特



電動車用巻線の品質向上に向けた解析技術

Analysis Technologies for Quality Improvement in Magnet Wires of Electrified Vehicles

岡本 健太郎* Kentaro Okamoto **久保 優吾** Yugo Kubo



小泉 俊幸 Toshiyuki Koizumi

巻線は導体とエナメル皮膜から構成される製品であり、巻線の品質や性能の向上を図る上で、金属(導体)、樹脂(エナメル皮膜)、および、それらで形成される異種材料界面が解析技術の対象である。解析の目的に応じ、新規解析技術の開発、また、最先端の解析技術の活用が必要となってきており、本報では、巻線を構成する導体やエナメル皮膜、および、導体とエナメル皮膜の界面に対する独自の解析技術を報告する。

Magnet wire is an electrical wire coated with an insulation film. We analyze its constituent elements such as a conductor, insulation resin, and the interface between them, in order to improve the quality and performance of the wire. It is increasingly important to develop novel and advanced analysis technologies and use them depending on the purposes of analysis. This paper reports on our unique technology and approach to the analysis of the aforementioned elements.

キーワード:巻線、導体、エナメル皮膜、界面、解析技術

1. 緒 言

巻線に対する需要は、世界的な電動車市場の成長と共に 拡大しており、解析技術研究センターでは、当社の巻線事 業の更なる成長、モノづくり力の強化を推進すべく、解析 技術を通じ、新製品の開発加速、巻線品質の向上に取り組 んでいる。

巻線は導体とエナメル皮膜から構成される電線であり、 耐熱性や耐加工性、絶縁性といった電動車用途における厳 しい要求に対し、巻線を構成する導体やエナメル皮膜に は、高品質で高性能な材料が求められる^{(1)、(2)}。また、導体 にエナメル皮膜を被覆させた時に、その材料界面において 異種材料同士を接着させる技術も必要となってくる。巻線 の品質や性能の向上を図る上で、導体、エナメル皮膜、お よびそれら異種材料間の界面が解析の対象となり、目的に 応じ、当社独自の解析技術の開発、また最先端の解析技術



図1 解析の対象と目的

の活用が必要となってくる(図1)。本報では、巻線を構成 する導体やエナメル皮膜、および、導体/エナメル皮膜の 界面に対する解析技術の取り組みを報告する。

2. X線CTによる内部状態の観察

巻線は導体に絶縁皮膜を被覆した電線であり、材料の評価では、内部構造や状態の変化を長手方向に立体的に観察することが求められることは多い。こういった要望に対して、材料を加工し内部を露出させて観察する機械研磨やイオンビームによる観察技術では、①外部から確認できない箇所の加工ができない、②貴重なサンプルではやり直しができない、③三次元的に観察するには加工と観察を繰り返す必要があり長時間を要す、といった課題があった。これらの課題に対して、当センターでは非破壊で内部を三次元的に観察することができるX線CT^{*1}の活用を推進している。

図2にX線CTの測定原理を示す。X線源から照射された X線が試料を透過し、検出器で透視像として画像化された ものを、試料の設置角度を少しずつ変えながらデータとし て取得する。試料を360度回転させ取得した多数のデータ をコンピューターで計算することで、三次元像、および任 意の面における断層像を得ることができる。これらの像は X線の透過量を元にしていることから、X線CTは材料の密 度差および構成原子を反映した内部構造を非破壊で写し取 ることができる技術であると言える。

このX線CTによる非破壊観察技術を導体の内部観察に 適用し、導体の品質調査に活用した。X線CTによる導体の



図2 X線CT原理

非破壊観察の結果、内部に密度の小さい箇所(空隙)が確認され、得られた三次元データを元に図3に示すような空隙の分布を作成した。このような分布の可視化により、空隙が集中した様子が確認できるようになり、数値化を通じて導体の品質を把握することも可能となった。導体材料を細径に伸線する場合、微細な欠陥が製造トラブルを引き起こすこともあるため、空隙や割れ、偏析といった内部欠陥の分布を正確に把握することは、安定なモノづくり、より優れた導体品質の製品開発において重要である。また、さらに非破壊観察で特定した変形箇所を狙って加工し、より詳細に状態観察することで、内部欠陥の要因調査も可能であり、図4の手順に示すような破壊観察の前処理としてもX線CTは非常に有用である。



図3 導体の内部状態の観察結果



図4 X線CTを活用した内部状態の評価

3. 加熱発生ガスによる硬化度の評価

耐熱性、機械特性、絶縁性に優れた熱硬化樹脂であるポ リイミド(PI)は、電動車用巻線のエナメル皮膜に採用さ れている⁽¹⁾。PIの硬化反応を**図5**に示すが、反応前後でPI分 子の部分構造の変化を伴っており、その反応量(硬化度) は、硬化物を評価する上で重要な指標となっている。しか し、これまでは十分な精度で硬化度を評価することが困難 であった。今回、当センターでは硬化時に発生する水分子 に着目し、加熱発生ガス質量分析法^{*2}を活用した独自の硬 化度の評価手法を開発した。



図5 ポリイミドの硬化反応

硬化前のPIから加熱発生する水分子の挙動を図6(a)に 示す。未反応の部分構造がPI分子内に残存する場合、昇温 加熱によって100℃から徐々に水分子が発生することを確 認した。また、図6(b)に示す赤外分光分析(FT-IR)*³の 結果で、ガス分析後にイミド結合に由来するピーク(C= O伸縮振動1712 cm⁻¹、C-N伸縮振動1373 cm⁻¹)が生じ ていることから、ガス分析前後でポリイミドの硬化反応が 進行していることが判明した。



加熱発生ガス質量分析における水分子の発生に関する挙動は、PIの硬化反応に起因するものであるため、その発生量を指標とし、PI分子に含まれる未反応の部分構造の量、 硬化反応の進行度を表す硬化度を見積もることができるこ とを見出した。異なる条件で硬化させたエナメル皮膜の硬 化度を開発手法で評価した結果を図7に示す。樹脂材料の 硬化度を評価する上で、熱分析やFT-IR法を用いることが 一般的であるが^{(3).(4)}、これらの手法では分子の大半が硬化 した状態のものでは硬化度の差を見出すことは難しい。ま た、硬化物は不溶であるため、溶媒抽出法で回収した未反 応の低分子から硬化度を評価することも多いが⁽⁵⁾、高分子 内に未反応の部分構造が存在するPIには適用不可である。 エナメル皮膜のような硬化が進んだ状態の僅かな違いを捉 えるには、微量の水分子まで評価可能な本手法が極めて有 用であり、製品の出来栄え調査や良品条件の探索への活用 を進めている。



図7 開発手法の出来栄え評価への活用例

4. 放射光による樹脂/金属界面の状態解析

樹脂や金属からなる異種材料間の界面を解析すること は、材料同士の相互作用や界面接着強度の発現などの現象 を理解する上で重要である。一方で、それらの要因は複合的 で、解析には様々なアプローチが必要となり、界面に対する アプローチの一つとして硬X線光電子分光法(HAXPES)** の活用を進めている。HAXPESは励起X線として大型放射 光施設SPring-8の高輝度X線を活用した光電子分光法であ り、ラボのX線よりも分析深さが深いことが特徴である。 そのため、図8の原理に示すように、より深い内部のデー タを取得することができ、異種材料が接着した状態を維持 させたまま、非破壊で界面の化学状態を解析できることが 可能である。本項では、エナメル皮膜として用いられるPI



と銅の界面を模擬した試料を作製し、HAXPESにより界面 における樹脂と金属の化学結合状態について調査した事例 を述べる。

HAXPES測定用の試料作製手順を**図9**に示す。表面平滑 なGaAs基板上にSiO₂、銅の順で成膜し、銅薄膜上にPI前 駆体を塗布し熱硬化させ、PIと銅の界面を作製した。この 後、GaAs基板とSiO₂膜を除去し、銅薄膜面からHAXPES 測定を行い、得られたN1sスペクトルを**図10**に示す。リ ファレンスとしてPI単体のN1sスペクトルデータを並べ て示しているが、PI単体と模擬試料ではピーク形状が大き く異なり、銅との界面ではバルクとは異なる化学状態であ ることが判明した。PI単体ではイミド結合(400.8 eV)⁽⁶⁾ に由来するピークが検出されているのに対し、模擬試料の HAXPES結果では界面に関する情報のみが得られ、PIと銅 の界面においてはイミド結合が開環したアミド酸(400.0 eV)⁽⁶⁾の状態であることが考えられた。更に、低エネル ギー側のショルダーピーク(398.6 eV)は窒素原子と金属 の結合(N-Cu)の存在を支持するものであり⁽⁷⁾、PIと銅の



図9 試料作製手順



図10 PI/銅の界面のHAXPES結果(N1s)

界面において化学的な結合が存在することを示唆する結果 である。

このようにHAXPESは異種材料が接着した状態を維持 したまま、界面にアプローチすることができる技術であ り、従来の界面へのアプローチでは、剥離や切削、スパッ タリングなどの破壊が必要であったが、界面の状態を残し たまま真の姿を解析できるようになったことは非常に意義 のあることである。本項では巻線を模擬した試料を用いた 解析であったが、更に技術検討を進めていき、実製品への HAXPESの適用、樹脂/金属における接着機構といった現 象の解明、より接着力に優れた材料開発に繋げていく。

5. 結 言

巻線を構成する導体やエナメル皮膜、また、導体/エナ メル皮膜の界面に関する最新の解析事例を交えて、解析技 術に関する取り組みについて報告した。今回は分析装置を 活用した解析技術の報告であるが、材料設計から製造プロ セスと幅広くCAE^{*5}も活用しており、引き続き、様々な材 料、課題解決への対応に応えるべく、今後も分析、CAEと 解析技術開発を継続し、電動車用巻線の品質向上、当社巻 線事業の拡大に努めていく所存である。

6. 謝 辞

HAXPES分析用の試料作製の一部は、文部科学省ナノテ クノロジープラットフォーム事業 (京都大学微細加工プラッ トフォーム)の支援を受けて実施された。またHAXPES実 験は、SPring-8のBL16XU及び46XUにおいて実施された (課題番号:2017A5030、2017B1801、2017B1928、 2017B5030、2018A5030)。

用語集-

20

<u>×1</u> X線CT

(CT: Computed Tomography) 物体をさまざまな方向か らX線で撮影し、コンピューターにより物体の三次元像を 再構築する観察技術。物体の内部構造を非破壊で調べるこ とが可能である。

%2 加熱発生ガス質量分析法

試料を加熱炉中に設置し、昇温していく際に発生するガス を質量分析計で測定する装置。昇温過程におけるガスの発 生挙動を調べることが可能である。

₩3 赤外分光分析 (FT-IR)

Fourier Transform Infrared Spectroscopy: 試料に赤外 光を照射し、透過または反射した光量を測定する装置。分子 の構造や官能基の情報をスペクトルから得ることができ、 物質の同定に関する有効な情報を得ることが可能である。

硬 X 線光電子分光法(HAXPES) **%4**

Hard X-ray Photoelectron Spectroscopy: 励起X線とし て硬X線(6~8 keV程度)を用いた光電子分光法であり、 軟X線を用いたXPSよりも検出深さが深いことが特徴であ る分光技術。検出深さが深いことで、より内部や埋もれた 界面の化学状態について解析することが可能である。

ж5 CAE

Computer Aided Engineering: コンピューターを用いた シミュレーションで製品設計、製造や工程設計の事前検討 を行うこと。計算機支援工学、数値解析などと呼ばれるこ ともある。

- (1) 菅原潤、佐伯孝之、小林直弘、木村康三、「巻線開発の歴史と今後の 展望」、SEIテクニカルレビュー第190号、pp99-104 (2017年1月)
- (2) 太田槙弥、山内雅晃、溝口晃、吉田健吾、田村康、「HEV/EV 用駆動 モータ向け平角線の開発」、SEIテクニカルレビュー第194号、pp41-45 (2019年1月)
- (3) 加門隆、「熱測定の熱硬化性樹脂の硬化への応用」、熱硬化性樹脂、 Vol.6、No.2、pp94-111 (1985年)
- (4) 柘植盛男、「フーリエ変換赤外分光法の熱硬化性樹脂分析への応用」、 熱硬化性樹脂、Vol.12、No.4、pp209-234(1991年)
- (5) 吉田健吾、杉本裕示、三木剛、外山茂、紀平和伸、松浦裕紀、「耐冷 媒性自己融着エナメル線の開発」、SEIテクニカルレビュー第174号、 pp111-116 (2009年1月)
- (6) Y. Kubo, H. Tanaka, Y. Saito, and A. Mizoguchi, Fabrication of a Bilayer Structure of Cu and Polyimide To Realize Circuit Microminiaturization and High Interfacial Adhesion in Flexible Electronic Devices, ACS Appl. Mater. Interfaces, Vol. 10, Issue. 51, pp. 44589-44602 (December 2018)
- (7) M. Snelgrove, P. G. Mani-Gonzalez, J. Bogan, R. Lundy, J-P. Rueff, G. Hughes, P. Yadav, E. McGlynn, M. Morris, and R. O' Connor, Hard x-ray photoelectron spectroscopy study of copper formation by metal salt inclusion in a polymer film, J. Phys. D: Appl. Phys., Vol. 52, No. 43, pp. 435301-435309 (August 2019)

執筆者一		
岡本健太郎*	:解析技術研究センター 主査 博士 (理学)	
久保 優吾	:解析技術研究センター 主席 博士 (工学)	
星名 豊	:解析技術研究センター 主査 博士(工学)	
小泉俊幸	:住友電工管理(上海)有限公司 経理	

*主執筆者