

次世代電動自動車のための高耐熱性電着材料の開発

Development of highly thermostable electrophoretic deposition materials for the next-generation electric vehicles

高島伶奈¹⁾

指導教員 山下俊^{2,3)}, 研究協力者 小林亜由美^{2,3)}, 入谷康平^{2,3)}, 菊池英行^{3,4)}

- 1) 東京工科大学 大学院 工学研究科 サステイナブル工学専攻 高分子・光機能材料学研究室
- 2) 東京工科大学 工学部 応用化学科
- 3) 東京工科大学 先端リグニン材料研究センター
- 4) Hide Technology LCC

キーワード：ポリイミド、電着、フルオレン、ペーマイトアルミナ、微粒子

1. 研究背景

近年、世界規模での脱炭素化を実現するため、石油エネルギーから電気エネルギーへのパラダイムシフトが加速している。モビリティにおいても電動化が進められ、それに伴い電気モーターの高性能化が進められている。モーターコイルの開発においては絶縁材料が技術実現の鍵であり、欠陥の無い絶縁塗膜を形成するために電着法が重要である。当研究室では、これまでに優れた耐熱性を有するポリイミドにペーマイトアルミナを複合化した高耐放電摩耗性を有する電着材料を開発してきた。本研究ではその複合電着材料の化学的耐熱性を向上させるためにフルオレン骨格を持つ剛直な全芳香族ポリイミドを合成し、その電着機能の付与のための条件を明らかにし、電着膜の耐熱性を評価した。

2. 実験と結果

〈ポリイミドの合成〉

常法に従い、*N*-メチル-2-ピロリドン(NMP)溶媒中においてジアミンおよび酸無水物を反応させ、ポリアミド酸を合成した後、ピリジンと無水酢酸を用いた化学イミド化により、フルオレン骨格を含む三種類のポリイミド PI(BPAF/BAFL)、

PI(BPAF/BAPB)、PI(BTDA/BAFL)を合成した(Fig.1)。化学構造は FT-IR および ¹³C NMR または ¹H NMR で確認した。

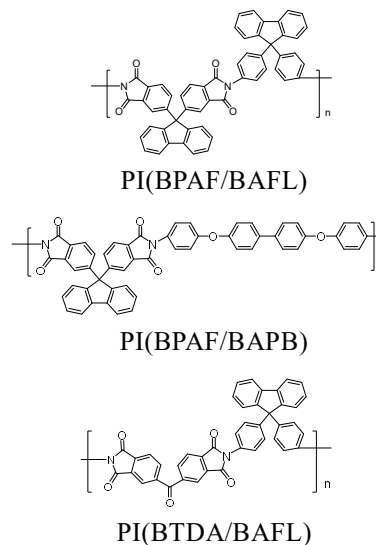


Fig.1 Chemical Structure of PIs

〈ポリイミドの長期熱劣化試験〉

ポリイミドの物性評価として長期熱劣化試験を行った。溶媒キャスト法によりポリイミドフィルムを作製し、200℃の恒温槽内でフィルムを静置し、一定時間加熱したものをそれぞれ引張試験により力学特性を評価した。

全フルオレン構造をもつ PI(BPAF/BAFL)は剛直であるため、自立膜は比較的もろい構造であった。

一方、半フルオレン構造である PI(BPAF/BAPB)と PI(BTDA/BAFL)は柔軟なフィルムが得られた。引張試験から得た伸びを Fig.2 に示す。PI(BTDA/BAFL)の場合は、加熱時間に依存せずに破断伸びの低下はほとんど見られなかった。また、PI(BPAF/BAPB)では加熱時間が増加するほど破断伸びも大きくなることが分かった。一般に高分子は熱劣化に伴い伸び率が低下するため、外力により亀裂が生じてしまうことが問題であるが、フルオレン型可溶性ポリアイミドのフィルムは伸び率が低下せず長期熱耐性があることが明らかになった。

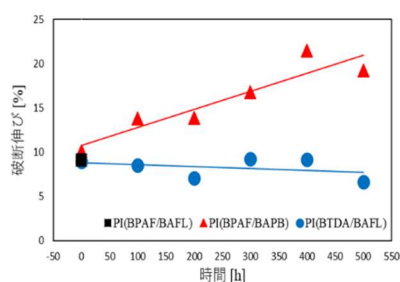


Fig.2 Plots of elongation at break of films with respect to heating time

〈微粒子分散液調製と電着条件の検討〉

次に電着液作製のために、PIの微粒子化を検討した。微粒子分散液は、NMP中においてPIとペーマイトアルミナ混合溶液を攪拌しながら貧溶媒のメタノールを滴下することで調整した。微粒子の粒子径と分散液のゼータ電位の測定に基づき、電着に最適な微粒子液の作製条件を決定した。

PI(BPAF/BAFL)では、1%NMP溶液にPI固形比10%のペーマイトアルミナを加え、メタノール滴下することで100-300nm程度の粒子径分布を持つポリアイミド微粒子が形成され、ゼータ電位47.7mVの安定に分散した微粒子分散液を得ることができた。

同様に他二つのPIの微粒子分散液の調製条件の検討をした。PI(BPAF/BAPB)でも同様の条件により、100-400nm程度の粒子径分布を持つ安定なポリアイミド微粒子が形成され、89.5mVのゼータ電位を示した。また、PI(BTDA/BAFL)ではペーマイトアルミナの添加量をPI固形分比30%とすることで、100-400nm程度の粒子径分布を持つポリアイミ

ド微粒子が形成され、ゼータ電位は41.5mVを示した。

次に、調製した微粒子分散液を用いて銅基板上への電着を行った。全ての試料において、10V30分間通電することで良好な塗膜を得ることができた。Fig.3にPI(BPAF/BAPB)を用いた電着後の銅板の写真を示す。塗膜の膜厚は最大で137 μ mであり、従来の電着法による塗膜に比べ著しく厚膜の形成が可能であることが分かった。



Fig.3 Photo image of a copper substrate after electrodeposition using PI(BPAF/BAPB)

電着時のクーロン効率を算出するために、電荷量に対する膜厚または膜重量の変化量を求めた。膜重量の初期の傾きからクーロン効率を算出すると、最大で60mg/Cであり、これらのPIは高効率で電着できることが分かった。

〈電着塗膜の熱物性評価〉

電着膜を剥離し、TG-DTAによる熱物性測定を行った。空気存在下600 $^{\circ}$ Cまでの昇温により残渣重量を測定した。PI(BPAF/BAFL)、PI(BPAF/BAPB)、PI(BTDA/BAFL)の初期重量に対して残渣はそれぞれ電着液調製時に添加したペーマイトアルミナ量と概ね同じであり、塗膜組成を制御できることが分かった。また塗膜の10wt%重量減少温度は588 $^{\circ}$ C、586 $^{\circ}$ C、569 $^{\circ}$ Cであり、高い耐熱性を有していることが分かった。

3. 結論

本研究では、電着塗膜の耐熱性向上のために全芳香族性のPIを用いた電着を行った。三種類のPIを合成し、それぞれ微粒子化および電着塗装の最適化により、均一な電着塗膜を得ることに成功した。また、いずれも従来のPIよりも高効率で電着できることを見出し、熱分析により電着塗膜は569 $^{\circ}$ C以上の高耐熱性を持つことを明らかにした。