樹脂粉体の金属被覆における高速気流中衝撃処理の効果

中山 鶴雄*, 山崎 典宗*

Effect of Impact Treatment under High Speed Flow on Metallic Coating of Resin Powder

Tsuruo NAKAYAMA* and Yoshinori YAMAZAKI*

Key Words . Resin Powder, Metallic Coating, Pretreatment, High Speed Impact

1. 緒 言

各種粉体への無電解めっきによる金属被覆に関しては、特に無機粉体を中心に多くの報告があるが、樹脂粉体に関する報告は少ない。樹脂粉体の金属被覆では、樹脂表面エッチングなどの親水化と、Pdなどの触媒付与が必要であり、樹脂材質によってはめっきできない場合もある。また、工程的にも非常に煩雑にならざるを得ないのが現状である。

他方、ミクロンオーダーの微粒子に関する表面改質法としては、乾式混合法を利用した粉体/粉体系による方法¹⁾があり、各種改質装置も開発されている。これら粉体/粉体系による表面改質法は、各種溶剤を必要とせず、短時間で大量に処理できることにある。

本研究では、無電解めっき前処理として、粉体/粉体系改質法²⁾の高速気流中衝撃法³⁾を用い、樹脂表面をシリカ微粒子で改質することを試みた。その結果、めっき液に対し改質粉体の分散性は向上した。また、無電解めっきで安定に金属被覆できることが確認された。以下その内容について報告する。

2. 実験方法

樹脂粉体は、粒子径 $5\ \mu\text{m}$ の球状ナイロン12（東レ（株）製）を用い、無機粉体は、平均粒子径 $0.3\ \mu\text{m}$ の球状シリカ（シリカラボラトリー社製）を用いた。また、X線マイクロアナライザーによる面分析用として、粒子径 $38.0\ \mu\text{m}$ の球状ナイロン6（（株）メタルカラー社製）と粒子径 $180\ \mu\text{m}$ の球状ポリエチレン（住友精化（株）製）を用い、無機粉体は平均粒子径 $0.6\ \mu\text{m}$ の球状シリカ（三菱化成（株）製）を用いた。高速気流中衝撃処理は、（株）奈良機械製作所製ハイブリダイゼーションシステム（1型）³⁾を用い実施した。条件は、回転数 8000rpm 、処理時間5分で実施した。樹脂粉体と無機粉体の混合比は式(1)⁴⁾で算出した。芯および壁材の密度を ρ_c 、 ρ_w 、とする

と重量混合比 mw/mc は、

$$mw/mc = \pi \cdot \alpha \cdot \beta \cdot (1 + \alpha) \cdots \cdots (1)$$

ここで、 $\alpha = DW/DC$ 、 $\beta = \rho_w/\rho_c$ である。なお、 DW は樹脂粉体の直径、 DC は無機粉体の直径である。

改質樹脂粉体の無電解めっき処理は、Pd-Sn法によりPd触媒を担持させ、無電解ニッケルめっきにより処理を行った。センシタイザーは、 $0.066\text{mol/L SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 0.095mol/L HCl の水溶液に改質粉体を 30°C 、10分間分散し行い、アクチベーションは、 $0.0022\text{mol/L PdCl}_2$ 、 0.048mol/L HCl の水溶液に室温、10分間浸せきし行った。無電解ニッケルめっき液は市販品（日本カニゼン（株）ブルーシューマー）を用い、pHは硫酸で調整した。めっき液への改質粉体の投入は、予め少量のイオン交換水に分散し、めっき液が所定の温度に達した後投入した。めっき処理温度は 70°C で、スターラーでかく拌しながら実施した。

改質粉体への金属析出量は、細管式等速電気泳動分析装置、（IP-3 AD、（株）島津製作所製）を用い、めっき液の処理前後の金属量を定量し求めた。めっき表面の観察は走査型電子顕微鏡（JSM-T100、日本電子（株）製）、およびX線マイクロアナライザー（SED-800、第二精工舎（株）製）で行った。また粉体の分散性は、レーザ回折式粒度分布測定装置（SALD-2000、（株）島津製作所製）を用い測定した。

3. 実験結果と考察

3. 1 樹脂粉体のシリカによる改質

図1(a)は、 $5\ \mu\text{m}$ の球状ナイロン12を $0.6\ \mu\text{m}$ シリカで改質した球状ナイロン12の走査型電子顕微鏡写真である。樹脂表面はシリカ微粒子で均一被覆されていることが確認された。このシリカ改質樹脂粉体のめっき液に対するぬれ性は、改質粉体を圧縮法でペレットを作製し、液滴で評価した結果、速やかに液滴が浸透することから、良好であることが確認された。図2は $0.3\ \mu\text{m}$ のシリカ改質球状ナイロン12のめっき液中での分散状態を粒度分布図に示したものである。分散は $6.02\ \mu\text{m}$ を最大として正規分布しており、処理前の球状ナイロン12

* ぺんてる（株）（〒340 埼玉県草加市吉野4-1-8）
Pentel Co., Ltd. (1-8, Yoshicho 4-chome, Soka-shi,
Saitama 340)

Fig. 1 SEM photographs of nylon 12 powder coated by SiO_2 .
(a) $0.6\ \mu\text{m}\ \text{SiO}_2$ (b) $0.3\ \mu\text{m}\ \text{SiO}_2$

Fig. 2 A Distribution map of dispersed nylon 12 powder coated by SiO_2 .

単体の分布とほぼ同じであることから、良分散性が確認できた。また、図2から分かるように $1.39\ \mu\text{m}$ を中心とした若干の分布も確認されているが、これは少量の改質に寄与しないシリカ微粒子の凝集体と考えられる。以上の結果より、無電解めっきにより金属を被覆する場合、分散性が優れているため、めっきによる凝集が避けられ、均一性のよい金属被覆が可能になるといえる。

3. 2 無電解めっきによる金属被覆

無電解ニッケルめっき液は酸性タイプを用い、急激な金属析出を避けるため、pHを4.0に調整し用いた。図3は種々のニッケル析出量における改質粉体表面の走査型電子顕微鏡写真である。ニッケル析出初期(a)では、粉体表面はシリカ粒子の形状の影響を受けて粒状の表面を呈している。析出量の増加(b), (c)に従い、固定状態シリカ形状に沿って、めっき皮膜が成長していることが確認できた。また、ニッケル析出量が改質粉体1gに対して、 2.99g (d)以上から凝集していることがわかった。図4(a)には $38\ \mu\text{m}$ の球状ナイロン6を $0.6\ \mu\text{m}$ のシリカで改質後、および(b)には $180\ \mu\text{m}$ の球状ポリエチレンを $0.6\ \mu\text{m}$ のシリカで改質後、それぞれ無電解Niめっきにより被覆した粉体のXMAによるNi面分析像を示した。改質粉体形状に沿ってニッケルが均一に分布していることが確認できる。

以上の実験結果より、金属析出は樹脂表面のシリカ粒子を核に析出し、析出量の増加に伴い、樹脂粉体の表面に広がり全体を被覆すると考えられる。

Fig. 3 SEM photographs of nylon 12 powder coated by various amount electroless Ni-P alloy plating.

Fig. 4 XMA mapping of Ni of nylon 6 (a) and polyethylene (b) powder coated by electroless Ni-P alloy plating.

4. 結 言

樹脂粉体の無電解めっきによる金属被覆に関し、その前処理として、高速気流中衝撃法を適用し、以下の結果を得た。

- (1) 高速気流中衝撃法で表面改質した樹脂粉体は、分散性に優れ、無電解めっきで容易に金属被覆できることから、同法は、樹脂粉体のめっき前処理として有効利用できる。
- (2) エッチングなどの処理が不要となり、処理工程の短縮が可能となる。また、各種樹脂粉体への金属被覆が可能となる。
- (3) 改質に用いる粉体の形状、大きさを変えることにより、樹脂粉体表面の形態の制御が可能である。

終わりに、この研究を行うにあたり、東京理科大学基礎工学部、小石眞純博士の助言を得ました。ここに記して感謝します。
(1992-10-21 受理)

文 献

- 1) 小石眞純編著；微粒子設計，p.148 (工業調査会，1987)
- 2) 小石眞純；表面，25，1 (1987)
- 3) 小野憲次；化学装置，29，19 (1987)
- 4) 今井達裕，川瀬 進；材料技術，7，223 (1989)