ポリプロピレン球晶中におけるトリーイング劣化現象の画像処理

正員 柳 原 昌 輝 (秋田高専)

正員 吉 村 昇 (秋 田 大)

正員 能 登 文 敏 (八戸工大)

Image Processing of Treeing Degradation Phenomena in Polypropylene Spherulite

Masateru Yanagiwara, Member (Akita National College of Technology), Noboru Yoshimura,
Member (Akita University), Fumitoshi Noto, Member (Hachinohe Institute of Technology)

With the progress of polymer chemistry in recent years, polypropylene and polyethylene of crystalline polymers have been used as the insulating materials, as a power cable and a power condenser owing to the high performance of electric insulation. But the spherulites are formed on the process of cooling these polymer materials after being melted. It has been said that there might be some relations between this spherulite and treeing degradation.

We made the specimens with different degrees of spherulites on the various colling conditions and we made tree occur by applying an alternating current high voltage to every specimens. In this paper, we examined about tree growth in a spherulite by means of an image processing technique.

The main results obtained are as follows:

- (1) The shape of spherulite was clear after about 6.7 seconds when the nucleus occurred.
- (2) It was possible to stop the growth of spherulite when the specimen was cooled in the water of 0°C immediately after it was melted in homiothermal box and taken out.
- (3) There were differences in tree shape and growth according to the positions of a needle point of electrode.
- (4) Relations between the spherulite and tree became more distinct by using a pseudo color processing.

キーワード：球晶，トリーイング劣化，画像処理，ポリプロピレン

1. ま え が き

近年、高分子化学の発達に伴い、結晶性高分子材料であるポリプロピレンやポリエチレンは、電気絶縁性能や加工性が優れている点などから、電力用コンデンサや電力用ケーブルなどの高電圧機器の絶縁・誘電材料として広く使用されるようになってきている。しかし、使用範囲が拡大するとともに使用時間なども長期

化してきたため、絶縁材料に物理的・化学的な劣化現象が生じてくる。そのために電氣的な性能が低下し、種々の絶縁劣化現象が起こる。この現象の一つにトリーイング劣化がある⁽¹⁾。ポリプロピレンやポリエチレンを絶縁・誘電材料として使用するためには、いったん熔融状態にし、その後冷却し加工しなければならない。この冷却過程において、材料内部に球晶またはメラ晶が形成される。この球晶とトリーイング劣化の

図1 試料および針電極形状
Fig. 1. Arrangement of specimen and electrode.

間には、何らかの関係があるのではないかとわれている⁽²⁾⁽³⁾。本論文はこの関係を明らかにするために、種々の冷却条件により球晶の程度の異なる試料を作製し、それぞれの試料に交流高電圧を印加し、トリを発生させ、球晶中のトリー進展について検討したものである。更に、球晶とトリを画像としてパーソナルコンピュータに取り込み、種々の画像処理を施し、処理後の画像から球晶とトリの関係がより明らかになるように検討を加えた⁽⁴⁾。

2. 試料および実験方法

〈2・1〉 試料の作製 試料としては、ポリプロピレンフィルム(三井石油化学工業 PP F 652)を用いた。試料および針電極形状を図1に示す。試料は、厚さ40 μmのフィルムを4枚重ね、後に絶縁破壊試験を行うための真ん中に針電極として直径25 μmの銅極細線を挟み込む。針先端はトリ発生を容易にするために斜めに切断した。試料はカバーガラス(24 mm×24 mm)で挟み、あらかじめ180°Cにセットされた恒温槽に挿入し、ポリプロピレンを溶融する。更に、230 gのガラス板を乗せてプレスし、その後で冷却すると球晶が形成される。球晶は冷却条件によって形状、大きさそして分布状態に違いがでるといわれている。そこで、次の冷却条件により試料を作製した。

(1) 180°Cの状態です料を挿入し、10秒後恒温槽から取り出し、室温まで急冷する。

(2) 180°Cの状態です料を挿入し、100°Cまで-1°C/minで徐冷を行い、その後恒温槽から取り出し、室温まで急冷する。

(3) 180°Cの状態です料を挿入し、60°Cまで-1°C/minで徐冷を行い、その後恒温槽から取り出し、室温まで急冷する。

図2 画像処理計測システム
Fig. 2. Experimental setup.

(4) 180°Cの状態です料を挿入し、90°Cまで-1°C/minで徐冷を行った後、試料を取り出してすぐに0°Cの水で急冷する。

〈2・2〉 実験方法 作製した試料において、銅極細線を針電極とし、その先端から1 mmの試料表面に銀ペイントを塗布し平板電極とした。作製した試料に対し絶縁破壊試験を行うため、50 Hzの交流高電圧6 kV、7 kVを連続して印加し、トリが発生した時点で印加を停止し、球晶と発生したトリの進展状況を偏光顕微鏡を用いて観察し、VTRに録画した。

3. 画像処理システム

〈3・1〉 画像処理計測 球晶とトリを同時に観察するために用いた画像処理計測システムを図2に示す。偏光顕微鏡は偏光をかけると球晶が観察され、偏光をかけないとトリーのみが観察される。球晶、トリー画像は偏光顕微鏡、CCDカメラを通して画像処理装置(512画素×512画素/1画面、256階調/1画素; フォトロン製)ならびにVTRに取り込まれる。これらの装置はパーソナルコンピュータ(PC 9801 VX)によって制御され、各画像に対し諸処理が施される。

〈3・2〉 擬似カラー処理⁽⁵⁾ CCDカメラを通して取り込まれた画像は、白黒画像である。白黒画像の一画素の濃度(濃淡レベル)は0(黒)~255(白)で表され、256階調の画像である。この濃度を16分割し、それぞれに色を割り当て、256階調の白黒画像を16色表示カラー画像として表す処理を擬似カラー処理という。このようにすることにより、トリと球晶を色差によって、より明瞭にとらえることが可能となる。

4. 実験結果と検討

〈4・1〉 球晶の形成ならびに成長過程 冷却条件(1)で作製した試料を冷却の段階で恒温槽から取り出

図3 冷却条件(1)における球晶の成長過程
Fig.3. Growing process of spherulites on the cooling-off condition (1).

し、急冷状態にし、その過程で発生する球晶の成長過程を図3(0.0~15.0秒)に示す。ポリプロピレンが熔融状態から冷却を始めると、球晶の核が発生する。この時点をも0.0秒とする。時間の経過とともに他の球晶核も現れ始め(1.7~6.7秒)、次第に球晶がほぼ一定の速さで放射状に成長していくのがわかる。遅れて発生した球晶も同様に成長していく。6.7秒以降になると球晶の形状がはっきりしてくる。(8.3秒)10.0秒付近になると球晶どうしが衝突し始めてくる。それ以降、球晶の衝突が頻繁に起こってくる。球晶核発生後、15.0秒以降になると球晶の成長がほとんどなくなり成長が完全に停止している。

次に、冷却条件の違いによる球晶の分布状態について考えてみる。図4に冷却条件(1)により作製した試料における球晶の画像を示す。球晶が形成される時点の温度変化が急なため、球晶を大きく成長させることはできない。また、球晶どうしが重なり合った状態になっており、球晶の形状が明確でない。なかには球晶が形成されずラメラ晶でとどまっているものもある。

図4 冷却条件(1)における球晶画像
Fig.4. Image of spherulites on the cooling-off condition (1).

図5 冷却条件(2)における球晶画像
Fig.5. Image of spherulites on the cooling-off condition (2).

図3の成長過程における15秒以降の画像に相当する。図5は冷却条件(2)により作製した試料に形成された球晶の画像である。試料は、恒温槽から取出し後10分以上経過したものを使用した。冷却条件(1)により作製した試料に20~50 μm程度の球晶が存在する試料ができた。図6に冷却条件(3)の場合にできた球晶の画像を示す。試料は、恒温槽から取出し後10分以上経過したものを使用した。球晶は成長し、飽和に至っている。球晶の大きさは110 μm程度である。冷却条件(4)を用いて試料を作製すると、球晶の成長を途中で停止させることが可能となり、球晶の大きさを制御できた。

図7に冷却条件(4)の場合の球晶を示す。試料を水中から取出し後10分以上経過したものを使用した。小さな球晶が消え、80~100 μm程度の球晶が形成されている。中心に核があり、核から放射状にラメラが広がっている。球晶の周りには膜が存在しており、非晶質と区別されている。黒い部分は非晶質で、球晶内部にも存在しているのがわかる。

図6 冷却条件(3)における球晶画像
Fig.6. Image of spherulites on the cooling-off condition (3).

図7 冷却条件(4)における球晶画像
Fig.7. Image of spherulites on the cooling-off condition (4).

〈4・2〉 球晶およびトリー画像の擬似カラー処理

一例として、冷却条件(2)の試料に7kVを5分間印加したものについて説明する。形成された球晶のみの画像は偏光をかけることにより求められる。この画像を図8に示す。偏光顕微鏡で偏光をかけずに観察するとトリーのみが得られる。得られた画像を図9に示す。球晶は見えずトリーのみが確認できるが、コントラストのはっきりしない画像である。そこで、

図8 偏光後の画像

Fig. 8. Spherulite image through polarization.

図9 偏光をかけない場合の画像

Fig. 9. Tree image before polarization.

図10 図9の二値化処理後の画像

Fig. 10. Binary image of Fig. 9.

この画像を二値化し、トリーのみを強調させた画像を作成する。二値化後の画像を図10に示す。次に、球晶とトリーの関係をはっきりさせるため、図8と図10の合成画像を作成した。球晶とトリーの合成した画像を図11に示す。しかし、白黒画像では球晶中のトリーをより強調できないため、各濃度に対応した色で表示する擬似カラー処理を行った。図11を擬似カラー処理した後の画像を図12に示す。図12において、白っぽく見える部分はラメラが存在するところ、すなわち、球晶部を表しており、黒い部分はトリーを表している。トリーが球晶に衝突し、進路を変更したり、球晶に衝突後分岐して進展しているのがよくわかった。また、トリーは非晶質(赤紫に見える部分)の部分を進展し、白い球晶を避けながら進展している様子がはっきりとらえられる。

〈4・3〉 球晶とトリー進展の関係

これまで、球晶内において発生したトリーは1本のパイプ状トリーがラメラに沿って進展すると報告されてきた⁽²⁾。本論文では、球晶内におけるトリー進展状況を更に詳細に調べるため、冷却条件(4)により試料を作製し、6kVを3分間印加し球晶とトリーの画像を求めた。そ

図11 図8と図10の合成画像

Fig. 11. Composite image Fig. 8 and Fig. 10.

図12 擬似カラー処理画像

Fig. 12. Image of pseudo color processing.

図13 電極針先端が球晶の中心にある場合の球晶とトリー画像

Fig.13. Image of a case that there is a needle point in a spherulite center.

図14 電極針先端が球晶の中心を通り過ぎたところにある場合の球晶とトリー画像

Fig.14. Image of a case that there is a needle point on this side of a spherulite center.

図15 電極針先端が球晶の中心の手前にある場合の球晶とトリー画像

Fig.15. Image of a case that there is a needle point across the center of spherulite.

の結果、電極針先端が球晶内のどの部分に位置するかによってトリー進展、形状に違いがあることがわかった。電極針先端が球晶核の近くにある場合の球晶とトリーの画像を図13に示す。数本のトリーが球晶核周

辺のラメラに沿って進展し、球晶外に出ているのがわかる。球晶外に出たトリーが進展中他の球晶に衝突すると、トリーはその球晶の周辺に沿って進展することがわかった。次に電極針先端が球晶内にあって、球晶核を通り過ぎたところにある場合の画像を図14に示す。つまり、電極針先端が球晶内ラメラ間の非晶質部分にある場合は、一本のトリーがラメラ間を分岐せずに進展し、その後球晶外に出る。同様に電極針先端が球晶内にあって球晶核の手前にある場合を図15に示す。この場合は、ラメラ間を一本のトリーが進展し球晶核近くになると、数本のトリーに分かれて進展した。つまり進展途中から前記電極針先端が球晶核近くにある場合と同様の進展を示した。球晶外に出たトリーはいずれの場合も分岐を始め樹枝状トリーの形状を示した。

5. あとがき

本論文では、球晶とトリーの進展との関係を明らかにするため、試料としてポリプロピレンフィルムを用い実験を行った。恒温槽でフィルムを溶融し、冷却させることによって試料中に球晶を形成し、交流高電圧を印加し、偏光顕微鏡、CCDカメラ、画像処理装置を用いることにより発生したトリーと球晶を画像として取り込んだ。更にパーソナルコンピュータを用いて画像処理し、球晶とトリーの関係を明らかにした。得られた結果を要約する。

(1) 球晶は成長過程において、初め球晶核が発生し、核を中心に放射状に成長する。核発生後、6.7秒前後において球晶の形状がはっきりする。

(2) 試料を溶融状態から冷却すると球晶が発生するが、溶融後恒温槽から取り出し、直ちに0°Cの水の中に入れ冷却すると球晶の成長を途中で停止させることができた。

(3) 電極針先端の位置によりトリー形状に違いが見られた。球晶核近くに先端がある場合、トリーは放射状にラメラ間を数本進展し、核から離れている場合はラメラに沿って一本のトリーが進展した。球晶外に出たトリーは樹枝状トリーとなった。

(4) 球晶とトリーをモノクロ画像としてとらえると、非晶質とトリーの濃度が同程度でコントラストがはっきりしない。そこで、トリーの濃度値前後の濃度幅を可変し、各濃度に擬似カラーを割り当てカラー表現することにより、球晶とトリーの関係をより明確にすることができた。

最後に、試料を提供された藤倉電線(株)、(株)アドバンテストの関係各位に対し謝意を表する。

(平成4年8月25日受付、同5年2月15日再受付)

文 献

- (1) 電気学会技報 (I 部), No.100 (昭 46)
- (2) 山北・有安:「ポリプロピレンの高次構造とトリッキング劣化」, 電学論 A, 110, 817 (平 2-11)
- (3) 穂積・岡本・石田・深川:「ポリエチレンの高次構造と電気トリッキング発生現象」, 電気学会絶縁材料研資, EIM-88-45 (昭 63)
- (4) 柳原・吉村: 電学論 A, 111, 1 (平 3)
- (5) 田中 弘: 画像処理応用技術 (平元) 工業調査会

柳 原 昌 輝 (正員)

昭和 19 年 1 月 5 日生。41 年 3 月秋田大学鉱山学部電気工学科卒業。同年 4 月秋田工業高等専門学校電気工学科助手, 48 年同講師, 53 年同助教授, 現在に至る。主として, 画像処理工学の基礎と応用に関する研究, 高分子絶縁材料の劣化現象と絶縁破壊に関する研究に従事。計測自動制御学会, システム制御情報学会, 静電気学会会員。

吉 村 昇 (正員)

昭和 18 年 11 月 5 日生。44 年 3 月秋田大学大学院修士課程電気工学専攻修了。同年 4 月同大学鉱山学部電気工学科助手, 以後, 講師, 助教授を経て, 58

年 4 月同教授となり, 現在に至る。工学博士。電気・電子材料, 特に絶縁材料の劣化現象と絶縁破壊, 誘電体および半導体セラミックスの電気物性および電磁気工学の生物工学への応用に関する研究に従事。53 年 1 月~54 年 8 月アメリカ・クラークソン工科大学客員研究員。59 年電気学会論文賞受賞。素材物性学会会長。電子情報通信学会, 応用物理学会, 静電気学会, 日本音響学会, IEEE 会員。

能 登 文 敏 (正員)

大正 11 年 1 月 5 日生。昭和 19 年 9 月東京工業大学電気工学科卒業。同年 9 月秋田鉱山専門学校助教授, 22 年 8 月同教授。学制改革に伴い 26 年 4 月秋田大学助教授, 38 年 4 月同教授, 62 年 3 月定年退官。4 月八戸工業大学教授一般教育部長, 現在に至る。工学博士。この間, 秋田大学学生部長を 2 期, 付属図書館長を 1 期および学部長を 2 期併任。主として, 絶縁材料の耐放電性, 耐電界性およびその試験法に関する研究に従事。現在, 絶縁材料耐トリッキング性試験法調査専門委員会委員長。電気規格調査会, 絶縁材料技術委員会, CIGRE 国内委員会 SC 15 分科会委員。59 年電気学会論文賞, 61 年静電気学会論文賞受賞。IEEE フェロー。応用物理学会, 計測自動制御学会, 太陽エネルギー学会会員。