Vol. 23 No. 1

Ian 2006

## 橡胶表面化学镀镍

刘西德<sup>a</sup>\* 李修善

(曲阜师范大学"化学科学学院"实验中心 曲阜 273165)

摘 要 以橡胶为镀件 经表面粗糙、碱和酸溶液化学除油、溶液进一步粗化铬酐、氯化亚锡和氯化钯敏化和 活化处理 使橡胶表面形成催化活化中心 以便进行化学镀镍。研究了在橡胶表面用次亚磷酸钠作还原剂将 金属镍离子还原为镍的实验方法和工艺过程。确定了橡胶镀镍的适宜条件为 pH 值 6.9 温度 50 ℃ 时间 2 h , 并讨论了各种因素对镀层质量的影响。

关键词 化学镀镍 敏化 活化 橡胶

中图分类号:0646

文献标识码:A

文章编号 :1000-0518( 2006 )01-0113-02

橡胶及其制品以其高弹性、耐水性、对化学药品的稳定性、电绝缘等特殊性能,被广泛应用于各种领 域。若能在橡胶表面镀一层金属、改善橡胶与金属间的结合力、将使其应用范围更广泛、但橡胶为非金 属 不能采用电镀等工艺。目前 对非金属基体上化学镀镍研究较多[12] 我们通过在橡胶表面镀镍 得 到表面光亮的银白色镀镍层 且橡胶与镍的结合力较强。

JSM-6700F 型冷场扫描电子显微镜(日本电子),加速电压 5.0 kV,加速电流 10 μA,工作距离 7.4 mm 分辨率为微米级。

用锉刀将橡胶表面打磨粗糙(力度要均匀),使表面尽可能平整,用去离子水冲洗干净。分别用 20% Na, CO₃和 15% H,SO₄溶液 加热至 80 ℃ 除油 10 min 左右。将 10 g 铬酐溶解于 200 mL 水中 加入 300 mL 浓硫酸 混合均匀 将橡胶放入 45 ℃的该溶液中 粗化15 min 用蒸馏水冲洗干净 烘干后称重。

敏化处理 :取 10 g 氯化亚锡溶解于 40 mL 浓盐酸中,然后加入蒸馏水稀释至 1 000 mL。为防止  $\mathrm{Sn}^{2+}$ 被氧化成  $\mathrm{Sn}^{4+}$  ,溶液中需放一块锡条。将预处理过的橡胶放入溶液中 ,在 43  $^{\circ}$ C 的恒温槽中恒温 30 min ,每隔 5 min 搅拌 1 次 ,水洗。 活化处理 :取氯化钯 0.25 g 溶解于 2.5 mL 浓盐酸中 ,加蒸馏水稀释 至 1 000 mL。将敏化过的橡胶放入溶液中 ,在 43 ℃ 恒温槽中恒温 30 min ,每隔 5 min 搅拌 1 次 ,水洗。

化学镀镍 将经过敏化、活化处理的橡胶置于温度恒定的镀镍容器中 ,先加入 15 g 氯化镍 25 g 醋 酸钠和去离子水配制成的 250 mL 溶液 ,再加入 5 g 次亚磷酸钠溶解于 250 mL 去离子水所配制的溶液 , 并加入少许络合剂柠檬酸钾(8 g/L) 镀镍反应即开始。 控制一定 pH 值 反应 2 h 取出镀件。 结果与讨论

由于橡胶表面存在油污及其它杂质 影响到镀层的质量 必须对其进行化学处理。橡胶表面经过粗 化处理 变得微观粗糙 在进行化学镀时 其表面必须具有催化活性中心 以加速镍离子在橡胶表面的沉 积。因此必须对其进行敏化和活化处理。分别利用氯化亚锡和氯化钯对橡胶进行敏化及活化处理[2]。

图 1 是化学镀镍后橡胶的冷场发射扫描电镜图。由图可见,镀镍层颗粒较均匀、清晰,金属镍与橡 胶的结合力较强 导电性实验结果良好。

化学镀镍过程中、镀液的 pH 值对镍的沉积速度影响较大[3]。随着镀液 pH 值增大  $[H_2PO_3]$  的还原 能力增强 因此镍在橡胶表面的沉积速度加大 但随 pH 值升高 .镀层质量先升高后降低。pH 值过高 .会 使镀层变得灰暗、粗糙、结构松散、镀层与橡胶之间结合力变弱。 这是由于镀液发生分解 出现浑浊 从 而降低了 H,PO; 的还原能力。且镍夹带着镀液的沉淀物共同沉积 影响镀层的质量。利用相同厚度的 橡胶板 选取不同的镀液 pH 值 50  $^{\circ}$  下进行表面化学镀镍实验 结果表明 pH 值控制在 6.9 为宜。

橡胶化学镀镍过程中,温度是重要的影响因素[4]。在敏化、活化、化学镀镍过程中,温度必须严格控 制。经多次实验,总结出敏化、活化过程温度控制在43℃为宜,低于30℃,敏化、活化效果不好,镀层质 量差且不均匀。温度升高,有利于反应进行,镍沉积速度加快,温度过高,镀层质量反而下降。温度过高,镀液的挥发增加,不稳定易分解而出现浑浊,镀层变得粗糙,易出现针孔和皱褶,镍与橡胶间结合力变弱。根据实验结果  $45~^{\circ}$  以下镀层不均匀  $60~^{\circ}$  以上镀层质量变差,温度控制在  $50~^{\circ}$  为宜。

实验发现 若提高镀液中次亚磷酸钠的浓度 则还原能力增强 ,镍在橡胶表面的沉积速度增大<sup>[5]</sup>。但会使镀层的结构松散 ,与橡胶之间的结合力变弱。 另外 若镀镍时间过长 ,由于空气中氧气的作用 ,镀液不稳定 ,容易分解 ,出现浑浊 ,不利于化学镀镍的进行 ,并且实验发现 ,若镀镍时间过长 ,则镀件表面不光滑 ,且镀层变灰 ,时间应控制在 2 h 为宜。

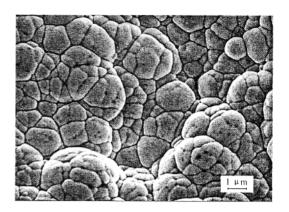


图 1 化学镀镍后橡胶的扫描电镜图 Fig. 1 SEM micrograph of electroless nickel-plating on the surface of rubber

表 1 50 ℃时 不同 pH 值时镀件的实验结果

Table 1 The tested results of the plated pieces at different pH(  $50~^\circ\mathrm{C}$  )

рН	Mass of the plated pieces/g	Increased mass of the plated pieces/g	Quality of plating layers	рН	Mass of the plated pieces/g	Increased mass of the plated pieces/g	Quality of plating layers
4.976	3.451 1	0.017 5	Relatively poor	6.913	4.534 5	0.066 2	Good ,Bright
5.547	3.352 1	0.025 2	No even "Grey	7.193	4.262 3	0.028 6	Fairly good ,Grayish White
6.520	4.232 6	0.046 3	Fairly good ,Dim	7.526	3.8564	0.042 5	Relatively poor ,Dim

## 参考文献

- 1 WANG Sen-Lin( 王森林 ),WU Hui-Huang( 吴辉煌 ). Chin J Appl Chen( 应用化学 [ J ] 2003 **20**( 5 ) :491
- 2 LIU Xi-De(刘西德) LI En-Xia(李恩霞), CUI Pei-Ying(崔培英). J Qufu Norm Univ(曲阜师范大学学报)[J], 2004 30(1)81
- 3 ZHOU Hai-Huí( 周海晖 ) LUO Sheng-Lian( 罗胜联 ). J Electro Envir Prof( 电镀与环保 [ J ] 2002 **22**( 1 ) 20
- 4 LUO Jian-Dong( 罗建东 ). J Electro Envir Prof( 电镀与环保 J J 2002 22( 11 ):11
- 5 WANG Jun-Li( 王军丽 ) XU Rui-Dong( 徐瑞东 ). J Electro Envir Prof( 电镀与环保 [ J ] 2003 **23**( 5 ) :13

## Studies on Electroless Nickel-Plating on the Surface of Rubber

LIU Xi-De<sup>a\*</sup>, LI Xiu-Shan<sup>b</sup>

( <sup>a</sup>College of Chemical Science , <sup>b</sup>Centre of Experiments Qufu Normal University Qufu 273165 )

**Abstract** The rubber was polished by file to get its surface rough and boiled in the solution of sodium carbonate and sulphuric acid separately to remove the oil on its surface. Then , the rubber was put into the solution of chromic acid to make the surface further rougher. After that , the surface was respectively sensitized and activated by stannous chloride and palladium chloride to result in catalysis activity hubs on the surface. Finally , the rubber was put into the nickel solution , and the process of electroless nickel-plating began. The operating methods and the process of nickel-plating on the surface of rubber using dihydric hypophosphite as reductive were studied. The suitable process conditions (pH 6.9 , temperature 50  $^{\circ}$ C , time 2 h ) were determined , the influences of several factors on the nickel-plating on the surface of rubber were also investigated.

**Keywords** electroless nickel plating sensitization activation rubber