

ポリマーナノコンポジットに発生した電気トリーの構造解析 Structural Analysis of Electrical Tree in Polymer Nanocomposite

岩田 晋弥, 四宮 徳章, 山東 悠介, 伊藤 盛通
Shinya Iwata, Naruaki Shinomiya, Yusuke Sando, Morimichi Itoh

地方独立行政法人大阪府立産業技術総合研究所
Technology Research Institute of Osaka Prefecture

電気機器の小型化、軽量化が進み、電気絶縁材料にもこれまで以上の安全性が求められている。絶縁材料が絶縁破壊を起こす前駆現象として電気トリーが発生することが知られているが、3次元的な構造を明らかにした報告はほとんどない。本研究では、BL20XUのX線CTを用い、電気トリーの微細構造を観察し、その特徴を評価することを目的とした。実験により、空間分解能5 μm より優れた分解能でエポキシおよびエポキシベースナノコンポジットに発生した電気トリーの撮影に成功した。

キーワード： 電気トリー、ポリマーナノコンポジット、X線CT

背景と研究目的：

高分子材料は電気ケーブル、電気・電子回路、モーター等の絶縁材料として広く利用されているが、近年の機器の小型化、高電圧駆動化に伴い、更なる絶縁性や安全性の向上が要求されている。高分子材料を長時間にわたり高電界のもとで使用すると絶縁性能が低下し、最悪の場合は絶縁破壊に至る。絶縁破壊に至る前駆現象として、電気トリー(Electrical Tree)が発生することが知られている。電気トリーとは、固体絶縁物質中に生ずる樹枝状の部分的な破壊現象であり、1950年前後から研究対象とされてきた[1, 2]。一般的に、電気トリーの長さ、形状、発生条件を調査することで材料の絶縁性を評価できる[3, 4]。電気トリーは3次元フラクタル構造を有し、最小の枝の長さは数百 nm～数 μm と考えられているが詳細は未解明である。

ところで、これまでの研究により、高分子にナノメートルサイズの金属酸化物などの微粒子を混入させると、電気絶縁性が飛躍的に向上することが指摘されている[5]。そのメカニズムのひとつとして、電気トリーの分岐構造が微細になり、絶縁破壊に至る時間が長くなることが考えられる。しかし、絶縁破壊に至るまでの電気トリーの経路や構造を明らかにし、ナノ粒子が電気トリー進展に与える影響を実験的に解析した例はなく、早急な解明が求められている。本研究では、BL20XUのX線CTを用いることで、これまでに例のない高空間分解能で電気トリーを観察し、3次元的な構造を評価することを目的とした。

実験：

測定試料にはエポキシ樹脂(以下 unfilled-Epoxy と呼ぶ)およびエポキシ樹脂に SiO_2 ナノ粒子を 1 wt% 添加したコンポジット材料(以下 Epoxy/ SiO_2 と呼ぶ)を用いた。各試料とも、ギャップ長 2 mm の針-円盤電極を用いて、60 Hz、18 kV を印加することで電気トリーを発生させた。

X線CTによるイメージング実験は SPring-8 BL20XU[6]にて行った。検出器は、Beam Monitor AA50 および ORCA FLASH 4.0[7]を用いた。X線入射エネルギーは 12.4 keV、試料ホルダーから検出器までの距離は約 10 mm とした。また、露光時間は 150 ms/frame、回転ピッチは 0.2 度である。視野は 1 mm、空間分解能は 1.5 μm である。

結果および考察：

図 1 と図 2 に unfilled-Epoxy、図 3 に Epoxy/ SiO_2 に断層写真をそれぞれ示す。なお、図 1 と図 2 では針電極の先端形状を変化させている。電気トリーは構造の特徴によっていくつかの種類に分けることができるが、一般的に、樹枝状トリー(Branch type tree)、ブッシュ状トリー(Bush type tree)、およびその中間状態に分けて考えることが多い[8, 9]。図 1 は典型的な樹枝状トリーと考えられる。図 1(b)中の A で示す枝の太さは約 7 μm であり、そこから B に示す太さ～2 μm 程度の枝が派生し

ている。

また、図2および図3は、ブッシュ状トリーと考えられる。図1と比較して、長さの短い枝が多数発生していることが分かる。光学顕微鏡ではトリーで囲まれた内部を観察することは困難であったが、図3の矢印で示すように、針電極先端付近にトリーが存在しない領域があることが分かった。この現象がナノフィラーの効果によるものかは、今後検討しなければならない。図2と図3を比較すると分かるように、Epoxy/SiO₂においては、unfilled-Epoxyと比較して電気トリーの密度が高くなっている。

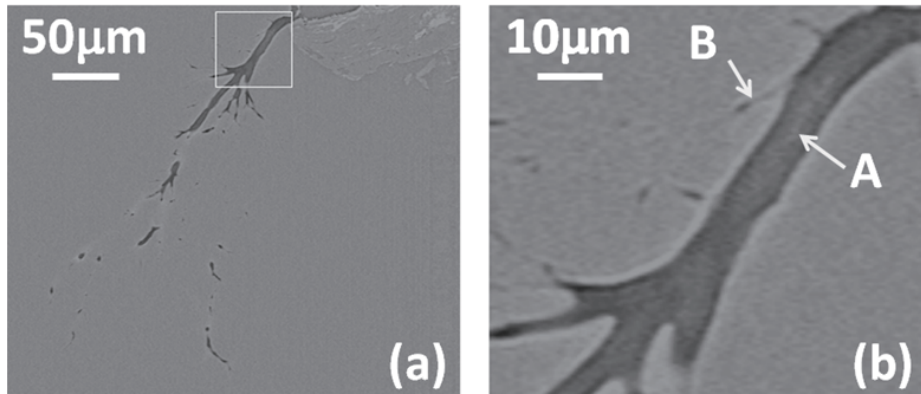


図1. unfilled-Epoxy に発生した電気トリーの断層写真。電極から樹枝状トリーが発生。図(a)中の四角形で囲んだ付近を拡大したものが図(b)である。

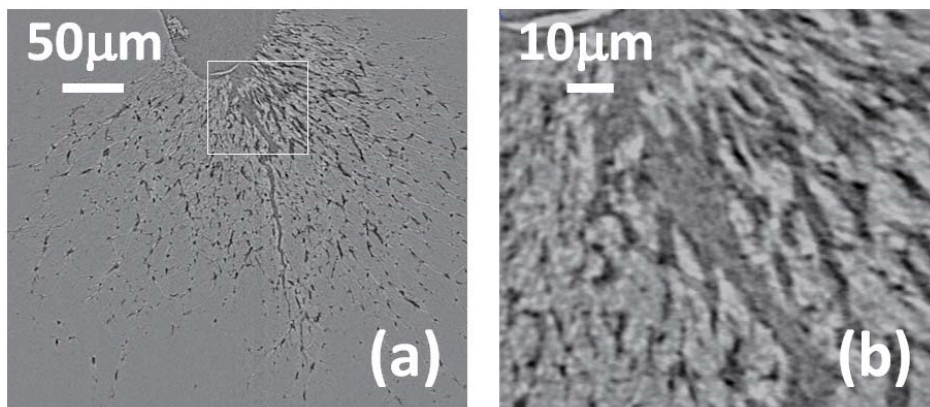


図2. unfilled-Epoxy に発生した電気トリーの断層写真。電極からブッシュ状トリーが発生。図(a)中の四角形で囲んだ付近を拡大したものが図(b)である。

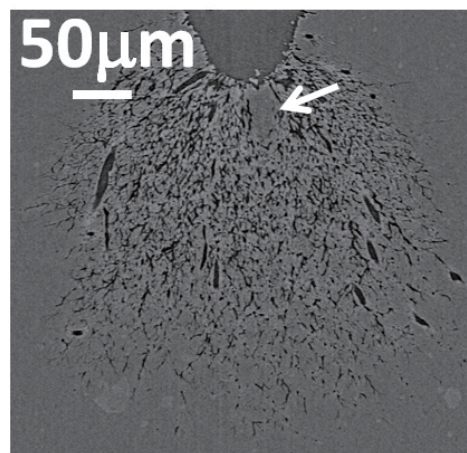


図3. Epoxy/SiO₂ に発生した電気トリーの断層写真。電極からブッシュ状トリーが発生。ただし、矢印の部分ではトリーが発生していない。

今後の課題：

今後、フラクタル次元解析[10, 11]などによる電気トリーの定量的な評価が必要である。今回の実験で得られた断層画像を一枚ずつ二値化処理することで、フラクタル次元を算出できると考えられる。

また、これまでもコンピュータシミュレーションによる電気トリーの描画が行われてきたが[11-13]、3次元的な実験データと照らし合わせた例は殆どない。DLA(Diffusion Limited Aggregation)モデル[12]等によって得られたシミュレーション結果と比較し、新たなモデルを構築することも有用である。そのときに、コンポジット材料内でのホスト材/ゲスト材界面がトリー進展に与える影響を考慮することが重要になると考えられる。

参考文献：

- [1] J. H. Mason, *Proceedings Institution of Electrical Engineers*, **98**, 44 (1951).
- [2] D. W. Kitchin, and O. S. Pratt, *Transactions of the American Institute of Electrical Engineers*, **77**, 180 (1958).
- [3] M. Bao, X. Yin, and J. He, *Physica B*, **406**, 1556 (2011).
- [4] M. H. Abderrazzaq, *Electric Power System Research*, **86**, 28 (2012).
- [5] T. Ozaki, T. Imai, and T. Shimizu, *TOSHIBA Review*, **59**, 48 (2004).
- [6] Y. Suzuki et al., *AIP Conference Proceedings*, **705**, 344 (2004).
- [7] K. Uesugi et al., *Proceedings of SPIE*, **8506**, 8506I (2012).
- [8] R. Sarathi et al., *Materials Letters*, **58**, 2386 (2004).
- [9] S. Alapati and M. J. Thomas, *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, **19**, 697 (2012).
- [10] K. Kudo, *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, **5**, 713 (1998).
- [11] A. L. Barclay et al., *Journal of Physics D: Applied Physics*, **23**, 1536 (1990).
- [12] I. M. Irurzun et al., *Chaos, Solitons & Fractals*, **13**, 1333 (2002).
- [13] S. J. Dodd, *Journal of Physics D: Applied Physics*, **36**, 129 (2003).