

令和元年6月13日現在

機関番号：53701

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2014～2018

課題番号：26420285

研究課題名（和文）撥水性評価技術の革新によるシリコンゴムがいし材料の非接触劣化診断技術の開発

研究課題名（英文）Development of Non-contact Deterioration Diagnosis Technology of Silicone Rubber Insulator Materials by Innovation of Water Repellency Evaluation Methods

研究代表者

所 哲郎（TOKORO, Tetsuro）

岐阜工業高等専門学校・その他部局等・教授

研究者番号：10155525

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,900,000円

研究成果の概要（和文）：シリコンゴムなどの高分子材料の劣化診断技術として、接触角などの撥水性計測が検討されている。本研究では非接触で接触角を測定する手法を開発し、試料面の撥水状態を定量化する手法を検討した。特に試料表面温度や表面粗さなどの影響を定量化すれば、より正確な材料劣化診断が可能であることを示した。

研究成果は学会発表や電気学会技術報告にまとめ、国際的な撥水性評価方法開発やコンクリート材料の劣化診断へと展開した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

撥水性は液体と固体の表面自由エネルギーの関係性の発現であり、電力設備からナノテクノロジーまで表面物性を用いた材料劣化診断や物性活用の鍵となる計測指標である。主に水滴の固体面への接触角で評価されている。この撥水性を計測機器を試料面に非接触で計測可能とすることで、各種物性値との同時計測が可能となり、材料劣化診断技術の革新に貢献できた。

特に大震災後には電力設備の耐震性等の観点から本研究の重要性が注目され、研究期間にまとめた2つの技術報告が共に電気学会から賞を得ている。更には新しい撥水性維持能力計測技術の国際的な検討や社会基盤材料であるコンクリートの劣化診断への研究成果の応用が現在進みつつある。

研究成果の概要（英文）：As deterioration diagnostic technology of polymeric insulating materials such as silicone rubber, water repellency measurement such as contact angle has been studied. In this study, we developed a method to measure the contact angle by non-contact of measuring equipment. Hydrophobicity of material surface can quantify the deterioration condition of the specimen surface. With quantifying the effect of the sample surface temperature and surface roughness, more accurate material deterioration diagnosis is possible. The results of the research were summarized in the conference presentations and the IEEJ Technical report and applied to next development of an international research of CIGRE and to the diagnosis of the deterioration of concrete materials.

研究分野：電力工学

キーワード：シリコンゴム 撥水性 劣化診断 ポリマーがいし 表面自由エネルギー 接触角 スプレー法 ダイナミックドロップテスト

## 1. 研究開始当初の背景

シリコンゴムなどの撥水性高分子の電気絶縁材料への利用は世界的に進みつつあり、日本でも2011年の大震災後、その軽量性に伴う耐震性能などとともに見直されている。このポリマーがいしへの普及に日本国内の電力会社が躊躇することの大きな理由が、その劣化診断技術についての検討が不十分なことである。2000年代に入り、日本でも電気学会調査専門委員会によりその検討が成されてきている<sup>[1]</sup>。また、参考文献[1]に示した調査専門委員会主催による平成25年電気学会全国大会シンポジウムS-1では、80名入る会場が一杯になるなど、この技術動向に関する産業界や研究機関の関心は、大震災後非常に高くなってきている。

一方、ナノテクノロジーの進展や材料物性利用の高度化に伴い、革新的なポリマーナノコンポジットの性能評価や電気絶縁への応用が、田中祀捷(早稲田大学)らにより電気学会技術報告としてまとめられてきている<sup>[2]</sup>。また、光造形法をはじめ、マイクロ構造物の活用が、今後医療分野やエネルギー分野などあらゆる分野で活発になるものと予想される。これらに対しても、構造物表面物性の変化を観測する技術の開発は必須であり、各種顕微鏡関係の発展がこの分野の進展に貢献してきている。しかしながら、構造物表面と液体との振る舞いなど、表面撥水性や、その計測による材料評価や劣化診断、界面現象の定量的な観測は、そもそも接触角計の設置が不可能な場合など、表面物性計測技術のブレークスルーが望まれている。

このように表面物性の制御や利用が進みつつあるが、表面物性、特に撥水性は試料温度や表面粗さなど、多くのパラメータにより変化するため、その計測方法や材料評価への利用方法については現在も、IEC国際規格としてCIGREなどの国際連携のもとに検討されつつある<sup>[3]</sup>。

本研究では、申請者の科学研究費による研究成果<sup>[4]</sup>をふまえ、試料表面粗さや試料表面温度などの撥水性診断指標計測結果への影響を定量化する事の必要性、その撥水状態形成過程<sup>\*1</sup>における時間的変化も含めて活用する事の必要性、接触角を試料面に非接触で測定可能とする画像計測システムの開発が必要である事などを、  
研究申請時の主な背景としている。

すなわち、強電用ポリマーがいしからマイクロ構造物まで、従来の機器では計測が不可能であった架電下や構造物内側部など、より広範な条件下において材料表面物性を計測し、劣化診断等を可能とする計測技術の開発が望まれていた。また、高放射線下で用いられる電気絶縁物等の劣化診断技術についても、これらの成果を応用した、遠隔観測・評価技術等が求められていた。



図1. 側面からの接触角の測定と正面からの撥水状態の測定。(前者は撥水性が良い場合の、後者は撥水性が悪い場合の評価に適す)

\*1: 撥水状態の形成過程に注目するのは、撥水性評価指標は多くのパラメータで評価値が変化するため、その動的変化に注目することが、より正確な物性診断に適していることがこれまでの研究により明らかになった事による。

- [1] 本間宏也、所 哲郎、平野嘉彦、屋地康平、「屋外用ポリマー絶縁材料の性能評価・改質技術調査専門委員会活動概要」、第43回電気電子絶縁材料システムシンポジウム、IC-2、p.266(2012.9.10-12)
- [2] 電気学会、「革新的なポリマーナノコンポジットの性能評価と電気絶縁への応用」、電気学会技術報告第1148号、ナノコンポジット誘電体の界面現象と応用技術調査専門委員会(2009)
- [3] 本間宏也(電力中央研究所)、長尾雅行(豊橋技術科学大学)、松本隆宇(静岡大学)、大坪昌久(宮崎大学)、所 哲郎(岐阜工業高等専門学校)、「ポリマーがいし用材料の撥水性安定性に関するCIGRE ラウンドロビン試験」、第40回電気電子絶縁材料システムシンポジウムF-3、pp.159-162.(2009)
- [4] 基盤研究(C)(2)課題番号22560312・平成22、23、24年度・「撥水性の表面粗さ及び温度依存を利用した高分子電気絶縁材料劣化診断技術の開発」・代表: 所 哲郎: 本研究によりデジタル顕微鏡を導入し、試料表面鉛直方向から、その表面に非接触にて、接触角とスプレー法による撥水性能を画像解析可能とする計測技術を開発した。この新手法が、試料表面温度や表面粗さの違いによりシリコンゴムの撥水状態が変化することを、詳細に定量化し、計測可能とすることを明らかにした。

## 2. 研究の目的

本研究では、シリコンゴムがいしなどの撥水性屋外用電気絶縁材料の新しい劣化診断技術の開発を行う。2000年代に入り電気学会調査専門委員会にて国内共同研究により検討してきた技術課題について<sup>[1]</sup>、申請者の科学研究費等による研究成果を基に、新しい撥水状態の評価技術を用いた非接触での材料評価・劣化診断システムの開発を行う。特に試料面に非接触で、試料面上の水滴の接触角と撥水分布状態を画像計測可能とする事[図1]により、試料表面温度や表面粗さなどの各種パラメータの変化による撥水性評価指標の変化量を定量的に評価可能とす

る。そして、市販の接触角計では計測不可能な、架電下などの実使用状態や自由な表面形状での接触角などの撥水性評価指標の測定を可能とする。この画期的な劣化状態診断手法の確立により、各種構造物や電気システムなどの評価や劣化診断等に広く適用可能な、材料表面の劣化診断システムを提案することを本研究の目的とする。

### 3. 研究の方法

(1) 研究は、研究室に所有する高速度カメラとサーモカメラ及びレーザ顕微鏡を用いて、パラメータとなる試料温度や試料表面粗さを変化させた試料面での「表面への撥水状態形成過程」を撮影し、撥水性評価結果への他のパラメータ（試料の充填材の配合量とサイズ、その表面処理、吸水量、水滴設置後の時間など）の影響を詳細に定量化していく。これらにより、表面温度や粗さを所定の割合で変化させた場合、各パラメータが撥水性の測定結果である接触角などの定量化値にどの様に影響するのかを明らかにした。

(2) 次に、望遠拡大レンズや長焦点レンズを用いて、電力用ポリマーがいしからマイクロ構造物に到るまで、本計測手法の適用範囲を拡大し、非接触で水滴接触角などの撥水性評価指標の計測を可能とする。以上により、撥水状態の非接触計測による劣化診断技術を確立する。本研究は材料の長期間の使用に対する劣化診断を行うため、4年間にわたりこれらのデータ集積と評価を継続しつつ、計測手法の改善に努めた。

(3) また、以上の撥水性計測技術に関する知見を基に、CIGREにて現在国際共同研究が推進されつつある、撥水性維持能力評価試験法であるダイナミックドロップテスト（DDT）を実施し、実験結果を国内外の機関と共有するため報告した。また、土木・建設系の基盤材料であるコンクリート構造物の長期信頼性確保のための、撥水性を利用した表面改質技術の評価に付いても、本研究の撥水性観測を用いた非破壊劣化診断技術への応用課題として検討した。

### 4. 研究成果

(1) 研究の背景を含む総括的な研究成果

本研究の背景部分や関連部分、国内外の研究動向や最新の研究成果については、下記の電気学会技術報告第1325号と1383号に、電気学会調査専門委員会幹事として国内の約30人の大学・企業・研究機関の研究者委員らとともにまとめた。技術報告1383号は平成29年度に、技術報告1325号は平成30年度に、電気学会優秀技術活動賞・技術報告賞を受賞している。本研究成果は、撥水性の計測手法に関する国内外の取りまとめと、本研究を含む最新の計測手法、電気学会調査専門委員会共通試料を用いた本研究による測定結果を取りまとめている。他の研究機関による色々な研究手法・計測方法による結果とも比較することにより、撥水性計測結果のより深い検討と材料物性発現の理解が可能となった。

(2) 試料温度や試料表面粗さを変化させた場合の撥水性評価について

撥水性の発現に影響する試料温度や試料表面粗さなどの各種パラメータを変化させた場合の撥水性測定結果については、本研究分野の代表的な関連学会である、電気電子絶縁材料システムシンポジウムとその関連国際会議であるISEIMや米国IEEEによるCEIDPにて研究成果を発表した。表面粗さは撥水性の発現を強調する作用があり、前進接触角については向上（より大きく観測され、撥水性が良いと判断）する方向に作用するが、後退接触角については低下（より小さく観測され、撥水性が悪いと判断）する方向に作用することとなり、試料面での水滴の動的な形成過程に撥水状態が密接に影響されることが明らかとなった。撥水性の良い材料は、前進接触角と後退接触角の差が小さく、一様な撥水状態を形成する事となり、この差が大きくなると材料が劣化（または吸水等で物性値が変化）したことが示唆される。

試料温度の変化については、低温側でより撥水性が低下して観測される傾向があることが接触角測定とスプレー法（STRI法）の両者で明らかとなった。この水滴を形成する液体と試料である固体の両者の表面自由エネルギーの負の温度依存性の撥水状態での発現は、固体である試料側の影響がより顕著であることを示唆している。従って、水滴体積を増減させ、前進接触角と後退接触角の動的な観測を行うことや、接触角の数十秒から数分程度の時間的変化（低下）を観測することが、材料評価に於いては接触角の値とともに大変重要な撥水性評価指標を与えることが明らかとなった。

(3) 非接触での撥水性評価手法の開発について

水滴の接触角の測定が撥水性を定量化する最も基本的な計測手段である。普通は接触角計を試料表面に設置し、試料表面の水滴をプリズムや鏡を利用して真横から画像観測し、接触角計測している。凹面内や高電圧印加時など、接触角計を設置できない場合の、非接触での接触角測定や撥水性観測手法の開発は本研究の極めて独創的なアイデアであった。非接触での接触角測定は、水滴に写り込む光源の幾何学的形状と大きさから、水滴の形状を数学モデルで予測することにより可能であることを本研究で明らかとした。接触角が90度以下の場合は、試料面の水滴に鉛直方向からの水滴形状と映り込んだ光源位置を画像計測すれば良い。一方、接触角が90度を超える場合には、水滴の底面形状か水滴の高さが計測できれば、数学モデルから接触角を同定可能であるが、最新のレーザ顕微鏡などを用いても、透明な水滴のこれらを計測することは困難であった。1つの解決策として、試料を45度などの斜め方向から観測することで、90度以上の接触角もある程度、望遠測定可能であることを幾何学的モデルとともに実験的に明らかにした。実験室等での試料面の真横からの水滴形状観測が不可能な場合にも、接触角を評

価可能としたことで、試料表面粗さなどの試料表面物性に異方性がある場合なども、接触角の非接触で複数方向での計測が可能となった。

接触角以外の撥水性の非接触計測手法としては、世界的にも多く用いられているスプレー法の応用を提案した。すなわち、スプレー時の水滴分布の形成過程を、水滴円形度と水滴面積の時間的変化として捉えることで、試料面の撥水性をより定量的に評価可能であることを示した。また、試料面を水平方向から観測可能であれば、望遠顕微鏡などを用いれば、非接触で水滴接触角を評価可能である。この手法は試料面温度の同時計測なども可能で、撥水性評価技術として、色々な複合計測を可能とするものである。

#### (4) 撥水性評価による劣化診断技術への本研究成果の応用事例

CIGRE による DDT は、傾斜した高電圧印加試料に水滴滴下を継続し、電極間が水滴により橋絡するまでの撥水性維持時間を計測・評価するものである。本研究開始時は上部電極が高電圧電極であったが、前々年度より下部電極を高電圧電極とする実験手法の改訂が行われた。本研究の知見として、改訂前までは上部電極からの最大水滴長の変化を計測することで、「撥水性維持能力の低下過程」を定量化できることを明らかにしていた。下部電極が高電圧電極となる新 DDT 計測手法では、下部電極から上に伸びていく最大水滴長を評価することで、非接触に撥水性維持能力の低下過程を定量化できることを明らかにした。この知見は 1 年間延長した研究成果として発表した。

土木・建設材料であるコンクリート構造物の長期性能の改善は、構造物表面へ撥水性を付与する加工技術により成されることが多い。しかしながら、その撥水性発現用の表面含浸剤による施工の効果や、撥水効果の時間的変化を非破壊計測することは、この分野の重要な検討課題である。本研究の撥水性評価手法をコンクリート表面に適用することを検討した。シリコンゴムなどの高分子材料との最も大きな違いは、コンクリートの吸水性の大きさと、骨材の存在による表面の不均質性である。従って、スプレー法を実際に試してみたが、画像解析で水滴形状を抽出することは困難であった。しかしながら試料表面のコンクリート部分に水滴を滴下し、その形状の時間的変化を計測することで、撥水性表面含浸剤の効果をその表面撥水層の形成厚さの情報も含めて、接触角の大きさとその時間的低下の速さで、比較可能であることが明らかとなった。

これらの変化の観測により、試料が乾燥状態にある場合と吸水状態にある場合の区別も可能であることを実験的に明らかとした。また、建築構造物の剥離検査で行われる打音検査手法をこの撥水層の評価に用いたところ、打音のスペクトル分布を解析することで、特に吸水状態にある試料の撥水層の有無を区別可能であることが示唆された。

## 5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 1 件)

所 哲郎、長尾雅行、岩瀬裕之、「撥水性計測を用いたシリコンゴムとコンクリートの表面性能劣化診断技術の開発」、電気学会論文誌 A、査読有、Vol.136、No.9、pp.580-585. (2016.09)  
DOI:10.1541/ieejfms.136.580

〔学会発表〕(計 9 件)

大野開世、所 哲郎、「コンクリート材料の表面状態の非破壊検査に関する研究」、平成 30 年度電気・電子・情報関係学会東海支部連合大会、名城大学 Po2-13. (2018.09)

所 哲郎、「屋外電気絶縁用材料の撥水性計測を用いた材料評価手法の検討」、第 49 回電気電子絶縁材料システムシンポジウム、松山、NP-1、pp.221-224. (2018.09)、ISBN 978-4-88686-073-6

Masanori Miwa, Tetsuro Tokoro, "Image Analysis of Dynamic Drop Test to Measure the Retention of Hydrophobicity of Polymeric Insulating Materials", ISEIM2017, Toyohashi, Japan, V1-21 [105], pp.271-274. (2017.09)

Tetsuro Tokoro, "Effects of Temperature and Surface Roughness on the Evaluation of Hydrophobic Properties of Silicone Rubber", IEEE CEIDP, Toronto, CANADA, 8A-10, pp.814-817. (2016.10)

三輪昌徳、所 哲郎、長尾雅行、「撥水状態の非接触計測によるポリマーがいし材料表面状態劣化診断技術の開発」、第 47 回電気電子絶縁材料システムシンポジウム、MVP-14、pp.197-200. (2016.09)、ISBN 978-4-88686-073-6

所 哲郎、岩瀬裕之、長尾雅行、「撥水性計測を用いた材料劣化診断技術の開発」、第 46

回電気電子絶縁材料システムシンポジウム、P-1、pp.283-286. (2015.09)、ISBN 978-4-88686-073-6

Tetsuro Tokoro, Yuta Hiraiwa and Hiroyuki Iwase, "Diagnosis of Degradation Condition of Materials Using Hydrophobic Analysis", THE 4th INTERNATIONAL GIGAKU CONFERENCE IN NAGAOKA, SP-24, p.192. (2015.06)

平岩祐太、所 哲郎、岩瀬裕之、「コンクリートの撥水状態計測による劣化診断技術の開発」、平成 26 年度電気・電子・情報関係学会東海支部連合大会、Po2-29. (2014.09)  
「電気学会優秀論文発表賞 B 賞」

Tetsuro Tokoro, Hiroyuki Iwase and Masayuki Nagao, "Diagnosis of Degradation Condition of Materials Using Hydrophobic and Dielectric Analysis", Proceedings of 2014 International Symposium on Electrical Insulating Materials (ISEIM2014), PB1, pp.453-456. (2014.06)

〔図書〕(計 2 件)

所 哲郎 分担執筆、「屋外用ポリマー絶縁材料の性能評価・改質技術」、電気学会技術報告第 1383 号 (86p)、電気学会 屋外用ポリマー絶縁材料の性能評価・改質技術調査専門委員会編、pp.10-14, pp.48-54. (2016.10) ISSN 0919-9195

所 哲郎 分担執筆、「屋外用ポリマー絶縁材料の表面機能と長期性能」、電気学会技術報告第 1325 号 (56p)、電気学会 屋外用ポリマー絶縁材料の表面機能と長期性能調査専門委員会編、p.52, pp.15-22, pp.23-29. (2014.12) ISSN 0919-9195

〔産業財産権〕

出願状況 (計 0 件)

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
出願年：  
国内外の別：

〔その他〕

ホームページ等 <http://www.gifu-nct.ac.jp/elec/tokoro/>

## 6 . 研究組織

(1)研究分担者

研究分担者氏名：無し

ローマ字氏名：

所属研究機関名：

部局名：

職名：

研究者番号 (8 桁)：

(2)研究協力者

研究協力者氏名：長尾雅行、岩瀬裕之、平岩祐太、三輪昌徳

ローマ字氏名：Masayuki Nagao, Hiroyuki Iwase, Yuta Hiraiwa, Masanori Miwa

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。