

エポキシ樹脂中に形成された電気トリーのナノスケール断面観察

Nanometer-scale Cross-sectional Observation of Electrical trees in Epoxy Resin

早稲田大学¹, TMEIC²

○三川 莉奈¹, 高橋 滉平¹, 武良 光太郎², 中村 隆央², 吉満 哲夫², 渡邊 孝信¹

Waseda Univ.¹, Toshiba Mitsubishi-Electric Industrial Systems Corporation²,

○R.Sankawa¹, K.Takahashi¹, K.Mura², T.Nakamura², T.Yoshimitsu², and T.Watanabe¹

E-mail: rs-bellypha9602@ruri.waseda.jp

【はじめに】エポキシ系熱硬化性樹脂等のポリマーにナノサイズのシリカを添加したナノコンポジット(NC)材料は、電気トリーの発生・進展が抑制されることから、電気機器など実機絶縁システムへの応用が期待されている^{[1][2]}。電気トリーとは、絶縁材料に局所的に集中した電界がかかった際に生じる絶縁破壊痕跡のことである。しかし、その微視的メカニズム及びナノ粒子添加の効果には未だ不明な点が多く、ナノテクノロジーを駆使した絶縁材料の新しい評価手法の検討が望まれる。今回我々は、微細加工技術を用いて石英ガラス基板上に厚さ 400nm の電極を形成し、その上にエポキシ樹脂を塗布した Fig.1 に示す構造の評価用デバイスを考案した。本稿では、考案したデバイスを用いて電圧印加試験を行いトリー発生部分の観察を行った結果を報告する。

【実験】作製したデバイスの電極対間に 50 Hz の交流電圧を印加した。試料は沿面放電を防ぐため、絶縁性溶液フロリナート®中に浸漬した。印加電圧を徐々に上げ、放電が確認された時点もしくは一定時間経過後に課電を停止し、そのときの電極近傍の様子を観察した。次に、ステルスダイシング法を用いて電圧印加試験後の試料を6つに切り分け、電極間部分を断面 SEM 観察した。

【結果】Fig. 2 は電圧印加後の試料表面を光学顕微鏡で観察し、得られた像である。電極先端から、長さ 40~50 μm の電気トリーが発生していた。Fig. 2 の破線部で切断した試料の断面観察結果を Fig. 3 に示す。大きな隙間と、その周囲に伸びる微細な樹枝状模様を確認した。大きな隙間の全長と光学顕微鏡で観察した切断部のトリーの幅がおおよそ一致することから、この隙間は電極先端から伸びたトリーの断面を捉えたものと考えられる。Fig.3(b)に示す樹枝状模様の起源として、①トリー発生前の前駆現象 ②トリー発生後に周囲に生じた性状変化 ③劈開時の衝撃でトリー近傍に局所的に生じた何らかの性状変化などが考えられるが、現時点では全く不明である。電圧印加後の電気トリー付近でのみ観察されていることから、電気トリーの形成と何らかの相関のある現象であることは確かである。本実験では添加物のないエポキシ樹脂を用いたが、塗布する樹脂を変えることで NC 材料中の電気トリー進展の様子を捉えることも可能であり、NC 材料の絶縁破壊メカニズムの解明に繋がると期待される。

【謝辞】本研究は、東芝三菱電機産業システム株式会社と早稲田大学との共同研究で実施された。試料作製においては日産化学株式会社殿、東芝インフラシステムズ株式会社の今井隆浩氏にご協力頂き、一部実験は東京大学大学院工学系研究科 日高・熊田研究室、早稲田大学ナノ・ライフ創新研究機構の装置を使用し実施された。またステルスダイシング法は、浜松ホトニクス株式会社の河口大祐氏にご協力いただいた。関係皆様方に深く感謝申し上げます。

[1] T. Tanaka, G. C. Montanari and R. Mulhaupt : "Polymer Nanocomposites as Dielectrics and Electrical Insulation-perspectives for Processing Technologies, Material Characterization and Future Applications", IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., Vol.11, No.5, pp.379-383 (2004)

[2] J. Niedernhuber and J. Kindersberger : "Electrical treeing in insulating resins with silica nanofillers", Proc. IEEE International Conf. on Solid Dielectrics (ICSD) 2013, pp.828-831 Bologna, Italy (2013)

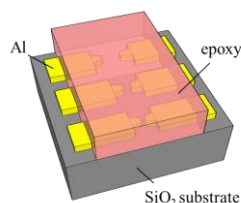


Fig.1 Device structure

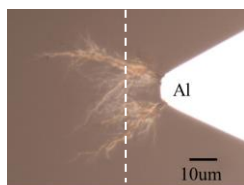


Fig.2 Electrical trees

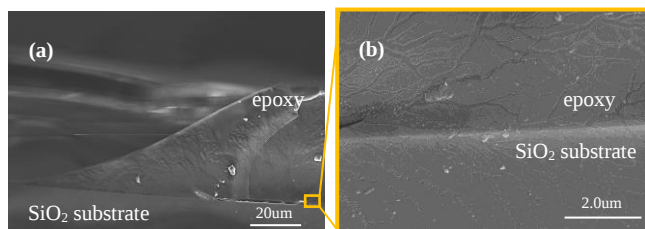


Fig.3 Cross-sectional SEM image