

静電気感度試験における火花放電開始現象(第4報)

金属粉中の火花放電開始現象

黒田英司*, 永石俊幸**

火工品原料として使用されているアルミニウム, マグネシウム, 珪素鉄および水素化チタンなどの金属粉について, それらを静電気感度試験装置の電極間隙に設置して火花放電開始現象を調べた。試験した全ての金属粉は空気よりも短絡, 導通状態または気体放電を発生しやすい。金属粉の印加電圧または電極間隙長と放電開始限界値の関係は, 粉体内および粉体外においてそれぞれ規則的であることを示した。各種金属粉のそれらの関係は電極間電気抵抗, すなわち粉体の接触抵抗によって異なり, 金属粒子の接触の状況, 酸化被膜の電気的特性, 接触抵抗の電圧, 電流変化特性などによって異なることがわかった。粉体中で短絡, 導通または気体放電を発生しやすい金属粉ほど, 粉体表面における気体放電の放電開始電圧は低くなり, 放電開始電極間隙長は長くなった。

1. はじめに

火工品原料として使用されているアルミニウム, マグネシウム, 珪素鉄および水素化チタンなどの金属粉はそれらが金属であるために導体であると, 一方, それらの表面は酸化皮膜でおおわれているために, 粉体集合体としては絶縁体になるとも考えられる¹⁾。このような金属粉の場合に生じる放電開始現象や放電開始限界値は知られておらず, これらが静電気感度にどのように関係しているかも知られていない。放電を発生したときの電極間隙長によって発火エネルギーが大きく変わる^{2,3)}ために, 放電開始限界値は電氣的放電による発火に強く関係する場合があると考えられる。

本一連の研究の第1報⁴⁾において接近電極装置を用いた電極間隙長変化法によって, 第2報⁵⁾においては固定電極装置を用いた充電法によって, 空気間隙の場合の放電開始現象を検討し, そして第3報⁶⁾においては酸化剤粉体について電極間隙長変化法と充電電圧変化法によって放電開始現象を検討した。

ここでは, いくつかの金属粉試料, 特に各種のマグ

ネシウム粉について, 電極間隙長変化法と充電電圧変化法によって放電開始現象を検討し, 放電開始限界値を求め, また, 短絡, 導通および気体放電の開始の機構を考察した。

2. 実験方法

2.1 試料

金属粉試料として, アルミニウム(Al), マグネシウム(Mg), 珪素鉄(FeSi)などを使用した。それらの光透過式粒度分布測定器SKN-501型(セイシン企業製)による平均粒子径実測値と微小部分析型走査電子顕微鏡S-501型(日立製作所製)による粒子形状観察結果をTable 1に示す。

Alは東洋アルミニウムのAlpaste (PFO100S), MgのうちDin40はOerlikon Contraves AG, M45は大和金属粉工業, No.16とM15はHart Metal Inc., M1002はCerac Inc.から, FeSiは三津和化学薬品から購入した。また, いくつかの購入先(片山化学工業, Cerac Inc., Degussa AG, 山中半導体, 和光純薬工業, Aldrich Chemical Company, Inc., 三津和化学薬品)からの水素化チタン(以下TiH_xと総称する)を試験した。

2.2 試験装置

前報まで⁴⁻⁶⁾と同じ静電気感度試験装置を使用し, 電極部および試料の設置方法なども同じである。

2.3 電気回路と放電の発生の有無の判定

放電回路の構成, 電源, その電圧極性などは前報まで⁴⁻⁶⁾と同じである。放電電圧測定用の高電圧ブロー

1999年4月27日受理

*日本工機株式会社

〒105-0003 東京都港区西新橋2-36-1 新橋桜ビル3F

TEL 03-3436-1225

FAX 03-3433-5505

**九州産業大学工学部

〒813-8503 福岡県福岡市東区松香台2-3-1

TEL 092-673-5655

FAX 092-673-5699

Table 1 Observational shapes of various metal powders

| Notation | Average particle size (μm) | Observational shape |
|------------|---|---|
| Al | 60 | Plate like uncertain shape and seen large number of micro particles |
| Mg (Din40) | 218 | Ellipsoid of revolution and large particles |
| Mg (M45) | 14.5 | Plate like uncertain shape and contained micro particles |
| Mg (No.16) | 12 | Sphere, uniform particle size |
| Mg (M1002) | 31 | Rounded foil |
| Mg (M15) | 13 | Sphere and contained micro particles |
| FeSi | 18 | Irregular block like shape |

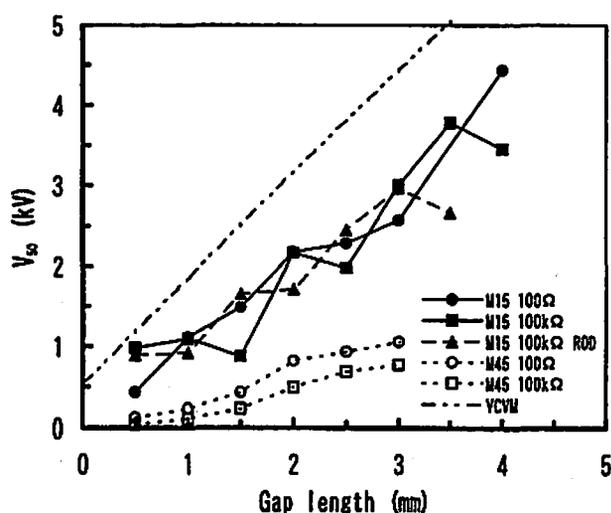


Fig. 1 The relationship between gap length and V_{50} in Mg (M15) and Mg (M45) powders with the variable charging voltage method

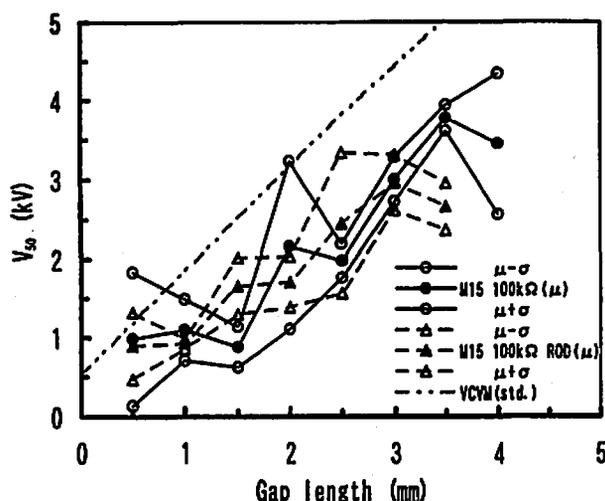


Fig. 2 The relationship among gap length, V_{50} and its standard deviation with the variable charging voltage method

ブを接続しているので、電極に印加される電圧(印加電圧)は電源電圧の約10/11である。コンデンサ容量は500pF、直列抵抗は100Ωか100kΩとした。

短絡または放電の発生の有無の確認の方法も前報まで⁶⁾と同じで、電極間電圧(放電電圧)波形の形状とその電圧値によって行った。短絡のときは電極間電圧がほぼ零になるか大きなノイズを生じ、気体放電のときはある一定電圧を一定時間維持する。また、気体放電と短絡状態の中間状態、電極間電圧が数Vから約100Vのときは導通状態と称することにする。短絡または導通のときでもコンデンサに貯えられたエネルギーは、その一部が試料またはその近傍を通して解放されるために、これらの場合も放電を発生したと称し、その限界の電極間隙長または印加電圧を放電開始限界値とした。

2.4 試験方法

放電開始限界値は前報⁶⁾と同じく充電電圧変化法⁶⁾(Variable charging voltage method, 図ではVCVMと略記する)と電極間隙長変化法⁴⁾(Variable gap length method, 図ではVGLMと略記する)によって求めた。

3. 実験結果

3.1 充電電圧変化法による金属粉の放電開始限界値

充電電圧変化法によって、容量500pFでMg (M15)について、針電極、直列抵抗100Ωと100kΩ、および棒(スチールレコード針の頭の方を電極とした)電極、直列抵抗100kΩの場合について、Dixon法⁷⁾によって求めた電極間隙長と50%放電開始電圧(以下 V_{50} と呼ぶ)の関係を、Mg (M45)の針電極、直列抵抗100Ωと100kΩの場合の関係と共にFig. 1に示す。同図および以下の関係した図には空気の場合の充電電圧変化法に

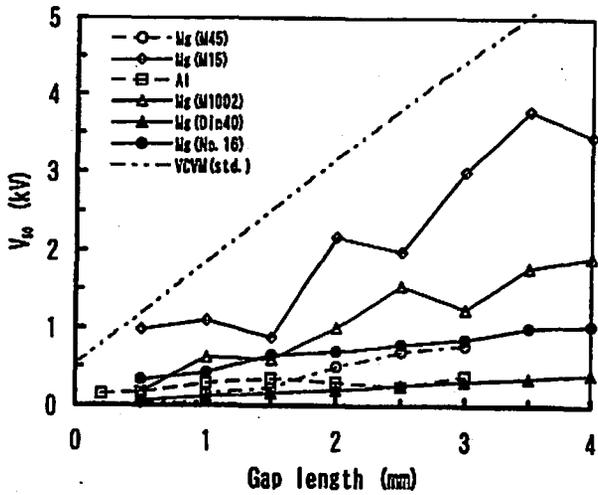


Fig. 3 The critical voltages of onsets of spark discharges in various metal powders

よる比較基準データ⁶⁾(二点鎖線)を記した。

Mg (M15)の棒電極、直列抵抗100kΩと針電極、直列抵抗100kΩのときの電極間隙長と V_{50} および $V_{50} \pm \sigma$ (σ : 標準偏差)の関係をFig. 2に示す。

Mg (M15)の直列抵抗100kΩのときの針電極と棒電極の場合の電極間隙長と V_{50} および $V_{50} \pm \sigma$ の関係は規則的な関係となっていないこともあって差異は認められない。直列抵抗100Ωと100kΩのときの電極間隙長と V_{50} の関係も同様にMg (M15)では差異は認められなかった。Mg (M45)では、Fig. 1に示すように、100kΩの方が放電開始限界電圧が低くなっており、直列抵抗の V_{50} への影響はMg (M15)の場合とは異なっている。以下針電極で、 V_{50} が低くなった直列抵抗100kΩの場合について放電開始限界値を検討した。

Alと各種Mg粉について、針電極、容量500pF、直列抵抗100kΩの場合にDixon法⁷⁾で求めた電極間隙長と V_{50} 関係をFig. 3に示す。

3.2 充電電圧変化法と電極間隙長変化法による金属粉の放電開始限界値の比較

両試験法によるMg (No.16), Mg (M1002)およびMg (M15)の電極間隙長と V_{50} および $V_{50} \pm \sigma$ ならびに印加電圧と L_{50} (50%放電開始電極間隙長)および $L_{50} \pm \sigma$ の関係をそれぞれFig. 4~6に示す。これらの図には比較基準として、空気の場合のFig. 1~3に示した充電電圧変化法による電極間隙長と V_{50} の関係(二点鎖線)のほかに、空気の場合の電極間隙長変化法による印加電圧と L_{50} の関係(一点鎖線)を示した。

3.3 短絡、導通および気体放電を発生しやすい物質

Fig. 7には、購入先の異なる7種の TiH_x の電極間隙長変化法による印加電圧と L_{50} の関係をFig. 8に

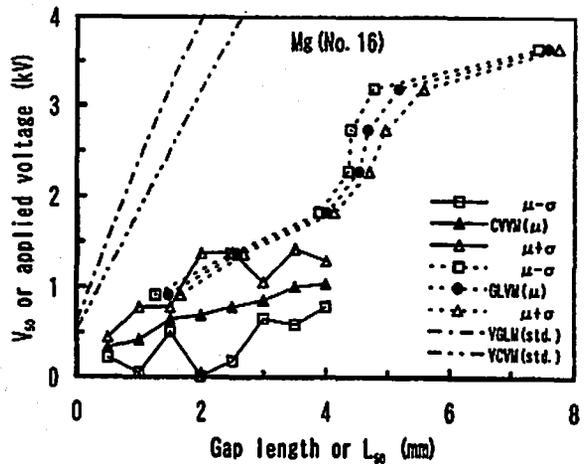


Fig. 4 The critical voltage and gap length for the onset of spark discharge, and their standard deviations in Mg (M45) powder

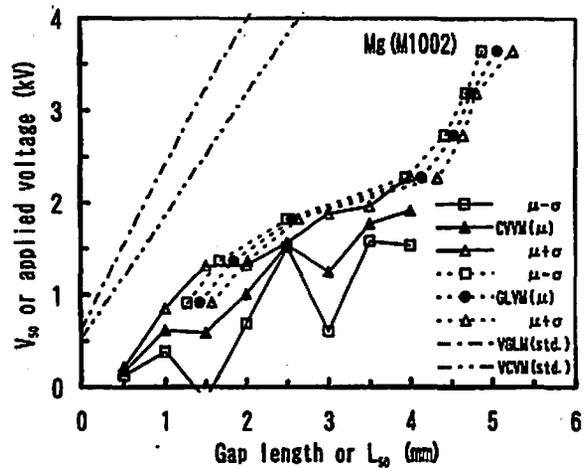


Fig. 5 The critical voltage and gap length for the onset of spark discharge, and their standard deviations in Mg (M1002) powder

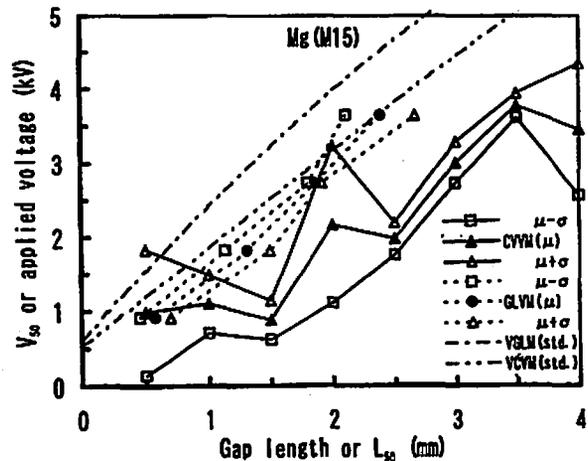


Fig. 6 The critical voltage and gap length for the onset of spark discharge, and their standard deviations in Mg (M15) powder

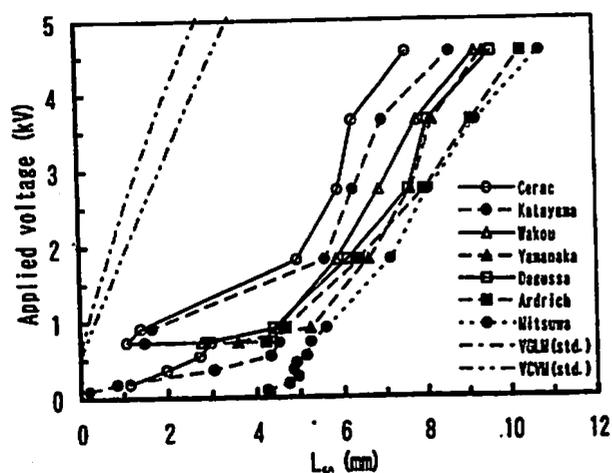


Fig. 7 The critical gap length for the onset of spark discharge in titanium hydride powders

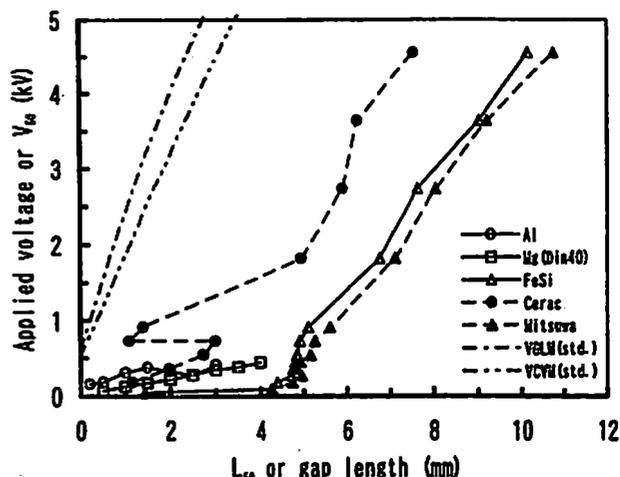


Fig. 8 The critical gap length for the onset of spark discharge in easily dischargeable or good conductive powders

空気よりも著しく短絡，導通または放電を発生しやすかったAl, Mg (Din40)の充電電圧変化法によるデータに加えて，電極間隙長変化法によって得たFeSiと，TiH₂のうちで最も放電を発生しやすい三津和化学薬品と最も発生し難いCerac Inc.のTiH₂のデータをまとめた。

4. 考 察

金属粉の場合の電極間の電気的導通はその間を金属粒子が直接に連鎖接続することによって生じる⁸⁾。そのときの電極間電気抵抗は，金属粒子内部の電気抵抗が非常に低いので，電流路にある金属粒子の接点の薄い酸化被膜を通しての接触抵抗の総和であるとみなすことができる⁹⁾。もし酸化被膜がなければ導通状態になるはずである。

もし個々の接触抵抗が低くて電極間電気抵抗が低い場合や直列抵抗が高い場合には，電圧が印加され，電流が流れてもその接点の接続は維持され，低い電極間電圧を示す導通状態か短絡状態となる⁹⁾。電極間電気抵抗が高くて印加電圧が高い場合や電流が大きい場合には，電流による接点加熱により，接点接続が破壊され⁹⁾，絶縁状態となる場合と，加熱によってまたは反応によって生じたイオンによって電極間が接続され^{9, 10)}，短絡状態となるか気体放電状態になる。

イオンによる電極間電気抵抗が直列抵抗に比べて十分に低いときには，イオンによる電極間電気抵抗は急激にまたは次第に低下して短絡状態となる¹⁰⁾。ある限界値以上の電極間電気抵抗のときは，そのイオン導通が引き金となってコンデンサ放電が励起され，電源電圧と直列抵抗によって，アーク放電，グロー放電または微小振動放電となる^{11, 12)}。

このときに，イオン導通による電極間電気抵抗が非

常に高いときには，コンデンサ放電を励起することができず，また，電源電圧がその電極間隙長において放電を維持できる電圧以上，かつ電流が数mA以上でなければ気体放電を発生しそれを維持することができず，電極間は絶縁状態となる⁹⁻¹²⁾。

以上の短絡および気体放電の発生機構によって，実験結果を検討する。

金属粉粉体内では，Fig. 1～6に示すように，試験した金属粉は全て空気の場合よりも短絡，導通または放電を発生しやすく，その程度は金属粉の種類とタイプなどによって大きく異なった。それらをおおよそ短絡，導通およびまたは放電の発生しやすかった順に並べると次のようになる。

FeSi < TiH₂ (三津和化学薬品) < Mg (Din40) < Al < Mg (M45) < Mg (No.16) < TiH₂ (Cerac Inc.) < Mg (M1002) < Mg (M15) < 空気

ここに，TiH₂は最も短絡，導通または放電を発生しやすかったものと特に発生し難かったものだけを示した。

放電開始限界値には，電極間電気抵抗，それ故に粒子径，粒度分布，粒子形状およびそれらと強い関係がある接触抵抗が関係すると考えられる。Mg粉の場合には，粒子径が小さく，接触抵抗が高くて電極間電気抵抗が高いほど，放電開始限界電圧は高くなる傾向が認められた。

Mg (M15)は微粒子が混ざっているので電極間電気抵抗が高く，Mg (M1002)は箔が丸められた状態であるので，粒子径が大きくても接点と接触面積が少なくして接触抵抗が高く，電極間電気抵抗が高くなって，放電開始限界電圧が高くなったと考えられる。

Mg (No.16)は微粒子を含まない球状粒子のために，

Mg(M15)よりも放電開始限界電圧が低く、Mg(M45)は板状粒子のために接触抵抗が低くなって、放電開始限界電圧が低くなったと考えられる。Mg(Din40)は粒子径が大きいために、Mg粉のうちでは最も放電開始限界電圧が低い。

一方、Al粉は粒子径が小さく、接触抵抗は高いにもかかわらず、放電開始限界電圧は低い。これは酸化被膜の状態やその電気抵抗および粒子間の接触抵抗の電圧、電流変化特性などが関係したためと考えられる。その他、FeSiやいくつかのTiH_xはAlよりも放電開始限界電圧が低く、粉体中ではほとんどの場合に導通状態となった。酸化被膜がないかまたはその電気抵抗が低いためと考えられる。

金属粉中で短絡、導通となるか気体放電となるかには直列抵抗が関係し、直列抵抗100Ωのときは気体放電になりやすく、直列抵抗100kΩのときは短絡になりやすかった。直列抵抗が高いほど電流が少ないために、接触抵抗による導通が維持され、導通または短絡状態になりやすく、また、接点接触が破壊されても、粒子間の接点加熱によって生じたイオンによる電極間電気抵抗が、直列抵抗に比べて非常に低くなる場合が多く、気体放電を維持することができなくて短絡状態となることが多いと考えられる。一方、直列抵抗が低いときに、気体放電を維持できない場合には絶縁状態となる。

Mg(M15)ではFig. 1に示されるように直列抵抗による短絡、導通または放電の発生しやすさに差がなかったが、Mg(M45)では直列抵抗が高い方が放電開始限界値は小さくなった。これはMg(M45)の接触抵抗が低いために、高い直列抵抗では、接触抵抗による導通が維持され、短絡または導通状態になりやすいことが関係していると考えられる。

充電電圧変化法と電極間隙長変化法による金属粉中の放電開始限界値の比較では、空気の場合と同じく金属粉中でも、Fig. 5~6に示されるように、充電電圧変化法が短絡、導通または放電を発生しやすい側の放電開始限界値を与えた。

金属粉中の放電開始限界値の標準偏差は空気中の場合よりも大きい。金属粉中では、電極表面に不純物として金属粒子が付着しているために、また、電極間では試験ごとに粒子の堆積状態が変わり、接触抵抗と電極間電気抵抗が変わるために、不整現象が生じなくとも放電の発生のはらつき、すなわち標準偏差は大きくなったと考えられる。電極間隙長変化法による標準偏差は、空気の場合よりも大きい、充電電圧変化法の場合よりもかなり小さい。充電電圧変化法で電圧が徐々に高くなっていくときの方が不整現象や放電遅延

を発生しやすく⁹⁾、放電開始電圧に大きなばらつきを生じることを示している。

スチールレコード針の針先と針頭の方を電極とした場合では、空気の場合には大きく異なり、針の直径の0.5~2倍の電極間隙長範囲にわたって、棒電極の方が大きく放電を発生し難かった⁶⁾。しかしながら、電極間隙に金属粉が置かれている場合には、Fig. 2に示されているように、針電極と棒電極で放電の発生しやすさにほとんど差異がないのみならず、標準偏差にも差異が認められなかった。

以上のように、電極間に金属粉がある場合、短絡、導通および気体放電の発生しやすさには電極間電気抵抗、つまり接触抵抗が関係し、また、金属粒子の接触状態、酸化被膜の状態やその電気抵抗および接触抵抗の電圧、電流変化特性なども関係する。このような金属粉の接触抵抗による電極間接続は、気体放電の引き金としての作用を持っており、空気の場合よりもいづれも放電を発生しやすい方の放電開始限界値を与え、生じた放電の特性は金属粉がない空气中放電の場合とほぼ同じである^{11,12)}。

電極間隙長が4.5~5.5mm、印加電圧が1kVを境にして、Fig. 4, 5, 7および8に見られるように、印加電圧または電極間隙長と放電開始限界値の関係が異なっている。実際の試料の高さは、試料設置方法により実験毎のばらつきを生じて4.5~5.5mmであることから、その関係は、放電が金属粉粉体中か粉体表面上の空气中で起こっているかの違いによって生じたものである。

FeSiといくつかのTiH_xの場合は4.5~5.5mm間の電極間隙長まで低い電圧でほとんど短絡状態となり、上部電極が試料表面に接触しない場合もあると考えられる約4.5mm以上の電極間隙長のところでようやくDixon法によるup and down○×データ系列が得られた。

このような短絡を生じやすい金属粉粉体では、明らかにその表面位置が一方の電極となって低い印加電圧で気体放電を生じていることがわかる。この場合に、Fig. 7と8に示されるように、電極間隙長4.5mm以上で印加電圧1kV以下のときは、印加電圧に対するL₅₀の変化が不規則となっている。これは金属粉表面での気体放電と試料表面への針電極の接触による導通または短絡のどちらかが偶然に発生し、試料表面位置が一定ではないためにどちらも不規則になったと考えられる。

電極間隙長変化法と充電電圧変化法の違いはあるが、最も放電を発生しやすかったTiH_x(三津和薬品工業)はFeSiとほぼ同等であり、最も放電を発生し難か

ったTiH₂ (Cerac inc.)はMg (M16)とほぼ同等となった。TiH₂は水素含有量によって金属組織、粒子形状、電気抵抗などが変わるために、電極間電気抵抗が異なって放電開始限界値に差異が生じたものと考えられる^{13, 14)}。

これらの金属粉は電源電圧2kV以上では、ほぼ同じ勾配の印加電圧とL₅₀関係になっている。すべて電極間隙長4.5mm以上であるので、試料表面での空気中気体放電である。

電源電圧が800Vと1kVのデータに非常に放電を発生し難くなるという異常が電源電圧が800VでL₅₀が5mm以下であったものに認められた。再現実験で同じ現象が生じた場合もあったが、生じない場合が多かった。生じた場合は金属粉が絶縁物質として作用し、生じない場合は導体として作用したと考えられる。生じない場合には粉体中のデータと電源電圧2kV以上のデータはその間で折れ曲がりはあるが連続しているように見える。

このような状況はFig. 5と6の印加電圧とL₅₀の関係にもみられる。そして、粉体中における放電開始限界値が放電を発生しやすい側にあるほど、試料表面上の放電開始電極間隙長は長くなるという傾向があることがわかる。

5. まとめ

- 1) 金属粉粉体内では、全て空気の場合よりも短絡、導通または放電を発生しやすく、その程度は金属粉の種類とタイプなどによって大きく異なった。Mg粉の場合には、粒子径が小さく、接触抵抗が高く電極間電気抵抗が高いほど、放電開始限界値は放電を生じ難い側になる傾向が認められた。
- 2) 金属粉の印加電圧または電極間隙長と放電開始限界値の関係は、個々の金属粉についてそれぞれ粉体内と粉体外で規則的である。金属粉によるそれらの関係の違いは、電極間電気抵抗、つまり粉体の接触抵抗の違いによって生じ、金属粒子の接触状態、酸化

被膜の状態やその電気抵抗、および接触抵抗の電圧、電流変化特性など違いによって生じると考えられた。このような金属粉の接触抵抗による電極間接続は、気体放電の引き金としての作用を持っている。

- 3) 充電電圧変化法と電極間隙長変化法による金属粉中の短絡、導通および放電開始限界値を比較したが、空気の場合と同じく金属粉中の場合でも、充電電圧変化法が放電開始限界値は放電を発生しやすい側の値を与え、電極間隙長変化法では、空気の場合よりも大きい、充電電圧変化法の場合よりも小さい標準偏差を示した。
- 4) 粉体中で短絡、導通または気体放電を発生しやすい金属粉ほど、粉体表面上における気体放電の放電開始電圧は低くなり、放電開始電極間隙長は長くなる傾向を示した。

文 献

- 1) 黒田英司, 永石俊幸, 火薬学会秋季研究発表講演会要旨, P.1 (1996)
- 2) 黒田英司, 永石俊幸, 安全工学, 36, 84 (1997)
- 3) 黒田英司, 永石俊幸, 火薬学会誌, 59, 137 (1998)
- 4) 黒田英司, 永石俊幸, 火薬学会誌, 55, 214 (1994)
- 5) 黒田英司, 永石俊幸, 火薬学会誌, 57, 77 (1996)
- 6) 黒田英司, 永石俊幸, 火薬学会誌, 60, 124 (1999)
- 7) J.W.Dixon and A.M.Mood, J.A.S.A., 43, 109 (1948)
- 8) 黒田英司, 工業火薬, 32, 269 (1971)
- 9) 黒田英司, 工業火薬, 36, 266 (1975)
- 10) 黒田英司, 永石俊幸, 火薬学会秋季研究発表講演会要旨, P.7 (1994)
- 11) 黒田英司, 永石俊幸, 静電気学会講演論文集, 93, P.433 (1993)
- 12) E.Kuroda and T.Nagaishi, Proc. of the 18th IPS, P. 511 (1992)
- 13) K.White et al, MLM-2550 (1978)
- 14) K.White et al, MLM-2589 (1979)

Onset of spark discharge in the electrostatic sensitivity test (IV)
Onset of spark discharges in pulverulent metal substances

Eishi KURODA* and Toshiyuki NAGAISHI**

Study on onset of spark discharges in pulverulent metal substances like aluminum, magnesium, ferrosilicon and titanium hydride which are widely used as pyrotechnic raw materials was carried out with the electrostatic sensitivity test apparatus. All kinds of pulverulent metal substances tested, made short circuit and produced electric gas discharge more easily than air. The relationships between charging voltage or gap length and threshold values of onset of spark discharge were recognized irrespective of discharging in or outside pulverulent metal substances. The relationships were revealed to be dependent not only on the electrode gap resistance, i.e. the contact resistance of pulverulent metal substances but also on the condition of the inter-metallic contacts, the property and the resistance of metal oxide film, and both voltage and current characteristics of contact resistance. For pulverulent metal substances in which a short circuit or electric gas discharge occurs more easily, the critical voltage of discharge onset tended to decrease and the critical gap length of discharge onset became longer outside substances.

(*Nippon Koki Co., Ltd., Shimbashi-Sakura Bldg., 3F, 36-1, 2-Chome, Nishi-Shimbashi, Minato-ku, Tokyo 105-0003, JAPAN

**Faculty of Engineering, Kyushu Sangyou University, 2-1-3, Matsuka-dai, Higashi-ku, Fukuoka 813-8503, JAPAN)