

公益信託 NEXCO関係会社高速道路防災対策等に関する支援基金  
受託者 三菱UFJ信託銀行株式会社 御中

## 研究概要書

研究課題：応力を感知する蛍光発光性マイクロカプセルの開発とその応用

研究代表者：山口大学大学院 創成科学研究科 教授 鬼村 謙二郎

はじめに

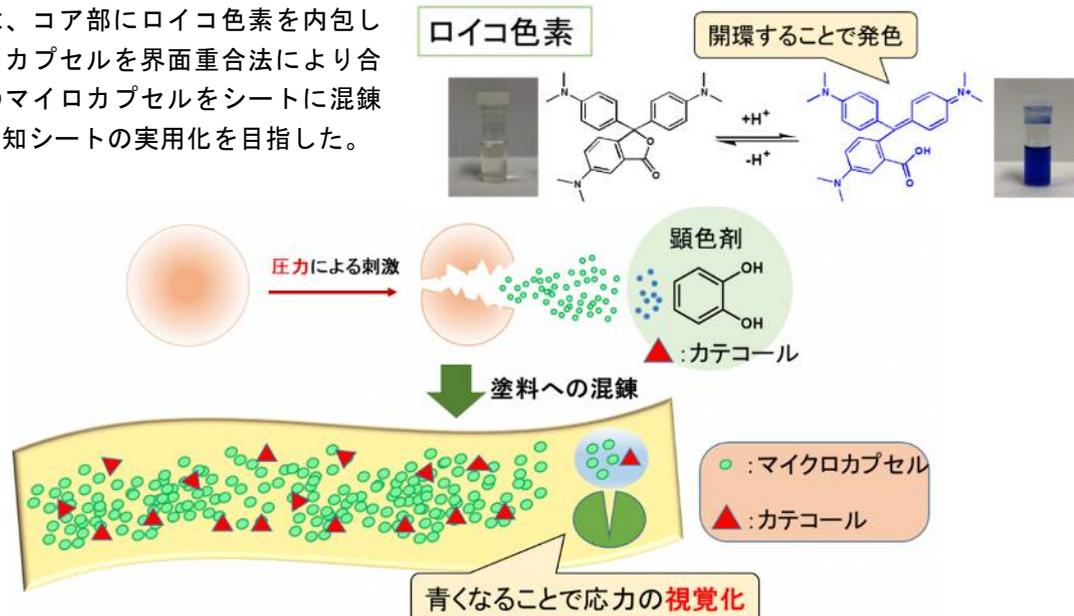
コンクリートのひび割れを簡便で明確に視認できる検知技術が強く望まれている。橋やトンネル等のコンクリートの崩落する前には応力が掛かり、ひび割れが発生する。安全に効率良くコンクリート構造物の亀裂などの検査・診断するためには非接触診断が望ましく、簡便で明確に視認できる『応力歪み可視化技術』の開発に着手した。

### 1. 研究の目的

トンネルや高速道路をはじめとするインフラなどの建築材料は、様々な要因により劣化していき亀裂が生じる。建築材料の損傷は、早期発見が望ましい。この問題を解決する方法として、コンクリート表面に塗布する剥落防止透明樹脂にロイコ色素を内包させたマイクロカプセルと顕色剤を混練させる。ひび割れが発生した際に剥落防止透明樹脂が引っ張られ、その内部応力によってカプセルが破断し、芯物質がしみ出すことで、ひび割れを容易に視認できるという原理である。本研究では、ポリウレア型、メラミン型の2種類のシェルを用いて芯物質としてロイコ色素を内包したマイクロカプセルを合成し、塗料への混練することでの応力の可視化目指している。

### 2. 研究の学術的背景と本研究のコンセプト

複写式の感圧紙には薬剤（発色剤）を内包したマイクロカプセルが表面に塗布され、反対側の表面に塗布された薬剤（顕色剤）との化学反応により黒や青色の文字が転写される。コンクリート表面に塗布する剥落防止透明樹脂（塗料）にロイコ色素（顕色剤）を内包したマイクロカプセルと発色剤を含んだ塗料にマイクロカプセルを混練させる。ロイコ色素を内包したマイクロカプセルは応力によりカプセルが破断し、内部のロイコ色素がしみだし周囲の顕色剤と反応することで応力を検知することができる。本研究では、コア部にロイコ色素を内包したマイクロカプセルを界面重合法により合成し、そのマイクロカプセルをシートに混練した応力感知シートの実用化を目指した。



図－1 ロイコ色素の色変化と色素含有マイクロカプセルによる応力感知原理。

### 3. 結果と考察

マイクロカプセルの製法は使用する芯物質及びシエルの種類や用途によって異なる。また、マイクロカプセルを調製する際には、芯物質の構造・膜の強度・バリア性及び、カプセルの粒度分布などを考慮しなければならない。マイクロカプセルの製法は大別すると化学的製法（界面重合法、in situ 法、液中硬化被膜法）、物理化学的製法（相分離法、液中乾燥法、界面沈殿法、融解分散冷却法、内包物交換法）物理的製法（スプレードライイング法、気中懸濁被膜法、粉床法、静電氣的合体法）に分類できる。

本研究においては、O/W (Oil in Water)、O/O (Oil in Oil) エマルジョン化による油滴形成と界面重合法の組み合わせによりマイクロカプセルを合成した。

#### 実験

**Method A:** 4,4'-ジフェニルメタンジイソシアナート (MDI)、色素 (Crystal violet lactone: CVL) のクロロベンゼン溶液をコア剤溶液とし、この溶液にシリコンオイルを加え、ホモジナイザーで激しく攪拌することで O/O (Oil in Oil) エマルジョン液を調製した。この液に架橋剤の 4,4'-ジアミノジフェニルメタン (DADM) を添加し、油相界面で重合反応を 150 °C、1 時間で行い、ポリウレアシエルからなるマイクロカプセルを合成した (収率 87.9%)。

**Method B:** 色素 (Crystal violet lactone: CVL)、4-ヒドロキシ安息香酸をサラダ油に 120 °C で溶解させ室温まで冷却した後、この溶液をアラビアゴム水溶液に加え、ホモジナイザーで激しく攪拌することで O/W (Oil in Water) エマルジョン液を調製した。この液に架橋剤 (メラミン、ホルムアルデヒド) を添加し、油相界面で重合反応を 70 °C、4 時間で行い、メラミン樹脂からなるマイクロカプセルを合成した (収率 84.3%)。

**Method A, Method B** ともにマイクロカプセルの単離・精製は反応液を遠心分離により固形分を分離し、さらに固形分を 2 回蒸留水で洗浄・遠心分離後、乾燥させることで行った。

#### 結果と考察

**Method A, Method B** ともにコア物質を変色させることなくマイクロカプセルを合成することができた。**Method A** で得られたマイクロカプセルの破断による色の変化状況を図-2 に示す。顕色剤 (カテコール) とカプセルを混ぜ合わせるだけでは色は変化しなかったが、応力を加えながら混ぜ合わせることによって、色に変化することが確認できた。これはカプセルが破断し、芯物質であるロイコ色素が漏出し顕色剤と反応したためだと考えられる。

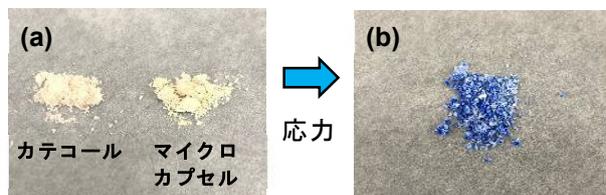


図-2 (a) カテコール (左) と色素含有マイクロカプセル (右)、(b) 応力によるマイクロカプセルの破断と色変化。

次に壁材にメラミンを用いた O/W 型の色素含有マイクロカプセルとカテコール溶液と剥落防止透明樹脂 (塗料) をサンプル瓶の中で攪拌し、スライドガラスに塗り付け応力感知シートを作成した。

図-3 (a) は塗布した直後、(b) は塗布 1 時間後の写真である。本来であれば、応力が加わることで青く発色するはずであるが乾燥する段階で青く発色していた。(c) はカテコールを含まない剥落防止透明樹脂 (塗料) に色素含有マイクロカプセルを混練し、スライドガラスに塗布、乾燥したサンプルである。カテコール非存在下では発色しなかった結果から剥落防止透明樹脂内でマイクロカプセルの壁材をカテコールが浸潤したためマイクロカプセル内部で発色したためと結論付けた。



図-3 (a) 色素含有マイクロカプセルとカテコールを含んだ塗料を塗布した直後、(b) 塗布 1 時間後、(c) 色素含有マイクロカプセルのみを混練した塗料。

### 4. まとめ、今研究で得られた成果、今後の課題等

ロイコ色素含有マイクロカプセルの合成とカテコールとの反応により発色することに成功した。しかし剥落防止透明樹脂内でカテコールが浸潤しないマイクロカプセルの壁材の改良が課題となった。