

高分子材料の誘電特性のくし形電極を用いた測定法に関する研究

所 哲郎*, 進藤久典, 小崎正光 (岐阜工業高等専門学校)

Study of Measuring Method of Dielectric Property of Polymer Materials Using Inter-digital Electrodes

Tetsuro Tokoro, Hisanori Sindou and Masamitsu Kosaki (Gifu National College of Technology)

Abstract

It is very important to study the surface degradation of polymer insulators, such as silicone and EPDM rubbers. Image data analysis is usually used to evaluate hydrophobicity of polymeric insulating materials. Surface degradation of polymer should change its dielectric property, however, it is very difficult to measure the change electrically. This paper describes a measuring method of dielectric property of polymer insulating materials using inter-digital electrodes. DSP ac loss current measuring system can successfully evaluate the change during aging of silicone rubber surface.

キーワード：劣化診断，くし形電極系，表面，誘電特性
(diagnosis of degradation, inter-digital electrodes, surface, dielectric property)

1. はじめに

屋外用高分子がいしなどの初期表面劣化に対して、接触角などに加えて誘電特性が評価可能となれば、より信頼性に富んだ材料評価や劣化診断が可能となる。筆者らは、撥水性と共に、一組のくし形電極を用いて、試料片側表面からの高電界誘電特性測定手法の確立を目指している。すなわち、微小交流損失電流測定手法を試料表面漏れ電流測定に応用して、表面誘電特性と撥水性の関係を検討しており、これらについて報告する。

一般に、電気絶縁材料の誘電特性は平行平板3端子電極系を用いて評価される。本論文では試料片側表面から誘電特性の評価・測定を行うため、くし形電極を用いた[1]。

平行平板3端子電極系を用いて測定を行う場合には、電極端部の漏れ電気力線を少なくすることが重要であった[2]が、くし形電極系を用いた測定では、この漏れを逆に利用することとなる。平行平板3端子電極系では、厚さ数十 μm 、直径26mm、電極面積 5.3cm^2 で、約1%程度の電極端部の影響による容量増加が認められたが、シリコンゴムなどの板状試料では、直径50mm、厚さ2~6mmでその影響は14~34%程度と急増する。くし形電極系を用いて測定を行う場合には、極微小な静電容量や誘電損失を、試料表面の交流漏れ電流とともに評価することになる。

DSPを用いた交流損失電流計測システムは、計測信号のアブレーションを行いながら、誘電特性の測定をリアルタイムに行うことができる。くし形電極系とDSP測定系を組み合わせることで試料の劣化や回復などの、誘電特性の動的変化を、試料片側表面から測定することが可能となる。本論文ではその一例として、試料表面に蒸留水を噴霧した場合の誘電特性の動的変化を、くし形電極系を用いて測定した。

2. くし形電極系と試料及び実験方法

くし形電極は電極幅と電極間隔がともに2mmのステンレス製で、厚さは3mmである。その形状をFig.1.に示す。測定において、内側3本の電極を高電圧電極、外側4本の電極を主電極とした。くし形電極の先端は必要以上の電界集中を防ぐために丸く加工した。先端を丸く加工しない場合とした場合は、気中放電開始電界に差がでてくる。その結果を横軸平均電界でFig.2.に示す。先端を丸く加工することで、より高電界まで試料の誘電特性を計測可能となることがわかる。

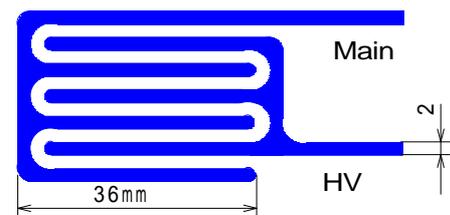


Fig.1. Inter-digital electrodes.

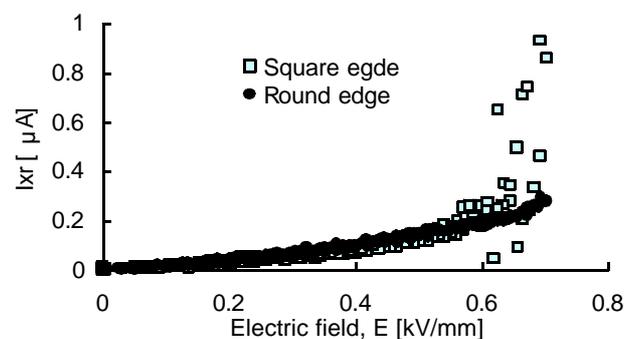


Fig.2. Electric field dependence of I_{xr} of an insulator using inter-digital electrodes. \bullet :Round edge, \square :Square edge.

試料としては大きさ 60x50mm で、厚さが 6mm の HTV シリコンゴム (HTV-SIR) を主に用いた。測定前の試料は室温・大気中で乾燥させた状態のものである。

測定は高電圧 $\tan \delta$ -キャパシタンスブリッジに DSP を用いた高電界誘電特性 FFT 波形解析システムを併用したものをを用いた。[3]

3. くし形電極系の等価回路

くし形電極系の等価回路は、くし形電極間の平行平板部分と、その上下の漏れ容量成分の、3つの容量成分の並列回路と考えられる。従って、試料の誘電特性を測定する場合には、試料と電極系の関係は Fig.3. に示すようになる。

Fig.3.(a)は電極系上に試料がある場合で、Fig.3.(b)は電極系の下に試料がある場合である。Fig.3.(a)の場合、くし形電極上の試料を通して流れる電流と、電極系の下の方の電極支持用絶縁体を通して流れる電流、および、平行平板部の空気部分の容量に流れる電流を測定することになる。そのため、電極上に試料がある場合と無い場合の両方について測定を行う必要がある。その後、2つの測定結果の差から、試料の誘電特性を評価することになる。また、試料を電極にのせない状態でブリッジの同調をとり、試料をのせた場合の同調状態をはずれた検出電流の変化から、誘電特性を直接評価する方法が考えられる。

くし形電極において、その漏れ容量 C_{cover} と C_{under} の大きさを評価するため、電極の上下に試料を配置して測定を行った。その結果、Fig.3.(a)が 12.65pF、Fig.3.(b)が 8.73pF で、平行平板挟み込み電極系で求めた HTV-SIR の比誘電率 4.88 を用いて漏れ容量を求めると、1.01[pF]となった。従って測定系はこの極微小容量中の複素誘電率の変化を検出可能な分解能に調整する必要がある。

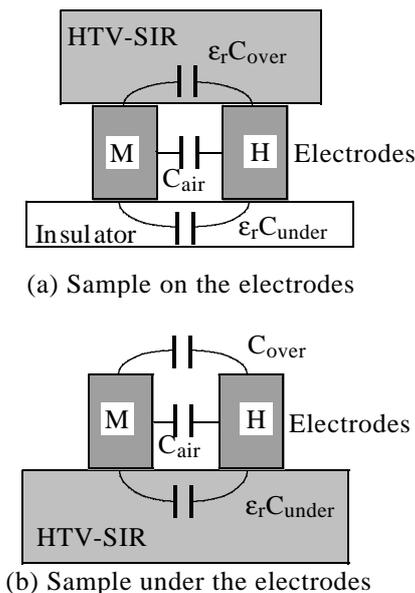


Fig.3. Arrangement of sample and inter-digital electrodes.

4. 実験結果及び検討

4.1 電極上に試料を乗せる場合

Fig.3.(a)の電極構成で、高分子がはいしのかさ部分を切り出して試料とし、その水浸劣化および乾燥回復前後の表面漏れ容量の変化を測定した。その結果の一例を Fig.4. に示す。a は劣化前、b は水浸劣化後、c はその乾燥後、d は再び水浸後、e はその乾燥後、f はヘキサン浸による乾燥後である。初期状態の試料容量 a は、切り出した試料が完全に電極系を覆っていないため、また、完全な平面状でもないため、3.で評価した容量 C_{cover} より、やや小さな値となっている。Fig.4.より、試料片側に電極系を接触するだけで、試料の吸水や乾燥状態を評価できることが分かる。すなわち、吸水すれば容量は増加し、乾燥すれば逆に減少する。ヘキサン浸後の容量が a より小さいのは、室温の湿度で平衡していた試料中の水分 (試料重量の測定結果から約 0.5 重量%程度)の蒸発によるものと考えられる。

Fig.3.(a)の電極配置の利点は試料の誘電特性の変化に対応した、もれ容量の変化を計測しやすいことである。欠点としては、損失電流が小さい場合、容量成分をブリッジでうち消していないため、相対的に損失電流の分離・評価が難しくなることがある。

一方、Fig.3.(b)の測定方法は、あらかじめ試料の漏れ容量を含めてブリッジで同調するため、試料の初期状態からの変化のみを、非平衡成分として計測する。本研究での測定は、恒温槽中に置かれた絶縁体の上に試料を置き、その上に電極を置いて行った。そのため、くし形電極によって電極間と電極上の空気の容量に流れる電流、また、電極の下にある試料表面と内部の漏れ電流を同調により測定することになる。空気部分の損失が試料と比較して無視できれば、この測定は試料の誘電特性の変化を検出することとなる。さらに、Fig.3.(b)の測定方法では、電極間が開放されているため、蒸留水の噴霧など、撥水性の検討との同時測定も可能である。2mm 程度のわずかな電極間でも撥水性の評価は十分可能である。[4]

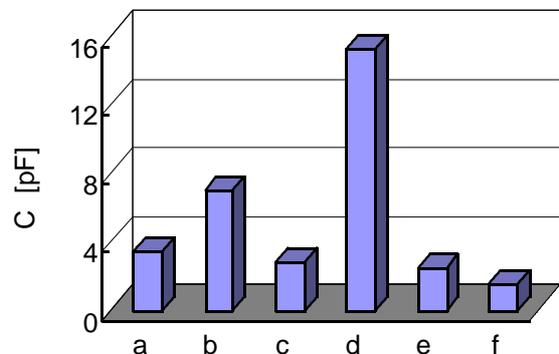


Fig.4. Change in capacitance of HTV-SIR during aging in water and recovery in air. a: before aging, b: after aging, c: after recovery, d: after aging of c, e: after recovery of d, f: just after recovery of hexane immersion.

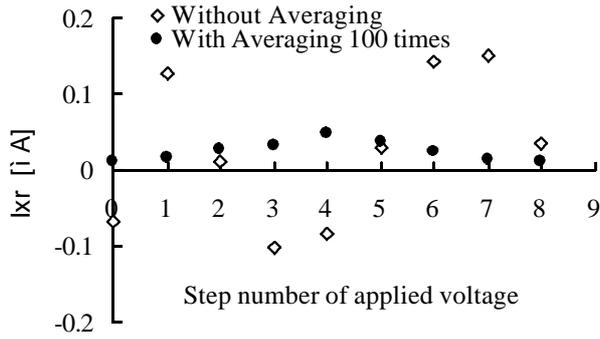


Fig.5. AC loss current, I_{xr} , of HTV-SIR of AC ramp step voltage application. \diamond : Without averaging, \bullet : with averaging of 100 times for each step of applied voltage.

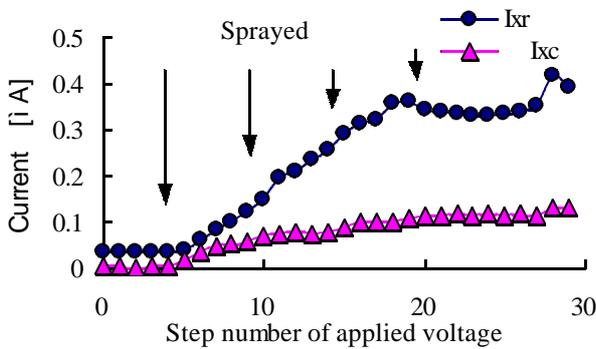


Fig.6. Change in AC loss current, I_{xr} , and capacitive current, I_{xc} , of HTV-SIR during 4 times spraying of distilled water. Conditions: Constant AC voltage application (50Hz, 2000Vp-p), Room temperature. With averaging of 100 times for each step number of applied voltage.

4.2 試料に電極を乗せる場合

Fig.3.(b)の試料-電極配置による、DSPを用いた HTV-SIR の交流損失電流の測定結果を、アブレーション処理の有無による結果の違いとして Fig.5.に示す。印加電圧波形として交流ランプ電圧を試料に印加した時の、交流損失電流の大きさを解析した。極微小なもれ容量に流れる小さな損失電流は、DSP 測定系ではノイズに埋もれてしまう (Fig.7. 参照)。印加電圧の各ステップ毎に 100 回のアブレーションを行うと、印加電圧の変化に対応した損失電流が流れていることがわかる。

次に、試料に蒸留水を噴霧した時の誘電特性の変化を測定した。一定電圧印加中に水を噴霧した場合の、損失電流の変化を Fig.6.に示す。Fig.6.中のデータは 100 回のアブレーションを各電圧ステップ (2000Vp-p 一定) にて実施している。図中の矢印の位置で蒸留水を試料電極面上から 4 回噴霧した。Fig.6.から、蒸留水を噴霧したあとでは容量電流の不均衡分 (I_{xc}) は 2 ~ 3 ステップで飽和しながら増加することがわかる。しかし、漏れ電流 (I_{xr}) は蒸留水を噴霧すると 3 回の噴霧までは、噴霧後大きく増

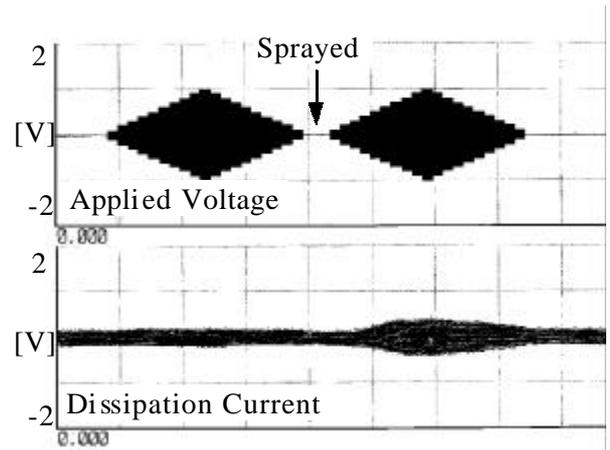


Fig.7. Applied voltage and unbalanced detected current waveform digitized by DSP system. Conditions: Room temperature, ac step ramp voltage is applied two times sequentially. Maximum amplitude of applied voltage is 50 Hz, 2,000 Vp-p. Each step of applied voltage is constant during 100 cycles to carry out 100 times of averaging. Distilled water was sprayed on HTV-SIR before the second application of ac step ramp voltage.

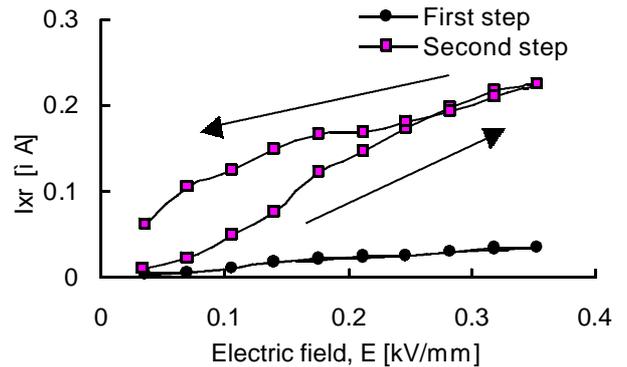


Fig.8. Electric field dependence of I_{xr} of HTV-SIR. \bullet : Before spraying of distilled water, \square : After spraying of distilled water.

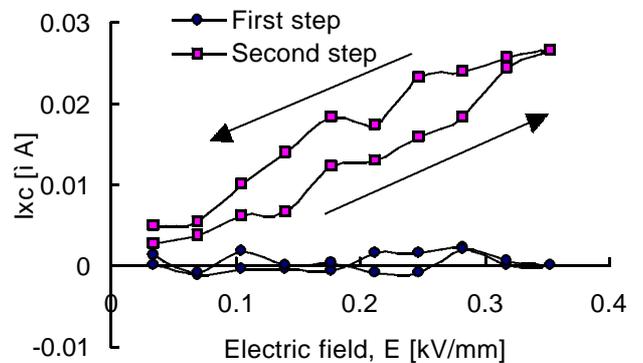


Fig.9. Electric field dependence of I_{xc} of HTV-SIR. \bullet : Before spraying of distilled water, \square : After spraying of distilled water.

加している。このことから、試料の上にくし形電極系を配置して測定を行うことで、静電容量の変化分と比べて損失電流の変化分のほうがより大きく検出できるとわかる。このことはまた、 I_{xr} により大きな電界依存性が有る可能性を示唆している。

この測定手法の注意点としては、試料自身の誘電特性の変化に加えて、くし形電極間の試料表面や、くし形電極自身に付着した水滴の影響も誘電特性として検出してしまふことがある。しかしながらこのことを積極的に利用して、 I_{xr} や誘電特性の電界依存性や時間依存性、非線形性やヒステリシスを、試料面の撥水状態や水滴の画像解析結果と対応させれば、高電界下における水滴形状の変跡[5]や、撥水状態の平衡へと向かう時間的変化と誘電特性との複合的な解析が可能になるものと期待される。

Fig.7.は50Hz、100周期を1ステップとする、階段状の交流ランプ電圧を、2つ連続して印加した時の印加電圧波形とブリッジの非平衡検出電流波形を示している。図中の矢印の示す位置で蒸留水を噴霧している。Fig.7.の上側が印加電圧波形で下側が損失電流検出波形であるが、スプレー前の損失電流検出波形に関しては Fig.5.で示したようにノイズに埋もれた検出結果となってしまう。しかしながら蒸留水を噴霧すると、損失電流が増加し、ノイズよりも大きく検出されることがわかる。また、試料に水を噴霧した場合の不均衡成分検出結果にはヒステリシスが有ることが確認できる。

Fig.8.と Fig.9.は測定系の伝達関数を用いて、Fig.7.の検出波形の解析を行った結果で、それぞれ I_{xr} と I_{xc} の評価結果である。Fig.8.より蒸留水を噴霧すると、漏れ電流の最大値は6.5倍に増加すると共に、非線形性やヒステリシスを示すようになることが分かる。また、Fig.7.の2回の交流ステップ電圧印加を5回とし、1回目と3回目の交流ステップ電圧印加後に蒸留水を噴霧した時の I_{xr} の変化は、蒸留水を噴霧することで14.5倍に増加した。このとき $\tan \delta$ と静電容量は、両方とも増加した。

この高電界誘電特性の非線形性やヒステリシスを観測可能なことが、論文[1]のスペクトル観測と本研究の手法との大きな違いである。

Fig.9.の容量成分不均衡分の電界依存性を見ると、Fig.8.の交流損失電流の電界依存性と比べて試料容量電流の変化は小さいことが分かる。蒸留水の噴霧前は同調状態なので容量電流は流れない。蒸留水の噴霧後は交流損失電流と同様な非線形性やヒステリシスが現れている。今後、蒸留水水滴の交流高電界印加時の形状変化と、これらの誘電特性の変化との対応について検討する必要がある。

DSP 測定系はデジタルデータをアナログ変換して高電圧の印加電圧波形を生成しているため、容量性の試料に対してはどうしてもノイズが顕著となる。今後フィルタリングや測定系のシールドを改善し、このパルス状のノイズを低減することが出来れば、表面接触電極系を用いた高電界誘電特性解析による、試料片側表面からの誘電特性解析を、

交流印加電圧の一波形毎に、その非線形応答も含めて観測可能になるものと期待できる。

また、高分子試料の撥水性の解析を、この電極間の微小面積に対して行うことにより、その時間的な変化を画像解析データからも検討することが可能になる。水滴形成時の動画画像解析により、その動的変化をとらえれば、試料表面層に加えて、ある程度は試料内部の劣化状況を反映してくれるものと考えられる。これらの画像処理による解析結果と誘電特性の測定結果との照合が今後の課題である。

5. まとめ

高分子材料の誘電特性の、くし形電極を用いた測定法に関して検討した。その結果、次のことが確認できた。

- ・ 試料をのせないときの同調状態を基準として、試料を電極系に乗せて測定を行う方法では、試料容量による電流が測定系でうち消されないため、より小さな損失電流を測定する場合には、伝達関数の位相評価の正確性が問題となる。この手法は容量変化の測定に適する。
- ・ 試料上に電極系を乗せて測定する場合は、試料表面からの高電界誘電特性の、同調状態からの変化分の測定が可能である。この手法は損失電流の測定に適する。
- ・ 試料片側表面に配置したくし形電極によって、表面に蒸留水を噴霧した場合における表面状態の変化を誘電特性として、非線形性やヒステリシス含めて検出可能である。
- ・ 蒸留水を噴霧することで、漏れ電流の損失成分と容量成分の両方が増加する。

今後、この測定手法の改良を進め、試料の撥水性の画像解析結果との対応を検討していきたい。なお、本研究の一部は文部省科学研究費（基盤研究（B））の援助により行われた。

参考文献

- [1]. M. Zahn, "Optical, Electrical, and Electro-Mechanical Measurement Methodologies of Electric Field, Charge, and Polarization in Dielectrics", IEEE CEIDP, pp.1-14, 1998.
- [2]. 遠山和之 他、「高温領域における無極性高分子フィルムの高電界誘電特性測定用新電極系の開発」、電気学会論文誌A 109巻7月号、pp.311-317,1989.
- [3]. Y.Fujii et. al., "Development of DSP Measuring System of High-field Dielectric Property of Silicone Rubber Sheets ", IEEE Int. Symp. on Electrical Insulating Materials (ISEIM '98), pp.603-606, 1998.
- [4]. T.Tokoro et. al., "Image Analysis of Hydrophobicity of Polymer Insulators by Observing at Microscopic Area", Proceedings of IEEE Conf. on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP), 3A-11, 2000.
- [5]. 永田 他、「交流電圧印加時のシリコンゴム表面上の水滴の挙動（第3報）」、電気関係学会東海支部連合大会講演論文集, 86, 2000.