
表面深さ分解能を有する誘電計測による
高分子電気絶縁材料の劣化診断技術の開発

16360142

平成16年度～平成18年度科学研究費補助金
(基盤研究(B)(2))研究成果報告書

平成19年3月

研究代表者 所 哲郎

岐阜工業高等専門学校 電気情報工学科 教授

平成16年度～平成18年度科学研究費補助金(基盤研究(B)(2))

研究成果報告書

はしがき

本報告書は平成16年度～平成18年度科学研究費補助金(基盤研究(B)(2)16360142)の援助により遂行された研究成果をとりまとめたものである。なお、本研究の基礎となった従来までの研究成果や、本研究の成果を実際に利用した研究成果についても一部掲載・紹介することにより、報告書の充実と利用価値の向上に努めた。

研究組織

研究代表者 所 哲郎 (岐阜工業高等専門学校 電気情報工学科 教授)

研究経費

交付決定額(配分額)			(金額単位:円)
	直接経費	間接経費	合 計
平成16年度	8,700,000	0	8,700,000
平成17年度	1,600,000	0	1,600,000
平成18年度	2,300,000	0	2,300,000
総 計	12,600,000	0	12,600,000

研究発表(本実績報告書掲載分には本報告でのページ番号を記入)

(1)学会誌等

- 1) T. Tokoro, T. Iwasaki and M. Kosaki, "Diagnosis of Hydrophobic Condition of Polymer Materials using Dielectric Measurement and Image Analysis", IEEE CEIDP2004, 7B-6, pp.627-630 (2004.10) (本報告書のpp.38-42に掲載)
- 2) S. Masuda, K. Tohyama, M. Nagao, T. Tokoro and M. Kosaki, "Dissipation Current Waveform Observation of Polyethylene Film under Ac High-Field", IEEE CEIDP2004, 5A-8, pp.368-371 (2004.10) (本報告書のpp.43-46に掲載)
- 3) 所 哲郎, 足立俊介, 小崎正光, 「ポリマーがいし材料撥水状態の画像解析による評価」, 第35回電気電子絶縁材料システムシンポジウム, L-8, pp.265-268 (2004.11) (本報告書のpp.47-51に掲載)
- 4) 所 哲郎, 「シリコンゴム初期表面劣化過程の定量的な解析に関する研究」, 岐阜工業高等専門学校紀要第40号, pp.53-58 (2005.3) (本報告書のpp.68-74に掲載)
- 5) K. Tohyama, S. Masuda, M. Nagao, T. Tokoro and M. Kosaki, "Film Thickness Dependences of Ac High Field Dissipation Current Waveform for Low Density Polyethylene", IEEE ISEIM2005, A1-3, pp.25-28 (2005.6) (本報告書のpp.75-79に掲載)
- 6) T. Tokoro, J. Sato, T. Iwasaki and M. Kosaki, "Dielectric Measurements of Degradation Condition of Polymer Material Surface", IEEE ISEIM2005, P2-12, pp.576-579 (2005.6) (本報告書のpp.80-83に掲載)
- 7) T. Tokoro, S. Yanagihara and M. Kosaki, "Diagnosis of Hydrophobic Condition of Silicone Rubber Using Dielectric Measurement and Image Analysis", IEEE CEIDP2005, 3B-1, pp.281-284 (2005.10) (本報告書のpp.84-87に掲載)
- 8) S. Tsuboi, A. Fujita, S. Masuda, K. Tohyama, T. Tokoro, M. Kosaki and M. Nagao, "Transient Response of Various Kinds of High Field Alternating Signals for Low Density Polyethylene", IEEE CEIDP2005, 7C-7, pp.697-700 (2005.10) (本報告書のpp.88-91に掲載)

- 9) A. Fujita, S. Tsuboi, S. Masuda, K. Tohyama, T. Tokoro, M. Kosaki, M. Nagao and Y. Murata, "Considerations for Conduction Mechanisms Under Ac High Field for Low Density Polyethylene", IEEE CEIDP2005, 7C-8, pp.701-704 (2005.10)(本報告書のpp.92-95に掲載)
- 10) 藤井雅之, 遠山和之, 所 哲郎, 水野幸男, 長尾雅行, 小崎正光, 「蒸着ポリプロピレン薄膜をガードフィルムに用いた高電界誘電特性測定用電極系の試作」, 電気学会論文誌A, Vol.126 No.7, pp.716-722 (2006.7) (本報告書のpp.97-104に掲載)
- 11) T.Tokoro, S. Yanagihara and M. Nagao, "Diagnosis of Degradation Condition of Polymer Material Using Hydrophobic Surface Analysis", IEEE CEIDP2006, 5A-18, pp.445-448 (2006.10)(本報告書のpp.105-108に掲載)
- 12) 所 哲郎, 「ポリマーがいしの撥水性の画像解析による診断」, 岐阜高専紀要, 第 42 号, pp.67-72 (2007.3)(本報告書のpp.109-115に掲載)
- 13) 所 哲郎, 「ポリマー材料の誘電計測を用いた表面劣化診断」, 岐阜高専紀要, 第 42 号, pp.73-78 (2007.3)(本報告書のpp.116-122に掲載)

(2)口頭発表

- 1) 所 哲郎, 「研究グループ紹介, 岐阜工業高等専門学校 電気情報工学科 計測工学研究室」, 電学論 Vol.124. N0.4, p.346,(2004.4)
- 2) 所 哲郎, 「調査研究委員会レポート, ポリマーがいし材料表面の放電特性評価と劣化現象調査専門委員会」, 電学論 Vol.124. N0.4, p.349,(2004.4)
- 3) 所 哲郎, 「シリコンゴムがいしの撥水性の評価方法について」, 中部大学がいしセミナーにて講演, 2004.8.9-10 (2004.8)
- 4) 所 哲郎, 「ぬれ性・撥水性における接触角・表面エネルギーの解析・測定評価技術」, 技術情報協会講習会資料, pp.1-222 (2004.8)
- 5) K.Goto, T.Tokoro, H.Homma and Y.Hirano, "Digest Report of the Investigation Committee on the Evaluation of Discharge Property and Degradation Phenomenon on the Surface of Polymer Insulating Materials", IEEE Electrical Insulation News in Asia, No.11, p.22 (2004.11).
- 6) K.Goto, T.Tokoro, H.Homma and Y.Hirano, "Digest Report of the Investigation Committee on the Evaluation of Discharge Property and Degradation Phenomenon on the Surface of Polymer Insulating Materials", 第 35 回電気電子絶縁材料システムシンポジウム, M-4, p.276 (2004.11)(本報告書のp.52に掲載)
- 7) 所 哲郎, 飯田和生, 「シリコンゴムの撥水性と表面自由エネルギーに関する考察」, 電気学会研究会, DEI-04-95, HV-04-111, pp.31-36. (2004.12)(本報告書のpp.53-59に掲載)
- 8) 佐藤 潤, 所 哲郎, 小崎正光, 「試料厚さ方向の分解能を有する誘電計測によるシリコンゴムの劣化診断手法の開発」, 電気学会全国大会, 7-146, 第 7 分冊, p.216 (2005.3)(本報告書のp.60に掲載)
- 9) 越野幸広, 後藤一敏, 長尾雅行, 本間宏也, 平野嘉彦, 田沢佐智夫, 所 哲郎, 「ポリマーがいし材料の国際規格化動向」, 電気学会全国大会シンポジウム, 2-S3-6, pp.21-24 (2005.3)(本報告書のpp.61-65に掲載)
- 10) 所 哲郎, 「総合討論(ポリマーがいし材料の表面放電特性評価と材料劣化診断)」, 電気学会全国大会シンポジウム, S2-S3-7, pp.25-26 (2005.3)(本報告書のpp.66-67に掲載)
- 11) 所 哲郎, 「撥水性・ぬれ性における接触角・表面エネルギーの解析・測定評価」, 技術情報協会講習会資料, 北とびあ7 F 第2研究室 B, pp.1-10 (2005.7)
- 12) 藤井雅之, 遠山和之, 所 哲郎, 水野幸男, 長尾雅行, 小崎正光, 「蒸着ポリプロピレン薄膜をガードフィルムに用いた高電界誘電特性測定用電極系の試作」, 平成 17 年電気学会基礎・材料, 共通部門大会, 誘電・絶縁材料 4 pp.315-320 (2005.8)

- 13) 佐藤 潤,「シリコーンゴム表面状態の高電界誘電特性による評価」,「誘電・絶縁材料等の物性評価と機能の発現」若手セミナー(第1回),名城大学 タワー 75 15 階レセプションホール (2006.1)
- 14) 柳原聡史,「シリコーンゴム表面状態の画像解析を用いた定量的評価」,「誘電・絶縁材料等の物性評価と機能の発現」若手セミナー(第1回),名城大学 タワー 75 15 階レセプションホール (2006.1)
- 15) 小池 健,村上義信,穂積直裕,長尾雅行,所 哲郎,「シリコーンゴムにおける放電による撥水性消失特性の評価(Ⅱ)」,電気学会全国大会,7-101,第7分冊,p.145 (2006.3)(本報告書のp96に掲載)
- 16) 所 哲郎,「(超)撥水膜の形成および抵抗減少効果と表面状態の評価 接触角・表面自由エネルギーの解析と表面状態の評価」,技術情報協会講習会資料,pp.1-44 (2006.6)
- 17) 小池 健,村上 義信,穂積 直裕,所 哲郎,長尾 雅行,「シリコーンゴムにおける放電による撥水性消失特性の評価(Ⅲ)」,平成 18 年度電気関係学会東海支部連合大会, O-068, (2006.9)
- 18) 田代雄三,小池健,村上義信,所 哲郎,穂積直裕,本間宏也,長尾雅行,「シリコーンゴム上の汚損層への撥水性移行試験法の検討」,平成 18 年度電気関係学会東海支部連合大会, O-069 (2006.9)
- 19) 居軒年希,「傾斜平板法を用いた撥水性の評価」,「誘電・絶縁材料等の物性評価と機能の発現」若手セミナー(第1回),A-3,名城大学 タワー 75 15 階レセプションホール (2007.1)
- 20) 柳原聡史,「シリコーンゴム表面撥水状態の画像解析を用いた定量的評価手法の確立」,「誘電・絶縁材料等の物性評価と機能の発現」若手セミナー(第1回),A-8, 名城大学 タワー 75 15 階レセプションホール (2007.1)
- 21) 和田恵里,「表面粗さ計測による材料表面状態の評価」,「誘電・絶縁材料等の物性評価と機能の発現」若手セミナー(第1回),B-11,名城大学 タワー 75 15 階レセプションホール (2007.1)
- 22) 所 哲郎,「誘電・絶縁計測の撥水性高分子材料の表面劣化診断への応用」,「誘電・絶縁材料等の物性評価と機能の発現」若手セミナー(第3回),岐阜工業高等専門学校多目的ホール (2007.3)
- 23) 小池 健,田代雄三,村上義信,穂積直裕,所 哲郎,長尾雅行,「シリコーンゴムにおける放電による撥水性消失特性の評価(Ⅳ)」,電気学会全国大会,7-119,第7分冊,p.179 (2007.3)(本報告書のp.123に掲載)
- 24) 田代雄三,小池 健,村上義信,所 哲郎,穂積直裕,本間宏也,長尾雅行,「シリコーンゴム上の汚損層への撥水性移行試験法の検討Ⅱ」,電気学会全国大会,7-120,第7分冊,p.180 (2007.3)(本報告書のp.124に掲載)

(3) 出版物

- 1) 電気学会:「絶縁界面の評価と改質技術」,電学技報,第 948 号,分担執筆,pp.62-72. (2004.1)
- 2) 電気学会(ポリマーがいし材料表面の放電特性評価と劣化現象調査専門委員会,所 哲郎:分担執筆):「ポリマーがいし材料表面の放電特性と劣化現象評価」,電学技報,第 1071 号,pp.1-66. (2006.11)

(4) 本研究の導入となる過去の主な研究発表

- 1) 所 哲郎,「高分子電気絶縁材料の撥水性と表面自由エネルギー」,岐阜高専紀要第35号,pp.135-142 (2000)(本報告書のpp.15-23に掲載)
- 2) 所 哲郎,「ステンレス製くし形電極を用いた高電界誘電特性の測定」,技術教育・研究報告 創刊号,pp.45-48 (2001)(本報告書のpp.24-28に掲載)
- 3) M. Fujii, K.Tohyama, T.Tokoro, Y.Muramoto, N. Hozumi and M. Nagao, "Dielectric Properties and Space Charge Formation in Polypropylene Film up to AC Breakdown", IEEE ICPADM2003,Nagoya, P3-18, pp.587-590 (2003)(本報告書のpp.29-33に掲載)

- 4) T. Tokoro, Y. Katayama, Y. Omoto and M. Kosaki, "Relation between Motion of Water Droplets and Dielectric Property of Silicone Rubber under AC High-field Application", IEEE ICPADM2003, Nagoya, S24-4, pp.1236-1239 (2003) (本報告書のpp.34-37に掲載)

研究成果による工業所有権の出願・取得状況

本研究の成果は電気学会技術報告と学会論文等にまとめている。本研究による工業所有権は特にない。

研究成果

本研究の研究成果は大きく3つに分けられる。1つは高分子電気絶縁材料の高電界誘電特性や撥水性に関する、理論や計測方法の調査結果などの「**理論および測定方法**」に関するものである。2つめは交流損失電流波形観測による「**高電界誘電特性の測定による材料の劣化診断**」に関する実験結果の成果である。この測定技術に関しては、今までの科学研究費等の助成成果により、本研究室は国内外でも進んだ環境にある。研究上協力関係にある豊橋技術科学大学・長尾研究室、沼津高専・遠山研究室、大島商船高専・藤井研究室からの研究成果は、本研究の手法による共同研究成果である。本研究ではくし形電極系を用いた試料表面からの深さ方向の分解能を有する計測技術について検討し、非接触部分の誘電特性の変化の測定に成功した。3つめは「**表面撥水状態の観測・評価技術**」に関係した実験・研究成果である。表面自由エネルギーの各種依存性等を考慮した、今後の研究課題等についても検討している

上記の研究成果別に発表論文等を分類すると下記のようになる。なお、上の研究発表にて示した、(4) 本研究の導入となる過去の主な研究発表は、1)が[1]に2)と3)が[2]に、そして4)が[3]に対応している。また、15 ページ以降に示した論文のコピーは、この過去の導入部分から発表年順に本研究の研究成果を掲載している。このことにより、本実績報告書を用いることで本科学研究費による一連の研究を理解し、その成果を利用する上で大いに役立つものとした。

- [1]. 高電界誘電特性と撥水性の**理論および測定方法**に関する調査論文と発表
(1). 4. (2). 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 9, 10, 11, 16, 21. (3). 1, 2.
- [2]. 高電界誘電特性の**測定による材料の劣化診断**に関する実験結果の論文と発表
(1). 1, 2, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 13. (2). 8, 12, 13, 22. (3). 1, 2.
- [3]. 表面撥水状態の**観測・評価技術**に関する実験結果の論文と発表
(1). 3, 7, 11, 12. (2). 14, 15, 17, 18, 19, 20, 23, 24. (3). 1, 2.

次ページ以降(pp.5-14)には、以上を総括した、本科学研究費による研究成果をまとめる。また、関連する情報は、インターネットの本研究室のホームページ(<http://www.gifu-nct.ac.jp/elec/tokoro>)からも得ることが可能である。

研究成果の要約

[1] はじめに

本研究は、既に北米では60－70%の新規導入実績を有し、今後も世界的に利用が増すと考えられる高分子がいしなどの、屋外用高分子電気絶縁材料の初期表面劣化過程を観測・診断可能な新しい誘電計測手法を、交流損失電流波形計測技術により開発したものである。本研究ではまず、交流電界下における高電界誘電特性測定技術を、くし形電極系による表面深さ方向の分解能を有する誘電計測に応用した。次に、屋外絶縁材料の初期劣化診断手法の一つである試料表面撥水性について、誘電計測と撥水画像解析結果の対応を検討した。また、撥水状態の定量的な評価方法についても検討した。

研究は電気学会調査専門委員会と連携して、全国的な組織として実施した。本研究開始時までの実績は電気学会技術報告 948 号にまとめられている。本研究の期間の成果は電気学会技術報告 1071 号としてまとめられた。表面自由エネルギーの各種依存性等、更なる研究の推進は、2006年度に立ち上げた新たな電気学会調査専門委員会「屋外用ポリマー絶縁材料の表面機能と長期性能調査専門委員会」にて継続した協同研究を実施中である。

本研究の設備費として主に導入したレーザ顕微鏡による表面粗さの観測結果とDSPボードを用いた高電界誘電特性解析システムの構築の概要、および、サーモグラフィを用いた試料表面温度の計測結果と撥水状態の対応の評価に関しては以下に要約した。以上により、高分子材料の初期表面劣化と対応する撥水性の画像解析手法やその定量的な評価方法、それらと誘電特性の関係について検討し、高分子電気絶縁材料の劣化診断技術の開発を進めた。

[2] 表面深さ分解能を有する誘電計測システムの構築

本研究で用いた交流損失電流波形計測システムの原理は次の通りである。

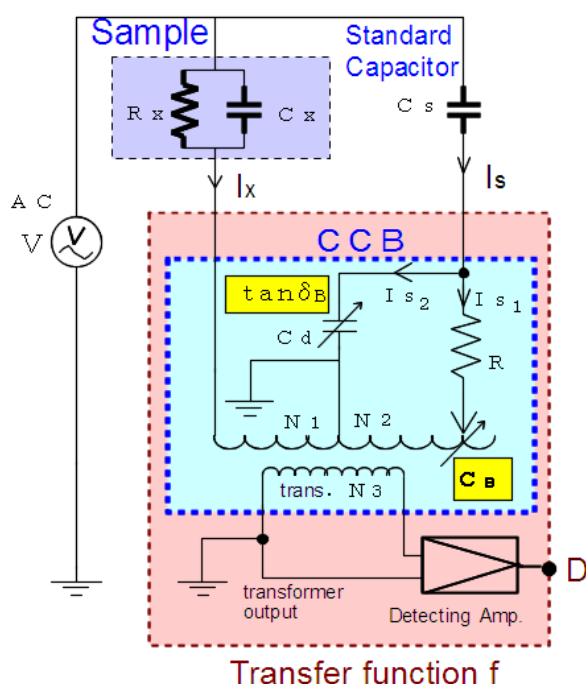


図1 交流損失電流計測システム

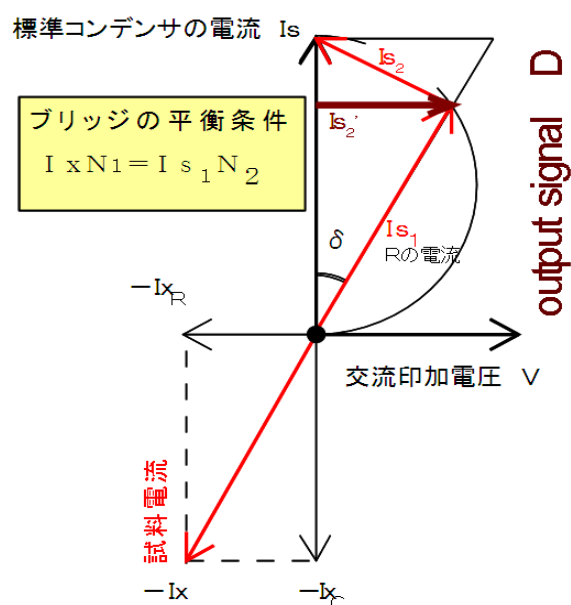


図2 システムのベクトル円線図

試料コンデンサに流れる電流 \$I_x\$ と、標準コンデンサの側の電流とを、電流の大きさは \$C_B\$ ダイヤルの同調で、その角度は \$\tan \delta_B\$ ダイヤルの同調でそれぞれ平衡させることにより、試料の容量 \$C\$ と誘電正接 \$\tan \delta\$ を零位法で計測するものである。

筆者の考案した誘電計測手法では、この誘電計測時に電流比較型ブリッジの平衡が崩れている場合、その原因となる極微小な不平衡入力電流に対する、零位検出増幅器(Null Detecting Amplifier)に現れる出力信号 \$D\$ (の大きさ)と位相)の周波数特性を測定系全体の伝達関数としてあらかじめ評価

しておく．そして，交流ランプ波形など，任意の正弦波交流電圧パターンを試料に印加して，ブリッジの不均衡成分である零位検出波形を計測し，伝達関数とフーリエ解析を用いてデジタル波形処理することにより，本来の微小不平衡電流成分を評価している．試料との比較対象である標準コンデンサは，測定条件範囲において線形性や時不変性を有しているため，この解析結果から試料の誘電特性の非線形性や時間依存性による過渡応答を，交流印加電圧の 1 波形毎に評価可能となる．

本手法の優れた点は以上に述べたように，零位検出増幅器出力がその測定可能範囲に有る限りは，誘電特性を解析可能であることである．このため，時間的に誘電物性量に変化する過渡的応答時やノイズが多くて同調がとりにくい場合，誘電物性量が非線形性を有する場合なども，極微小な電流の測定と解析が可能である．この計測手法はまた，電流比較型高電圧ブリッジとしては変成器によるブリッジを用いた絶縁計測を利用しているため，試料が絶縁破壊等を起こしても測定系には何ら支障を生じないといった利点や，補償法を応用しているため，そもそもブリッジの平衡自体も完全にとる必要がないなどの利点も有している．今回新たに開発した，パーソナルコンピュータと計測ボードを用いたシステムによる，本測定系の伝達関数とゲイン特性の解析結果の一例を図 3 と図 4 に示す．

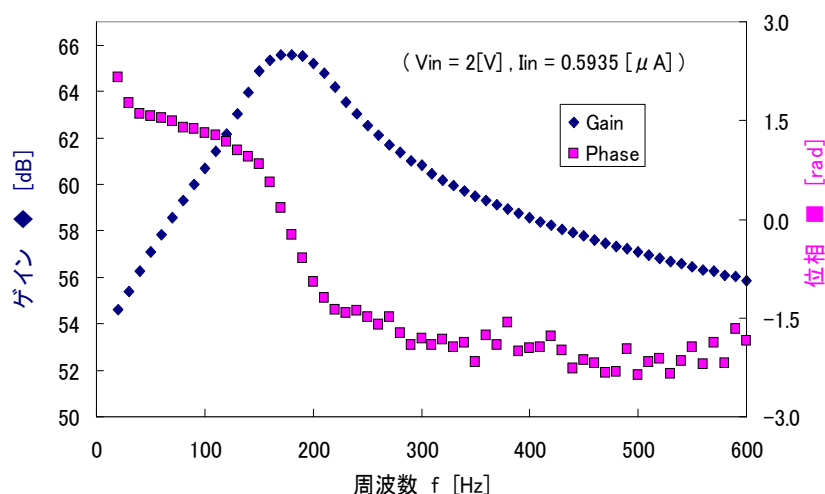


図 3 本測定システムの伝達関数

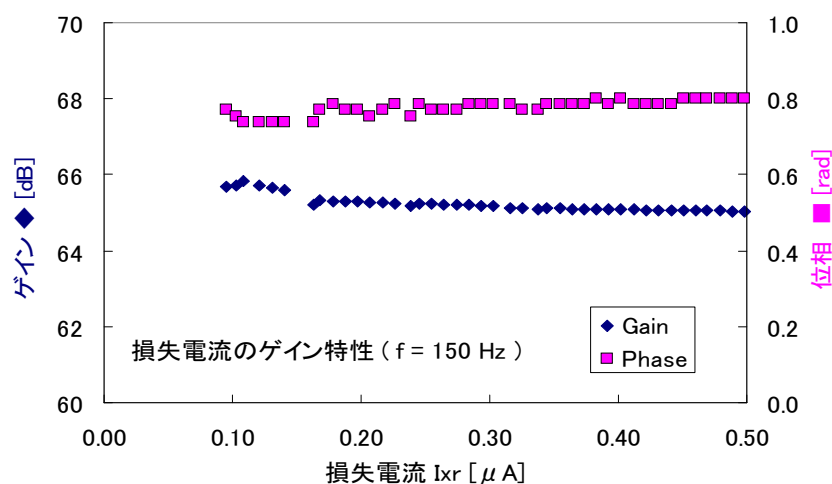


図 4 本測定系のゲイン特性

図 3 に示す，CCB や検出増幅器その他，全ての測定系の伝達関数を考慮した，検出電圧波形 D から不平衡入力電流波形 I_x を求めることになる．このとき，図 4 に示す，測定系の僅かな検出電圧と入力電流の大きさの比であるゲイン特性の変化も考慮して，より正確な損失電流の評価を実施している．この詳細については，後半に示した論文に記述してある．

次に，本誘電計測システムを，くし形電極を用いた表面深さ方向の分解能を有する誘電計測に応用する．図 5 に，シリコンシート試料上のくし形電極系と水滴の様子(図 5(a))を示す．図 5(b)の概略モデルが示

すとおろ、くし形電極間の漏れ電界を利用した誘電計測となる。図 5(c)の有限要素法による電界分布の計算結果を見るまでもなく、およそ電極間隔と同程度の深さまでの誘電計測を実施することとなる。ここで注意すべきことは、図 5(b) のMH電極間のC_{air}の部分は図 5(c)に示すようにほぼ平等電界であり、挟み込み電極系の場合は、この平等電界を利用して誘電計測を実施しているのであるが、くし形電極系を用いた本手法では不平等電界を用いた測定となることである。しかしながら後半に示した研究成果発表論文にもあるとおり、試料が吸水状態や充填材の配分量の違いにより誘電物性の大きさを变化する場合も、試料が使用される電界の範囲内においてはこれら物性量は線形な応答を示す($Q=CV$ や $D=\epsilon \cdot E$ の関係が線形応答として成立する)ため、「電極間隔に比例した表面深さまでの、平均的な誘電物性量の評価」は可能となる。

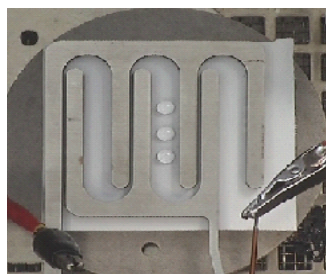
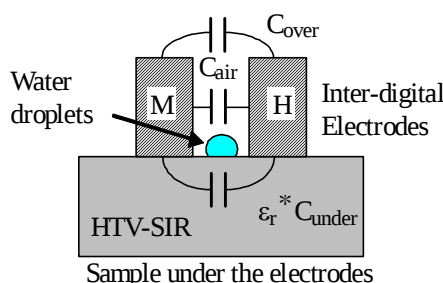
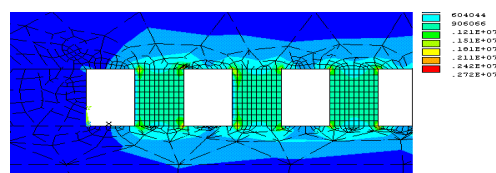


Fig.1 Water droplets on HTV-SIR.

(a) くし形電極系



(b) 等価的概略モデル



(c) くし形電極近傍の電界解析結果

図 5 くし形電極系による漏れ電界を用いた誘電計測と水滴の交流電界下での動的挙動観測の様子

[3] 表面深さ分解能を有する誘電計測システムによる測定の成果

本研究で開発した表面深さ分解能を有する誘電計測システムによる、電気学会調査専門委員会共通シリコーンゴム試料 A-H に対する、計測結果の主な成果は次に示す通りである。

3.1 くし形電極と非接触な試料の誘電特性の評価結果

表面深さ分解能を有する誘電計測システムにより、ATH の充填量の異なる試料 A-D をくし形電極系により測定した結果を以下に示す。2 枚重ね、3 枚重ねとし、2 枚重ねの場合、電極に接する下側の試料は試料 A に統一し、3 枚重ねの場合、電極に接する下側の試料と 2 枚目の試料は試料 A に統一し、最も上側のくし形電極と非接触な試料を A-D と変化させ、誘電特性によるそれらの違いが検出可能かの検討を行った。試料 A-D の 1 枚(試料自身)の結果を図 6(a)に、2 枚重ねの結果を図 6(b)に、3 枚重ねの結果を図 6(c)にそれぞれ示す。くし形電極の電極間隔は 4mm、試料厚さは一枚 2mm である。

図 6 により、くし形電極系と非接触な試料の違いをくし形電極の電極間隔程度まで誘電計測可能であることがわかる。また、不平等電界が試料に印加されているのであるが、印加電圧の波高値と交流損失電流は比例することが確認できる。これらのことは充填材に表面処理を施し、誘電損失の違いを小さくした試料 E-H においても同様に確認できた。なお、図 6 の試料 A のみの損失電流波形の大きさは主に、くし形電極系の固定台部分に流れる電流であり、試料が吸水していない場合には、シリコーンゴムとシリカによる試料 A には、ほとんど損失電流は流れず検出できないことが、従来の挟み込み電極系による測定結果により確かめられている。

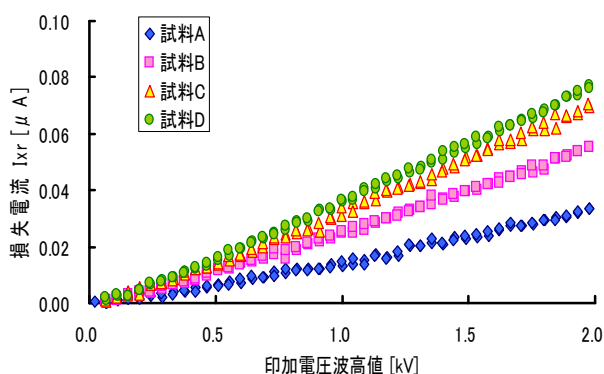


図 6(a) 試料 A-D の誘電特性

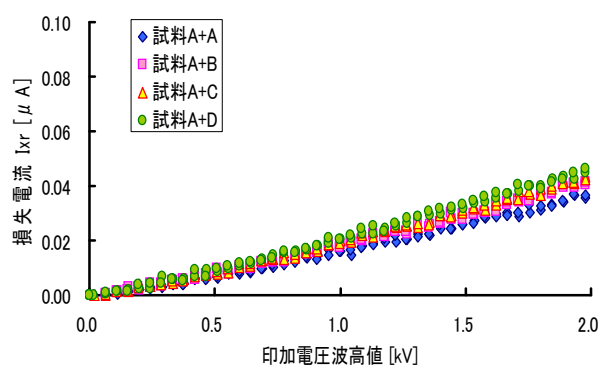


図 6(b) 試料 A-D 2 枚重ねの誘電特性

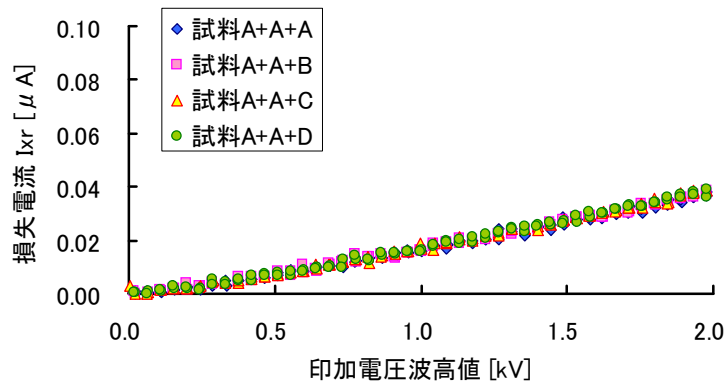
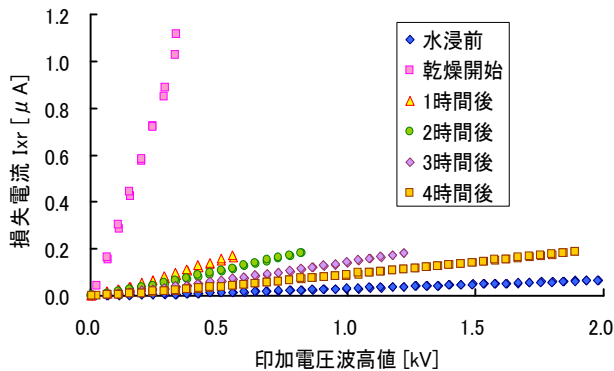


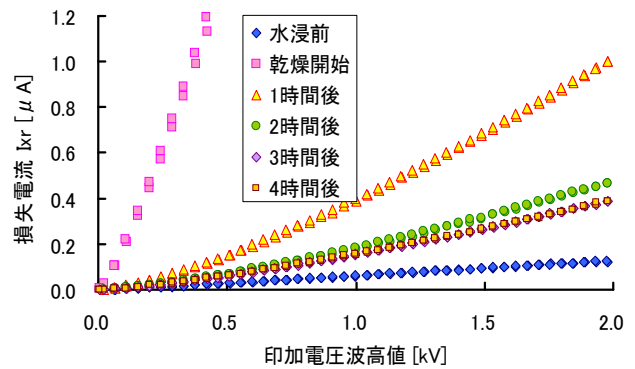
図 6(c) 試料A-D 3枚重ねの誘電特性

3.2 本計測システムの誘電特性の時間変化測定への応用

試料 A と C を 2 週間水浸させ、その後、試料を大気中に取り出し自然乾燥させた場合の、試料乾燥過程における誘電特性の時間的変化を評価した。その結果の一例を図 7 に示す。同時に測定した吸水量の時間的変化は図 8 である。試料 A, C とも、乾燥開始時は試料表面の水分のため損失電流 I_{xr} が最も大きい。その後は乾燥過程の重量低下と損失電流の低下の対応が確認できる。詳細に観察すると、3 時間後と 4 時間後では損失電流 I_{xr} に大きな違いは見られないが、水浸前よりも損失電流は大きくなったままである。これは、試料表面漏れ電流に関係していた試料表面層の水分が、乾燥 3 時間でかなり減り、試料表面層の水分の分布に時間的に大きな変化がなくなったためであると考えられる。また、ATH の入った試料 C の方が水浸による損失電流の増加は試料乾燥の長期にわたり大きいことが確認できる。また、試料を水から取り出した直後には、ATH を含んでいない試料 A でも大きな損失電流が流れている。これは誘電的な損失というよりも表面漏れ電流による伝導的な損失であることが図 8 の試料重量変化との対応から示唆される。図 8 の試料 A と C の乾燥 3 時間後と 4 時間後では、まだ水分の減少が生じていることが分かる。従って、試料全体の水分量の変化を測定することになる試料重量の測定と、試料表面からの水分の分布に関係した損失電流の測定とでは、少し測定結果の特性が異なることが示唆される。



(a) 試料 A (電極間隔 4mm)



(b) 試料 C (電極間隔 4mm)

図 7 くし形電極系による試料吸水後の乾燥過程における誘電特性の変化

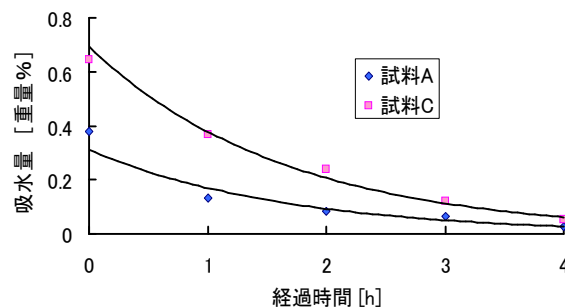


図 8 試料 A と C の吸水後の乾燥時間と試料吸水量の変化

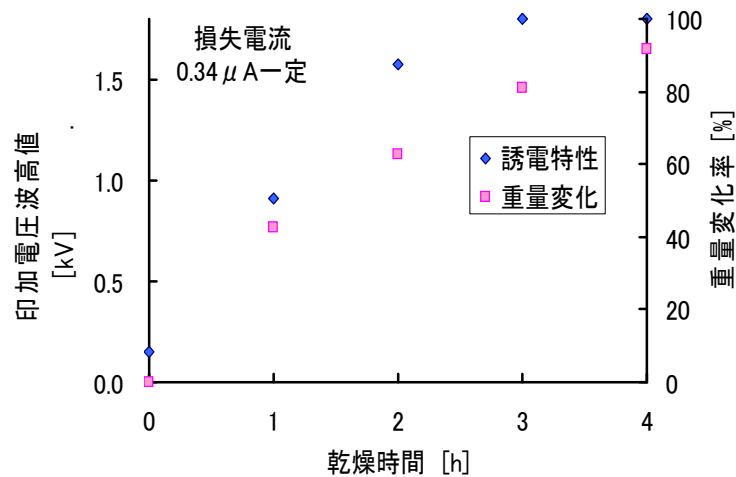


図 9 試料 C の誘電特性の変化と試料重量の変化との比較

図 9 は，試料 C の誘電特性と重量変化の試料乾燥時間との対応を示したもので，損失電流 I_{xr} が $0.34 \mu A$ となる印加電圧波高値を，乾燥時間ごとに表したものである。この図より，誘電特性と吸水量の緩和過程（時間的変化）の飽和に至るまでの速さは，試料表面からの誘電計測による結果の方がより早く飽和する可能性を示唆している。従って，くし形電極の間隔を小さくすれば，より表面のみの計測となり，この誘電特性の飽和する時間，言い換えれば乾燥状態が既定値に達するまでの時間は，より早くなると推定される。そこで，電極間隔 2mm のくし形電極を用いて，同様に試料 C を水浸させ，乾燥していく状態における誘電特性の測定を行った。その測定結果を図 10 に示す。電極間隔 4mm の場合と比較するため，図 9 と同様に損失電流 I_{xr} をそれぞれ一定として，乾燥時間と対応する印加電圧波高値および試料重量の関係を図 11 にまとめてみた。

図 7(b)(電極間隔 4mm) と図 10 (電極間隔 2mm) とを比較すると，図 10 では全体的にやや損失電流 I_{xr} が小さくなっているが，乾燥過程における吸水状態の変化を，くし形電極系により誘電計測可能であることがわかる。また，図 11 により，電極間隔 4mm と 2mm において損失電流をそれぞれ $0.10 \mu A$ 一定とし，その損失電流を流すのに要した印加電圧波高値を，重量変化とともに比較すると，電極間隔 2mm と 4mm の誘電特性は両者とも，重量変化より早く飽和していることがわかる。また，電極間隔 2mm，すなわちより表面層を主とする測定の方が，より早くから乾燥に伴う表面抵抗率や誘電損に関係する「交流的な損失抵抗の増加」が進んでいくことが分かる。従って，電極間隔が狭いことで，より表面近傍の誘電特性を多く検出し，表面から先に乾燥していく状態を検出している。

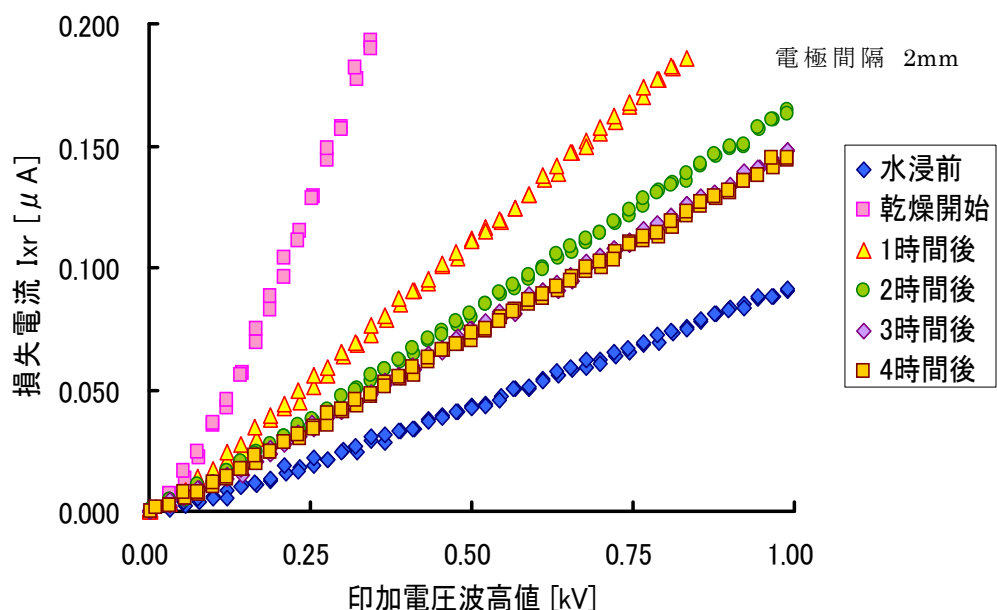


図 10 電極間隔 2mm の試料 C の水浸および乾燥過程の誘電特性変化

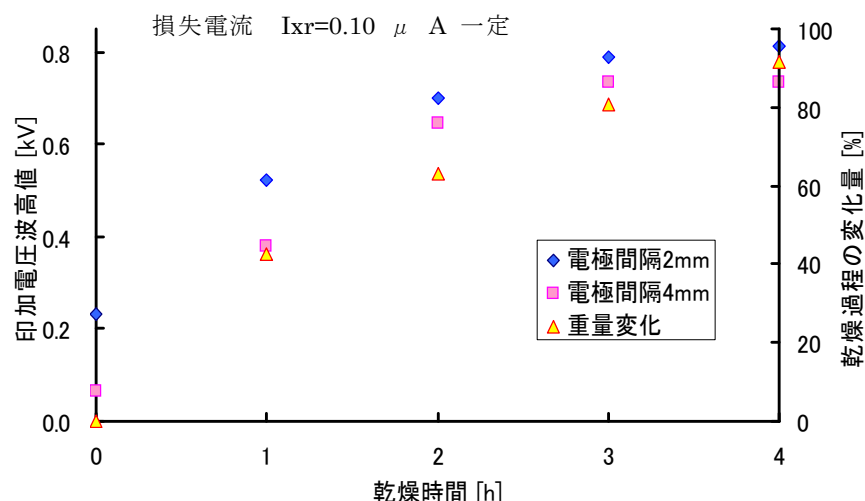


図 11 試料 C の乾燥過程における誘電特性の変化と試料重量変化量との比較

[4] 試料の吸水・乾燥過程における試料表面粗さの変化に関する検討

試料の吸水・乾燥過程における試料表面粗さの変化に関して、本研究の設備費にて購入した、レーザ顕微鏡による解析結果を要約する。まず、乾燥開始から 240 分経過後の試料表面を、レーザ顕微鏡で 600 倍に拡大観測した画像を図 12 に示す。画像の大きさは $124 \times 124 [\mu m]$ である。ATH 含有量が多くなるにつれ黒くなり、荒い感じが観測されている。また、充填材への表面処理により充填材の試料表面への現れ方が減少しているのが確認できる。

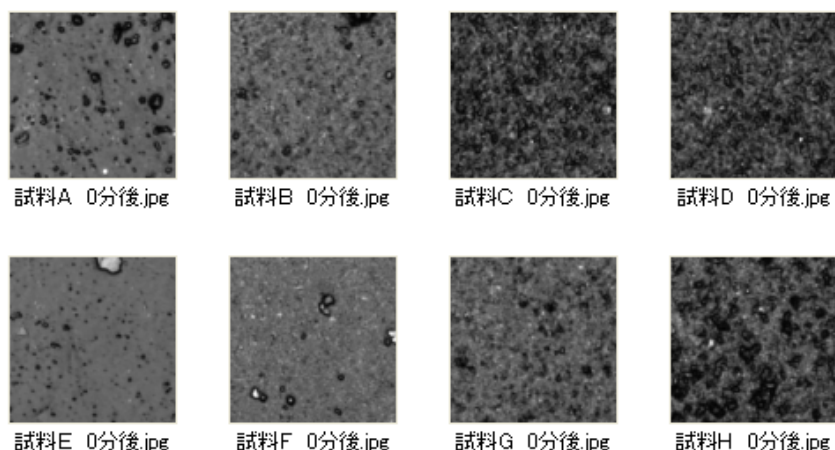


図 12 委員会共通試料 A-H の試料表面観測結果

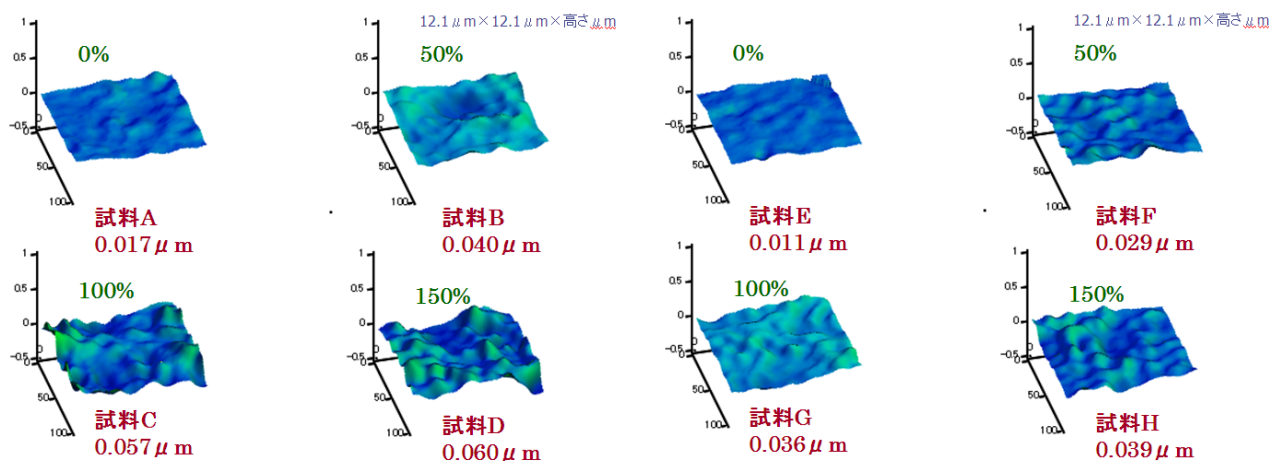


図 13 乾燥開始 240 分後の試料表面形状の測定結果 ($12.1 \times 12.1 \mu m$)

次に、これらの試料の表面粗さを、傾き補正やノイズ補正を施して解析した結果を図 13 に示す。やはり、ATH 添加量の増大に伴い、表面の凹凸が激しくなっていることが分かる。表面粗さ R_a の平均値を試料 A-D に対して求めると、0.017, 0.040, 0.057, 0.060 μm となった。この表面粗さは表面処理のある E-H では約 5 分の 3 に小さくなった。

次に、この表面粗さが試料の水浸および乾燥過程で変化するかを確認した。その結果を試料 A-D に対して、吸水量の乾燥過程における減少と対比させて、表面粗さ指標の一つである最大高さで確認した結果を図 14 に示す。図 14(a)は乾燥過程の吸水量の変化を、図 14(b)は最大高さの変化を示している。これらより、僅かな吸水量の変化を、試料の最大高さを用いた表面粗さで観測することは困難であることが示唆される。このことは試料面の平均粗さ等の他の粗さ指標を用いても同様であった。

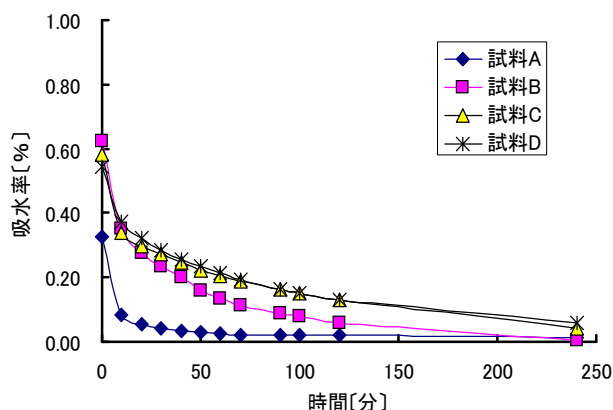


図 14(a) 乾燥過程の吸水量変化

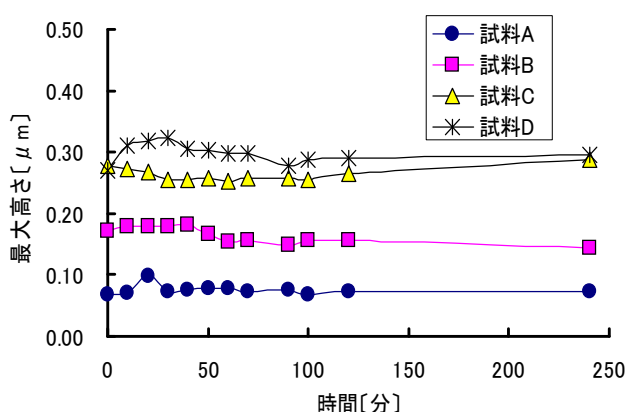
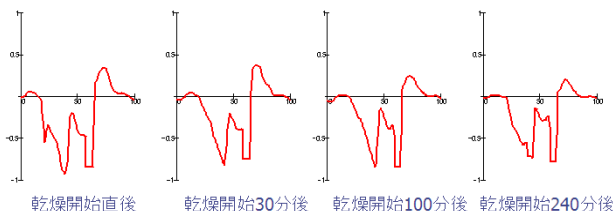
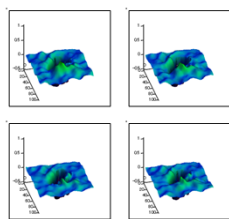


図 14(b) 乾燥過程の最大高さ変化

試料Bのシリカ粒子
周辺における表面
状態の変化



試料Fのシリカ粒子
周辺における表面
状態の変化

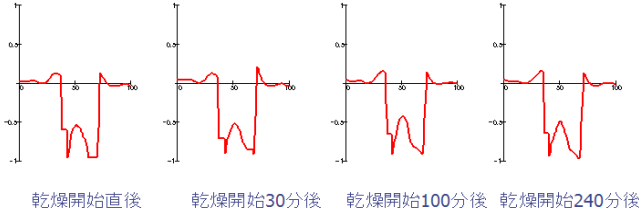
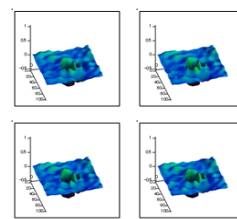


図 15 乾燥開始 0-240 分における試料 B と F の充填材界面の表面形状変化(計測幅 12.1 μm)

以上の解析結果により、ATH 充填量の違いは、表面粗さ指標の大きさにより判別可能であり、表面処理の有無も判別可能であるが、吸水量の変化は判別が困難であることがわかる。そこで、よりミクロな観測として、試料中の充填材界面に着目して、その、乾燥過程における、充填材界面表面形状の変化の有無を確認した。その結果を図 15 に示す。図 15 の試料 B は ATH を 50% 含有し、充填材表面処理は施していない。僅かではあるが、充填材界面の盛り上がり部分の、乾燥過程に伴う表面粗さの低下が確認できる。これに対して、同じ ATH 含有量 50% で表面処理を施してある試料 F では、界面部分の盛り上がりは B に比べて小さく、その乾燥過程における変化は確認できていない。

これらにより、充填材界面のシランカップリング処理などは、吸水量を低下させ、試料表面状態を誘電的にも表面粗さ的にも改善させていることが示唆される。

[5] 試料の吸水・乾燥過程の誘電特性の周波数変化を用いた検討

試料の吸水および乾燥過程を、試料表面からの深さ方向の分解能を有する誘電計測により観測可能であることは本研究により明らかとなったが、この商用周波数領域における高電界誘電特性を用いた測定にはかなり大がかりなシステムが必要である。LCR メータなどのより簡便な計測システムにより、高分子材料の劣

化診断が可能となれば、屋外での現地測定などによる、実施設機器の診断も可能となる。表面漏れ電界を用いているため、試料の損失電流信号は極めて小さい。そのため、高電圧を印加して観測可能としたのが[3]の研究成果である。ここでは、周波数を数キロ[Hz]以上として、 $I_c=j\omega CV$ の ω を大きくすることにより、表面からの深さ方向の分解能を有した誘電計測が可能かについて検討した。

LCR メータでの測定結果の一例を図 16 と図 17 に示す。図 16 のくし形電極系を用いた静電容量の評価結果により、ATH の含有量の異なる厚さ 2mm の試料の種類を判定するには、静電容量を測定すればよいことが確認される。ただし、判別できる周波数領域は 500Hz 以上の高周波側である。ATH の充填量増加と共に静電容量は増加することが確認できる。図 17 は試料の吸水量と静電容量の関係を示したものである。ATH の充填量と吸水量の増加により、静電容量は増加すること、充填材表面処理のある試料 E-H では、同じ吸水量でも AHT 充填量の増加により誘電率の大きさがより顕著に増加することがわかる。これらにより、吸水状態を含めて、ATH の含有量によって決まる試料の種類を判別することが可能となる。また、シリコーンゴム中の充填材への表面処理の影響については、試料の静電容量を測定して ATH の量が判別できれば、同じ吸水状態における、くし形電極系で計測したインピーダンスの違いから、充填材の表面処理の有無をより明確に判別できる可能性が示唆された。

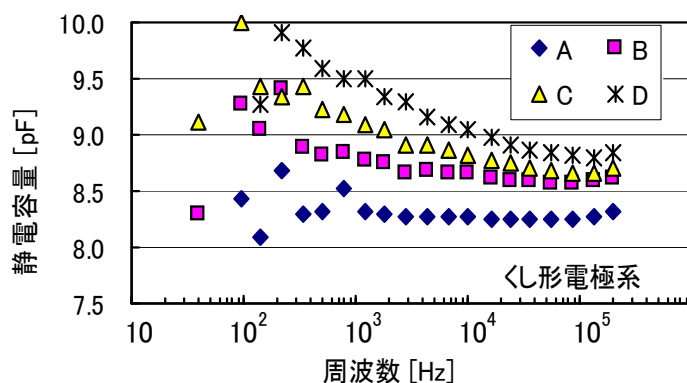


図 16 試料 A-D の静電容量の周波数特性

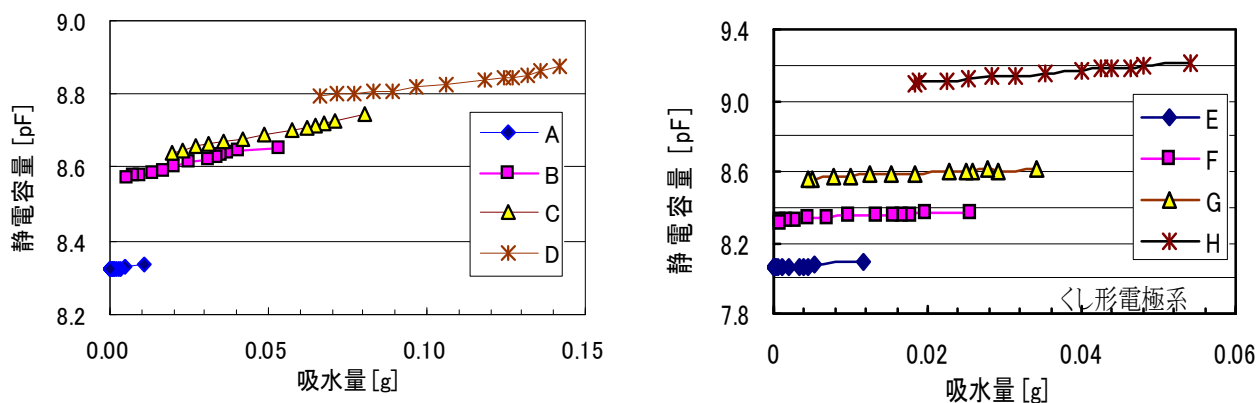


図 17 くし形電極系による試料 A-D と試料 E-H の吸水量と静電容量の関係 ($f=200\text{kHz}$)

[6] 試料の表面温度と撥水性の画像評価指標との関係の検討

試料の表面温度が異なると、その撥水状態は変化すると考えられる。なぜならば撥水状態を決定する表面自由エネルギーは大きな負の温度依存性を有しているからである。本研究のように試料の表面状態を測定する場合には、誘電計測手法を含めて、この各種物性量の温度依存性に対する検討を実施しておく必要がある。なぜならば、実施設環境下での機器の絶縁劣化診断など、計測時の温度は環境に依存し、実験室での観測のように特定の温度で実施することは不可能であるからである。

シリコーンゴムなどの高分子材料の初期表面劣化過程を検討する上で、本研究の誘電計測手法と、撥水状態の画像解析手法の対比を行うことは、この劣化診断の信頼性を高める上での最も大切な検討事項の一つである。本研究成果では、本研究の設備費にて購入したサーモグラフィカメラによる、試料面の温度分布と撥水状態との関係の検討結果について報告する。

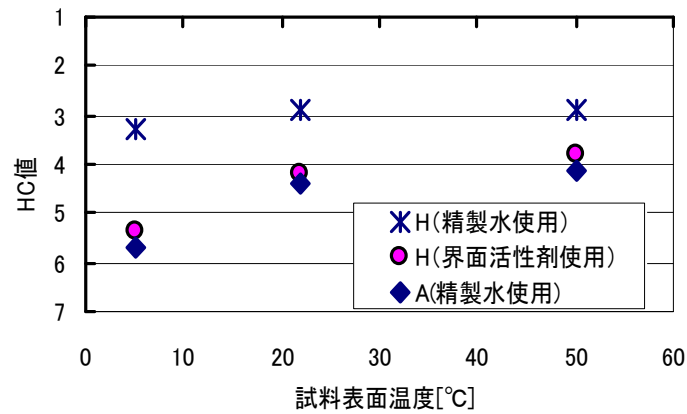


図 18 試料表面温度による HC 値の変化

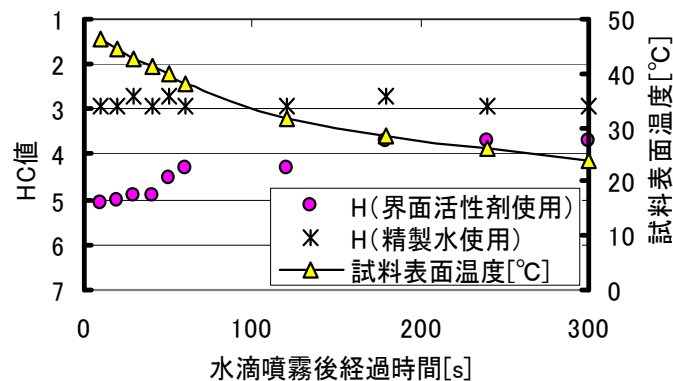


図 19 熱的平衡過程における HC 値と試料表面温度の変化

測定温度の違いによる試料表面撥水性の画像解析結果への影響の測定結果の一例を図 18 に示す。図 18 では試料 A と H を示しているが、全ての試料に於いて試料温度が上昇すると HC 値が小さくなり、撥水性が向上する傾向を示した。試料表面温度が 5 °C の場合、室温にある噴霧水の水滴温度は周囲の固体面と比較して高いこと、試料温度が 50 °C の場合は、逆に水滴温度が固体面の周囲温度より低いことが表面温度計測により確認できたが、水滴付着時の試料温度により決定される試料面の、表面自由エネルギーの温度依存性により、試料面温度の上昇に伴う固体面の表面自由エネルギーの低下が、試料温度の上昇に伴い撥水状態の観測結果を良くしていると考えられる。また、図 18 に於いて測定温度の変化に伴う HC 値の変化率としては、撥水性の悪い試料 A は大きく、撥水性の良い試料 H は小さくなることからわかる。図 18 はまた、界面活性剤を用いて噴霧水の表面張力を低下させ、見かけ上試料 H の撥水性が低下した状態での測定を行っても、同様に測定温度の変化に伴う撥水状態画像解析指標の変化を、より大きく判別できることを表している。

次に、試料表面温度の室温への熱的平衡過程における時間経過に伴う変化と、撥水性の画像解析結果との関係について測定を行った。結果を図 19 に示す。精製水(蒸留水)を用いた比較的良好な撥水状態を示している HC 値が 3 程度の試料 H においては、水滴噴射後の時間経過に伴う試料温度変化に対応した撥水性の画像解析結果に変化は見られないことがわかる。従って、撥水状態は水滴噴霧時の試料表面温度によって決まるといえることがわかる。一方、界面活性剤を用いた水滴を噴霧した場合には、時間経過に伴う HC 値の改善が見られた。この改善は円形度 fc の改善による撥水性の向上として、試料表面温度が 50 °C、5 °C の両方の場合に対して観測された。このことは、撥水性の低下した試料の撥水状態の測定に関しては、試料面に噴霧した隣接する水滴の結合など、ダイナミックな形状変化が起こる可能性を示唆しており、撥水画像解析を用いた表面状態の診断に関する研究成果の論文にでも述べているとおり、水滴噴霧時の撥水状態の形成過程を、撥水状態の診断指標にすると良いことを示唆している。この測定時の温度と撥水性の評価結果の関係については、引き続き、より詳細な研究を継続中である。

[7] 研究のまとめと今後の展望

本科学研究費による、「表面深さ分解能を有する誘電計測システムによる高分子電気絶縁材料の劣化診断技術の開発」における主な研究成果を次に示す。本システムを用いた、電気学会調査専門委員会共通シ

リコーンゴム試料に対する測定結果も合わせてまとめた。また、表面自由エネルギーや撥水性の解析方法に関する研究との連携も含めて、今後の展望と検討課題についてもまとめた。

1. DSPボードを用いるなど、交流損失電流波形計測による高電界誘電特性解析システムの改良を行い、シリコーンゴムシートなどの厚さ数 mm の試料を用いても、その誘電率・ $\tan \delta$ ・交流損失電流等の高電界誘電特性を計測可能なシステムを構築した。システムは、リアルタイム計測や印加電圧1波形毎の計測、試料表面での水滴設置状態での計測や試料表面絶縁破壊発生までの計測など、印加電圧形状などを柔軟に変更可能で、色々と応用可能なものとした。
2. くし形電極系をシート状試料の片側表面に設置して、電極間の漏れ電気力線を利用することにより、誘電計測を可能とした。このくし形電極系を用いた誘電計測では、くし電極の間隔に比例した試料表面からの深さ方向(厚さ方向)の分解能を有する誘電計測が可能である。本計測システムにより、シリコーンゴムシートを用いて電極に非接触な部分の誘電特性の違いを検出できた。また、試料の吸水・乾燥過程を誘電計測し、水分の拡散現象に関係した試料表面からの乾燥過程を、この深さ方向の分解能を有する誘電計測により評価できた。
3. くし形電極系を用いることで、水滴を電極間に設置し、その交流電界下での動的挙動など、撥水状態との対比を可能とした。この水滴の動的挙動に関してはダイナミックドロップテストとして、今後高分子材料の評価に用いる新しい国際規格として更に検討していく。
4. 撥水状態の画像解析は、本研究の誘電計測結果と対比させることにより、試料表面における劣化状態と試料内部に至る劣化状態の分離計測を可能とする大切な指標を与える。
5. シリコーンゴムへの ATH やシリカなどの充填材の影響は、誘電計測により明白に区別できた。充填材の表面処理を含めて、くし形電極系を用いた表面からの計測によっても、これらの試料の違いを明白に計測できた。このことは、実機器における高分子電気絶縁材料の劣化進展を、表面からの誘電計測によりモニターし、診断可能であることを示唆している。
6. レーザ顕微鏡を用いた試料表面粗さの計測により、上記の充填量やその表面処理の違いなど、試料の区別は可能であった。しかしながら誘電計測では可能であった、試料の吸水・乾燥状態の表面粗さによる確認は困難であることが確認された。充填材界面のより詳細な観測により、充填材表面処理を施していない試料に関しては、充填材界面の形状計測で、乾燥過程をある程度把握できる可能性は示唆されたが、充填材表面処理のある試料では、表面粗さによる吸水・乾燥過程の掌握は困難であった。アーク放電等でエロージョンを生じた試料の劣化診断は、表面粗さの変化や劣化痕の形状解析により可能であることは、調査専門委員会協同実験により明らかとなっている。
7. サーモグラフィを用いた試料表面温度の、試料撥水性能評価結果への影響を検討した結果、試料面の劣化と関係することが指摘されている撥水状態は、噴霧水滴付着時の試料面温度とその撥水性能、噴霧液の表面張力で主に決定されることが示唆された。従って、撥水状態が低下してくると、測定温度の低下は撥水指標のより大きな低下(HC 値の増加)をもたらすことが明らかとなった。
8. 撥水性に関しては、撥水状態が良好な場合は接触角の測定が、撥水性が低下してくると、スプレー法による撥水画像解析が、より効果的であることが示唆された。
9. 今後、試料表面漏れ電流と、試料内部の導電電流、試料内部の誘電分極に関係した電流、試料面の撥水性等について、その「測定温度の影響」をより詳細に検討し、実機器の劣化診断における、以上の各種劣化診断指標の「測定温度ごとの補正係数」について検討していくことが望まれる。このことは平成18年度に立ち上げた、電気学会調査専門委員会にて引き続き検討していく。また、この調査専門委員会では、ダイナミックドロップテストと撥水性の汚損層上への回復テストを新しい国際試験規格として検討しているが、これらについても本研究の成果を反映させていきたい。

キーワード シリコーンゴム, がいし, 劣化診断, 撥水性, くし形電極系, 誘電特性, 交流損失電流, 表面自由エネルギー, 表面粗さ, サーモグラフィ, ATH

1. 機関番号 53701
2. 研究機関名 岐阜工業高等専門学校
3. 研究種目名 基盤研究 (B) (2)
4. 研究期間 平成16年度～平成18年度
5. 課題番号 16360142
6. 研究課題名 表面深さ分解能を有する誘電計測による高分子電気絶縁材料の劣化診断技術の開発
7. 研究代表者 研究者番号 10155525
研究代表者名 所 哲郎 所属部局名 電気情報工学科
8. ホームページ <http://www.gifu-nct.ac.jp/elec/tokoro>
9. 電子メールアドレス tokoro@gifu-nct.ac.jp