

文章编号:1000-2308(2000)03-0025-03

ABS 塑料低温化学镀镍新工艺^{*}

邵 谦,刘 玫,葛圣松,宋晓林

(山东科技大学 化学工程系, 济南 250031)

摘 要:提出了低温下在预先镀了铜的 ABS 塑料表面进行化学镀镍的新工艺。利用正交试验优化了化学镀镍液配方,通过加入添加剂,提高了镀液的稳定性并消除了镀层的应力。结果表明:在温度 55℃,pH 值 9.3 下施镀,装载量为 1dm²/L 时,镀速为 9.7μm/h,镀层光亮,镀液稳定。

关键词:化学镀;镍-磷;ABS 塑料;低温

中图分类号: O621.25⁺9.2

文献标识码: A

塑料表面金属化,使其具有塑料和金属两者的独特功能,在装饰和功能两方面都很重要。通常 ABS 塑料制件在加厚的铜层上,一般再进行电镀镍,最后套塑。但电镀镍要受工件形状限制,且电镀光亮镍层的孔隙率较高^[1],很难通过耐蚀试验。本文研究一种用于 ABS 塑料替代电镀镍的镀镍新工艺,以期解决电镀镍中所存在的问题。

化学镀镍液分为酸性和碱性镀液两种。文献中提及的大多为酸性镀液,这是由于酸性镀液较碱性镀液稳定、易维护、所获镀层的性能好。但是酸性镀液一般在高于 75℃时,化学镀才能进行,这就限制了其在塑料金属化上的应用。本文提出了一种低温下适合 ABS 塑料的碱性化学镀镍工艺。

1 实验方法

1.1 实验材料及仪器

试验材料:5.0cm×1.5cm×0.2cm 预先化学镀铜作为底层的 ABS 塑料片。

主要仪器:CS-501 型超级恒温器;pHS-25 型精密酸度计;数显测微千分尺。

1.2 前处理

化学镀铜为底层的 ABS 塑料镀件抛光后,经室温酸性除油液(H₂SO₄ d=1.84、100ml/L,OP 乳化剂 25g/L)除油一定时间后,漂洗并测厚,即可浸入化学镀镍液中。如是刚镀完铜的 ABS 塑

料,则可用水冲洗干净后,测厚,然后置于 5%硫酸溶液中进行活化,再用水冲洗干净后浸入化学镀镍液中。

1.3 化学镀镍过程

分别配制硫酸镍、次亚磷酸钠、柠檬酸钠、三乙醇胺、碳酸钠和氨水的混合溶液,加热至一定温度,浸入处理后的镀件,通过电化偶触法^[2],使镍的沉积在铜基上达到触发,1h 后取出镀件漂洗、吹干并测厚。

1.4 检测方法

(1) 镀层厚度和镀速

实验中采用数显测微千分尺测量镀件施镀前后厚度差以计算镀层厚度,再除以施镀时间即可求得镀速平均值。

(2) 光亮度

用目视法粗略衡量镀层的光亮度。

(3) 镀层组成测定

用日产 JEOL-SUPERPROBE733 型扫描电镜测定镀层组成

1.5 实验方案

为了能得到适合 ABS 塑料的低温且稳定的化学镀镍溶液,本文首先经过大量的文献综合,并通过初步试验,确定了下面的基础配方,然后再通过正交试验进行优化。

基础配方:硫酸镍 30g/L;次亚磷酸钠 25g/L;

^{*} 收稿日期:1999-12-10

作者简介:邵谦(1964-),女,山东临清人,副教授,主要从事化学、化工教学与研究。

柠檬酸钠 20g/L;三乙醇胺 25ml/L;碳酸钠 4g/L。

影响镀层质量的主要因素有反应物的浓度、温度、酸度等。实验时参考有关资料,确定硫酸镍的浓度为 30g/L、碳酸钠为 4g/L,温度为 60℃,在此温度下既保证塑料不会变形,又保证了较快的镀速。另外实验中发现,往镀液中滴加氨水会使施镀及起镀温度较基础配方明显降低,且镀速明显加快。为此,以次亚磷酸钠、柠檬酸钠、三乙醇胺和氨水为四个主要影响因素,进行四因素三水平正交实验优化配方。正交试验设计如表 1。

表 1 正交实验方案

试验号	A g/L 次亚磷酸钠	B g/L 柠檬酸钠	C g/L 三乙醇胺	D g/L 氨水
1	25(1)	20(1)	25(1)	20(1)
2	25(1)	17(2)	20(2)	16(2)
3	25(1)	23(3)	30(3)	24(3)
4	21(2)	20(1)	20(2)	24(3)
5	21(2)	17(2)	30(3)	20(1)
6	21(2)	23(3)	25(1)	16(2)
7	29(3)	20(1)	30(3)	16(2)
8	29(3)	17(2)	25(1)	24(3)
9	29(3)	23(3)	20(2)	20(1)

2 结果与讨论

2.1 正交试验结果及讨论

实验结果如表 2 所示。

表 2 正交实验结果

试验号	A	B	C	D	镀速 mg/cm ²	孔隙率	综合指标
1	(1)	(1)	(1)	(1)	12.2	5	9.6
2	(1)	(2)	(2)	(2)	11.2	5	8.5
3	(1)	(3)	(3)	(3)	12.1	3	7.5
4	(2)	(1)	(2)	(3)	12.3	1	5.7
5	(2)	(2)	(3)	(1)	8.2	2	2.0
6	(2)	(3)	(1)	(2)	8.4	4	4.4
7	(3)	(1)	(3)	(2)	10.8	2	5.0
8	(3)	(2)	(1)	(3)	8.6	5	5.4
9	(3)	(3)	(2)	(1)	12.5	3	8.0
K ₁	11.8	11.8	9.7	11.0			
K ₂	9.6	9.3	12.0	10.1			
K ₃	10.6	11.0	10.4	11.0			
R	2.2	2.5	2.3	0.9			
K' ₁	4.3	2.7	4.7	3.3			
K' ₂	2.3	4.0	3.0	3.7			
K' ₃	3.3	3.3	2.3	3.0			
R'	2.0	1.3	2.4	0.7			
K'' ₁	8.5	6.8	6.5	6.5			
K'' ₂	4.0	5.3	7.4	6.0			
K'' ₃	6.1	6.6	4.8	6.2			
R''	4.5	1.5	2.6	0.5			

注:表中的综合指标包括镀速和光亮度两项技术性能指标。计算方法为:光亮度最差的为 0 分,最好的为 5 分;综合指标是将镀速转换为 5 分,最低的为 0 分,最高的为 5 分,其结果与光亮度相加而得到的。表中 K₁~K₃、K'₁~K'₃、K''₁~K''₃ 分别为各水平的镀速、光亮度和综合指标的平均值,R 代表极差。

由正交实验结果可看出各因素影响的主次顺序为 A→C→B→D,再由实验结果作出各因素对镀速、镀层光亮度及综合指标的影响趋势图,如图 1~4 所示。

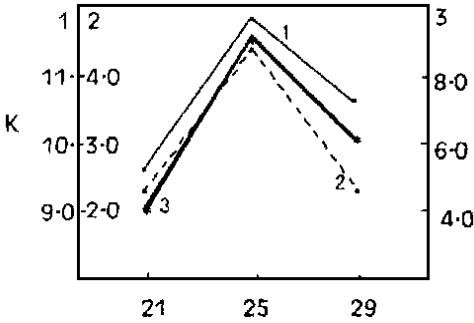


图 1 次亚磷钠的影响

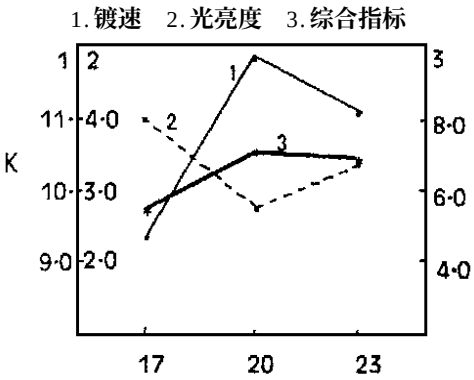


图 2 柠檬酸钠的影响

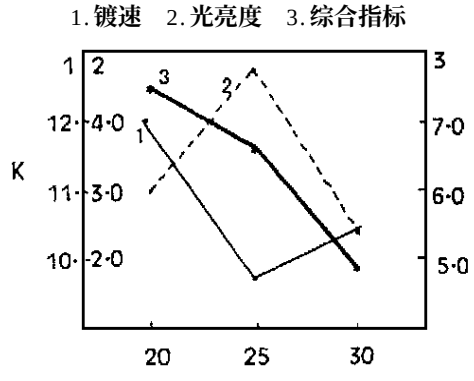


图 3 三乙醇胺的影响

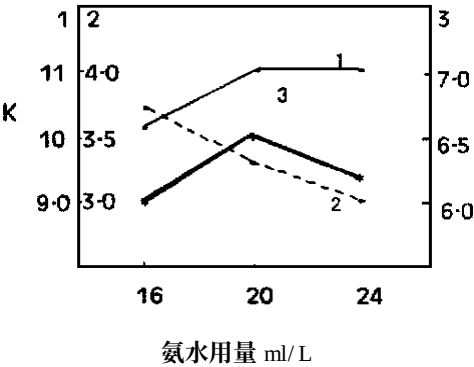


图 4 氨水的影响

1. 镀速 2. 光亮度 3. 综合指标

由图可见,按综合指标确定的各因素的最佳值为次亚磷酸钠 25g/L;柠檬酸钠 20g/L;三乙醇胺 20ml/L;氨水 20ml/L。从图 3 可看出,当三乙醇胺的用量继续减少时,镀速及综合指标皆有上升的趋势,故本文又在其它三因素的量不变的情况下,降低三乙醇胺的量为 15ml/L,结果镀速较慢、镀层光亮度较差,故本文最终选定三乙醇胺的用量为 20ml/L。

由此可得优化后的化学镀镍液的配方为:硫酸镍 30g/L;次亚磷酸钠 25g/L;柠檬酸钠 20g/L;三乙醇胺 20ml/L;氨水 20ml/L;碳酸钠 4g/L。在此条件下测得的镀液 pH 值为 9.3。

2.2 温度的影响

为确定最佳温度条件,又对上面优化后的镀镍液进行了温度实验。如图 5 所示。

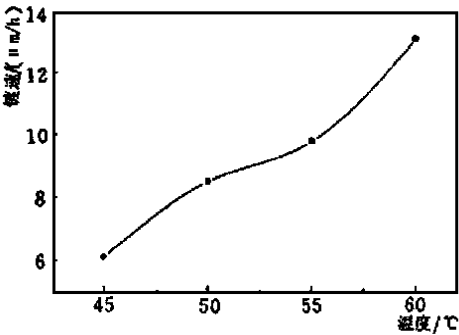


图 5 温度的影响

由图可看出:镀速与温度几乎呈线性关系。温度过高,虽镀速快,但导致塑料变形、镀层表面出现裂纹;温度过低,镀速慢,且得到的镀层表面发暗。所以,我们将温度定为 55 °C,在此条件下施镀,装载量为 1dm²/L 时,镀速为 9.8μm/h,且镀层光亮。

2.3 镀层应力的消除

为了进一步避免镀层裂纹的出现,本文在上

述所选条件下又作了应力消除试验。实验中发现,在镀液中加入香豆素可使镀层表面裂纹有所改善,为此我们进行了香豆素的用量实验。实验结果如表 3 所示。

表 3 香豆素用量的影响

序 号	1	2	3	4	5	6	7
香豆素(g/L)	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06
镀速(μm/h)	9.8	9.8	9.6	9.7	9.6	9.3	9.2
光亮度	光亮	光亮	光亮	光亮	光亮	光亮	半光亮
有无裂纹	偶有	极少	无	无	无	无	无

可以看出,随着香豆素用量的增加,镀层的应力明显降低,但对镀速的影响并不是太大,总趋势是随着香豆素含量的增加而降低,对镀层表面光亮度也无太大影响,但当用量高于 0.06g/L 时,镀速有所降低,光亮度也开始下降。为此选香豆素用量为 0.03g/L。在此条件下施镀,装载量为 1dm²/L 时,镀速为 9.7μm/h,镀层光亮且无裂纹。

2.4 镀层成份测定

镀层主要成份是镍和磷,其相对含量与镀液中主盐的浓度及酸度条件和施镀温度等因素都有关系。本文条件下镀层的镍磷含量用日产 JEOL-SUPERPROBE733 型扫描电镜进行镀层组成测定。测得 P6.9%~7.4%,Ni92.6%~93.1%。

3 结 论

(1) 化学镀镍液的最佳配方及工艺条件为:

硫酸镍	30g/L
次亚磷酸钠	25g/L
柠檬酸钠	20g/L
三乙醇胺	20ml/L
碳酸钠	4g/L
氨水	20ml/L
香豆素	0.03g/L
温度	55 °C
pH 值	9.3

(2) 在最佳配方条件下,装载量为 1dm²/L 时,镀速为 9.7μm/h,镀层光亮,镀液稳定。

(3) 镀层的镍磷含量由 SEM 测得 P6.9%~7.4%,Ni92.6%~93.1%。

(下转 38 页)

- 4] 於宗俦,李明峰. 对 LEGE 法性质的进一步讨论及其改进搜索方法[J]. 武汉测绘科技大学学报, 1998, 23(3): 238~243.
- 5] 高俊斌. MATLAB5.0 语言与程序设计[M]. 武汉: 华中理工大学出版社, 1999.
- 6] 楼顺天,等. MATLAB 程序设计语言[M]. 西安: 电子科技出版社, 1997.

Quasi-accurate Detection Method of Gross Errors with MATLAB Language

CHAI Yan-ju¹, OU Ji-kun¹, LU Xiur-shan²

(1. Institute of Geodesy and Geophysics, Laboratory of Dynamical Geodesy, The Academy of Sciences of China, Wuhan 430077, China;
2. Dept. of Geo-science, SUST, Taian 271019, China)

Abstract : This paper focuses on the problems which should be noticed when writing a program of quasi-accurate detection of gross error with MATLAB language and an example is provided to demonstrate the procedure of the program.

Key words : quasi-accurate detection ; MATLAB language ; GUI ; graphic object

(上接 27 页)

参考文献:

- 1] 伍学高等. 塑料电镀技术[M]. 成都: 四川科学技术出版社, 1983.
- 2] 伍学高等. 化学镀技术[M]. 成都: 四川科学技术出版社, 1985.
- 3] 伍学高等. 塑料电镀技术[M]. 成都: 四川科学技术

New Technology of Chemical Nickel Plating on ABS Plastic at Lower Temperature

SHAO Qian, LIU Mei, GE Sheng-song, SONG Xiao-lin

(Dept. of Chemical Eng. , SUST, Jinan 250031, China)

Abstract : A new technology of chemical nickel plating on ABS plastic which has been plated with chemical copper at lower temperature was developed. A prescription of chemical nickel plating liquid was optimized by orthogonal tests. By adding additive, the stability of plating liquid was improved and the stress of plating was eliminated. The results show that: at the pH value of 9.3 and temperature of 55 °C, the plating rate can reach 9.7 μm/h when the loaded quantity is 1 dm²/L, the plating layer is bright and the plating liquid is stable.

Key words : chemical plating ; nickel-phosphorus ; ABS plastic ; lower temperature