

令和 2 年 5 月 28 日現在

機関番号：82626

研究種目：挑戦的研究(萌芽)

研究期間：2017～2019

課題番号：17K18847

研究課題名(和文) 空気中の二次元圧力分布可視化を実現する機能性中空マイクロカプセル

研究課題名(英文) Functional hollow micro capsules for the visualization of pressure distribution in an air flow

研究代表者

染矢 聡 (Someya, Satoshi)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・エネルギー・環境領域・研究グループ付

研究者番号：00357336

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,800,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では感圧性中空マイクロカプセルを開発した。カプセルの殻となる高分子樹脂、感圧性の燐光分子とこれらの溶媒、分散媒の種類や粘度などの物性を変化させつつカプセルの開発を行った。溶媒種類、溶質濃度、合成温度、粘度、活性剤などがカプセルに与える影響を調べた。圧力および温度の制御が可能な評価システムを構築することができたため、これを用いて作成したカプセルの圧力応答性を評価した。圧力感度は通常のポリマーパウダーでの塗布型PSPと同等の感度を示した。圧力変化に対する時間応答性はPLA-H100, PLA-H400に比べてPolyIBM, PtBSの場合に比較的速いことがわかった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

騒音問題や高速移動体における空力問題の解決には空気中の圧力分布の把握が重要であるが、これを実現する術はまだない。本研究ではこれを実現する第一歩として、酸素分圧に反応して発光特性が変化する燐光分子を殻にドープした、中空マイクロカプセルの開発に成功した。これにより、将来的には粒子の移動量から流れの速度を、燐光の発光特性から空気中の酸素分圧を同時に可視化計測することが可能となる。これにより従来以上に低抵抗で静音な機器の開発、リニアなどの高速移動体の信頼性向上や高速度かに資することができる。

研究成果の概要(英文)：We fabricated pressure sensitive hollow micro capsules, with changing fabrication conditions, such as polymer materials and their concentration, pressure sensitive molecules and their concentrations, solvents for polymers and dyes, fabrication temperature, dispersion mediums and other additives. Effects of these various fabrication conditions on properties of the capsule were investigated. Pressure sensitivity of capsules were evaluated in a closed vessel with a pressure temperature controller. The pressure sensitivity of capsules was similar to that of PSP films. The time response of pressure sensitive capsules depended on polymer materials of capsule shell. PolyIBM and PtBS based capsules responded faster than biodegradable polymer based ones.

研究分野：流体工学, 熱工学

キーワード：流体計測 可視化 圧力 機能性粒子 中空カプセル

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

高速移動体における空力問題のみでなく、風車や小型の家電機器まで多様な機器の騒音問題では空気中の圧力分布の把握が重要であるが、空気中の圧力分布を二次元・三次元で計測する術はまだない。固体表面の圧力分布計測法としては感圧塗料(PSP)と呼ばれる圧力分布計測法がある。PSPは構造物表面に金属錯体やポルフィリンを高分子バインダーとともに塗布して燐光を励起し、その燐光強度や燐光寿命の強い酸素消光性を利用して酸素濃度の既知な気流に晒された表面上の酸素分圧を測定し、全圧を評価する手法である。この方法は表面上の圧力計測を測定する方法であり、これまで空間中の圧力の可視化計測は例がない。

連続した二時刻における粒子画像を取得し、その粒子移動量から速度を求める方法をPIV法といい、この方法で求めた速度情報から圧力を推定することが検討されているが、速度の時間微分量の精度が必ずしも高くなく、結果として圧力算出の精度も更なる改善が求められているところである。

我々は感温性燐光粒子をトレーサとして利用し、気体中の任意の断面における温度分布と速度分布を同時に定量可視化計測する手法を開発してきた。この手法の速度評価は粒子画像流速測定法(PIV)に基づいており、温度評価手法は燐光計測という点において感圧塗料(PSP)と類似している。また我々はこれまでに液体流れに適用可能な感温性中空マイクロカプセルを開発し、これを温度速度計測のトレーサとして利用する試みを進めてきた。

### 2. 研究の目的

そこで本研究では従来の技術を効果的に組み合わせて空間の圧力分布計測を実現するため、レーザーで励起可能で酸素分圧に感応して燐光を発する金属錯体を有機溶媒可溶の高分子樹脂にドープし、これをカプセル殻とした感圧性中空マイクロカプセルを開発する。感圧(感酸素分圧)性を持つ燐光分子をドープした中空マイクロカプセルを開発できれば、粒子の移動量から流れの速度を、燐光粒子の発光特性から空気中の酸素分圧を同時に可視化計測することが可能となる。本研究ではこのカプセルを、液中で長時間安定的に浮遊するマイクロバブルをコアとした液中乾燥法で作成する。カプセル殻となる高分子樹脂、機能性分子とこれらの溶媒、分散媒の種類や粘度、分散媒に添加する界面活性剤を変化させつつカプセルの開発を進める。粒径を制御して1.5~3.0 $\mu\text{m}$ の中空カプセルを作成するとともに、凝集を防ぎつつ、乾燥した気体用の粒子として分散媒から取り出す。作成したカプセルの燐光発光スペクトルや燐光寿命の感温性、感圧性、光学安定性を明らかにする。

### 3. 研究の方法

#### 1) 感圧性金属錯体を重合したマイクロカプセル粒子の開発:

レーザーで励起可能な酸素分圧感応性金属錯体としてルテニウム錯体、プラチナおよびパラジウムポルフィリンなどがある。燐光の寿命や強度が酸素分圧に依存して変化する。これらは乾燥粉末状態でも燐光を発するため高分子に重合できれば感圧性カプセルとして機能する。そこで、生分解性樹脂(PLA H100, H400)、比較的酸素透過性が高いとされる樹脂(PolyIBM, PtBS)に、これらの分子センサを溶かし、水溶液中で分散させてマイクロカプセルを合成した。

カプセル合成では超音波や攪拌機を用いてマイクロバブルを発生させ、バブルの周囲に分子センサを含む高分子樹脂溶液をトラップさせ、これを液中乾燥法で固化する手法を用いた。図1に作成プロセスのイメージを示す。図1では高分子樹脂の溶媒としてジクロロメタンを、分散媒の水溶液に純水を用いた例を示した。

燐光分子センサ濃度、高分子樹脂溶液濃度、高分子樹脂溶媒、水溶液粘度、水溶液密度、界面活性剤等添加剤の種類を変化させてカプセルを合成し、ドライな状態で採取した。ドライにする際にはマイクロメッシュ、メンブレンフィルタなどで極端に大きな塊を排除し、遠心分離、重力沈降などして乾燥させた。作成できたカプセルのサイズは最小で0.5~1.0 $\mu\text{m}$ 、最大15 $\mu\text{m}$ ほどであった。

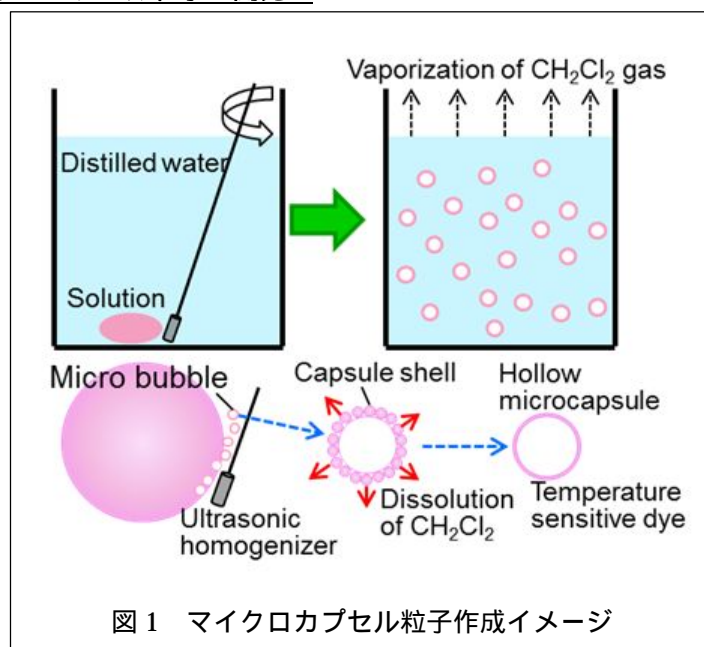


図1 マイクロカプセル粒子作成イメージ

#### 4. 研究成果

図2に開発、評価したカプセルの写真の例を示す。また、圧力応答性試験装置を図3に示した。感圧性燐光分子の多くは紫外線や紫色の励起光を受けて燐光を発する。PtOEPは380-390nm前後、PtTFPPは390-405nmの光の吸光度が高いため、これらの波長の発光出力が大きなLEDを光源として利用した。LEDの発光強度は熱的に制約を受けているため、極短時間のパルス化をすることでこの制約を回避した。これにより連続的な発光強度計測と、瞬間的な強い励起による燐光の寿命計測を実現した。

カプセルは移動しないように濾紙状に付着させて固定し、真空チャンバーに設置した。真空チャンバーは圧力と温度を制御可能で、濾紙をペルチェ温度調節器上に密着させて温度を制御した。ペルチェ素子表面、濾紙表面の温度をT型熱電対で測定した。燐光の測定は600nm以上のロングパスフィルタをつけたPINフォトダイオードとオシロスコープを用いて行った。

図4に結果の一例を示した。このケースでは初期圧力を-98kPaとし、真空チャンバーの弁を開放して急速に大気圧に回復させ、その際の圧力変動を微差圧計と燐光から評価した。黒線が微差圧計の指示値を意味している。この例ではカプセルの殻となる高分子ポリマー材料が生分解性樹脂のPLA-H100、PLA-H400、PolyIBMの場合について応答速度を比べている。信号ノイズが多く読み取りにくいですが、PLAはPolyIBMに比べて酸素透過性が低いため応答がやや遅れており、PolyIBMのカプセルの応答がこれらより速いことがわかった。図には示していないがPtBS製カプセルもPolyIBMとほぼ同じ速い応答を示した。PolyIBMでは微差圧計の時間変化に比べて有意な遅れを検出できなかったため、更に詳細に時間応答性を評価するためには、圧力パルスや共鳴波を利用する必要がある。

図5はカプセルの燐光寿命の圧力応答性を評価した例である。PLA-H100、PLA-H400、PolyIBM、PtBSのいずれの場合も一般的なPSPとして利用する場合とほぼ同じ感圧応答性を得ることができた。燐光分子センサ濃度、高分子樹脂溶液濃度、高分子樹脂溶媒、水溶液粘度、水溶液密度、界面活性剤等添加剤の種類により、ドライなカプセル製造の収率と粒子径が変化した。感圧性はいずれのパラメータにもあまり依存しなかった。圧力変動に対する時間応答性についてはカプセル粒子径に依存することがわかった。浮遊性の高い小さいカプセルほど応答が速いと見込めるが、その場合はドライなカプセル製造の収率が低くなる課題が生じた。今後、バインダーレスな粒子製造方法も視野に置いて継続的に開発する。



図2 マイクロカプセルの写真

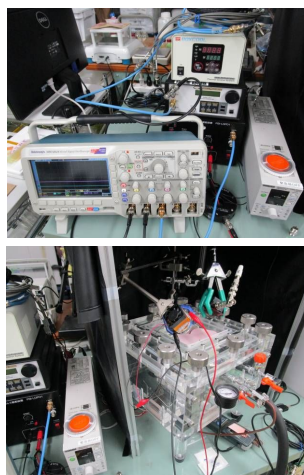


図3 評価装置

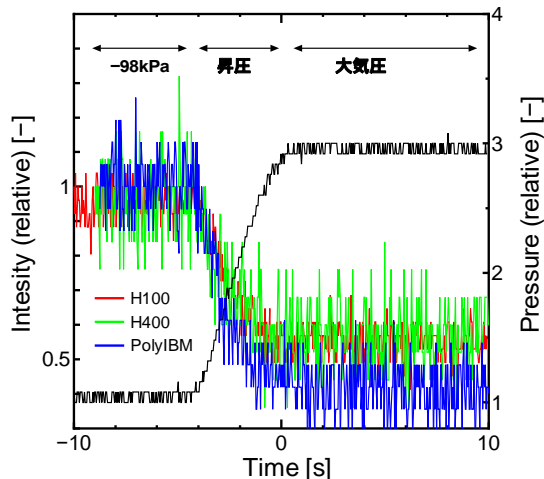


図4 樹脂による応答速度の違い

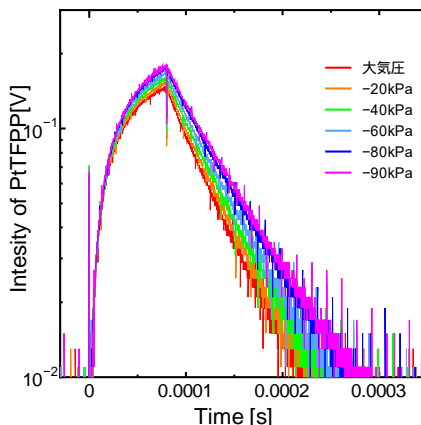


図5 圧力応答性(PLA-H100)

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計4件（うち査読付論文 0件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 染矢聡	4. 巻 97
2. 論文標題 PIV技術を用いた温度場と流れ場の同時計測	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 日本エネルギー学会機関紙えねるみくす	6. 最初と最後の頁 360-365
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 江上泰広, 染矢聡, 松田佑, 満尾和徳, 沼田大樹	4. 巻 37
2. 論文標題 多様な感圧・感温物質とその諸特性	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 可視化情報学会学会誌	6. 最初と最後の頁 165-170
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 染矢聡, 沼田大樹, 松田佑, 坂村芳孝	4. 巻 37
2. 論文標題 PSP/TSP実験入門	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 可視化情報学会学会誌	6. 最初と最後の頁 158-164
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 染矢聡	4. 巻 56
2. 論文標題 PIV: 粒子画像流速測定法の概要と最新動向	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 建築設備と配管工事	6. 最初と最後の頁 1-5
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計7件（うち招待講演 4件 / うち国際学会 3件）

1. 発表者名 Someya S.
2. 発表標題 High temperature gas flow measurement over 1000K
3. 学会等名 18th International Symposium on Flow Visualization (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Yamashita S., Someya S., Munakata T.
2. 発表標題 Comparison of an intensity and a lifetime method for pressure and temperature sensitive paint measurements using a pulsed LED
3. 学会等名 The 11th Pacific Symposium on Flow Visualization and Image Processing (国際学会)
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 染矢 聡
2. 発表標題 PIVを中心とした可視化技術による空気環境測定法
3. 学会等名 2017年度第26回空気シンポジウム (招待講演)
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 染矢 聡
2. 発表標題 感温性粒子トレーサーを用いた、空気流れの温度速度分布視える化技術 ~設計支援を目指して~
3. 学会等名 かがわエネルギー産業フォーラム勉強会 (招待講演)
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 山下 翔伍, 染矢 聡, 宗像 鉄雄
2. 発表標題 パルスLEDを用いた感圧・感温塗料計測における強度法と寿命法の比較
3. 学会等名 第45回可視化情報シンポジウム
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 山下 翔伍, 染矢 聡, 宗像 鉄雄
2. 発表標題 パルスLEDを用いた感圧塗料計測における強度法と寿命法の比較
3. 学会等名 可視化情報全国講演会
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 Someya S.
2. 発表標題 The simultaneous measurement of temperature and velocity using temperature sensitive particles
3. 学会等名 The 12th Pacific Symposium on Flow Visualization and Image Processing (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計1件

1. 著者名 染矢聡	4. 発行年 2018年
2. 出版社 森北出版株式会社	5. 総ページ数 15
3. 書名 PIVハンドブック(第2版), 第8章4節, 速度・スカラー計測	

〔産業財産権〕

〔その他〕

産業技術総合研究所 省エネルギー研究部門  
<https://unit.aist.go.jp/ieco/groups/index.html>  
産総研-省エネルギー研究部門  
<https://unit.aist.go.jp/ieco/groups/index.html>

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----