

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 2 年 5 月 15 日現在

機関番号：33903

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2017～2019

課題番号：17K06171

研究課題名(和文) 非定常PSP計測法の革新：高輝度発光電気化学セルPSPによる測定精度の飛躍的向上

研究課題名(英文) Remarkable improvement of accuracy of unsteady global pressure measurement by high-luminescence LEC-PSP

研究代表者

江上 泰広 (EGAMI, Yasuhiro)

愛知工業大学・工学部・教授

研究者番号：80292283

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,600,000円

研究成果の概要(和文)：感圧塗料(PSP)は物体上の圧力分布を、CCD/CMOSカメラなどを用いて光学的に面計測できる新しい計測法である。本研究は、シャッタースピードが1-100msと非常に短い高速流体現象を高精度で計測するために、発光電気化学セル(LEC)の原理に基づく電気励起式の高輝度LEC-PSPの開発を行った。感圧色素PtTFPPを使用したLECの作成方法を検討し、適切な調合割合、膜厚、作成条件を見出した。このLEC-PSPはスプレー塗装で作成した従来のPSPと同等の圧力感度と約36倍の発光強度を示し、取得画像のS/N比向上とそれに伴う計測精度を大幅に向上させることができることが示した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

感圧塗料(PSP)の時間応答性を向上させる研究の進展に伴い、より高速な流体現象の計測が行われるようになってきた。しかし高速カメラの露光時間が短くなればなるほど、計測画像の光量は減少しS/Nが低下してしまい、計測精度向上のボトルネックとなっていた。LECに基づく電気励起式のPSPを開発し大幅な軌道向上に成功したことで、高速流体現象の計測における計測精度向上ができることが示された。また、自己発光できるため励起光照射が困難な閉所などの計測対象にも適用できるようになるなど、将来的な適用範囲拡大が見込まれる。

研究成果の概要(英文)：Pressure-Sensitive Paint is a new technique to optically measure pressure distribution on a model surface with a CCD/CMOS camera. In this study, we have developed an electrically excited high-luminescence PSP based on the principle of luminescent electrochemical cells (LECs) to measure fast fluid phenomena with high accuracy in a very short exposure time of 1-100 ms. First, the preparation method of LECs using the pressure-sensitive dye PtTFPP was studied, and the preparation conditions including the preparation materials, their proportions and film thicknesses were found. The pressure sensitivity of the LEC-PSP was confirmed to be comparable to that of the conventional spray-coated PSP. The LEC-PSP showed 36 times higher intensity than the conventional one, which can significantly improve the signal-to-noise ratio of the acquired images and the associated measurement accuracy.

研究分野：流体工学

キーワード：感圧塗料 発光電気化学セル 高輝度 イオン液体 LEC PSP

様式 C-19、F-19-1、Z-19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

(1) 航空機や自動車の風洞模型上の圧力分布を面計測できる感圧塗料(PSP)の研究が盛んになされている。PSP はすでに数 μs 程度の高速時間応答が実現されており、高速流体现象を計測する試みも行われている。PSP を照射する励起光源の光量や計測に使用される高速度カメラの感度も年々向上しているが、高速度カメラの撮影速度が1万~10万枚/秒と高くなると、PSPからの光量が著しく不足し、計測精度が低下してしまう問題が生じていた。

(2) これまではノイズ成分の多い計測画像から実験後にノイズ除去の画像処理を行うことで、計測精度を向上させる研究が多く行われてきた。しかしさらに計測精度を向上させるためには、PSPの光量自体を増加させることで、計測画像の質を向上させる必要があった。そのため、従来の光励起に代わる方法として、PSPの発光色素を電気的に励起する発光電気化学セル(J (Light-emitting Electrochemical Cell = LEC)[1])の原理を利用した高輝度PSPの開発を行った。

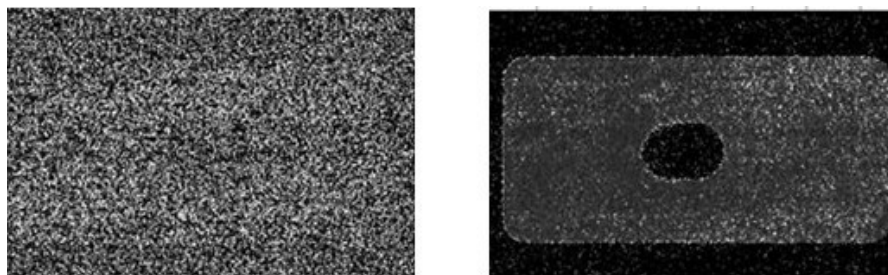


図1 感圧塗料(PSP)の露光時間(左図1 μs 、右図100 μs)の違いによる取得画像の変化

2. 研究の目的

一般的にPSPからの発光は微弱であるため、高輝度のLEDやレーザーなどの励起光源と高感度のCCD/CMOSカメラが計測に用いられている。しかし高速現象の計測時に高速度カメラの露光時間が100 μs 以下になると、現在のLEDの照射強度と高速度カメラの感度ではPSPからの発光の取得画像のS/Nが低下し、計測精度が大幅に低下してしまう。そのため、高速現象計測時のPSPによる圧力計測精度を大幅に向上させるためには、ボトルネックになっているPSPの発光強度そのものの大幅向上が必要である。PSPの計測に使用される現在のLEDなどの励起光源は、高輝度かつ安定的に光を照射できる上限に限られる。そのため光励起に代わってLECの原理を用いた電気励起式のLEC-PSPの開発を行った。有機ELは多層構造なうえクリーンルームで作成する必要があるが、LECは発光層とアノード、カソードの三層構造でも発光し、クリーンルームでない通常の実験室でも作成可能などの特性を有する点も有利である。

3. 研究の方法

本研究では、発光電気化学セル(LEC)の原理を用いた高精度PSP計測法の開発を以下の順で実施した。

- ① LEC-PSPの開発：LECの原理に基づいた電気励起可能なPSPの発光法の開発を行う。特性試験等により、圧力センサとしての諸特性と高輝度を両立したLEC-PSPを実現するために、発光物質を選定するとともに、作成方法の最適化を行う。
- ② LEC-PSPの特性評価：電気励起式のLEC-PSPの発光の強度、時間安定性、および圧力変化に対する感度を評価するための較正試験装置を作成し、各特性を評価した。
- ③ 高精度計測法の確立：LEC-PSPが印加電圧を変化させることで、発光強度を容易に変調できることを利用し、ヘテロダイン計測法と組み合わせることで高精度計測法を確立する。通常、有機EL、LECなどは酸素や水蒸気と接することによる劣化を防止するために、発光層を封止して使用される。しかしLEC-PSPは酸素による消光現象による発光強度の変化によって圧力を計測するため空気との接触を完全には防ぐことができない。その影響についても調査を行った。

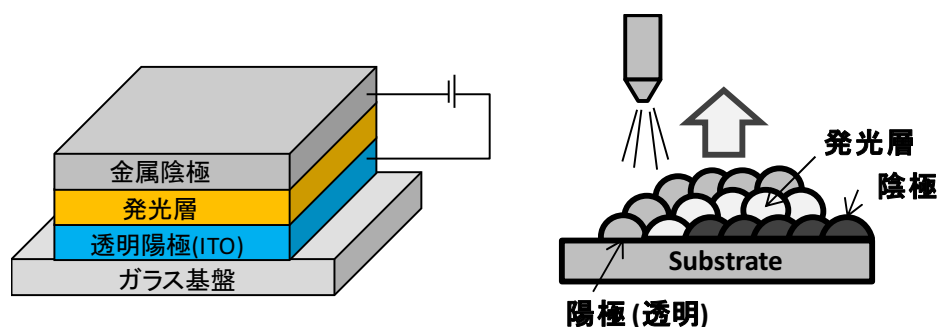


図2 LECの概念図

4. 研究成果

感圧色素(PtOEP/PtTFPP)を用いた LEC の作成

PSP で感圧色素として多く用いられている白金ポルフィリン(PtOEP/PtTFPP)を用いた LEC を作成し安定的な発光が得られるかを調査した。日本化学工業(株)の技術的協力のもと PtTFPP または PtOEP と発光ポリマをトルエンに溶解し、同じくトルエンと混合したイオン液体(日本化学工業)と一定割合で混合したものを発光層とした。

これをガラス基板にパターニングされた ITO 上にスピコートで塗布し、乾燥させたのちアルミの金属電極を蒸着して作成した。発光ポリマの発光は黄色である(図3左)が、PtOEP(中央)やPtTFPP(右)と組み合わせると白金ポルフィリンの赤色の発光になる。

発光層の膜厚は発光特性へ大きく影響する。図4はスピコート時の回転数、溶液の滴下量などを変化させて、発光層の膜厚を変化させたときの発光強度の時間変化を調査したものである。膜厚が薄すぎても、厚すぎても特性は安定せず、100–140 nm の範囲の時に安定的な特性が得られることが分かった。



図3 発光ポリマのみ(左)、発光ポリマ+PtOEP(中央)、発光ポリマ+PtTFPP(右)の発光

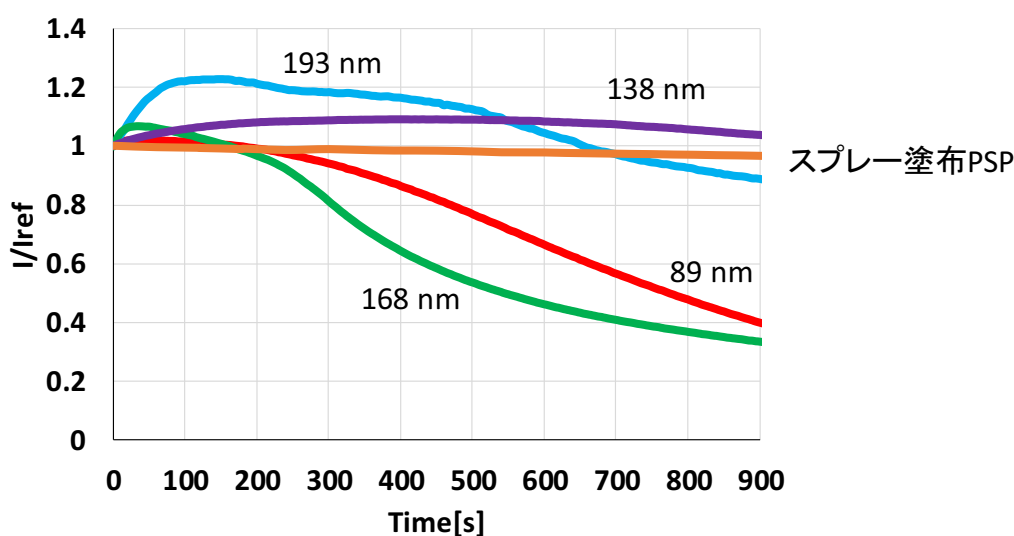


図4 発光層の膜厚の発光強度の時間変化への影響

空気(酸素)透過性の付与

通常の有機 EL や LEC では劣化を促進し発光寿命が短くなってしまいうため、酸素や水蒸気が浸透しないように封止処理がされる。PSP は酸素消光による発光強度変化により発光強度を計測するため、十分な量の空気が発光層に浸透する必要がある。アルミなどの金属を発光層の上に蒸着すると図5左のように空気は発光層に浸透できなくなってしまう。そのためまず、アルミを蒸着する代わりに、空気が透過可能な PEDOT:PSS を発光層の上にスピコートで塗布する試みを行った。疎水性の発光層の表面をオゾン処理で親水性にし、水に分散させた PEDOT:PSS をスピコートで塗布した(図5中央)。しかしオゾン処理中に感圧色素や発光ポリマも同時に参加されてしまい、発光強度が大幅に低下する問題が生じた。そこで次にアルミの蒸着量を減少させていき、金属電極に酸素が透過する隙間を生じさせることを試みた(図5右)。

アルミ蒸着量を変化させながら酸素透過性と通電性の両立を図ったところ、蒸着量を 1/10 に減らし、金属蒸着の平均膜厚を 120 nm から 20nm にすることで、酸素透過性を持たせることができた。

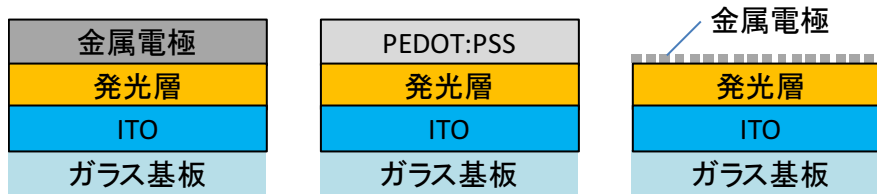


図5 空気（酸素）透過性の付与するための LEC-PSP 構造の概念図

LEC-PSP の特性評価

LEC-PSP の圧力感度や発光強度などのセンサ特性を評価するため圧力校正チャンバを設計/作成した。図6に真空ハーマチックコネクタを介して外部から電流をチャンバ内部に引き込んだ。チャンバ内部は圧力と温度を制御できるようになっている。

図7は各 PSP の圧力校正試験の結果である。酸素を透過させないアルミ電極の膜厚が 120 nm の通常の LEC は圧力による発光強度の変化が見られないが、LEC-PSP は圧力によって発光強度が変化し、0.49%/kPa の圧力感度を示した。一方スプレー塗装で作成した PSP は 0.62%/kPa であり、LEC-PSP の圧力感度はやや低く成っているものの、圧力計測には十分な値が得られていることが分かった。

また、発光強度を比較したところスプレー塗装で作成した PSP と比較して約 36 倍の発光強度が得られることが分かった。また、印可電圧をさらに加えたところ、192 倍の発光強度を得ることができたが、劣化による発光強度の低下も早期に生じた。空気が透過する LEC-PSP と通常の LEC を比較すると、同様の作成条件では LEC-PSP の方が発光量の低下が早期に生じた。感圧色素に PtTFPP を用いた PSP では、光励起による感圧色素の光劣化はほとんど生じないことから、電気励起の LEC-PSP では発光強度が大きく向上している分、色素の劣化も早く進むことが分かった。

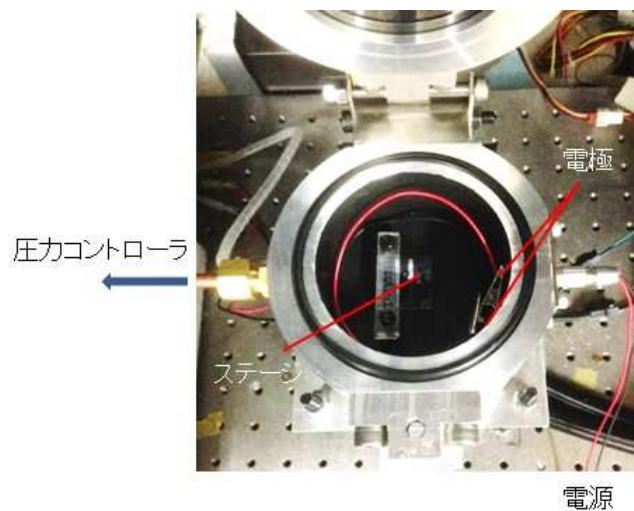
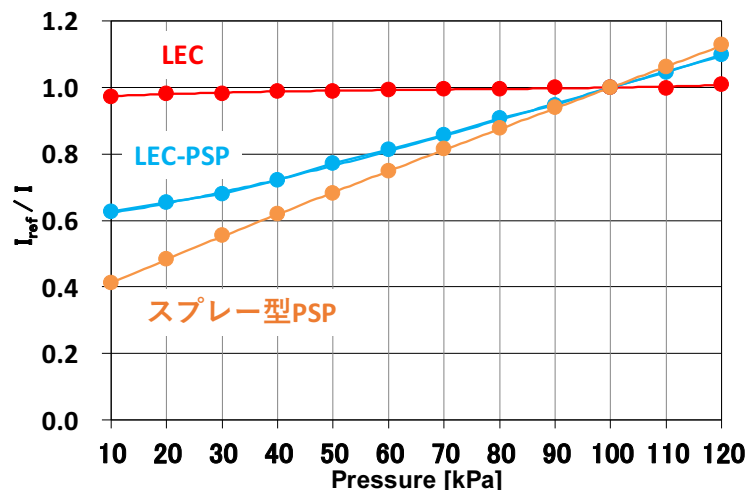


図6 LEC-PSP 用圧力校正チャンバ



以上のように、感圧色素 PtOEP, PtTFPP を用いた電気励起式の LEC-PSP の開発を行った。安定発行する調合材料や作成方法/条件を見出し、アルミニウムの蒸着量を調整することで、酸素透過性を持たせることに成功し、圧力感度も通常の PSP とほぼ同等の圧力感度を達成した。また、発光強度も通常のスプレー塗装で作成した PSP と比較して 36 倍以上の発光強度を得ることができ、露光時間の短い高速度計測における計測画像の S/N 比向上に資することができるようになった。

LEC-PSP は自己発光が可能であるためまた、自己発光できるため励起光照射が困難な閉所などの計測対象にも適用できるようになるなど、将来的な適用範囲拡大が見込まれる。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計11件（うち査読付論文 11件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Egami Yasuhiro, Konishi Shota, Sato Yudai, Matsuda Yu	4. 巻 286
2. 論文標題 Effects of solvents for luminophore on dynamic and static characteristics of sprayable polymer/ceramic pressure-sensitive paint	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Sensors and Actuators A: Physical	6. 最初と最後の頁 188 ~ 194
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.sna.2018.12.034	査読の有無 有
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 Egami Y., Sato Y., Konishi S.	4. 巻 57
2. 論文標題 Development of Sprayable Pressure-Sensitive Paint with a Response Time of Less Than 10 μ s	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 AIAA Journal	6. 最初と最後の頁 2198 ~ 2203
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2514/1.J057434	査読の有無 有
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 Sugioka Yosuke, Arakida Kazuto, Kasai Miku, Nonomura Taku, Asai Keisuke, Egami Yasuhiro, Nakakita Kazuyuki	4. 巻 18
2. 論文標題 Evaluation of the Characteristics and Coating Film Structure of Polymer/Ceramic Pressure-Sensitive Paint	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Sensors	6. 最初と最後の頁 4041 ~ 4041
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.3390/s18114041	査読の有無 有
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 Matsuda Yu, Kameya Tomohiro, Suzuki Yuichi, Yoshida Yuki, Egami Yasuhiro, Yamaguchi Hiroki, Niimi Tomohide	4. 巻 250
2. 論文標題 Fine printing of pressure- and temperature-sensitive paints using commercial inkjet printer	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 Sensors & Actuators: B. Chemical	6. 最初と最後の頁 563 ~ 568
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.snb.2017.04.188	査読の有無 有
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 Matsuda Yu, Kawanami Osamu, Orimo Riki, Uete Keigo, Watanabe Atsufumi, Egami Yasuhiro, Yamaguchi Hiroki, Niimi Tomohide	4. 巻 153
2. 論文標題 Simultaneous measurement of gas-liquid interface motion and temperature distribution on heated surface using temperature-sensitive paint	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 International Journal of Heat and Mass Transfer	6. 最初と最後の頁 119567 ~ 119567
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2020.119567	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Obata Makoto, Yamai Kouta, Takahashi Masaki, Ueno Shintaro, Ogura Hiroya, Egami Yasuhiro	4. 巻 191
2. 論文標題 Synthesis of an oxygen-permeable block copolymer with catechol groups and its application in polymer-ceramic pressure-sensitive paint	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Polymer	6. 最初と最後の頁 122281 ~ 122281
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.polymer.2020.122281	査読の有無 有
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 YAMAZAKI Yuya, YAMAGUCHI Shogo, EGAMI Yasuhiro	4. 巻 85
2. 論文標題 Development of fast-responding Pressure-Sensitive Paint with low temperature sensitive using poly(trimethylsilyl)propyne	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Transactions of the JSME (in Japanese)	6. 最初と最後の頁 19-00266
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1299/transjsme.19-00266	査読の有無 有
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 Mori Tatsuo, Kobayashi Yoshinori, Akenaga Hiroki, Seike Yoshiyuki, Miyachi Keiji, Nishikawa Takao	4. 巻 31
2. 論文標題 Development of Environmentally Controlled Desktop Spray Coater and Optimization of Deposition Conditions for Organic Thin-film Photovoltaic Cells	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Journal of Photopolymer Science and Technology	6. 最初と最後の頁 335 ~ 341
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2494/photopolymer.31.335	査読の有無 有
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 Li Xiaowei, Liu Yanling, Eze Vincent Obiozo, Mori Tatsuo, Huang Zhongbing, Homewood Kevin P., Gao Yun, Lei Binglong	4. 巻 196
2. 論文標題 Amorphous nanoporous WOx modification for stability enhancement and hysteresis reduction in TiO2-based perovskite solar cells	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Solar Energy Materials and Solar Cells	6. 最初と最後の頁 157 ~ 166
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.solmat.2019.03.040	査読の有無 有
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 Mori Tatsuo, Aoyama Satoru, Seike Yoshiyuki	4. 巻 32
2. 論文標題 Electrical Conduction and Luminescence for Inverted-Type Organic Light-Emitting Diodes with Polyethyleneimine	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Journal of Photopolymer Science and Technology	6. 最初と最後の頁 571 ~ 576
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2494/photopolymer.32.571	査読の有無 有
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 Seike Yoshiyuki, Sawaki Ryoga, Shimizu Ryosuke, Hikida Tomomi, Honda Yuji, Sato Masanori, Mori Tatsuo	4. 巻 92
2. 論文標題 Analysis of Polyethylene Latex Particle Removal Mechanism on SiO2 Wafer Using Ultrasonic Spray Cleaning	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 ECS Transactions	6. 最初と最後の頁 199 ~ 207
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1149/09202.0199ecst	査読の有無 有
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16件 (うち招待講演 0件 / うち国際学会 11件)

1. 発表者名 Y. Egami, A. Hasegawa, Y. Matsuda, H. Nagai, K. Fujita
2. 発表標題 erification test of novel fast-responding Pressure-Sensitive Paint to resolve small pressure fluctuation
3. 学会等名 15th International Conference on Flow Dynamics (ICFD2018)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 江上泰広, 大月湧暉, 松田佑
2. 発表標題 インクジェット型PSPにおける局所的な色素濃度が特性に及ぼす影響
3. 学会等名 第46回可視化情報シンポジウム
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 谷川和克, 小池達大, 佐原優一, 江上泰広
2. 発表標題 飽和脂肪酸によるAA-PSPの温度感度の低減
3. 学会等名 第46回可視化情報シンポジウム
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 谷川和克, 田中睦月, 原田 莞爾, 松田佑, 森竜雄, 江上泰広
2. 発表標題 発光電気化学セル型PSPの開発
3. 学会等名 第14回学際領域における分子イメージングフォーラム
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 長谷川敦也, 松田佑, 永井大樹, 藤田昂志, 江上泰広
2. 発表標題 微小圧力変動を計測する高速応答PSPの実証試験
3. 学会等名 第14回学際領域における分子イメージングフォーラム
4. 発表年 2019年

1 . 発表者名 Y. Egami, Y. Sato, and S. Konishi.
2 . 発表標題 Development of Polymer/Ceramic Pressure-Sensitive Paint with the same response time as Anodized-Aluminum PSP
3 . 学会等名 AIAA Aerospace Sciences Meeting, AIAA SciTech Forum (国際学会)
4 . 発表年 2018年

1 . 発表者名 Y. Egami, H.Ogura, Y. Matsuda, H.Nagai
2 . 発表標題 Application and Low-Temperature Sensitive Fast Response PSP on Low-Speed Unsteady Flow and its Validation
3 . 学会等名 14th International Conference on Flow Dynamics (ICFD2017) (国際学会)
4 . 発表年 2017年

1 . 発表者名 Y. Egami, A. Natsubori, T. Fukuzumi and Y. Sato
2 . 発表標題 Development of Sprayable Ultra-Fast Response Pressure-Sensitive Paint
3 . 学会等名 International Conference on Materials and Systems for Sustainability 2017 (ICMaSS2017) (国際学会)
4 . 発表年 2017年

1 . 発表者名 Y. Egami, Y. Sato, S. Konishi
2 . 発表標題 Development of sprayable fast-responding PSP with low temperature sensitivity
3 . 学会等名 6th German-Japanese Joint Seminar: High-speed Molecular Imaging Technology for Interdisciplinary Research (国際学会)
4 . 発表年 2017年

1 . 発表者名 . Egami and S. Yamaguchi , A. Suzuki , K. Ichihara , Y. Yamazaki ,
2 . 発表標題 Investigation of Porous Binder Structure for Fast-Responding Pressure-Sensitive Paint
3 . 学会等名 3rd PSP workshop, AIAA Scitech 2020 (国際学会)
4 . 発表年 2020年

1 . 発表者名 Y. Egami1, Y. Yamazaki,Y.Matsuda, T.Ikami,H. Nagai
2 . 発表標題 Validation of Fast Pressure Sensitive Paint for Measuring Small Pressure Fluctuation
3 . 学会等名 16th International Conference on Flow Dynamics (ICFD2019) (国際学会)
4 . 発表年 2019年

1 . 発表者名 Y. Egami ,S.Yamaguchi ,A.Suzuki ,Y.Yamazaki ,
2 . 発表標題 Investigation of binder structure of sprayable fast-responding PSP
3 . 学会等名 7th Japanese-German Joint Seminar Molecular Imaging Technology for Interdisciplinary Research (国際学会)
4 . 発表年 2019年

1 . 発表者名 M. Obata,Y.Egami
2 . 発表標題 Developments of new polymeric materials for PC-PSP
3 . 学会等名 7th Japanese-German Joint Seminar Molecular Imaging Technology for Interdisciplinary Research (国際学会)
4 . 発表年 2019年

1. 発表者名 Y. Yamazaki, N.Hori, K. Nakakita, Y.Sugioka, K. Asai, Y. Egami
2. 発表標題 Investigation of non-uniformity of luminescence lifetime of fast-responding PSP
3. 学会等名 7th Japanese-German Joint Seminar Molecular Imaging Technology for Interdisciplinary Research (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 A. Suzuki, S.Yamaguchi, Y. Egami
2. 発表標題 Effect of surface-treated TiO ₂ on binder structure of fast-PSP
3. 学会等名 7th Japanese-German Joint Seminar Molecular Imaging Technology for Interdisciplinary Research (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 田中睦輝, 森竜雄, 江上泰広
2. 発表標題 電気励起式高輝度感圧塗料の開発
3. 学会等名 航空宇宙サマースクール (国際学会)
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

愛知工業大学 流体工学研究室 https://aitech.ac.jp/~egami/ 愛知工業大学 機械学科流体工学研究室 (江上研究室) http://aitech.ac.jp/~egami/
--

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
研究分担者	松田 佑 (Matsuda Yu) (20402513)	早稲田大学・理工学術院・准教授 (32689)	
研究分担者	森 竜雄 (Mori Tatsuo) (40230073)	愛知工業大学・工学部・教授 (33903)	