

平成 21 年 3 月 31 日現在

研究種目：萌芽研究
 研究期間：2006～2008
 課題番号：18656098
 研究課題名（和文） 表面自由エネルギーの温度依存性を利用した表面状態評価技術の検討
 研究課題名（英文） Study on Evaluation Technology of Surface Condition by Using Temperature Dependency of Surface Free Energy
 研究代表者
 所 哲郎（TOKORO TETSURO）
 岐阜工業高等専門学校・電気情報工学科・教授
 研究者番号：10155525

研究成果の概要：シリコンゴムなどの電気絶縁材料は優れた撥水性を有しており、その撥水状態が材料劣化状態の診断指標として用いられている。この撥水性能は大きな負の温度依存性を有する表面自由エネルギーにより決定される。従って、撥水性能の温度依存性を検討すれば、より正確な劣化診断や材料評価を行うことが可能となる。本研究では撥水状態形成時の温度の影響を詳細に検討し、低温側では撥水性が低下して形成されること等を詳細に明らかにした。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合 計
2006年度	1,300,000	0	1,300,000
2007年度	800,000	0	800,000
2008年度	800,000	0	800,000
年度			
年度			
総 計	2,900,000	0	2,900,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：電気電子分野・電子・電気材料工学

キーワード：シリコンゴム、がいし、屋外絶縁、劣化診断、撥水性、表面自由エネルギー、サーモグラフィ、ATH

1. 研究開始当初の背景

(1) 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シリコンゴムがいしなどの撥水性を有する屋外用高分子電気絶縁材料の、初期表面劣化過程を観測・診断する上で、撥水性の評価が用いられている。この評価手方については、IECにより国際規格等が規定されているが、表面自由エネルギーの大きな負の温度依存性などがどのように影響するかを検討する必要があった。また、撥水性の新たな評価方法も検討されつつあった。

(2) 撥水性に影響する各種パラメータを用いた表面撥水状態を制御する手法について検討し、広く材料の初期劣化状態の評価から表面状態の制御に至るまで、研究をさらに進めることが、電気学会調査専門委員会やCIGREにより、国内外の研究組織が連携して行われつつあった。

2. 研究の目的

(1) 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」の「委員会共通試料」を利用して、

本研究との連携により撥水性に影響する各種事象について協同研究を実施する。

(2) 本研究の設備費として主に導入した、サーモグラフィを用いた試料表面温度の計測結果と高解像度デジタルカメラによる撥水状態の画像解析による評価結果とを比較することにより、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について明らかにする。

(3) 撥水性に加えて、表面荒さや誘電特性などとの関係についても詳細に検討し、表面自由エネルギーの大きな負の温度依存性を利用するという観点から、高分子電気絶縁材料の劣化診断および表面状態制御技術の開発を進める。

3. 研究の方法

(1) 5種類の委員会共通試料を用い、その吸水及び乾燥過程の吸水量や誘電特性、表面粗さや表面温度等の各種物性を評価することにより、材料の劣化を模擬した診断や撥水性の制御が可能かを検討する。

(2) 蒸留水を試料上にスプレーする方法を用いてHC値により撥水性を評価するとともに、その測定温度による影響を調査する。

(3) 水滴の試料表面での接触角を測定することにより撥水性を評価するとともに、その測定温度による影響を調査する。

(4) 60度に傾斜した試料面を流れる水滴の長さを計測することにより撥水性を評価するとともに、その測定温度による影響を調査する。

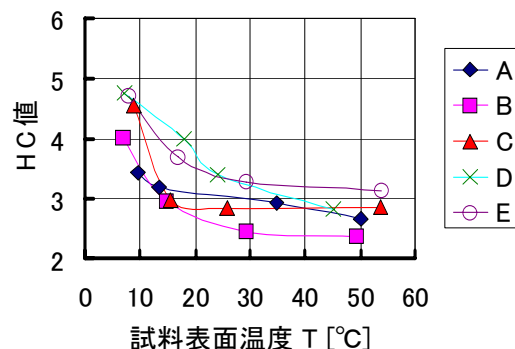
(5) 以上(2)-(4)の撥水性の評価と(1)の各種計測値との対応を実験的に明らかにすることにより、特に撥水性の評価結果が測定温度によりどのように変化するかを定量的に明らかにする。

(6) 以上により、試料の表面温度や表面粗さを制御することにより、撥水性による材料劣化診断の精度を向上させたり、材料の撥水性能を制御可能かについて検討する。

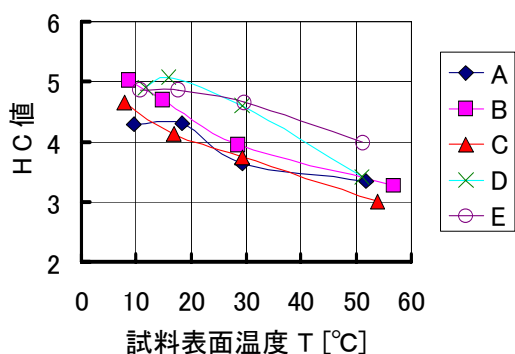
4. 研究成果

(1) サーモグラフィを用いて、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。その結果の一例を図1に示す。試料面の劣化と関係することが報告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、水浸などによ

り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。この撥水性の低下は、まず水滴面積の増加が観測され、次に水滴円形度の低下が加わることが示唆された。



(a) 乾燥状態の共通試料の測定結果



(b) 水浸後の共通試料の測定結果

図1 共通試料の表面温度とHC値の関係

(2) 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。この一例を図2に示す。撥水性のよりよい状態を示している試料DとEは接触角（contact angle）の変化にその撥水状態の変化がより大きく現れており、逆に撥水性が低下している試料B

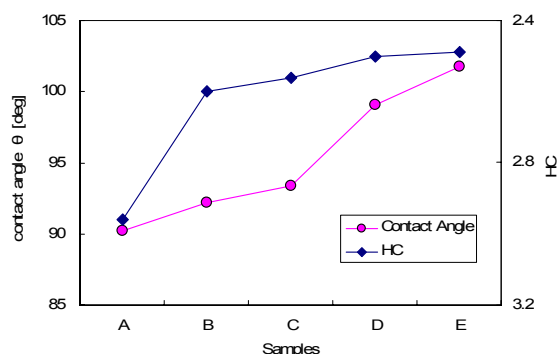


図2 各試料のスプレー法によるHC値と接触角の比較

やAは接触角よりもHC値の画像解析手法がより詳細に撥水性の変化を評価可能であることが示唆される。

(3) 撥水状態の画像解析は、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。その一例を各試料の吸水量と誘電正接 $\tan \delta$ との関係として図3に示す。各試料の吸水しやすさやその交流損失への影響が明白となり、吸水による撥水性の低下を考える上での重要な指標が得られている。

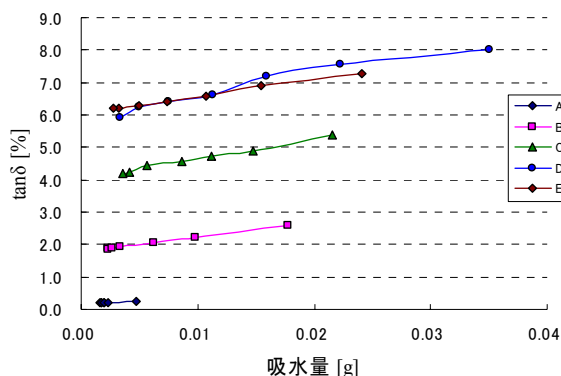


図3 96 時間室温で蒸留水に水浸させた各試料の乾燥過程における誘電正接 $\tan \delta$ と吸水量との関係

(4) シリコンゴムへのATHやシリカなどの充填材の影響は、誘電計測と撥水性の画像解析により明白に区別できた。充填材の表面処理の有無を含めてこれらの試料の吸水・乾燥状態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、撥水性の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。

この一例として36時間の吸水及び乾燥過程を撥水性により評価した結果を図4に示す。ATHを含まない試料AとATHを含み

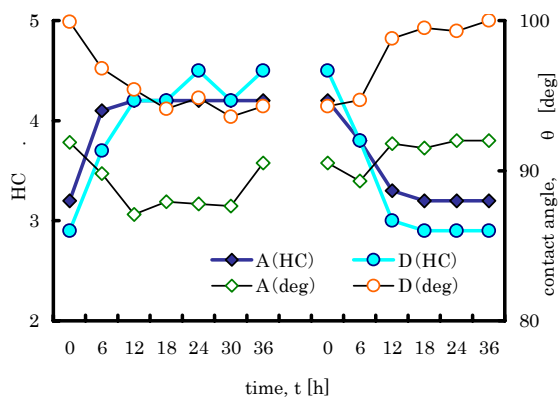


図4 36時間の吸水過程と36時間の乾燥過程の撥水指標の比較

充填材に表面処理を施していない試料Dと比較すると、撥水性能だけをみれば試料Dの方が優れた撥水性の回復を示していることが分かるが、図3の誘電特性も考慮すると、電気的絶縁性能の低下は試料Dにおいて著しく、撥水性のみで試料の状態を評価することには注意が必要であり、各種指標を総合した診断が必要であることが示唆される。

(5) 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、試料の区別はある程度可能であった。撥水性は表面荒さの大きさに影響されるが、それに加えて荒さの周波数(繰り返し頻度)が、撥水性能改善に大きく影響することが示唆された。このことは、充填材の形状を最適化することなどによる、アーク放電等でエロージョンを生じ、表面が荒らされた試料の撥水性能改善の可能性を示唆している。

図5は試料Cの表面に接触角の測定方向と平行なy方向と垂直なx方向に180番と1000番のサンドペーパーで粗化を施した場合の接触角の変化を示したものである。平均粗さは小さいが細かな傷が多くできる1000番粗化試料の方が接触角が大きくて撥水性が良く、粗化の波数の増加は撥水性の向上をもたらすこと、粗化が接触角の測定と垂直なx方向粗化の方が撥水性の向上がより顕著となることが示唆される。

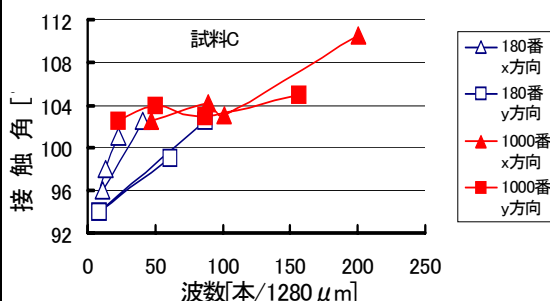


図5 試料Cの粗化周波数ピークと接触角の関係

(6) 測定温度の撥水性評価指標への影響を逆に利用することにより、温度変化時のHC値の変化量を評価するなどして、試料の撥水状態や劣化状態をより正確に評価可能であることが示唆された。例えば図6に示すように、試料表面温度が変化したときの撥水性評価指標の大きさと変化量を測定すれば、試料CやDに比べて低温側で試料Aの撥水性低下が著しいことが分かる。

(7) 電気学会調査専門委員会にて検討した、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についても、本研究成果に示した論文にて明らかとした撥水性に

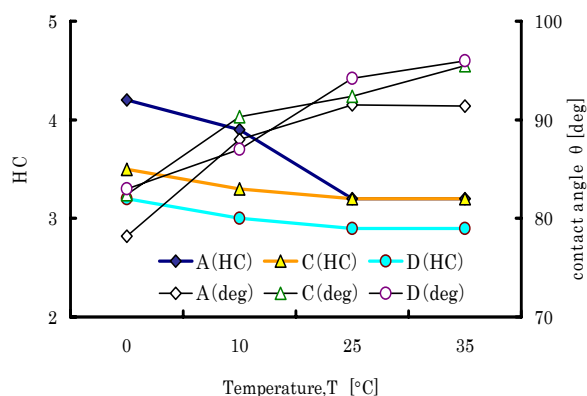


図6 各測定温度の接触角とHCの比較

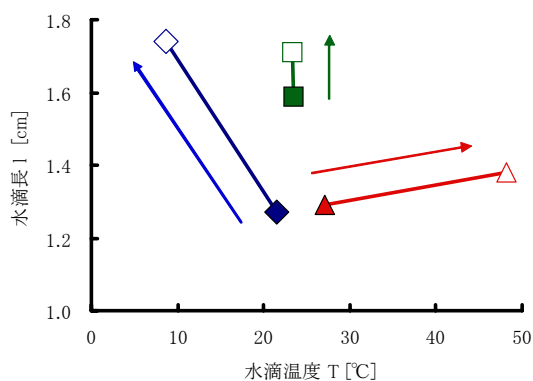


図7 試料Cの60分間のダイナミックドロップテストにおける最大水滴長と試料温度の変化との関係

影響する各事象を制御して測定する必要性があることが示唆された。この一例を図7に示す。試料Cを60分間電圧無印加にてダイナミックドロップテストにより撥水性の低下を測定した結果である。実験中に試料温度を低温側または高温側に変化させていくと、時間的な吸水に伴う撥水性の低下と、試料温度の変化による撥水性の変化が同時に起きている。図7からも試料温度の低下は撥水性の低下、従って水滴長の増加が生じることが示唆されるが、高温側への温度変化では必ずしも撥水性の改善が起こらないことが示唆される。

今後とも、本研究の成果を表面状態の診断のみでなく制御技術として確立すべく研究を推進していくことが望まれる。

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8件)

- ① 所 哲郎、「撥水性の時間依存と温度依存とを考慮した材料表面評価システムの開発」、岐阜高専紀要、第44号、

pp.37-44 (2009.3)

- ② Tetsuro Tokoro, Taiga Makita and Masayuki Nagao, "Effect of Temperature on the Evaluation of Degradation Condition of Silicone Rubber", IEEE CEIDP 3A-01 Outdoor Insulation, pp.284-287 (2008.10)
- ③ M. Fujii, A. Fujimoto, T. Tokoro, N. Hozumi and M. Nagao, "Influence of Partial Discharge Exposure on Electrical Condition in LDPE Film", Proceedings of 2008 International Symposium on Electrical Insulating Materials (IEEE, ISEIM2008.), B-4, pp.48-51 (2008.9)
- ④ T. Tokoro, T. Inoki, E. Wada and M. Nagao, "Diagnosis of Degradation Condition of Silicone Rubber Using Hydrophobic Surface Analysis", Proceedings of 2008 International Symposium on Electrical Insulating Materials (IEEE, ISEIM2008.), P1-25, pp.283-286 (2008.9)
- ⑤ T.Tokoro, A. Ohno and M. Nagao, "Effect of Temperature on the Evaluation of Hydrophobic Condition of Polymer Surface", IEEE CEIDP2007, 3-23, pp.316-319 (2007.10)
- ⑥ 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)
- ⑦ 所 哲郎、「ポリマーがいしと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)
- ⑧ 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)

〔学会発表〕(計12件)

- ① 所 哲郎, 長尾雅行, 本間宏也, 「撥水性に影響する事象とポリマーがいし材料の撥水性能評価試験法」、電気学会誘電・絶縁材料研究会, DEI-09-68, pp. 41-46, 武蔵工業大学 (2009. 3. 24)
- ② 本間宏也, 所 哲郎, 「ポリマーがいし用材料-シリコンゴムの表面特性とがいし適用への課題-」、電気学会全国大会シンポジウム, S7 汚損環境におけるポリマーがいし適用の現状と技術的展望, 7-S9-3-pp. 7-10, 北海道大学 (2009. 3. 18)
- ③ 田代雄三, 栗本幸大, 村上義信, 所 哲郎, 穂積直裕, 長尾雅行, 「シリコンゴム上の汚損層への撥水性移行試験法の検討 (III)」, 平成19年度電気関係学

会東海支部連合大会0-228、信州大学 (2007. 9. 27)

- ④ 所 哲郎,「絶縁劣化診断技術の基礎講義」,第7回 がいいしセミナー,中部大学新穂高山荘(2007. 8. 10)
- ⑤ 小池 健,栗本幸大,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の評価」,電気学会 誘電・絶縁材料研究会テーマ「ポリマーが いいし」,DEI-07-70, pp.11-14,ルーテル市ヶ谷センター(2007. 6. 28)
- ⑥ 所 哲郎,「ポリマーが いいし材料表面の放電特性と劣化現象評価」,電気学会東京支部講習会 電学技報第 1071 号, pp. 1-66、電気学会本部 (2007. 5. 31)
- ⑦ 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 , 富山大学(2007. 3. 15)
- ⑧ 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 , 富山大学(2007. 3. 15)
- ⑨ 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. 7)
- ⑩ 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, 0-068, 岐阜大学(2006. 9. 28)
- ⑪ 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, 0-069 , 岐阜大学(2006. 9. 28)
- ⑫ 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, 東京総評会館 4 0 1 会議室(2006. 6. 27)

〔図書〕(計2件)

- ① 技術情報協会,「ぬれと(超)撥水、(超)親水技術、そのコントロールー実用化および表面処理・試験評価・商品展開ー」, 534 p, [11] 撥水性高分子の接触角・表面自由エネルギーの解析と表面状態の

評価 pp.196-202 所 哲郎分担執筆 (2007.7)

- ② 電気学会(ポリマーが い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)

〔その他〕

ホームページにて本科学研究費の成果の詳細を主な論文内容と共に公開している。

<http://www.gifu-nct.ac.jp/elec/tokoro/tokoro.html>

6. 研究組織

(1)研究代表者

所 哲郎 (TOKORO TETSURO)

岐阜工業高等専門学校・電気情報工学科・教授
研究者番号: 1 0 1 5 5 5 2 5

(2)研究分担者

無し

(3)連携研究者

無し