동시에 물보다 더 적은 밀도를 얻는 것을 나타낸다.

표 14

<77>

실시예 4 플랜트 및 실험실 시험결과	
1 <sup>st</sup> 물(갤런)	110(146 ℓ)
2 <sup>nd</sup> 물(갤런)	177(670 ℓ)
혼합기 점도(BU)	290
혼합기 밀도(ppg)	6.98(.836g/cc)
점도 충전 위치(BU)	380
밀도 충전 위치(ppg)	8.31(.996g/cc)
%고체	56.7%
%수축	14.79%
90°F/90R.H.	양호
75°F/50R.H.	우수
40°F/80R.H.	보통
평균 표면 강도	85
틈 균열	무
체크 균열	무
손수건 적용 성질	10
도구 10" 압 박스 적용성질	10

<78>

상기 데이터는 이음화합물 밀도의 상당한 감소는 본 발명의 이음화합물을 이용한 낮은 수축, 무균열, 및 감소된

크레이터링과 함께 관찰가능함을 보여준다.

<79> 상기 실시예에 사용된 물질에 대한 설명 및 출처는 표 15에 포함되어 있다.

표 15

<80>

설명	상표	출처
탄산칼슘	이마스코®200	이마스코 미네랄사, 서리, B.C
팽창 펄라이트	실브리코®35-34	실브리코사, 홉킨스, IL
에터필자이트 점토	수퍼겔 B	밀화이트사, 휴스턴, TX
셀룰로오스성 점증제	메토셀®240S	다우 화학, 미들랜드, MI
점증제	나트로솔®250	HXR 헤르쿨스, 팔라틴, IL
폴리비닐 알코올	BP-05S	페리 화학, 화이트스톤, NY
셀룰로오스성 점증제	메토셀®J75MSN	다우 화학, 미들랜드, MI
곰팡이 방지제	아미칼®48	양구스 화학, 버팔로 그로브, IL
폴리비닐 아세테이트 에멀전	나산®78-5692	내셔널 스타치 브리지워터, NJ
살균제	누오셉트®95	크레아노바사, 데스 플레인, IL
도데일 벤젠 술폰산염	위트코네이트®90	위트코 화학, 휴스턴, TX
폴리에틸렌 글리콜	카보왁스®8000	유니온 카바이드사, 덴버리, CT
아크릴로니트라이트 수지 마이크로버블	엑스판셀®091WE	악조 노벨, 스트래트폴드, CT

산업상 이용 가능성

<81> 본 발명의 특정 실시예가 제시되고 설명되었으나, 당업계의 기술자들은 본 발명에서 벗어나지 않으면서 본 발명의 더 넓은 측면 및 하기 청구항에서 설명되는 것에 따라 변화 및 변경이 이루어질 수 있음을 이해할 것이다.