

文章编号:1673-9981(2011)04-0275-04

等离子喷涂 Al_2O_3 涂层的介电性能

曾 威, 邓春明, 刘 敏, 邓畅光, 朱晖朝

广东省工业技术研究院(广州有色金属研究院), 广东 广州 510650

摘 要:采用大气等离子喷涂制备厚度大于 1.0 mm 的氧化铝涂层, 分别对涂层的显微结构、相组成及氧化铝涂层的介电性能进行了表征, 并对氧化铝涂层的击穿失效机理进行了探讨。结果表明, 等离子喷涂氧化铝涂层为层状结构, 以多孔的 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 为主晶相, 其体积电阻率、击穿电压均明显低于烧结氧化铝块材, 涂层的介电失效是由电晕放电击穿和热击穿共同作用所致。

关键词:大气等离子喷涂; 氧化铝涂层; 介电性能

中图分类号: TF123.1

文献标识码: A

高分子薄膜广泛用于包装、印刷及电力行业中。由于其不含极性基团, 化学性质较为稳定, 与其他亲水基团结合困难, 使用前须经电晕处理, 使薄膜的非极性表面产生极性基团, 从而改善其浸润张力及提高其可蒸镀性和可印刷性, 使得同质或异质的高分子薄膜彼此之间更容易直接结合。电晕放电处理是通过几千伏乃至上万伏的高压电极对在介电的电晕辊上的高分子薄膜进行电晕放电, 电晕放电时会产生臭氧等气体, 因此要求电晕辊应具有优良的绝缘性及较高的化学稳定性^[1]。传统的电晕辊大多采用在金属基体上镶衬硅橡胶、丁烷橡胶及环氧树脂和高分子树脂, 以此来获得必备的绝缘性, 但在强氧化性条件下镶衬材料会很快地老化变质, 影响电晕辊的使用寿命^[2]。虽然陶瓷材料具有很优异的绝缘性和化学稳定性, 但由于其脆性非常大, 制造大型的工件十分困难, 成本也非常高, 因此难以制作陶瓷材质的电晕辊。等离子喷涂技术能在金属辊体上制备一层氧化铝陶瓷涂层, 该涂层能取代橡胶和树脂镶衬层, 其具有更高的结合能力和优良的综合性能。

本文采用大气等离子喷涂制备了厚度超过 1 mm 的氧化铝陶瓷涂层, 并对氧化铝涂层的相组成及结构进行了表征, 同时对涂层的介电性能进行了测量, 为氧化铝涂层作为介电材料的应用提供了一定的参考。

1 试验部分

1.1 原料及方法

以 45 号钢为试样基体, 其尺寸为 120 mm × 120 mm × 8 mm; 选用 316L 粉作为粘结层, 该粉末粒径为 5~45 μm , 粘结层厚度为 100 μm ; 选用德国 H. C. Starck 公司生产的 Al_2O_3 粉末作为面层, Al_2O_3 粉末的化学纯度大于 99.9%, 粒径为 4.5~22.5 μm 。

首先将试样经除油、喷砂处理, 然后采用带有 F6 喷枪的高能等离子喷涂系统制备 Al_2O_3 涂层, 喷涂态涂层的厚度超过 1.5 mm, 用平面磨床将涂层试样表面和背面(基体)磨平, 磨削后陶瓷涂层厚度为 1.0 mm(图 1)。等离子喷涂系统由德国 GTV 公司制造, 涂层的喷涂工艺参数列于表 1。

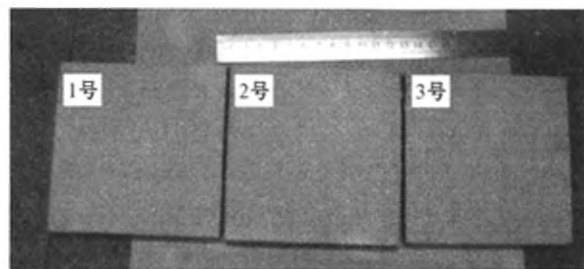


图 1 涂层经加工后的宏观形貌

Fig. 1 Pictures of coating after machining

收稿日期: 2011-10-04

作者简介: 曾威(1978—), 男, 广西南宁人, 大专, 助理工程师

表1 氧化铝涂层的沉积工艺参数

Table 1 Deposition parameters of alumina coating

参数	数值
氩气流量/(L·min ⁻¹)	40
氢气流量/(L·min ⁻¹)	9
喷涂功率/kW	40
喷距/mm	100
粉末流量/(g·min ⁻¹)	15

1.2 表征

用 D/Max-RC 型 X 射线衍射仪对粉末和涂层的相组成进行分析,用 JL SM5910 型扫描电镜对粉末和涂层的显微结构进行表征,用 Leica DM1MR 自带的图像分析软件测试涂层的孔隙率,涂层的介电性能委托机械工业电工材料产品质量监督检测中心进行测试.按照 GB/T 1410-2006 标准测试涂层的体积电阻率^[3],按照 GB/T 1409-2006 标准测试涂层的相对介电常数(工频为 50 Hz)^[4],以及按照 GB/T 1408.1-2006 标准测试涂层的击穿电压^[5].测试电极的直径均为 50 mm.

2 结果与讨论

2.1 涂层的相组成及显微结构

图 2 为氧化铝粉末及涂层的 XRD 图谱.从图 2 可见,氧化铝粉末的相组成为 α -Al₂O₃,而涂层中氧化铝以 γ -Al₂O₃ 相为主,同时还含有少量的 α -Al₂O₃ 相.涂层是由氧化铝粉末经等离子焰流熔融后急冷沉积而形成的, α -Al₂O₃ 因快速凝固而形成亚稳相 γ -Al₂O₃.一般认为^[6],涂层中所存在的 α -Al₂O₃ 的量与其中夹杂的未熔氧化铝颗粒的量有关,涂层中 α -Al₂O₃ 含量越多,则涂层中未熔的氧化铝颗粒就越多.在自然界中氧化铝可以呈多种相,而以 α -Al₂O₃ 相存在的氧化铝的介电强度最高.以烧结法制备的以 α -Al₂O₃ 为主晶相的氧化铝块材为例,其介电强度可达 20 kV/mm.虽然 γ -Al₂O₃ 相氧化铝的介电强度比 α -Al₂O₃ 相的低,但是可以通过增加涂层的厚度来降低相组成对涂层介电强度的影响.

图 3 为等离子喷涂氧化铝涂层剖面的 SEM 图.从图 3 可见:涂层呈现明显的层状结构,而且在层间发现裂纹的存在,这是由于氧化铝液滴冷淬所致;涂

层中孔隙的大小约为 10 μ m,用图像分析软件测试涂层的孔隙率约为 6.3%;涂层中未见连通孔和贯穿涂层的裂纹.

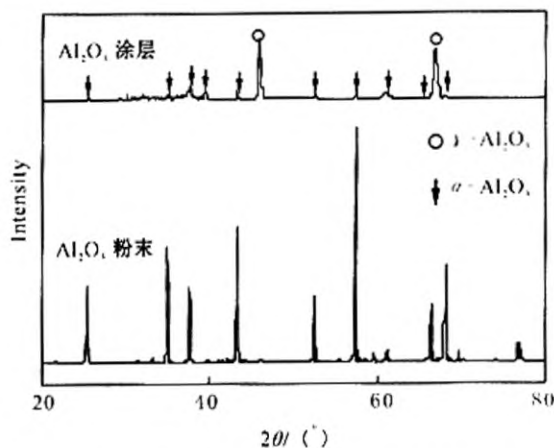


图2 氧化铝粉末及涂层的 XRD 图谱

Fig. 2 XRD patterns of alumina powder and coating

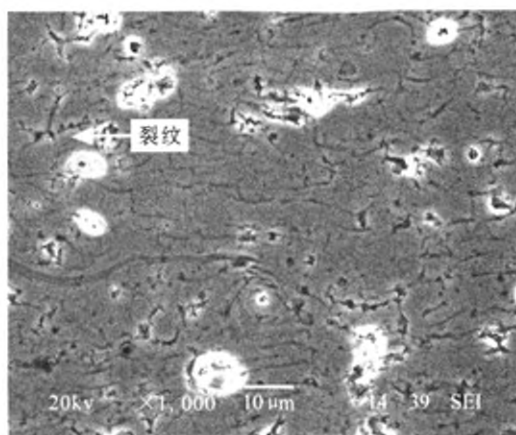


图3 等离子喷涂氧化铝涂层的剖面形貌

Fig. 3 Cross-sectional morphology of plasma sprayed alumina coating

2.2 涂层的介电性能

氧化铝涂层介电性能的测试结果列于表 2.由表 2 可知,等离子喷涂氧化铝涂层的体积电阻率和击穿电压均显著低于烧结氧化铝,特别是氧化铝涂层的体积电阻率比烧结氧化铝块材低 2~3 个数量级,而相对介电常数与烧结氧化铝相当.这是由于等离子喷涂氧化铝涂层和烧结氧化铝块材的介电性能取决于它们的显微结构及相组成.等离子喷涂工艺决定了氧化铝陶瓷涂层中存在大量的孔隙、微观裂纹,这些缺陷大大地降低了陶瓷涂层的介电性能.大

气等离子喷涂形成的是以 γ -Al₂O₃ 为主晶相的氧化铝涂层,该主晶相呈多孔结构,存在较多纳米孔隙,

使氧化铝涂层的体积电阻率和击穿电压明显低于以 α -Al₂O₃ 为主晶相的烧结氧化铝块材。

表 2 等离子喷涂氧化铝陶瓷涂层的介电性能

Table 2 Dielectric properties of plasma sprayed alumina ceramic coating

试样编号	体积电阻率/($\Omega \cdot m$)	相对介电常数(50 Hz)	单位厚度击穿电压/($kV \cdot mm^{-1}$)
1	8.5×10^9	7.39	18.27
2	6.5×10^9	11.4	18.40
3	4.0×10^9	5.54	15.76
平均值	6.33×10^9	8.11	16.42
氧化铝块材 ^[7]	$>1 \times 10^{12}$	8~10	>20

2.3 介电失效分析

图 4 为等离子喷涂氧化铝陶瓷涂层电击穿后的照片。由图 4 可见,在陶瓷涂层表面仅观察到一个电击穿的针孔(图 4(a)箭头所示)。将陶瓷涂层沿针孔位置敲断,并取端口位置以对陶瓷涂层击穿位置剖面(图 4(b)和图 4(c))进行观察。由图 4(b)可以发现,陶瓷涂层的击穿孔是从其表面蜿蜒往涂层内

部扩展,并穿透整个涂层厚度,所以该击穿点位置的陶瓷击穿电压变成为空气的击穿电压。由图 4(c)可见,击穿孔内表面光滑,并且观察到有圆孔和裂纹。此外,在击穿通道还发现有柱状晶(图 4(c)中箭头所示),这说明了击穿位置微区的瞬间温度高,使涂层发生了失效。

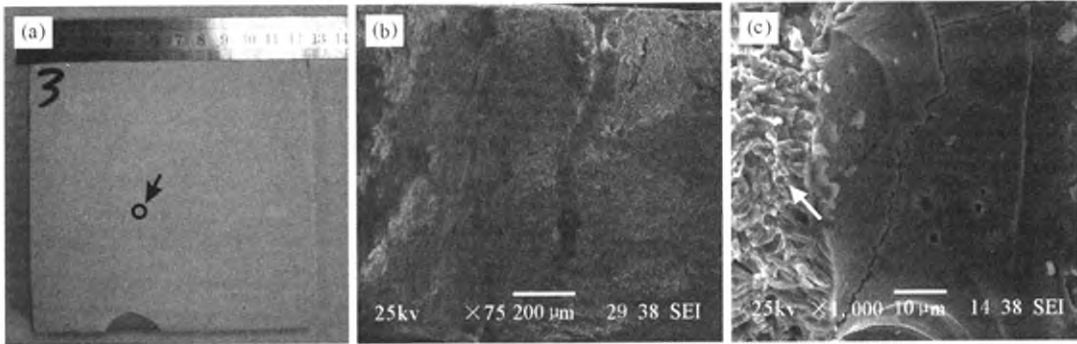


图 4 氧化铝涂层击穿孔的表面和击穿孔处断口形貌

(a)涂层击穿孔的表面;(b)和(c)低、高倍下击穿孔处断口的形貌

Fig. 4 Surface and fractured images of alumina coating after voltage breakdown

(a) surface of breakdown pinhole of coating;(b) and (c) fracture morphology at breakdown pinhole with low and high magnification

目前,有电晕放电、热和本征三种击穿失效机理可解释陶瓷材料的电击穿。Hyung-Jun Kim 等人^[8]对等离子喷涂 Al₂O₃-13TiO₂ 的击穿失效进行了研究并认为,等离子喷涂陶瓷涂层失效是由电晕放电和热失效两种机制共同作用而导致的。击穿失效通道往往是局部电场最大的微区,而这些微区是裂纹或者孔隙等缺陷更集中的区域。在试验中发现,击穿瞬间在陶瓷涂层表面观察到电弧,从而在陶瓷涂层表面留下黑色斑点,这证明了电晕放电击穿会导致陶瓷涂层失效。而击穿微区的柱状晶结构和其中存在的圆孔都表明,焦耳热会导致该区域局部熔融。由

此可知,大气等离子喷涂氧化铝涂层的击穿失效是由电晕放电击穿和热击穿共同作用所致。

3 结 论

(1)氧化铝涂层的体积电阻率、单位击穿电压和介电常数分别为 $6.33 \times 10^9 \Omega \cdot m$, $16.42 kV/mm$ 和 8.11,其体积电阻率和击穿电压均明显低于烧结氧化铝块体材料。

(2)大气等离子喷涂氧化铝涂层的介电性能较

低,这与涂层中存在较多孔隙和微观裂纹等缺陷有关,同时还和涂层以多孔的 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 为主晶相有关.

(3)大气等离子喷涂氧化铝涂层的介电失效是由电晕放电击穿和热击穿共同作用而导致的.

参考文献:

- [1] 郭喜峰. 大功率电晕表面处理机的研究及设计[D]. 大连:大连理工大学,2007.
- [2] 郑天民,马利明. 电晕辊的研制[J]. 橡胶工业,1993,40(6):346-347.
- [3] 王先锋,古晓丽. GB/T 1410.1-2006 固体绝缘材料体积电阻率和表面电阻率试验方法[S]. 北京:中国标准出版社,2006.
- [4] 王先锋,古晓丽. GB/T 1409.1-2006 测量电气绝缘材料在工频、音频、高频下电容率和介质损耗因数的推荐方法[S]. 北京:中国标准出版社,2007.
- [5] 马林泉,于龙英. GB/T 1408.1-2006 绝缘材料电气强度试验方法[S]. 北京:中国标准出版社,2007.
- [6] GUALITERI M L, PRUDENZIATI M, GUALITERI A. Quantitative determination of the amorphous phase in plasma sprayed alumina coatings using the Rietveld method[J]. Surface and Coatings Technology, 2006, 201(6):2984-2989.
- [7] 尹衍升. 氧化铝陶瓷及其复合材料[M]. 北京:化学工业出版社,2003.
- [8] KIMA H J, Odoulb S, LEE C H, et al. The electrical insulation behavior and sealing effects of plasma-sprayed alumina-titania coatings[J]. Surface and Coatings Technology, 2001, 140(3):293-301.

Dielectric properties for plasma sprayed alumina coating

ZENG Wei, DENG Chunming, LIU Min, DENG Changguang, ZHU Huichao

Guangdong Research Institute of Industrial Technology (Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals),
Guangzhou 510650, China

Abstract: Microstructure, phase composition and dielectric property of the air plasma sprayed alumina coating with a coating thickness over 1.0 mm were characterized, and the breakdown failure mechanism of alumina coating was discussed. The results show that the plasma sprayed alumina coating, with $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ as the predominant crystal phase, presents laminar microstructure, and its volume resistivity and breakdown voltage are far lower than those of the bulk alumina sintered. And the dielectric failure of plasma sprayed alumina coating is caused by both corona discharge breakdown and thermal breakdown.

Key words: air plasma spray; alumina coating; dielectric properties