

PREPARATION OF CRACK-FREE α -AL₂O₃ WASHCOAT ON W-RE METALLIC WIRE BY ELECTROPHORETIC DEPOSITION

Jyun Jia Huang^a, Sheng Chang Wang^b

^aDepartment of Energy Engineering, Southern Taiwan University
Tainan, TAIWAN

^bDepartment of Mechanical Engineering, Southern Taiwan University
Tainan, TAIWAN

E-mail: scwang@mail.stut.edu.tw

1. Introduction

電泳沉積法(electrophoretic deposition)是膠體製程在鍍膜技術方面的一種應用，它的優點包括製程設備簡單、便宜、沉積速率快、易控制沉積厚度及特性、製程溫度低、不受限於形狀複雜之基板、適用於多樣性材料等[1]。

氧化鋁為惰性粉末其本身具有高熔點，高硬度，絕緣性佳與耐蝕性優良等特性，可在嚴苛的高溫腐蝕性環境下使用或應用在電氣絕緣的用途，其氧化鋁薄膜具有優異的性能,如高溫穩定性、化學穩定性、低的熱導率和電導率等可以作為 washcoat。

本研究的目的是利用電泳沉積的方式在 W/Re 金屬線上製備出良好附著性、緻密、表面均勻且無明顯裂痕的氧化鋁鍍膜。

2. Experimental

將 3.715 g/L 的 α -Al₂O₃(99.99% , Taimei , Japan , d=150 nm)、 4×10^{-3} ml/L 的異丙醇鋁(50% , J&K Chemical , China)和 0.27 g/L 的聚丙烯酸(99.99% , J&K Chemical , China)加入無水乙醇(99.8%)中，之後放入高功率超音波震盪機震盪(20 分鐘)，此為懸浮液的配置[2]。

將 W/Re 置於陰極(3% Re , AT&M , 0.016 mm ,China)，工作電極為 Ti 片(35mm × 28mm)，兩極間距 10 mm，電泳電壓為 DC 20V 和 40V，電泳時間為 60 秒，之後在室溫潮濕空氣下乾燥 24 小時[3]，然後 800°C、5% H_2 /Ar 下燒結 3 小時。以 SEM 和 OM 觀察表面結構。

3. Results and discussion

Fig 3-1 是在在 DC 40V 條件下所得到氧化鋁膜 green body 與經過 800C 燒結後的 OM 影像。從圖中可以看出表面粗糙不均勻，在高倍率下可以看到部分裂痕的產生。在 SEM 的觀察下(如 Fig. 3-2 所示)，鍍層表面緻密，但有許多細小的突起，推測是沒有被分散的氧化鋁粒子團聚 agglomerate。從其截面觀察其膜厚約為 600 μ m(如圖中紅線所示)。

為了增加鍍層表面的平整性，因此將懸浮液中的帶電粒子增加其表面電位，形成更穩定的懸浮液，本實驗試圖改變漿體中的 pH 值來觀察對於鍍膜表面的影響。將懸浮液分散在酸性溶液(pH 2)，因為氧化鋁懸浮液在 pH 2 其懸浮狀態最好[4]。Fig 3-3(a)與(b)分別為剛鍍完的鍍膜與為燒結後的鍍層比面 OM 影像。雖然剛鍍完的試片表面平整，但是經過熱處理後試片有許多黑色點產生，表示膜上有氣孔存在。推測這些氣孔是因為在酸性電解質溶液中，以過高的電壓下進行電泳，有需多氫氣溶於鍍層，在燒結後會在膜上留下氣孔。

因此實驗降低直流電壓以改善此狀況。Fig 3-4 為在 DC 20V 下進行的燒結，從圖可以看出 Fig 3-3 的氣孔消失且表面均勻度比 Fig 3-1 要來的好。從 SEM 圖來看，表面緻密且有光澤，其膜厚約為 65 μ m(紅線)。

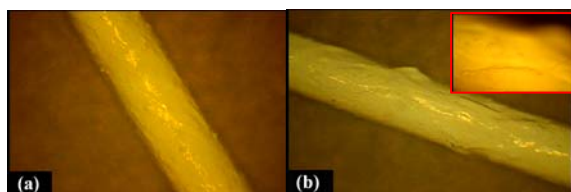


Fig 3-1 OM pictures of the surface of the Al-coated wire. (a) Green and (b) calcined at 800°C in 5% H_2 /Ar for 3 h.

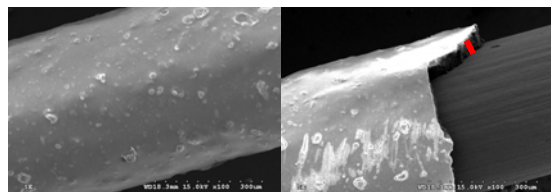


Fig 3-2 SEM micrographs of alumina deposits calcined at 800°C in 5% H_2 /Ar for 3 h.

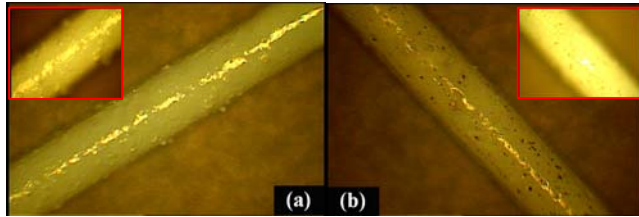


Fig 3-3 OM pictures of the surface of the Al₂O₃-coated wire. (a) As-received and (b) calcined at 800°C in 5% H_2 /Ar for 3 h .

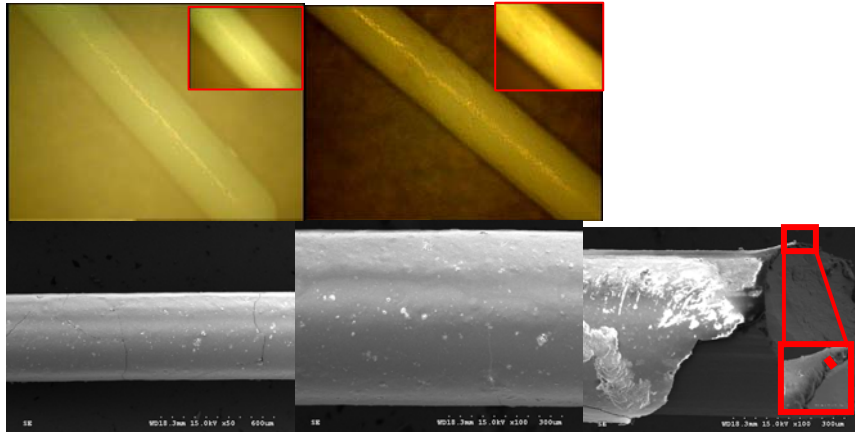


Fig 3-4 OM pictures of the surface of the Al-coated wire. Green (a) and (b) calcined at 800°C in 5% H_2 /Ar for 3 h . Electrophoretic voltage in 20V (a and c).

Fig 3-5 SEM micrographs of alumina deposits voltage in 20V calcined at 800°C in atmosphere of 5% H_2 /Ar for 3 h.

4. Conclusions

本研究以電泳沉積法製備氧化鋁鍍膜，經由惰性氣氛下的燒結、pH 值的降低和電壓的改變，探討鍍膜的微結構變化，以製備出良好附著性、緻密且無明顯裂痕的氧化鋁鍍膜。實驗結果顯示：

- (1) 通以惰性氣氛燒結後的鍍膜，有良好的附著性，但其表面有明顯裂痕。
- (2) 將懸浮液分散在酸性溶液，可以改善裂痕的產生，製備出微裂痕鍍膜，但膜上會有氣孔的存在。
- (3) 降低直流電壓可有效改善上列問題，成功地完成氧化鋁的電泳沉積。

其最佳結果是懸浮液分散在酸性溶液（pH 2），並在電壓 20V 下進行電泳，800°C，5% H_2 /Ar 燒結 3h 後，得到較成功的鍍膜。

5. References

- [1] T.J. Illston, P.A. Doleman, E. Butler, P. Marquis, C.B.Ponton, M.J. Gilbert, R. Piramoon, EP Patent No. 613455(July 1997).
- [2] Kyung Shik Yang , Zhidong Jiang , Jong Shik Chung ,Electrophoretically, Al-coated wire mesh and its application for catalytic oxidation of 1,2-dichlorobenzene, Surface and Coatings Technology 168 (2003) 103-110.
- [3] A.R. Boccaccini , U. Schindler , H.-G. Krger , Ceramic coatings on carbon and metallic fibres by electrophoretic deposition, Materials Letters 51 (2001) 225-230 .
- [4] 林士傑，應用無電解電鍍與電泳技術於玻璃基板沉積研究，國立中山大學機械與機電工程研究所碩士論文，p.44-45(2006)