

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 29 年 6 月 27 日現在

機関番号：17102

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2015～2016

課題番号：15K13874

研究課題名(和文) 新原理に基づく感圧コーティングによる高感度圧力分布計測システムの実現

研究課題名(英文) Development of high-sensitive measurement system of pressure distribution by pressure-sensitive coatings with new technology

研究代表者

森 英男 (MORI, Hideo)

九州大学・工学研究院・准教授

研究者番号：70362275

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)：本研究は、従来のPSPが有する適用可能条件の制限を取り除くため、新たな原理・手法に基づく感圧塗膜による固体表面の圧力計測手法を確立することを目的とする。異種分子間のエネルギー移動を応用した圧力感度の高い感圧塗膜の開発を試みたが、従来知られたローダミンBおよびフルオレセインの組み合わせを上回る強い相互作用が現れる色素の組み合わせは見られなかった。一方、寿命法を複合PSP/TSPに適用することで、感圧および感温色素の発光寿命がおおよそ1桁異なることを利用した、光学フィルターによらない発光分離が可能であり、カメラ1台による圧力と温度の同時計測を通じた圧力計測の精度向上の手法を提案した。

研究成果の概要(英文)：In this study we develop pressure-sensitive coatings based on new basis or new application method, to relax the restrictions of conditions for pressure measurement by pressure-sensitive coatings. The author has tried to develop pressure-sensitive coatings having high pressure sensitivity based on fluorescence resonance energy transfer. However, no new combinations of luminescent molecules having higher energy transfer effect than rhodamine B and fluorescein, which is reported to compose pressure-sensitive coating having pressure sensitivity of the order of 1 bar. The author also has developed the application method based on the luminescence lifetime for dual-layer PSP/TSP. By the method, luminescence of the PSP component and that of the TSP component can be separated without replacing optical filters, because the lifetime of their luminescence is about one-order different from each other. It enables to increase the accuracy of pressure measurement by PSP having temperature sensitivity.

研究分野：流体工学、流れの可視化計測

キーワード：感圧塗料 感温塗料 分子の相互作用 発光寿命

### 1. 研究開始当初の背景

近年、固体表面の圧力を計測する低侵襲なイメージング計測手法として、感圧塗料 (PSP) が注目されているが、従来の PSP の原理は発光分子の酸素消光に基づくため (右図上)、絶対圧のセンサーであり、かつ圧力感度に理論上の限界が存在するために、大気圧付近の低ゲージ圧力域において、圧力感度の点で不利になること、さらには適用範囲が空気など酸素を含む気体を作動流体とした場合に限定されるなど、PSP の原理に起因する欠点や制限がある。イメージング計測手法による流れ場中の固体表面圧力計測手法の適用範囲を広げるには、従来の PSP とは異なる原理に基づく感圧コーティングの実現が必要不可欠となる。

塗膜が垂直応力により微小変形を起こすことで、塗膜中に含まれる 2 種類の色素分子間でエネルギー授受が生じ、両分子の蛍光強度比が変化する原理に基づく新しい感圧コーティング技術<sup>1)</sup>が近年報告されたが、当該コーティングは比較的圧力の高い高速流れ場を対象として開発されており、bar オーダーの圧力レンジおよび感度を有するため、ゲージ圧の低い低速流れ場に適した新感圧コーティングの実現にあたっては、多くの技術的課題が残されている。

### 2. 研究の目的

本研究は、従来の PSP とは異なる原理・手法に基づく感圧コーティングによる固体表面の圧力計測手法を確立することで、従来の PSP が有していた制限を取り除き、流体力学分野における研究開発の現場において、感圧コーティングによる圧力分布画像計測手法の適用を拡げることを目指している。

第一に、塗膜中に含まれる 2 種類の色素分子間でエネルギー授受が生じ、両分子の蛍光強度比が変化する原理に基づく新しい感圧コーティング技術について、エネルギー授受が強く生じる色素の組み合わせを見いだすとともに、圧力感度を高めるための改良方法について検証する。2 種類の色素分子間のエネルギー授受については、ローダミン B とフルオレセインの組み合わせがよく知られているが、より強いエネルギー授受が生じる可能性のある分子の組み合わせ、または発光波長帯が十分離れておりエネルギー授受の検出がより容易となる分子の組み合わせについて調査を行う。さらに、圧力感度を向上させるための感圧コーティングの作成手法についても検証を行う。

第二に、PSP 技術の適用範囲拡大を実現する新たな適用手法の確立のため、研究代表者および研究協力者らが開発した複合 PSP/TSP の一種である重ね塗り PSP/TSP<sup>2)</sup>の新たな適用手法として、2 種類の色素分子の発光寿命の違いを利用した両者の発光分離法を適用し、カメラ 1 台における圧力・温度複合計測手法を通じた PSP の温度補正に

よる精度向上を目指す。発光強度ベースの重ね塗り PSP/TSP 手法では、2 種類の発光色素の波長帯の違いを利用して両者の発光分離を行うため、圧力と温度の同時計測を行うには、複数台のカメラもしくはカメラの画素分割が必要となり、実験系の複雑化や、画素分割による空間解像度の低下、および 2 画像の視差がもたらす計測誤差の問題が生じていた。一方、重ね塗り PSP/TSP 手法に寿命法を適用し、2 種類の発光色素の発行寿命の違いを利用して両者の発光分離を行うことで、1 台のカメラで圧力と温度の同時計測が可能となる。本手法では、前述の画素分割による空間解像度の低下や視差による計測誤差の誘発の問題がないため、圧力と温度の同時計測の精度向上が期待できる。さらに、寿命法の利点である、既知の圧力・温度条件下における参照画像を不要とするため、参照画像と試験時画像の位置合わせが困難な回転動翼などの移動物体を対象とした計測においても、精度向上が期待できる。

### 3. 研究の方法

2 種類の色素分子のエネルギー授受を利用した感圧コーティング技術へ適用する色素の組み合わせを見いだすため、色素として、ローダミン B およびフルオレセインの他、ポルフィリン類やルテニウム錯体、ユーロピウム錯体、BBOT などの各種有機色素および無機色素である ZAIS を対象とした検証を行った。分光蛍光光度計システムにより、各種色素の発光スペクトル、および光吸収スペクトルを測定した上で、光吸収スペクトルおよび発光スペクトルの重なりを有する色素の組み合わせを明らかにし、その組み合わせに対し、色素の混合を行った場合の発光スペクトルを測定し、エネルギー授受の有無を検証した。その上で、エネルギー授受が強く生じる色素分子の組み合わせを対象として、色素の混合および重ね塗り手法により感圧コーティングを作成し、圧力感度の検証を行った。

また、重ね塗り PSP/TSP へ寿命法を適用し、発光寿命の違いを利用して 2 種類の色素の発光分離を行うための具体的な手法について検討した。発光分離の有効性を検証するためには、PSP 単体、TSP 単体ならびに重ね塗り PSP/TSP の発光強度の時間変化を細かく検証し、圧力および温度条件の変化に伴う発光強度の変化を検証する必要がある。しかしながら、重ね塗り PSP/TSP で使用する感圧色素である白金ポルフィリン錯体の発光寿命は 10 マイクロ秒オーダーであり、一方感温色素のルテニウム錯体の発光寿命は 1 マイクロ秒のオーダーであるが、これら色素の発光強度の時間変化をハイスピードカメラで撮像するため、シャッター速度をマイクロ秒以下に設定すると、撮像量が非常に小さくなり、S/N の低下をもたらす。そのため、ハイスピードカメラのシャッター開放時間を 10 マイクロ秒程度と十分大きく保ちつ

つ、重ね塗り PSP/TSP の励起光源の照射とカメラの撮像タイミングを 0.2 マイクロ秒ずつずらして複数回の撮影を行うことにより、発光強度の時間変化を測定する際の時間変化の刻み幅を小さく取ることができる。本手法により、PSP 単体、TSP 単体ならびに重ね塗り PSP/TSP の発光減衰の圧力および温度依存性を検証するとともに、重ね塗り PSP/TSP において、複数の色素分子からの発光分離の妥当性を検証した。本研究では、マッハ数の小さい比較的低速な流れ場への感圧コーティング適用を想定しているため、圧力範囲はゲージ圧で  $\pm 6\text{kPa}$  (下記の成果で述べる実験実施時の大気圧は  $102\text{kPa}$ )、温度範囲は室温 (同、 $20^\circ\text{C}$ ) から  $\pm 3^\circ\text{C}$  の範囲とした。また、PSP のバインダーとして、酸素透過性の高いシリコンポリマーであるポリトリメチルシリルプロピン、TSP のバインダーとしてはポリウレタン樹脂を用いた。

#### 4. 研究成果

分子間のエネルギー移動に基づく新たな感圧センサー開発において必要となる、異種分子間のエネルギー移動による消光作用について検証を行った。前項で述べた各種の有機系および無機系色素を対象とし、異種分子の混合および 2 層の重ね塗りを行った際における消光作用や分子間エネルギー移動について、消光作用による発光強度低下ならびにスペクトルの違いについて実験的検証を行った。各種色素の発光スペクトル、および光

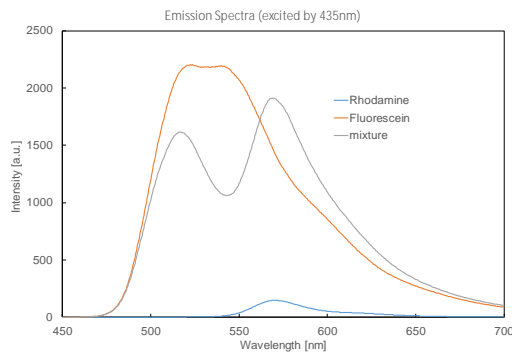


図 1 ローダミン B とフルオレセインの相互作用による発光スペクトルの変化

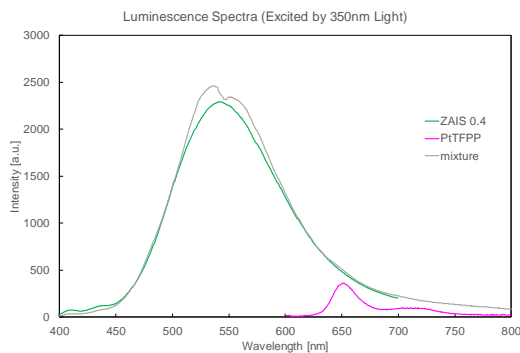


図 2 ZAIS と PtTFPP の相互作用による発光スペクトルの変化

吸収スペクトルを測定するとともに、これらの色素をポリウレタン系バインダーに担持させ、平板に塗布した上で、ハイスピードカメラによる発光強度の測定を通じた異種色素の相互作用検証を行った。その結果、ローダミン B とフルオレセインの組み合わせにおいては、強い相互作用が確認できたが (図 1)、これより強い相互作用が現れる色素の組み合わせは見られなかった (図 2)。

一方、PSP 単体、TSP 単体ならびに重ね塗

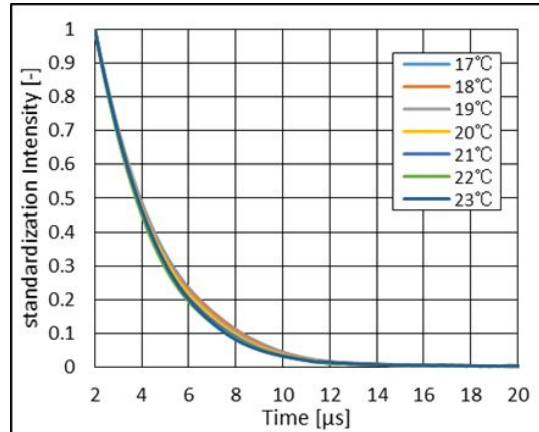


図 3 ルテニウム錯体色素を用いた TSP の減衰特性の温度依存性 (大気圧  $102\text{kPa}$ )

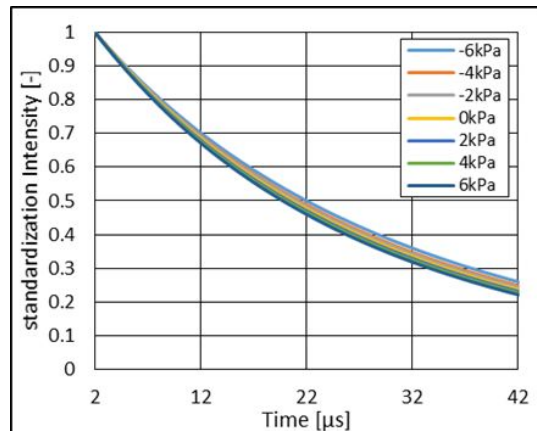


図 4 白金ポルフィリン色素を用いた PSP の減衰特性の圧力依存性 (温度  $20^\circ\text{C}$ )

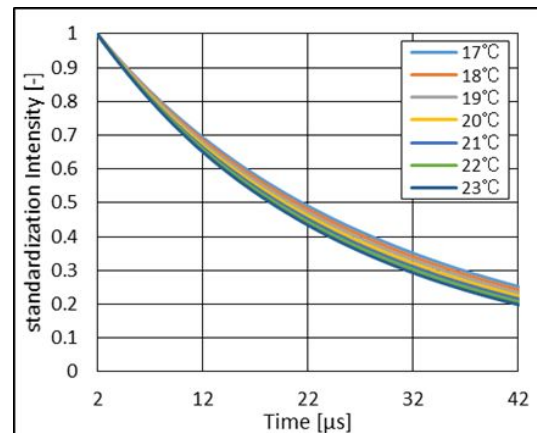


図 5 白金ポルフィリン色素を用いた PSP の減衰特性の温度依存性 (圧力  $102\text{kPa}$ )

り PSP/TSP の発光減衰の圧力および温度依存性を検証した結果, TSP の発光色素であるルテニウム錯体の発光減衰の温度依存性は, 励起光を止めてから 6 マイクロ秒経過後に強く現れることが明らかとなり(図 3), 一方で圧力依存性を有さないことが確認できた. なお TSP の発光は, 励起光を止めてから 18 マイクロ秒経過後にはほぼ消失している. PSP については, 励起光を止めてから 28 マイクロ秒経過後に, 圧力依存性(図 4)ならびに温度依存性(図 5)が強く現れることが明らかとなった. この時間タイミングは, TSP の発光がほぼ消失しているタイミングのため, 重ね塗り PSP/TSP においても PSP 成分の発光のみを撮像している. 一方で, TSP の温度依存性が強く現れる時間タイミング(励起光消失後 6 マイクロ秒経過時点)では, PSP の減衰が緩やかなため, 重ね塗り PSP/TSP において PSP 成分の影響は非常に小さい. さらに, 重ね塗り PSP/TSP を対象とした発光強度減衰の圧力および温度依存性を検証し, 2 種類の発光分子相互の干渉が起こらず, 励起光消失後 28 マイクロ秒経過後の特性が単体 PSP と同等であることを明らかにした(図 6). 以上より, 両者の発光色素の発光寿命がおよそ 1 桁異なることを利用した発光分離が可能であり, この両者の発光の圧力および温度依存性が異なることを利用した, 圧力と温度の同時計測, ならびに感圧センサーの温度依存性の補正が可能であることを示した.

<引用文献>

- 1) M. P. Hammer, Developing new nano-materials for use as pressure-sensitive coatings, Meas. Sci. Technol., 19 (2008), 095201
- 2) K. J. Moon, H. Mori, Y. Ambe and H. Kawabata, Development of Dual-layer PSP/TSP System for Pressure and Temperature Measurement in Low-speed Flow Field, ASME-JSME-KSME Joint Fluids Engineering Conference 2011, AJK2011-11020 (2011).

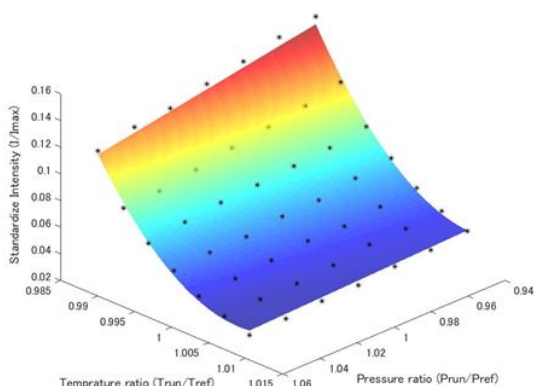


図 6 励起光消失後 28 マイクロ秒経過後の減衰特性に基づく重ね塗り PSP/TSP の較正曲面

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計 0 件)

[学会発表](計 0 件, 発表予定 2 件)

- (1) 文吉周, 森英男, 「寿命法を用いた重ね塗り PSP/TSP の圧力・温度同時計測方法」, 第 45 回可視化情報シンポジウム(工学院大学), 2017.
- (2) Kil-Ju Moon and Hideo Mori, “Lifetime-based method of dual-layer PSP/TSP for simultaneous measurement of pressure and temperature using a single camera”, The ninth JSME-KSME Thermal and Fluids Engineering Conference, Okinawa, Japan, TFEC9-1042, 2017.

[図書](計 0 件)

[産業財産権]

出願状況(計 0 件)

取得状況(計 0 件)

[その他]

6. 研究組織

(1) 研究代表者

森英男 (MORI Hideo)  
九州大学・大学院工学研究院・准教授  
研究者番号: 70362275

(2) 研究分担者

( )

研究者番号:

(3) 連携研究者

( )

研究者番号:

(4) 研究協力者

文吉周 (MOON Kil-Ju)  
九州大学・大学院工学府・博士課程 2 年