

研究種目：若手研究(B)  
 研究期間：2007～2008  
 課題番号：19760574  
 研究課題名(和文)温度キャンセリング機構を備えた高速応答型感圧コーティングの研究開発  
 研究課題名(英文) Development of Fast Responding Pressure-Sensitive Coating using Combination of Functional Molecules for Temperature Cancellation  
 研究代表者  
 坂上 博隆 (SAKAUE HIROTAKA)  
 独立行政法人宇宙航空研究開発機構・研究開発本部・研究員  
 研究者番号：90373448

研究成果の概要：温度キャンセリング機構を備えた高速応答型感圧コーティングを研究し、その成果が得られた。このコーティングはピレンスルホン酸の2色発光を利用し、温度依存性をキャンセルする機構を持つ。この色素は2色発光での低波長側の発光ピークが温度増加とともに増加し、高波長側の発光ピークは温度増加とともに減少する傾向がある。2色発光が重なる波長領域は温度によらず発光量が一定となることに着目し、この領域で計測することで温度依存性をキャンセルし、かつ高速応答性が必要とされる非定常圧力分布の計測に成功した。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	1,900,000	0	1,900,000
2008年度	1,300,000	390,000	1,690,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,200,000	390,000	3,590,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：航空宇宙工学

キーワード：機能性分子、感圧センサ、温度依存性、圧力感度、酸素消光

1. 研究開始当初の背景

酸素消光を用いた圧力センサ (Pressure Sensitive Paint, PSP) は離散点ではなく面分布を光学的に非接触計測できることに大きな特徴がある。PSP は蛍光色素 (色素) の酸素消光を圧力に関係づけた分子センサである。このセンサは色素とそれを流体試験体表面上に塗布するためのポリマーバインダーから構成されている (図1)。PSP はスプレーガン等で簡単に流体試験体表面に塗布することができ、離散点計測に比べ安価で容易に計測ができる点も大きな利点である。

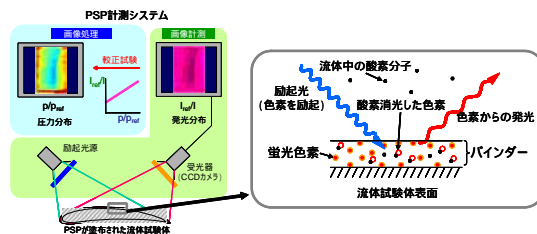


図1 PSP計測システム(左図)とPSPの概略図(右図)

PSP計測の応用範囲は遷音速や超音速の、比較的圧力変化の大きい(圧力差1kPa以上)

領域を中心として、比較的圧力変化の小さい低速領域の自動車や電車での応用、非定常流れへの応用が近年着目されている。しかしこれらの分野に応用されるには、PSP 開発の上で大きな問題（PSP の温度依存性と圧力応答性）が残されている。

温度依存性の問題解決法として、温度のみに応答する色素を用いた感温センサ（Temperature-Sensitive Paint, TSP）を併用する方法と、TSP を PSP に混合した複合センサを用いる方法がある。前者は流体試験体に PSP を塗布し、計測した後に PSP を取り除き、TSP を塗布仕直して同様の計測を行う必要がある。この方法では TSP 計測で得た温度分布結果から PSP 計測の温度補正を行う。計測に要する時間や再現性が問題となり、大きな誤差を含む。後者は宇宙航空研究開発機構の満尾等、米国ワシントン大学の Khalil を中心に提唱されている方法である。光学的に波長分離が行われる色素を用いた複合センサである。一つの色素は TSP として用い、他の色素は PSP として用いる。この方法では受光器は TSP の波長領域と PSP の波長領域をそれぞれ計測する必要がある。前者に比べ TSP、PSP を塗布仕直して計測する必要はないが、TSP からの温度分布、PSP からの圧力+温度分布の画像を異なる受光器または同一の受光器で波長範囲を選択して計測する必要がある。異なる受光器を用いる場合、それぞれの画像を重ね合わせる処理を行う必要がある。同一の受光器で計測する場合、波長範囲を選択して TSP と PSP の計測を行うため、定常試験か再現性がある非定常試験に限定される。またこの方法を用いても TSP からの温度情報から PSP の温度依存性を補正する必要があるため計測の短縮にはならない。圧力応答性の改善として、ポリマーをバイダ―として用いるのではなく、坂上らは多孔質表面に色素を吸着させることで酸素の拡散を高め、PSP の高速応答性を得た。図 2 は陽極酸化皮膜を用い、数十ナノスケールの細孔内に色素を吸着させた PSP (Anodized Aluminum Pressure Sensitive Paint, AAPSP) の模式図及び陽極酸化皮膜の電子顕微鏡写真である。AAPSP により数十マイクロ秒オーダー（世界最速）の応答性を達成した。従来の PSP は色素をポリマーに混合するのみであるが、多孔質表面をもつ PSP はディッピング法により色素を表面に吸着する必要がある。

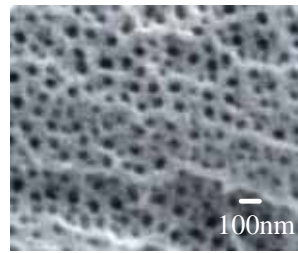
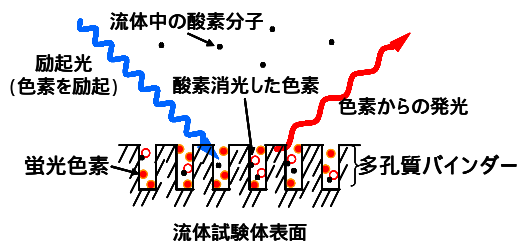


図 2 AAPSP の模式図（上図）および皮膜の電子顕微鏡写真（下図）

## 2. 研究の目的

PSP は色素の物理化学的性質上、温度依存性は避けられない問題である。また、従来の PSP ではその構成要素であるバインダーが酸素を透過する必要から圧力応答性が秒オーダーとなり、圧力計測が定常試験に限定される。本研究は「3. 研究の方法」で述べる温度依存性の解消法を AAPSP に適用することで、温度依存性と圧力応答性を改善した感圧コーティングの研究開発とその実証を目的とする。これにより非定常現象を単一の光学フィルターで試験することが可能となる。

## 3. 研究の方法

新たな温度依存性の解消法として、本研究は温度依存性に対する 2 種類の色素を用い、それぞれの波長が重なる領域に着目する。バンドパスフィルターを使用することでこれらのスペクトルから波長帯を選択することができる（図 3）。□+ のバンドパスフィルターを使用すると、温度増加に伴い発光量が強くなる。一方、□- のバンドパスフィルターを使用すると、温度増加に伴い発光量が弱まる。同様に、2 つの発光ピークの間の中波長帯のバンドパスフィルターを使用すると、温度に依存せず発光量が一定となる。この温度依存性の少ない領域を圧力計測で用いることにより、温度補正の必要ない測定を行う。

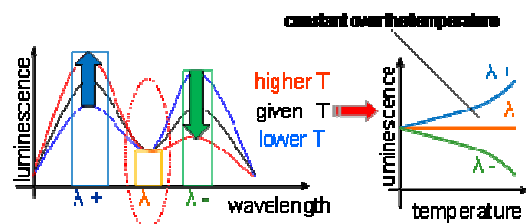


図 3 温度依存性解消方法の概念図

上記の発光ピークを AAPSP で作り出すには、ディッピング法のパラメータとなる色素濃度、溶媒、ディッピング時間、ディッピング温度と発光ピーク比の関係について調べる必要がある（図 4）。これらのパラメータを変化させ、開発する AAPSP の発光特性、温度特性、圧力特性を、温度・圧力制御機構を備えた分光装置を用いて評価する（図 5）。

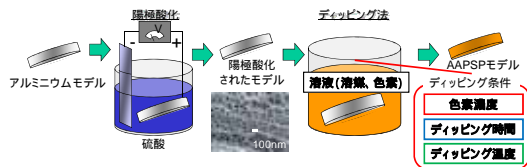


図4 AA-PSP 作製法とディッピング条件

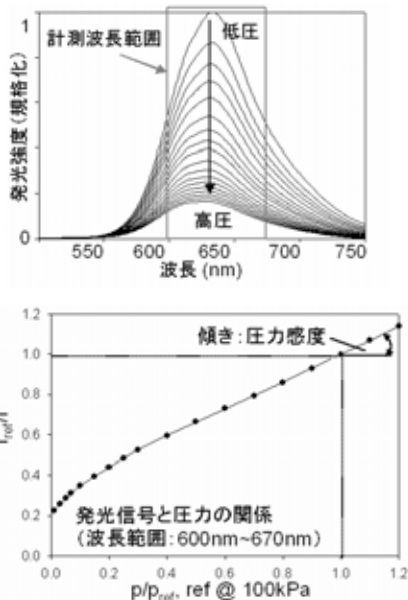


図5 PSP の発光特性（上図）と計測波長領域での較正試験（下図）

温度キャンセル機構を備えた AAPSP を温度変化が生じる非正常現象に適用し、その有効性を示した。本研究では6つの穴があいた円盤に高速ジェットを拭きつけることで10 Hz の非正常現象を作り出した（図6）。このジェットを円柱に衝突させることで、円柱底面に設置した AAPSP の圧力変化を作り出すことができる。AAPSP 面をヒーターで暖めて温度変化を与えた場合と与えない場合での発光量変化を調べることで温度依存性を評価できる。比較として従来用いられているバソフェニルテニウムを発光色素に用いた AAPSP (AAPSPconv) の試験も行った。圧力データとの比較用に圧力トランスデューサ (Kulite) と温度計測用に熱電対を埋め込んだ。AAPSP の計測画像は高速カメラを用いて100 Hz のフレームレートで取得した。

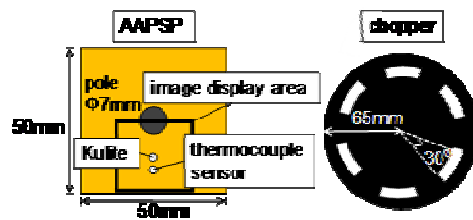
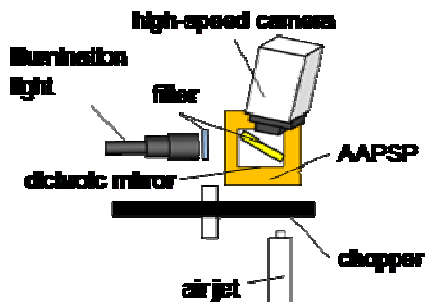


図6 非正常試験セットアップ

#### 4. 研究成果

温度依存性と圧力応答性を改善した感圧コーティングの研究開発

本研究で提案する温度キャンセル機構を持つ色素としてピレンスルホン酸を選択した。この色素は 390 nm 付近の低波長側にモノマー (monomer)、470 nm 付近の長波長側にエキシマー (excimer) を持つ。表 1 に示すディッピング条件を変えた9種類のサンプルについて較正試験を行った。ここで、ディッピング法で用いる溶媒としてアセトンを用い、基盤となる陽極酸化皮膜は同一の物を用いた。

表1 サンプル作製条件

	色素濃度 (mM)	ディッピング時間 (min)	ディッピング温度 (°C)
S <sub>1</sub>	0.001	30	20
S <sub>11</sub>	0.1		
S <sub>12</sub>	0.03	1	20
S <sub>22</sub>		90	
S <sub>23</sub>	0.03	30	-10
S <sub>24</sub>			20
S <sub>28</sub>			40

発光スペクトルは分光蛍光光度計により計測した。発光ピーク比は monomer の発光ピークを excimer の発光ピークで規格化した monomer peak ratio として表示した。各ディッピング条件はそれぞれの条件の上限・下限で規格化した normalized dipping parameters と定義したものをを用いてそれらの関係性を調べた。色素濃度の上限は 0.1 mM、下限は 0 mM、ディッピング時間の上限は 90 min、下限は 0 min、ディッピング温度の上限は 40 °C、下限は -10 °C とした。ピーク比の結果を図7に示す。

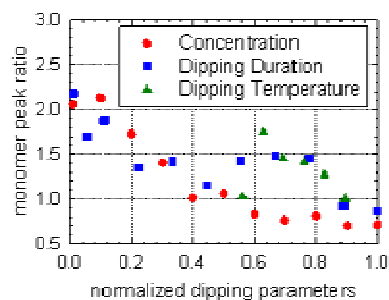


図7 ディッピング条件とピーク比の関係

色素濃度が増加するにつれて monomer のピークが excimer のピークと比較して減少し、0.6 (0.06 mM) を越えたあたりからほぼ一定値をとることが確認できる。ディッピング時間に関しては、ディッピング時間が増すと全体的に monomer のピークが減って、excimer のピークが増える傾向を確認する事ができた。ディッピング温度に関しては、ディッピング溶液の溶媒として用いたアセトンの凝固点、沸点をそれぞれ上限と下限にした時、凝固点付近のディッピング温度を実現することは難しく、本実験では計測点数が不十分となってしまった。しかしながら、今回の設定したディッピング温度の範囲内では、0.56 (-10 °C) 以外ではディッピング温度が高くなるにつれて monomer のピークが excimer のピークに対して減っていることがわかる。本研究で、各ディッピング条件を変更することによりピレンスルホン酸の発光ピークを制御できることを示した。

温度キャンセル機構を備えた、色素濃度が 0.06 mM、ディッピング時間が 30 min、ディッピング温度が 20 °C のディッピング条件で作製した AAPSP の発光特性を図 8 に示す。温度依存性の解消を目指した波長帯を cancelling band と定義し、その波長帯を 2 つの発光ピークの間である 450 ~ 490 nm と設定した。

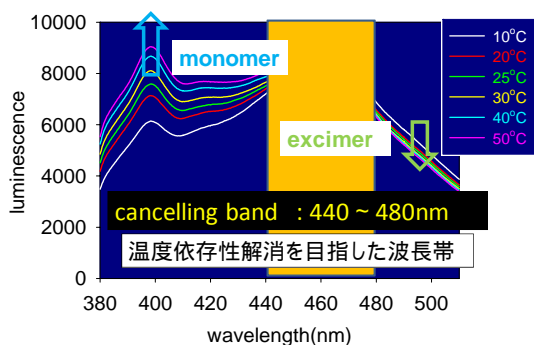


図 8 温度キャンセル機構を備えた AAPSP の発光スペクトル

Monomer、excimer、cancelling band での温度と圧力の較正試験結果を図 9 に示す。温度範囲 10 ~ 50 で cancelling band で計測した AAPSP は温度により発光量 ( $I/I_{ref}$ ) がほとんど影響されていないことがわかり、温度キャンセルが行われていることを示す。圧力範囲 0 ~ 100 kPa ( $P/P_{ref}$ : 0 ~ 1) で発光量 ( $I_{ref}/I$ ) が大きく変化すると圧力感度が高いことを示すが、cancelling band は excimer と同様、十分な感度を示すことがわかる。温度依存性、圧力感度を数値化した結果を表 2 に示す。温度依存性はリファレンスとなる 25 °C での温度較正試験結果の傾きに相当する。絶対値が 0 に近いほど温度依存

性が低いことを示すが、cancelling band で 0 を得ることに成功し、monomer で最も大きい温度依存性を持つことがわかった。圧力感度はリファレンスとなる 100 kPa ( $P/P_{ref} = 1$ ) での圧力較正試験結果の傾きに相当する。傾きが大きいほど高い圧力感度を示し、最大で 1 となる。温度キャンセル機構を備えた AAPSP は excimer と同様の感度を示し、十分な感度を持つことに成功した。

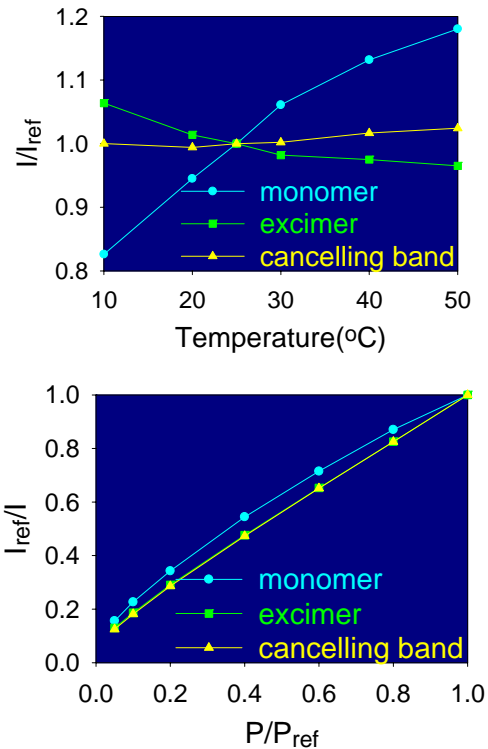


図 9 温度キャンセル機構を備えた AAPSP の温度 (上図) と圧力 (下図) 較正試験結果

表 2 各計測波長範囲での温度依存性、圧力感度

	温度依存性 (%/ )	圧力感度 (無次元数)
monomer	0.98	0.48
excimer	-0.13	0.63
cancelling band	0.0	0.64

#### 実証試験

AAPSP 計測では、塗料のムラや励起光の不均一性を除去するために、通風時の画像の他に基準となるリファレンス画像が必要となる。リファレンス画像は圧力分布が一定の状態取得するので、本実証試験ではジェットを噴出していない時がそれに相当する。本試験では 2 種類のリファレンス画像を取得した。

1 つ目は AAPSP をヒートガンにより熱し、AAPSP に埋め込んだ熱電対の計測値が 38 °C のリファレンス。通風時の 29 °C と比較すると高温のリファレンス画像である。もう一つは通風直後に取得し、通風時との温度差が小さい (28 °C) の低温のリファレンス画像である。通風時の画像、高温時のリファレンス画像、低温時のリファレンス画像のそれぞれを  $I_{run}$ 、 $I_{ref\_high}$ 、 $I_{ref\_low}$  と表記する。リファレンス画像両方を指す場合には  $I_{ref}$  と表記する。リファレンス画像と通風画像比 ( $I_{ref}/I$ ) から AAPSP の温度依存性を評価した。図 10 に示す Kulite 付近のジェット側を A 点、円柱付近を B 点とした。この A 点と B 点を結んだ直線での AAPSP と AAPSPconv の高温時と低温時のリファレンスでの発光量比を算出した結果が図 11 である。このグラフの縦軸は図 10 の点 A を原点とし、B 点方向への距離 distance をとったものである。横軸はリファレンス画像と通風画像の比である。低温のリファレンスを基準としたとき、AAPSPconv の高温のリファレンスとの誤差は  $10.9 \pm 1.6\%$  あった。それに対して、AAPSP の結果ではその誤差は  $0.97 \pm 0.7\%$  の誤差となり、従来型の AAPSP (AAPSPconv) と比較して温度の影響が約 90% 低減された。AAPSP を中間の波長帯の cancelling band で計測することで 28 ~ 38 °C の範囲内で温度キャンセリング機構を備えた非定常計測を行うことに成功した。

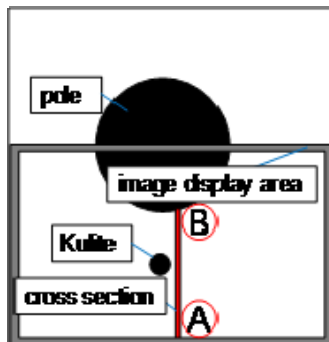


図 10 発光画像比算出位置の模式図

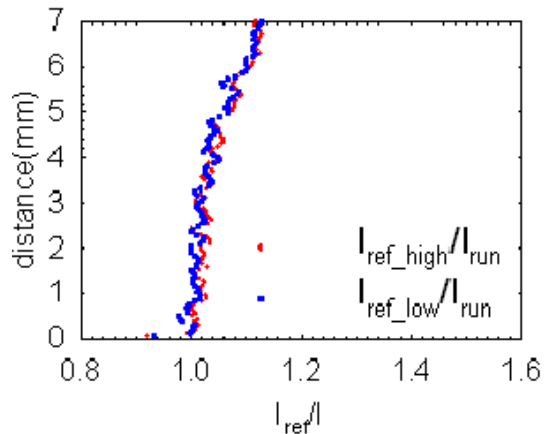
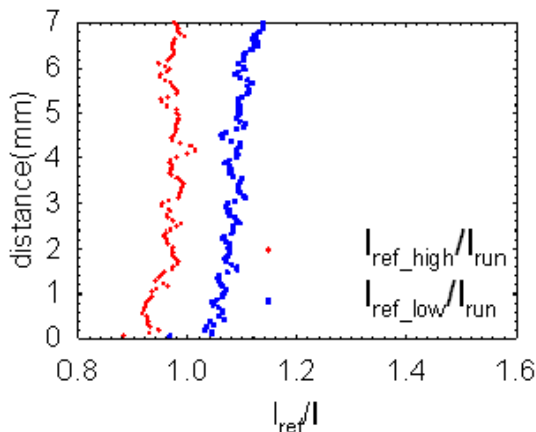
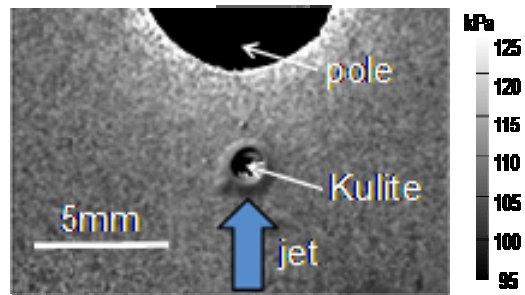
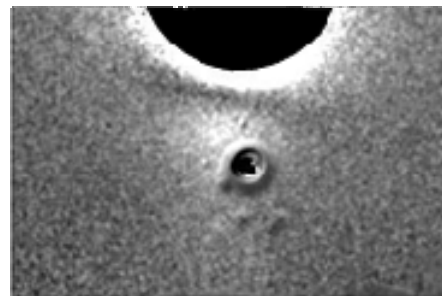


図 11 A-B 断面での AAPSPconv (上図) と AAPSP (下図) の発光画像比

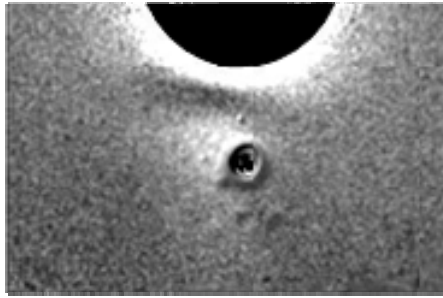
図 10 の太線で囲まれた範囲での圧力分布を図 12 に示す。100 Hz で画像を取得したが、代表例として 20 ms ごとの結果を示す。AAPSP は温度依存性の補正をすることなく計測可能である。0 ms の結果に間欠ジェットの向き、円柱 (pole) 位置、Kulite 位置、圧力スケールを示す。10 Hz の間欠ジェットが円柱に衝突することで、その付近で圧力が高くなることが確認できる。また、Kulite 付近の圧力も高くなっており、ダイヤモンドショックが示されていることが予想される。これについては今後詳細な検討が必要である。



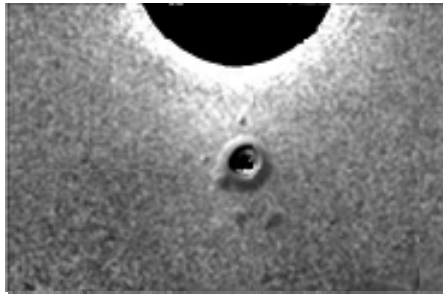
0 ms



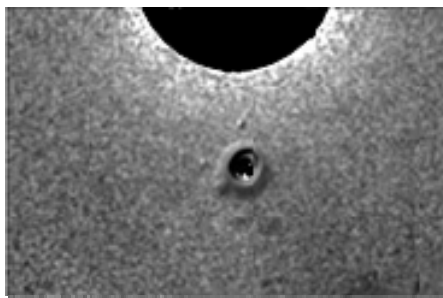
20 ms



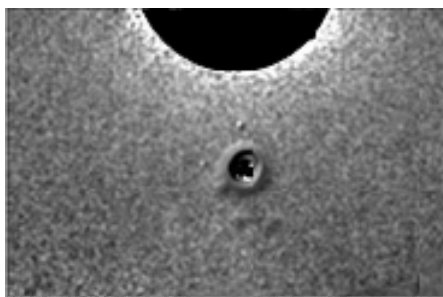
40 ms



60 ms



80 ms



100 ms

図 12 温度キャンセル機構を備えた AAPSP を用いた非定常圧力分布計測

### 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4件)

久力琢磨、坂上博隆、ディッピング法による温度キャンセル機構、JAXA SP、SP08-012、2009、査読無

Kuriki, T., Miyazaki, T., Sakaue, H.、Temperature-Cancelled Anodized-Aluminum

Pressure-Sensitive Paint for Unsteady Pressure Field Measurement、Bulletin of the American Physical Society、53 No. 15、89、2008、査読無

Kuriki, T., Sakaue, H.、Development of Fast Responding Pressure-Sensitive Coating with Temperature Compensation、第36回可視化情報シンポジウム講演論文集、28 No.1、91-94、2008、査読無

久力琢磨、坂上博隆、温度依存性解消を目指した2色発光ディッピング法の研究、JAXA SP、SP07-024、2007、査読無

#### [学会発表](計4件)

Kuriki, T., Miyazaki, T., Sakaue, H.、Temperature-Cancelled Anodized-Aluminum

Pressure-Sensitive Paint for Unsteady Pressure Field Measurement、61st Annual Meeting of the Division of Fluid Dynamics、米国テキサス州サンアントニオ、2008年11月23日

久力琢磨、坂上博隆、ディッピング法による温度キャンセル機構、第4回学際領域における分子イメージングフォーラム、早稲田大学国際会議場、2008年10月9日

Kuriki, T., Sakaue, H.、Development of Fast Responding Pressure-Sensitive Coating with Temperature Compensation、第36回可視化情報学会、工学院大学 新宿校、2008年7月23日

久力琢磨、坂上博隆、温度依存性解消を目指した2色発光ディッピング法の研究、第3回学際領域における分子イメージングフォーラム、早稲田大学 国際会議場、2007年11月13日

### 6. 研究組織

#### (1)研究代表者

坂上 博隆 (SAKAUE HIROTAKA)

独立行政法人宇宙航空研究開発機構・研究開発本部・研究員

研究者番号：90373448