

# 基于化学镀银法制备尼龙 6/ 银复合材料

doi:10.3969/j.issn.1674-7100.2019.05.005

曹鹏飞<sup>1</sup> 刘少敏<sup>1</sup>

夏 勇<sup>1</sup> 凌菁蔚<sup>2</sup>

孙翱魁<sup>1</sup>

1. 湖南工业大学

包装与材料工程学院

湖南 株洲 412007

2. 湖南师范大学

化学化工学院

湖南 长沙 410081

**摘 要:** 为增加尼龙基体和银镀层之间的界面结合力, 将机械打磨引入到传统的化学镀工艺中, 并利用无毒、环保的葡萄糖溶液作为施镀过程中的还原剂, 代替传统化学镀中常用的甲醛溶液, 快速制备了尼龙 6/ 银复合材料。利用 X 射线衍射 (XRD)、扫描电子显微镜 (SEM) 分别对尼龙 6/ 银复合材料的物相及显微形貌进行了表征; 并研究了化学镀工艺对施镀过程的影响, 着重研究了施镀温度、施镀时间、硝酸银溶液 (主盐) 浓度及葡萄糖溶液 (还原剂) 浓度对银镀层厚度的影响。结果表明, 银镀层的厚度随着硝酸银浓度、葡萄糖浓度、施镀时间、施镀温度的升高整体呈先增大后减小的趋势。过高的施镀温度、硝酸银浓度及葡萄糖浓度会使镀液中的还原反应速率过快, 不利于银粒子在尼龙 6 基材上的沉积, 从而引起银镀层厚度的下降; 过长的施镀时间会使银镀层表面出现很多划痕, 从而导致银镀层质量的下降。通过优化施镀工艺参数, 得到银镀层厚度可控的尼龙 6/ 银复合材料。

**关键词:** 尼龙 6; 化学镀银; 工艺参数; 物相; 形貌

**中图分类号:** TQ323.6

**文献标志码:** A

**文章编号:** 1674-7100(2019)05-0031-07

**引文格式:** 曹鹏飞, 刘少敏, 夏 勇, 等. 基于化学镀银法制备尼龙 6/ 银复合材料 [J]. 包装学报, 2019, 11(5): 31-37.

## 1 研究背景

聚酰胺 (polyamide, PA) 俗称尼龙, 是重要的工程塑料之一, 其产品包括 PA6, PA66, 铸型尼龙, PA11, PA12, PA610 等, 被广泛应用在机械、船舶、汽车、家电、航空、电子电器等领域。随着科学技术的发展, 人们对尼龙提出了更高的要求, 单纯凭借尼龙自身性能已经不能满足实际生产需求, 因此尼龙基

复合材料的研究越来越受到科研人员和工程技术人员的关注<sup>[1-2]</sup>。

在众多尼龙基复合材料中, 尼龙 / 银复合材料因其优异的防电磁辐射、抗静电、导电导热及抗菌抑菌等性能而被广泛应用于包装、电气、军事、服装等行业。应莹等<sup>[3]</sup>用硅烷偶联剂处理过的载银纳米氧化锌抗菌剂与尼龙 6 切片共混制得抗菌尼龙 6 母粒, 通过熔融共混纺丝制得含银抗菌尼龙 6 纤维。张浴晖

收稿日期: 2019-07-29

**基金项目:** 国家自然科学基金资助项目 (51704108), 湖南省自然科学基金资助项目 (2018JJ3126), 中国博士后科学基金资助项目 (2019M652798), 湖南省教育厅优秀青年基金资助项目 (18B293), 湖南省学位与研究生教育改革研究基金资助项目 (2019JGZD067)

**作者简介:** 曹鹏飞 (1997-), 男, 湖南益阳人, 湖南工业大学硕士生, 主要研究方向为析氢催化材料,

E-mail: 1738342466@qq.com

**通信作者:** 孙翱魁 (1985-), 男, 山东临沂人, 湖南工业大学讲师, 博士, 主要从事纳米金属粉末与新能源材料方面的研究,

E-mail: aksun@hntu.edu.cn

等<sup>[4]</sup>用表面化学镀银的方法制备了尼龙6镀银纤维,并研究了镀银时间等因素对纤维镀层厚度的影响。相比国内,国外学者对含银尼龙6纤维的研究更加丰富、系统和深入。B. Pant等<sup>[5]</sup>利用一步静电纺丝技术制备了抗菌尼龙6纤维,在尼龙6表面覆上尺寸可控的纳米银颗粒,并针对该纤维对多种细菌的抑菌性能进行了系统研究;D. M. Mihut等<sup>[6]</sup>利用热蒸发技术制备了被金属银均匀覆盖的尼龙6纳米纤维;此外,Xu Z.<sup>[7]</sup>、A. Zille<sup>[8]</sup>等均利用不同的方法成功制得含银尼龙6纤维。

然而,以上研究大都需要较复杂的工艺、设备,制备时间较长,且都是针对尼龙纤维或织物,尚无对大面积尼龙材料(薄膜、片材、板材等)进行研究。与含银尼龙纤维相比,尼龙片材镀银材料具备更完整的镀银层,因此也具有更好的电磁屏蔽性能,在电子行业及高端食品、药品包装领域有更广泛的应用。但是,在尼龙光滑且相对巨大的表面积上实现银涂层的完整涂覆仍是困扰研究人员的一大难题。

本研究在化学镀银法的基础上,引入机械打磨的方法以增强银镀层和尼龙基体之间的界面结合力,并利用无毒、环保的葡萄糖溶液代替传统的甲醛溶液(毒性较强)作为施镀过程中的还原剂,快速制备了尼龙6/银复合材料;研究了施镀温度、施镀时间、硝酸银溶液(主盐)及葡萄糖溶液(还原剂)的浓度对银镀层厚度的影响;并利用X射线衍射仪(X-ray diffractometer, XRD)、扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)分别对尼龙6/银复合材料的物相及显微形貌进行了表征,以期实现尼龙6/银复合材料的快速无毒制备。

## 2 实验部分

### 2.1 实验原料与试剂

本实验所用尼龙6片材为中山市腾亿塑料板材有限公司生产;硝酸银( $\text{AgNO}_3$ )、葡萄糖( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ )、氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )、浓盐酸( $\text{HCl}$ )、氯化锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),均为分析纯,上海阿拉丁生化科技股份有限公司生产;去离子水,实验室自制。

### 2.2 仪器与设备

金相研磨机,Unipol-1210型,合肥科晶材料技术有限公司;恒温水浴锅,ZNCL-BS型,上海凌科实业发展有限公司;测厚仪,CHY-C2A型,济南兰光机电技术有限公司;X射线衍射仪,D 5000型,

德国西门子公司;扫描电子显微镜,Nova Nano SEM 230型,美国FEI公司。

### 2.3 实验方法

#### 2.3.1 打磨除油

将尼龙6片材用金相研磨机沿同一方向打磨,设置转速为100 r/min,打磨时间为30 s,所用砂纸规格为800目。将打磨后的尼龙6片材用 $\text{NaOH}$ 溶液浸泡,以去除片材表面的污垢和油渍,然后用去离子水清洗、干燥。

#### 2.3.2 敏化

打磨后的尼龙6片材因其表面与银单质的结合性较差无法直接镀银,还需利用氯化锡对尼龙6片材进行敏化,使其表面吸附 $\text{Sn}^{2+}$ ,从而使尼龙6片材具备良好的还原性。具体敏化方法如下:将2 g  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 溶于100 mL去离子水和2 mL浓盐酸中,然后加入打磨除油后的尼龙6片材,室温静置10 min,取出片材后用去离子水洗净、烘干。

#### 2.3.3 催化

催化剂可降低反应的活化能,加快反应速率。本研究利用氯化钯与敏化后尼龙6片材表面的 $\text{Sn}^{2+}$ 发生置换反应,生成Pd质点吸附在片材表面,在镀银过程中,这些Pd质点可以作为Ag镀层的形核核心,促进镀银层的生成。具体催化方法如下:将0.01 g  $\text{PdCl}_2$ 溶于100 mL去离子水和1 mL浓盐酸中,再加入经过敏化的尼龙6片材,室温静置1 h,取出片材后用去离子水清洗、烘干。

#### 2.3.4 银氨溶液和还原液的配制

1) 银氨溶液。配制质量浓度分别为2, 10, 18, 26 g/L的硝酸银溶液,在制备好的硝酸银溶液中逐滴加入稀氨水溶液,一边滴加一边搅拌,直至产生的黑褐色沉淀恰好消失时停止滴加。

2) 还原液。配制质量浓度分别为4, 10, 16, 22 g/L的葡萄糖溶液。

#### 2.3.5 镀银

将装有银氨溶液的烧杯进行水浴加热,温度分别设置为30, 40, 50, 60  $^{\circ}\text{C}$ ,磁力搅拌速度设置为400 r/min;加热到设定温度时分别加入经过催化处理的尼龙6片材和还原液,保温3~15 min,然后将片材取出,用去离子水洗净、晾干。

### 2.4 表征与测试

#### 2.4.1 镀银层厚度测量

用CHY-C2A型测厚仪测量尼龙6片材镀银前

后的厚度, 在每个片材不同位置测 10 次, 取平均值, 再计算银镀层的厚度。

#### 2.4.2 物相及微观形貌表征

利用西门子 D 5000 型 X 射线衍射仪对制备的尼龙 6/ 银复合材料的物相组成进行了表征, 测试条件为: 管压 40 kV, 管流 100 mA,  $\text{CuK}_\alpha$  射线  $\lambda=1.54 \text{ \AA}$ , 扫描角度  $2\theta=10\sim 80^\circ$ , 扫描速度  $8^\circ/\text{min}$ 。利用 Nova Nano SEM 230 扫描电子显微镜对尼龙 6/ 银复合材料的表面微观形貌进行表征。

### 3 结果与讨论

#### 3.1 化学镀工艺对银镀层厚度的影响

相对于尼龙纤维、织物而言, 尼龙片材具有更大的涂覆面积, 因此片材银镀层的完整性及其厚度将直接影响尼龙 6/ 银复合材料的防电磁辐射、抗菌抑菌等性能。因此, 本研究系统研究了化学镀的主要工艺参数对尼龙 6 片材银镀层厚度的影响。

##### 3.1.1 施镀温度

施镀温度在整个化学镀工艺中有着非常重要的地位。温度升高会加快分子间的热运动, 并为反应提供所需的能量, 理论上温度越高, 反应速度越快。

为了探讨施镀温度对尼龙 6 片材银镀层厚度的影响, 本研究保持相关参数不变 (硝酸银质量浓度 20 g/L, 葡萄糖质量浓度 50 g/L, 施镀时间 5 min), 在不同温度 (30, 40, 50, 60, 70  $^\circ\text{C}$ ) 下, 测量尼龙 6 片材银镀层的厚度, 并绘制施镀温度与银镀层厚度的关系曲线如图 1 所示。

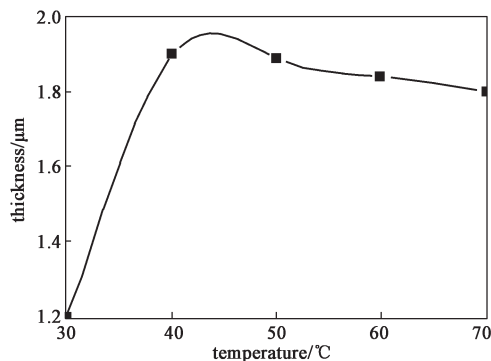


图 1 施镀温度与银镀层厚度的关系曲线

Fig. 1 The relationship between plating temperature and coating thickness

由图 1 可以看出, 随着温度的升高, 银镀层的厚度先急剧增加; 当温度超过 40  $^\circ\text{C}$  后, 银镀层厚度增加趋势放缓, 随着温度的继续升高, 银镀层厚度甚

至开始缓慢下降。这是因为升高温度会加速氧化还原反应, 有利于银粒子的还原及沉积, 从而使银镀层厚度增加; 但当温度过高时, 反应速度越来越快, 银单质来不及在片材表面沉积就从镀液中沉淀出来, 从而导致银镀层厚度逐渐变小。因此, 在化学镀工艺中施镀温度控制在 40  $^\circ\text{C}$  左右为宜。

##### 3.1.2 施镀时间

为了探讨施镀时间对尼龙 6 片材银镀层厚度的影响, 本研究保持相关参数不变 (硝酸银质量浓度 20 g/L, 葡萄糖质量浓度 50 g/L, 水浴温度 40  $^\circ\text{C}$ ), 测量不同施镀时间 (3, 5, 10, 15, 20 min) 时尼龙 6 片材银镀层的厚度, 并绘制施镀时间与银镀层厚度的关系曲线如图 2 所示。

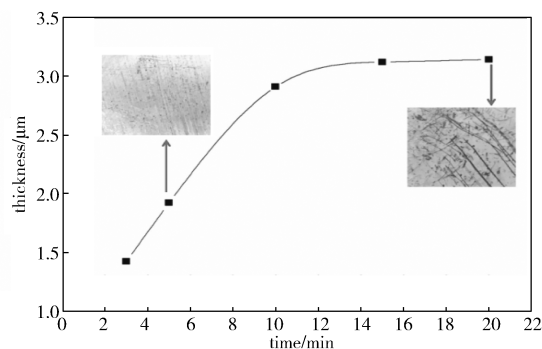


图 2 施镀时间与银镀层厚度的关系曲线

Fig. 2 The relationship between plating time and coating thickness

由图 2 可以看出, 施镀时间越长, 银镀层的厚度越大, 这是因为随着施镀时间的增加, 镀液中的氧化还原反应不断进行, 被还原出的银单质不断地累积在尼龙 6 片材上, 使银镀层厚度不断增加, 这与张浴晖等<sup>[4]</sup>的研究结果一致。但需要指出的是, 本研究所用的镀液中主盐 (硝酸银) 及还原剂 (葡萄糖) 的质量浓度较高, 能够维持反应的不断进行, 才能保证镀银层厚度不断增加; 反应后期, 随着主盐及还原剂浓度的降低, 反应速率逐渐降低, 镀银层的厚度增长速度也逐渐放缓, 直至不再增加。如图 2 内嵌图所示, 随着反应时间的不断增加, 尼龙基体表面的银镀层会与烧杯中的磁转子不断地摩擦, 致使银镀层表面出现很多划痕, 从而导致银镀层质量的下降。因此, 根据实验需要选择适当的施镀时间至关重要。

##### 3.1.3 主盐浓度

主盐的作用是为反应供给银离子, 银离子的浓度会直接影响整个反应的工艺效果。本研究保持相关参数不变 (葡萄糖质量浓度 50 g/L, 水浴温度 40  $^\circ\text{C}$ ,



施镀时间 5 min)，在不同质量浓度（15, 20, 25, 30, 35 g/L）的硝酸银溶液中，测量尼龙 6 片材银镀层的厚度，并绘制主盐浓度与银镀层厚度的关系曲线如图 3 所示。

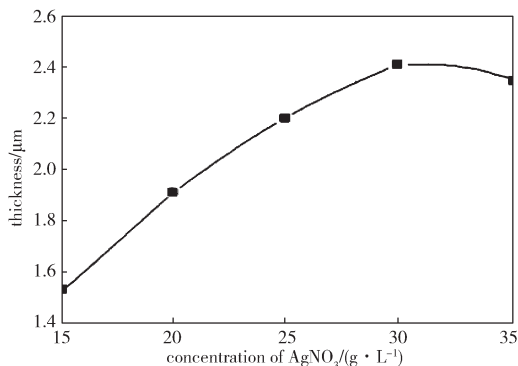


图 3 硝酸银质量浓度与银镀层厚度的关系曲线

Fig. 3 The relationship between silver nitrate concentration and coating thickness

由图 3 可以看出，在硝酸银质量浓度达到 30 g/L 前，银镀层的厚度会随着硝酸银质量浓度的增加而增加；继续提高硝酸银溶液的质量浓度，银镀层的厚度反而会随之变薄，呈现下降趋势。这是因为随着硝酸银溶液浓度的增大，镀液中的银离子也逐渐增多，反应速度变得更快，因此银镀层的厚度先不断增加；但当银离子的质量浓度过高（大于 30 g/L）时，镀液中的银氨络合物会发生自分解反应<sup>[9]</sup>，致使镀液的稳定性变差，银镀层厚度变薄。因此从节约原材料的角度出发，在化学镀工艺中应根据实验需要选择适当的硝酸银浓度。

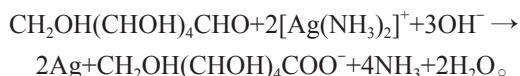
通过实验现象也可以看出，当硝酸银溶液的浓度较低时，此时溶液中的银离子含量较少，反应很快就会进行完全，镀液的颜色也会从乳白色变澄清，烧杯内壁短时间就会附着一层光亮的镀银层；硝酸银溶液的浓度继续增大时，溶液的颜色变化缓慢，烧杯内壁出现镀银层的时间也会变长。由此表明，当硝酸银溶液浓度过高时，化学镀银反应速度变慢。实验现象也进一步验证了图 3 的结论：随着硝酸银溶液浓度的增大，银镀层的厚度先增加后下降。

#### 3.1.4 还原剂浓度

有研究<sup>[10-13]</sup>指出，不同的还原剂种类（如葡萄糖溶液、甲醛溶液、次亚磷酸钠等）对银镀层的形貌、厚度及界面结合力有影响，因此还原剂的选择也很重要，这需要对基体材料性质、银镀层质量要求、环境要求及产品用途等因素综合考虑决定。葡萄糖

是常用的还原剂之一，被广泛用于多种材料如玻璃、聚合物纤维、棉纤维以及碳纳米管等材料的表面镀银反应中。

本研究从环保方面考虑，选择无毒、环保的葡萄糖溶液作为还原剂，将处理后的尼龙 6 片材加入到配制好的银氨溶液中，最后加入葡萄糖溶液进行还原反应。葡萄糖还原的反应方程式如下：



还原剂的浓度直接影响银粒子的产出速率，对快速制备高质量的尼龙镀银材料至关重要。为了探讨葡萄糖浓度对尼龙 6 片材银镀层厚度的影响，本研究保持相关参数不变（硝酸银质量浓度 20 g/L，水浴温度 40 ℃，施镀时间 5 min），在不同质量浓度（10, 20, 30, 40, 50 g/L）的葡萄糖溶液中，测量尼龙 6 片材银镀层的厚度，并绘制还原剂浓度与银镀层厚度的关系曲线如图 4 所示。

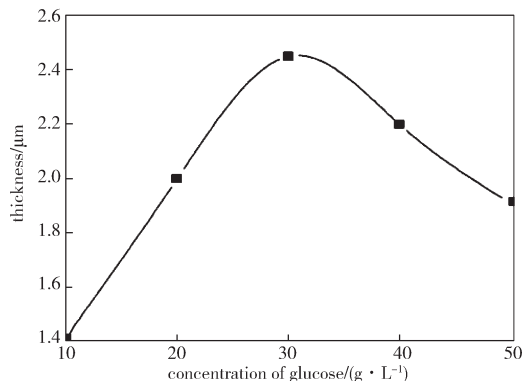


图 4 葡萄糖质量浓度与银镀层厚度的关系曲线

Fig. 4 The relationship between glucose concentration and coating thickness

由图 4 可以看出，随着葡萄糖浓度的增加，银镀层厚度呈现先增大后减小的趋势，最大银镀层厚度出现在葡萄糖质量浓度为 30 g/L 时。这是因为，随着葡萄糖浓度的升高，加快还原反应速度，被还原的银粒子增多，因而沉积在尼龙 6 片材表面的银粒子增多，银镀层厚度进而增加；葡萄糖浓度继续升高，反应速率太快导致银粒子来不及在片材表面沉积就直接从镀液中沉淀出来，从而导致银镀层的厚度下降。因此，从控制银镀层厚度及节约原材料的角度出发，选择葡萄糖的质量浓度为 30 g/L 为宜。

#### 3.2 物相分析

尼龙 6 的晶型主要包括 α 晶型和 γ 晶型，两种晶型的相对含量与材料的合成方法、掺杂（共混）情况

及后期热处理工艺等多方面因素有关。图 5 为尼龙 6/ 银复合材料的 XRD 图谱, 所选样品施镀工艺为: 水浴温度 40 ℃, 葡萄糖质量浓度 30 g/L, 硝酸银质量浓度 20 g/L, 施镀时间 5 min。

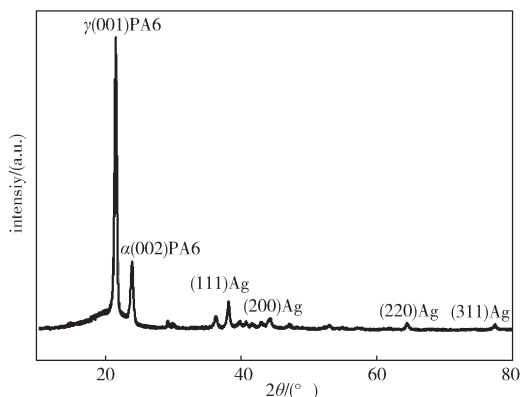


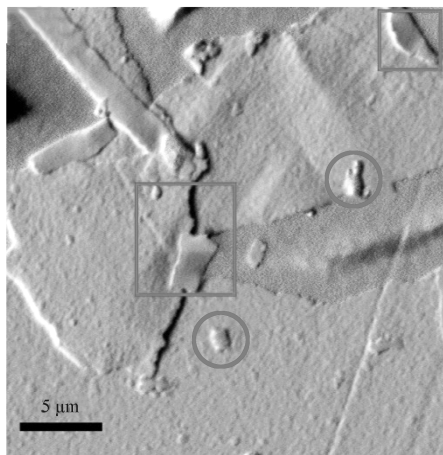
图 5 尼龙 / 银复合材料 XRD 图谱

Fig. 5 XRD spectra of nylon/silver composites

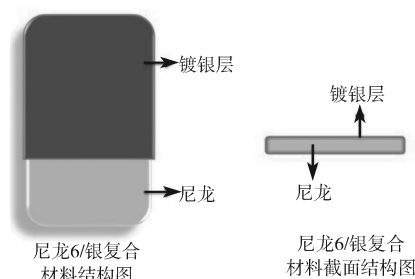
由图 5 可以看出, 本研究选用尼龙 6 的结晶主要有归属于 (001) 晶面的  $\gamma$  晶型及归属于 (002) 晶面的  $\alpha$  晶型, 两个衍射峰的位置分别为 21.532° 及 23.910°, 这与 Y. Katoh、Zhao Z. D.、Huang Z. L. 等<sup>[14-17]</sup>的研究结果一致。位于 38.200°、44.400°、64.600° 和 77.597° 的衍射峰分别为银镀层银单质的 (111) 晶面、(200) 晶面、(220) 晶面及 (311) 晶面, 由此看出, 银镀层的结晶性较好, 有利于提高尼龙 6/ 银复合材料的导电性及电磁屏蔽性能。

### 3.3 形貌分析

图 6 为尼龙 6/ 银复合材料的 SEM 照片及其结构示意图, 所选样品的施镀工艺为: 水浴温度 40 ℃, 葡萄糖质量浓度 30 g/L, 硝酸银质量浓度 20 g/L, 施镀时间 5 min。



a) SEM 图



b) 结构图

图 6 尼龙 6/ 银复合材料的 SEM 图及结构图

Fig. 6 SEM photo and structure diagram of nylon/silver composites

由图 6 可以看出, 尼龙 6 表面几乎被银镀层完全覆盖。但整个银镀层仍有许多缺陷, 如银镀层不够光滑, 有许多凹凸点 (圆圈部分), 有很多细小的刮痕, 局部银镀层有翘曲现象, 致使银镀层从尼龙基体剥离出来 (方框部分)。这些缺陷存在的原因可能是施镀工艺不够理想, 导致镀银层和尼龙 6 基体结合力不够, 银镀层容易剥离。在施镀过程中, 尼龙 6 片材上的银镀层会与高速旋转的磁转子不断摩擦, 使部分银镀层脱落下来, 并在片材表面留下划痕 (如图 6a 的中部偏右有一条明显的凹槽), 施镀时间越长, 银镀层表面损坏得越严重, 这也加速了银镀层缺陷的产生。后续工作将继续优化实验方案来改善银镀层表面的质量, 并提高银镀层与基体材料之间的界面结合力。

## 4 结语

本研究基于化学镀银法, 利用无毒、环保的葡萄糖溶液代替传统化学镀中最常用的甲醛溶液作为还原剂, 实现了尼龙 6/ 银复合材料的快速无毒制备。银镀层较为完整地覆盖整个尼龙基材表面, 且镀银层的厚度随着施镀温度、施镀时间、硝酸银浓度、葡萄糖浓度的增加整体呈现先增大后减小的趋势。过高的反应温度及葡萄糖浓度, 会使反应速率过快, 致使银粒子来不及在基体表面沉积就直接从镀液中沉淀出来, 引起镀银层厚度的下降; 施镀时间过长时, 尼龙基体表面的银镀层会与烧杯中的磁转子不断摩擦, 致使银镀层表面出现很多划痕, 从而导致银镀层质量的下降; 此外, 过高的主盐浓度也会引起银镀层厚度的下降, 这是因为银离子质量浓度过高时, 镀液中的银氨络合物会发生自分解, 溶液的稳定性变差。因此, 可根据实验需求, 通过调整施镀温度、施镀时间、主盐浓度及还原剂浓度等施镀工艺参数,

实现银镀层厚度的有效调控。

# 参考文献:

- [1] 孙彩虹, 毕静利, 张艳君, 等. 尼龙 6 物理改性技术研究进展 [J]. 山东化工, 2018, 47(11): 55-56.  
SUN Caihong, BI Jingli, ZHANG Yanjun, et al. Research Progress on Physical Modification Technology of Nylon 6[J]. Shandong Chemical Industry, 2018, 47(11): 55-56.
- [2] 杨冬, 黄朱才, 袁李明, 等. 耐高温尼龙材料的研究进展 [J]. 广州化工, 2019, 47(2): 31-33, 77.  
YANG Dong, HUANG Zhucui, YUAN Liming, et al. Research Progress on High Temperature Resistance Nylon[J]. Guangzhou Chemical Industry, 2019, 47(2): 31-33, 77.
- [3] 应莹, 顾莉琴, 肖茹, 等. 抗菌尼龙 6 纤维的制备及其性能的研究 [J]. 合成纤维, 2009, 38(2): 26-29.  
YING Ying, GU Liqin, XIAO Ru, et al. Study on Preparation and Properties of the Antibacterial Nylon 6 Fiber[J]. Synthetic Fiber in China, 2009, 38(2): 26-29.
- [4] 张浴晖, 郑广泽, 刘明福. 制备尼龙-6 镀银纤维的实验研究 [J]. 实验技术与管理, 2009, 26(10): 35-38.  
ZHANG Yuhui, ZHENG Guangze, LIU Mingfu. The Experiment Research on Chemical Silver Plating on Nylon-6 Fiber[J]. Experimental Technology and Management, 2009, 26(10): 35-38.
- [5] PANT B, PANT H R, PANDEYA D R, et al. Characterization and Antibacterial Properties of Ag NPs Loaded Nylon-6 Nanocomposite Prepared by One-Step Electrospinning Process[J]. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2012, 395: 94-99.
- [6] MIHUT D M, LOZANO K, FOLTZ H. Fabrication and Characterization of Silver- and Copper-Coated Nylon 6 Forcspun Nanofibers by Thermal Evaporation[J]. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 2014, 32(6): 061401.
- [7] XU Z, MAHALINGAM S, ROHN J L, et al. Physio-Chemical and Antibacterial Characteristics of Pressure Spun Nylon Nanofibres Embedded with Functional Silver Nanoparticles[J]. Materials Science and Engineering: C, 2015, 56: 195-204.
- [8] ZILLE A, FERNANDES M M, FRANCESKO A, et al. Size and Aging Effects on Antimicrobial Efficiency of Silver Nanoparticles Coated on Polyamide Fabrics Activated by Atmospheric DBD Plasma[J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2015, 7(25): 13731-13744.
- [9] 王政, 赵炯心. 化学镀银导电聚氨酯纤维的制备 [J]. 合成技术及应用, 2006, 21(3): 35-39.  
WANG Zheng, ZHAO Jiongxin. The Study of Chemical Silver Plating on Polyurethane Fiber[J]. Synthetic Technology & Application, 2006, 21(3): 35-39.
- [10] 王宇, 张骁勇, 毛丽, 等. 空心玻璃微珠化学镀银的研究 [J]. 材料科学与工程学报, 2004, 22(5): 753-756.  
WANG Yu, ZHANG Xiaoyong, MAO Li, et al. Studies of Electroless Silver Plating on Cenospheres[J]. Journal of Materials Science and Engineering, 2004, 22(5): 753-756.
- [11] 林梦梦, 王云仪. 镀银纤维制备工艺及其织物性能的研究进展 [J]. 产业用纺织品, 2014, 32(7): 1-4.  
LIN Mengmeng, WANG Yunyi. Progress of Studies on Preparation of Silver-Plated Fibers and Properties of Fabric of Silver-Plated Fibers[J]. Technical Textiles, 2014, 32(7): 1-4.
- [12] 何绪苗. 纤维化学镀银工艺中环保型还原剂及其镀银液体体系的研究 [D]. 杭州: 浙江理工大学, 2016.  
HE Xumiao. Studies on Chemical Silver Plating Process on Fiber Surface Using an Environment Friendly Reducing Agent and the Optimization of Process Condition[D]. Hangzhou: Zhejiang Sci-Tech University, 2016.
- [13] 侯伟, 潘功配, 关华, 等. 碳纤维表面化学镀银工艺研究 [J]. 材料保护, 2007, 40(12): 45-47, 92.  
HOU Wei, PAN Gongpei, GUAN Hua, et al. Electroless Silver Plating on Surface of Carbon Fiber[J]. Materials Protection, 2007, 40(12): 45-47, 92.
- [14] KATOH Y, OKAMOTO M. Crystallization Controlled by Layered Silicates in Nylon 6-Clay Nano-Composite[J]. Polymer, 2009, 50(19): 4718-4726.
- [15] ZHAO Z D, YU W X, LIU Y H, et al. Isothermal Crystallization Behaviors of Nylon-6 and Nylon-6/Montmorillonite Nanocomposite[J]. Materials Letters, 2004, 58(5): 802-806.
- [16] ZHAO Z D, ZHENG W T, TIAN H W, et al. Crystallization Behaviors of Secondarily Quenched Nylon 6[J]. Materials Letters, 2007, 61(3): 925-928.
- [17] HUANG Z L, YIN Q J, WANG Q W, et al. Mechanical Properties and Crystallization Behavior of Three Kinds of Straws/Nylon 6 Composites[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2017, 103: 663-668.

(责任编辑: 李玉华)

## Preparation of Nylon 6/Ag Composites Based on Electroless Silver Plating Method

CAO Pengfei<sup>1</sup>, LIU Shaomin<sup>1</sup>, XIA Yong<sup>1</sup>, LING Jingwei<sup>2</sup>, SUN Aokui<sup>1</sup>

( 1. College of Packaging and Materials Engineering, Hunan University of Technology, Zhuzhou Hunan 412007, China;

2. College of Chemistry and Chemical Engineering, Hunan Normal University, Changsha 410081, China )

**Abstract:** In order to enhance the interface bonding strength between nylon substrate and silver coating, mechanical polishing was introduced into the traditional electroless plating process, and non-toxic and environmentally friendly glucose solution was used as reducing agent to replace formaldehyde, which was most commonly used in electroless plating. After the rapid preparation of nylon 6/Ag composites, X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM) were employed to investigate the composite phases and microstructure respectively. Moreover, effects of plating temperature, plating time, concentrations of silver nitrate solution (main salt) and glucose solution (reducing agent) on thickness of silver coating were studied. The results showed that the thickness of the silver plating layer increased firstly and then decreased with the increase of silver nitrate concentration, glucose concentration, plating time and plating temperature. Overly high plating temperature, silver nitrate concentration and glucose concentration would expedite the reduction reaction rate in the plating solution, which led to the decrease in the thickness of the silver plating layer as the silver ion concentration in the plating solution would self-decompose and the stability of the solution would deteriorate. Plenty of scratches would appear on the surface of plating layer when the plating time was overlong, leading to quality reduction in the plating layer. By optimizing the experimental parameters, nylon 6/Ag composites with tunable coating thickness were obtained.

**Keywords:** Nylon 6; electroless silver plating; process parameter; phase; morphology