

エポキシ樹脂の材料特性が 部分放電特性に及ぼす影響

平成 28 年度

三重大学大学院 工学研究科 電気電子工学専攻

有機エレクトロニクス研究室

学籍番号 415M218

田邊 早紀

目次

第 1 章 序論	1
1.1 本研究の背景	1
1.2 本研究の目的	3
第 2 章 放電現象及び絶縁破壊について	4
2.1 はじめに	4
2.2 気中放電現象	4
2.2.1 タウンゼント理論	4
2.2.2 ストリーマ理論	5
2.3 絶縁劣化現象	6
2.3.1 部分放電現象	6
2.3.2 トリーイング	7
2.4 絶縁破壊現象	7
2.5 金属水酸化物の難燃特性	8
第 3 章 実験方法	9
3.1 実験回路構成及び使用機器	9
3.2 部分放電電圧測定 測定手順	11
3.3 V-t 試験 測定手順	11
3.4 V-t 試験中の部分放電電荷量測定 測定手順	13
3.5 使用するエポキシ樹脂と硬化剤	14
第 4 章 一体型 V-t 試験試料を用いた各種試験	15
4.1 一体型 V-t 試験試料	15
4.1.1 一体型 V-t 試験試料作製手順	16
4.2 一体型 V-t 試験試料試験結果	18
4.2.1 部分放電電圧測定結果	18
4.2.2 V-t 試験結果	29
4.2.3 V-t 試験中の部分放電電荷量測定結果	35
4.4 一体型 V-t 試験試料試験結果 考察	38
4.3 一体型 V-t 試験試料試験結果 まとめ	39

第 5 章	Mg(OH) ₂ 充填一体型試料を用いた各種試験	40
5.1	Mg(OH) ₂ 充填一体型試料	40
5.1.1	Mg(OH) ₂ 充填一体型試料作製手順	41
5.2	Mg(OH) ₂ 充填一体型試料試験結果	42
5.2.1	部分放電電圧測定	42
5.2.1	V-t 試験結果	43
5.3	Mg(OH) ₂ 充填一体型試料試験結果まとめ	44
第 6 章	一体型 V-t 試験試料の熱機械分析評価	45
6.1	試験試料・使用機器	45
6.2	分析条件の選定	48
6.2.1	条件 1・恒温槽にて前処理	50
6.2.2	条件 2・セカンドスキャン	51
6.2.3	条件 3・上限温度を変えてセカンドスキャン	52
6.2.4	分析条件の選定	55
6.3	熱機械分析結果	55
6.4	熱機械分析 考察	62
6.5	熱機械分析 まとめ	64
第 7 章	総括	67
	謝辞	69
	参考文献	70

第 1 章 序論

1.1 本研究の背景

近年、電力系の技術革新により、電気機器の高電力化、小型化、信頼性の向上が益々求められている^{[1][2]}。電気は、図 1-1^[3]の様な過程を経て、発電所（火力・水力・原子力発電所など）から会社・工場・家庭などへ供給されている。この送電の過程において欠かす事の出来ないものの一つに変圧器（transformer）があり、図 1-2^[4]に示すように送電の各過程（発電・変電・配電）において様々な場所で用いられている。

変圧器は送電の過程において様々な場所で用いられている。変圧器には、例として、油を絶縁物として使用し古くから採用されている油入変圧器、ガス（SF₆（六フッ化硫黄）ガス等）を絶縁物とするガス絶縁変圧器、エポキシ樹脂やブチルゴム等の固体を絶縁物とする固体変圧器などがある。その中でも、固体変圧器は、他の変圧器に比べ絶縁物の絶縁性能が高いためにコンパクトな設計が可能であるといった利点から広く利用されている。また、ガス絶縁変圧器に利用されている SF₆ ガスが温室効果ガスである事から削減が求められており、その代替としての期待が高まってきている^[5]。

しかし、固体絶縁機器の絶縁体内部には、製造時の注型作製過程において樹脂内に気泡が残留したり、溶媒が揮発したりすることによってボイド型欠陥が生じてしまうことや、樹脂の硬化時及び使用時の熱サイクルにおいて金属との間に熱応力が発生するあるいは振動が原因で剥離型欠陥が生じてしまうことがある。このような欠陥が存在していると、絶縁体が高電圧が印加されたとき空気や揮発した溶媒で満たされた欠陥内部に加わる分担電圧が、空気中での放電開始電圧を示すパッシェン則による放電開始電圧に達すると、密閉ボイドでは放電時間遅れを伴うこともあるが内部で部分放電が発生し、その後しばらくして樹脂内で電気トリートが発生する。このトリートが成長しコイル間にわたって成長すると導体間を導通させてしまい、絶縁破壊を引き起こし故障に至る。

従ってボイドや剥離状欠陥は偶発的な故障の原因となっており、これら欠陥内部での部分放電の挙動及び発生から故障に至るまでの過程を調査することは、固体絶縁物モールド変圧器の安全・長寿命設計及び小型、軽量化設計を行うために重要となってくる。つまり、固体絶縁機内で生じるボイドや剥離等の欠陥で生じる部分放電が、絶縁機器の劣化を早めることが報告されており^[6]、機器寿命と部分放電の関係が大きな課題となっている。

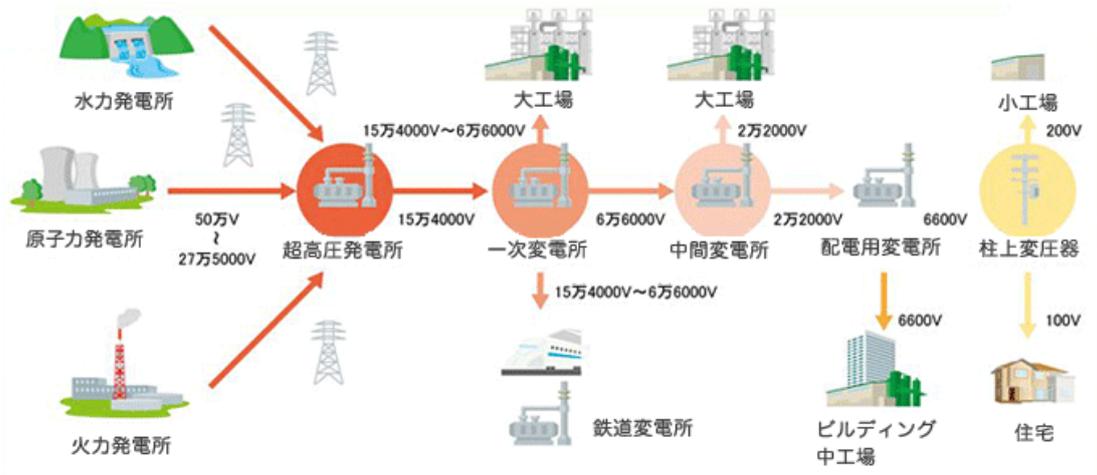


図 1-1: 電気の発電から配電まで

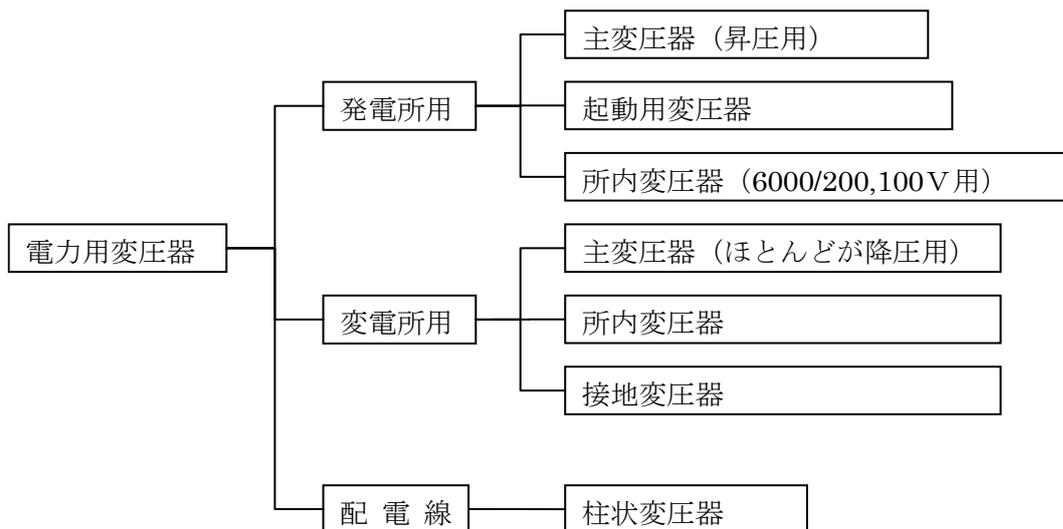


図 1-2: 電力用変圧器とその用途

1.2 本研究の目的

固体絶縁における導体と絶縁体間の剥離や、絶縁体内に存在するボイドなどの微小空間に生じる部分放電は電力機器の寿命を支配する。本論文ではこのような部分放電現象を単純な電極系モデルを用いて部分放電現象がエポキシ樹脂に与える影響を検討し、課電寿命評価の基礎とすることを目的として、部分放電を計測しながら破壊するまで電圧を印加した。また、部分放電電圧や寿命のばらつきには何が影響しているのか求めるために、熱機械分析を行い様々な要因との関係性を調べた。

本論文の構成は全 6 章からなっている。

第 2 章では放電に至る前駆現象や部分放電現象、絶縁破壊に至るまでの理論をまとめた。

第 3 章では使用した実験回路構成、実験機器や実験条件について説明した。

第 4 章は V-t 試験中の部分放電電荷量測定により放電現象の挙動を調査することを目的とし、意図的な欠陥の無い金属-固体絶縁層-金属からなる一体型の試料系を用いて、部分放電試験、破壊試験を行った。先行研究では放電の大きさと寿命時間に関係があることが確認されており、部分放電特性と寿命特性に繋がりがあることがわかっていた。本研究では特に部分放電特性について詳しく調査した。

第 5 章では寿命時間の延長やばらつきの抑制を目的とし、前章の一体型の試料系に $\text{Mg}(\text{OH})_2$ を充填剤として用いて各種試験を実施した。

第 6 章では、第 4 章で調査した試験値への試料の状態の影響の調査を目的とし、熱機械分析装置 (TMA) を用いて測定を行った。先行研究ではガラス転移点 T_g が低い試料ほど PDIV も低くなる傾向が見られたがデータ数が少なかったことから、本研究ではデータ数の補填と、ガラス転移点 T_g と様々な要因の関係を調べることで、材料特性、部分放電特性、寿命特性の繋がりを調査した。

第 7 章では、第 6 章までの結果を踏まえた総括を行っている。

第2章 放電現象及び絶縁破壊について

2.1 はじめに

放電とは、気体中の荷電粒子の運動によって運搬電流および変位電流が流れている状態の総称である。^[7]

- i) 非自続放電：暗流とも呼びならされる。大気中で対向する電極に電圧を印加すると、電極間に形成される電界による、電極からの電子放出やイオン生成が行われない状態であっても、宇宙線や自然放射能由来の放射線などによる外的荷電粒子供給によりきわめて微弱な電流が流れる。
- ii) 自続放電：外的荷電粒子供給を断っても放電電流が通じている状態である。つまり対向する電極に電圧を印加し、電極間に形成される電界による、電極からの電子放出やイオン生成が行われる状態である。

2.2 気中放電現象

外来の電離作用(宇宙線や放射線など)によって電極間に僅かながら存在している電子は電界によって陽極側に運ばれる。その途中で気体分子と衝突するが、このとき電界が充分強いと、電子は加速されて気体の電離電圧以上のエネルギーをもって気体分子に衝突するので、そこで電離が行われる。この衝突電離作用により、陽極に到達する電子の数は急増する。これを継続して放電開始に移行させるためには、電離増倍の元になる電子を何らかの過程で再び作り出す機構(二次電子放出機構)が必要になる。この二次電子放出機構として考えられる要因は以下の5つである。

- (1) 電離増倍によって生じた正イオンが陰極に衝突して電子を放出する。
- (2) 電離と同時に起こっている衝突励起や再結合によって発生した光が陰極にあたって光電子を放出する
- (3) 同じく衝突励起によって生じた準安定励起粒子が陰極衝突して電子を放出する。
- (4) (2) で発生した光が周囲の気体原子・分子に吸収され光電離を起こして電子を放出する。
- (5) 空間の負イオンから離脱によって電子を放出する。

(1)~(3)は陰極からの2次電子放出(γ 作用)されるタウンゼント理論である。また(4)(5)は気体空間内での2次電子放出であり、ストリーマ理論とされる^[7]。

2.2.1 タウンゼント理論

タウンゼント理論とは、 n_0 個初期電子は陰極から出発し、陽極へ向かう途中 α 作用によって電子と正イオンを多数発生させる。この電子なだれの中では、電子の移動度が正イオンの移動度より非常に大きいので電子は進行方向の最先端部に集中し、それに対し正イオンは発生した場所にとどまるような分布になっている。

電子なだれの先端にある電子は $n_0 e^{\alpha d}$ 個となって陽極に流入する。すなわち、電子は n_0 個から $n_0 e^{\alpha d}$ 個となり、その差 $n_0(e^{\alpha d} - 1)$ 個だけ増加したことになる。この増加した電子数と

同じ数の正イオンが同時に発生している。

空間に存在する正イオンは、電界ドリフトで陰極方向へ移動する。正イオンは最終的に陰極と衝突し、陰極から電子をもらって中性の原子・分子に戻る。その衝突の際、正イオンの運動エネルギーが大きいと、そのエネルギーによって陰極から自由電子を放出させる場合がある。これが正イオンによる γ 作用である。 γ 作用で電子放出が起こる確率を γ 係数という。 γ 作用で放出される電子を二次電子と呼び、その数は正イオン数が $n_0(e^{ad} - 1)$ 個であることから $\gamma n_0(e^{ad} - 1)$ 個で表される。

もし、十分な正イオンが陰極に衝突し、 γ 作用によって n_0 個の二次電子が放出されるならば、最初と同じような電子なだれが再度進展することになる。そこで、最初と同じ数の正イオンが作られ、それが陰極に衝突し、再び n_0 個の二次電子が放出される。

これ以降も同じ過程が繰り返され、電離現象が継続することになる。つまり二次電子の数が n_0 個以上であれば、電離現象が維持ないしは増大されることとなる。これをもって放電開始といえることができる。つまり、

$$\gamma(e^{ad} - 1) - 1 = 0 \tag{1}$$

と書くことができる。^[2]

2.2.2 ストリーマ理論

図2-1^[10]にストリーマ理論で考えられる放電過程を示す。まず、陰極からスタートした初期電子は、衝突電離を繰り返して、電子なだれとして成長する(a)。その先端にある電子群が陽極に到達して陽極に吸収されると、空間に正イオンが残される。その状態で、正イオン群付近から放出される光が周辺の空間にある中性の原子・分子に吸収され、光電離を発生させる(b)。光電離で生じた電子(二次電子)は、陽極及び正イオンが作る電界によって加速され、衝突電離を伴う新たな電子なだれを形成する(c)。これを子なだれと呼ぶ。子なだれの先端の電子が正イオン群に飛び込み、正負電荷が混在するプラズマ状態が生まれる(d)。子なだれが残した正イオン群は、プラズマ化された元の正イオン群の前方(陰極側)に新たな正イオン群を形成する^[10]。このように陽極側から、子なだれが次々とリレーして、橋絡するのがストリーマ理論である。

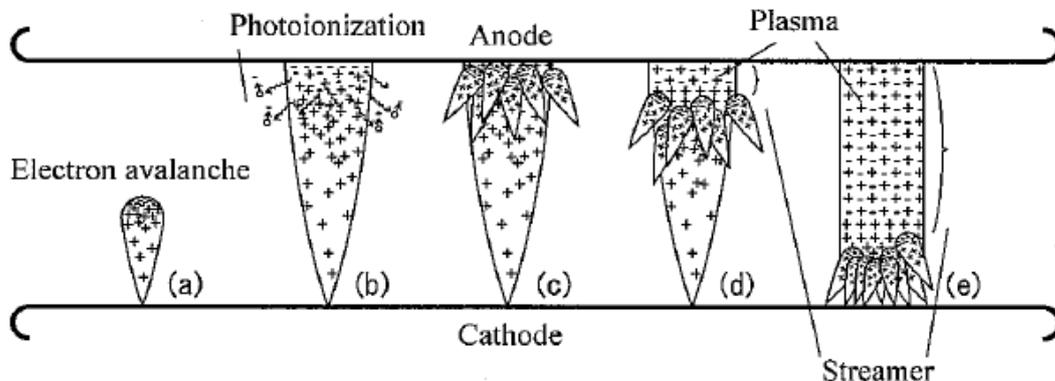


図2-1：電子なだれからストリーマへの進展

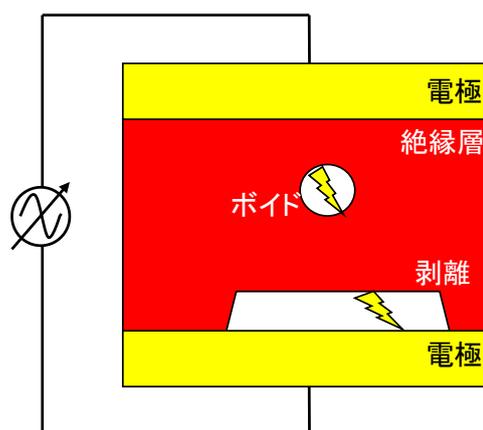
2.3 絶縁劣化現象

長い年月を経て絶縁性能が低下する絶縁劣化現象は、有極性高分子材料にとって非常に重要である。絶縁劣化現象は主に電氣的劣化、熱劣化、放射的劣化に分類される。この中でも、電氣的劣化とは、試料に高電界を印加することにより、材料の変質が加速され、絶縁性能の低下を引き起こす現象の総称である、主なものには、部分放電劣化、トリッキング劣化、トラッキング劣化、アーク劣化などがある。

2.3.1 部分放電現象

部分放電の定義は、IEC 規格^[11]による定義では次のようである。「電極間に電圧を加えた時、その間の絶縁媒体中で部分的に発生する放電をいい、部分放電では全路貫通破壊は起こらない。」このように部分放電が発生すると、電離効果が大きくなり、その部分の電流の集中、空間電荷の密度が大きくなれば、光及び音響の発生、更には絶縁物の侵食が生ずるようになる。このような放電は自続的なものであるが、花火やアーク放電のように全路破壊には至らず、電極間の一部だけに放電を形成するものである。

図 2-2 に一般的な部分放電の発生モデルで、電極で挟まれた絶縁体が示してある。絶縁体中に気泡、不純物などに起因するボイド(不純物)や電極から接着不足による剥離といった欠陥が存在する。絶縁体と欠陥では誘電率が異なるため、この絶縁体に交流電圧を印加すると、欠陥にかかる電圧は健全な絶縁体にかかる電圧よりも大きくなる。ボイド径や剥離が大きいほど発生電荷量が大きくなり、大きな放電が生じる^[12]。



一般的に欠陥の耐電圧は絶縁体よりも低くそのため欠陥内で放電を起こし短絡を起こす。この短絡により微小な電荷移動が発生しこれを局所的な放電、部分放電と呼ぶ。

図 2-2 : 部分放電発生モデル

要約すると以下のとおりである。

- ① 絶縁体中の部分放電は絶縁強度の低い欠陥(ボイドや剥離)で発生する。
- ② 欠陥の誘電率はその周辺の健全な絶縁体の誘電率よりも低い場合が多いため、欠陥に電界が集中しより絶縁破壊しやすくなる。
- ③ 欠陥中の絶縁強度は欠陥内の気体の種類、圧力、及び欠陥の寸法で決まる。
- ④ 部分放電は絶縁破壊の前駆現象である。
- ⑤ 部分放電は放電電荷量[pC]で評価される。

2.3.2 トリーイング

トリーとは固体絶縁体中に発生する樹枝状の絶縁破壊部分をいい、トリーの発生、進展現象を含めてトリーイングと呼ぶ。図 2-3 にトリーの一例を示す。トリーの発生に関しては、局所的な高電界の形成による真性破壊や、部分放電によるイオン衝撃が発生原因であるといわれている。

トリーの進展は、放電孔が次の放電の先端となり、次々に放電孔が進展していく。この場合に高分子素材は電子またはイオンの衝撃、高電界での絶縁破壊または熱的作用によって分解ガスを発生する。また、炭化物その他の比較的導電性の高い物質に変性することがある。



図 2-3 : トリー進展図

2.4 絶縁破壊現象

絶縁破壊とは、導体間の絶縁体(非導電性材料や空気層など)が破壊され、絶縁状態が保てなくなる事を指す。電線路や変圧器などの電力機器においては、短絡を防ぐため導体間に一定の空間を確保するために、絶縁被覆を行う。しかし、耐電圧(絶縁耐力)を超える高い電圧が加わると、導体間に放電現象が起こり導通すると共に、絶縁体を破壊して永久に絶縁状態が得られなくなる場合がある。絶縁破壊とは「絶縁状態が破られたこと(可逆的な絶縁破壊)」および「高電圧に耐えられずに機器の絶縁体が破壊されたこと(不可逆的な絶縁破壊)」の両方の意味合いで用いられる^[13]。

図 2-4^[8]に部分放電と電気トリーによる劣化の経緯を示す。厚手の絶縁層では初期には均一な表面侵食から始まり、やがて小さな凸凹が生じる。第二段階は放電が凸凹やふちに集中して細かい溝ができ、そこがより速い速度で成長をはじめ、溝の一部からより深いピットが生じる。第三段階では、ピットより樹枝状の穿孔すなわちトリーが始まる。トリーの先端では電界集中によって、固体の真性絶縁破壊が起こっているといわれる。最終段階では、いったんトリーが発生すれば、ごく短時間で破壊を起こすといわれている。

このため、部分放電からトリーへ移行する場合、その寿命の大部分は摩耗劣化の第一、第二段階が占めていることになる。

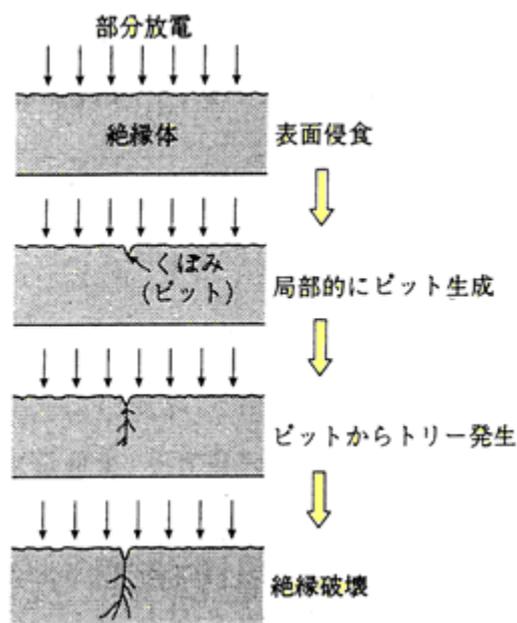
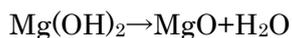


図 2-4 : 部分放電とトリー劣化

2.5 金属水酸化物の難燃特性

近年、高分子材料の難燃化技術は注目を集めており、その主流となる添加型難燃剤については大きな関心が寄せられている。金属水酸化物は、水酸化マグネシウム ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) 及び水酸化アルミニウム ($\text{Al}(\text{OH})_3$) に代表され、エコ電線ケーブル、熱硬化性樹脂やゴム・エラストマー、熱可塑性樹脂、紙・合成繊維などに使われている。その難燃化機構は、脱水吸熱反応による燃焼抑制と燃焼残渣中に生成するチャー、酸化金属層による断熱効果、酸素遮断効果による燃焼抑制効果である。燃焼時に生成する酸化 Al や酸化 Mg は、煙の主成分である微粒子カーボンを酸化して一酸化炭素や炭酸ガスに変える効果を示すため、低発煙効果を発揮する。難燃効率は低いため多量の添加量が必要であり、物性或成形加工性の低下が起こり易い。そのため、改良が試みられ、主に粒子形状、粒度分布、表面処理、難燃助剤などの面から検討されている^[14]。

本稿で扱う水酸化マグネシウムは安全性の高い物質であり、主に電線やケーブル用途に使われてきた。天然にも産し、六方晶の結晶構造も持つ。吸熱反応は、次のような脱水反応であり、酸化マグネシウムと水が生成する。



この高温時の脱水反応時に、周囲から潜熱を奪い、その温度を低下させる特徴を有する。

第3章 実験方法

3.1 実験回路構成及び使用機器

本項目で使用した実験回路を図 3-1 に示す。また本章で用いた機器を表 3-1 に示す。LeCroy Oscillo(WAVE SURFER 454:LeCroy Co.)(以降、オシロスコープ)内に内蔵されたプログラムによって Test electrodes(以降、電極系)に印加する電圧を制御した。まず、オシロスコープ内のプログラムの指示により Signal generator(WF1973:NF ELECTRONIC INSTRUMENTS)から 0~3.3[V],60[Hz]の正弦波交流が出力される。次に AC Amplifier (4505 PRECTION POWER AMPLIFILTER: NF ELECTRONIC INSTRUMENT)により 100 倍に昇圧される。次に、変圧器(VE-6CP:東芝産業機器(株))により 60 倍に昇圧される。以上により、昇圧された電圧が電極系へと印加される。

図 2-1 において、電極系は 47[k Ω]の制限抵抗を通して、1000[pF]のコンデンサと 10[mH]のブロッキングコイルからなる Coupling Condenser(DAC-LCC-30:総研電気(株))(以降、カップリングコンデンサ)と並列に接続されている。

放電開始電圧の測定は、電極系と並列に接続された Detection impedance(DI-21 : (株)日本計測器製造所社)(以降、検出インピーダンス)により行っている。検出インピーダンスはカップリングコンデンサに並列に接続され、CD-6(同調式部分放電検出器 (株)日本計測機器)に接続されている。Potential Divider(36kV 検電碍子)(以降、分圧器)を介してオシロスコープに接続されている。このオシロスコープで印加電圧の歪を検出したら、オシロスコープ内のプログラムによってその時点でトリガを掛け、その時の電圧を絶縁破壊電圧として記録する。

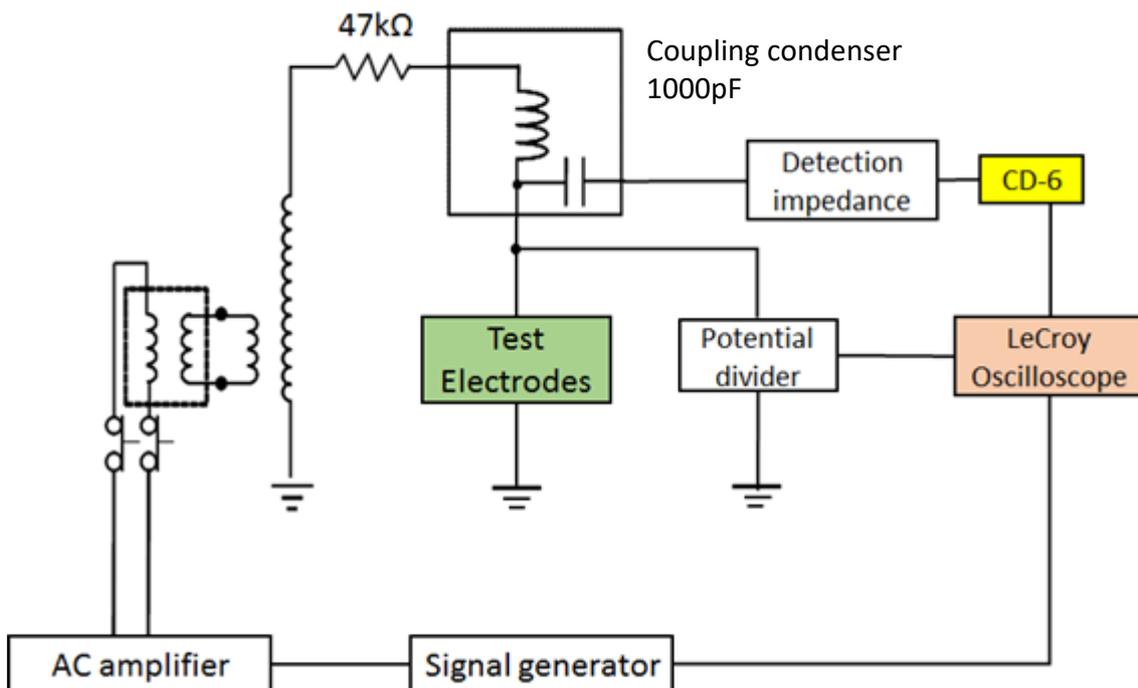


図 3-1 : 実験回路図 1

表 3-1 : 使用機器表

機器名	型番	製造会社	備考
Signal generater	WF1973	NF	
AC amplifier	4505	NF	
Test Electrodes		自作	
LeCroy Oscillo.	WAVESURFER 454	LeCroy	周波数帯域: 500[MHz]
同調式部分放 電測定器	CD-6	(株)日本計測器製造所	同期中心周波数: 400[MHz]
Detection impedance	DI-21	(株)日本計測器製造所	
変圧器	VE-3CP VE-6CP	(株)東芝産業機器 (株)東芝産業機器	
Current transformer		CTL-28-S90-05Z-1R1	周波数帯域 2[kHz]-100[kHz] 電流測定域 10[mArms]-10[Arms]
Potential Divider		明電ケミカル(株)	分圧比: 1:4720

図 3-2 に試料周辺の実験装置を示す。配線はカップリングコンデンサから試料に直接結線を施し、配線電線も高圧用の電線に交換し、高電圧側にある分圧器や制限抵抗の結線部分に電界緩和シールドを取り付けることにより、結線部の突起付近から発生する放電を抑えている。また、試料外部での部分放電を防止するために、図 3-3 のように絶縁油に浸漬して部分放電試験を実施した。



図 3-2 : 試料周辺実験装置 1



図 3-3 : 試料周辺実験装置 2

3.2 部分放電電圧測定試験 測定手順

図 3-4 に試料内部における部分放電開始電圧及び消滅電圧を測定するための、部分放電測定時の電圧印加手順を示す。印加電圧はオシロスコープ内のプログラムから、60[Hz]の正弦波交流を 60[V/s]で昇圧しながら印加し、CD-6 の示す放電電荷量が 5[pC]となったところを放電開始として、その時の印加電圧を放電開始電圧として記録する。次に、最初の放電を検出したら、同様の昇圧速度でその値の 1.2 倍まで印加電圧を増加させる。その後、1.2 倍に達すると 60[V/s]の速度で印加電圧を減少させ 0[V]まで下げる。これを 10 回繰り返した。

3.3 V-t 試験 測定手順

図 3-5 に試料の耐電圧寿命特性を評価するための V-t 試験の印加電圧手順を示す。印加電圧はオシロスコープ内のプログラムから、60[Hz]の正弦波交流をはじめに 1[kVrms/s]で 10[kVrms]まで昇圧する。次に、任意の印加電圧まで 300[Vrms/s]の二段階昇圧で印加していき、任意の印加電圧に昇圧する。この瞬間を電圧印加時間の開始として絶縁破壊までの累積時間を寿命時間と定義した。なお、絶縁破壊の判定は印加電圧が 50%降伏した瞬間を絶縁破壊とした。

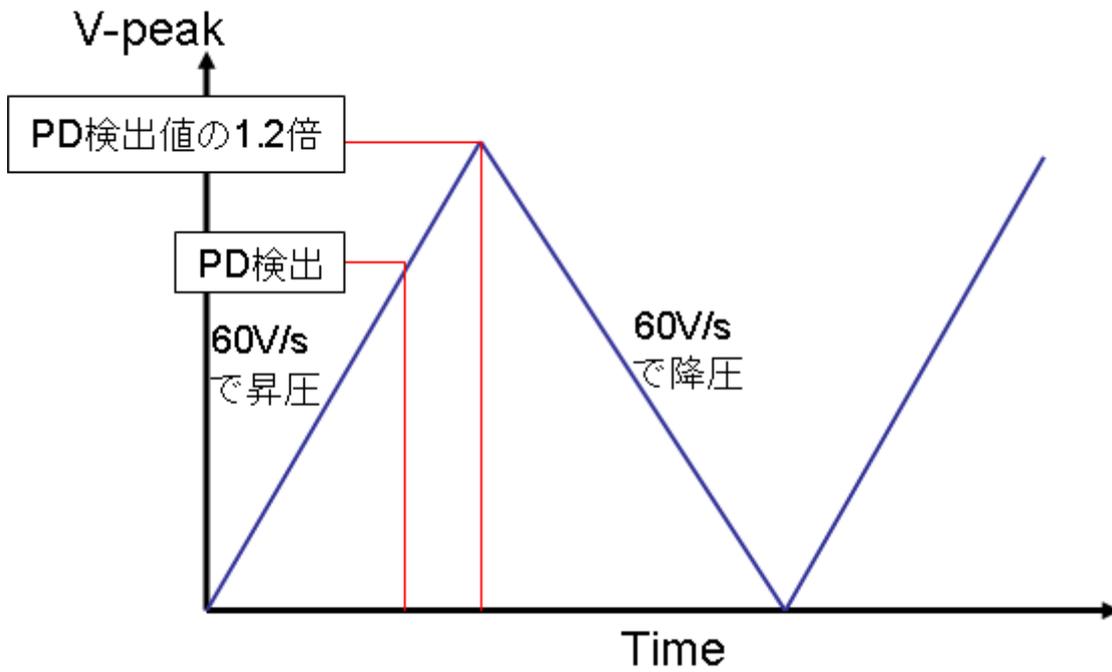


図 3-4 : 部分放電測定時の電圧印加手順

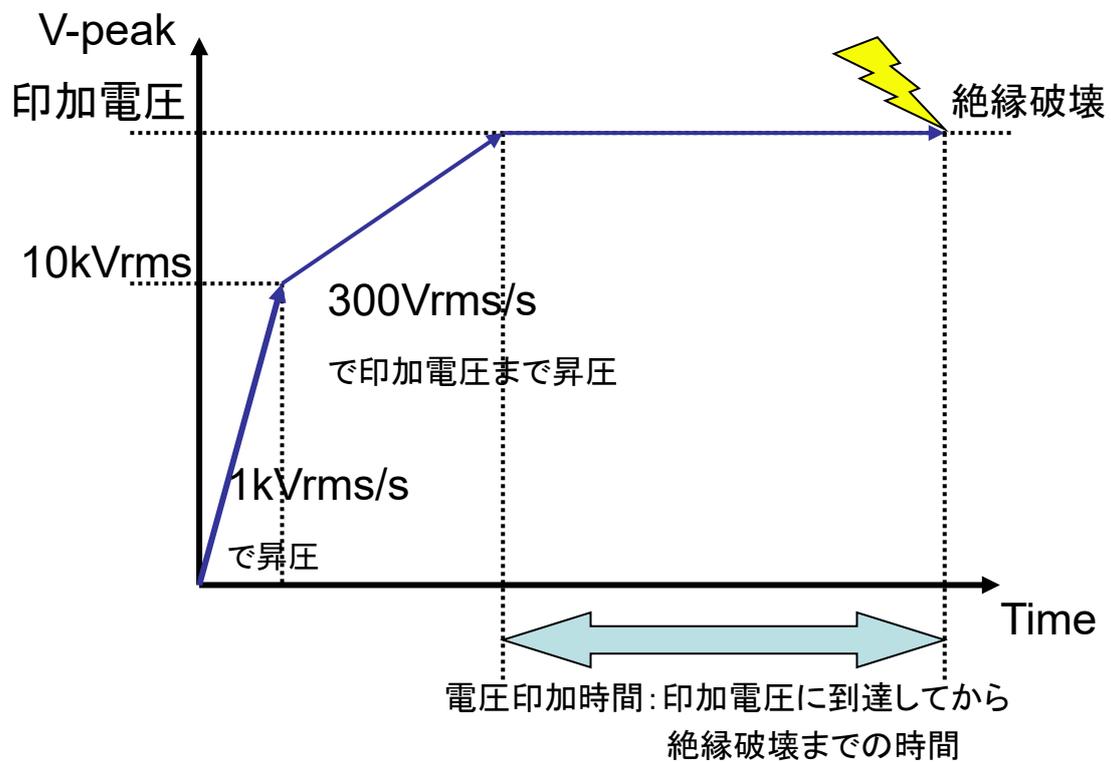


図 3-5 : V-t 試験時の電圧印加手順

3.4 V-t 試験中の部分放電測定方法

図 3-6 に V-t 試験中の部分放電の例を示す。電圧 1 周期の間に多数の部分放電が生じていることが分かる。長時間にわたる電圧印加の期間全ての部分放電を観測し、そのデータを保存することはコンピュータを含めた計測システムではできない。そのため、V-t 試験中の一体型 V-t 試験電極について、10 秒間毎に 1 周期の印加電圧波形と CD-6 の信号を記録し、記録した放電波形の中で、測定系のノイズレベル(ここでは 0.5V)を超えたものを部分放電と定義し、放電の頻度についての解析を行なった。

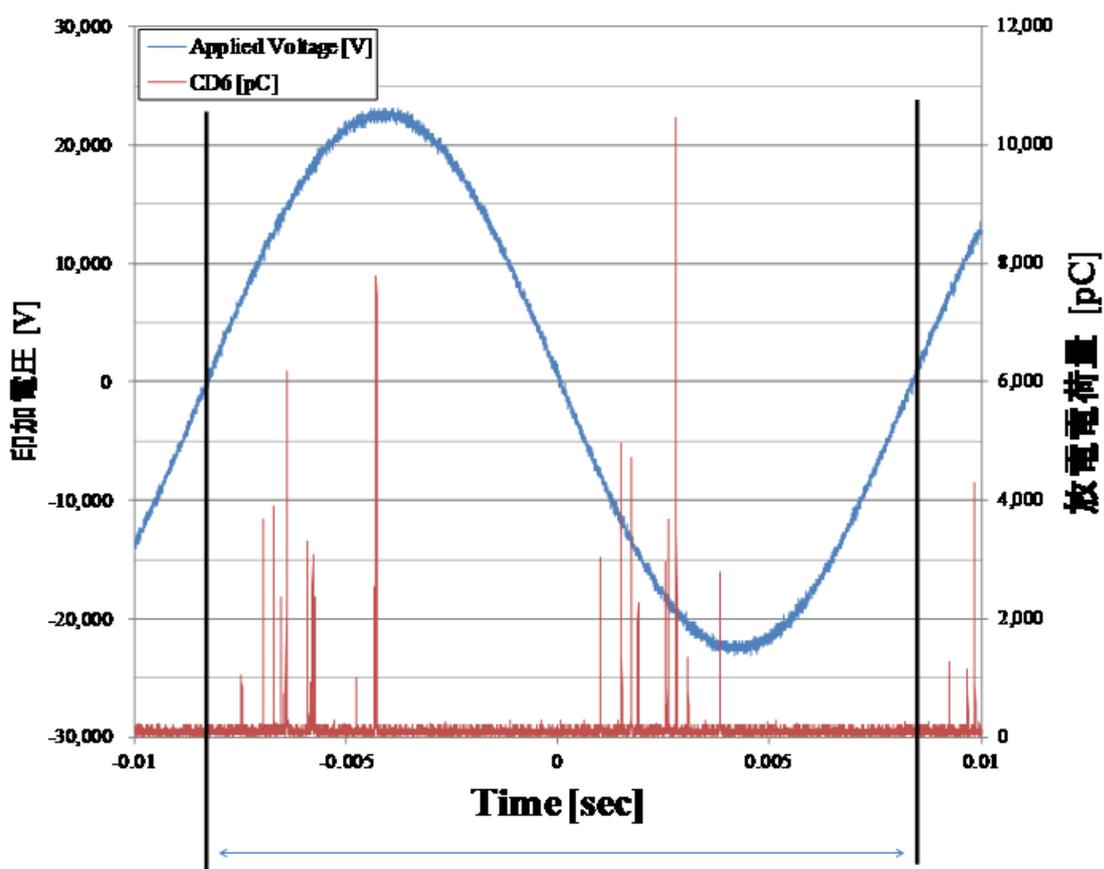


図 3-6 : V-t 試験中の部分放電測定の例

3.5 使用するエポキシ樹脂と硬化剤

試験試料用の材料として使用しているエポキシ樹脂と硬化剤についての詳細を表 3-2[11][15][16]に示す。主剤にビスフェノール A 型エポキシ樹脂を使用しており、硬化剤にはテトラヒドロメチル無水フタル酸を使用している。これらには、重量比 1 : 1 で混合して硬化するようにエポキシ当量を考えて充填剤としてシリカが含まれている。

表 3-2 : エポキシ樹脂及び硬化剤

主剤	
名称	ビスフェノールA型エポキシ樹脂
化学式	$C_{21+18n} H_{24+20n} O_{4+3n}$
分子量	370~400
構造式	
硬化剤	
名称	テトラヒドロメチル無水フタル酸
化学式	$C_9H_{10}O_3$
分子量	166.18
構造式	

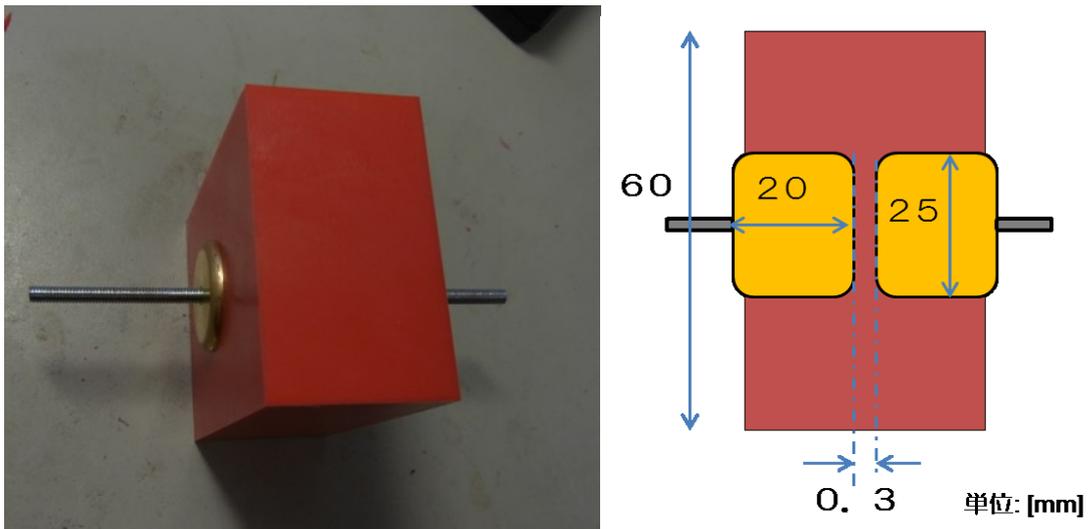
また、主剤と硬化剤は吸水性が高く、空気中の水分等の吸水によってエポキシ樹脂の機械的強度や界面での接着性に影響があるという報告[17]がある。また、これまでの試験結果より、試料作製時の湿度が部分放電電圧や寿命のバラつきに影響を与えている可能性があった。このような背景から、後の 4.1.1 節、5.1.1 節の方法で、試料作成を行う前に湿度管理のための以下の作業を行った。

1. 小分け用のプラ容器にホットガンで約 200℃の温風を当て、予備乾燥を行う。
2. エポキシ樹脂及び硬化剤を、元のペール缶から大気に触れていないであろう下側から採取し、予備乾燥を行ったプラ容器に小分けを行う。
3. 予備乾燥終了後に、防湿庫(DRY-CABI、トリーハン)で保管する。防湿庫内には付属のペルチェ除湿器とシリカゲル、塩化カルシウムを設置し、庫内を 20%程度にコントロールした。

第4章 一体型 V-t 試験試料を用いた試験結果

4.1 一体型 V-t 試験電極

本項目では、一体型 V-t 試験試料を用いた各種試験とその結果について報告する。図 4-1 に 4 章で用いた一体型 V-t 試験試料を示す。この試料では真鍮製の電極を使用し、治具により電極間距離を 0.3mm に固定し、実機に用いているエポキシ樹脂でモールドを行った並行平板電極となる。



(a) : 一体型 V-t 試験電極概観図

(b) : 一体型 V-t 試験電極概要図

図 4-1 : 一体型 V-t 試験電極

4.1.1 一体型 V-t 試験試料作製手順

以下に作製手順を示す。

[1] 型の準備

1. 図 4-2 にコーティング金型を示す。離型剤(KS-707、信越シリコーン)をコーティング金型表面全体および側面、裏、ネジ穴に薄く塗り、20 秒以内に拭き取る。表面に離型剤の膜が凹凸にならない様、また塗りむらができないように電極に接する部分は丁寧に塗る。
2. 電極をアセトンで 15 分超音波洗浄し、M4 のネジとナットで型に固定する。固定したら、電極表面に当たらないように慎重に型を組み上げる。
3. 重ね合わせた型をネジで固定する。図 4-3 に組み立てた型を示す。
4. 注型作業時に金型の温度が急速に下がらないようにするために、保温治具として熱容量のある金属板を用意し、恒温槽で 1 時間半の間 100[°C]に予熱しておく。

[2] エポキシレジン of 準備

1. 3.5 節に記載した主材 (XNR4153、ナガセケムテックス) と硬化剤 (XNH4153、ナガセケムテックス) を 70°C で 30 分間予熱にかける。ここで主剤と硬化剤は 2015 年 5 月開缶ロット (試料 No.185~No.261) と 2015 年 12 月開缶ロット (試料 No.262~No.291) を用いた。
2. 天秤を用いて主材と硬化剤を 1 : 1 の割合で混合し、攪拌器(TORNADO SM-102、アズワン)を用いて回転数 400rpm 前後で 1 分 30 秒間、混合を行う。
3. 混合した樹脂を 90[°C]に予熱した真空乾燥機(AVO-310N、アズワン)に入れ、真空ポンプ(TSW-300、SATO VAC INC)で脱泡する。脱泡時間は、樹脂内の泡の大半が抜け、脱泡中の樹脂の膨張がなくなり、真空計のメータが下がり始めてから 15 分とした。

[3] 一次硬化

1. 真空乾燥機に予熱した金型を置き、エポキシ樹脂を素早く流し込み、再び約 1 時間脱泡する。
2. 型を恒温槽(DRX 4200D、Toyo Seisakusho Kaisha,Ltd)の中に入れて 100[°C]で 3 時間一次硬化する。

[4] 取り出し、二次硬化、保管

1. 一次硬化した金型を炉から取り出し、素早く固定用ピンを外して、2 次硬化に移す。
2. 型から取り出した電極系を恒温槽の中に戻し、12 時間二次硬化する。ここで、No.195 以前の試料は 120°C で、No.196 以降の試料は 130°C で二次硬化を行っている。
3. 二次硬化後、硬化温度から常温まで 4 時間かけて冷却させる。
4. 冷却後、金型を静かに分解して試料を取り出し、各種測定までデシケータ (HD-115W、トーリ・ハン株) にて保管。



図 4-2 : 金型

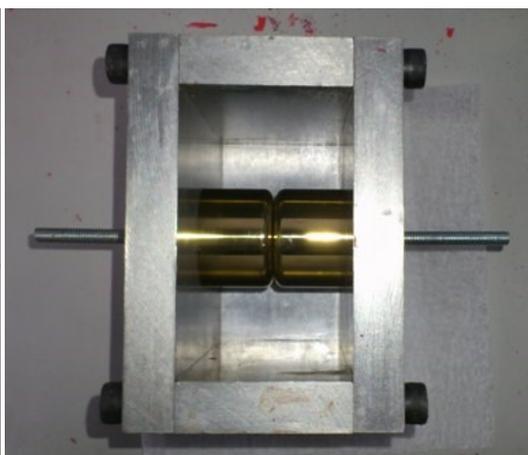


図 4-3 : 組み上げた型

4.2 一体型 V-t 試験試料試験結果

4.2.1 部分放電電圧測定結果

一定速度での昇降圧を繰り返すことで、部分放電開始電圧 (PDIV) 及び部分放電消滅電圧 (PDEV) を調べた。実験手順は 3.2 節に記した通りである。

PDIV に関して、10 回の昇圧結果を図 4-4~13 に示す。番号のない試料は 1~2 回目昇圧または降圧中に破壊に至った試料、グラフの途中で線が消えているものは 3~10 回目昇圧または降圧中に破壊に至った試料である。また、試料 No.241~261 に関しては、測定機器の配線不良により部分放電電圧測定ができなかった。

PDIV と PDEV のそれぞれの 10 回の平均値から作成したグラフを図 4-14 に示す。各値の大きさは $PDIV \geq PDEV$ となっていた。

ロット別の PDIV 平均値をまとめたものを図 4-15 に示す。1 試料の 10 回の PDIV 平均値を 1 プロットとし、それらの値のロット別 (橙: 2013-4 ロット、赤: 2013-12 ロット、灰: 2014-10 ロット、緑: 2015-5 ロット、青: 2015-12 ロット) の平均値を黒点としている。使う試料のロットによって PDIV 値にばらつきが生じている。また、2013-12 ロットと 2015-12 ロットは PDIV の平均値やばらつき方が似ていることがわかる。この 2 つのロットの試料は開缶時期が同じ (12 月) で、使用時期が同じ (12 月~8、9 月) である。これらことから PDIV には試料ロットや季節要因、特に湿度の影響を受けていると考えられる。

部分放電測定 of 1 回目に測定された PDIV と 1 回目の PDIV 測定時に検出される電荷量 Q_1 [pC] のグラフを図 4-16 に示す。PDIV が低いときに大きな Q_1 が発生していることがわかる。過去の研究^[19]では初期放電が大きいと V-t 試験時の寿命が短くなる傾向が確認されており、本研究でも Q_1 が PDIV に影響を及ぼしていることがわかった。

PDIV 平均値と作成時気温・湿度の推移をまとめたグラフを図 4-17、18 に示す。図 4-17 は横軸に試料番号をとり、図 4-18 は横軸に試料作成年月日をとったものである。2014-6~2015-6 の期間は別の試料系 (充填剤入り試料等) を用いた試験のため、データはない。図 4-17 から、湿度が低い時期に作成した試料に比べて、湿度が高い時期に作成した試料は PDIV のばらつきが特に大きく見られた。

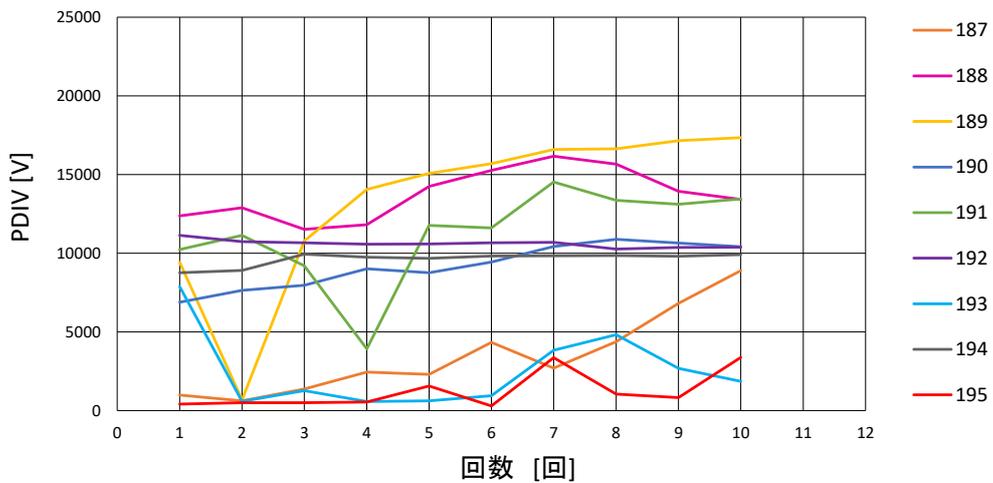


図 4-4 : PDIV 測定値 (No.187~No.195)

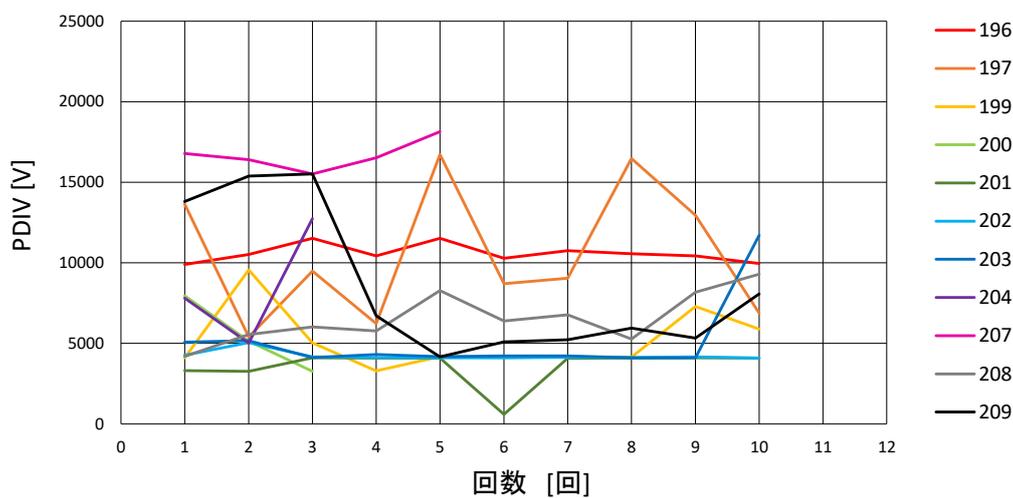


図 4-5 : PDIV 測定値 (No.196~No.209)

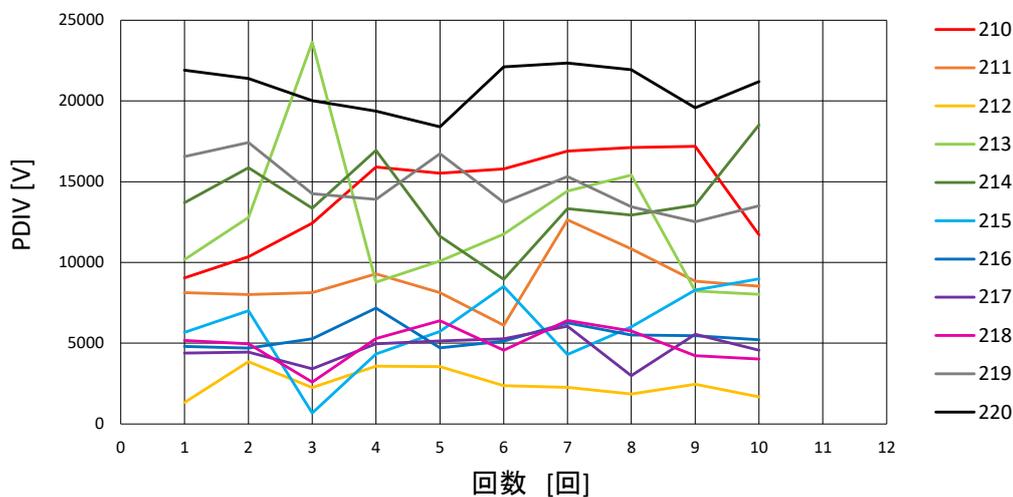


図 4-6 : PDIV 測定値 (No.210~No.220)

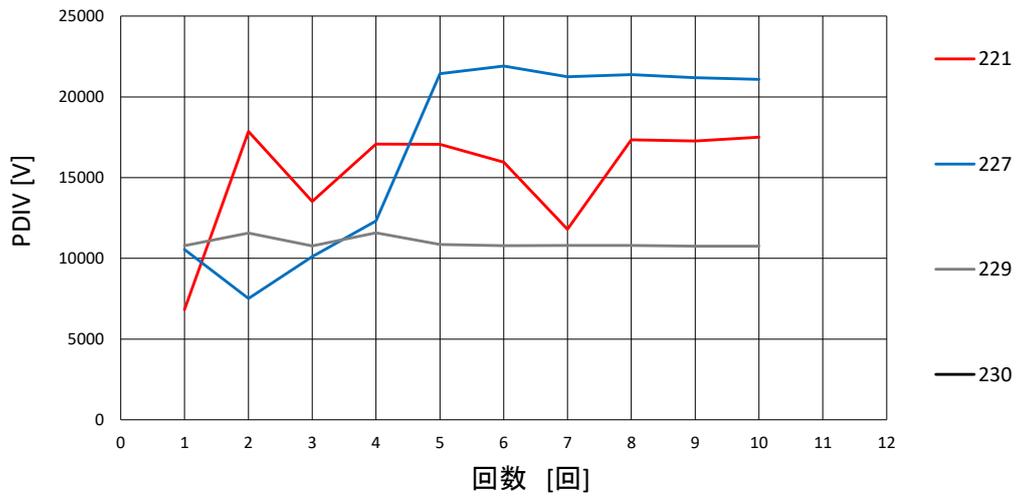


図 4-7 : PDIV 測定値 (No.221~No.230)

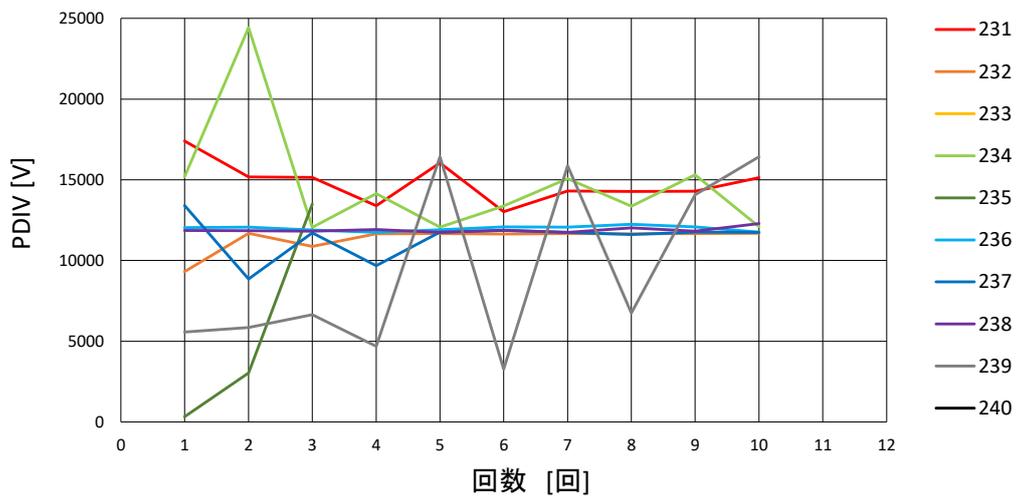


図 4-8 : PDIV 測定値 (No.231~No.240)

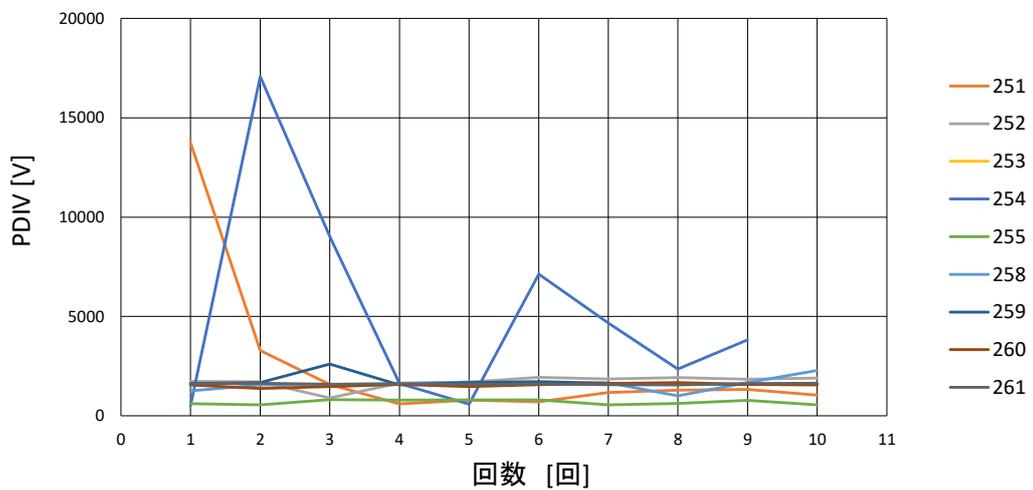


図 4-9 : PDIV 測定値 (No.251~No.261)

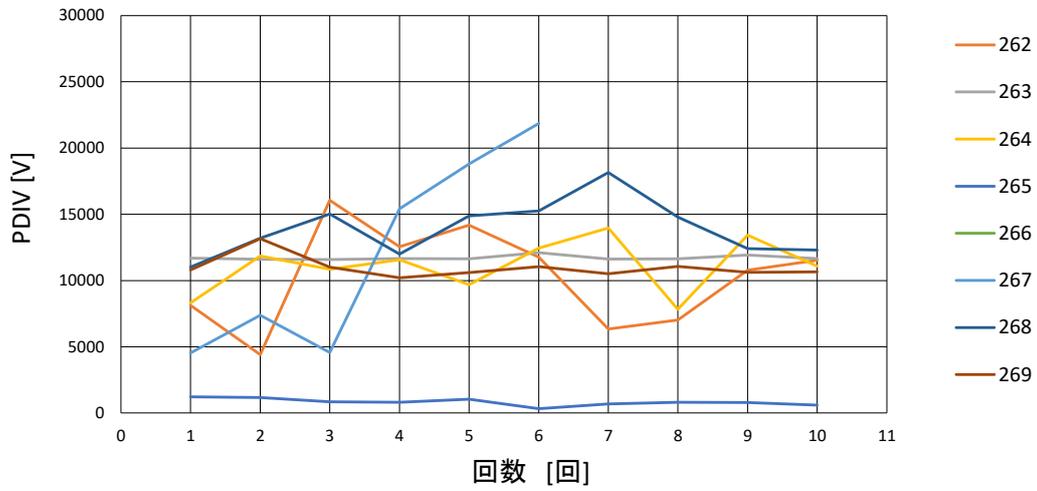


图 4-10 : PDIV 測定値 (No.262~No.269)

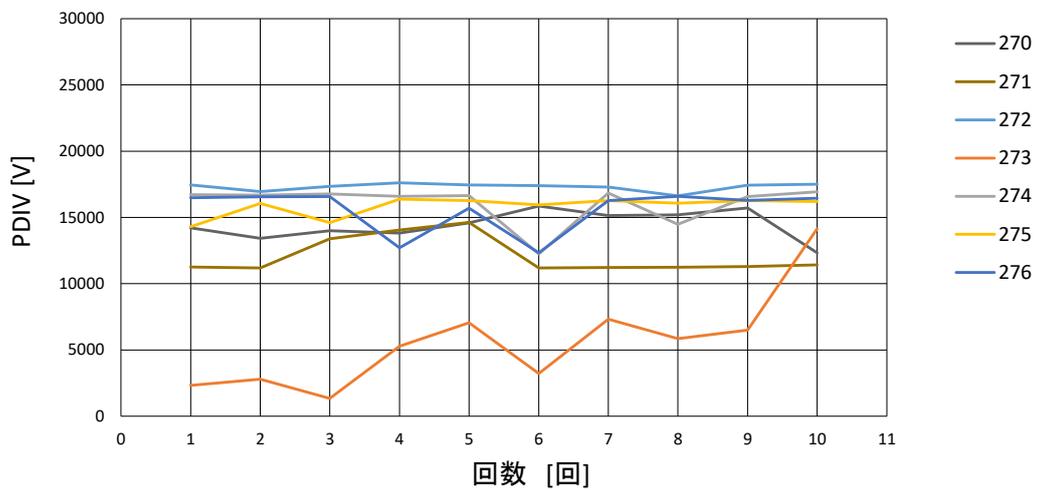


图 4-11 : PDIV 測定値 (No.270~No.276)

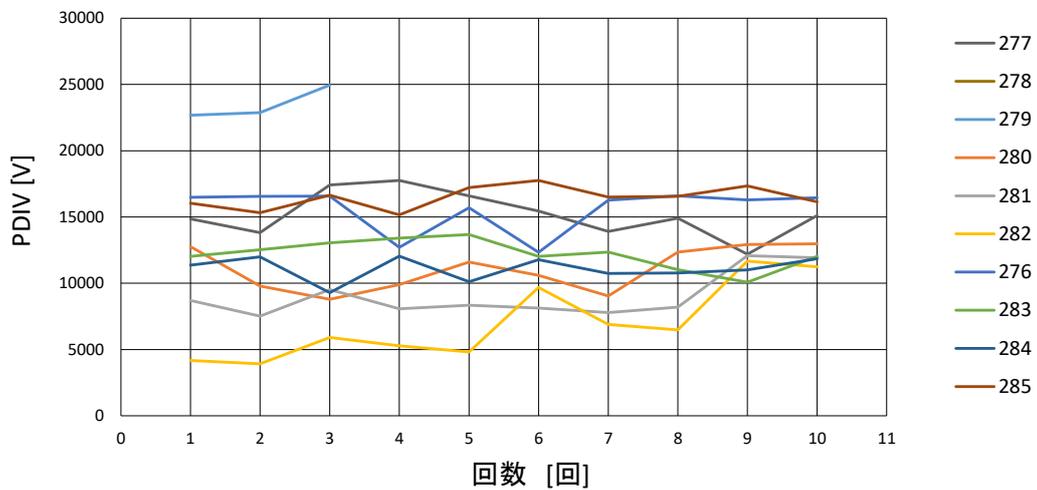


图 4-12 : PDIV 測定値 (No.277~No.285)

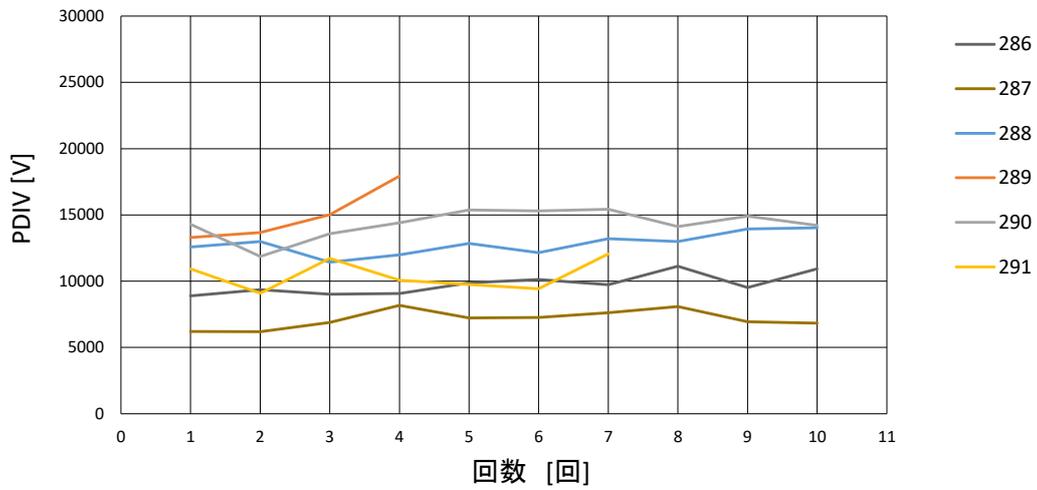


図 4-13 : PDIV 測定値 (No.286~No.291)

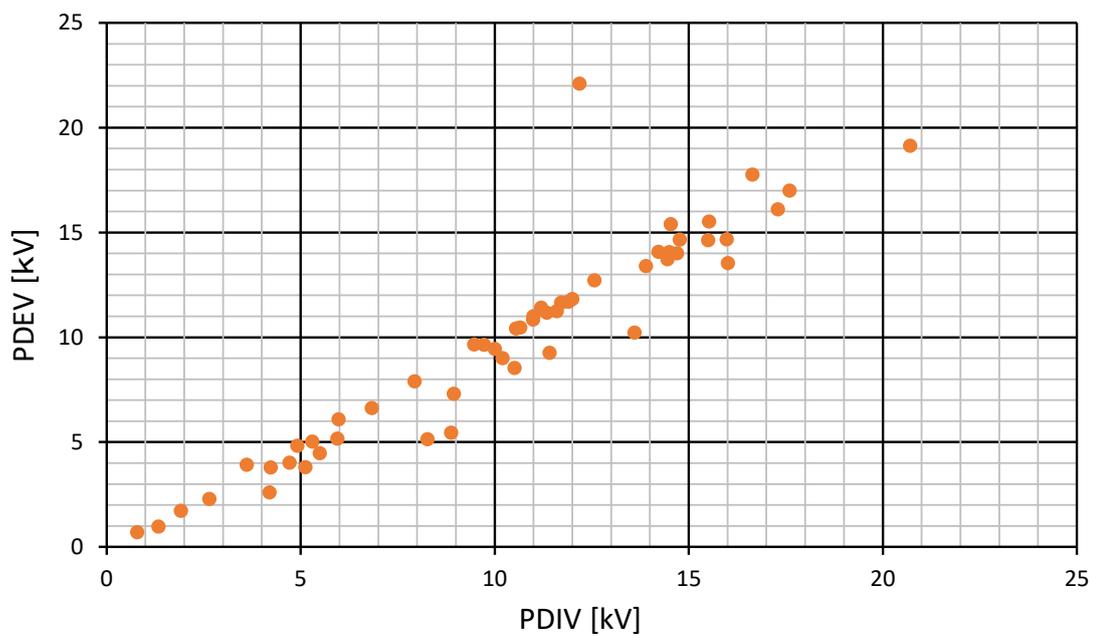


図 4-14 : PDIV - PDEV

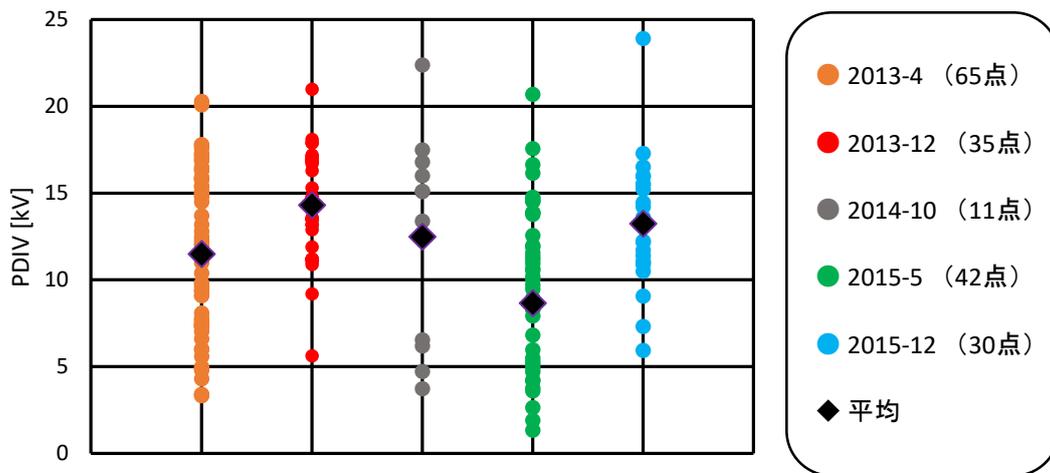


図 4-15 : ロット別 PDIV 平均値

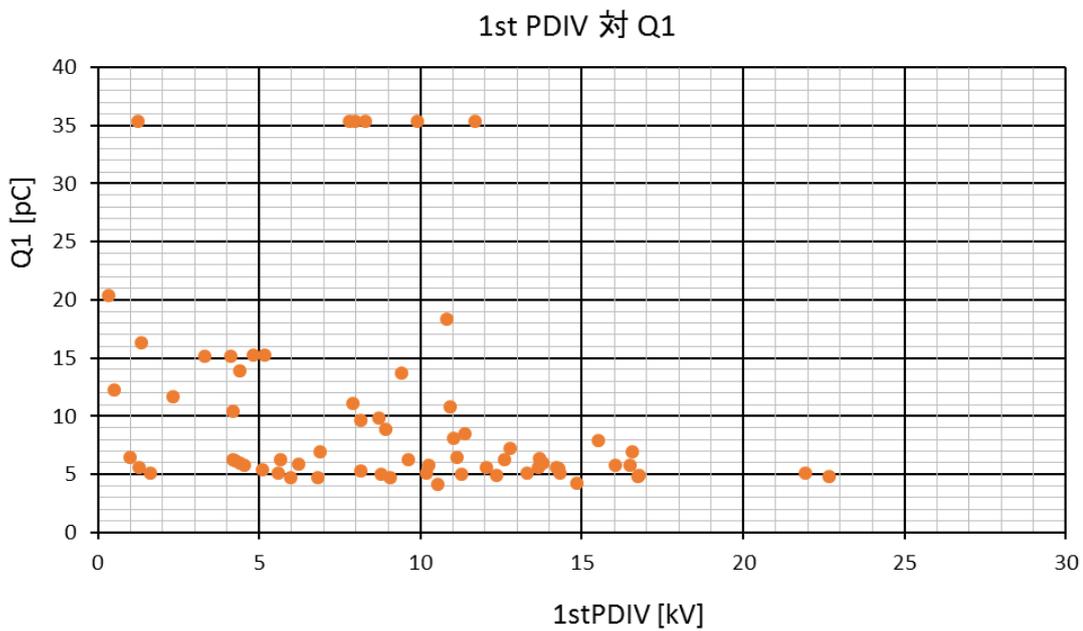


図 4-16 : 1st PDIV – Q₁

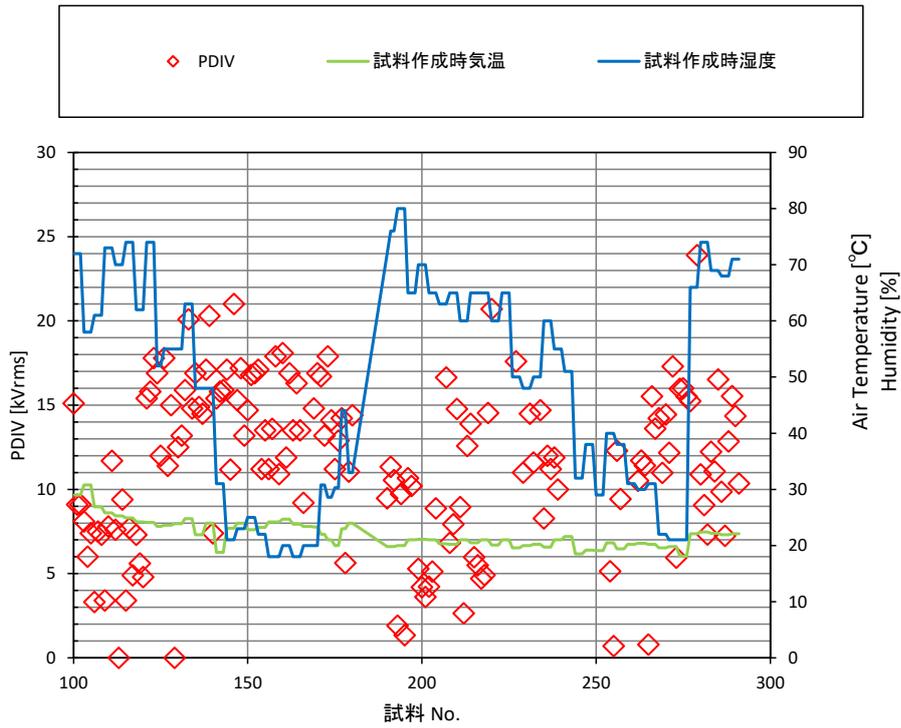


図 4-17 : PDIV・試料作成時の気温・湿度の推移
(横軸：試料番号)

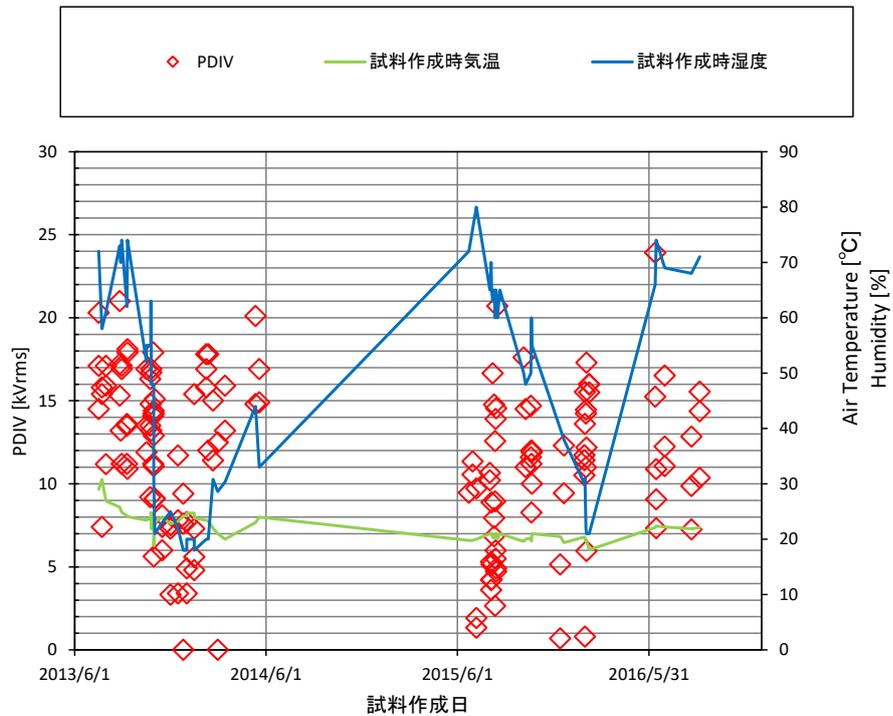


図 4-18 : PDIV・試料作成時の気温・湿度の推移
(横軸：試料作成年月日)

ここまで PDIV に関する様々な測定結果を示してきたが、同じ試料作成方法や環境、測定手順でも、試料ごとに PDIV 値にばらつきが生じている。そこで、ワイブル分布を用いて解析して、ばらつきの原因を調査した。

図 4-19 にロット別の PDIV 値のワイブルプロットを示す。また、この時のワイブル分布の統計量も表 4-1 に合わせて記載する。2013 年 12 月開缶試料、2015 年 12 月開缶試料はばらつきが少なく、2013 年 4 月開缶試料、2015 年 5 月開缶試料はばらつき大きく、4 つのロットが 2 つのグループに分かれていたことが分かる。先述したように(図 4-15)、エポキシの試料ロットや湿度等の季節要因が PDIV のばらつきに影響していると考えられる。

また、図 4-20 に攪拌方法別のワイブルプロットを示す。また、この時のワイブル分布の統計量も表 4-2 に示す。赤色のプロットがエポキシ・硬化剤を手で捏ねるように混ぜた試料で、青色のプロットが攪拌機を用いて攪拌した試料である。攪拌機を用いた試料の方が若干ばらつきが大きくなっているが、図 4-19 のロット別ワイブルプロットほどの差はなく、攪拌方法は PDIV への影響が小さいと考えられる。

そして、図 4-21 に二次硬化前作業別のワイブルプロットを示す。また、この時のワイブル分布の統計量も表 4-3 に示す。赤色のプロットが一次硬化と二次硬化の間に一度室温まで冷やし、金型を全て取り外す(試料内部に伝わる衝撃が大きい)方法で、青色のプロットが硬化間に素早く電極固定ピンを外す(試料内部に伝わる衝撃を抑制、試料の冷えをできる限り抑制する)方法で試料を作成している。図 4-21 から、金型分解試料に比べてピン抜き試料が PDIV のばらつきが大きいということがわかった。ピン抜き試料は半硬化の状態電極固定ピンを外すので、電極付近への振動が悪影響を及ぼしているのではと考える。

このように、これまで冷却時の温度変化を考慮すると金型分解試料に比べてピン抜き試料の方がばらつきが小さくなると思われ、攪拌の均一性を考慮すると攪拌機使用試料の方が手混ぜ試料に比べてばらつきが小さくなると思われていたが、どちらも逆の結果となった。

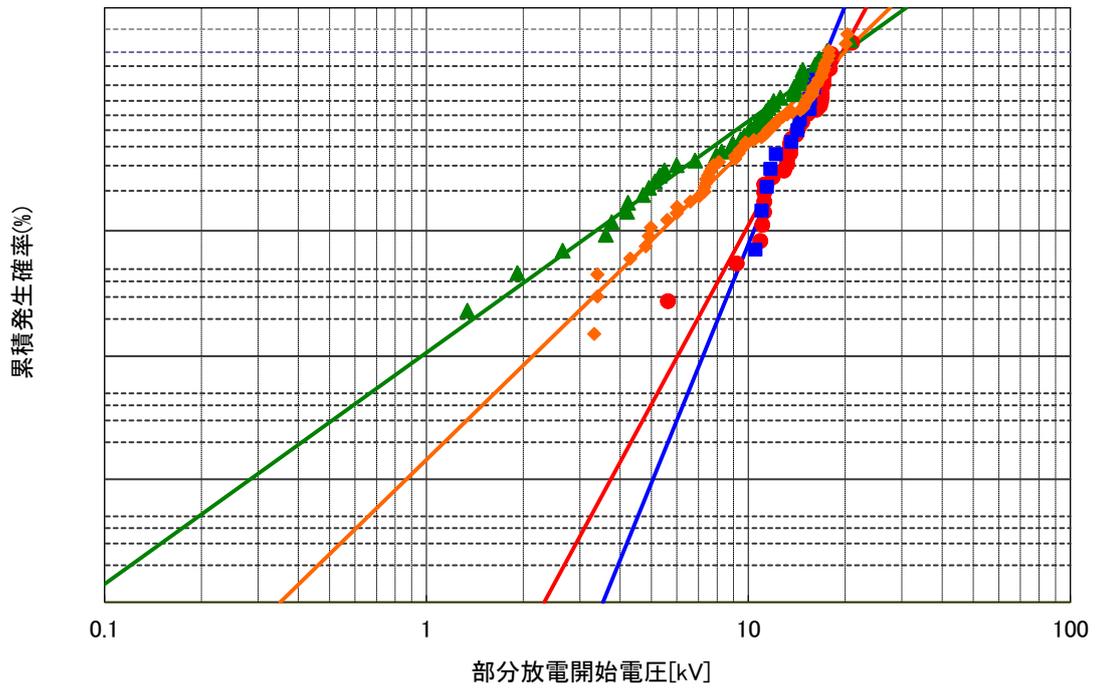


図 4-19 : ロット別 PDIV 平均値のワイブルプロット

表 4-1 : ワイブル統計量

	2013-4	2013-12	2015-5	2015-12
サンプル数	65	35	42	13
平均値 [kV]	11.49	14.32	9.70	13.80
ワイブル係数 m	2.55	4.84	1.88	6.45
尺度母数 η	13.00	15.60	11.11	14.74
50%開始確率電圧 [kV]	11.23	14.46	9.14	13.93

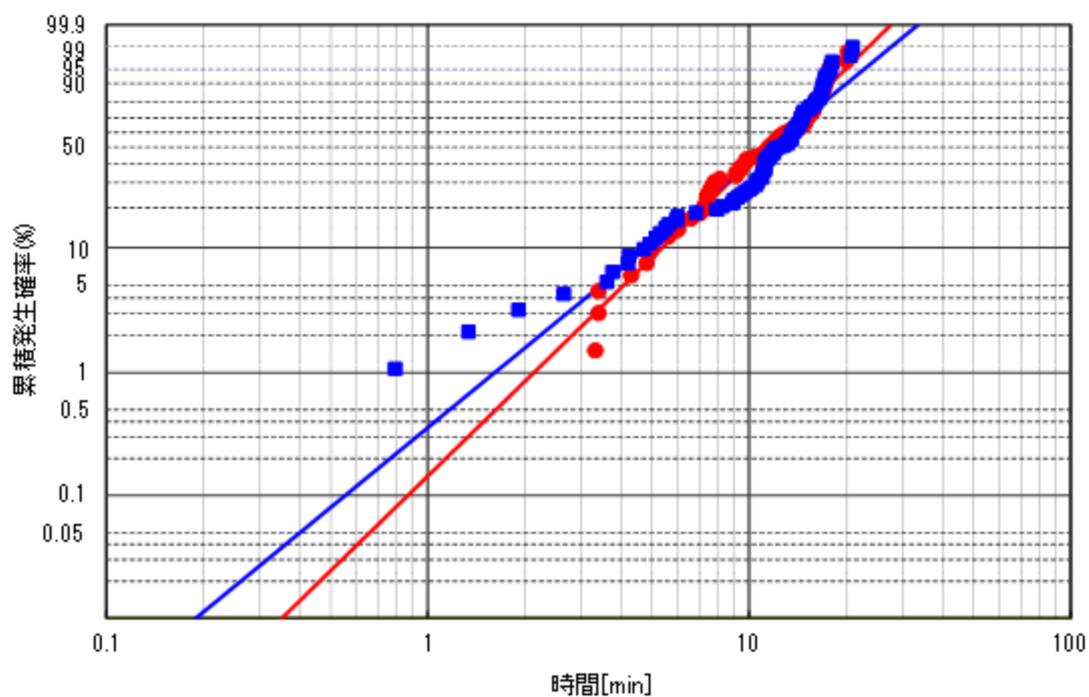


図 4-20 : 攪拌方法別 PDIV 平均値のワイブルプロット

表 4-2 : ワイブル統計量

	手混ぜ	攪拌機
サンプル数	65	92
平均値 [kV]	11.494	11.899
ワイブル係数 m	2.553	2.154
尺度母数 η	12.959	13.669
50%開始確率電圧 [kV]	11.226	11.530

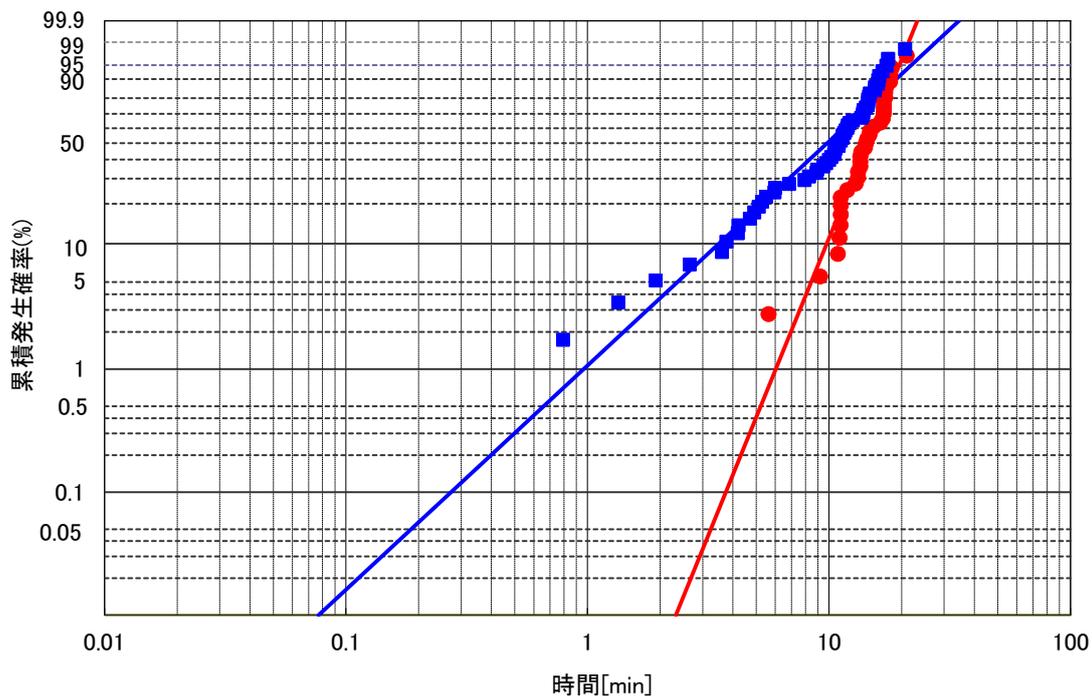


図 4-21 : 二次硬化前作業別 PDIV 平均値のワイブルプロット

表 4-3 : ワイブル統計量

	金型分解	ピン抜き
サンプル数	35	57
平均値 [kV]	14.320	10.412
ワイブル係数 m	4.838	1.824
尺度母数 η	15.596	12.014
50%開始確率電圧 [kV]	14.458	9.827

4.2.2 V-t 試験結果

任意の電圧を印加し、寿命時間を調べた。実験手順は 3.3 節に記した通りである。

横軸に寿命時間、縦軸に破壊電界をとったグラフを図 4-22 に示す。0.01[min]の時間上のプロットは、部分放電電圧測定試験時の昇降圧中または本 V-t 試験時の昇圧中に破壊に至った試料である。また、矢印付きのプロットは未破壊の試料である。図 4-22 において、比較対象に以前行っていた接触型 V-t 試験試料のデータと仲西^[20]、青柳^[21]らのデータを用いた。仲西、青柳らのデータはともに、半球型の棒対棒電極の構造をしており、絶縁層の厚さは 2~3mm の範囲で試験は行われた。本試料系では同じ試験電圧下で測定を行っても寿命時間のばらつきは 4 桁にも及んでおり、比較対象の接触型試料と異なって V-t の傾向はわからなかった。

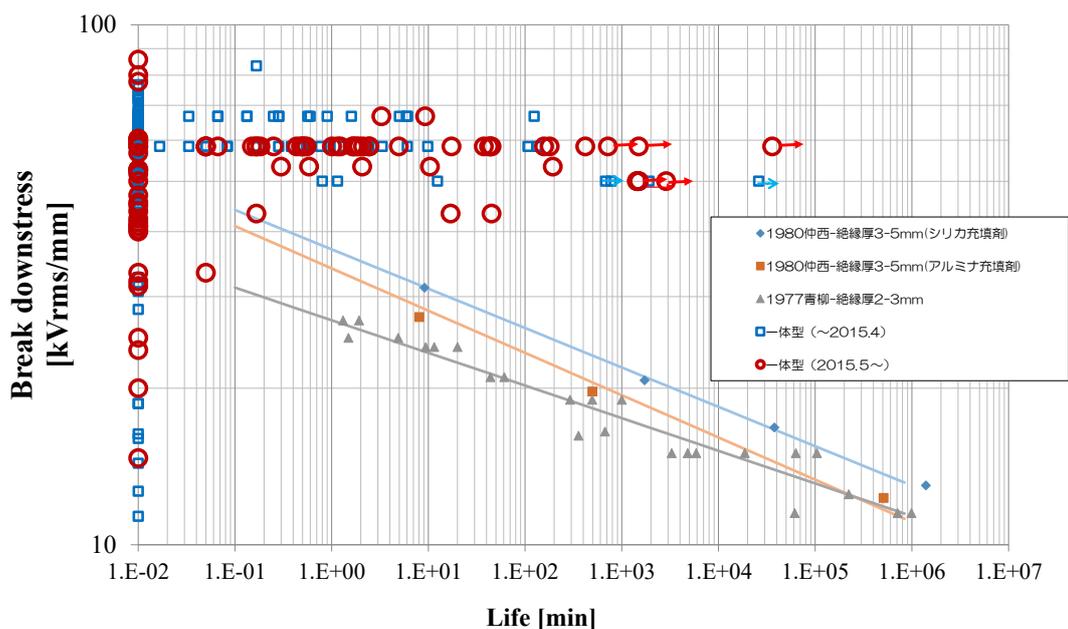


図 4-22 : V-t 試験 結果

また、印加電圧 17.5kV のみの結果に関して、試料ロット別に色分けした場合の寿命時間と PDIV の関係図を図 4-23 に示す。PDIV が低いと寿命時間が短くなると思われたが、値のばらつきが大きく、PDIV と寿命の間に傾向は見られなかった。

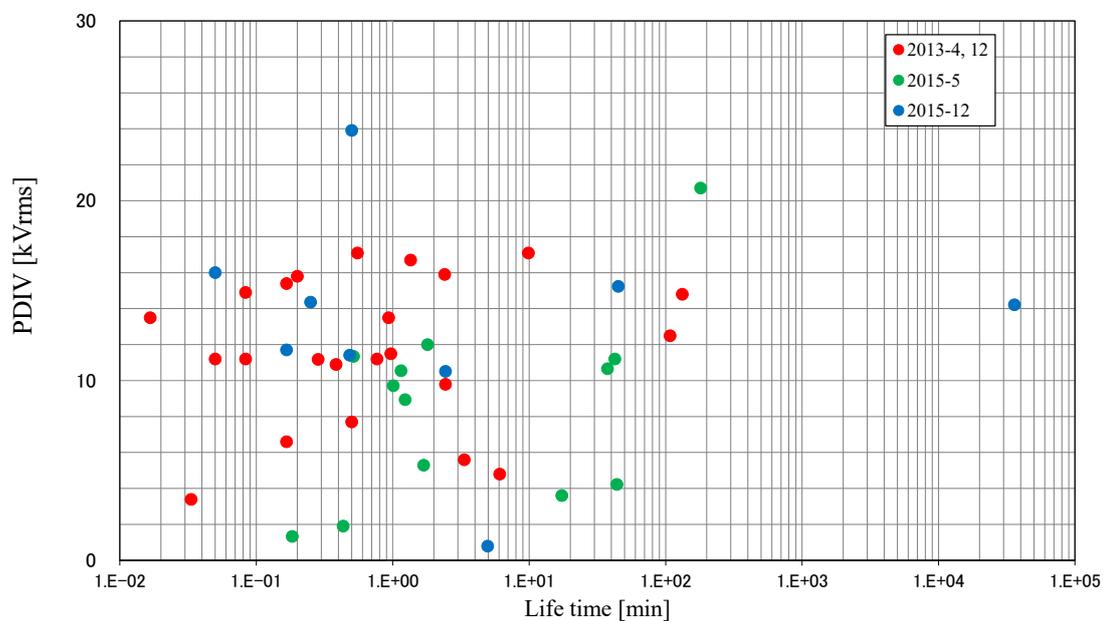


図 4-23 : 寿命時間 – PDIV

ここまでに V-t 試験結果に関連する様々な測定結果を示してきたが、同じ試料作成方法や環境、測定手順でも試料ごとに寿命時間にばらつきが生じている。そこで、前節と同様にワイブル分布を用いて解析して、ばらつきの原因を調査した。ここでは、寿命時間を評価するにあたり、印加電圧 17.5kV 時の V-t 試験寿命の結果のみを用いた。

図 4-24 にロット別の寿命時間のワイブルプロットを示す。また、この時のワイブル分布の統計量も表 4-4 に合わせて記載する。この図から、2015-12 ロット試料のみばらつきが大きいという結果になった。しかし、2015-12 ロットはサンプル数が少なく、PDIV のワイブルプロットと比較して図 4-24 のロット別による差が小さいことから、試料ロット差による V-t 試験寿命への影響は小さいと考えられる。

また、図 4-25 に攪拌方法別の寿命時間のワイブルプロットを示す。また、この時のワイブル分布の統計量も表 4-5 に示す。赤色のプロットがエポキシ・硬化剤を手で捏ねるように混ぜた試料で、青色のプロットが攪拌機を用いて攪拌した試料である。攪拌機を用いた試料の方が若干ばらつきが小さくなっている。

そして、図 4-26 に二次硬化前作業別の寿命時間のワイブルプロットを示す。また、この時のワイブル分布の統計量も表 4-6 に示す。赤色のプロットが一次硬化と二次硬化の間に一度室温まで冷やし、金型を全て取り外す（試料内部に伝わる衝撃が大きい）方法で、青色のプロットが硬化間に素早く電極固定ピンを外す方法で試料を作成している。金型分解試料に比べてピン抜き試料はばらつきが僅かに小さいという結果になっている。

このように、金型分解試料に比べてピン抜き試料の方がばらつきが小さくなり、攪拌機使用試料の方が手混ぜ試料に比べてばらつきが小さくなった。これは PDIV のワイブル分析結果とは反対の結果となった。

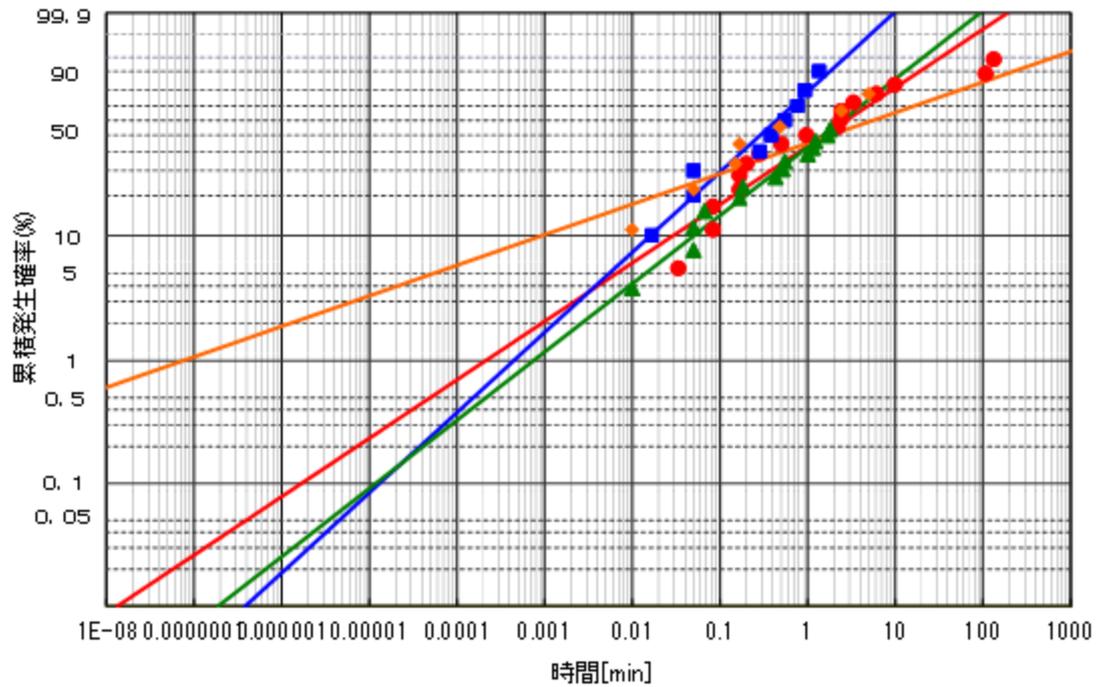


図 4-24 : ロット別 V-t 試験寿命時間のワイブルプロット (印加電圧 : 17.5kV)

表 4-4 : ワイブル統計量

	2013-4	2013-12	2015-5	2015-12
サンプル数	17	9	25	8
平均値 [min]	15.809	0.487	118.154	4501.030
ワイブル係数 m	0.4777	0.654	0.557	0.249
尺度母数 η	3.307	0.503	2.893	7.882
50%破壊確率時間 [min]	1.533	0.287	1.498	1.810

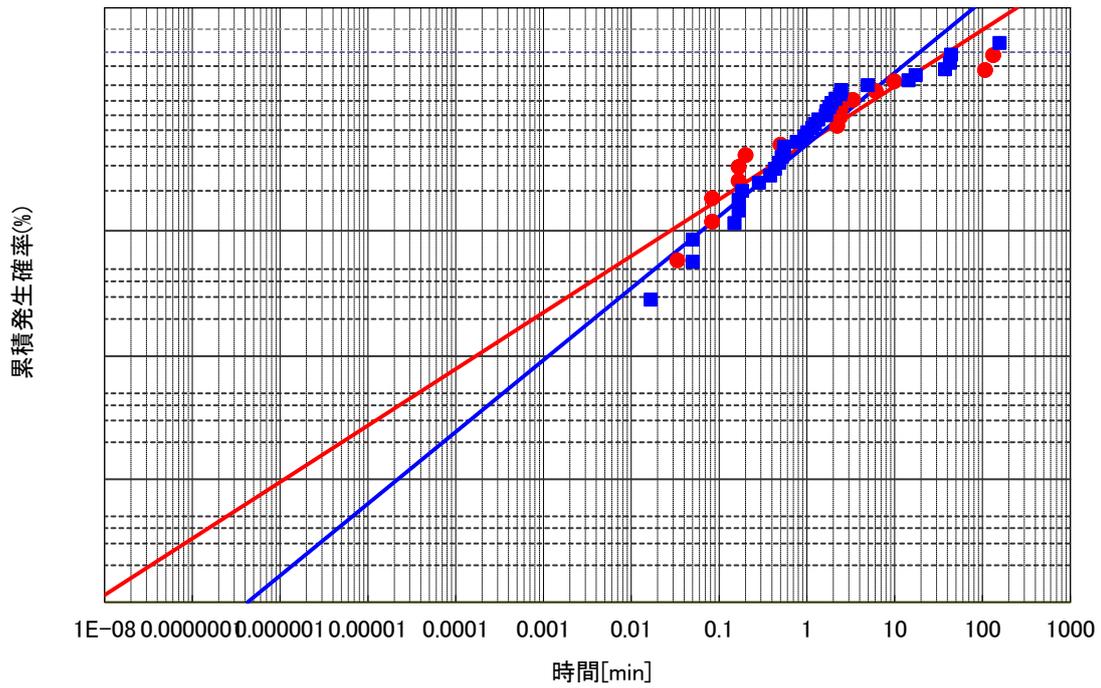


図 4-25 : 攪拌方法別 V-t 試験寿命時間のワイブルプロット (印加電圧 : 17.5kV)

表 4-5 : ワイブル統計量

	手混ぜ	攪拌機
サンプル数	16	37
平均値 [min]	16.779	337.265
ワイブル係数 m	0.460	0.585
尺度母数 η	3.7229	2.963
50%破壊確率時間 [min]	1.680	1.583

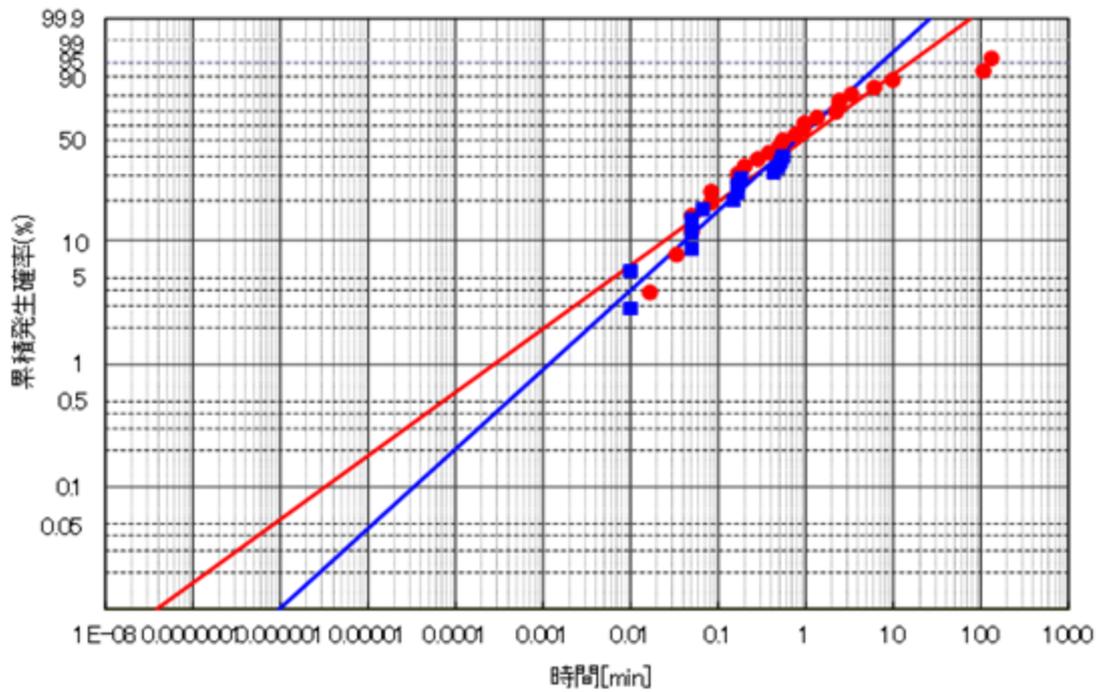


図 4-26 : 二次硬化前作業別 V-t 試験寿命時間のワイブルプロット
(印加電圧 : 17.5kV)

表 4-6 : ワイブル統計量

	金型分解	ピン抜き
サンプル数	25	34
平均値 [min]	10.914	1145.993
ワイブル係数 m	0.521	0.651
尺度母数 η	1.873	1.351
50%破壊確率時間 [min]	0.926	0.770

4.2.3 V-t 試験中の部分放電電荷量測定結果

部分放電電荷量の絶縁破壊への影響を調べるため、V-t 試験中の部分放電電荷量を測定した。実験方法は 3.4 節に記した通りである。先行研究のデータ補填として、No.188, 189, 193, 195 の 4 試料で測定を実施した。

寿命時間対総放電回数のグラフを図 4-27 に、寿命時間対単位時間当たりの放電回数のグラフを図 4-28 に示す。図 4-27、4-28 より、補填データは、総放電回数は寿命時間が長い試料ほど放電回数は増える傾向、また単位時間当たりの放電回数では寿命が長い試料では放電回数も少なくなる傾向を強めた。

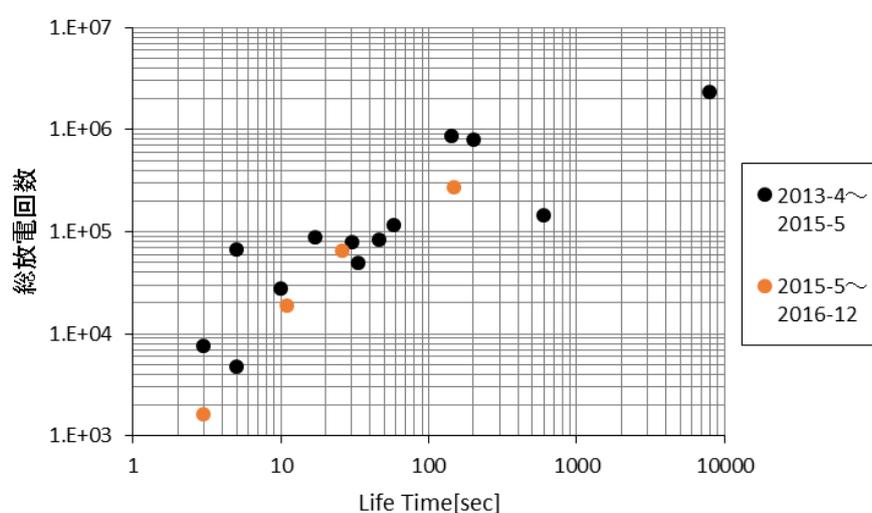


図 4-27 : 寿命時間 - 総放電回数

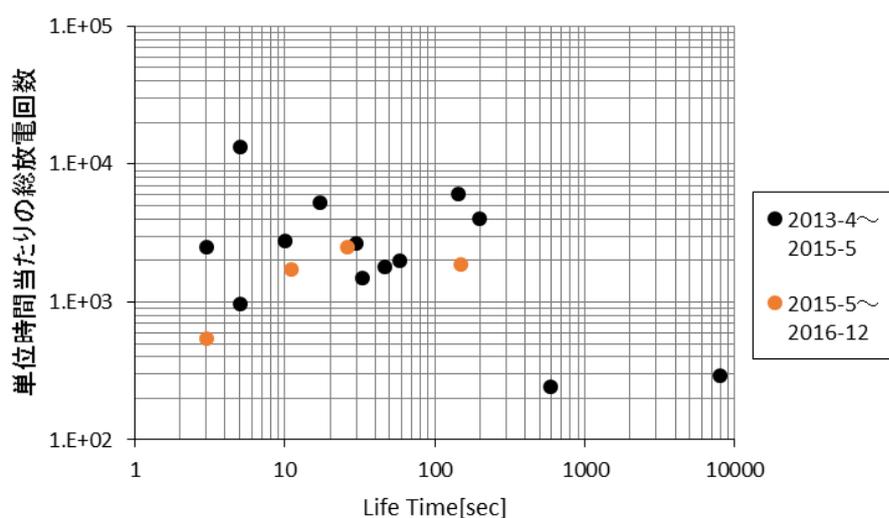


図 4-28 : 寿命時間 - 単位時間あたりの総放電回数

寿命時間対総放電電荷量のグラフを図 4-29 に、寿命時間対単位時間当たりの放電電荷量のグラフを図 4-30 に示す。図 4-29、4-30 より、補填データは、総放電電荷量は試料の寿命時間と共に増加する傾向、また単位時間当たりの放電電荷量では放電電荷量が少ない試料ほど寿命は長くなる傾向を強めた。つまり、放電回数と放電電荷量より部分放電の発生する量によって試料の寿命に影響しているのではないかと推測される。

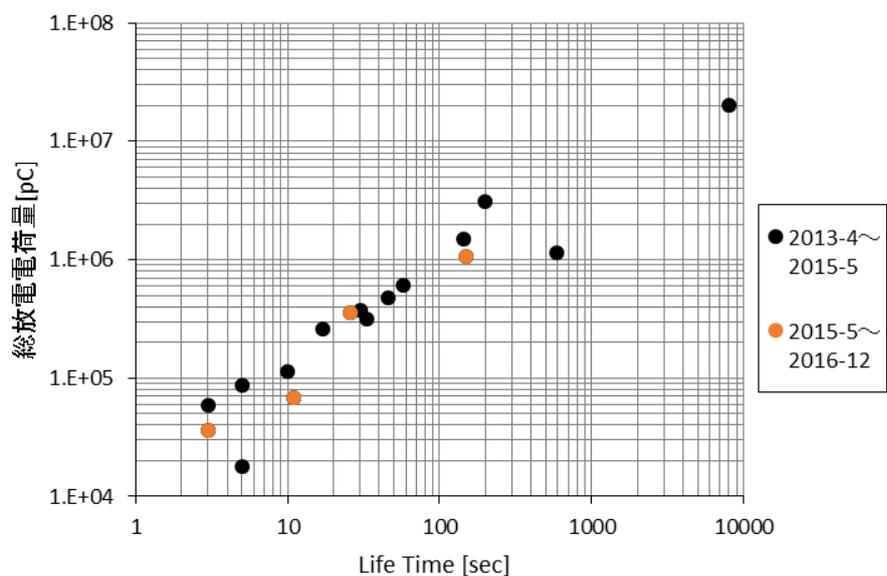


図 4-29 : 寿命時間 - 総放電電荷量

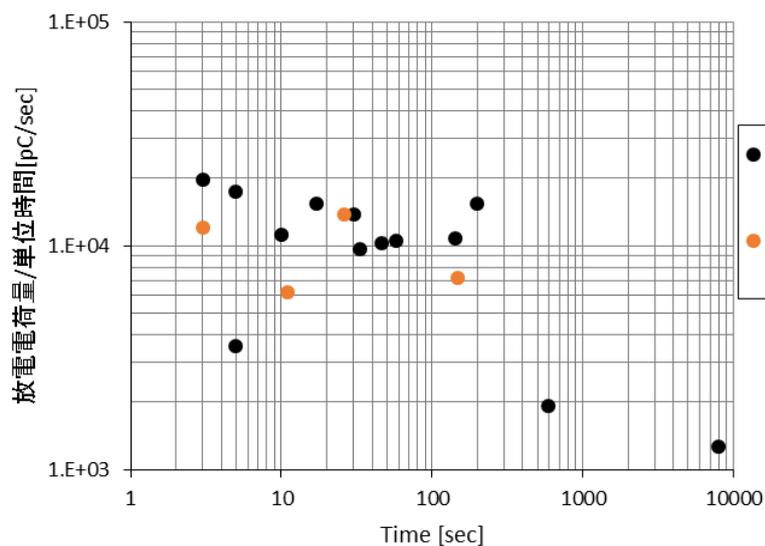


図 4-30 : 寿命時間 - 単位時間当たりの放電電荷量

寿命時間対放電電荷量（電荷量別）のグラフを図 4-31 に、寿命時間単位時間当たりの放電電荷量（電荷量別）のグラフを図 4-32 に示す。このグラフは 50-100pC、100-250pC、250pC 以上の 3つの放電の大きさに分けたそれぞれの大きさの放電の総放電電荷量と寿命の関係を示す。放電電荷量はどれも寿命の長い試料ほど放電電荷量が多くなる傾向を示した。図 3-18 はそれぞれの放電の大きさ別の単位時間あたりの放電電荷量と寿命との関係を示す。単位時間当たりの 50-100pC、100-250pC の放電は寿命との関係は見られないが、250pC 以上の放電においては中間のデータではばらつきが見られるが、250pC 以上の放電の単位時間あたりの電荷量が少ない試料ほど寿命が長くなっている傾向があり、大きな放電が寿命に大きく影響していることが分かる。

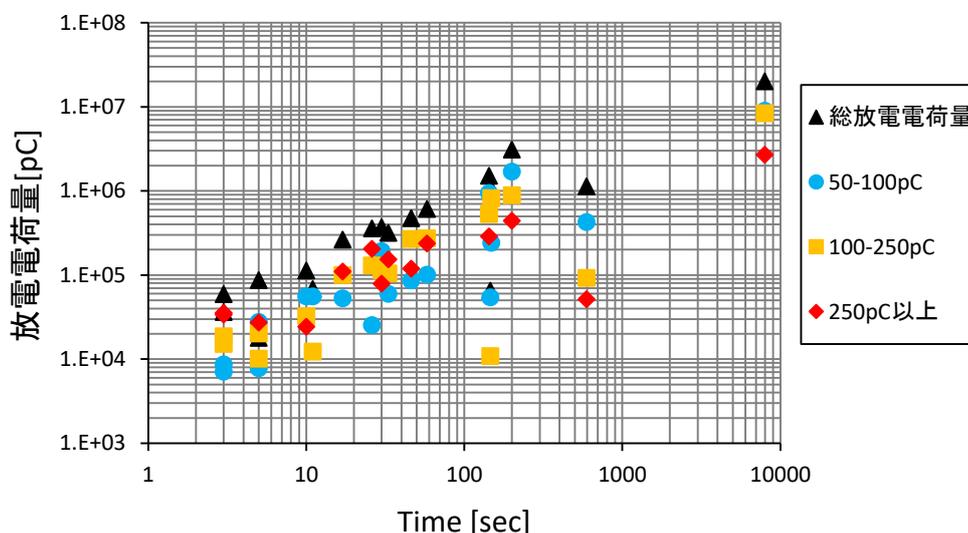


図 4-31 : 寿命時間 - 総放電電荷量（電荷量別）

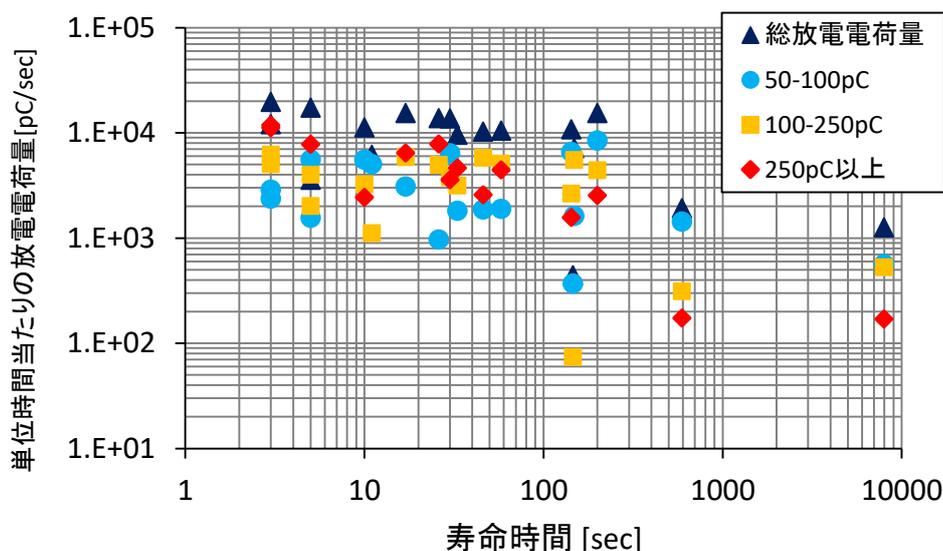
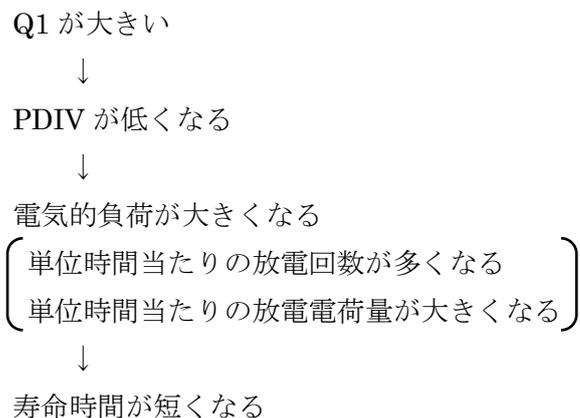


図 4-32 : 寿命時間 - 単位時間あたりの放電電荷量（電荷量別）

4.4 一体型 V-t 試験試料試験結果 考察

ここまでの結果から、『Q1 が大きいと PDIV が低い』、『単位時間当たりの放電回数が多いと寿命時間が短い』、『単位時間当たりの放電電荷量が多いと寿命時間が短い』ということがわかった。これらのことから、放電と試料寿命の間には



という一連の関係性があると考えられる。

また、本試験では V-t 試験値のばらつきが大きく、PDIV と寿命時間の方に直接的な関係性は得られなかった (図 4-23)。

4.5 一体型 V-t 試験試料試験結果まとめ

1. 実機レベルのエポキシ樹脂と並行平板電極を用いた試料にて、部分放電電圧測定試験、V-t 試験、放電電荷量測定を行った。
2. 主に部分放電開始電圧 (PDIV) を調べるため、部分放電電圧測定試験を行った。
 - (a) 部分放電開始電圧 (PDIV) と消滅電圧 (PDEV) の関係は $PDIV \geq PDEV$ であった。
 - (b) PDIV 平均値やワイブル分布から、エポキシの試料ロット、湿度、季節要因 (エポキシ樹脂・硬化剤の開缶時期、使用季節) が PDIV の傾向とばらつきに影響していると考えられた。
 - (c) 特に、湿度の高い時期に作成した試料は PDIV のばらつきが特に大きいことを示した。
 - (d) 部分放電電圧測定試験の 10 回の昇圧のうち、1 回目昇圧時の PDIV 検出時の電荷量 Q_1 に注目すると、“ Q_1 が大きいと PDIV が低くなる” という傾向を示した。
3. 寿命時間を調査するため、V-t 試験を行った。
 - (a) ばらつきが大きく、寿命時間の傾向はつかめなかった。
 - (b) ワイブル分布で調査すると、試料ロット差による V-t 寿命時間への影響は小さいが、二次硬化前の作業や攪拌方法が V-t 寿命時間のばらつきに影響していることがわかった。この V-t 寿命時間のワイブル分布の結果は、PDIV の結果と反対の結果となった。
4. 部分放電電荷量の絶縁破壊への影響を調べるため、V-t 試験中に部分放電電荷量を測定した。
 - (a) 放電回数に関して、寿命時間が長い試料は総放電回数が多く、単位時間当たりの放電回数は少ない傾向を示した。
 - (b) 放電電荷量に関して、寿命時間が長い試料は総放電電荷量が多く、単位時間当たりの放電電荷量が少ない傾向を示した。
 - (c) 50-100pC、100-250pC、250pC 以上の 3 つに区分けした放電電荷量に関して、250pC 以上の大きな放電電荷量は寿命の長い試料ほど少ないことを示した。

特に、以下の 4 点を今後の考察に用いる。

- ① 初期電荷量 Q_1 が大きい→PDIV が低い
- ② 単位時間あたりの放電回数が多い→寿命が短い
- ③ 単位時間あたりの放電電荷量が多い→寿命が短い
- ④ 初期に大きな放電が多く発生する→寿命が短い

第5章 Mg(OH)₂ 充填一体型試料を用いた試験結果

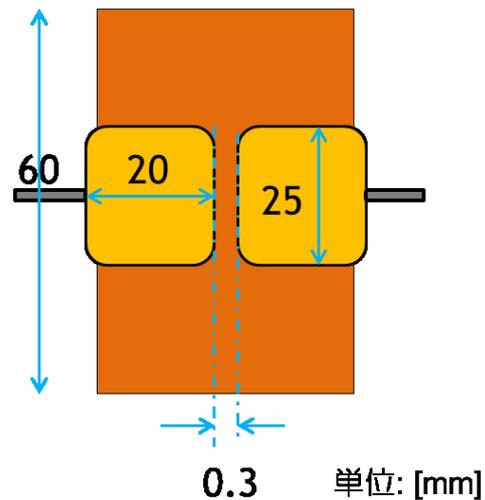
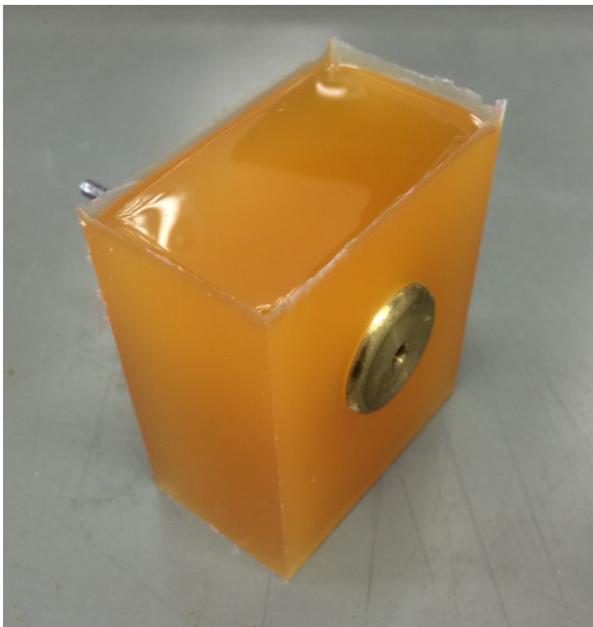
5.1 Mg(OH)₂ 充填一体型試験試料

高電圧機器の絶縁材料には様々な目的で充填剤が用いられている。充填剤には様々な効果がある中、充填剤を混ぜることで、絶縁破壊の原因であるトリーの伸展を抑え、絶縁試料の寿命時間を延ばすことができることが報告されている^[22]。そこで、本試験系にも充填剤を用いることで、寿命時間の延長やばらつきの抑制に効果があるのか調査した。

図 5-1 に Mg(OH)₂ 充填一体型試験試料を示す。概形は 4 章で用いた並行平板電極と同じで、真鍮製の電極を使用し、治具により電極間距離を 0.3mm に固定されている。

充填剤として、難燃剤である水酸化マグネシウム Mg(OH)₂ を採用した。トリー伸長の研究^[21]にて、Mg(OH)₂ 充填試料は無充填試料に比べて V-t 試験時の寿命時間が約 10 倍伸びたことが報告されている。本研究では Mg(OH)₂ を 15 部、エポキシ樹脂に混ぜた。

本試験でモールドに用いたエポキシ樹脂・硬化剤は、市販のビスフェノール A 型液状樹脂（ナガセキムテックス㈱、アラルダイト CY225）、硬化剤として市販の変性脂環式酸無水物（ナガセキムテックス㈱、ハードナーHY925）である。4 章で用いたエポキシ樹脂・硬化剤には着色料が含まれていたが、本材料は半透明で、また、粘度が低く、充填剤を混ぜてもボイド欠陥がでにくいものである。



(a) : Mg(OH)₂ 充填一体型試験電極概観図

(b) : Mg(OH)₂ 充填一体型試験電極概要図

図 5-1 : Mg(OH)₂ 充填一体型 V-t 試験電極

5.1.1 Mg(OH)₂ 充填一体型試験試料作製手順

以下に作製手順を示す。[1][3][4]は4章と同じである。

[1] 型の準備

1. 4章図 4-2 にコーティング金型を示す。離型剤(KS-707、信越シリコーン)をコーティング金型表面全体および側面、裏、ネジ穴に薄く塗り、20秒以内に拭き取る。表面に離型剤の膜が凹凸にならない様、また塗りむらができないように電極に接する部分は丁寧に塗る。
2. 電極をアセトンで15分超音波洗浄し、M4のネジとナットで型に固定する。固定したら、電極表面に当たらないように慎重に型を組み上げる。
3. 重ね合わせた型をネジで固定する。4章図 4-3 に組み立てた型を示す。
4. 注型作業時に金型の温度が急速に下がらないようにするために、保温治具として熱容量のある金属板を用意し、恒温槽で1時間半の間100[°C]に予熱しておく。

[2] エポキシレジン of 準備

1. 主材(ナガセキムテックス株、アラルダイト CY225)と硬化剤(ナガセキムテックス株、ハードナーHY925)を70°Cで30分間予熱にかける。
2. 天秤を用いて主材と硬化剤を重量比5:4の割合で混合し、Mg(OH)₂を15重量部を合わせて、攪拌器(TORNADO SM-102、アズワン)を用いて回転数400rpm前後で3分00秒間、混合を行う。
3. 混合した樹脂を90[°C]に予熱した真空乾燥機(AVO-310N、アズワン)に入れ、真空ポンプ(TSW-300、SATO VAC INC)で脱泡する。脱泡時間は、樹脂内の泡の大半が抜け、脱泡中の樹脂の膨張がなくなり、真空計のメータが下がり始めてから20分とした。

[3] 一次硬化

1. 真空乾燥機に予熱した金型を置き、エポキシ樹脂を素早く流し込み、再び約1時間脱泡する。
2. 型を恒温槽(DRX 4200D、Toyo Seisakusho Kaisha,Ltd)の中に入れて100[°C]で3時間一次硬化する。

[4] 取り出し、二次硬化、保管

1. 一次硬化した金型を炉から取り出し、素早く固定用ピンを外して、2次硬化に移った。
2. 型から取り出した電極系を恒温槽の中に戻し、120°Cで12時間二次硬化する。
3. 二次硬化後、120°Cから常温まで4時間かけて冷却させる。
4. 冷却後、金型を静かに分解して試料を取り出し、各種測定までデシケータ(HD-115W、トーリ・ハン株)にて保管。

5.2 一体型 V-t 試験試料試験結果

5.2.1 部分放電電圧測定結果

一定速度での昇降圧を繰り返すことで、部分放電開始電圧及び部分放電消滅電圧を調べた。実験手順は 3.2 節に記した通りである。

部分放電開始電圧測定試験の 10 回の昇圧結果を図 5-2 に示す。グラフの途中で線が消えている試料 6 は 2 回目昇圧中に破壊に至った試料である。試料 No.1、4、5、7 は 1kV (≒ 3.3kV/mm) 前後での PDIV となっている。通常の乾燥空気における絶縁破壊電圧は 3kV/mm であり、この値に近いことから、ボイド放電であると考えられる。エポキシ樹脂・硬化剤は粘度が高く、粉末の $Mg(OH)_2$ を混ぜるとダマになりやすく、電極間のボイドに繋がったため、ボイド放電の値となった試料が多くなったと考えられる。また、ボイド放電とならなかった試料 2、3 の PDIV は、通常試料 (4 章図 4-15) と比較して高い値となり、通常試料より耐電圧性が高いことがわかった。

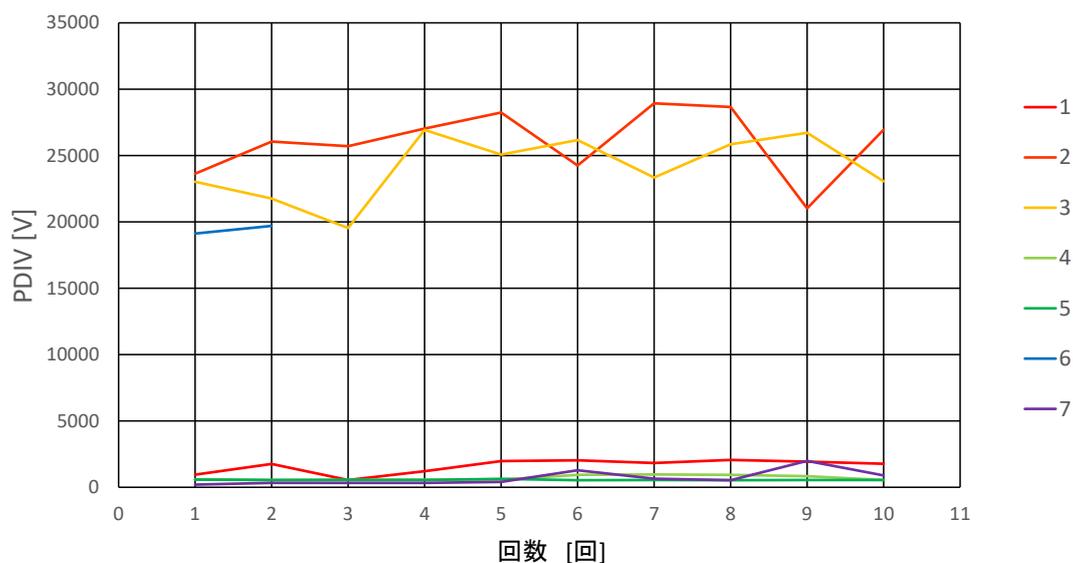


図 5-2 : PDIV 測定値

5.2.2 V-t 試験結果

任意の電圧を印加し、寿命時間を調べた。実験手順は 3.3 節に記した通りである。

横軸に寿命時間、縦軸に破壊電界をとったグラフを図 5-3 に示す。水色のプロットが本試料 7 つの結果で、比較用の緑色のプロットは本試料と同じエポキシ樹脂・硬化剤を用いた $\text{Mg}(\text{OH})_2$ なしの試料である。0.01min の時間上のプロットは部分放電電圧測定試験時の昇降圧中または本 V-t 試験時の昇圧中に破壊に至った試料である。また、矢印付きのプロットは未破壊の試料である。また、合わせて参考データを 3 種類載せた。赤色のプロットは 4.2.2 (着色料等の添加物ありのエポキシ樹脂) での記録で、紺・橙・灰色のプロットは仲西^[20]、青柳^[21]らの記録で、半球型の棒対棒電極で、絶縁層の厚さは 2~3mm の範囲での試験である。

$\text{Mg}(\text{OH})_2$ なしの試料 (緑色) のプロットを見ると 80kV/mm 以上の電界下で破壊してしまうのに対して、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 充填試料は 80kV/mm 以上でも壊れることなく、100kV/mm でも数時間の測定ができています。このことから、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ を充填すると試料の耐電圧性が高くなっているとわかる。

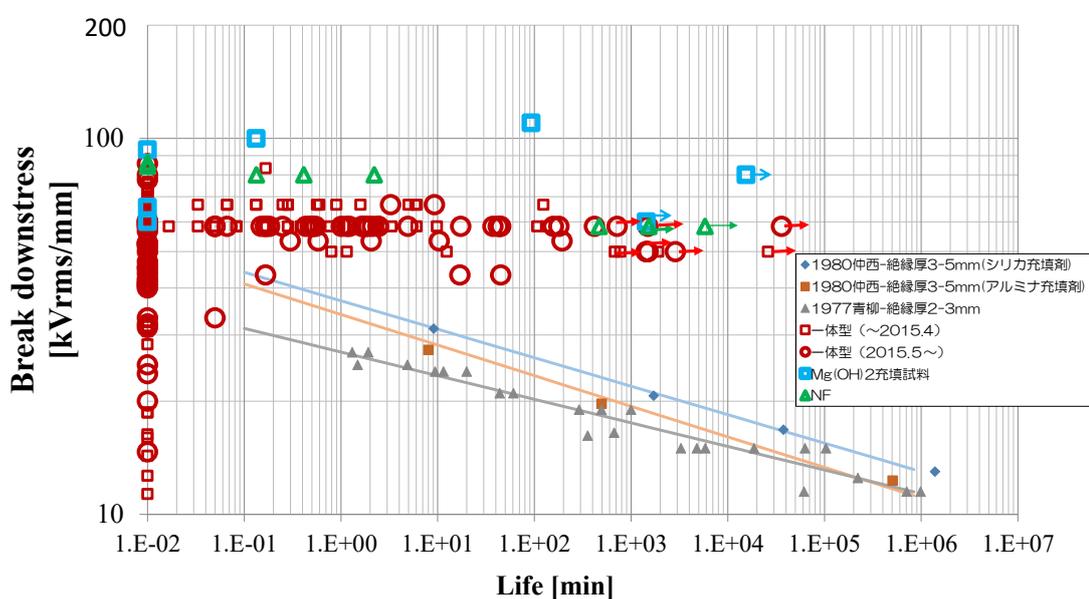


図 5-3 : V-t 試験 結果

5.4 一体型 V-t 試験試料試験結果まとめ

1. 充填剤には絶縁破壊の原因であるトリマーの伸展を抑え、絶縁試料の寿命時間を延ばすことが報告されており、4章で報告した寿命時間の延長やばらつきの抑制への効果を期待して本試験系で試した。
2. 部分放電電圧測定の結果、ボイド放電と思われる PDIV となった試料が多く存在することがわかった。エポキシ樹脂・硬化剤は粘度が高く、粉末の $Mg(OH)_2$ を混ぜるとダメになりやすく、電極間のボイドに繋がったためと考えられる。ボイド放電とならなかった試料は、通常試料と比較して高い PDIV 値となり、通常試料より耐電圧性が高いことがわかった。
3. V-t 試験の結果、充填剤なしの試料と比較して高い電圧まで昇圧でき、耐電圧性が高いことがわかった。

第6章 一体型 V-t 試験試料の熱機械分析評価

4章で用いた試料に関して、熱機械分析機(TMA)を用いてガラス転移点(Tg)と熱膨張率の観点から検討を行った。以下に詳細を報告する。

6.1 試験試料・使用機器

使用したサンプルを図 6-1 に示す。試料は横 4mm、縦 4mm、高さ 15mm の直方体で、4章で提示した一体型 V-t 試験試料 (図 4-1) から切り出したものとなる。切断にはダイヤモンドカッター (IsoMet1000、BUEHLER) を使用し、切断後、試料を防湿庫 (HD-115W、トーリ・ハン(株)) にて保管した。

使用した一体型 V-t 試料を表 6-1 に示す。これらの試料は 4章で用いた試料から試料番号や試料作成方法、PDIV 値などの試験結果の値に偏りがないように選んだ。表 6-1 に示すように、試料作成方法の差 (試料ロット・試料の攪拌方法・二次硬化前の作業・二次硬化温度・試料作成後の保管方法) や試料作成時の環境要因 (気温・湿度)、4章での各種試験値をまとめてある。ここで、保管方法に関して、“通常”とは試料作成後から部分放電電圧測定や V-t 試験までの間に特に何も手を加えることなく大気下で保管したもので、“低湿”とは防湿庫にて保管した試料である。

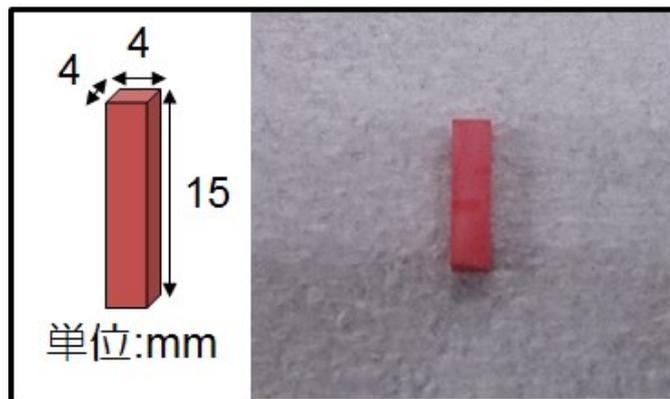


図 6-1 : 測定サンプル概略図

表 6-1 : 測定試料詳細

試料No.	保管方法	epoxyロット	作成方法	混練方法	二次硬化[°C]	PDIV[kV]	PDEV[kV]	BDV[kV]	BD t [min]	temp[°C]	湿度[%]					
NM106	通常	2013-4	金型分解	手	120	3.32	3.13	13.5	0	26.9	61					
NM107						7.5	6.6	9.5	0	26.9	61					
NM109						3.4	2.8	17.5	0.0333	25.8	73					
NM111						11.7	9.3	14.7	0	25.8	73					
NM116						7.7	6.3	17.5	0.5	24.9	74					
NM119						5.6	4.5	17.5	3.33	24.2	62					
NM121						15.4	15.2	16.8	0	24.1	74					
NM134						14.8	13.8	17.5	132.45	24.8	63					
NM138						17.1	16.7	17.5	9.87	24	48					
NM154						11.2	9.8	17.5	0.55	23.2	22					
NM156						11.2	8.3	17.5	0.05	24.2	18					
NM173						17.9		17.9	0	21	28.6					
NM185						15.2	13.2	20.7	0							
NM196						低湿	2015-05	ピン抜き	攪拌機	130	10.7	10.5	17.5	37.4	21	65
NM201											3.61	3.92	17.5	17.4	21.1	70
NM207	16.6	17.8	18.1	0	20.3						63					
NM220	20.7	19.1	17.5	180	21						65					
NM234	14.7	14	20	3.27	20.2						50					
NM235	8.27	5.13	13.5	0.01	19.7						60					
NM263	11.7	11.7	17.5	0.167	20.4						30					
NM270	14.5	13.7	15	0	19.6						22					
NM279	23.9	24.1	24.9	0.01	22.1						66					
NM287	7.25		10	0.05	21.9						68					

また、本測定で使用した TMA(TMA-60 : 島津製作所)の概略図を図 6-2 に示す。そしてその原理図を図 6-3 に示す。加熱炉で試料を加熱することで試料が膨張する。その膨張量をプローブで検出部に伝え、検出部で移動量を検出することで、熱膨張量を測定することが出来る装置である。



図 6-2 : TMA 概略図

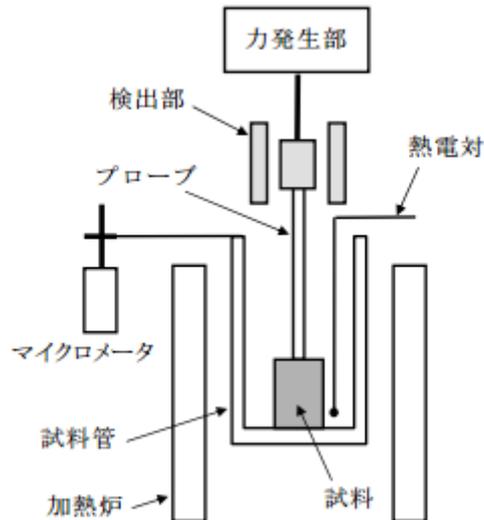


図 6-3 : TMA 原理図

図 6-4 に示すように、高分子材料において、50°Cから 100°Cあたりまでの傾きの緩やかな部分がガラス状態、130°Cから 200°Cの傾きの大きい部分をゴム状態と言う。また、ガラス状態の接線とゴム状態の接線を延ばして交差した点（この時、接点は 80°Cと 150°Cとした）が Tg である。

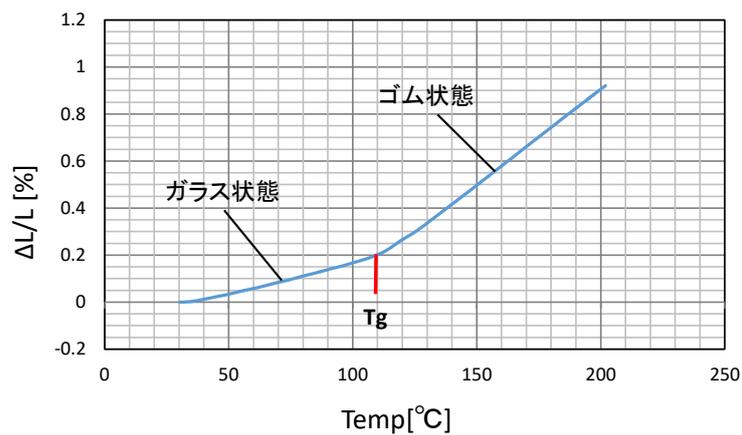


図 6-4 : 測定例

6.2. 分析条件の選定

先行研究^[19]では、ガラス転移点 T_g の関係は図 6-5 のような結果となった。しかし、測定中に T_g 付近の温度で内部ひずみによる影響が生じており (図 6-6)、測定結果に正確性が欠けていた。そこで、一度 TMA 測定した試料の条件を変えて測定することで、 T_g 付近の温度で生じる平坦な部分が解消できる条件を求めた。

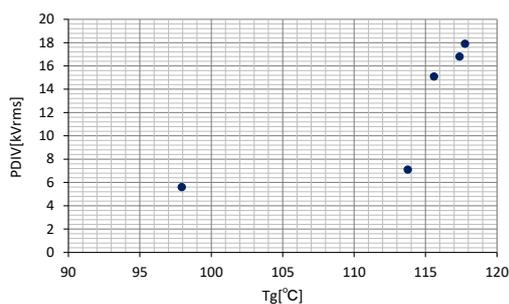


図 6-5 : T_g -PDIV

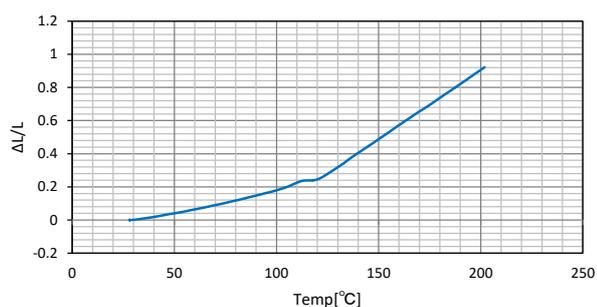


図 6-6 : 温度 - 膨張率

調査には NM154 と NM207 の 2 試料を選んだ。2 試料の詳細を表 6-2 に示す。また、これまでの測定方法 (昇温速度: $3^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 、温度範囲: 室温 \rightarrow 200 $^{\circ}\text{C}$ 、過重: -50.0g) で測定した際の膨張結果を図 6-7、図 6-8 に示す。

表 6-2 : 測定試料詳細

試料No.	保管方法	epoxyロット	作成方法	混練方法	二次硬化[$^{\circ}\text{C}$]	PDIV[kV]	PDEV[kV]	BDV[kV]	BD t [min]	temp[$^{\circ}\text{C}$]	湿度[%]
NM154	通常	2013-12	金型分解	攪拌機	120	11.2	9.8	17.5	0.55	23.2	22
NM207	低湿	2015-05	ピン抜き		130	16.6	17.8	18.1	0	20.3	63

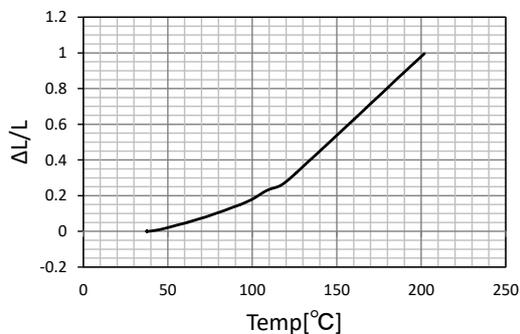


図 6-7 : No.154 温度-膨張率

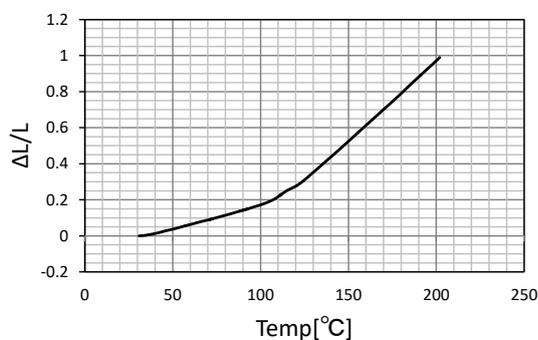


図 6-8 : No.207 温度-膨張率

これまで、過重-50.0g 下、昇温速度 3°C/分で室温から 200°Cまで昇温させた後、室温まで冷却することで測定した。

今回、以下の 3 つの条件で調査を行った。(図 6-9~12)

- [1] 予め恒温槽で加熱・冷却した後、TMA 測定を実施
- [2] 上限 200°Cで測定し、室温まで冷やした後、もう一度上限 200°Cで測定
- [3] 上限 130°Cで測定し、室温まで冷やした後、上限 200°Cで測定

これらの 3 条件での測定結果を以降に示す。

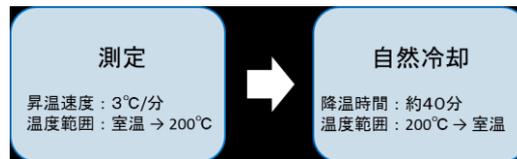


図 6-9：通常時の測定条件



図 6-10：条件 1



図 6-11：条件 2

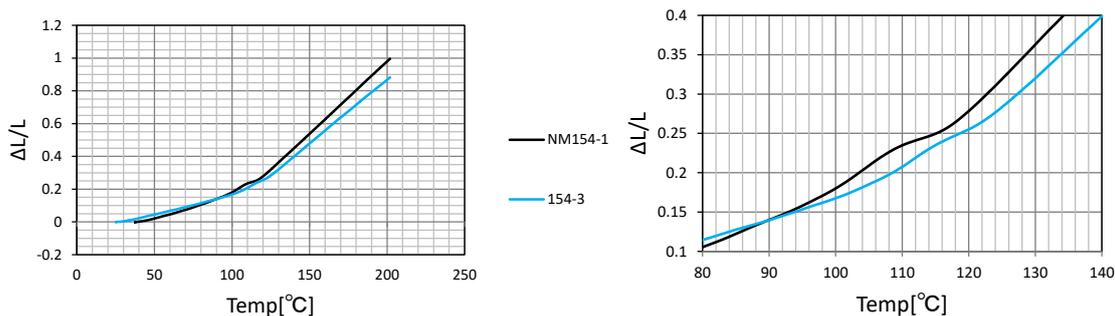


図 6-12：条件 3

6.2.1 条件1・恒温槽にて前処理

130°Cで30分間、恒温槽で加熱した後、4時間かけて室温まで冷却。その後、室温から上限温度200°Cまで3°C/分の昇温速度でTMA測定を実施。測定後は約40分かけて室温まで冷却した。

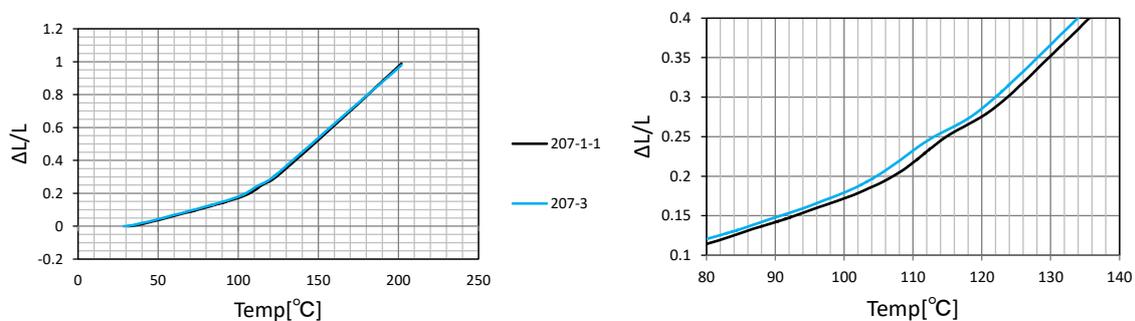
NM154、NM207の測定結果を図6-13、図6-14に示す。平坦な部分は短くはなったが残ってしまった。また、NM154に関して、ゴム状態の部分で熱膨張率に差が出た。



(a) 全体図

(b) 拡大図

図 6-13 : NM154 結果



(a) 全体図

(b) 拡大図

図 6-14 : NM207 結果

6.2.2 条件2・セカンドスキャン

室温から上限温度 200°Cまで 3°C/分の昇温速度で TMA 測定をし、測定後は約 40 分かけて室温まで冷却した。この作業を 3 回繰り返した。

NM154、NM207 の測定結果を図 6-15、図 6-16 に示す。黒線が 1 回目、赤線が 2 回目、緑線が 3 回目のデータである。2 回目、3 回目共に平坦な部分は短くはなったが残ってしまった。また、NM154 はゴム状態の部分に、NM207 はガラス状態の部分に熱膨張率に差が出た。

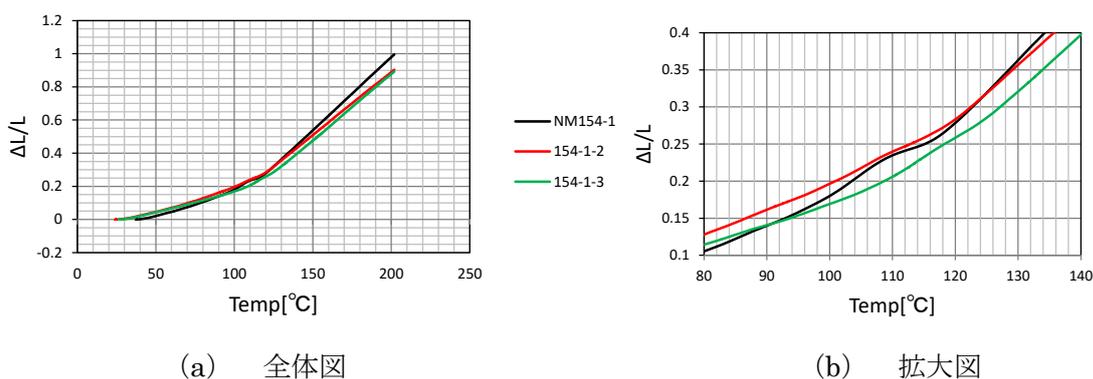


図 6-15 : NM154 結果

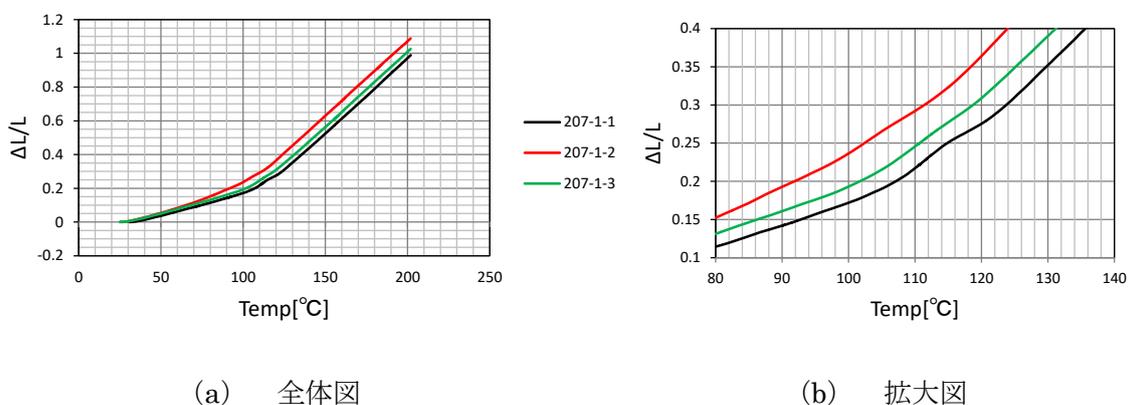


図 6-16 : NM207 結果

6.2.3 条件3・上限温度を変えてセカンドスキャン

室温から上限温度 130℃まで 3℃/分の昇温速度で TMA 測定をし、測定後は約 30 分かけて室温まで冷却した。その後、室温から上限温度 200℃まで 3℃/分の昇温速度で TMA 測定をし、測定後は約 40 分かけて室温まで冷却した。そして、2 回目の昇温時の結果から Tg 等のデータを取得した。

NM154、NM207 の測定結果を図 6-17、図 6-18、表 6-3、表 6-4 に示す。赤線が上限温度 130℃時のデータ、青線が上限温度 200℃時のデータ、黒線が以前のデータである。目視ではあるが、最終的に、平坦な部分はなくなったように見える。この結果から、Tg 付近の平坦な部分は内部応力ひずみによるものと考えられ、130℃までの加熱で応力はほぼ緩和できると考えられる。

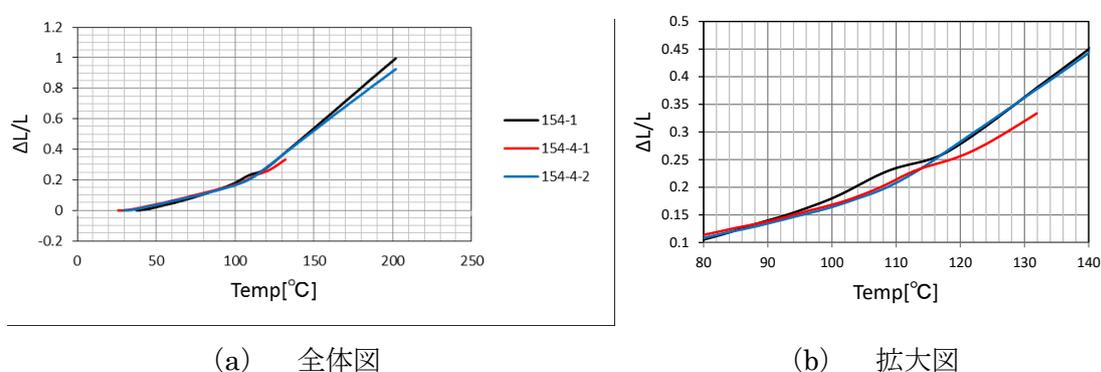


図 6-17 : NM154 結果

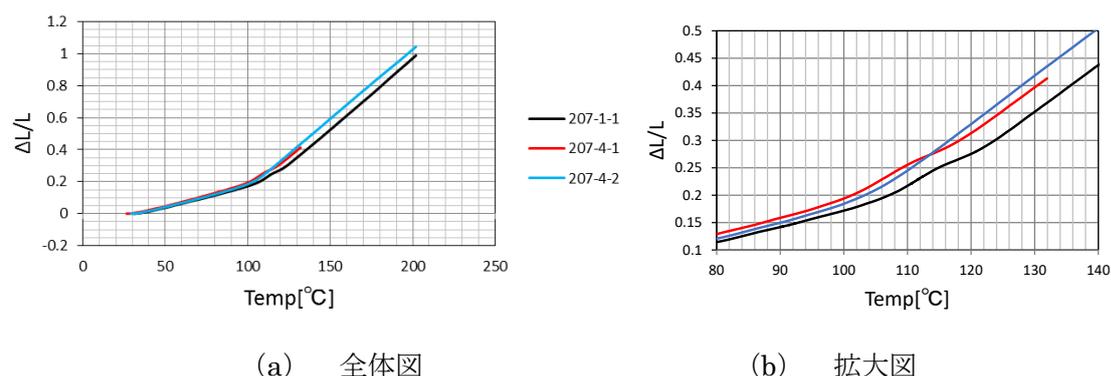


図 6-18 : NM207 結果

表 6-3 : NM154 結果

表 6-4 : NM207 結果

熱膨張率 [$\times 10^{-6}/K$]				熱膨張率 [$\times 10^{-6}/K$]			
試料No.	Tg[°C]	ガラス状態	ゴム状態	試料No.	Tg[°C]	ガラス状態	ゴム状態
154-1	105.05	23.52	79.48	207-1	108.1	26.37	87.52
154-4-2	105.73	24.83	78.44	207-4-2	108.72	27.57	87.22

平坦な部分が解消できたので、以前測定した試料から NM109、NM116 の 2 つも再評価した。その結果を図 6-19、図 6-20、表 6-5、表 6-6 に示す。

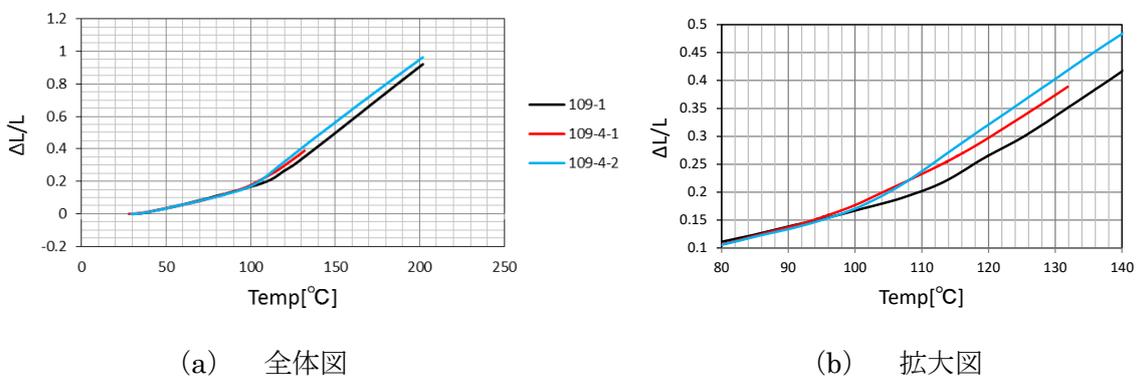


図 6-19 : NM109 結果

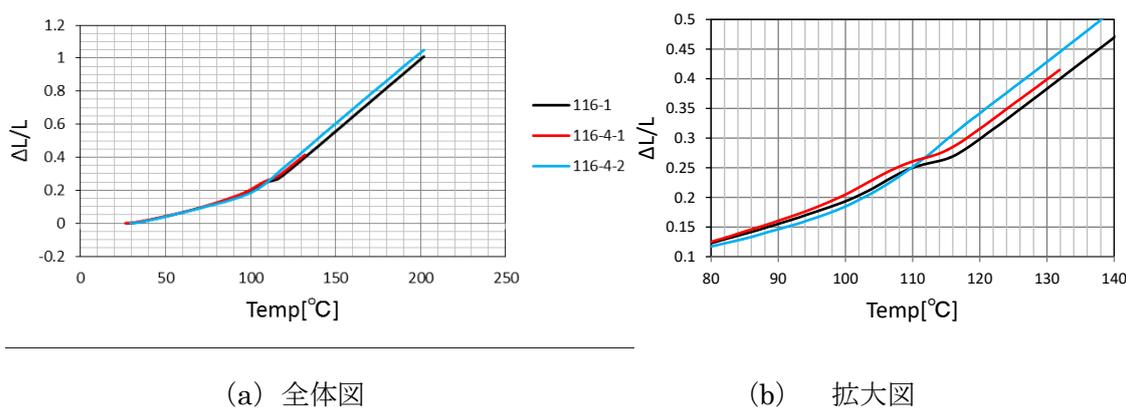


図 6-20 : NM116 結果

表 6-5 : NM109 結果

試料No.	熱膨張率 [$\times 10^{-6}/K$]		
	Tg[°C]	ガラス状態	ゴム状態
109-1	101.52	29.84	87.6
109-4-2	98.83	25.32	78.25

表 6-6 : NM116 結果

試料No.	熱膨張率 [$\times 10^{-6}/K$]		
	Tg[°C]	ガラス状態	ゴム状態
116-1	102.13	27.72	86.81
116-4-2	102.02	26.17	86.91

これら4つの結果から、Tg-PDIV グラフと、ガラス・ゴム状態別の膨張率のグラフを図6-21、図6-22に示す。

図6-21からは、以前の傾向（Tgが低いとPDIVも低い）が見られた。Tgは以前より低い傾向があるが、平坦な部分が解消できたことが影響していると考えられる。また図6-22より、本条件（上限温度を変えてのセカンドスキャン）は以前のデータのばらつきの範囲内に収まっており、傾向に変化は見られなかった。

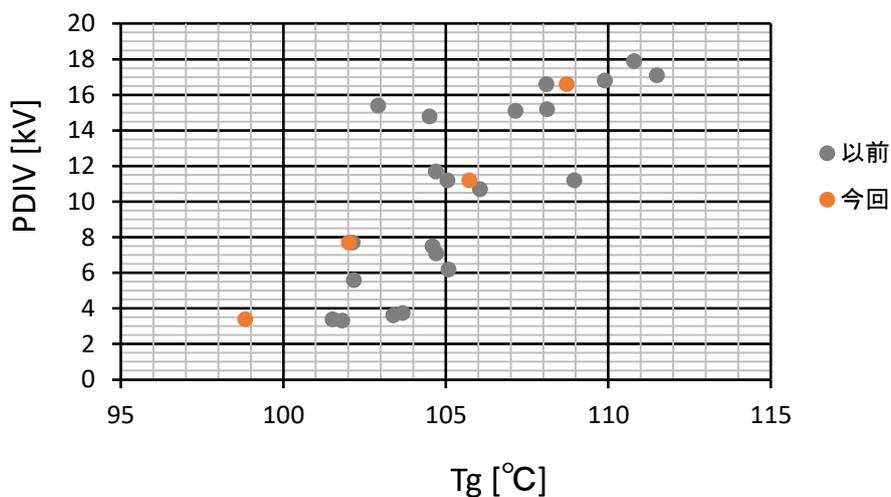


図 6-21 : Tg - PDIV

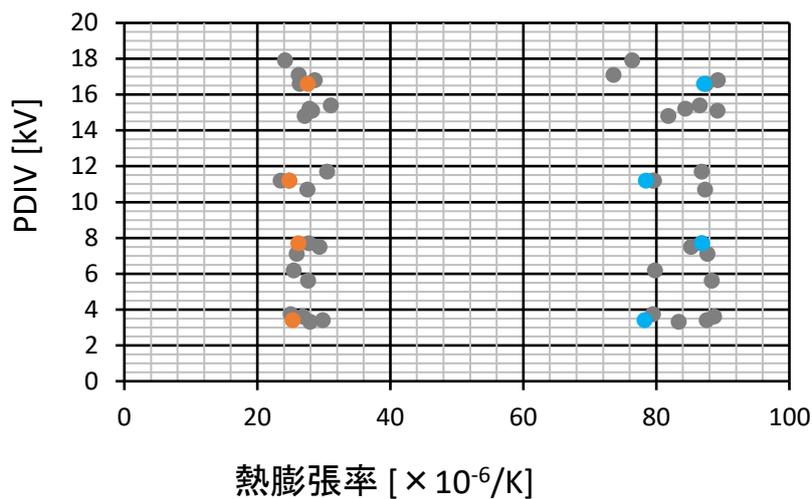


図 6-22 : 熱膨張率 - PDIV
(橙点 : ガラス状態、青点 : ゴム状態)

6.2.4 分析条件の選定

ここまでの結果から、条件3「上限温度を変えてのセカンドスキャン」方法が一体型 V-t 試料の熱機械分析を行うのに適した条件であるとわかった。このため表 6-1 の試料に 6.2.3 の条件を適応して TMA 測定を行い、以下に示す。

6.3 熱機械分析結果

図 6-23～図 6-45 に、縦軸に線膨張量 ΔL を元の試料長さ L で割った膨張率 $\Delta L/L$ 、横軸に温度としたグラフを示す。ガラス転移点 T_g と膨張率のそれぞれの結果をまとめたものを表 6-7 に示す。

表 6-7 : 熱機械分析結果

試料No.	保管方法	epoxyロット	作成方法	混練方法	二次硬化[°C]	PDIV[kV]	PDEV[kV]	BDV[kV]	BD t [min]	temp[°C]	湿度[%]	熱膨張率 [$\times 10^{-6}/K$]						
												T_g [°C]	ガラス状態	ゴム状態				
NM106	通常	2013-4	金型分解	手	120	3.32	3.13	13.5	0	26.9	61	99.66	28.27	85.1				
NM107						7.5	6.6	9.5	0	26.9	61	102.86	28.37	84.54				
NM109						3.4	2.8	17.5	0.0333	25.8	73	98.83	25.32	78.25				
NM111						11.7	9.3	14.7	0	25.8	73	104.22	31.98	85.73				
NM116						7.7	6.3	17.5	0.5	24.9	74	102.02	26.17	86.91				
NM119						5.6	4.5	17.5	3.33	24.2	62	101.08	27.55	83.33				
NM121						15.4	15.2	16.8	0	24.1	74	106.96	25.69	80.21				
NM134						14.8	13.8	17.5	132.45	24.8	63	103.5	26.52	78.61				
NM138						17.1	16.7	17.5	9.87	24	48	107.62	27.19	84.91				
NM154						11.2	9.8	17.5	0.55	23.2	22	105.73	24.83	78.44				
NM156						11.2	8.3	17.5	0.05	24.2	18	105.62	27.59	80.87				
NM173						17.9		17.9	0	21	28.6	105.84	27.86	81.99				
NM185						2014-10				15.2	13.2	20.7	0			105.12	28.67	87.42
NM196										10.7	10.5	17.5	37.4	21	65	104.49	29.54	88.61
NM201	低湿	2015-05	ピン抜き	攪拌機	130	3.61	3.92	17.5	17.4	21.1	70	102.36	28.25	84.46				
NM207						16.6	17.8	18.1	0	20.3	63	108.72	27.57	87.22				
NM220						20.7	19.1	17.5	180	21	65	109.99	26.34	81.64				
NM234						14.7	14	20	3.27	20.2	50	107.55	26.02	81.56				
NM235						8.27	5.13	13.5	0.01	19.7	60	104.95	29.13	84.97				
NM263						11.7	11.7	17.5	0.167	20.4	30	104.03	24.25	80.15				
NM270						14.5	13.7	15	0	19.6	22	108.66	27.64	83.2				
NM279						23.9	24.1	24.9	0.01	22.1	66	109.73	26.88	83.21				
NM287						7.25		10	0.05	21.9	68	101.27	28.19	80.99				

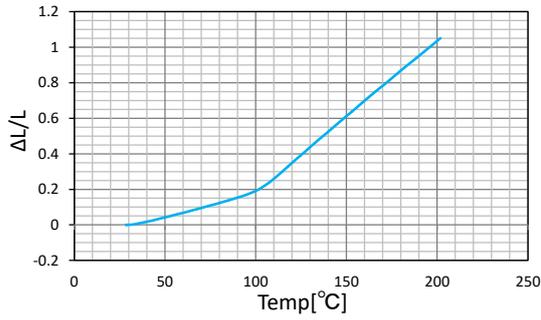


図 6-23 : No.106

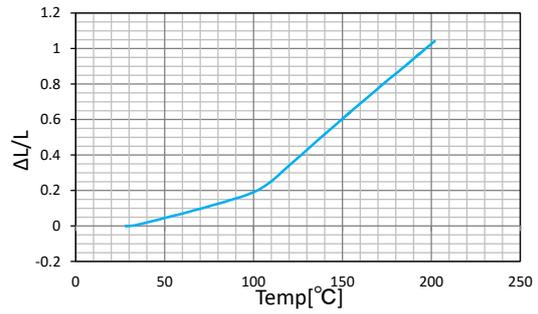


図 6-24 : No.107

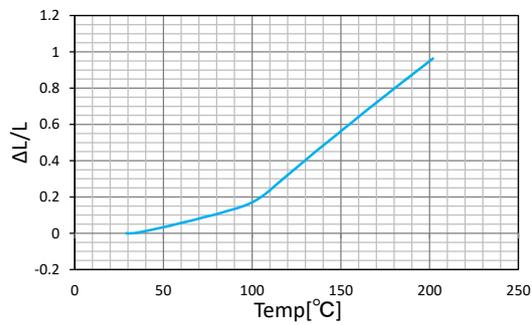


図 6-25 : No.109

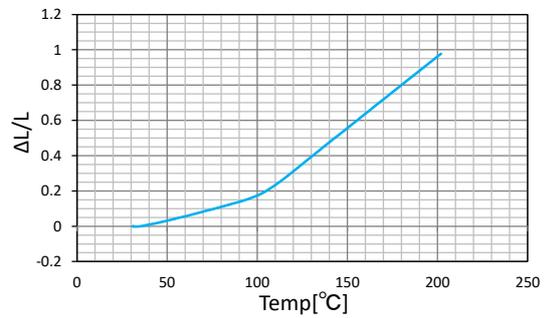


図 6-26 : No.111

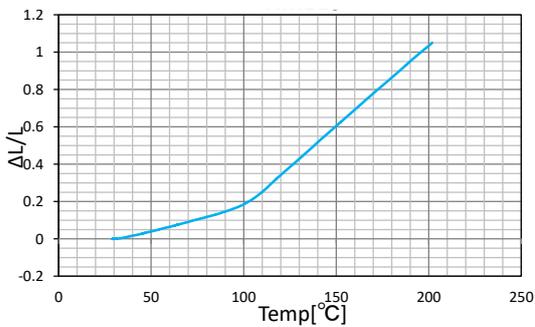


図 6-27 : No.116

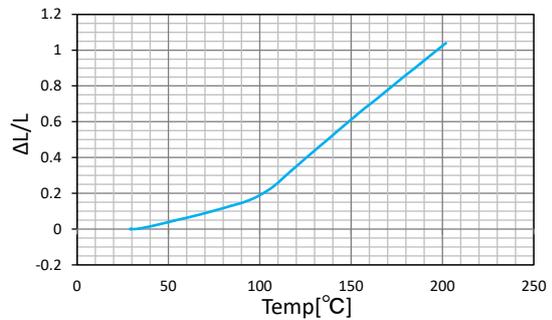


図 6-28 : No.119

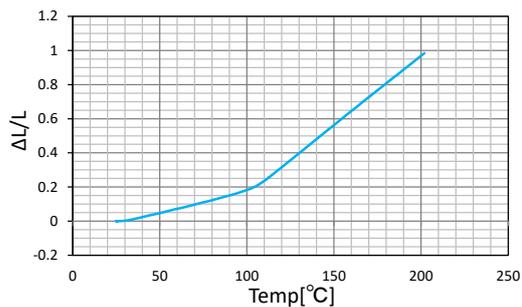


図 6-29 : No.121

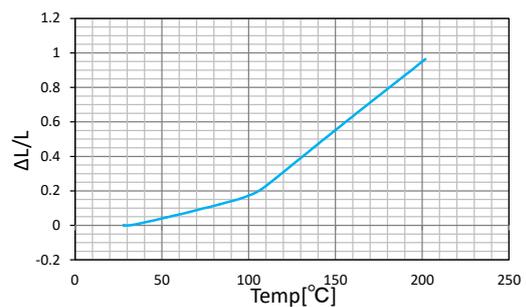


図 6-30 : No.134

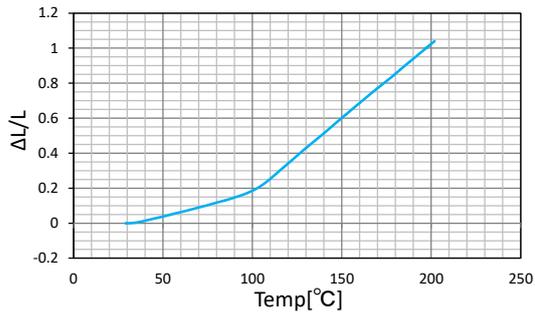


図 6-31 : No.138

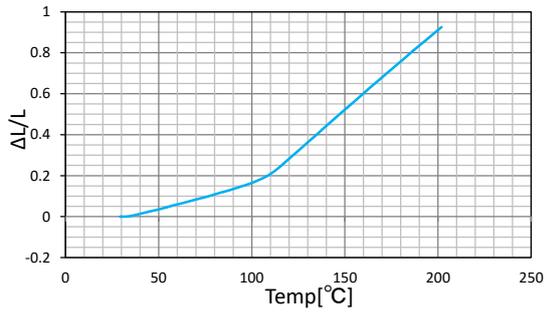


図 6-32 : No.134

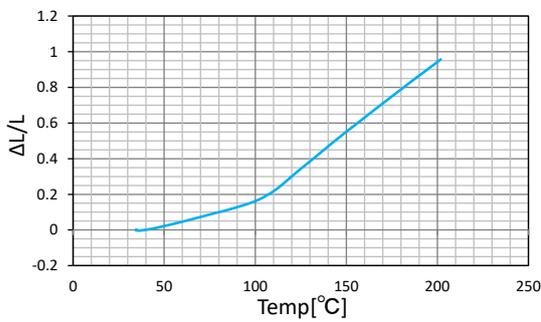


図 6-33 : No.156

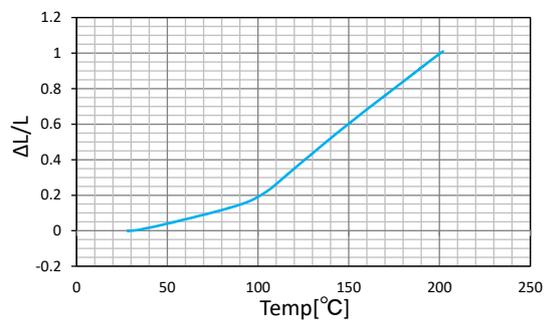


図 6-34 : No.173

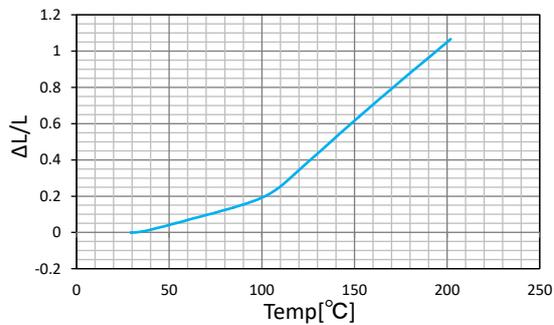


図 6-35 : No.185

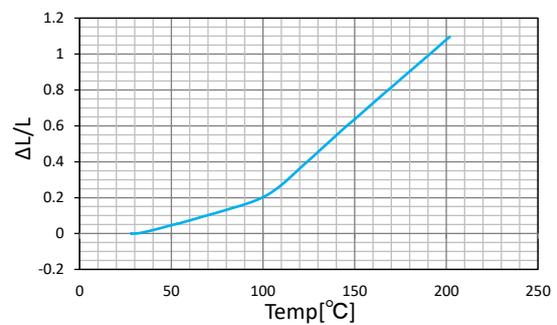


図 6-36 : No.196

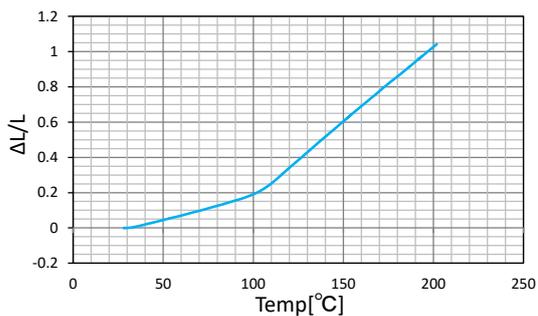


図 6-37 : No.201

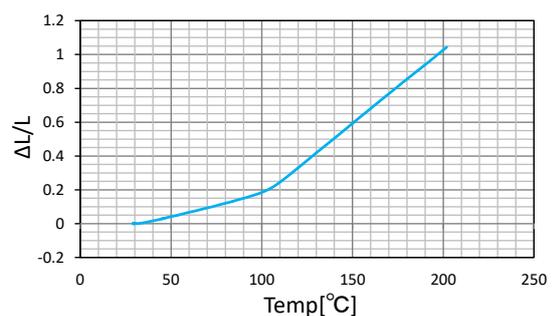
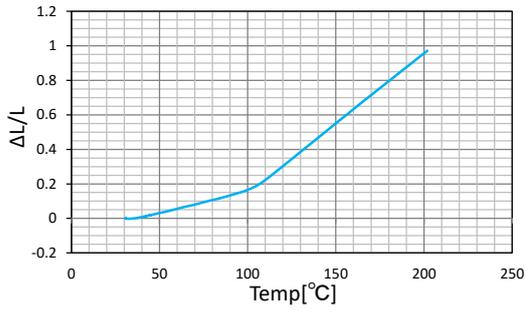
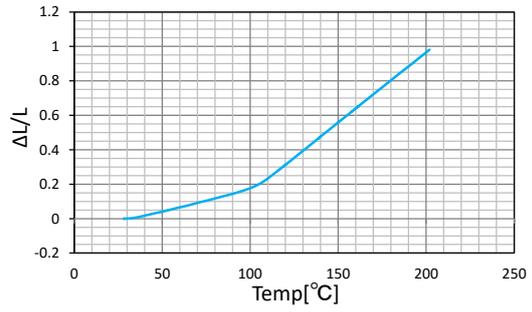


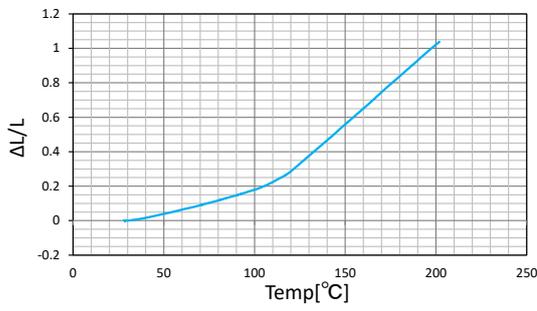
図 6-38 : No.207



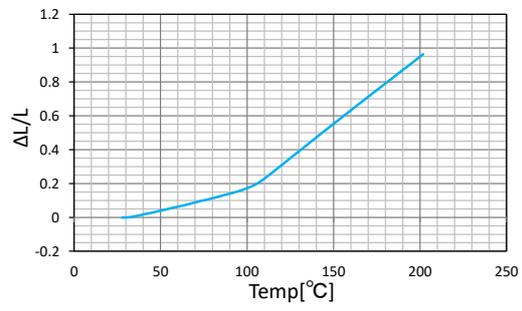
☒ 6-39 : No.220



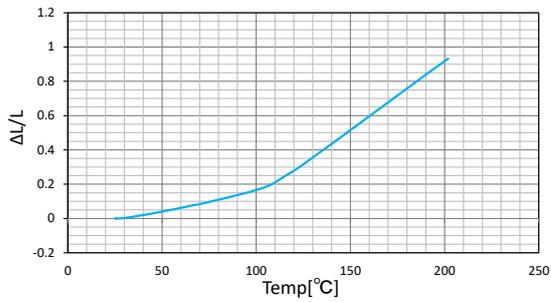
☒ 6-40 : No.234



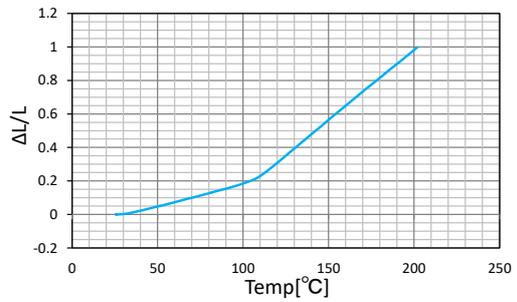
☒ 6-41 : No.235



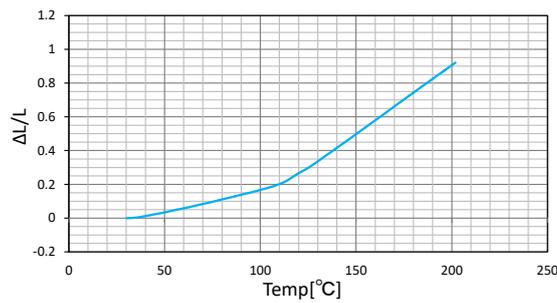
☒ 6-42 : No.263



☒ 6-43 : No.270



☒ 6-44 : No.279



☒ 6-45 : No.287

測定結果から Tg-PDIV グラフを作成し、試料のロット別に色分けしたものを図 6-46 に示す。

図 6-46 より、Tg が低いと PDIV も低いという傾向があることがわかる。

また、4 章（図 4-15、図 4-19）で試料ロットによって PDIV にばらつきが生じていると述べたように、Tg にも試料ロットによるばらつきが生じていることがわかる。ロットごとに最小二乗法を用いて近似曲線を求め、図 4-47 に示す。またその時のパラメータを表 6-8 に示す。最小二乗法を用いた Tg-PDIV 特性から、2013-4 ロットと 2015-12 ロットが似た傾向となっている。この 2 つの試料群は様々な試料作成方法や試料作成時の環境要因が含まれており、Tg と PDIV の間の関係には作成方法や作成方法は大きく影響しておらず、試料ロットが大きく影響していると考えられる。

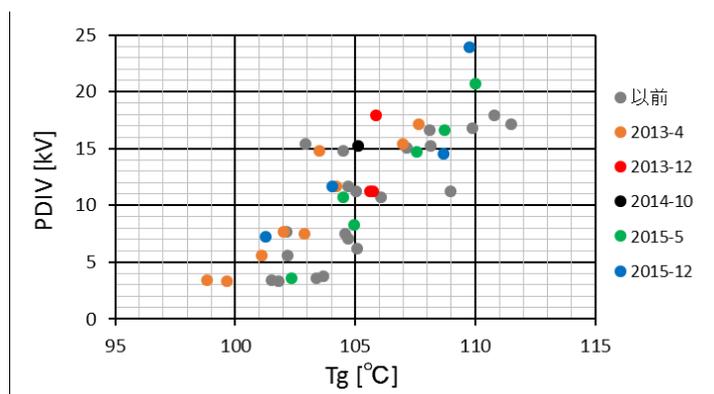


図 6-46 : Tg – PDIV

表 6-8 : 図 6-46 の近似曲線の傾き

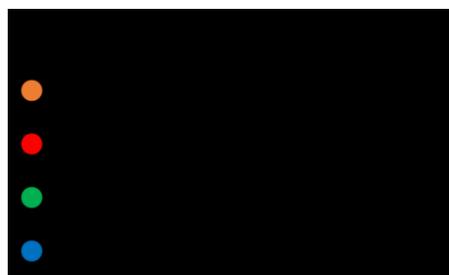
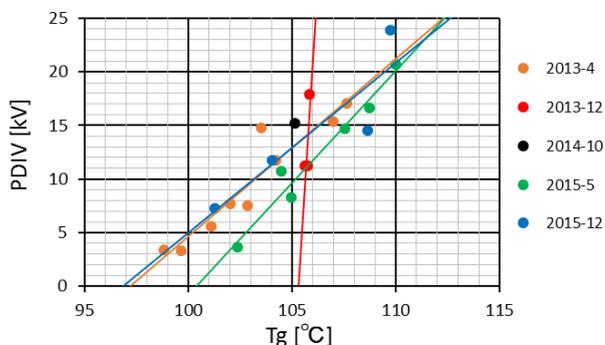


図 6-47 : 最小二乗法を用いた Tg – PDIV 特性

同様に Tg - PDEV の関係を図 6-48 に示す。4 章の図 4-14 に示したように、PDIV と PDEV は比例関係であり、Tg-PDIV と同様の結果となった。

また、ガラス状態とゴム状態での膨張率を図 6-49 に示す。橙色の点がガラス状態、青色の点がゴム状態での膨張率である。膨張率には何かしらの傾向はないことがわかった。

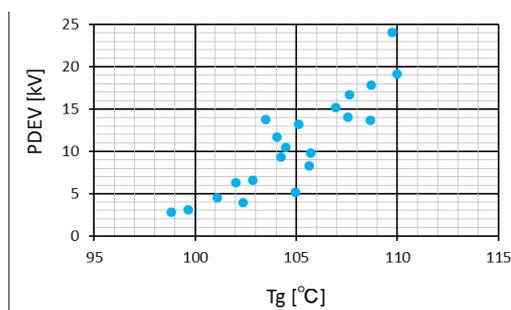


図 6-48 : Tg PDEV

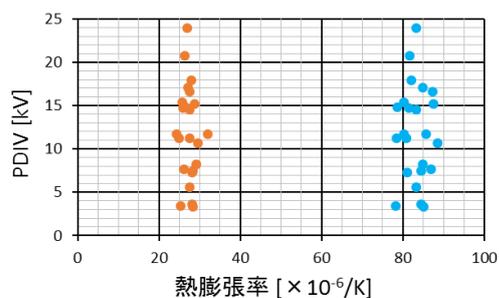


図 6-49 : 膨張率 - PDIV
(橙 : ガラス状態、青 : ゴム状態)

また、Tg を試料番号順に並べたグラフを図 6-50 に示す。Tg の高さと PDIV の大きさには相関があることから、図 4-17 と同じ傾向となっている。

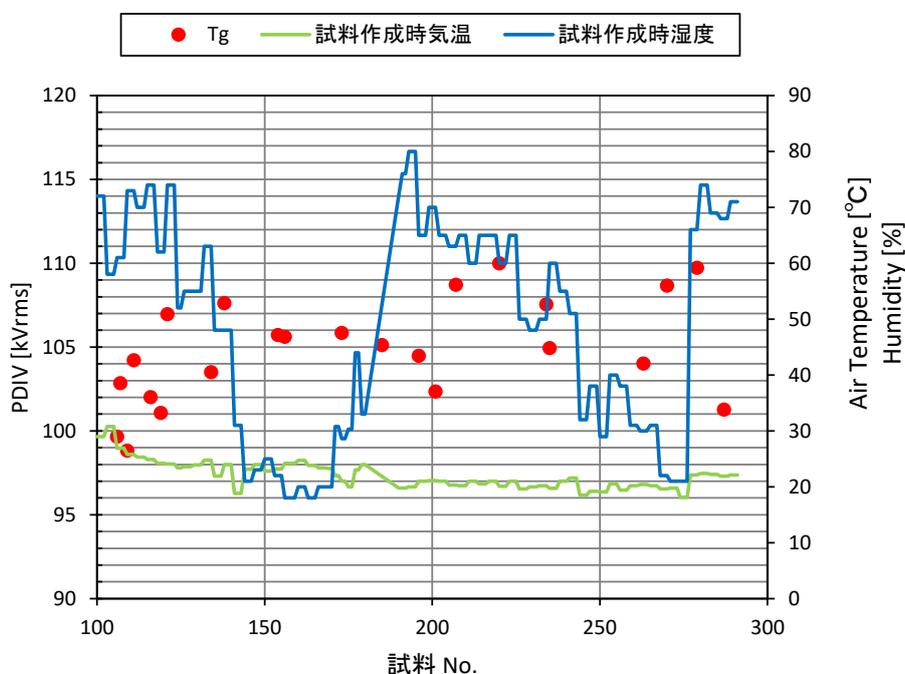


図 6-50 : Tg・試料作成時の気温・湿度の推移
(横軸 : 試料番号)

次に、 T_g と 4 章で測定した PDIV 測定試験 1 発目の電荷量 Q_1 の間の関係を調査し、図 6-51 に示す。PD 測定 1 発目の電荷量 Q_1 が大きいと T_g が低いという右下がりの傾向が見られた。

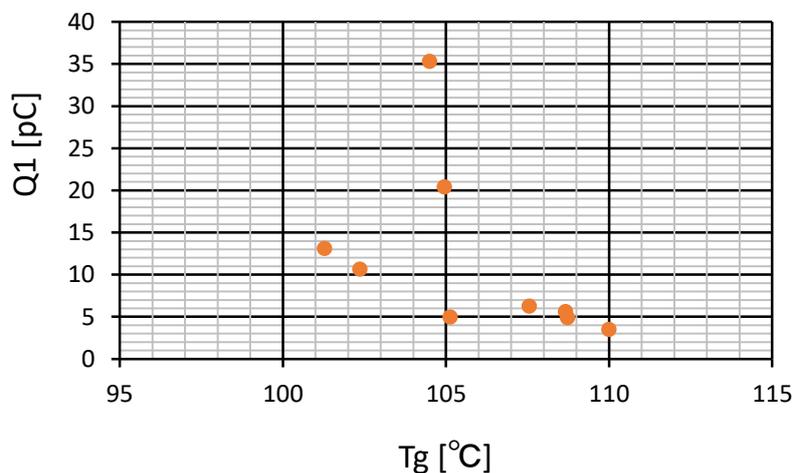


図 6-51 : $T_g - Q_1$

また、 T_g と 4 章で測定した寿命時間の関係を調査した。 $V-t$ 試験において印加電圧 17.5kV とした試料に関して T_g 対寿命時間のグラフを作成し、図 6-52 に示す。

ばらつきがあるが、 T_g が低いと寿命時間が短い、という右上がりの傾向がわかった。先述のように T_g には試料ロット差が影響しているということで、ロット別に色分けしてみると、ロットごとに右上がりの傾向がみられる。

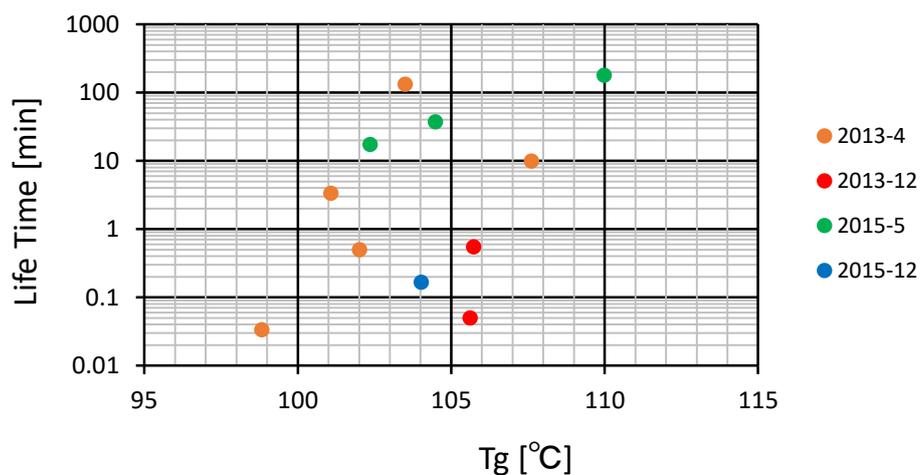


図 6-52 : $T_g -$ 寿命時間 (17.5kV)

6.4 熱機械分析 考察

ここまでの熱機械分析の結果、『 T_g が低いと PDIV が低い』、『ガラス状態・ゴム状態での膨張率に差はない』ということがわかった。この 2 つのことから、高分子の架橋密度が低い、すなわちガラス転移点が低いと、試料硬化後の温度下降時の収縮が大きくなり、電極と樹脂の間に剥離が起きやすくなることで部分放電開始電圧値の低下に繋がったのでは、と考えた。横軸に温度、縦軸に寸法の伸び ΔL とした TMA 測定結果の概略図を図 6-53 に示す。図 6-53 のように、青色のガラス転移点が高い試料に比べて、赤色のガラス転移点が高い試料は、硬化温度から室温に戻る際の収縮量が大きくなる。収縮量が大きいほど剥離が発生し、剥離が原因の部分放電が、低い電圧での発生に繋がっていると考える。

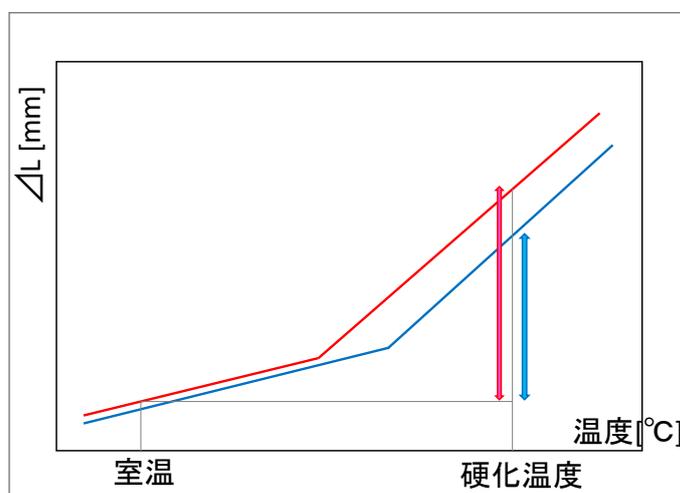
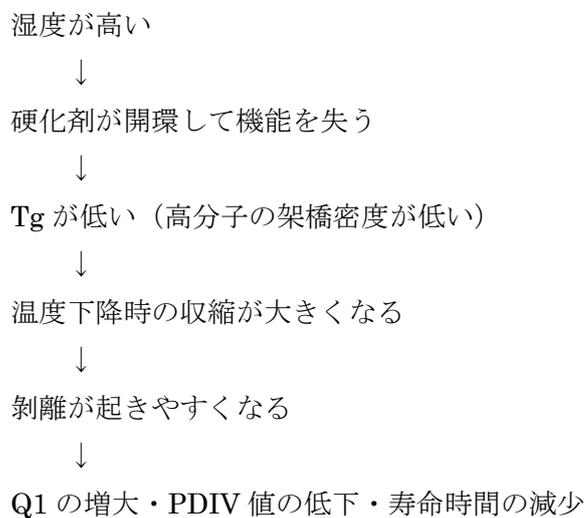


図 6-53 : T_g の差による寸法変化 概要図

また、『Tg が低いと寿命時間が短い』、『Tg が低いと Q1 が大きい』という結果も含め、試料の性質 (Tg) と電氣的要因 (部分放電・試料寿命) の間には



という一連の関係性があると考えられる。4 章で PDIV や寿命時間のばらつきが材料のロットや湿度に依存していたこと、また、材料提供先の保管状態やロットが不明なことから、4 章と同様に材料のロットや湿度が Tg のばらつきに影響していると考えられる。

6.5 熱機械分析まとめ

熱機械分析機(TMA)を用いて、4章での測定結果をガラス転移点(Tg)と熱膨張率の観点から検討を行った。結果のまとめを以下に記す。

1. Tg 付近の温度での内部ひずみによる影響を避けるため、上限温度を変えてセカンドスキャンした結果を測定結果とした。
2. Tg に関して、“Tg が低いと PDIV も低い”、“Tg が低いと PDIV 測定試験 1 発目の電荷量 Q1 が大きい”、“Tg が低いと V-t 試験時の寿命時間が短い”という傾向を示した。
3. Tg のばらつきにも PDIV と同様にエポキシ樹脂・硬化剤のロット、湿度が大きく影響していることがわかった。
4. ガラス状態、熱状態での膨張率に差は見られなかった。
5. ①Tg が低いと PDIV が低いこと、②ガラス状態・ゴム状態での熱膨張率に差は見られないこと、の 2 点から、Tg が低い（高分子の架橋密度が低い）と温度下降時の収縮が大きくなり、剥離が起きやすくなることで PD の低下や寿命時間の減少につながることが考えられた。

以上のことから、固体絶縁樹脂の状態の差が、部分放電開始電圧や寿命時間に影響を及ぼすことが確認できた。

特に、以下の 4 点を今後の考察に用いる。

- ⑤ Tg 低い→PDIV 低い
- ⑥ Tg 低い→Q1 大きい
- ⑦ Tg 低い→寿命時間短い

ここまでに、『部分放電が寿命に与える影響の解明』を目的とし、単純化した電極系モデルを用いて部分放電試験、絶縁破壊試験を行うことにより、微小空間における部分放電現象や絶縁破壊、寿命時間の調査を行った。また、エポキシ樹脂の寿命には放電に関する様々な要因が影響しており、放電に関する要因には何が影響しているのかを調べるための1つとして、TMA測定を実施した。

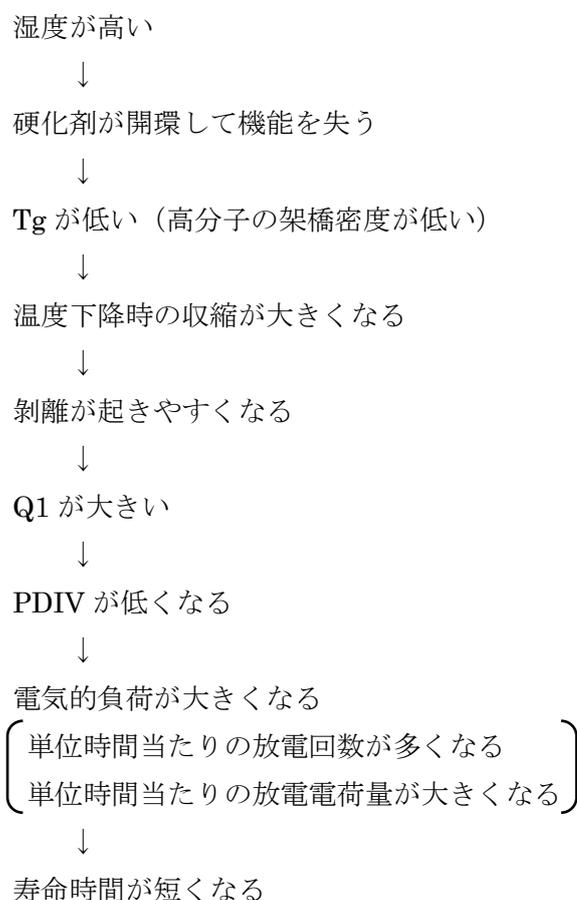
4章から以下の結果が確認された。

- ① 初期電荷量 Q_1 が大きい→PDIV が低い
- ② 単位時間あたりの放電回数が多い→寿命が短い
- ③ 単位時間あたりの放電電荷量が多い→寿命が短い
- ④ 初期に大きな放電が多く発生する→寿命が短い

また、6章から以下の結果が確認された。

- ⑤ T_g が低い→PDIV が低い
- ⑥ T_g が低い→ Q_1 が大きい
- ⑦ T_g が低い→寿命時間が短い

これらの点を踏まえて、本稿のエポキシ樹脂試験試料の試料性質・部分放電・絶縁寿命の間には



という一連の関係が予想される。剥離の起きやすさについてはまだ想像の範囲なので、今後調査する必要がある。

第 7 章 総括

第 1 章では、序論として背景と、固体絶縁機器における機器寿命に対する部分放電の重要性を述べ、本研究の目的と本論文の概略を述べた。

第 2 章では、放電現象の基礎理論と、放電から破壊までの流れの理論を追った。

第 3 章では、実験に使用した回路やそれに付随する使用機器の紹介を行った。

第 4 章では、本研究の目的である、部分放電が固体絶縁体に与える影響の調査のために一体型 V-t 試験試料を使用して各種試験を行った。以下に結果を要約する。

1. 部分放電電圧測定の結果、“ Q_1 が大きいと PDIV が低い”という傾向がわかった。また、PDIV はばらつきが多かったが、試料ロットや季節要因とやや関係性があり、特に湿度に関しては試料作成時の湿度が高いと PDIV のばらつきが大きくなることがわかった。
2. V-t 試験に関して、同一の条件の下、試料の作製を行っていたが、結果に大きなばらつきが生じ、傾向がつかめなかった。
3. V-t 試験中の部分放電電荷量測定の結果、“単位時間あたりの放電回数が多いと寿命が短い”、“単位時間あたりの放電電荷量が多いと寿命が短い”、“初期に大きな放電が多く発生すると寿命が短い”という傾向がわかった。

第 5 章では、 $Mg(OH)_2$ を充填した一体型 V-t 試験試料での各種試験を行った。以下に結果を示す。

1. 部分放電電圧測定試験の結果、通常試料と比較して高い PDIV 値となり、通常試料より耐電圧性が高いことがわかった。しかし、硬化前の試料の粘度が高いことから、ボイド放電と思われる PDIV 値となった試料が多く存在した。
2. V-t 試験の結果、充填剤なしの試料と比較して高い電圧まで昇圧でき、耐電圧性が高いことがわかった。

第 6 章では、TMA による熱機械分析を行い、ガラス転移点 (T_g) と熱膨張率の観点から検討を行った。以下にその結果を記す。

1. “ T_g が低いと PDIV も低い”、“ T_g が低いと PDIV 測定試験 1 発目の電荷量 Q_1 が大きい”、“ T_g が低いと V-t 試験時の寿命時間が短い”という 3 つの大きな傾向を示した。
2. ① T_g が低いと PDIV が低いこと、②ガラス状態・ゴム状態での熱膨張率に差は見られないこと、の 2 点から、 T_g が低い (高分子の架橋密度が低い) と温度下降時の収縮が

大きくなり、剥離が起きやすくなることで PD の低下や寿命時間の減少につながる
ことが考えられた。また、第 4 章の結果も踏まえて、エポキシ樹脂試験試料の試料性質・
部分放電・絶縁寿命の間の繋がりを考察し、今後の課題を提唱した。

以上のことから、部分放電の大きさ、発生の仕方が試料の寿命に大きく影響しており、架
橋のような試料の状態の差が部分放電開始電圧や寿命時間に影響を及ぼしていることが確
認できた。

謝辞

本論文の作成にあたり、指導と討論などに非常に多くの貴重な時間を割いていただき、また日常の生活においても多くの助言をいただいた、三重大学工学部 飯田 和生 教授に深く感謝いたします。本研究を進めるに辺り、数多くのご鞭撻を賜りました、技術職員 堀田 克則 氏ならびに 太田 司 氏に厚くお礼申し上げます。数々の有益な御助言や、討論における取りまとめをしてくださった三重大学地域イノベーション学研究科 梅村 時博 教授には心から感謝いたします。本論文で用いた実験回路、測定プログラムについて、お忙しい中大変尽力してくださった、研究を進める上で適切な助言をいただき、質問に対して親身に返答していただいた東芝産業機器システム(株) 東山 雅一 氏、前田 照彦 氏、尾崎 多文 氏、中前 哲夫 氏、(株)東芝 中村 勇介 氏、廣瀬 達也 氏、九州工業大学工学部 匹田 政幸 教授、小迫 政裕 准教授に感謝いたします。また日ごろから研究の指導や、助言をしてくださった三重大学工学研究科 上羽 正堯 先輩に深く感謝いたします。協力し合い一緒に研究を進めてきた研究室の仲間に変感謝しております。最後になりましたが、影ながら支えてくださり修士課程まで進学させてくださった両親に深く謝意を申し上げます。

参考文献

- (1) 乾昭文、山本充義、川口芳弘：「電気機器技術史 一事始めから現在まで」、成文堂、第1版（2013）
- (2) 山本修、濱田昌司：「高電圧工学」、オーム社（2013）
- (3) 関西電気保安協会(2014)：「電気の通り道 発電所から自宅まで」、
<www.ksdh.or.jp/information/line.html>（参照 2016-12-9）
- (4) 武藤三郎：「電力用機器」、森北出版、第1刷、p 110（1973）
- (5) 岩本光正：「有機絶縁材料の最先端」、シーエムシー出版、第1刷、p 209（2007）
- (6) Hepburn, D.M.Kemp, I.J.Shields, A.J.Cooper, J: “Degradation of epoxy resin by partial discharges”, Science, Measurement and Technology, IEE Proceedings vol. 147, p. 97 -104 (2000)
- (7) 武田進：「気体放電の基礎 改訂版」、東京電機大学出版局、第3版、p.49 (1990)
- (8) 電気学会編集：「放電ハンドブック」、オーム社、再版4刷（1982）
- (9) 電気学会編集：「放電ハンドブック 上巻」、オーム社、初版（1990）
- (10) 電気学会編集：「放電ハンドブック 下巻」、オーム社、初版（1990）
- (11) IEC：“Partial Discharge Measurements”, IEC Pub. 270 (1963)
- (12) C. Schmitt：“X-ray triggered PD measurements in small sized spherical voids at the detection limit”、Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena（2014）
- (13) 日高邦彦：「高電圧工学」、数理工学社（2009）
- (14) 西澤仁：「難燃化技術」、工業調査会（2003）
- (15) 垣内弘：「新エポキシ樹脂」、昭晃堂、初版（1985）
- (16) 新エネルギー・産業技術総合開発機構：「4,4'-イソプロピリデンジフェノールと1-クロロ-2,3-エポキシプロパンの重縮合物（液状のものに限る。）（別名ビスフェノール A 型エポキシ樹脂（液状のものに限る。）） Polymer of 4,4' - isopropylidenediphenol and 1-chloro-2,3-epoxypropane (liquid) 化学物質排出把握管理促進法政令号番号：1-30 CAS 登録番号：25068-38-6」、財団法人 化学物質評価研究機構・独立行政法人 製品評価技術基盤機構、Ver. 1.0 No.99
- (17) 財団法人化学物質評価研究機構 安全性評価技術研究所：「CERI 有害性評価書 テトラヒドロ無水フタル酸 CAS 登録番号：11070-44-3」、同編集（2006）
- (18) Yasuhiro NISHIKAWA, Kazuya OKUBO and Toru FUJII, “Effect of Moisture Absorption at Fabrication Stage on Static and Fatigue Properties for Plain-Woven CF/Epoxy Composites”, Department of Mechanical and Systems Engineering, Doshisha University
- (19) 上羽正堯：「モールド絶縁の寿命に対する部分放電の影響」、三重大学修士論文（2015）
- (20) H. Nakanishi：「エポキシ注型絶縁物の交流耐電圧特性」、三菱電機技報 54(3)、pp. 187-191（1980）

- (21) 青柳浩邦：「エポキシ注型品の実用状態における長時間 V-t 特性」、絶縁材料研究会資料、EIM-77-14
- (22) 太田司：「エポキシ複合体の耐電圧寿命に及ぼす水酸化マグネシウムの効果」、電気学会論文誌 A Vol. 134 No. 5 P327-333 (2014)