

「先進的統合センシング技術」

平成 18 年度採択研究代表者

徐 超男

(独) 産業技術総合研究所 生産計測技術研究センター 研究チーム長

応力発光体を用いた安全管理ネットワークシステムの創出

## 1. 研究実施の概要

本研究は、トンネルやプラントなどの構造物全体の応力履歴・異常を独自の応力発光デバイスによって包括的に監視し、重大事故につながる破壊や劣化を早期に予知・検出する新安全管理ネットワークシステムを創出することを目的としている。具体的には、「リアルタイム応力異常検出システム」、「応力履歴記録システム」の創出を行い、これらを「ネットワークの接続・統合」によって包括的な安全管理システムとし、トンネルなどの構造物での「実証試験」へと繋げていくものである。

今年度は、応力発光塗膜センサの耐久性・耐候性の評価、応答性データベース構築、光記録についての具体的な開発を行い、「リアルタイム応力異常検出システム」および「応力履歴記録システム」の創出の着実な実施を行った。また、ネットワークシステムのノードの試作やセンサノードの要素技術開発を行い、ネットワークシステム構築へ向けてステップを進めた。

今後、構造物の応力状態を検出するリアルタイム応力異常検出システムの開発、これを補完するものとして応力履歴記録システムの開発、並びに、これらのシステムの二次元的なセンシングエリアをネットワークによって連結・統合することにより対象物全体を包括的にモニタリングするシステムの構築を進め、破壊や劣化を早期に予知・検出する新安全管理ネットワークシステムの創出と実証を行う。

## 2. 研究実施内容

本年度は、3つの大項目について、以下の課題を実施した。

- ・リアルタイム応力異常検出システム
  - 耐久性・耐候性の評価、応答性データベース
- ・応力履歴記録システム

## 応力履歴記憶方式の選択

### ・構造物全体の監視/診断ネットワークのシステムの構築

ネットワークノードの試作、センサノード要素技術の開発

具体的な結果は以下に示す。

#### (1) リアルタイム応力異常検出システム

今年度は、応力発光塗膜センサの耐久性ならびに各環境条件における耐候性に関して評価を行い、適用範囲の見極めおよび性能の向上を図ると共に、応答性データベースの構築を進めてきた。

応力発光塗膜センサの耐久性について、代表的な構造部材であるステンレス系基板を用い、弾性限界の80%に相当するひずみ量(1,600 $\mu$ ひずみ)を100万回繰り返して加えた後も、応力発光特性の低下が見られない、耐久性に優れた塗膜組成を見出した(図1)。また、耐水性(浸水1週間)、耐温水性(60 $^{\circ}$ C水1週間)についても確認することができ、現場での実用に供しうる耐久性を有していることを示した。

耐久性のある応力発光塗膜センサを用いて、各種ひずみ量、周波数(あるいはひずみ速度)に対する応答性のデータの取得を進めている。特に、複雑な応力条件下において、発光強度の分布が、延性金属材料の降伏条件として用いられるミーゼス応力の分布と比較的良好一致を示していることを実証し、金属構造部材の破損に繋がる応力の異常な集中を発光強度から検出できる可能性を示した。これを踏まえ、応力異常検出の基礎となる応答性データベース構築の条件を定め、データ蓄積を行なっている。

また、様々な環境条件での応答特性についても測定を行ない、適用範囲の見極めを進めている。室温から80 $^{\circ}$ Cまでの温度条件での測定を行なったところ、センサ組成によって、温度特性に大きな違いがあることを見出した(図2)。

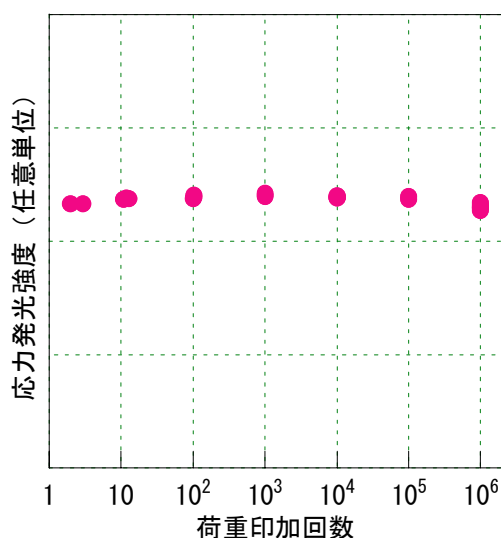


図1. 応力発光塗膜センサの耐久性  
(1,600 $\mu$ ひずみ繰り返し印加時)

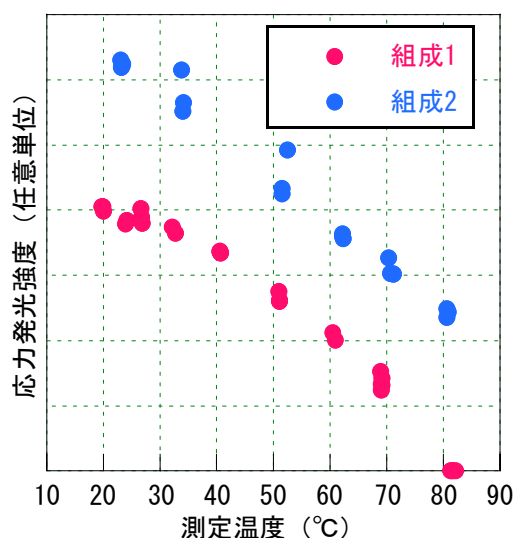


図2. 応力発光強度の温度依存性

## (2) 応力履歴記録システム

前年度選定した、①銀塩フィルム系、②光触媒系、③ジアリールエテン系に関する詳細検討を行った。その際、記録の線形性が保たれる光量領域、反応の不可逆性・停止の可能性、計測対象物への適用可能性等、の観点から検討し、次年度以降の実システムプロトタイプ作成の指針とした。

### ①銀塩フィルム系

銀塩フィルム系は、高感度な光記録が可能であり、図3a に示すように、光子数と記録量が線形関係となる事を明らかにした。また、応力発光シートから得られる円形の発光軌跡(図3b)を感光記録したところ、同じ円形の記録像を得ることに成功した(図3c)。銀塩フィルムは、既に感光反応の停止技術が確立していること、製品化されていることから、不可逆性、汎用性に関しては条件を満たしているが、現像(増感)を必要とするため、読み出し法について検討が必要である。

### ②光触媒系

光触媒系感光システムでは、光触媒として酸化チタン、感光材料として硝酸銀を用いた系は、暗反応による感光が無い、500nm より長波長では感光しない、高いダイナミックレンジとコントラスト、感光時間と記録量が線形的な相関関係であることを見出した。感光が起こらない 680nm 光をプローブ光とすることで、変色部位の撮影を行ったところ、変色やその度合いの識別に成功しており、イメージセンサによる記録の直接検出が可能である。また、低酸素環境では感光後の安定性・不可逆性が保たれることを見出した。従って来年度は、酸素を遮断するマトリックスの検討と、効率の観点から酸化チタンと銀イオンの近接化を果たせる単一粒子型発光記録センサーの開発が課題となる。

### ③ジアリールエテン系(有機フォトクロミック色素)

ジアリールエテン系において、本プロジェクトで使用する塗膜中での検討を行ったところ、光のみに反応するフォトクロミック現象(感光)、感光しない波長領域(無感光読出しの可能性を示唆)、光子数に線形的な記録、100°C 付近までの熱安定性を見出した。一方、色素自体では感光の停止は難しいが、分子設計により将来対応できる可能性は高い。感光記録の線形性、応力発光記録実証試験を行い、プロトタイプ作製を目指すことを次年度の課題とする。

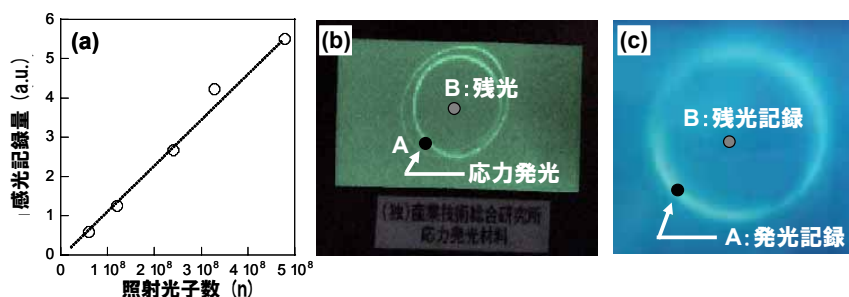


図3 (a) 銀塩フィルムの感光記録量と照射光子数の相関。光子数: 50~800 万 cps(LED 電圧制御)、照射時間: 60 秒。感光記録量は、各点の反射スペクトル強度の変化量から算出。(b) 応力発光シートをペンで擦った時の発光軌跡の写真、A: 応力発光部、B: 応力発光の無い残光部分。(c) 銀塩フィルムによる応力発光(b)の記録。応力発光条件: 60rpm(直径3.4cm の円)、10 サイクル。応力発光シートと感光材の距離: 5mm。

### (3) ネットワークの接続・統合

ネットワークの接続・統合については、応力発光体によって光として検出された構造体の各種異常を、電気的な信号に変換、ネットワークを用いて伝達し、全体の情報を統合することを目的とする。

本年度は、有線 LAN で接続するネットワークノードの設計・試作および LabVIEW 上でのシステム設計、次年度以降に開発を行う予定である無線系のノードに使用するフォトデバイスの開発および基準光源の製作、想定されるアプリケーションの一つとして配管系における圧力変動検出のシミュレーションを行った。

有線系ネットワークノードは PoE 技術を取り入れ、試作を行った。電力の制約が小さくなることから、CCDイメージデバイスを搭載し、LINUX ボードを用いることで処理能力を確保している。画像圧縮および転送を確認した。LabVIEW 上で構築したネットワークシステムでは、リアルタイムでのデータ転送を行った。フォトデバイスは従来の光電子倍增管と同程度の感度を達成しているが、耐ノイズ性などの課題を残している。製作した基準光源によって感度の校正を行った。配管内部の圧力変動の検出では 500kPa 程度の変動を検出可能であることを明らかにした。

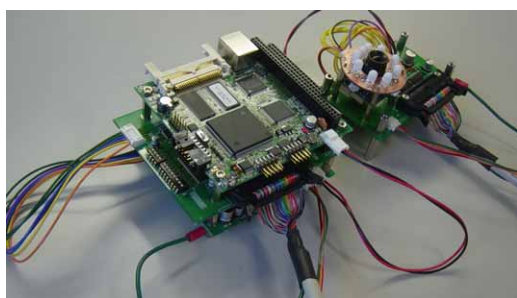


図 4: センサノードボード

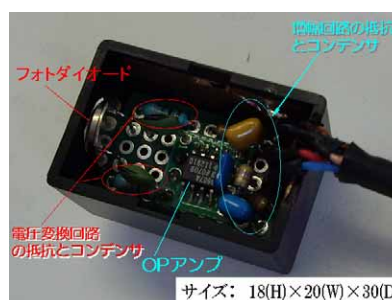


図 5: フォトデバイス

## 3. 研究実施体制

### (1) 「(独)産業技術総合研究所」グループ

① 研究分担グループ長: 徐 超男 (産業技術総合研究所、研究チーム長)

#### ② 研究項目

- リアルタイム応力異常検出システム
  - ・耐久性・耐候性の評価
  - ・応答性データベース
- 応力履歴記録システム
  - ・応力履歴記憶方式の選択
- 構造物全体の監視/診断ネットワークのシステムの構築

- センサノードの要素技術開発
- システムの構築

(2) 「国立大学法人 九州大学」グループ

① 研究分担グループ長: 汪 文学 (九州大学、准教授)

② 研究項目

本年度は応力発光塗膜センサの計測信頼性の向上及び応力異常検出について研究する。複雑な形状を有する対象物の応力分布の数値解析および応力発光塗膜センサによる計測を行う。また、応力発光塗膜センサからの発光特性と負荷の周波数、歪速度依存性、応力成分、歪エネルギーとの関係を調べ、応力異常検出システムのためのデータベースの構築を進める。

(3) 「(株)ロジカルプロダクト」グループ

① 研究分担グループ長: 田中 崇和 ((株)ロジカルプロダクト、代表取締役会長)

② 研究項目

- 通信ネットワークの開発

#### 4. 研究成果の発表等

(1) 論文発表(原著論文)

(国内)

1. 張琳, 山田浩志, 今井祐介, 寺崎正, 安達芳雄, 西久保桂子, 徐超男, “耐水性を有する新規応力発光材料の開発”, 粉体工学会誌, Vol.44 No.9, 673-679, 2007.09

(国際)

2. N. Terasaki, C.N. Xu, Y. Imai, H. Yamada, “Photocell System Driven by Mechanoluminescence”, Japanese Journal of Applied Physics, Vol.46 4B, 2385-2388, 2007.04
3. H. Chen C.N. Xu, Y. Liu, Y. Chen, J. S. Williams, “Light emission and excitonic effect of boron nitride nanotubes observed by photoluminescent spectra”, Optical Materials, Vo.29, 1295-1298, 2007.07
4. C. Z. Li, Y. Imai, Y. Adachi, H. Yamada, K. Nishikubo, C.N. Xu, “One-step Synthesis of Luminescent Nanoparticles of Complex Oxide, Strontium Aluminate”, Journal of the American Ceramic Society, Vol.90 No.7, 2273-2275, 2007.07
5. Y. Imai, R. Momota, C.N Xu, “Elasticoluminescence of Europium-Doped

- Strontium Aluminate Spherical Particles Dispersed in Polymeric Matrices”, *Materials Letters*, Vol.61, 4124-4127, 2007.08
6. H. Zhang, H. Yamada, N. Terasaki, C.N. Xu, “Stress-Induced Mechanoluminescence in SrCaMgSi<sub>2</sub>O<sub>7</sub>: Eu”, *Electrochemical and Solid State Letters*, Vol.10, J129-J131, 2007.08
  7. H. Zhang, H. Yamada, N. Terasaki, C.N. Xu, “Ultraviolet mechanoluminescence from SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: Ce and SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: Ce, Ho”, *Applied Physics Letters*, Vol.91, 081905(1)-081905(3), 2007.8
  8. C.S. Li, C.N. Xu, L. Zhang, H. Yamada, Y. Imai, “Dynamic visualization of stress distribution on metal surface by mechanoluminescence image”, *Second International Symposium on Advanced Fluid/Solid Science and Technology in Experimental Mechanics '07-OSAKA*, No.56, 2007.09
  9. X. Fu, H. Yamada, C.N. Xu, “Quality improvement of SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: Eu<sup>2+</sup> film on quartz glass through a two-step sputtering process”, *Journal of the Electrochemical Society*, Vol.154 No.10, J341-J344, 2007.10
  10. H. Yamada, X. Fu, C.N. Xu, “Enhancement of adhesion and triboluminescent properties of SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: Eu<sup>2+</sup> films fabricated by RF magnetron sputtering and post-annealing techniques”, *Journal of the Electrochemical Society*, Vol.154 No.11, J348-J351, 2007.11
  11. C.Z. Li, Y. Adachi, Y. Imai, K. Nishikubo, C.N. Xu, “Processing and properties of SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: Eu nanoparticles prepared via polymer-coated precursor”, *Journal of the Electrochemical Society*, Vol154, J362-J364, 2007.11
  12. H. Zhang, H. Yamada, N. Terasaki, C.N. Xu, “Green mechanoluminescence of Ca<sub>2</sub>MgSi<sub>2</sub>O<sub>7</sub>: Eu and Ca<sub>2</sub>MgSi<sub>2</sub>O<sub>7</sub>: Eu,Dy”, *Journal of the Electrochemical Society*, Vol.155(2), J55-J57, 2007.12
  13. H. Yamada, C.N. Xu, “Ab initio calculations of the mechanical properties of SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> stuffed tridymite”, *Journal of Applied Physics*, Vol.102, 126103(1)-126103(3), 2007.12
  14. X.G. Zheng, M. Hagihara, T.Kawae, C.N. Xu, “Defect-induced short-range-order from a spin-ice related state in deformed pyrochlore Co<sub>2</sub>(OH)<sub>3</sub>Cl”, *Physical Review B*, Vol.77, 024418(1)-024418(5), 2008.01
  15. H. Yamada, H. Kusaba, C.N. Xu, “Anisotropic Lattice Behavior in elasticoluminescent Material SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: Eu<sup>2+</sup>”, *Applied Physics Letters*, Vol.92 No.10, 101909(1)-101909(3), 2008.03
  16. L. Zhang, H. Yamada, Y. Imai, C.N. Xu, “Observation of Elasticoluminescence from CaAl<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>8</sub>: Eu<sup>2+</sup> and Its Water Resistance Behavior”, *Journal of the*

- Electrochemical Society, Vol.155 (3), J63-J65, 2008.03
17. H. Zhang, H. Yamada, N. Terasaki, C.N. Xu, "Blue-greenish light emission from stress-activated SrCaMgSi<sub>2</sub>O<sub>7</sub>: Eu", Key Engineering Materials, Vol.368-372, pp.359-362, 2008.03
  18. C.Z. Li, Y. Adachi, Y. Imai, K. Nishikubo, C.N. Xu," Elastico-Luminescent Nanoparticles Prepared via Polymer-Coated Precursor Formed in Reverse Micelles", Key Engineering Materials, Vol.368-372, pp.355-358, 2008.03
  19. L. Zhang, H. Yamada, Y. Imai, C.N. Xu," Development of a novel elasticoluminescent material with calcium aluminosilicate", Key Engineering Materials, Vol.368-372, pp.352-354, 2008.03
  20. C.S. Li, C.N. Xu, H. Yamada, Y. Imai, H. Zhang, L. Zhang," A novel technique for viewing stress distribution with mechanoluminescence materials", Key Engineering Materials, Vol.368-372, pp.1401-1404, 2008.03
  21. X. Fu, H. Yamada, C.N. Xu," Effects of SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> homo-buffer layer on SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: Eu phosphors film grown on glass by RF sputtering", Key Engineering Materials, Vol.368-372, pp.135-1361, 2008.03
  22. H. Yamada, X. Fu, C.N. Xu," Triboluminescence of SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: Eu film with strong adhesion fabricated by a combination of RF magnetron sputtering and post-annealing treatment", Key Engineering Materials, Vol.368-372, pp.1362-1365,2008.03
  23. H. Zhang, H. Yamada, N. Terasaki, C.N. Xu, "Blue Light Emission from Stress-Activated CaYAl<sub>3</sub>O<sub>7</sub>: Eu", Journal of the Electrochemical Society, Vol.155(5), J128-J131,2008.05
  24. N. Terasaki, K. Sakai, T.Koga, C. Li, Y. Imai, H.Yamada, Y. Adachi, K. Nishikubo, C.N. Xu, "Mechanoluminescence Studies upon Single Nanoparticles by AFM-photomeasurement System", MRS Proceedings
  25. X. Fu, H. Yamada, K. Nishikubo, H. Zhang, C.N. Xu, "Preparation and characterization of fiber-textured SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:Eu films grown using a homo-buffer layer", Applied Physics Letters
  26. X. Fu, H. Yamada, C.N. Xu, "Preparing SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: Eu Film on Inconel 600 Substrate by RF Sputtering Method", Key Engineering Materials
  27. T. Torii, Y. Adachi, H. Yamada, Y. Imai, C.N. Xu, "Enhancement of mechanoluminescence from ZnS:Mn,Te by wet process", Key Engineering Materials
  28. L. Zhang, C. Li, H. Yamada, C.N. Xu, "A Novel Blue-Violet Emitting Mechanoluminescent Material with Calcium Aluminosilicate", Key

Engineering Materials

29. C.S. Li, C.N. Xu, L. Zhang, H. Yamada, Y. Imai, W.X. Wang, “Dynamic visualization of stress distribution by mechanoluminescence image”, Key Engineering Materials
30. H. Zhang, H. Yamada, N. Terasaki, C.N. Xu, “New mechanoluminescent materials with various colors”, Key Engineering Materials
31. X. Fu, H. Yamada, C.N. Xu, “Preparation of Highly Orientated SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: Eu Films on Inconel 600 Substrate and Their Triboluminescence Property”, Electrochemical and Solid State Letters
32. H. Yamada, K. Nishikubo, C.N. Xu, “Determination of Eu Sites in Highly Europium-Doped Strontium Aluminate Phosphor Using Synchrotron X-ray Powder Diffraction Analysis”, Journal of the Electrochemical Society

(2) 特許出願

平成 19 年度 国内特許出願件数 : 4 件 (CREST 研究期間累積件数 : 5 件)