絶縁材料の耐内部部分放電性試験法

正員 加子泰彦 (茨城大)

非会員 渡辺茂隆 (茨城大)

正員 東村 豊 (日立)

A New Test Method for Internal Partial Discharge Resistance
of Insulating Materials

Yasuhiko Kako, Member, Shigetaka Watanabe, Non-member (Ibaraki University), Yutaka Higashimura, Member (Hitachi Ltd.)

New test method for internal PD resistance of insulating materials have been studied intensively in the Task Force in CIGRE for over ten years. Recently, the Method II which was developed by authors is now under studying as the international round robin test proposed by domestic Task Force.

This paper describes the new test method concretely and shows some typical test results. This test electrode system is characterized by adhesion of test specimen to the embedded sphere electrode and it may be applicable to all sort of insulating material for the internal PD resistance test under uniform partial discharges. The most important point of this method is to realize the complete adhesion by skillful techniques. It was ascertained that the spread of test data may depend only on the uniformity of materials by this method and the excellent life data can be obtained for some specific materials.

キーワード：試験電極，接着，部分放電，有機絶縁材料，寿命試験

1. ま え が き

絶縁材料の耐内部部分放電性，すなわち絶縁層内部で発生する部分放電によって絶縁材料が破壊するまでの寿命を評価する試験方法については，古くから世界各国で研究が進められ，電気学会においても部分放電劣化に関する専門委員会がこれまでに幾度か設立され，共同研究が行われてきた⁽¹⁾。しかし，まだ標準試験法を確立するまでには至らず，試験法は劣化メカニズムと共に永遠の研究課題といわれる状況である。CIGREにおいては10年以上も前に，IECの要請に応じて，試験法開発のためのTask Forceが発足しており，国内でもこれに対応する国内Task Forceが発足し，精力的な研究が進められてきた。著者らは，国内Task Force発足以来それに参加して共同研究を行うと同時に，1981年には本論文に示すような試験電極

装置を考案し，その検討結果をCIGREのTask Force会議で発表してきた⁽²⁾。1983年には国内Task Forceにおいて，この方法は標準試験法の候補として取上げられ，国内の数箇所の研究機関でround robin testが行われてきた。更に国内Task Forceの提案でこの方法がCIGREにおいてMethod IIと命名され，1988年から国際的なround robin testが行われている。

本試験法の電極系は，試料の組立てが簡単で，実用的にはあらゆる材料に適用できることを目指したものであるが，絶縁破壊を対象とする以上，試料作製に細心の注意と熟練とを必要とすることも当然である。しかし，既に国内ではその実用上の問題点はほぼ解決され，少なくとも研究用としては実用の段階を迎えている^{(3)~(5)}。

本論文においては，著者らがこの電極装置を考案し

て以来、各種材料について1,500個に及ぶ寿命試験を行った経験に基づき、この試験法の具体的な方法、特長および問題点とその対策などについて述べる。

2. 耐部分放電性試験法

〈2・1〉 電極系の構成 課電寿命試験は、図1に示すように試験電極系を構成し、シリコン油中で行う。以下電極系を構成する具体的な方法を示す。

(1) モールド電極 ペアリング用ステンレス鋼球(7/32")を溶剤にて洗浄後、硬銅管(4mmφ、先端内側面とり)の先端に少量の接着剤(シアノアクリレート)で接着する。この場合、両者の間に導電性が維持されることを確認する。次に注型用容器内で電極を垂直に立てて、あらかじめ減圧脱気したエポキシ樹脂を注入する。この場合、注型容器はあらかじめ所定の硬化温度に保っておき、樹脂注入後減圧脱泡してから常圧に戻し加熱硬化させる。このような方法により、鋼球と底板の接する部分に硬化に伴うエポキシ樹脂の「ひけ」(硬化の遅れた部分に発生する表面の凹み)が発生することを極力防止する。

離型後、試料を接着させる面を湿式研磨し、離型剤を除去する。具体的には電極を固定し、水を含ませた木綿に研磨用粉末(平均粒径約1μmのアルミナ粉)を付けて手で研磨する。このような研磨により、球電極先端は0.3mmφ程度露出した状態となる。

(2) 試料 別途作製した1mmtの樹脂板から、試料中心部に欠陥部が来ないように、場所を選択して試料を切取る。エポキシ樹脂など注型した材料では、表面に付着した微量の離型剤を前項に示した方法で除去する。

試料表面およびモールド電極表面はエタノールを含ませた紙ワイプでぬぐい、作業中の汚れを除去する。

① 低圧電極 (4 mmφ 銅管)	⑤ スペース (0.125mmt)
② 球電極 (5.6 mmφ SUS)	(35×45mmφ PET リング)
③ エポキシモールド (45mmφ×15~20mmt)	⑦ 試料 (1mmt)
④ 押入板 (FRP)	⑧ ギャップ, 0.125mmt
⑤ 封止エポキシ	⑨ 高圧電極 (SUS)
	⑩ 絶縁ボルト

図1 耐内部部分放電性試験電極の構成
Fig.1. Test electrode for internal PD resistance.

この場合、汚れの原因は手の油脂および微量のシリコン系異物(油、RTV、離型剤など)であるが、エタノールはシリコンの完全な溶剤ではないので、大部分の汚れは溶解しない状態のまま拭取られる。従って、完全な溶剤を用いた場合より、拭取りの効率は良く、汚れを除去するために必要な拭取り回数はかなり少なくてすむ。

(3) 接着 モールド電極の表面にはシアノアクリレート接着剤(東亜合成化学、ボンドアロンアルファ、スーパーセット)のプライマ(スーパー液)を薄く塗布し乾燥させる。図2(a)に示すように、試料の中央に2, 3滴のシアノアクリレートを滴下し、(b)、(c)図に示すようにモールド電極を上から垂直に押付け接着する。この作業は実際には可動ステージ付小形ボール盤を用いると便利である。すなわち、モールド電極をチャックで固定し、接着剤を試料に滴下して上下関係の位置決めをした後でモールド電極を押下げて接着する。ただし、押下げる前にチャックをゆるめて手で支え、接着面に垂直以外の分力が作用しないようにする。硬化後(約30秒)10~15倍の拡大鏡を用い、接着部に微細な気泡のないことを確認する。

試料がポリエチレン系の材料の場合には、図3(a)に示すように、少量の弱い接着剤(でんぶん糊など)で試料を、補助モールド電極に点付け仮接着する。次に、試料表面にプライマ(東亜合成化学、アロンポリプライマー)を薄く塗布し乾燥する。次に、モールド電極の表面に2, 3滴のシアノアクリレートを滴下

図2 モールド電極への試料の接着法
Fig.2. Adhesion of specimen to molded electrode.

図3 ポリエチレン系試料の接着法
Fig.3. Adhesion of polyethylene specimen.

し、試料を仮付けした補助モールド電極を押下げ、(b)図のように試料と下部モールド電極とを接着させる。(c)図のように、仮付けされたモールド電極をはく離させ、試料表面の接着剤を拭取る。

(4) 平板電極 表面は鏡面研磨とする。毎回 #2000 のエメリーパーで研磨し再使用する。

(5) 組立て 平板電極、モールド電極に接着した試料の表面をエタノールでぬぐって異物を除去し、相対湿度約 20% 以下に保持したグローブボックス内に約一昼夜保管し乾燥する。

乾燥後、グローブボックス内で両電極を 0.125 mm (5 mil) のポリエステルフィルムのリング状スペーサを介して重ね、そのまま外部に取出して図 1 のように組立てる。その後、手早くエポキシ系接着剤 (コニシ製、ボンドクイック 5) で電極の周りを封止する。

(2・2) モールド電極の再使用 材料選定などの実用試験の場合には、モールド電極は毎回使い捨てを原則とするが、研究試験の目的には何回も再使用するほうが経済的である。

これを行うためには、試料板をモールド電極に接着する際、中央部約 15 mm ϕ より外側の試料表面にシリコン系の離型剤をごく薄く塗布しておく。このようにしておくと、寿命試験終了後、試料とモールド電極間に 0.1 mm 程度の薄い鋼板を挿入することで容易に両者をはく離させることができる。

超小形旋盤 [オーストリア (エムコ社)、万能工作機ユニマット 3] で球電極周りの樹脂を切削除去し、研磨洗浄後、90°C に加熱してから図 4 に示すように、デシケータ中で常温硬化の低粘度エポキシ樹脂を 0.2~0.3 g 程度滴下し、手早く減圧脱気する。硬化後、研磨により余剰の補修用エポキシを除去する。

(2・3) 部分放電の測定 寿命試験の場合には図 5 に示すような平衡ブリッジリサージュ図形法⁽⁶⁾で管理する。放電が群小化⁽⁷⁾してもリサージュ図形法で測定する放電の全電荷量にほとんど変化はないが、長時間の放電で内部が減圧すれば⁽³⁾⁽⁸⁾、ギャップの放電維持電圧の低下、放電電荷量の増大となって表れる。また放電が減少または消滅する原因としては、試料面上

図 4 電極補修部モールド法

Fig. 4. Molding for repair part of electrode.

の放電生成物のたい積、実験の失敗によるシリコン油の流入などがあるが、いずれもこの方法で検出できる。

(2・4) 本試験方法の特長 図 6 (a), (b) に示すように、本方法の電極構成は、半球棒平板電極系⁽⁹⁾のそれとほとんど同じで、試料中央部付近の静電界分布はほぼ同じである。しかし、ギャップで放電が起こった状態での電界分布は両者で著しく異なる。すなわち、半球棒平板電極系では試料面上で沿面放電が起こり、その放電先端部は著しい不平等電界となる。また、放電は試料の弱点部を探すかたちでそこに集中し破壊を引起すために、電極直下部で破壊することはほとんどない。このことは、たとえ棒電極の周りを本電極系と同じように絶縁しても、試料が平板電極側にある限り同じである。それに対し本電極系では、印加電圧によって電極下の放電部の面積は変化するが、沿面放電は起こらず、放電が起こった状態でも試料中の最大電界部は電極直下である。換言すれば、平等電界中の部分放電劣化試験となっており、試料に著しい不整がない限り破壊は電極直下で起こる。

(c) 図に示す電極系は、本方式が CIGRE の Task Force で Method II と命名される以前に Method I

図 5 平衡リサージュ法測定回路
Fig. 5. Measuring circuit of bridge-balanced Lissajous figure.

図 6 各種試験電極の構成
Fig. 6. Arrangement of test electrodes.

として検討されてきたものである。この方式には数々の利点はあるが、一般の材料をこのような形に加工することは難しく、材料の比較試験用電極としては実用的ではない。

本試験電極系では、図6(d)に示すように、通風口を設けることにより、ボイドに空気の補給が行われる場合の劣化を模擬することもできるし、また特定のガスを封入して劣化試験を行うこともできる⁽¹⁰⁾。

更に、図6(e)に示すような中央に穴をあけた絶縁シートを重ねた、いわゆる三枚重ねの方式⁽¹¹⁾でも、ボイド放電が起ると放電はボイド外周の先端部に集中し、破壊はほとんどこの部分から起こる。しかも、穴の周辺部のミクロに見た形状を、各種の材料について一定に保つことは実用上不可能に近く、その影響は結局データのばらつきとなって表れる。これに対し、本方法では放電の集中するような端部はないので、あらゆる材料を同じ条件で比較することができる。

本試験法を一般化するうえで問題となる点は、試料を完全にボイドレスに接着する技術であり、電極直下約10mmφの内部の接着界面に10~15倍の拡大鏡で漸く検知できる程度のはく離部があっても、寿命は著しく短くなることを経験的に確かめている。良好な接着を実現するための管理項目としては、接着すべき面の微量付着物の完全除去、シアノアクリレートの粘度管理、接着圧力のかけ方、すなわち押付け圧力は硬化が完了するまで一定として変動を与えないことなどである。このように、接着には細心の注意が必要であるが、作業自体は熟練すれば比較的簡単である。

ここで、接着の良否の判定法であるが、透明な試料の場合には既に述べたように、10~15倍の拡大鏡でボイドのないことを確認すれば十分である。これに対し、試料が不透明な場合には現状では直接的な判定方法はない(大体の様子はモールド電極の背後から見える)。しかし、透明試料についての経験では、多少の熟練を必要とすることはもちろんであるが、接着作業の成功率をほぼ100%とすることは比較的容易である。従って、少なくとも研究者が行う、いわゆる研究試験であるなら、不透明試料に本試験法を適用するのは困難なことではない。

3. 寿命試験データの再現性

供試エポキシ樹脂板の組成を表1に示す。また50 Hz 30 kVの電圧で行った寿命試験の結果をワイブル確率紙にプロットし、図7に示す。試料板はA社から3回にわたって供給されたものである。図より明らかなように、データの分布はワイブル確率紙上で二つ

表1 試料の組成および硬化条件
Table 1. Composition of test sample.

成 分	樹 脂 CY 205	100 phr
	硬化剤 HY 905	100 phr
	可塑剤 DY 040	9 phr
	促進剤 DY 061	1 phr
硬化条件	80°C/16 hrs + 120°C/5 hrs

図7 ロットが異なるエポキシ樹脂の寿命特性
Fig. 7. Life of epoxy resin samples from different lots due to PD.

の直線の組合せとして表すことができる。この場合、下側の直線は、材質とは直接の関係のない弱点の分布に対応すると考えられ、ロット間には材質的に有意差はないとみるのが妥当であろう。

このように数は多くないが、極端に短い寿命のデータが得られるのは、試料中に存在する弱点の影響と考えられ、そしてその弱点は、試料内部に最初から分布していた欠陥と、試料作製中に高電界部に生じた欠陥、すなわち接着面の微小はく離などの二種類のものが考えられる。図7の場合、いずれがより大きく影響したのか明らかではないが、実験室規模で作製した樹脂板の均一性が工業製品のそれより劣ることは十分考えられるし、またこの寿命試験は十分熟練する以前に行われているので、接着部の微小欠陥の存在を全く否定することもできず、恐らく両者の影響がともに表れたものと考えられる。

同じ組成の試料について、樹脂のロットおよび樹脂板作製者が異なった場合のデータを図8に示す。ここに、回帰直線および90%信頼限界は最尤法によって求めたものである。この場合、図7の特性とは大きく異なって、異常に短い寿命のデータはなく、ばらつきは十分小さくなっている(ワイブル分布の形状パラメータ m の値は大きい)。その原因については、いろいろと考えられるが、図7と図8とでは、試験時期に約3年の差があり、試料用樹脂板および寿命試験用試料の作製技術が向上したことが主要原因と考えられる。ただし、同じ銘柄の材料を用いてもA、B両社で作製

図 8 試料作製者の異なるエポキシ樹脂の寿命特性

Fig. 8. Life of epoxy resin samples from different sources.

図 9 可塑剤なしエポキシ樹脂の寿命特性
Fig. 9. Life of epoxy resin without plasticizer.

した試料の寿命平均値に差のあること、および同じ A 社で作製した試料でも時期によって寿命に差が出たことについては原因は明らかではない。しかし、90%信頼限界もかなり重なっているように、その差は実用的に重要な意味をもつほどではない。

表 1 に示す標準組成から、可塑剤 DY-040 を除いた組成の樹脂板について、寿命試験の結果を図 9 に示す。ばらつきは図 7 よりやや大きくなっているが、実用上十分な再現性は得られている。また樹脂板作製者および作製時期の等しい図 8 の A のデータと比べれば、平均寿命は短くなっているが、樹脂板作製者の異なる図 8 の B のデータと比較すれば、平均寿命に差はなく、実用的には、可塑剤 DY-040 の影響はほとんどないといえる。

次に、ポリエチレンについての寿命試験の結果を図 10 に示す。この場合、低密度ポリエチレン〔宇部興産、Z-265, d (密度)=0.92〕および高密度ポリエチレン(昭和油化、ショウレックス 5003, d =0.945)はともにペレットの状態で入手したもので、樹脂板作製(ロール練りおよびヒートプレス)は実験室で行った。ポリエチレンは完全な透明でないため、接着部の微細欠陥の有無を直接確認することはできないが、実験室で少量作製した試料板に高度の均一性が期待できない

図 10 ポリエチレンの寿命特性
Fig. 10. Life of polyethylene.

図 11 PMMA の寿命特性
Fig. 11. Life of PMMA.

にもかかわらず、結果としては十分小さいばらつきのデータが得られている。従って、この場合接着部には欠陥はほとんどなかったものと考えられる。なお、低密度ポリエチレンのほうがやや寿命が長い結果となっているが、実用的に意味のあるほどの差ではない。

以上の実験では、試料の厚さはいずれも 1.0 ± 0.05 mm に管理されており、平衡リサージュ法で測定した放電電流はエポキシの場合 $7.5\text{--}9.5 \times 10^{-7}$ A の範囲、ポリエチレンの場合 $5.5\text{--}7.0 \times 10^{-7}$ A の範囲であったが、時間と共に減少傾向を示すもの、不変のものなど様々であった。しかし、この範囲内では寿命と試料厚さおよび放電電流との間に明確な対応は見られなかった。

次に、絶縁に実用される材料ではないが、材質の均一性および高い寸法精度の試料板が容易に得られるものとして、アクリル樹脂板(日東樹脂工業、CLAREX)について寿命試験を行ってみた。結果を図 11 に示す。図より明らかなように、50 Hz 電圧、1,000 Hz 電圧いずれの場合にもデータのばらつきは著しく小さく、これは破壊を対象とした寿命試験では期待し得る最高レベルの再現性であると考えられる。すなわち、本試験法においては、試料作製が正常に行われている限り、データのばらつきは主として材料自体の不均質性に起因し、接着など試料の作製条件などの影響は極めて小さいものと考えられる。

このことから逆に、アクリル樹脂板は耐内部部分放電性試験の試料作製技術のレベルをチェックする標準材料として有用と考えられ、このことは既に国内の Task Force の意見として、CIGRE に提案されている。

以上に示したように、試料の作成技術が向上すればデータのばらつきは減少するが、一般にばらつきの原因は多種多様であり、それを解明するためには、寿命データのみでなく、あらゆる情報を総合することが必要である。しかし、そのような研究試験とは別に、本試験法を標準試験法とする場合には、得られたデータを評価する方法を決めておくことが必要である。常識的には上限、下限の例外値を除去することが考えられるが、これについては現在 CIGRE の Task Force で検討されているので、その結論を待ちたい。

高周波電圧による劣化の加速倍数については、著者らは同一電圧で周波数のみ異なるという条件で比較試験を行っていないので、明確に示すことはできないが、CIGRE の国内 Task Force における検討結果を見ると、1,000 Hz 程度までは周波数に比例した加速関係が成立していることがわかる。もちろん、実用的な材料の比較試験のためには、現象の等価性が成立し、ほぼ周波数に比例して劣化を加速できれば十分であり、著者らは効率的な研究を進めるために、現在、1,000 Hz、20 kV 印加を標準の試験条件としている。

4. む す び

以上述べてきたように、本試験法によれば、再現性の優れたデータを得ることができ、更にこの方法はあらゆる材料に適用でき、容易に材料の比較試験ができるという点からみて、実用性は極めて高いと考えられる。もちろん、特定の材料を対象とするとか、特定の使用条件の模擬が目的であるなら、また別な方法が考えられるのは当然である。本方法は既に CIGRE において、国際的にも評価が得られているが、まだ IEC が標準試験法の候補として取上げる段階には至っていない。標準試験法となると考慮すべきことが多いが、本試験法の基本的な問題点は、最も高電界となる部分を接着していることである。既に述べたように、本試験法のすべての特長は試料をそのように接着することで得られているが、それだけに接着は完全であることが必要で、その部分の欠陥は致命的となる。従って、この接着には当然ある程度の熟練が必要であるが、一方、一度要領を会得すれば作業自体は簡単である。我が国のように、少なくとも研究の初期段階には、研究者自身が直接試料を作製して実験するというようなシ

ステムの下では、この問題の解決も比較的容易であるが、そうでない場合には、必要な技術レベルに達するのにかなりの時間がかかることになる。著者らとしては、今後はこの方法を活用し、材料の開発研究を進めたいと考えている。

終りに、本試験法を CIGRE の国内 Task Force の round robin test の対象として取上げられ、研究の取りまとめと、CIGRE の場で国際的な研究として発展させることについて、優れた指導力を発揮され、同時に、著者らに対し数々の御指導および御助言を賜った、CIGRE 国内委員会 SC-15(絶縁材料)分科会前委員長 家田正之博士(名古屋大学名誉教授)、現委員長 田中祀捷博士(電力中央研究所)に厚くお礼申し上げると共に、有益な御討論をいただいた CIGRE 国内 Task Force の委員各位に感謝申し上げる。

(平成3年1月7日受付)

文 献

- (1) 電気学会技術報告:「絶縁材料の部分放電(コロナ)による劣化 [IV]」, (II部) No. 43 (昭51)
- (2) W. R. Kodoll, et al.: "Internal Partial Discharge Resistivity Testing", CIGRE 15-04 (1988)
- (3) 北村・渋谷・平林:「エポキシ樹脂と金属電極界面における密閉ボイドでの窒化物の生成と減圧現象」, 電学論 A, 107, 225 (昭62-5)
- (4) 岩田・梅本:「絶縁材料の部分放電寿命特性」, 昭62 電気学会全大, No. 336
- (5) 加子・渡辺:「各種絶縁材料の内部部分放電劣化による寿命特性」, 昭62 同上, No. 335
- (6) 井関・竜田:「リサージュ図形からみた部分放電の特性と機構」, 第17回絶材シンポジウム, P-10, 205 (昭59)
- (7) 北村・平林:「エポキシ樹脂における内部部分放電の経時変化」, 電学論 A, 103, 47 (昭58-9)
- (8) 加子・東村:「エポキシ樹脂の内部部分放電によるボイド内ガス圧及びボイド内表面抵抗の変化」, 同上 A, 105, 555 (昭60-10)
- (9) 電気学会技報:「絶縁材料のコロナ放電による劣化 [II]」, (I部), No. 90 (昭44)
- (10) 加子・渡辺:「添加剤による内部部分放電劣化抑制効果の経時変化」, 平元電気学会全大, No. 278

加 子 泰 彦 (正員)

昭和3年7月27日生。27年3月京都大学工学部電気工学科卒業。同年4月(株)日立製作所入社。日立研究所にて高電圧絶縁の研究に従事。

41年同所第二部主任研究員, 46年第二部長。58年6月同社退職。同年7月茨城大学工業短期大学部電気工学科教授, 平成2年10月同工学部電気電子工学科教授。工学博士。平成元年4月電気学会茨城支所長。58年電気学会論文賞受賞。

渡辺 茂隆 (非会員)

昭和2年4月29日生。27年3月東北大学理学部化学科卒業。同年(株)日立製作所入社。31年10月日立電線(株)の分離独立に伴い同社に転属。55年技師長、57年7月茨城大学工業短期大学部工業化学科教授、平成2年10月同工学部システム工学科教授、現在に至る。理学博士。高分子材料の物性に関する研究、電気絶縁材料の研究および開発に従事。36年ポリサーグランプリ受賞。37年日本ゴム協会優秀報文賞受賞。

東村 豊 (正員)

昭和21年9月5日生。45年3月京都工芸繊維大学卒業。同年4月(株)日立製作所入社。以来、同社日立研究所において、電力機器絶縁の研究開発に従事。現在、同所主任研究員。