

# 高分子がいし表面の水滴挙動の誘電特性による評価

正員 所 哲郎\* 学生員 片山祐輔\* 正員 小崎正光\*

## Dielectric Measurement of Water Droplet Behavior on Polymer Insulator Surface

Tetsuro Tokoro, member, Yusuke Katayama, member and Masamitsu Kosaki, member

The dielectric property under AC high field application of water droplets on the polymer insulator surface was studied. AC electric field was applied between a pair of inter-digital electrodes on silicone rubber insulator. Water droplets were set between the electrodes and the dielectric property was measured using unbalanced operation of current comparator type capacitance bridge(CCB). Image analysis of water droplets was also done to measure their deformation under AC high-field application.

キーワード：高分子がいし，撥水性，水滴振動，誘電特性

Keywords : polymer insulator, hydrophobicity, water droplets, dielectric property

### 1. はじめに

シリコンなどの屋外用高分子がいし材料の初期表面劣化過程の診断指標として、試料表面上の水滴の接触角や表面全体の撥水性が評価されている。一方、交流電界下における撥水性高分子表面上の水滴は、その試料面の撥水性に対応した振動現象を生じ、この動的挙動が表面フラッシュオーバーと密接に関係しているものと考えられている。<sup>[1]</sup>本研究では、この水滴の動的挙動を、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を応用することにより評価した。<sup>[2]</sup>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適用して、表面誘電特性と撥水性との関係の検討を試みた。また、水滴の動的挙動を画像解析によっても評価し、先の誘電特性による評価結果との比較検討を行ったので、これらについて報告する。

### 2. くし形電極系と試料及び実験方法

2.1 くし形電極系 くし形電極は電極幅と電極間隔がともに 4 mm のステンレス製で、厚さは 3mm である。その形状を図 1 に示す。今回の測定においては、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、交流電圧を印加した。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、より高電界まで試料の表面および内部の誘電特性を計測可能とした。

2.2 試料及び実験方法 試料としては大きさ 60x 50 mm で、厚さが 5 mm の HTV シリコンゴム(HTV-SIR)を用いた。測定前の試料は室温・大気中で自然に乾燥させた状態のものである。試料の重さは約 20.0 g で、図 1 に示すように、6mm の間隔を空けた部分に水滴を設置した。水滴設置前の試料系の容量は約 6.86 pF 程度である。図 2 は試料と電極の関係の模式図で、試料の吸水や乾燥による試料表面および内部の複素比誘電率  $\epsilon_r^*$  の変化や、くし形電極間の C air の部分に付着した水滴の影響による誘電特性の変化を測定するものである。

測定は高電圧 tan  $\delta$  キャパシタンスブリッジを用いた高電界誘電特性測定系と FFT 波形解析システムを用いて、印加電圧の 1 波形毎に行った。また、水滴の動的挙動の画像解析は、市販のデジタルビデオレコーダを用いて、30 FPS

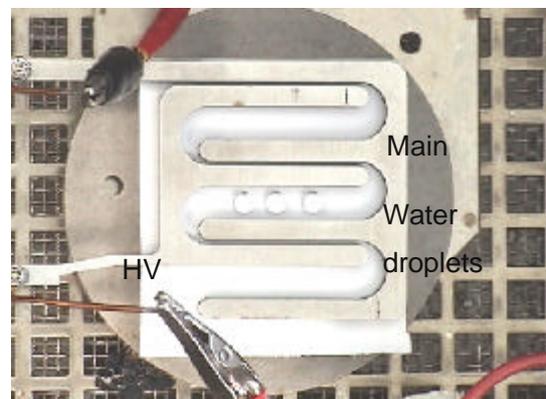


図 1 HTV-SIR 上に設置したくし形電極系と水滴  
Fig.1 Inter-digital electrodes and water droplets on HTV-SIR surface.

\* 岐阜工業高等専門学校  
〒501-0495 岐阜県本巣郡真正町上真桑 2 2 3 6 - 2  
Gifu National College of Technology,  
2236-2 Sinneicho, Motosu-gun, Gifu 501-0495  
<http://www.gifu-nct.ac.jp>

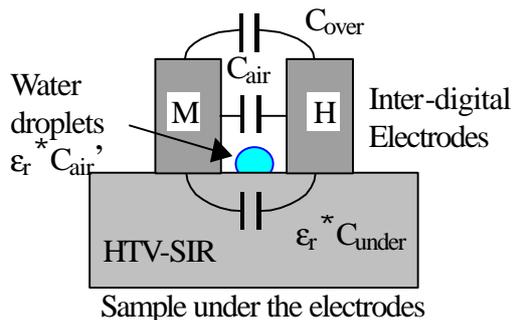


図2 試料・電極系の模式図

Fig.2 HTV-SIR sample and Inter-digital electrodes with and without water droplets. CCB was balanced without water droplets.

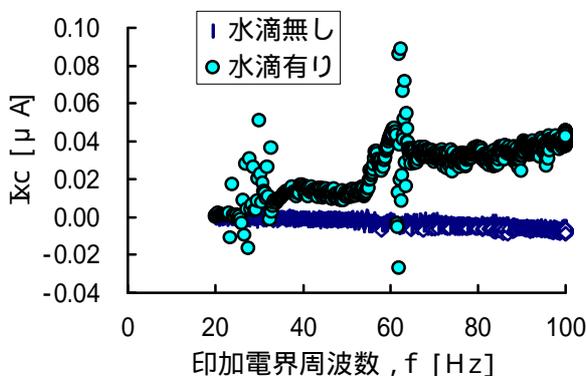


図3 容量電流不平衡分  $\Delta I_{xc}$  の周波数特性

Fig.3 Frequency dependence of  $\Delta I_{xc}$  of HTV-SIR sample with and without water droplets.

で取り込んだ画像の解析を、NIHImage により全ての画像フレームに対して行った。<sup>[3]</sup>

今回の誘電特性測定は、試料を水浸劣化させた場合にも、あらかじめ試料への漏れ容量を含めてブリッジを容量成分だけ同調させて一旦測定し、次に水滴を設置した場合など、試料の同調状態からの変化分を、非平衡成分として計測している。この非平衡分から、全交流損失電流と容量電流の不平衡分および、各高調波成分を検出可能である。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ている。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時に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のみを検出することとなるが、水滴を設置すればその影響も検出することとなる。

図2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、撥水性の画像解析による検討との同時測定が可能である。前回までの測定結果から、試料の上にく

表1 各種水滴を設置した場合の誘電特性の変化

Table.1 Electric field dependence of  $I_{xr}$  and  $\Delta I_{xc}$  of HTV-SIR with and without each kinds of water droplets.

水滴設置状況	$I_{xr}$ と $\Delta I_{xc}$ の電界依存性の大きさ
水滴の設置個数を1～3個に増加	電界依存性は大きくなる
水滴の導電率を5～9600 $\mu$ S/cmに増加	顕著な変化はない
水滴の表面張力を72.8～56.0 mN/mに低下	電界依存性は大きくなる 特に $\Delta I_{xc}$ は増加する

し形電極系を配置して測定を行う場合、静電容量の変化分と比べて損失電流の変化分のほうが、水滴の噴霧をより大きく検出できることが示唆された。このことはまた、交流損失電流  $I_{xr}$  に、水滴噴霧により、より大きな電界依存性が観測される可能性を示唆した。<sup>[3]</sup>

### 3. 実験結果および検討

3.1 水滴設置による誘電特性の変化 くし形電極間に 20  $\mu$ l の蒸留水の水滴を3個設置した場合と水滴の無い状態で、印加電界の周波数を 20-100 Hz まで変化させたときの水滴の動的挙動の変化に伴う誘電特性の変化を評価した。

容量電流の不平衡分  $\Delta I_{xc}$  の周波数特性を図3に示す。水滴の有無により、誘電特性は大きく変化すると共に、30 および 60Hz 付近で水滴の共振現象に関係した電流の急増が観測できる。この急増は交流損失電流  $I_{xr}$  に対しても同じ周波数領域で観測された。<sup>[4]</sup> 図3より、高分子ゴム上の水滴設置の影響を、水滴の設置に伴う  $C_{air}$  部分の容量増加分  $r^* C_{air}$  に対応した、 $r^* C_{air} V$  に関係した電流として、水滴の共振に関係した電流を観測できることが確認できる。なお、水滴がない場合に、やや負の容量電流が流れているのは、容量が完全に同調していないことによる。この同調がずれる理由の1つは CCB 同調後、損失成分の同調を0とする (tan  $\delta$  を0とする) 交流損失電流測定原理に関係している。<sup>[5]</sup>

3.2 水滴種類による誘電特性の変化 HTV-SIR 表面上への水滴の設置を、高電界誘電特性により評価可能であることが明らかになったが、水滴の種類や設置状況がその誘電特性にどのような変化をもたらすかを検討した。水滴の設置個数を1から3個と変化させた場合や、水滴の導電率や表面張力を変化させた場合の交流ランプ波電圧印加時の誘電特性の変化を表1にまとめる。水滴の設置個数の増加や水滴の表面張力の低下は、試料面と接触する水滴の面積を増加させ、このことが誘電率の大きな水の影響を顕著とし、誘電特性が大きく検出されることになる。これに対して、水滴の導電率を変化させても、水滴が電極間を短絡しない限りは、誘電特性や導電特性に大きな変化は観測されないことがわかる。水滴の表面張力の違いを検出可能

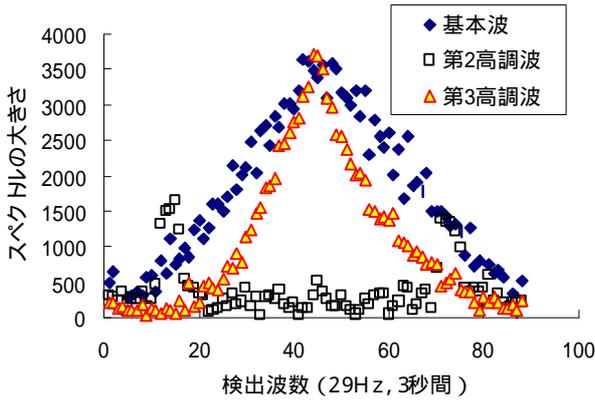


図4 水滴設置撥水試料の交流ランプ電圧応答  
Fig.4 AC ramp voltage response of detected spectrums of HTV-SIR sample with water droplets.

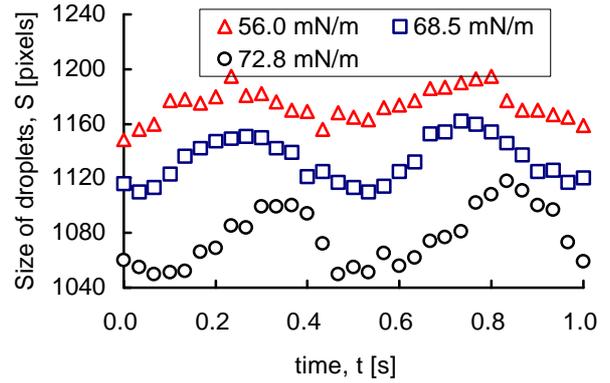


図6 水滴の表面張力変化時の水滴挙動の画像解析結果  
Fig.6 Change in the size of the water droplets on HTV-SIR surface. Conditions: Applied electric field: 29Hz, Parameter: Surface free energy of water droplets.

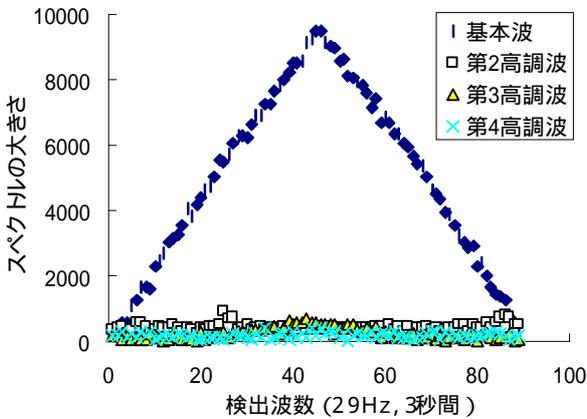


図5 水滴設置水浸試料の交流ランプ電圧応答  
Fig.5 AC ramp voltage response of detected spectrums of 304 h water immersed HTV-SIR with water droplets.

と言うことは、試料の撥水性の低下を検出可能と言うことである。試料に水滴をのせない状態でも、試料が吸水劣化していれば、吸水試料の誘電率は増加し、その電界依存性も大きくなるため、くし形電極系による高電界誘電特性の測定により、その劣化(変化)を検出可能であるが、水滴を設置することにより、その変化をより大きく検出可能であることが示唆された。

3.3 水滴の動的挙動の誘電特性による観測 試料表面上へ設置した水滴が、交流高電界印加時に振動する現象をこの誘電特性により評価可能を検討した。印加電圧波形は交流ランプ電圧で、0 - 最大値(4kV<sub>pp</sub>) - 0が3秒間、周波数は29Hzである。これは、30FPSのビデオカメラを用いて画像解析により振動を確認するため、印加電圧の位相と同期せず、1周期を約30枚でサンプリング可能とするためである。言い換えれば、今回の測定系では約30Hzで、水滴の振動が最も顕著となる条件を試行錯誤により確認し、電極系や水滴の設置方法を決定している。水滴の大きさ、試料の表面張力などが変化すれば、図3の共振周波数は変化するものと考えられる。

図4は、水浸前の自然乾燥状態の、撥水性が良好な状態のHTV-SIRの交流ランプ電圧応答である。縦軸は基本波および各高調波成分のスペクトルの大きさを表している。水滴は20 $\mu$ lの蒸留水を3個設置している。マークの基本波成分は印加電圧波形と比例した形状となっている。の第2高調波成分は15波数過ぎと70波数過ぎで増加しており、特定の条件で印加電圧の2倍の周波数で水滴が振動していることを示唆している。の第3高調波成分は印加電界が大きな所で急増しており、印加電界に対して非線形な振動であることが示唆される。すなわち、基本波成分は複素誘電率に関係した電流、第2高調波は水滴が電界印加により分極帯電し、その外部電界とのクーロン力による伸張運動に関係した電流、第3高調波は非線形性に関係した電流であると予想される。また、高電界で放電などにより水滴が帯電すると、印加電界周波数と同じ基本波成分の力を受けると考えられる。

図5は室温での水浸304時間後、試料重量の変化約0.06%の、水浸劣化試料の交流ランプ電圧応答である。基本波成分のスペクトルは増加しており、試料容量の変化分は同調により除去しているため、主に水浸試料の損失電流の増加と、水滴設置による誘電特性の増加を意味している。この水浸劣化試料の場合、水滴の撥水状態が低下したためか、高調波モードのスペクトルはあまり観測されていない。この基本波成分を損失電流  $I_{xr}$  と容量電流の不均衡分  $I_{xc}$  に分離すると、水浸の前後で、それぞれ交流ランプ波の最大値部分で、水滴設置時の損失電流は0.025 $\mu$ Aから0.050 $\mu$ Aへ増加、容量電流不均衡分は0.032 $\mu$ Aから0.046 $\mu$ Aへ増加した。なお、水滴設置前の損失電流も試料の吸水により、0.007 $\mu$ Aから0.013 $\mu$ Aへ増加している。

3.4 画像解析による水滴の動的挙動の評価 試料表面上の水滴の、交流電界下の動的挙動を、水滴の大きさの変化として画像解析により評価した。その結果の一例を図6に示す。図6では水滴の表面張力を変化させた場合に、水滴の動的挙動がどのように変化するかを検討している。

表2 各種条件下における水滴の動的挙動の画像解析結果  
Table.2 Image analysis of the motion of water droplets at various conditions.

実験条件	水滴のサイズ	水滴のサイズの振動の振幅
印加電界の大きさを1.2~4kVに増加	余り変化しない	振動は大きくなる
水滴の設置個数を1~3個に増加	余り変化しない	振動は大きくなる
水滴の体積を10~20 $\mu$ lに増加	大きくなる	振動は大きくなる
水滴の導電率を5~9600 $\mu$ S/cmに増加	余り変化しない	余り変化しない
水滴の表面張力を72.8~56.0 mN/mに低下	大きくなる	振動は小さくなる
実験の温度を10から39 $^{\circ}$ Cへ	余り変化しない	余り変化しない

図6より、水滴の表面張力を低下させると、同一体積の液滴で作った水滴の接触面積は増加するが、その交流電界下における振動の振幅は逆に減少することが分かる。また、1秒間30枚の画像解析データに2周期の振動が観測され、印加電界周波数の2倍の周波数で水滴が振動しているのがわかる。

表2は、各種実験条件が水滴の動的挙動にどの様に影響するかを、水滴面積の画像解析により評価した結果をまとめたものである。まず、印加電界の大きさを増加させると、クーロン力等の増加に対応して、振動の振幅は増大するが、水滴自身の大きさには余り変化はない。次に、水滴の設置個数を1から3個に増加させると、水滴の振動も増大する傾向を示した。また、水滴の体積を10から20 $\mu$ lに増加させると、水滴の面積は当然大きくなるが、振動の振幅もより大きくなった。水滴の振動は、水滴の体積・密度・表面張力および、固体との接触面の界面張力や印加電界による力や電気力線の分布状況と関係している。図1に示した電極・水滴構成に於いて振動がより顕著となる条件は、印加電界周波数30Hz前後、水滴の大きさ20 $\mu$ lを3個、印加電圧4kV<sub>p-p</sub>であり、これらを以降の実験の共通設定とした。

次に、水滴の物性を変化させ、その交流電界下における動的挙動の変化について調べた。まず、水滴の導電率を蒸留水の5 $\mu$ S/cmから9600 $\mu$ S/cmに増加させてみた。導電率の増加はNaClの水溶液を作成することで行った。その結果、水滴の導電率を変化させても、水滴の交流電界下における動的挙動に顕著な変化は見られなかった。このことは、水滴の導電率の変化は水滴の表面張力をわずかに低下させるだけでほとんど変化させないことから、その形状が変化せず、水滴外部の電界の状態も余り変化しなかったことが原因と考えられる。これに対して、水滴の表面張力を界面活性剤添加により、蒸留水の72.8mN/mから56.0mN/mに低下させた場合、導電率は5 $\mu$ S/cmから120 $\mu$ S/cmに増加し、水滴の接触面積は大きく増加し、その動的挙動の振

幅は逆に減少した。導電率の影響はあまり無いことが確認されているので、水滴の表面張力の変化を、誘電特性での観測結果と同様に、水滴の大きさや振動振幅の変化として観測可能であることが示唆される。このことは、試料面の撥水性の低下をSTRI法による、静的表面画像の観測に加えて、その動的観測によって、より正確な撥水状態や劣化状態の観測が可能であることを示唆している。すなわち、固体撥水面の平面画像の解析では、撥水性が良好な状態では接触角の変化を認識することは困難であるが、その動的挙動を観測することにより、水滴の立体的な形状に関係した情報を検出することが可能となり、より信頼性に富んだ劣化診断が可能となる。

#### 4. まとめ

シリコンゴムなどの屋外用高分子がはいし材料の初期表面劣化過程の診断指標として、交流電界下における撥水性高分子表面上の水滴の動的挙動の解析を、高電界誘電特性の測定や動画像解析により実施することにより、その撥水状態をより正確に定量化できることが確認された。

#### 文 献

- (1) 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)
- (2) 所 他: 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, 第32回電気電子絶縁材料システムシンポジウム, Pb-11, pp.285-288(2000)
- (3) T. Tokoro et. al.: Image analysis of hydrophobicity of polymer insulators using PVM, IEEE CEIDP 8A-5, pp.581-584(2001)
- (4) T. Tokoro et. al.: Image analysis of hydrophobicity and Dielectric Property of Polymer Insulating Material, IEEE CEIDP(2002)
- (5) 所 他: 誘電材料における新しい交流損失電流測定法の開発, 電気学会論文誌A109巻11月号(1989)

所 哲 郎 (正員) 1957年8月14日生まれ。1982年3月豊橋技術科学大学電気・電子工学専攻修了。現在、岐阜工業高等専門学校、電気情報工学科教授。工学博士。高分子電気絶縁材料の高電界誘電特性について、電流比較形ブリッジの非同調計測法を開発。交流電界下における損失電流波形や容量電流の非同調分の分離計測方法を開発し、電気学会論文賞受賞(平成3年)。現在は電気学会「ポリマーがはいし材料表面の放電特性評価と劣化現象」調査専門委員会幹事として、撥水性など表面物性の計測・評価方法の研究に従事。



片山 祐 輔 (学生員) 1980年6月23日生まれ。2000年3月岐阜工業高等専門学校卒業。現在同校専攻科電子システム工学専攻2年次。高分子がはいしの誘電特性による劣化診断の研究に従事。

小 崎 正 光 (正員) 1939年9月10日生まれ。1962年3月名古屋大学工学部電気学科卒業。現在、岐阜工業高等専門学校校長。工学博士。主に高分子絶縁材料の高電界電気物性、極低温電気絶縁、超伝導電力ケーブル開発に関する研究に従事。昭和54年、平成3年、電気学会論文賞受賞。IEEEフェロー。