

(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。 Int. Cl.

G01N 7/00 (2006.01)

G01N 21/91 (2006.01)

G01N 21/88 (2006.01)

E04G 23/02 (2006.01)

(11) 공개번호 10-2006-0059902

(43) 공개일자 2006년06월02일

(21) 출원번호 10-2005-7024096

(22) 출원일자 2005년12월15일

번역문 제출일자 2005년12월15일

(86) 국제출원번호 PCT/JP2004/009266

(87) 국제공개번호 WO 2005/001454

국제출원일자 2004년06월24일

국제공개일자 2005년01월06일

(30) 우선권주장 JP-P-2003-00181953 2003년06월26일 일본(JP)  
JP-P-2004-00055833 2004년03월01일 일본(JP)

(71) 출원인 가부시끼가이샤 쓰리본드  
일본 도쿄도 하찌오지시 하자마쵸 1456반지  
내셔널 매리타임 리서치 인스티튜트  
일본 도쿄도 181-0004 미타카시 신카와 6-38-1

(72) 발명자 타카하시 이치히코  
일본 도쿄도 181-0004 미타카시 신카와 6-38-1 내셔널 매리타임리서  
치 인스티튜트 나이  
우시지마 미치오  
일본 도쿄도 181-0004 미타카시 신카와 6-38-1 내셔널 매리타임리서  
치 인스티튜트 나이  
우치다 미츠히코  
일본 도쿄도 하찌오지시 하자마쵸 1456반지 가부시끼가이샤쓰리본드  
나이  
오노구치 토미오  
일본 도쿄도 하찌오지시 하자마쵸 1456반지 가부시끼가이샤쓰리본드  
나이

(74) 대리인 이돈상

심사청구 : 없음

(54) 구조물의 균열 검사용 피복

요약

구조물의 표면에 시인성액을 봉입한 마이크로 캡슐을 분산시킨 피복층을 형성해 두고, 그 구조물에 균열이 생겼을 때에 그 균열이 그 피복층에 전해져, 거기에 따라 그 피복층 안의 마이크로 캡슐이 파괴되어 그 마이크로 캡슐로부터 유출한 시인성액이 피복층 안의 균열을 전해져 피복층 표면에 이르기 때문에,

그 구조물의 균열 발생을 검지할 수 있도록 한 구조물의 균열 검사용 피복에 있어서, 그 마이크로 캡슐을 분산시킨 제1 피복상에 마이크로 캡슐을 포함하지 않는 적어도 1 층의 제2 피복층을 마련함과 동시에, 그 제2 피복층이 투명하고 한편 그 제1 피복층에 균열이 생겼을 경우에도 균열을 일으키지 않는 것만큼의 충분한 유연성을 가진 최외층을 가진다.

## 대표도

도 1

## 색인어

구조물의 균열 검사용 피복

## 명세서

### 기술분야

본 발명은 구조물의 균열 검사용 피복에 관하고, 특히 선박, 교량, 차량, 항공기, 공작기계 등의 각종 구조물의 피로 균열의 검사용 피복에 관한 것이다.

### 배경기술

선박, 교량, 차량, 항공기, 공작기계 등의 구조물은 철, 알루미늄, 마그네슘 등의 금속이나 그러한 합금 등으로 주로 구성되어 있지만, 이러한 금속제 구조물에 반복해 하중이 작용하면, 금속 피로에 의해 특히 그 응력 집중부에 균열을 일으키는 일이 있다. 이러한 구조물의 피로 균열은 시간의 경과와 함께 서서히 진전하는 것이기 때문에, 정기적, 또는 부정기적으로 구조물의 균열 검사를 행하도록 하고 있다.

이러한 균열 검사에는, 일반적으로 목시(目視) 검사가 행해져, 특별한 경우, 초음파탐상 등의 기기에 의한 정밀한 검사가 실시되고 있다. 예를 들면, 특개평 4169836 호 공보에는, 세선의 파단 시기부터 대상 구조물의 왜변동폭(歪變動幅)을 구하는 것에 의해, 정밀도 좋게 피로 손상 발생시기를 예지(豫知)할 방법이 개시되고 있다. 또, 실개평 1-180757 호 공보에는, 구조물의 균열 검출 개소에 리본 모양 도전막을 형성하고, 그 양단에 도통 검출기를 접속하고, 리본 모양 도전막이 균열의 발생과 함께 파단되는 것을 도통(導通) 검출기에 의해 검출하는 것으로, 조기에 피로 균열의 발생을 검지하는 방법이 개시되고 있다.

그렇지만, 상기 정밀 검사 방법은, 모두 측정 기기의 설치가 필요하기 때문에 코스트가 들고, 또, 측정 기기 취급이 번잡하기 때문에 숙련을 필요로 하는 등 과제도 많았다. 게다가 좁은 장소나 부재가 뒤얽힌, 개소 등을 검사하는 경우에는, 측정 기기를 사용하는 것이 어렵게 적용할 수 없다고 하는 일도 있었다.

이러한 측정 기기를 이용한 검사 방법의 문제점을 해결하기 위해, 특개평 10-267866 호 공보(선행 기술 1)에는, 구조물의 표면에 가시화액을 봉입한 유리 캡슐을 분산시킨 피복층을 형성하는 것으로, 구조물에 생긴 균열에 따라 상기 피복층에 균열이 생기는 것으로 피복층 안의 유리 캡슐의 파괴가 일어나, 가시화액이 피복층의 표면에 유출하는 것으로서 균열 개소를 검지하는 것이 개시되고 있다.

또, 미국 특허 제 5,534,289 호(선행 기술 2)에서는, 구조물 표면에 가시화액을 봉입한 마이크로 캡슐을 분산시킨 제일 피복층을 형성해, 한층 더 그 위에 가시화액과는 색이 다른 제2의 피복층을 마련해 상기 구조물에 균열이 생겼을 때에, 그 균열이 제1 및 제2의 피복층에 전파하고, 거기에 따라 마이크로 캡슐이 파괴해, 마이크로 캡슐로부터 유출해 균열을 전해져 해당 제2 피복층의 표면에 이른 가시화액을 감지하는 것으로 상기 구조물의 균열 발생을 검지하는 것이 개시되고 있다. 덧붙여 여기에서는 가시화액으로서 적색 염료를 사용하고 있다.

선행 기술 1 및 2 에 나타나는 가시화액을 사용하는 방법에서는, 구조물에 생긴 균열에 따라 피복층 표면에 가시화액이 배어 나와, 이것을 시인(視認)하는 것에 의해 균열의 유무를 확인하고 있지만, 피복층 표면으로 배어 나온 가시화액이 시간의 경과와 함께 조금씩 퇴색해 점차 시인(視認)할 수 없게 된다고 하는 문제가 있었다.

또, 선행 기술 2에서는 아조계, 안트라 퀴논계 화합물의 적색 염료를 마이크로 캡슐화해 이것을 가시화액으로서 주로 사용해, 이 마이크로 캡슐을 분산시킨 피복층을 구조물 표면에 도포 형성하도록 하고 있다. 그렇지만, 이 가시화액을 사용했을 경우, 구조물의 균열에 수반해 발생한 적색의 가시화액이 자외선 등의 영향에 의해 조금씩 퇴색하고 점차로 시인할 수 없게 된다고 하는 문제가 있었다.

{발명의 목적}

본 발명은, 상기와 같은 문제를 해결하기 위해서 이루어진 것이고, 필요하게 되는 균열 검사 정밀도(염료의 배어 나옴에 의한 시인성)는, 다음의 검사 시까지 사고로 연결되는 위험성이 있는 치수의 균열을 간과하지 않는 정도의 검사 정밀도가 바람직하다고 하는 입장에 서서, 상기 선행 기술과 같은 계측 기기를 사용하지 않아도, 간단하게 균열을 검사할 수 있는 구조물의 균열 검사용 피복을 제공하는 것, 및 구조물에 발생한 균열에 응답해 파손 마이크로 캡슐에서 유출한 시인성액의 장기에 걸치는 안정성을 확보할 수가 있는 구조물의 균열 검사용 피복을 제공하는 것을 목적으로 하는 것이다.

**발명의 상세한 설명**

{발명의 개시}

본 발명은, 제 1 에, 구조물의 표면에 시인성액을 봉입한 마이크로 캡슐을 분산시킨 피복층을 형성해 두고, 그 구조물에 균열이 생겼을 때에 그 균열이 그 피복층에 전해져, 거기에 따라 그 피복층 안의 마이크로 캡슐이 파괴되어 그 마이크로 캡슐에서 유출한 시인성액이 피복층 안의 균열을 전해져 피복층 표면에 이르는 것으로, 그 구조물의 균열 발생을 검지할 수 있도록 한 구조물의 균열 검사용 피복에 있어서, 그 마이크로 캡슐을 분산시킨 제1 피복상에 마이크로 캡슐을 포함하지 않는 적어도 1 층의 제2 피복층을 마련함과 동시에, 그 제2 피복층이 투명이고 또한 그 제1 피복층에 균열이 생겼을 경우에도 균열을 일으키지 않는 것만큼의 충분한 유연성을 갖는 최외층을 가지는 것을 특징으로 하는 구조물의 균열 검사용 피복이다.

본 발명은, 제 2 에, 그 최외층의 성장량이 그 제1 피복층의 성장량 및 그 제2 피복층 안에 최외층 이외의 층이 존재하는 경우의 최외층 이외의 층의 성장량의 각각 17 배 이상인 상기의 구조물의 균열 검사용 피복이다.

본 발명은, 제 3 에, 마이크로 캡슐에 봉입되고 있는 시인성액이 니그로신계 화합물 및 용매를 주성분으로 해, 그 중량 비율이 니그로신계 화합물 : 용매 = 1:5.5~1:0.37인 상기의 구조물의 균열 검사용 피복이다.

**도면의 간단한 설명**

도 1 은 피로 균열 진전 시험에 이용한 시험편의 평면도이다.

도 2 는 물성 시험에 이용한 시험편의 측면도이다.

**실시예**

{발명의 실시의 형태}

본 발명의 구조물의 균열 검사용 피복을 구성하는 제1 피복층으로서는 기본적으로는 종래 공지 마이크로 캡슐 함유 피복층을 이용할 수가 있다. 이 경우, 마이크로 캡슐에 봉입하는 시인성액으로서는 종래 공지 염료나 안료를 용해 내지 분산시킨, 액상물을 사용할 수가 있다. 그 구체적인 예로서는, 염료로서는 아조계, 안트라 퀴논계 등의 염료를 들 수 있다. 또, 이러한 염료는 종래부터 공지, 예를 들면 광유, 올레인산, 리놀산 등의 소수성 용매에 용해한 액상으로 마이크로 캡슐화하는 것이 바람직하다.

염료와 용매의 혼합비에 대해서는 특히 규정은 없지만, 색의 농도, 용해도의 관점으로부터 염료 : 용매 = 0.5:9.5~2.5:7.5 (중량비) 정도의 혼합비가 매우 적합하게 이용된다. 또, 시인성액으로서 형광 염료를 병용해 사용하면, 예를 들면, 구조물이 선박 내의 어두운 환경에 구축되고 있는 경우에는, 블랙 라이트를 조사하는 것에 의해, 균열에 의해 피복층으로부터 유출한 형광 염료를 선명하게 떠오르게 할 수가 있어 보다 한층 균열의 확인이 용이하게 된다.

본 발명자 등은 본 발명의 효과를 최대한으로 발현하는 시인성액에 대해서도 검토해, 니그로신계 화합물 및 용매를 주성분으로 해, 그 중량 비율이 니그로신계 화합물 : 용매=1:55~1:0.37인 것이 보다 현저한 효과를 나타내는 것을 찾아냈다. 니그로신계 화합물은 니그로신 또는 니그로신의 유도체이며, 그 구체적인 예로서는, 솔벤트 블랙 5, 솔벤트 블랙 7등을 들 수 있지만, 물론 이것들로 한정되는 것은 아니다. 또, 이 경우의 용매도 균열 발색 시에 빗물·해수 등의 수분에 용해하지 않는다고 하는 점으로부터, 상기한 것 같은 소수성 용매가 바람직하다.

니그로신계 화합물과 용매의 혼합 비율에 대해, 니그로신계 화합물 1 중량부에 대해서 용매를 55 중량부를 넘어 배합했을 경우 시인성이 충분하지 않고, 또, 용매 첨가량을 0.37 중량부보다 적게하면 시인성액의 점성이 높아져, 마이크로 캡슐화가 곤란하게 됨과 동시에, 마이크로 캡슐화 되었을 경우에도, 균열을 전해져 표면에 이르는 시인성액량이 적게 된다.

제1 피복층의 두께는 특히 제한되지 않고, 최적 범위는 마이크로 캡슐의 입경에 따라서 다르지만, 일반적으로는 50~500  $\mu\text{m}$ , 특히 100~350  $\mu\text{m}$  가 바람직하다.

50  $\mu\text{m}$  미만으로는, 이것보다 평균 입경의 작은 마이크로 캡슐을 사용하지 않으면 안 되고, 그렇다면 캡슐 내의 시인성액의 절대량이 부족하거나 캡슐이 파괴 되기 어려워져, 발색성이 뒤떨어지게 되기 쉽다. 또, 500  $\mu\text{m}$ 를 넘으면 구조물에 생긴 균열이 제1 피복층의 도막에 전파하기 어려워진다.

본 발명으로 이용하는 마이크로 캡슐의 입경도 특히 제한되지 않지만, 30~300  $\mu\text{m}$ , 특히 50~200  $\mu\text{m}$ 의 평균 입경을 가지는 것이 바람직하다. 30  $\mu\text{m}$  미만에서는 캡슐 내의 시인성액의 절대량이 부족하거나 캡슐이 파괴되기 어려워져, 발색성이 뒤떨어지게 되기 쉽다. 또, 500  $\mu\text{m}$ 를 넘으면 구조물에 생긴 균열이 제1 피복층의 도막에 전파하기 어려워진다.

본 발명에서는, 시인성액을 내포 한 마이크로 캡슐을 분산해 제1 피복층을 형성하지만, 이 피복층을 형성하는 재료로서는, 도로나 코팅제 등에 사용되는 각종의 경화성 혹은 고체화성의 유체장 수지 조성물이 바람직하게 사용할 수 있다. 이것들 수지 조성물로서는, 예를 들면 에폭시계, 우레탄계, 아크릴계, 초화면계(硝化綿系), 실리콘계, 변성 실리콘계의 도료, 코팅제, 피복제 등을 사용할 수가 있다. 특히 비스페놀 A 형이나 비스페놀 F 형 등의 에폭시 수지가 바람직하다. 이러한 도료, 코팅제, 피복제는, 가열, 습기, 빛의 조사, 2 액 혼합 등의 여러 가지 수단으로 경화하는 반응성의 수지 조성물을 주성분이 라고 해도 좋고, 상기의 여러 가지의 수지를 용제에 용해한 형태로 피착체에 도포해 용제의 증산에 의해 고체화되어도 좋고, 또 양쪽 모두의 수단을 병용해도 좋다.

또, 제1 피복층을 형성하는 바인더는, 시인성액을 내포한 마이크로 캡슐이나 피착체(被着體)가 되는 구조물의 표면색을 은폐하고, 한편, 시인성액의 유출에 의한 시인성을 확보하기 위해, 비투명성인 것이 바람직하고, 특히 백색, 유백색 등의 백색계에 착색되고 있는 것이 바람직하다. 이러한 착색에 유효한 재료로서는, 예를 들면, 산화 티탄, 탄화 칼슘, 탈크 등의 백색계 안료나 백색계 충전제를 이용할 수가 있다.

다음에, 시인성액 내포의 마이크로 캡슐의 제조 수법으로서, 코아셀베이션법, in-situ 중합법, 계면중합법, 액중 경화법 등 종래 공지의 방법을 이용할 수가 있다. 그러한 그 중에서도 피복층을 피착 체표면에 형성할 때의 마이크로 캡슐 막의 안정성을 고려하면, 재질로서는 젤라틴이 적합하다.

또, 제1 피복층을 형성하는 바인더 성분과 시인성액 내포 마이크로 캡슐의 배합 비율은, 시인성액의 내포량이나 마이크로 캡슐의 입경에도 의하지만, 대체로 중량비로 수지 : 마이크로 캡슐 = 4:1 부근, 혹은 용량비로 2.5:1 부근이 적당하다. 상기 기준치부터 마이크로 캡슐 비율이 낮아지는 것에 따라 균열 발생시의 발색이 충분하지 않게 되고, 또, 비율이 높아지는 것에 따라 도막의 도포 형성 시에 마이크로 캡슐의 파괴가 일어나거나 점도가 높아져 도포가 곤란하게 된다.

본 발명에서는 이와 같이 해서 형성한 제1 피복층 위에 제2 피복층을 도포한다. 제2 피복층은 최외층에서만 구성되어 있어도, 또 최외층과는 별도로 1 층 이상의 층 (이하 「중간층」 이라고 한다)을 가지는 구성이 되고 있어도 괜찮다. 중간층을 도포할 때의 중간층으로서 비투명하게 착색된 층이 바람직하다. 중간층의 존재에 의해 제1 피복층의 외관 특성을 향상

시켜 발색시의 시인성을 높일 수 있다. 중간층의 두께는 특히 제한되지 않지만, 50~500  $\mu\text{m}$ , 특히 100~350  $\mu\text{m}$  가 바람직하다. 50  $\mu\text{m}$  미만에서는 중간층의 기능을 충분히 발휘하기 어렵고, 또 500  $\mu\text{m}$  를 넘으면 구조물에 생긴 균열이 전파하기 어려워진다.

중간층의, 비투명하게 착색된 피복층을 형성하는 재료(도료)로서는, 제1 피복층과 같게, 예를 들면, 에폭시 수지, 우레탄 수지, 아크릴 수지, 실리콘 수지, 변성 실리콘 수지를 주성분으로 한 여러 가지 유체장 조성물을 사용할 수 있다. 그러한 중에서도 환경오염이나 작업 환경을 고려하면 반응성의 수지 조성물이 바람직하다. 특히 제1 피복층에서 이용한 동종의 것이 바람직하고, 에폭시 수지가 가장 바람직하다.

시인성액을 내포 한 마이크로 캡슐을 분산시킨 제1 피복층과, 마이크로 캡슐을 포함하지 않는 투명한 최외층도 제2 피복층으로부터 되는 2층 구조로 하는 것으로서,

본 발명의 목적은 달성 가능하다. 따라서, 반드시 제2 피복층을 복수층 구조로 할 필요는 없지만, 제2 피복층을 복수층으로 하는 경우에는, 최외층을 투명층으로서 그 외의 중간층은 균열에 의해 유출한 시인성액을 층 내에 두고 발색을 보관 유지하는 층으로서 활용하는 것이 바람직하다. 그 의미에 있어서 전술의 중간층은, 시인성액의 종류에도 의하지만, 백색이나 유백색 등의 색상을 가지는 중간층으로 하는 것이 바람직하다. 또, 징검돌 등 외부로부터의 충격에 의해 제1 피복층의 마이크로 캡슐이 파괴되는 것을 막기 위해 보호층으로서의 역할도 달성한다. 게다가 마이크로 캡슐을 분산시킨 제1 피복층 및 투명한 제2 피복층의 2층 구조에서는, 시인성액의 색을 완전하게 은폐할 수가 없기 때문에, 발색시의 색의 콘트라스트가 약한 경향이 있다.

제2 피복층의 전체 또는 일부를 형성하는 투명한 최외층은, 구조물의 균열에 추종하고 균열을 일으키지 않게 유연성을 가지는 것이 필요하다. 이 유연성의 기준으로서, 투명최외층과 그것과 적층되는 다른 층(제1 피복층, 제2 피복층의 중간층)과의 밀착성에도 영향을 받지만, 층(도막)으로서의 성장이 큰 것이 필요하고, 바람직하게는 최외층의 성장량이 그 외의 피복층의 성장에 대해서 17 배 이상일 필요가 있다. 한편, 최외피복층의 성장량이 그 외의 피복층에 대해서 5 배 정도 미만이고,

최외피복층은 다른 층의 균열 발생과 거의 동시에 균열이 발생해, 이 균열로부터 시인성액이 유출해 버리기 때문에, 수중·해수 중에서의 사용이나 빗물이 이러한 부위에의 적용 등에 즈음하여, 장기에 걸친 시인성의 확보가 곤란하게 된다. 덧붙여 마이크로 캡슐을 포함한 제1 피복층은, 구조물 기체와의 밀착성이 높고, 한편, 성장이 낮은 것이 바람직하다. 제1 피복층의 성장은 3mm 이하, 특히 1 mm 이하가 바람직하다.

또, 제2 피복층의 최외층은, 그 직하의 피복층과의 사이의 전단접착력이 1 MPa 이하인 것이 바람직하다. 접착력이 높고, 직하(直下)의 층에 밀착하고 있으면, 구조물 및 직하층의 변위의 영향을 받기 쉽고, 균열이 생기기 쉬워진다. 한편 접착력이 낮으면 직하의 피복층과의 사이에 간격이 생기기 쉽고, 변위의 영향을 받기 어려워진다. 덧붙여

제2 피복층의 최외층을 형성하기 위한 재료로서는, 예를 들면, 폴리이소부틸렌 고무나 스티렌-부틸렌 공중합체 고무 등의 용제 희석형 고무 도료, 에폭시 수지, 우레탄 수지, 아크릴 수지, 실리콘 수지, 변성 실리콘 수지 등을 주성분으로 한 여러 가지 유체장 조성물로부터 상기한 유연성을 만족하는 것이 적당 선택된다.

최외층의 두께는 통상 10~500 $\mu\text{m}$ , 특히 20~200 $\mu\text{m}$  가 바람직하다. 10 $\mu\text{m}$  미만에서는 제1 피복층 또 중간층에 전파 한 균열이 최외층에도 생겨 버릴 우려가 발생한다. 500 $\mu\text{m}$ 를 넘으면 외관 불량을 낳기 쉬워진다.

최외층은 투명한 것을 필요로 하지만, 여기서 투명하다고 하는 것은 적어도 그 직하의 층 상태를 시인할 수 있는 정도로 투명한 것을 말한다. 투명성을 유지하고 있는 한 착색되고 있어도 괜찮지만, 무색 투명하다고 하는 것이 가장 바람직하다. 투명성은 가시광선 영역의 광투과율이 50 % 이상인 것이 바람직하다.

제1 피복층, 소망에 의해 마련하는 중간층, 및 투명최외층의 바람직한 재료의 편성으로서, 에폭시 수지(제1 피복층), 에폭시 수지(중간층) 및 폴리이소부틸렌계 고무(투명최외층)의 조합을 들 수가 있다.

다음에, 본 발명의 균열 검사용 피복을 구조물에 적용하는 공정에 대해 설명한다. 우선, 제1 피복층을 형성하는 수지 조성물에 시인성액을 내포 한 마이크로 캡슐을 혼합해 도료 조성물을 조제한다. 그 다음에, 균열 검사를 필요로 하는 구조물의 표면에 이 액상의 조성물을 솔 등에 의해 도포 형성한다. 덧붙여 상기 액상 조성물의 피착체 구조물에의 도포는, 배합된 마이크로 캡슐이 파괴되지 않게끔 하는 도포 방법이면 특히 한정되지 않는다.

다음에, 제2 피복층을 형성하는 수지 조성물을 미리 조제해, 이 조성물을 상기와 같이 해서 형성한 제1 피복층에 거듭해 도포하고 제2 피복층을 형성한다. 이때 제1 피복층을 포함한 각각의 피복층의 도포 방법은, 솔 도포, 롤 도포, 스프레이 도포 등 종래 공지의 방법을 이용하는 것이 가능하다. 또, 제2 피복층을 복수 층으로 하는 경우는,

상기의 방법을 이용해 반복 적층 도포하면 좋다.

본 발명의 제1 및 제2 피복층을 형성하는 바인더로서의 수지 조성물에는, 본래의 성능을 해치지 않는 이상 그 밖에 필요에 따라서 종래부터 공지의 첨가제를 배합할 수도 있다. 예를 들면, 구조물이 철 등의 녹슬기 쉬운 재료로 구성되는 경우는, 방수제 등을 첨가해도 좋다.

본 발명에 있어서의 구조물로서는, 금속 피로에 의해 균열을 일으키기 쉬운 금속제의 구조물, 예를 들면 선박, 교량, 차량, 항공기, 공작기계 등의 금속 구조물을 들 수 있지만, 예를 들면, 특허 제 3329029 호에 기재되었듯이, 시인성액의 봉입 마이크로 캡슐의 입경을 적당 선택하는 것으로서 콘크리트 구조물에 응용하는 일도 가능하고, 같은 모양으로 해서 각종의 강화 플라스틱제 구조물에의 응용도 가능하다.

{실시예}

실시예 1~5 및 비교예 1

캡슐의 제조 : 아조계 염료 (오리엔트 화학사 제) 100 중량부에 올레인산 5500중량부를 더해 교반하고, 시인성액을 제작했다. (아조계 염료:용매 =1:5 5) 또, 450 중량부의 젤라틴 (미야기 화학 제 블룸 강도 320)을 3600 중량부의 물에 투입, 45℃에서 교반용해했다. 이 용액을 교반하면서 상기 시인성액을 투입, 시인성액을 분산했다. 다음에, 450 중량부의 아라비아 고무 (와코우순약 제)를 3600 중량부의 물에 투입, 45 ℃에서 교반 용해, 여과해 불용물을 제거한 후, 상기 분산액에 투입했다. 그 다음에, 45 ℃로 가열한 물 9000 중량부를 상기 분산액에 가했다. 그 후, 15% 초산을 이용하고 분산액 pH를 4.9 에 조정했다. 분산액을 10 ℃까지 냉각한 후, 25% 글루탈 알데히드 용액 (와코우순약 제) 200중량부를 더해 실온으로 약 8 시간 교반하고, 마이크로 캡슐 슬러리를 얻었다. 이것을 여과건조해, 마이크로 캡슐을 얻었다. 평균 입경은 약 115 μm 였다.

도료화 : 건조해 얻어진 마이크로 캡슐 100 중량부에 대해, 본제경화제 혼합이 된 2 액성 에폭시 도료 (츄우고쿠 도료사 제 에피콘 T-500백색 도료) 400 중량부를 혼합했다. 더욱이, 본제와 경화제는 340 중량부와 60 중량부씩 더해 미리 혼합했다 (제1 피복층용 도료 이하 마이크로 캡슐 함유 액폭시 도료라고 한다) .

(실시예 1)

평가 시험용 시험편 제작 : 상기대로 혼합한 마이크로 캡슐 혼합 도료를, 솔을 이용해 알루미늄-마그네슘계 합금 (JIS-A5083P-O) 제 평판 시험편 (도 1 참조)에 도포해 경화시키고 제1 피복층을 형성했다. 다음에, 이 제1 피복층 상에, 상기 마이크로 캡슐을 포함하지 않는 2 액성 에폭시 도료 (츄우고쿠 도료사 제 에피콘 T-500백색 도료)를 솔을 이용해 마무리 칠하고 경화시켰다 (제2 피복층의 중간층). 건조 후의 도막두께는 100~150μm(제1 피복층과 제2 피복층의 중간층의 합계) 였다. 게다가 투명의 최외피복층 (제2 피복층의 투명층)으로서 이소 부틸렌계 고무 도료 (주식회사 쓰리본드 제조 TB 1171)를 솔을 이용해 도포해, 건조 고체화했다. 고체화 후의 도막두께는 30~100μm(투명층만) 였다.

(실시예 2)

제2 피복층의 중간층을 마련하지 않았던 것 이외는, 실시예 1 과 같게 해서 시험편을 제작했다.

(실시예 3)

최외피복층 (제2 피복층의 투명층)으로서 스티렌-부틸렌계 고무 도료 (주식회사 쓰리본드 제조 TB 2903B)를 이용한 것 이외는, 실시예 1 과 같게 해 시험편을 제작했다.

(실시예 4)

제2 피복층의 중간층을 마련하지 않고, 한편 최외피복층(제2 피복층의 투명층)으로서 스티렌-부틸렌계 고무 도료(주식회사 쓰리본드제 TB 2903B)를 이용한 것 이외는, 실시예 1 과 같게 해 시험편을 제작했다.

(실시예 5)

캡슐의 제조 : 니그로신계 화합물(솔벤트 블랙 7: 추오 합성 화학사제) 100 중량부에 올레인산 5500중량부를 더해 교반하여, 시인성액을 제작했다.

(니그로신계 화합물 : 용매 =1:55) 또, 450 중량부의 젤라틴(미야기 화학 제 블룸 강도 320)을 3600 중량부의 물에 투입, 45 ℃로 교반용해했다.

이 용해를 교반하면서 상기 시인성액을 투입, 시인성액을 분산했다. 다음에, 450 중량부의 아라비아 고무(와코우 순약 제)를 3600 중량부의 물에 투입, 45 ℃로 교반용해, 여과해 불용물을 제거한 후, 상기 분산액에 투입했다. 그 다음에, 45 ℃에 가열한 물 9000 중량부를 상기 분산액에 가했다. 그 후, 15% 초산을 이용하고 분산액 pH 를 4.9 에 조정했다. 분산액을 10 ℃까지 냉각한 후, 25% 글루탈 알데히드 용액(와코우 순약 제) 200중량부를 더해 실온에서 약 8 시간 교반시켜, 마이크로 캡슐 슬러리를 얻었다. 이것을 여과건조해, 마이크로 캡슐을 얻었다. 평균 입경은 약 115 μm 였다. 이 마이크로 캡슐을 이용하는 이외는, 실시예 1 과 같게 해 시험편을 제작했다.

(비교예 1)

최외피복층으로서 투명의 반응성 우레탄계 도료(주식회사 쓰리본드 제 스티론지 A-850)를 이용한 것 이외는, 실시예 1 과 같게 해 시험편을 제작했다.

평가 시험 피로 균열 진전 시험 : 도 1 에 나타내는 치수(mm)를 가진 상기 시험편을 3% 인공 해수(일본 약품 제 아쿠아 마린 사용)에 침지한 상태로 전기-유압 서보식 피로 시험기(시마즈 서보필서, 동적 용량 10 tonf)에 부치고 하중 0~1.6tonf, 주파수 4Hz 의 완전편 흔들 반복 인장 하중에 의해, 피로 균열 진전 시험을 실시했다. 시험편에 균열이 발생해, 20 mm 정도의 길이로 성장할 때까지 시험을 계속하고(반복 회수는 약 20~45 만회), 시험부의 외관을 목시에서 관찰했다. 그 결과를 표 1 에 나타낸다.

최외피복층의 물성 시험 1 성장의 시험 방법 :

시험편 제작 ; 도 2 에 나타낸 것처럼, 2 매의 알루미늄판(시험편 2)(0.3×25× 100 mm)를 늘어놓은 위에, 최외피복층을 형성하는 각 도료 및 2 액성 에폭시 도료를 솔로 도포, 건조해 피복층 1 을 얻었다. 최외피복층을 형성하는 각 도료의 건조막두께는 약 150 μm 였다. 실온에서 약 7 일간 건조 후, 인장 시험기에서 시험편을 인장해, 도막이 파단 할 때까지의 성장량을 측정했다. 또 하기식에서 성장량의 비를 산출했다.

성장량의 비 =(최외피막층을 형성하는 각 도료의 성장량) ÷ (2 액성 에폭시 도료의 성장량)

결과를 합해서 표 1 에 나타낸다.

최외피복층의 물성 시험 2 접착 강도의 시험 방법 :

시험편 제작 ; 알루미늄(JIS A1040 P) 제의 판(100× 25× 2 mm) 2 매에, 소정의 혼합비로 본제와 경화제를 혼합한 상기 2 액성 에폭시 도료를 솔로 도포해 건조했다. 이 중 한쪽의 판에 최외피복층을 형성하는 각 도료를 솔로 도포, 그 후 즉시 한편의 판과 붙여 맞추어 시험편으로 했다. 그 외 방법에 대해서는 JIS K6850 접착제의 인장 전단 접착 세기 시험 방법으로 준해 시험.

표 1

최외피복층/중간층의 유무	피로균열진전시험		최외피복층의 물성		
			성 장		전단강도(MPa)
	시험전외관	발색상태	성장량(mm)	성장량의비	

실시예1	TB1117/있음	양호	◎	55	68.8	1.0
실시예2	TB1117/없음	약간요철있음	○	-	-	-
실시예3	TB2903/있음	양호	◎	14	17.5	0.06
실시예4	TB2903/없음	약간요철있음	○	-	-	-
실시예5	TB1171/있음	양호	◎	60	75	1.21
비교예1	스리론지 A-850/있음	양호	×	3.7	4.6	2.7
마이크로캡슐함유에폭시도료	-	-	-	0.8	-	-

◎: 발색 지극히 양호 ○: 발색 양호 ×: 발족(發足) 불량 (시인성액유실) - : 미측정 또는 측량 불능을 나타낸다.

실험예 1~5 의 결과로부터, 기재에 생긴 균열에 의해 마이크로 캡슐이 파괴되어 시인성액이 유출해도, 최외층의 투명 피복층이 균열에 추종 신축하고 유출한 시인성액을 피복층 내에 두기 위해, 수중-해중에서의 사용이나 빗물이 이러한 부위에의 사용을 가능하게 해 시간 경과에 의한 시인성액의 퇴색을 제어할 수가 있다. 또, 제2 피복층으로서 유색의 중간 피복층을 마련했을 경우는, 제1 피복층 내의 마이크로 캡슐을 은폐하기 위한 시각상의 장점을 개선할 수 있거나 시인성액의 색과 중간층의 색을 적당 조합하는 것으로, 보다 발색을 강조시켜 시인성을 향상시킬 수가 있다.

게다가 사용하는 제1 피복층과 제2 피복층 (중간층도 포함)에 사용하는 수지 조성물의 종류에도 의하지만, 대체로 최외층의 투명 피복층의 성장은 5mm 이상 (바람직하게는 10mm 이상)인 것이 바람직하고, 또, 투명 피복층과 그 아래의 층과의 접착력은 비교적 낮은 (2MPa 이하) 편이 바람직한 것을 알 수 있다.

실시예 6~10 및 참고예 1~7

(실시예 6)

니그로신계 화합물 (솔벤트 블랙 7: 추오합성화학사 제) 100 중량부에 올레인산 5500중량부를 더해 교반하고, 시인성액을 제작했다. (니그로신계 화합물 : 용매 =1:55) 또, 450 중량부의 젤라틴 (미야기 화학 제 블롬 강도 320)을 3600 중량부의 물에 투입, 45 ℃에서 교반용해했다. 이 용액을 교반 하면서 상기 시인성액을 투입, 시인성액을 분산했다. 다음에, 450 중량부의 아라비아 고무 (와코우순약 제)를 3600 중량부의 물에 투입, 45 ℃로 교반 용해, 여과해 불용물을 제거한 후, 상기 분산액에 투입했다. 그 다음에, 45 ℃에 가열한 물 9000 중량부를 상기 분산액에 가했다. 그 후, 15% 초산을 이용한 분산액 pH를 4.9 에 조정했다. 분산액을 10 ℃까지 냉각한 후, 25% 그루탈 알데히드 용액 (와코우 순약 제) 200 중량부를 더해 실온으로 약 8 시간 교반하고, 마이크로 캡슐 슬러리를 얻었다. 이것을 여과건조해, 마이크로 캡슐을 얻었다. 평균 입경은 약 115 μm 였다. 건조할 수 있을 수 있었던 마이크로 캡슐 100 중량부에 대해, 본계경화제 혼합된 2 액성 에폭시 도료 (츄우고쿠 도료사 제 에피콘 T-500백색 도료) 400중량부를 혼합했다. 게다가, 본제와 경화제는 340 중량부와 60 중량부씩 더해 미리 혼합했다. 혼합한 도료는, 솔을 써서 알루미늄판 (A1040 P:1 × 60 × 100 mm)에 도포 건조해, 시험편으로 했다. 건조 후의 도막두께는, 200~350 μm 였다.

(실시예 7)

시인성액의 혼합 비율이, 니그로신계 화합물 (솔벤트 블랙 7: 추오합성화학사 제) 100 중량부에 대해 올레인산 460 중량부인 것 이외는, 실시예 6 과 같게 해 시험편을 제작했다. (니그로신계 화합물 : 용매 =1:4.6)

(실시예 8)

시인성액의 혼합 비율이, 니그로신계 화합물 (솔벤트 블랙 7: 추오합성화학사 제) 410 중량부에 대해 올레인산 150 중량부인 것 이외는, 실시예 6 과 같게 해 시험편을 제작했다. (니그로신계 화합물 : 용매 =1:0.37)

(실시예 9)

시인성액의 혼합 비율이, 니그로신계 화합물 (솔벤트 블랙 7 : 추오합성화학사 제) 100 중량부에 대해 스피넬유 260 중량부 및 올레인산 200 중량부인 것 이외는, 실시예 6 과 같게 해 시험편을 제작했다. (니그로신계 화합물 : 용매 =1:4.6)

(실시예 10)

시인성액의 혼합 비율이, 니그로신계 화합물 (솔벤트 블랙 7: 추오합성화학사 제) 11 중량부에 대해 올레인산 549 중량부인 것 이외는, 실시예 6 과 같게 해 시험편을 제작했다. (니그로신계 화합물 : 용매 =1:50 )

(참고예 1)

시인성액의 혼합 비율이, 니그로신계 화합물 (솔벤트 블랙 7: 추오합성화학사 제) 6 중량부에 대해 올레인산 554 중량부인 것 이외는, 실시예 6 과 같게 해 시험편을 제작했다. (니그로신계 화합물 : 용매 =1:91)

(참고예 2)

시인성액의 혼합 비율이, 니그로신계 화합물 (솔벤트 블랙 7: 추오합성화학사 제조 ) 450 중량부에 대해 올레인산 110 중량부인 것 이외는, 실시예 6 과 같게 해 시험편을 제작했다. (니그로신계 화합물 : 용매 =1:0.24)

(참고예 3)

시인성액으로서 안트라 퀴논계 화합물 (오리엔트 화학사 제 1-아미노-4-히드록시-2(4-n-노닐페녹시) 안트라 퀴논 적색 염료) 110 중량부 및 광유 450 중량부를 더해 제작한 것 이외는, 실시예 6 과 같게 해 시험편을 제작했다.

(참고예 4)

시인성액의 혼합 비율이, 니그로신계 화합물 (솔벤트 블랙 7: 추오합성화학사 제) 9.2 중량부에 대해 올레인산 550.8 중량부인 것 이외는, 실시예 6 과 같게 해 시험편을 제작했다. (니그로신계 화합물 : 용매 =1:60)

(참고예 5)

시인성액으로서 안트라 퀴논계 화합물 (아리모토 화학공업사 OIL BLUE 5502 청색 염료) 110 중량부, 톨루엔 225 중량부 및 광유 225 중량부를 더하고 제작한 것 이외는, 실시예 6 과 같게 해 시험편을 제작했다.

(참고예 6)

시인성액으로서 안트라 퀴논계 화합물 (아리모토 화학공업사 OIL BLUE 5502 청색 염료) 55 중량부, 아조계 화합물 (아리모토 화학공업사 OIL YELLOW 5001 황색 염료) 55 중량부, 톨루엔 225 중량부 및 광유 225 중량부를 더하고 제작한 것 이외는, 실시예 6 과 같게 해 시험편을 제작했다.

(참고예 7)

시인성액으로서 아조계 화합물 (오리엔트 화학사 제조 SOC-1-0092 주황색염료) 110 중량부 및 광유 450 중량부를 더하고 제작한 것 이외는, 실시예 6 과 같게 해 시험편을 제작했다.

시험 방법 1 : 상기 시험편의 도막 표면의 일부에, 커터로 폭 1mm 이하, 길이 약 5 cm 의 절삭 깊이를 넣었다. 절삭부의 마이크로 캡슐은 파괴되어 발색했다. 이 시험편을 웨더 미터에 투입해, 1000 시간 경과 후 상태를 관찰했다. 관찰 방법은 아래와 같이 했다.

주백색(晝白色) 형광등 (40 W × 2)의 약 1.5m 하에 시험편을 두고, 시험편 위쪽 약 45 °에서 약 1m 의 거리로부터 시험편을 관찰했다. 그 결과를 표 2 에 나타낸다.

표2

	실시예					참고예						
	6	7	8	9	10	1	2	3	4	5	6	7
시험결과	△	◎	○	◎	○	×	×	×	×	×	×	×

◎ : 용이하게 색 확인 가능.

○ : 색 확인 가능.

△ : 확인 약간 곤란.

× : 색 확인할 수 없음 (퇴색).

(실시에 11)

실시에 6에서 사용한 알루미늄판 (A1040 P:1 × 60 × 100 mm)의 중앙부에 절삭 깊이를 넣는 등 하고, 알루미늄판을 2개 겹치게 구부리기 쉽게 가공해, 실시에 6 으로 조정된 마이크로 캡슐을 포함한 액폭시계 수지 도료를, 절삭 깊이가 없는 면 측에 솔을 이용해 건조 후의 도막 두께를 200~350 μm 로 하도록 도포하고, 건조해서 10 매의 시험편을 제작했다.

이 시험편을, 도포면을 안쪽, 또는 외 측으로 해 각각 5 매씩 상기 절삭부를 중심으로 약 90 번 접어 구부렸는데, 어느 쪽의 시험편도 그 접어 구부리는 부 부근의 도막 표면에 선상의 균열을 일으켜 마이크로 캡슐의 파손에 수반하는 니그로신계 화합물의 유출에 의한 발색을 확인할 수 있었다.

실시에 6~10 의 결과로부터 분명하듯이, 캡슐에 내포된 염료로서 니그로신계 화합물을 사용하면, 다른 염료와 비교해 현저하게 내후성이 향상해 보다 장기간의 목시 확인이 가능해진다.

### 산업상 이용 가능성

본 발명에서는, 시인성액을 내포 한 마이크로 캡슐을 분산시킨 제1 피복층의 표면에, 최외층이 투명해 유연성이 있는 제2 피복층을 적층했으므로, 피착체 (금속제 구조물이나 콘크리트 구조물)의 표면에 균열이 발생해도, 최외층에 유연성이 있기 때문에 최외층까지는 균열이 전파하지 않고, 따라서, 제1 피복층의 마이크로 캡슐화로부터 유출한 시인성액이 피복층의 외부에 유출하지 않고, 제2 피복층의 투명층에 의해 피복층 내에 체류 보호되기 때문에, 시인성액의 내수성·방수성이 향상하고, 시인성액에 의한 균열 개소의 식별이 장기에 걸쳐서 확보된다.

### (57) 청구의 범위

#### 청구항 1.

구조물의 표면에 시인성액을 봉입한 마이크로 캡슐을 분산시킨 피복층을 형성해 두고, 그 구조물에 균열이 생겼을 때에 그 균열이 그 피복층에 전해져, 거기에 따라 그 피복층 안의 마이크로 캡슐이 파괴되어 그 마이크로 캡슐로부터 유출한 시인성액이 피복층 안의 균열을 전해져 피복층 표면에 이르기 때문에,

그 구조물의 균열 발생을 검지할 수 있도록 한 구조물의 균열 검사용 피복에 있어서, 그 마이크로 캡슐을 분산시킨 제1 피복상에 마이크로 캡슐을 포함하지 않는 적어도 1 층의 제2 피복층을 마련함과 동시에, 그 제2 피복층이 투명하고 한편 그 제1 피복층에 균열이 생겼을 경우에도 균열을 일으키지 않는 것 뿐의 충분한 유연성을 가진 최외층을 가지는 것을 특징으로 하는 구조물의 균열 검사용 피복.

#### 청구항 2.

청구항 1 에 있어서, 그 최외층의 성장량이 그 제1 피복층 및 그 제2 피복층 안에 최외층 이외의 층이 존재하는 경우의 최외층 이외의 층의 성장량의 17 배 이상인 구조물의 균열 검사용 피복.

#### 청구항 3.

청구항 1 또는 2 에 있어서, 그 마이크로 캡슐에 봉입되고 있는 시인성액이 니그로신계 화합물 및 용매를 주성분으로 해, 그 중량 비율이 니그로신계 화합물 : 용매 =1:55~1:0.37인 구조물의 균열 검사용 피복.

#### 청구항 4.

청구항 1 또는 2 에 있어서, 제2 피복층의 최외층과 그 직하의 피복층과의 사이의 전단접착력이 1MPa 이하인 구조물의 균열 검사용 피복.

#### 청구항 5.

청구항 1~4 의 어느 1 항에 있어서, 그 제2 피복층이 비투명의 착색된 중간층과 투명최외층으로부터 구성되어 있는 구조물의 균열 검사용 피복.

#### 청구항 6.

청구항 1~5의 어느 1 항 있어서, 그 구조물이 금속제 구조물인 구조물의 균열 검사용 피복.

#### 청구항 7.

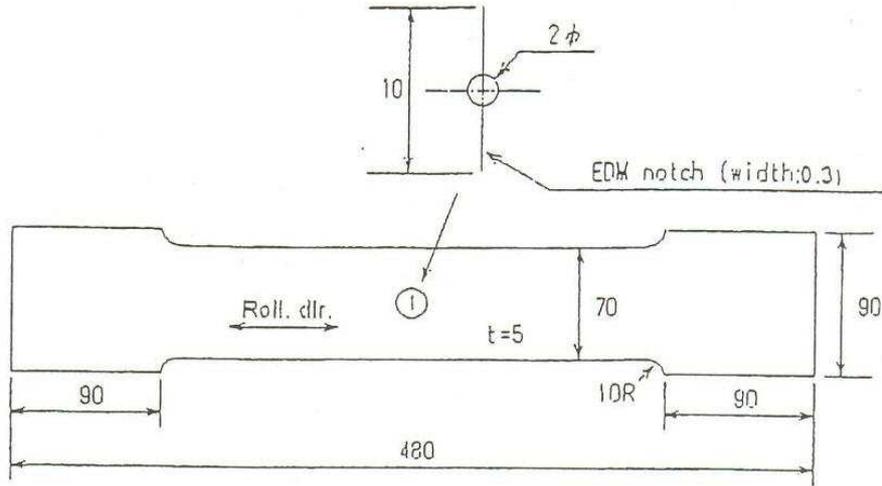
구조물의 표면에 시인성액을 봉입한 마이크로 캡슐을 분산시킨 피복층을 형성해 두고, 그 구조물에 균열이 생겼을 때에 그 균열이 그 피복층에 전해져, 거기에 따라 그 피복층 안의 마이크로 캡슐이 파괴되어 마이크로 캡슐화 등 유출한 시인성액이 피복층 안의 균열을 전해져 피복층 표면에 이르는 것으로, 그 구조물의 균열 발생을 검지할 수 있도록 한 구조물의 균열 검사용 피복에 있어서,

그 마이크로 캡슐에 봉입 되고 있는 시인성액이 니그로신계 화합물 및 용매를 주성분으로 해, 그 중량 비율이 니그로신계 화합물 : 용매=1:55~1:0.37인 것을 특징으로 하는 구조물의 균열 검사 피복.

도면

도면1

1/1



도면2

