

尼龙 66 复合镀电磁屏蔽织物

熊林利, 黎学明, 王涛, 徐珂

(重庆大学, 重庆 401331)

摘要: **目的** 探究尼龙 66 化学镀最佳粗化工艺, 优化次亚磷酸钠化学镀铜工艺, 比较在相同工艺条件下化学镀镍-铜及化学镀铜-镍工艺对织物电磁屏蔽效能的影响。**方法** 将经过稀盐酸/乙酸水溶液以及稀盐酸/乙酸乙醇溶液粗化后的尼龙 66 织物化学镀镍, 用扫描电镜观察镀层效果, 对比两种粗化方案, 用化学镀铜沉积速率及质量损失率反映化学镀镀覆效果, 探索出次亚磷酸钠的最佳镀铜配方, 确定次亚磷酸钠化学镀铜的最佳工艺条件。用法兰同轴测试化学镀铜、化学镀镍及经过化学镀镍后镀铜和化学镀铜后镀镍的电磁屏蔽效能。**结果** 稀盐酸/乙酸水溶液粗化后, 织物镀层易脱落; 稀盐酸/乙酸乙醇溶液粗化后, 镀层覆着力强。以次亚磷酸钠为还原剂的最佳镀铜工艺为: 硫酸铜 20 g/L, 硫酸镍 8 g/L, 次亚磷酸钠 70 g/L, 硼酸 35 g/L, pH 10.2~10.6, 时间 20 min, 温度 75 ℃。化学镀铜后化学镀镍得到的织物屏蔽效能达 70 dB。**结论** 稀盐酸/乙酸乙醇溶液粗化效果最佳, 比使用稀盐酸/乙酸水溶液处理的镀层更均匀致密。化学镀镍所得镀层为非晶态物质, 次亚磷酸钠化学镀铜所得镀层为晶态物质。化学镀铜后镀镍织物镀层更为致密。在相同工艺条件下, 化学镀铜-镍的质量增加率大于化学镀镍-铜, 屏蔽效果优于化学镀铜、化学镀镍-铜。

关键词: 粗化; 化学镀铜; 复合镀; 电磁屏蔽; 尼龙 66; 织物

中图分类号: TQ153 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2020)01-0180-07

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2020.01.021

Electromagnetic Shielding Fabric of Nylon 66 Composite Plating

XIONG Lin-li, LI Xue-ming, WANG Tao, XU Ke

(Chongqing University, Chongqing 401331, China)

ABSTRACT: The aim of this research is to explore the best etching process for electroless plating, optimize the sodium hypophosphite electroless copper plating process and compare the effects of electroless nickel-copper plating and electroless copper-nickel plating under the same process conditions on the electromagnetic shielding effectiveness of fabric. The electroless nickel plating of nylon 66 after being roughed by dilute hydrochloric acid/acetic acid aqueous solution and dilute hydrochloric acid/acetic acid ethanol solution was observed for effect with SEM to compare the two kinds of etching schemes. The copper plating deposition rate and weight loss rate were used to reflect the effect of the electroless plating to explore the optimal copper plating formula and determine the optimum process conditions for electroless copper plating of sodium hypophosphite. The electromagnetic shielding properties of electroless nickel plating, electroless copper plating, electroless

收稿日期: 2019-02-21; 修订日期: 2019-07-03

Received: 2019-02-21; Revised: 2019-07-03

基金项目: 中央高校基本科研业务费专项资金项目 (2018CDGFHG0012)

Fund: The Fundamental Research Funds for the Central Universities of China (2018CDGFHG0012)

作者简介: 熊林利 (1995—), 女, 硕士, 主要研究方向为电化学。

Biography: XIONG Lin-li (1995—), Female, Postgraduate, Research focus: electrochemical direction.

通讯作者: 黎学明 (1967—), 男, 博士, 教授, 主要研究方向为应用化学。邮箱: xuemingli@cqu.edu.cn

Corresponding author: LI Xue-ming (1967—), Male, Ph. D., Professor, Research focus: applied chemistry. E-mail: xuemingli@cqu.edu.cn.

copper plating after nickel plating and electroless nickel plating after copper plating were tested through the flange coaxial test method. After being coarsened with the crude hydrochloric acid/acetic acid aqueous solution, the fabric coating layer was easy to fall off, and the plating coarsened with diluted hydrochloric acid/acetic acid aqueous solution had strong adhesive force. The best copper plating process with sodium hypophosphite as reducing agent was copper sulfate 20 g/L, nickel sulfate 8 g/L, sodium hypophosphite 70 g/L, boric acid 35 g/L, pH 10.2~10.6, time 20 min, temperature 75 °C. Electroless nickel plating after electroless copper plating gave a fabric shielding effectiveness of 70 dB. The plating treated with dilute hydrochloric acid/acetic acid aqueous solution. The plating obtained by electroless nickel plating is an amorphous substance, and the electroless copper plating of sodium hypophosphite is a crystalline substance. After electroless copper plating, the nickel-plated fabric is more densely plated. Under the same process conditions, the weight gain rate of electroless copper-nickel plating is greater than that of electroless nickel-copper plating, and the electroless copper-nickel shielding effect is superior to electroless copper plating and electroless nickel-copper plating.

KEY WORDS: etching; electroless copper plating; composite plating; electromagnetic shielding; Nylon 66; fabric

电子、电气设备在现代社会中发挥着重要作用,但在工作过程中会产生电磁辐射,严重威胁人类身体健康及影响人类生产生活。人长时间处于电磁辐射环境下,会引起人中枢神经系统的机能障碍和以交感神经疲乏、紧张为主的植物神经失调。因此电磁辐射污染问题受到广泛关注,目前抑制电磁波辐射的主要防范措施是电磁屏蔽^[1]。电磁屏蔽材料多种多样,其中导电纺织品(涂有铝、铜、银和镍)是一种重要的电磁屏蔽材料^[2]。采用化学镀工艺让织物表面形成金属薄膜,使织物具有镀层金属的导电性和磁性,对电磁波能达到磁损耗和介电损耗。化学镀是一种材料化学表面处理技术,是通过还原剂还原溶液中的金属离子,使其沉积在基底上的过程^[3]。由于金属镍具有良好磁性及耐腐蚀性,金属铜具有良好导电性,在电磁屏蔽中具有磁损耗和电损耗特性,且价格低廉。在织物表面常用化镀镀镍铜金属防止电磁干扰。

刘荣立等^[4]采用化学镀技术进行涤纶织物表面镍-铜双层镀,研究结果表明,电磁波屏蔽性能和质量增加率有关,随着质量增加率增加,化学镀织物的电磁屏蔽效能逐渐增大。吴玉程^[5]在化学镀镍磷合金液中添加适量的铜离子制得了镍铜磷三元合金,通过硝酸耐腐蚀试验比较了镍磷合金与镍铜磷合金镀层的耐腐蚀性。结果表明,铜的共沉积能明显提高镍磷合金的耐腐蚀性。甘雪萍等^[6]采用次亚磷酸钠作为还原剂,加入添加剂亚铁氰化钾,在涤纶织物上化学镀铜,发现当 Ni^{2+} 和 $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ 浓度分别为 0.0038 mol/L 和 $2 \times 10^6 \text{ mol/L}$ 时,可以获得最佳的化学镀铜层。当织物上铜镀层的质量为 40 g/m^2 时,在 $100 \text{ MHz} \sim 20 \text{ GHz}$ 频率范围内,电磁屏蔽效能均可达到 85 dB 以上。

目前化学镀铜还原剂很多,比如二甲基胺硼烷^[7]、 $\text{Fe}(\text{II})$ ^[8]、 $\text{Co}(\text{II})$ ^[9]、肼^[10]、乙醛酸或乙醛酸盐等^[11-12]。以次亚磷酸钠为还原剂的化学镀铜液由于具有环保、稳定性好等特点,被广大研究者推广^[13-17]。目前次亚磷酸钠化学镀铜工艺配方较多,但其化学镀后在 $30 \sim 1500 \text{ MHz}$ 频率范围内的电磁屏蔽效能少有研究。

本文在前面实验方案基础上,采用正交实验探究了最佳方案,优化次亚磷酸钠的加入量,通过加入氢氧化钠控制镀液的 pH 值,达到最佳镀铜效果,使电磁屏蔽效能达到 65 dB 以上。在相同工艺条件下,比较尼龙织物化学镀镍、复合镀铜-镍、化学镀铜、复合镀镍-铜的电磁屏蔽效能,其中复合镀铜-镍电磁屏蔽效果最佳。同时探究的尼龙 66 粗化方案及前处理工艺适合于化学镀铜、镍,对工艺生产有一定参考价值。

1 试验

1.1 化学镀金属织物的制备

以 30D 尼龙 66 格子布为基底材料,尺寸为 $15 \text{ cm} \times 15 \text{ cm}$,面密度为 40 g/m^2 。化学镀铜镍织物的制备流程:除油→水洗→粗化→水洗→敏化→水洗→活化→水洗→还原→水洗→烘干→化学镀→水洗→烘干。本实验采用的基底材料为尼龙 66 材料,适合酸性溶液粗化,探究对比稀盐酸/乙酸乙醇溶液及稀盐酸/乙酸水溶液的粗化效果。稀盐酸/乙酸水溶液:盐酸 1 mol/L ,乙酸 1 mol/L ,溶于蒸馏水。稀盐酸/乙酸乙醇溶液:盐酸 1 mol/L ,乙酸 1 mol/L ,溶于蒸馏水与乙醇混合溶液,蒸馏水与乙醇的体积比为 $1:1$ 。粗化条件:温度为 $50 \text{ }^\circ\text{C}$,时间为 60 min 。敏化采用氯化亚锡溶液,活化采用氯化钯溶液,还原采用次亚磷酸钠溶液。化学镀液配方见表 1 及表 2。将配制好的镀液在水浴锅中预热,达到化学镀温度,将织物放入化学镀液中反应。反应结束后,用镊子将织物取出水洗,在 $50 \text{ }^\circ\text{C}$ 鼓风干燥箱中烘干。织物化学镀镍-铜为按照表 1 配方化学镀镍后,再按表 2 配方化学镀铜。织物化学镀铜-镍为按照表 2 配方化学镀铜后,再按照表 1 配方化学镀镍。

1.2 性能测试及组织观察

利用称重法^[17]计算镀层沉积速率,精确称量样品化学镀前后质量差,并由式(1)计算化学镀铜沉积速率 v 。

表 1 化学镀镍的镀液配方及化学镀条件
Tab.1 Formula and condition of electroless nickel plating

Reagents and process parameters	Concentration/(mol·L ⁻¹)	Mass concentration/(g·L ⁻¹)	Parameter	Value
NiSO ₄ ·6H ₂ O	0.190	50	Time	10 min
NaH ₂ PO ₂ ·H ₂ O	0.236	25	Temperature	65 °C
Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ ·2H ₂ O	0.017	5		
CH ₃ COONa·2H ₂ O	0.073	10		

表 2 化学镀铜的镀液配方及化学镀条件
Tab.2 Formula and condition of electroless copper plating

Reagents and process parameters	Concentration/(mol·L ⁻¹)	Mass concentration/(g·L ⁻¹)	Parameter	Value
CuSO ₄ ·5H ₂ O	0.080	20	pH	10.2~10.6
NiSO ₄	0.030	8	Time	20 min
NaH ₂ PO ₂ ·H ₂ O	0.660	70	Temperature	75 °C
Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ ·2H ₂ O	0.136	40		
H ₃ BO ₃	0.566	35		

$$v = \frac{m_1 - m_2}{S \times t} \quad (1)$$

式中: v 为沉积速率, g/(m²·min); m_1 为镀前织物质量, g; m_2 为镀后织物质量, g; S 为织物镀层面积, m²; t 为镀覆所需时间, min。

采用超声波法^[18]测量金属镀层的结合力, 由式(2)计算质量损失率 w , 以此间接反映织物与镀层的结合牢度。

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad (2)$$

式中: m_1 为测试样品质量, g; m_2 为试样放于水溶液中超声 60 min, 取出并烘干后的质量, g。

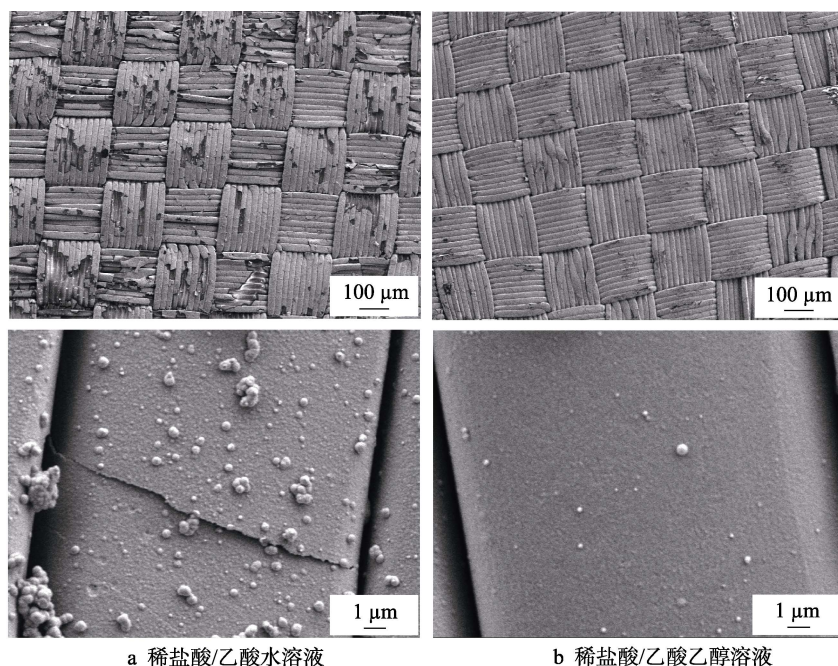
采用 SEM 观察粗化样品表面处理效果, 采用金相显微镜观察镀层施镀情况。采用 XRD 谱图分析镀

层的晶相结构及材料晶型。用法兰同轴测试仪测定化学镀尼龙 66 织物的电磁波屏蔽性能。用电化学工作站测试金属化织物耐腐蚀性能, 采用三电极体系, 以饱和甘汞电极为参比电极, 化学镀尼龙 66 织物 1 m×1 m 为工作电极, 铂网为对电极, 在 3.5% 的氯化钠溶液中以 5 mV/s 的扫描速度进行 Tafer 曲线测试, 得到腐蚀电流密度。

2 结果及分析

2.1 稀盐酸/乙酸混合乙醇溶液及稀盐酸/乙酸混合水溶液粗化对比

用扫描电镜观察以稀盐酸水溶液为基础粗化液的试样表面形态, 如图 1 所示。用稀盐酸/乙酸水溶



a 稀盐酸/乙酸水溶液

b 稀盐酸/乙酸乙醇溶液

图 1 两种粗化方案的化学镀镍扫描电镜图

Fig.1 SEM image of two etching schemes for electroless nickel plating: a) dilute hydrochloric acid/acetic acid solution; b) dilute hydrochloric acid / acetic acid ethanol solution

液粗化后，尼龙 66 织物表面化学镀层分布不均匀，局部未镀上金属，并且伴有金属脱落现象；用稀盐酸/乙酸的乙醇溶液粗化后，镀层均匀。进一步观察采用两种粗化方法施镀的尼龙 66 织物表面形貌可知，用稀盐酸/乙酸水溶液粗化后，试样表面沉积了较大的金属颗粒，且单根纤维上镀覆的金属薄膜镍存在裂痕；用稀盐酸/乙酸的乙醇溶液粗化后镀镍，在单根纤维上镀层均匀致密，且无较大金属镍颗粒沉积。这是由于在相同活化敏化条件下，相对于稀盐酸/乙酸水溶液，用稀盐酸/乙酸的乙醇溶液粗化后，织物表面具有更均匀的刻蚀凹槽，能够装载具有催化活性的金属钯粒子，使得在化学镀镍时，镍金属能均匀沉积于织物表面。

2.2 正交实验设计探索最佳配方

在次亚磷酸钠化学镀铜中：硫酸铜为主盐；硫酸镍为催化剂，催化铜离子沉积；次亚磷酸钠为还原剂，起到氧化还原沉积铜离子的作用；柠檬酸钠为络合剂，络合金属离子，防止铜离子及镍离子过早沉积；氢氧化钠为 pH 调节剂；硼酸为缓冲剂，辅助调节 pH。这些试剂以及化学镀温度对化学镀影响至关重要，采用五因素四水平正交表（表 3）做正交实验，探究次亚磷酸钠化学镀铜最佳配方，其中每组实验保持硫酸铜的质量浓度为 20 g/L，硼酸的质量为 35 g/L。

表 3 正交实验水平因素

Tab.3 Orthogonal experiment level factor

Level	NiSO ₄ / (g·L ⁻¹)	NaH ₂ PO ₂ / (g·L ⁻¹)	Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ / (g·L ⁻¹)	NaOH/ (g·L ⁻¹)	Tempera- ture/℃
1	7	65	40	24	70
2	8	70	42	26	75
3	9	75	44	28	80
4	10	80	46	30	85

通过正交实验结果（表 4）可以看出，因素影响的主次为氢氧化钠>次亚磷酸钠>硫酸镍>柠檬酸三钠>温度。可以得到最佳组合为 A₂B₃C₁D₃E₂，即硫酸镍为 8 g/L，次亚磷酸钠为 75 g/L，柠檬酸三钠为 40 g/L，氢氧化钠为 28 g/L，温度为 75 ℃。

2.3 氢氧化钠浓度及次亚磷酸钠浓度对化学镀铜织物的影响

在正交实验得到最佳化学镀铜条件下，改变氢氧化钠的加入量，得到氢氧化钠在不同浓度对化学镀铜镀速及质量损失率的影响，如图 2 所示。沉积速率在氢氧化钠加入量为 25 g/L 时达到最大值，镀层质量损失率在最低，说明加入氢氧化钠的质量浓度为 25 g/L 时，镀层结合牢固。在氢氧化钠质量浓度为 20、25、27.5、30 g/L 下，镀液的 pH 分别为 9.8、10.6、11.3、12.0。加入氢氧化钠量在大于 25 g/L 后，镀液 pH 变

表 4 正交实验

Tab.4 Orthogonal experiment

No.	NiSO ₄ A	NaH ₂ PO ₂ B	Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ C	NaOH D	Tempe- rature E	Depos- ition rate/ (g·min ⁻¹)
1	1	1	1	1	1	0.058
2	1	2	2	2	2	2.755
3	1	3	3	3	3	3.233
4	1	4	4	4	4	0.134
5	2	1	2	3	4	3.451
6	2	2	1	4	3	3.495
7	2	3	4	1	2	2.051
8	2	4	3	2	1	2.944
9	3	1	3	4	2	1.751
10	3	2	4	3	1	3.472
11	3	3	1	2	4	4.131
12	3	4	2	1	3	0.019
13	4	1	4	2	3	0.601
14	4	2	3	1	4	0.600
15	4	3	2	4	1	2.400
16	4	4	1	3	2	3.901
K ₁	6.18	5.823	11.585	2.728	8.874	
K ₂	11.941	10.322	8.625	10.431	10.458	
K ₃	9.373	11.815	8.522 8	14.057	7.348	
K ₄	7.502	6.998	6.258	7.78	8.318	
k ₁	1.545	1.455 75	2.896 25	0.682	2.218 5	
k ₂	2.985 25	2.580 5	2.156 25	2.607 75	2.614 5	
k ₃	2.343 25	2.953 75	2.130 7	3.514 25	1.837	
k ₄	1.875 5	1.749 5	1.564 5	1.945	2.079 5	
R	1.440 25	1.498	1.331 75	2.83 225	0.777 5	
Major →	D>B>A>C>E					
Minor						

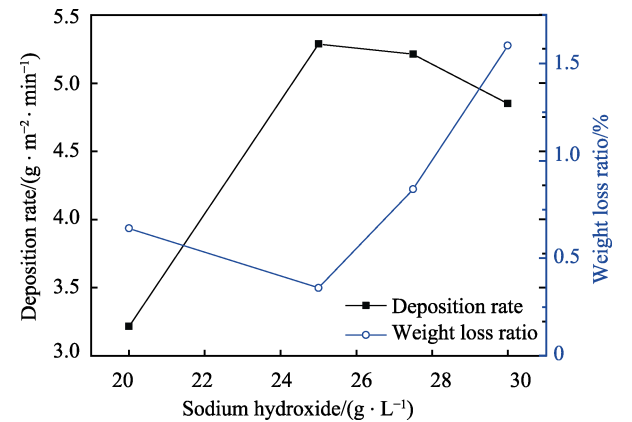


图 2 氢氧化钠浓度对化学镀铜镀速及质量损失率的影响
Fig.2 Effect of sodium hydroxide concentration on electroless copper plating speed and weight loss rate

化明显。经过 20 min 反应后，pH 稳定在 7 左右，可以说次亚磷酸钠化学镀铜在碱性环境中发生反应。

在正交实验得到的最佳配方下,探究次亚磷酸钠浓度对化学镀铜镀速和沉积速率的影响。不同浓度次亚磷酸钠对镀速及质量损失率的影响如图 3 所示。随着次亚磷酸钠浓度的增加,沉积速率呈上升趋势,但镀层沉积疏松,质量损失率增大,镀层变暗黑。这是由于次亚磷酸钠化学镀铜机理为 $\text{Cu}^{2+} + 2\text{H}_2\text{PO}_2^- + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Cu} + 2\text{H}_2\text{PO}_3^- + \text{H}_2 \uparrow$, 加入次亚磷酸钠增多,有利于化学反应向正反应方向进行,即有利于铜的析出,故镀层沉积速率随着次亚磷酸钠增加而提高。但

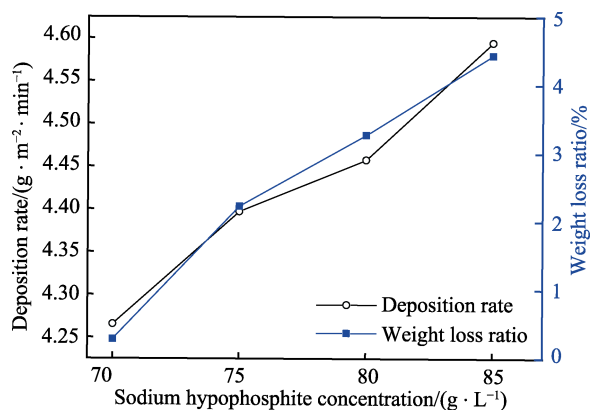


图 3 次亚磷酸钠浓度对化学镀铜镀速及质量损失率的影响
Fig.3 Effect of sodium phosphite concentration on electroless copper plating speed and weight loss rate

次亚磷酸钠加入量过大,会产生过多的氢气,导致反应过程中镀层变得疏松。在次亚磷酸钠加入量为 70 g/L 时,镀层沉积速率为 4.26 g/(m²·min),且质量损失率接近为 0,镀层效果较好,故选取次亚磷酸钠质量浓度为 70 g/L。即次亚磷酸钠的最佳加入量为 70 g/L,氢氧化钠的最佳加入量为 25 g/L。

2.4 化学镀镍铜镀层分析

从扫描电镜图(图 4)可以看出,金属镀层均匀,化学镀铜、化学镀镍-铜、化学镀铜-镍的镀层较密集,且几乎将纤维缝隙掩盖。尼龙 66 化学镀金属的 XRD 衍射图如图 5 所示。20.48°、23.5°为尼龙 66 织物的衍射峰,化学镀镍织物的衍射峰强度相对较弱,但 40°~50°出现馒头峰。由化学镀镍织物选区的 EDS 图谱(如图 6 所示)可知,镍元素的质量分数为 92.5%,磷元素的质量分数为 7.5%,说明化学镀镍层为非晶态物质。次亚磷酸钠化学镀铜的金属铜为面心立方体结构,在 43.4°、50.5°、74.3°出现的(111)、(200)、(220)晶面衍射峰为铜的特征衍射峰(JCPDS 65-9743)。化学镀镍-铜、化学镀铜-镍与化学镀铜衍射峰位置大致相同,这是由于镀层中金属铜的衍射峰强度远远大于金属镍,镍的衍射峰被掩盖了。

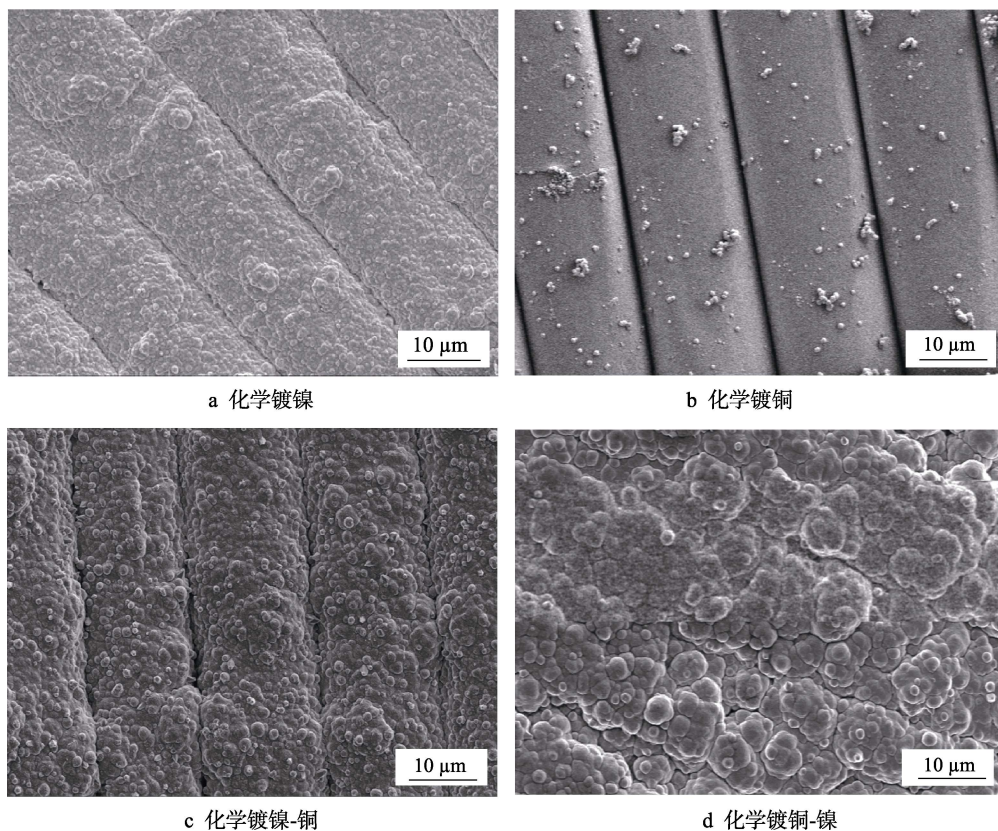


图 4 尼龙 66 织物化学镀 SEM 图

Fig.4 SEM image of nylon 66 fabric electroless plating: a) electroless nickel plating; b) electroless copper plating; c) electroless copper-nickel plating; d) electroless copper-nickel plating

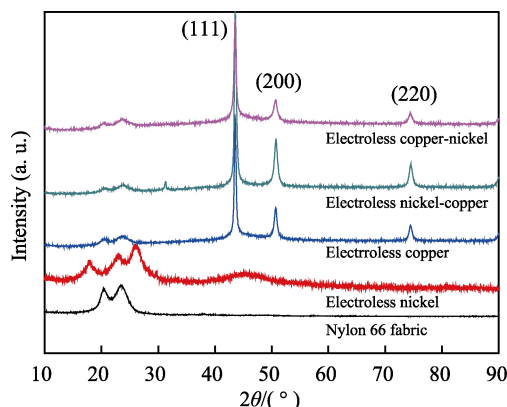


图 5 尼龙 66 织物化学镀铜镍 XRD 图
Fig.5 XRD pattern of electroless copper-nickel plating on nylon 66 fabric

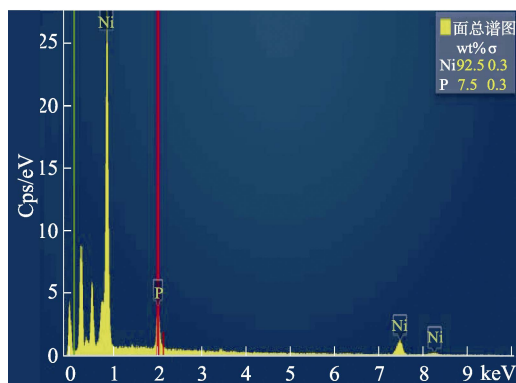
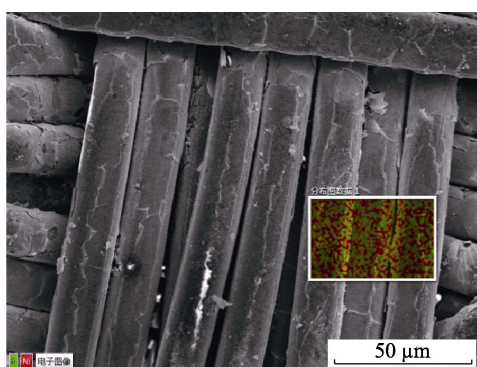


图 6 尼龙 66 织物化学镀镍 EDS 图
Fig.6 EDS pattern of electroless nickel plating on nylon 66 fabric

2.5 化学镀镍铜电磁屏蔽效能

尼龙 66 织物化学镀铜、化学镀镍-铜、化学镀铜-镍、化学镀镍在 30~1500 MHz 频率范围内的电磁屏蔽效果如图 7 所示。采用表 2 配方化学镀镍所得织物电磁屏蔽效果较差,其面密度为 51.2 g/m^2 ,化学镀镀覆的金属镍较少。次亚磷酸钠为还原剂化学镀铜,屏蔽效能在 65 dB 左右,其面密度可达 137.2 g/m^2 。化学镀镍后镀铜,其面密度达 109.1 g/m^2 ,其电磁屏蔽效能在 60 dB 左右。化学镀铜后镀镍,其面密度达 160.8 g/m^2 ,其屏蔽效能显著提高,可达 70 dB。金属化的尼龙织物具有电磁屏蔽效能,主要是由于金属镀层具有电导率和磁导率,引起电磁波通过织物产生磁

损耗和介电损耗。因此在织物镀层致密的条件下,金属镀层织物面密度越大,或者金属量越多,电磁屏蔽效能越好。在采用相同时间的条件下,化学镀铜后镀镍的织物,镀覆金属较多,沉积速率较化学镀镍后镀铜快,其屏蔽效能显著提高。

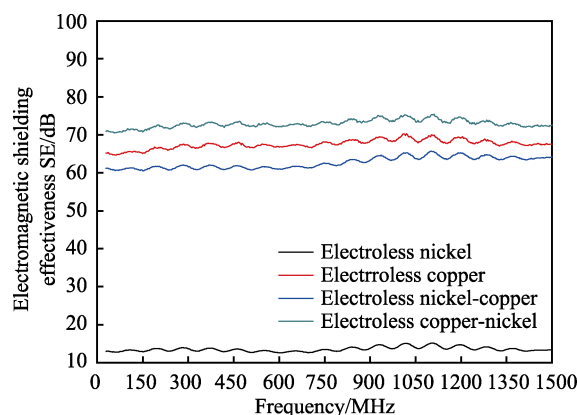


图 7 尼龙 66 织物化学镀铜镍电磁屏蔽效果
Fig.7 Electromagnetic shielding effect of electroless copper-nickel plating on nylon 66 fabric

2.6 Tafel 曲线对比

对尼龙 66 织物化学镀铜、化学镀铜-镍、化学镀镍、化学镀镍-铜在 3.5% 的氯化钠溶液中进行 Tafel 曲线测试,结果见图 8,腐蚀电流密度大小排序为化学镀镍<化学镀铜-镍<化学镀铜<化学镀镍-铜,其腐蚀电流密度分别为 6.079×10^{-6} 、 1.042×10^{-5} 、 2.307×10^{-5} 、 $3.583 \times 10^{-5} \text{ A/cm}^2$ 。可以看出,化学镀镍的腐蚀电流密度最小。这是因为金属镍具有良好的耐腐蚀性,化学镀镍于尼龙 66 表层,会使腐蚀电流密度有效降低,说明化学镀铜后镀镍能有效增加电磁屏蔽织物的耐腐蚀性。

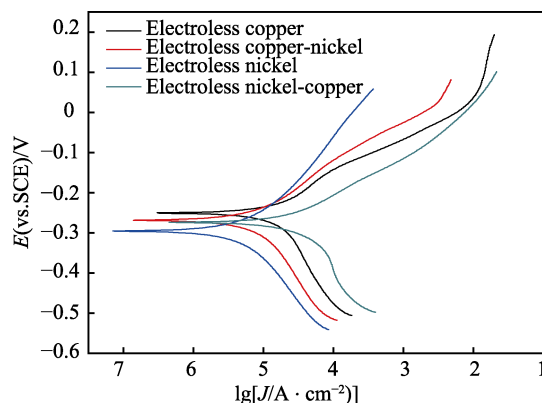


图 8 尼龙 66 织物化学镀铜镍 Tafel 曲线
Fig.8 Tafel curve of electroless copper-nickel plating on nylon 66 fabric

3 结论

1) 相对于稀盐酸/乙酸水溶液,使用稀盐酸/乙酸

乙醇溶液粗化处理的镀覆层分布更均匀, 且具有较好的屏蔽效能。

2) 化学镀铜最佳配方为: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 20 g/L, NiSO_4 8 g/L, $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 70 g/L, $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 40 g/L, H_3BO_3 35 g/L, NaOH 25 g/L。

3) 化学镀镍所得镀层为非晶态物质, 次亚磷酸钠化学镀铜所得镀层为晶态物质。

4) 在相同反应配方条件下, 化学镀铜后镀镍所得金属镀覆效果及电磁屏蔽效能优于化学镀镍后镀铜及单独化学镀铜, 其屏蔽效能可达 70 dB。

5) 化学镀镍能有效增强织物的耐腐蚀性。

参考文献:

- [1] 刘顺华, 刘军明. 电磁波屏蔽及吸波材料[M]. 北京: 化学工业出版社, 2014.
LIU Shun-hua, LIU Jun-ming. Electromagnetic wave shielding and absorbing materials[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2014.
- [2] GAN Xue-ping, WU Ya-ting, LIU Lei, et al. Electroless copper plating on PET fabrics using hypophosphite as reducing agent[J]. Surface & coatings technology, 2007, 201: 7018-7023.
- [3] 卢洁琴, 张晓莉, 卫国英, 等. 化学镀 Ni-W-P 薄膜的制备及其耐蚀性能的研究[J]. 表面技术, 2016, 45(4): 83-88.
LU Jie-qin, ZHANG Xiao-li, WEI Guo-ying, et al. Preparation and corrosion resistance of electroless plating Ni-W-P alloy[J]. Surface technology, 2016, 45(4): 83-88.
- [4] 刘荣立, 张辉. 涤纶织物镍-铜双层化学镀研究[J]. 上海纺织科技, 2007, 35(11): 14-16.
LIU Rong-li, ZHANG Hui. Study on double lay chemical nickel and copper plating on PET fabric[J]. Shanghai textile science & technology, 2007, 35(11): 14-16.
- [5] 吴玉程. 化学镀镍铜磷三元合金沉积工艺的研究[J]. 电镀与涂饰, 2000(2): 1-5.
WU Yu-cheng. Study of electroless nickel-copper-phosphorus ternary alloy deposition[J]. Electroplating & finishing, 2000(2): 1-5.
- [6] 甘雪萍, 仵亚婷, 刘磊, 等. 以次磷酸钠为还原剂涤纶织物化学镀铜研究[J]. 功能材料, 2007(5): 782-786.
GAN Xue-ping, WU Ya-ting, LIU Lei, et al. Electroless copper plating on PET fabrics using hypophosphite as reducing agent[J]. Journal of functional materials, 2007(5): 782-786.
- [7] LU Yin-xiang, LIANG Qian, LI Wen-long. Fabrication of copper/modal fabric composites through electroless plating process for electromagnetic interference shielding[J]. Materials chemistry and physics, 2013, 140(2/3): 553-558.
- [8] SONE M, KOBAYAKAWA K, SAITOU M, et al. Electroless copper plating using Fe^{II} as a reducing agent[J]. Electrochim acta 2004, 49(2): 233-238.
- [9] LEE C H, KIM J J. Effects of Pd activation on the self annealing of electroless copper deposition using Co(II)-ethylenediamine as a reducing agent[J]. Journal of vacuum science & technology B, 2005, 23(2): 475-479.
- [10] NOBARI N, BEHBOUDNIA M, MALEKI R. Palladium-free electroless deposition of pure copper film on glass substrate using hydrazine as reducing agent[J]. Applied surface science, 2016, 385: 9-17.
- [11] YU Lu, GUO Lian, PREISSER Robert, et al. Autocatalysis during electroless copper deposition using glyoxylic acid as reducing agent[J]. Journal of the electrochemical society, 2013, 160(12): 3004-3008.
- [12] INOUE F, PHILIPSEN H, VAN Der Veen M H, et al. Nucleation kinetics of electroless Cu deposition on ruthenium using glyoxylic acid as a reducing agent[J]. Journal of the electrochemical society, 2014, 161(14): 768-774.
- [13] ANIK T, HALOUI A E L, TOUHAMI M E, et al. Influence of NN dimethyl formamide on electroless copper plating using hypophosphite as reducing agent[J]. Surface and coatings technology, 2014, 245: 22-27.
- [14] FARAJI S, FARAJI A H, NOORI S R. An investigation on electroless Cu-P composite coatings with micro and nano-SiC particles[J]. Materials & Design, 2014, 54: 570-575.
- [15] MHANNI N, GALAI M, ANIK T, et al. Influence of additives selected calix[4]arenes on electroless copper plating using hypophosphite as reducing agent[J]. Surface and coatings technology, 2017, 310: 8-16.
- [16] ANIK T, HALOUI A E L, TOUHAMI M E, et al. Influence of N-N dimethyl formamide on electroless copper plating using hypophosphite as reducing agent[J]. Surface and coatings technology, 2014, 245: 22-27.
- [17] 郑立卫. 以次亚磷酸钠为还原剂的尼龙织物化学镀铜研究[D]. 上海: 东华大学, 2010.
ZHENG Li-wei. Study on electroless copper plating of nylon fabric with sodium hypophosphite as reducing agent[D]. Shanghai: Donghua University, 2010.
- [18] 陈蓉, 张明. 尼龙化学镀铜织物镀层结合牢度测试方法研究[J]. 中国纤检, 2013(24): 70-72.
CHEN Rong, ZHANG Ming. A Research on the test method about fastness of nylon chemical plating copper coating fabric[J]. China fiber inspection, 2013(24): 70-72.