

PENGGUNAAN NATRIUM GLUKONAT SEBAGAI AGEN
PENGKOMPLEKS DALAM PROSES PENYADURAN
TANPA ELEKTRIK KUPRUM

Oleh

HASLIZAIDI ZAKARIA

Tesis yang diserahkan untuk
memenuhi keperluan bagi
Ijazah Sarjana Sains

Disember 1996

MIKROFIS
4547

PENGHARGAAN

Alhamdulillah, akhirnya kajian ini selesai juga dengan segala kekurangan dan kelebihannya. Kajian ini tidak mungkin akan terlaksana tanpa sokongan dan tunjuk ajar yang diberikan oleh penyelia saya iaitu Profesor Madya Dr. Zainal Abidin Ahmad. Selama masa penyeliaan yang panjang beliau telah banyak meluangkan masa untuk berbincang dan menyelesaikan segala permasalahan yang dihadapi oleh saya. Pada kesempatan ini saya ingin merakamkan setinggi-tinggi penghargaan dan ucapan terima kasih kepada Profesor Madya Dr. Zainal Abidin Ahmad.

Sokongan moral yang diberikan oleh bapa, Zakaria Abu Bakar dan ibu, Wan Munah Ramly telah banyak memberi semangat kepada saya untuk menyelesaikan kajian ini. Tidak lupa juga ucapan terima kasih ditujukan kepada Universiti Sains Malaysia kerana telah memberi biasiswa selama dua tahun di bawah skim Siswazah Pembantu, Syarikat Topla Engineering (M) Sdn. Bhd. yang telah menyumbangkan plastik ABS dan juga semua kakitangan pusat Pengajian Sains Kimia serta rakan-rakan seperjuangan.

Perkenankan saya mengakhiri penghargaan ini dengan mengutip sebuah pepatah Melayu yang sangat dalam maknanya. " Hutang emas boleh dibayar, hutang budi dibawa mati". Semoga Allah memberi balasan yang setimpal dengan amal yang kita kerjakan.

JADUAL KANDUNGAN

	Muka Surat
PENGHARGAAN	II
JADUAL KANDUNGAN	III
SENARAI RAJAH	VII
SENARAI JADUAL	XI
SENARAI LAMPIRAN	XII
SENARAI KATA SINGKATAN	XIV
ABSTRAK	XV
ABSTRACT	XVII
BAB 1: PENGENALAN	
1.1 Pengenalan	1
1.2 Sejarah ringkas penyaduran tanpa elektrik	2
1.3 Ciri-ciri penyaduran tanpa elektrik	5
1.4 Kebaikan dan kegunaan penyaduran tanpa elektrik ke atas plastik	6
1.5 Jenis-jenis plastik yang boleh disadurkan	7
1.5.1 Polipropilena	7
1.5.2 Polivinil klorida (PVC)	8
1.5.3 Akrilonitril butadiena stirena (ABS)	9
1.5.4 Beberapa plastik lain	12
1.6 Proses-proses penyaduran tanpa elektrik kuprum	13
1.6.1 Pencucian	15

1.6.2	Punaran	15
1.6.3	Peneutralan	18
1.6.4	Pemangkinan	19
1.6.5	Pencepat	21
1.6.6	Penyaduran tanpa elektrik kuprum	23
1.7	Agen pengkompleks	25
1.8	Asid etilena diamina tetraasetik (EDTA)	27
1.8.1	Tindakbalas dan sifat-sifat EDTA	27
1.9	Tartrat	29
1.10	Penggunaan natrium glukonat dalam industri	32
1.11	Kompleks kuprum glukonat	33
1.12	Objektif kajian	35

BAB 2 : EKSPERIMEN

2.1	Penyediaan plastik	36
2.2	Pencucian	36
2.3	Penyediaan larutan punaran	36
2.4	Penyediaan larutan peneutralan	37
2.5	Penyediaan larutan pemangkinan	37
2.6	Penyediaan larutan pencepat	37
2.7	Penyediaan larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum	38
2.8	Kaedah-kaedah analisa	40
2.8.1	Analisis kandungan kuprum	40
2.8.2	Kaedah analisa formaldehida dan natrium hidroksida	42

2.9	Pelucutan logam kuprum daripada plat ABS	43
2.10	Langkah-langkah penyaduran tanpa elektrik kuprum	44
2.11	Eksperimen yang dilakukan ke atas larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum	45
2.11.1	Penyaduran oleh larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum	45
2.11.2	Penyaduran pada pH yang berbeza	45
2.11.3	Penyaduran dengan masa rendaman dalam larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum berbeza	46
2.11.4	Penyaduran pada suhu berlainan	46
2.11.5	Pengujian kekerasan permukaan logam kuprum	47
2.11.6	Analisa permukaan plat ABS tersadur logam kuprum	47

BAB 3 : KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

3.1	Keputusan dan perbincangan	48
3.2	Analisa komponen-komponen aktif larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum	49
3.3	Penyaduran pada pH yang berbeza	66
3.4	Analisa kadar penyaduran dengan masa rendaman berbeza dalam larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum	70
3.5	Penyaduran pada suhu berlainan	73
3.6	Morfologi permukaan	77
3.7	Sifat fizikal-kekerasan permukaan	89

BAB 4 : KESIMPULAN DAN CADANGAN

4.1	Kesimpulan	91
-----	------------	----

4.2	Cadangan	92
	RUJUKAN	93
	LAMPIRAN	98

SENARAI RAJAH

1.1	Struktur polipropilena	7
1.2	Struktur PVC	8
1.3	Struktur terpolimer ABS	10
1.4	Proses penyaduran tanpa elektrik kuprum	14
1.5	Penjerapan ion stanum dan paladium ke atas permukaan ABS	21
1.6	Struktur kompleks kuprum-EDTA	28
3.1	Kepekatan ion kuprum (II) dalam larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari pertama melawan masa	58
3.2	Kepekatan ion kuprum (II) dalam larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari kedua melawan masa	58
3.3	Kepekatan ion kuprum (II) dalam larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari ketiga melawan masa	59
3.4	Kepekatan ion kuprum (II) dalam larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari keempat melawan masa	59
3.5	Kepekatan formaldehida dalam larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari pertama melawan masa	60
3.6	Kepekatan formaldehida dalam larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari kedua melawan masa	60
3.7	Kepekatan formaldehida dalam larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari ketiga melawan masa	61
3.8	Kepekatan formaldehida dalam larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari keempat melawan masa	61
3.9	Kepekatan natrium hidroksida larutan penyaduran tanpa elektrik	

	kuprum pada hari pertama melawan masa	62
3.10	Kepekatan natrium hidroksida larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari kedua melawan masa	62
3.11	Kepekatan natrium hidroksida larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari ketiga melawan masa	63
3.12	Kepekatan natrium hidroksida larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari keempat melawan masa	63
3.13	pH larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari pertama melawan masa	64
3.14	pH larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari kedua melawan masa	64
3.15	pH larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari ketiga melawan masa	65
3.16	pH larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada hari keempat melawan masa	65
3.17	Berat logam kuprum yang terlekat di atas plat ABS pada pH yang berbeza bagi komposisi larutan glukonat	69
3.18	Berat logam kuprum yang terlekat di atas permukaan plat ABS melawan masa	72
3.19	Kepekatan ion kuprum (II) dalam larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada suhu berbeza melawan masa	75
3.20	Kepekatan formaldehid dalam larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada suhu berbeza melawan masa	75
3.21	Kepekatan natrium hidroksida dalam larutan penyaduran tanpa	

elektrik kuprum pada suhu berbeza melawan masa	76
3.22 pH larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum pada suhu berbeza melawan masa	76
3.23 Analisa EDS bagi komposisi tartrat	79
3.24 Analisa EDS bagi komposisi glukonat	80
3.25 Analisa EDS bagi komposisi EDTA (SPOT1) pada hari pertama	81
3.26 Analisa EDS bagi komposisi EDTA (SPOT 2) pada hari pertama	82
3.27 Analisa EDS bagi komposisi EDTA pada hari kedua	83
3.28 Gambarfoto SEM permukaan lapisan kuprum bagi komposisi glukonat (Pembesaran 5000 kali)	84
3.29 Gambarfoto SEM permukaan lapisan kuprum bagi komposisi tartrat (Pembesaran 5000 kali)	84
3.30 Gambarfoto SEM permukaan lapisan kuprum bagi komposisi EDTA - hari pertama (Pembesaran 10000 kali)	85
3.31 Gambarfoto SEM permukaan lapisan kuprum bagi komposisi EDTA - hari kedua (Pembesaran 5000 kali)	85
3.32 Gambarfoto menunjukkan hasil penyaduran menggunakan pengkompleks tartrat	86
3.33 Gambarfoto menunjukkan hasil penyaduran menggunakan pengkompleks EDTA	86
3.34 Gambarfoto menunjukkan hasil penyaduran menggunakan pengkompleks Glukonat	87
3.35 Gambarfoto menunjukkan hasil penyaduran komposisi larutan GLED11 pada hari pertama	87

3.36 Gambarfoto menunjukkan hasil penyaduran komposisi
larutan GLED11 pada hari ketiga

88

SENARAI JADUAL

1.1	Ciri-ciri plastik ABS	12
1.2	Agen pengkompleks dan agen penstabilan	26
3.1	Peraturan penceraian metilena glikol berasaskan fungsi pH	67
3.2	Kekerasan permukaan	90

SENARAI LAMPIRAN

A1	Analisa kepekatan ion kuprum (II) dalam larutan-hari pertama	98
A2	Analisa kepekatan ion kuprum (II) dalam larutan-hari kedua	98
A3	Analisa kepekatan ion kuprum (II) dalam larutan-hari ketiga	99
A4	Analisa kepekatan ion kuprum (II) dalam larutan-hari keempat	99
A5	Analisa kepekatan formaldehida dalam larutan-hari pertama	99
A6	Analisa kepekatan formaldehida dalam larutan-hari kedua	100
A7	Analisa kepekatan formaldehida dalam larutan-hari ketiga	100
A8	Analisa kepekatan formaldehida dalam larutan-hari keempat	100
A9	Analisa kepekatan natrium hidroksida dalam larutan-hari pertama	101
A10	Analisa kepekatan natrium hidroksida dalam larutan-hari kedua	101
A11	Analisa kepekatan natrium hidroksida dalam larutan-hari ketiga	101
A12	Analisa kepekatan natrium hidroksida dalam larutan-hari keempat	102
A13	Analisa pH larutan-hari pertama	102
A14	Analisa pH larutan-hari kedua	102
A15	Analisa pH larutan-hari ketiga	103
A16	Analisa pH larutan-hari keempat	103
A17	Berat logam kuprum yang terlekat di atas plat ABS pada pH yang berbeza	104
A18	Berat logam kuprum yang terlekat di atas permukaan ABS terhadap masa	105
A19	Kepekatan ion kuprum (II) dalam larutan	105
A20	Kepekatan formaldehida dalam larutan	106
A21	Kepekatan natrium hidroksida dalam larutan	106

SENARAI KATA SINGKATAN

ABS	Akrilonitril butadiena stirena
EDTA	asid etilena diamina tetraasetik
PVC	Poli vinil klorida
EDS	Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer
SEM	Scanning Electron Microscope
AAS	Spektroskopi penyerapan atom
TEM	Transmission Electron Microscopy

ABSTRAK

Kajian tentang penggunaan natrium glukonat sebagai agen pengkompleks dalam larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum bagi pelapisan kuprum ke atas plastik akrilonitril butadiena stirena (ABS) telah dijalankan. Pengkompleks asid etilena diamina tetraasetik (EDTA) dan natrium kalium tartrat telah digunakan sebagai perbandingan terhadap glukonat. Kajian beberapa gabungan glukonat-EDTA dengan nisbah kompleks glukonat-EDTA 1:1, 1:2 dan 2:1 juga dilakukan untuk mengetahui kesannya terhadap kestabilan, pH, kadar pelapisan, suhu dan kepekatan komponen aktif.

Didapati penggunaan pengkompleks glukonat-EDTA (1:1) [komposisi larutan terdiri daripada kuprum sulfat 5-hidrat sebanyak 8.0 g/L, natrium glukonat sebanyak 3.5 g/L, EDTA sebanyak 6.0 g/L, formaldehida (37 %) sebanyak 90.0 ml/L dan natrium hidroksida sebanyak 10.0 g/L] adalah lebih stabil berbanding dengan larutan yang hanya mengandungi pengkompleks glukonat sahaja [komposisi larutannya terdiri daripada kuprum sulfat 5-hidrat sebanyak 8.0 g/L, natrium glukonat sebanyak 7.0 g/L, formaldehida (37 %) sebanyak 90.0 ml/L dan natrium hidroksida sebanyak 10.0 g/L]. Larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum yang menggunakan pengkompleks tartrat paling tidak stabil. Keadaan operasi yang optimum bagi pengkompleks glukonat ialah pH antara 12.4-12.6 dan pada suhu bilik. Kadar pelapisan bagi larutan menggunakan pengkompleks glukonat adalah paling perlahan manakala kadar pelapisan bagi pengkompleks EDTA yang paling cepat.

Daripada analisa melalui kaedah EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer) menunjukkan logam kuprum yang terlekat pada permukaan ABS bagi larutan yang mengandungi kompleks kuprum-EDTA lebih banyak (iaitu peratusan berat 93.48-56.93) berbanding dengan kompleks kuprum-tartrat (peratusan berat 48.11) dan kompleks kuprum-glukonat (peratusan berat 30.30). Warna pelapisan kuprum yang menggunakan pengkompleks glukonat dan tartrat berkilat, bagi pengkompleks EDTA pula warna pelapisan kuprum yang terhasil tidak berkilat. Kekerasan permukaan pelapisan logam kuprum menggunakan pengkompleks glukonat paling keras berbanding dengan lain-lain komposisi larutan.

THE USE OF SODIUM GLUCONATE AS A COMPLEXING AGENT IN ELECTROLESS COPPER PLATING PROCESS

ABSTRACT

Studies on the use of sodium gluconate as a complexing agent in electroless copper bath for plating on acrylonitrile butadiene styrene (ABS) had been carried out. Ethylene diamine tetraacetic acid (EDTA) and sodium potassium tartrate were used as complexing agents in comparison to gluconate. Studies on several gluconate-EDTA combination with the gluconate-EDTA ratio of 1:1, 1:2 and 2:1 were done to identify their effects on stability, pH, rate of deposition, temperature and concentration of active components.

It was found that the use of gluconate-EDTA (1:1) complex [the solution consists of 8.0 g/L copper (II) sulphate 5-hydrate, 3.5 g/L sodium gluconate, 6.0 g/L EDTA, 90.0 ml/L formaldehyde (37 %) and 10.0 g/L sodium hydroxide] was more stable compared to a solution that contained only gluconate complex [the solution consists of 8.0 g/L copper (II) sulphate 5-hydrate, 7.0 g/L sodium gluconate, 90.0 ml/L formaldehyde (37 %) and 10.0 g/L sodium hydroxide]. The electroless copper bath which used a tartrate complexation was the most unstable. The optimum operation conditions for the gluconate complex was between pH 12.4-12.6 and at room temperature. The rate of deposition for the solution using gluconate complex was the slowest while the rate of deposition for EDTA complex was the fastest.

From the EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer) analysis the amount of copper metal deposited on the surface of ABS for the solution which contained copper-EDTA complex was more (a percentage weight of between 93.48-56.93) than that deposited from the copper-tartrate complex (a percentage weight of 48.11) and the copper-gluconate complex (a percentage weight of 30.30). The colour of the copper deposited using gluconate and tartrate complexing agents was bright whereas for the EDTA complex the copper deposited was dull. The copper surface deposited using gluconate as a complexing agent was found to be the hardest compared to those deposited from other compositions.

BAB 1 : PENGENALAN

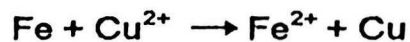
1.1 Pengenalan

Penyaduran tanpa elektrik ditakrifkan sebagai pembentukan filem logam ke atas permukaan bukan konduktor tanpa menggunakan arus elektrik. Untuk substrat bukan konduktor perlu terlebih dahulu ianya dijalankan beberapa proses rawatan awal. Larutan penyaduran tanpa elektrik mengandungi garam logam terlarut, agen penurunan, pengawal pH atau penimbal, agen pengkompleks dan sedikit bahan tambah.

Teori mengenai penyaduran tanpa elektrik adalah hampir sama dengan pengelektrosaduran. Kedua-dua kaedah menukarkan ion logam (contohnya Cu^{2+}) kepada bentuk logam. Yang membezakannya ialah pengelektrosaduran menggunakan sumber luar seperti bateri dan generator untuk membekalkan elektron sedangkan penyaduran tanpa elektrik menggunakan agen penurunan kimia dalam larutan untuk membekalkan elektron. Ini bermakna larutan penyaduran tanpa elektrik tidak stabil secara termodinamik kerana agen penurunan dan garam logam selalu wujud bersama dan bersedia untuk bertindakbalas.

Pengendapan penyaduran tanpa elektrik hendaklah dibezakan daripada pengendapan rendaman. Pengendapan rendaman terhasil oleh substrat logam yang melarut ke dalam larutan dan diganti oleh ion logam terturun daripada larutan. Sebagai contoh yang biasa bagi kes ini ialah apabila

besi direndamkan ke dalam larutan kuprum sulfat seperti ditunjukkan oleh persamaan di bawah;



Penyaduran tanpa elektrik lazimnya melibatkan kos yang tinggi kerana agen penurunan kimia lebih mahal daripada tenaga elektrik. Namun kajian penyaduran tanpa elektrik ini diteruskan kerana beberapa sebab di antaranya ialah penemuan beberapa jenis aloi yang dihasilkan melalui penyaduran tanpa elektrik seperti nikel fosforus mempunyai nilai komersial, perkembangan industri elektronik seperti litar bersepadu, penggunaan plastik yang semakin meluas dalam kehidupan harian dan endapan logam yang sekata pada permukaan bahan yang disadurkan.

1.2 Sejarah ringkas penyaduran tanpa elektrik

Penyaduran tanpa elektrik secara kasar boleh dibahagikan kepada dua era : sebelum 1960 dan selepas 1960. Ketika era sebelum 1960, semua bahagian dikapsulkan dan ketebalannya mencukupi untuk dilakukan pengelektrosaduran ke atasnya. Pelekatan yang terhasil secara ikatan mekanikal melalui kaedah pengkasaran permukaan termasuklah penggunaan kertas pasir, wap bagas atau punaran secara kimia (untuk kaca). Proses-proses penyadurannya pula dilakukan secara kerja tangan.

Penyaduran ke atas permukaan plastik selepas tahun 1960 mempunyai ciri-ciri pelekatan yang lebih baik dan pengkapsulan tidak diperlukan lagi. Pelekatan logam diperolehi melalui rumusan bahan kimia tertentu yang mampu menyediakan pelekatan secara mekanikal dan pengikatan kimia. Proses-proses penyaduran dilakukan secara automatik sepenuhnya.

Pada tahun 1835, Liebig¹ telah menemui kaedah penyaduran logam ke atas bahan bukan konduktor buat kali pertamanya yang melibatkan penurunan garam argentum melalui agen penurunan aldehyd. Kajian yang lebih mendalam telah dilakukan oleh Jacobi²⁰ pada tahun 1838, dan diikuti oleh Spencer Jordan dan Morray² pada tahun 1840. Pada tahun 1840, Elkington² telah berjaya melakukan pengelektrosaduran perak ke atas permukaan bukan konduktor dan ini telah mengesahkan bahawa bahan bukan konduktor boleh disaduri dengan logam².

Dalam tahun 1907, Chattaway² telah berjaya melapiskan logam kuprum ke atas kaca dengan menggunakan larutan yang mengandungi kuprum dan formaldehida. Sekitar tahun 1930 pula kajian-kajian yang dilakukan lebih tertumpu kepada kaedah penyaduran ke atas plastik. Perkembangan bidang ini agak perlahan sehingga Perang Dunia Kedua. Antara masalah utama yang dihadapi ialah bahan kimia yang diperlukan mestilah mempunyai ketulenan yang tinggi. Ini kerana permukaan yang hendak disaduri mengekalkan permukaan yang aktif automangkin.

Kebanyakan sebatian bertindak balas dengannya dan meracuni permukaan yang bermangkin tersebut walaupun sebatian hanya terdiri daripada sejumlah kecil logam surih. Bendasing juga boleh mendatangkan masalah yang sebaliknya iaitu keaktifan lampau. Bahan berkoloid dan zarah-zarah halus boleh menggalakkan tindakbalas automangkin tanpa kawalan. Faktor kos juga menyebabkan kurangnya minat untuk meneruskan kajian dalam bidang penyaduran tanpa elektrik. Secara bandingan, agen penurunan kimia adalah lebih mahal daripada tenaga elektrik.

Penyaduran tanpa elektrik moden bermula dalam tahun 1944 dengan penemuan hipofosfit yang boleh mengendapkan nikel^{5,6}. Untuk kali pertamanya hasil kajian ini dipatenkan sebagai larutan penyaduran tanpa elektrik nikel untuk kegunaan komersial. Sungguhpun larutan ini begitu berguna untuk tujuan pelapisan logam, namun tidak boleh digunakan ke atas kebanyakan plastik kerana suhu operasinya ialah 90-100 °C. Kaedah penyaduran nikel tanpa elektrik ke atas bahan bukan konduktor telah ditemui oleh Brenner dan Ridell⁴ pada tahun 1946. Larutan penyaduran tanpa elektrik nikel yang boleh digunakan ke atas plastik telah diperkenalkan pada tahun 1966⁷. Larutan ini boleh digunakan pada suhu bilik dan sangat stabil.

Larutan penyaduran tanpa elektrik bagi kuprum juga mengalami perkembangan yang pesat semenjak tahun 1960⁸. Penemuan kaedah penyaduran plastik akrilonitril butadiena stirena (ABS) oleh Lowenheim⁹ dan Saubestre¹⁰ pada tahun 1965 telah mewujudkan era baru dalam bidang ini.

Kemudiannya Enthone¹¹ telah menemui kaedah baru bagi proses punaran. Melalui kaedah ini plastik ABS direndamkan ke dalam larutan campuran yang mengandungi asid kromik dan asid sulfurik. Hasil penyaduran melalui kaedah ini mempunyai kadar endapan yang lebih tinggi.

Berikutan dengan penggunaan penyaduran tanpa elektrik yang semakin meluas samada untuk kegunaan hiasan atau kegunaan yang berteknologi tinggi seperti litar bersepadu, pengkajian lanjut perlu dilakukan bagi memperbaiki kualiti pelapisan logam tersebut.

1.3 Ciri-ciri penyaduran tanpa elektrik

Sesetengah penyaduran tanpa elektrik menghasilkan penggabungan unsur di antara logam yang diendapkan dengan agen penurunan (contohnya fosforus atau boron) memberikan ciri kimia yang unik, mekanikal dan ciri magnetik. Terdapat beberapa ciri hasil pelapisan logam secara penyaduran tanpa elektrik yang menyebabkan ianya mempunyai potensi penggunaan yang meluas di antaranya ialah ketebalan pelapisan yang sekata, menambahkan kekuatan dan ketahanan, mampu melitupi bahan bukan konduktor, pelapisan yang terhasil mempunyai ketelapan rendah dan tahan kakisan, mempunyai ciri-ciri magnetik, dapat bertindak sebagai bahan litupan asas, mampu memisahkan pembauran dan dapat mencegah gangguan magnetik (EMI).

1.4 Kebaikan dan kegunaan penyaduran tanpa elektrik ke atas plastik.

Ada beberapa faktor plastik digunakan sebagai bahan asas penyaduran tanpa elektrik. Bahan plastik dapat mengurangkan kos pengeluaran menjadi lebih murah berbanding dengan logam tulen. Harga plastik mentah yang murah telah menggalakkan pengusaha butang, tudung botol, barang kemas, pemegang cermin dan pemegang berus menyadurkan lapisan logam ke atasnya agar kelihatan lebih menarik.

Pada masa sekarang penjimatan berat adalah penting dalam pasaran barangan. Sebagai contohnya kenderaan bermotor, faktor utama penjimatan minyak boleh dicapai melalui pengurangan berat keseluruhan. Ianya boleh dicapai dengan menukarkan bahagian berlogam kepada plastik.

Tidak banyak bahan yang boleh dibuat dalam rekabentuk yang sukar. Komponen dengan bentuk geometri yang kompleks boleh dilakukan dalam satu proses tetapi jika dilakukan menggunakan logam ia memerlukan beberapa peringkat yang berasingan.

Plastik terutamanya termoplastik mempunyai ketahanan haba yang terhad. Oleh itu penyaduran logam perlu dilakukan. Ini adalah kerana lapisan logam berupaya menghilangkan haba dan mengubah suhu.

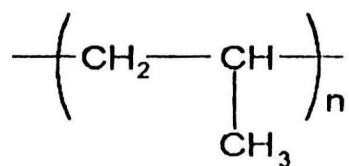
Oleh kerana permukaan logam adalah pembalik cahaya yang baik, ia amat berguna bagi tujuan perhiasan. Contohnya tembaga dan nikel disadurkan pada barangan bagi menghasilkan permukaan yang berkilat.

Sifat konduktor pada logam dan sifat penebat pada plastik merupakan suatu gabungan yang baik bagi kegunaan kejuruteraan. Contohnya litar bersepadu.

1.5 Jenis-jenis plastik yang boleh disadur

Plastik yang hendak digunakan mestilah dikenali sifat-sifatnya terlebih dahulu. Ini kerana plastik yang berbeza memerlukan kaedah rawatan awal yang berbeza sebelum penyaduran.

1.5.1) Polipropilena



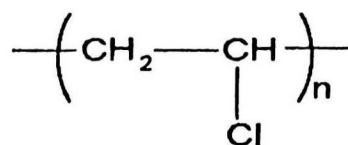
Rajah1.1: Struktur polipropilena

Polipropilena mempunyai ketumpatan¹² rendah iaitu 0.90 gcm^{-3} dan ia dikelaskan sebagai polimer yang mempunyai tahap pembakaran yang rendah kerana takat leburnya tinggi. Ia tahan kepanasan 135°C selama 1000 jam. polipropilena bebas daripada masalah retakan tegangan persekitaran kecuali

dalam larutan asid sulfurik pekat dan asid kromik akueus. Tidak ada pelarut yang memberi kesan ke atasnya pada suhu bilik, pelarut aromatik dan berklorin hanya memberi kesan pada suhu tinggi. Lapisan logam boleh terlekat lebih kurang 10 μm sebab kemulurannya tinggi pada suhu bilik dan kekuatan kupasannya juga tinggi.

Terdapat beberapa keburukan polipropilena di antaranya ialah ia mudah dipengaruhi oleh pengoksidaan. Kekuatan mulur berkurangan dengan kenaikan suhu yang amat tinggi berbanding dengan ABS. Dengan bertambahnya tekanan elastisiti modulus plastik boleh menyebabkan lapisan logam retak. Perbelanjaan yang tinggi untuk memproses walaupun harga bahan mentahnya murah. Jangka hayat yang lebih rendah jika didedahkan kepada persekitaran luar, misalnya warna menjadi pudar jika tidak distabilkan dengan antipengoksidaan.

1.5.2) Polivinil klorida (PVC)



Rajah 1.2 : Struktur PVC

PVC adalah lebih polar daripada polipropilena kerana adanya kutub C-Cl. Oleh itu pemalar dielektriknya lebih tinggi¹³. Kehadiran atom klorin menambahkan tarikan antara rantai dan ini menambahkan kekuatan polimer.

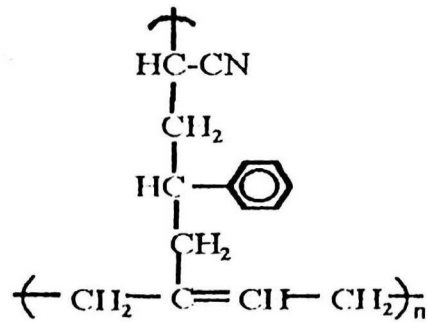
Oleh itu PVC tidak bertindakbalas dengan pelarut tidak polar. Ia tahan terhadap kebanyakan larutan akueus termasuk alkali dan asid logam cair tetapi kestabilan terma adalah terhad.

PVC tidak tahan pada suhu tinggi ketika diproses dan daya perekatannya rendah. Oleh kerana PVC mengandungi klorin, resin PVC adalah mudah terbakar. Apabila dibakar ia mengeluarkan bau dan asap. PVC tidak tahan terhadap serangan fungus terutama sekali di kawasan tropika.

1.5.3) Akrilonitril butadiena stirena (ABS)

Sungguhpun kebanyakan plastik boleh dilapisi logam, resin ABS boleh menyediakan tahap pelekatan di antara logam tersadur dengan plastik yang terbaik dan paling meluas penggunaannya pada masa sekarang. Penggunaan gentian kaca yang dikuatkan lagi dengan ABS juga membolehkan penyaduran ke atas struktur keras, komponen-komponen ringan dan barang perhiasan.

Pemilihan jenis plastik yang sesuai adalah berasaskan tahap pelekatan di antara logam tersadur dengan permukaan plastik. Plat tersadur logam dikupaskan pada kadar 1 inci per minit dengan sudut tarikan 90° daripada permukaan plastik. Dalam kebanyakan kes kekuatan kupasan yang diperlukan adalah 5 lb/in dan bahan tersebut sesuai untuk digunakan sebagai bahan asas penyaduran. Plastik ABS mempunyai daya pelekatan lebih dari 5 lb/in.¹⁴



Rajah 1.3 : Struktur terpolimer ABS

Ciri-ciri fizikal polimer graf ABS atau ABS terpolimer mempunyai beberapa kelebihan berbanding dengan campuran polimer ABS³ antaranya ialah pemprosesan yang lebih baik, kilauan permukaan yang lebih baik, keelastikan yang lebih baik pada suhu di bawah 0°C, kestabilan terma bertambah, ketegaran yang baik dan kekerasan permukaan yang baik.

Struktur polimer graf ABS boleh dikenalpasti melalui berbagai parameter. Sebagai contoh ciri fasa berterusan (kopolimer stirena akrilonitril) bergantung kepada nisbah stirena, akrilonitril dan berat molekul. Ciri-ciri polimer graf ABS dipengaruhi oleh jumlah butadiena, taburan, saiz zarah dan darjah graf.

Ciri-ciri istimewa plastik ABS

Plastik ABS paling banyak digunakan sebagai bahan asas pelapisan logam ke atas plastik bagi kegunaan komersial dan kejuruteraan kerana plastik ABS mempunyai beberapa ciri istimewa :

ABS mempunyai kekuatan hentaman, ketegaran dan ketahanan haba yang tinggi berbanding dengan plastik yang lain. Kekuatan regangan¹⁷ plastik ABS boleh mencapai sehingga 6.0 kg/mm^2 . Plastik ABS tidak mengalami sebarang perubahan ke atas bentuk asalnya pada julat suhu¹⁸ antara 74°C hingga 116°C .

Plastik ABS mempunyai daya ketahanan yang tinggi terhadap lembapan. Pengujian terhadap plastik ABS telah dilakukan dengan merendamkannya ke dalam air selama setahun. Hasil kajian¹⁸ menunjukkan kadar kelembapan yang diserap oleh ABS adalah kurang daripada 1%. Kebanyakan alkohol, pelarut organik, garam tak organik, alkali, dan beberapa jenis asid tidak memberi sebarang kesan ke atas plastik ABS¹⁸.

Beberapa lagi ciri plastik ABS ditunjukkan dalam jadual 1.1.

Jadual 1.1 : Ciri-ciri plastik ABS¹³

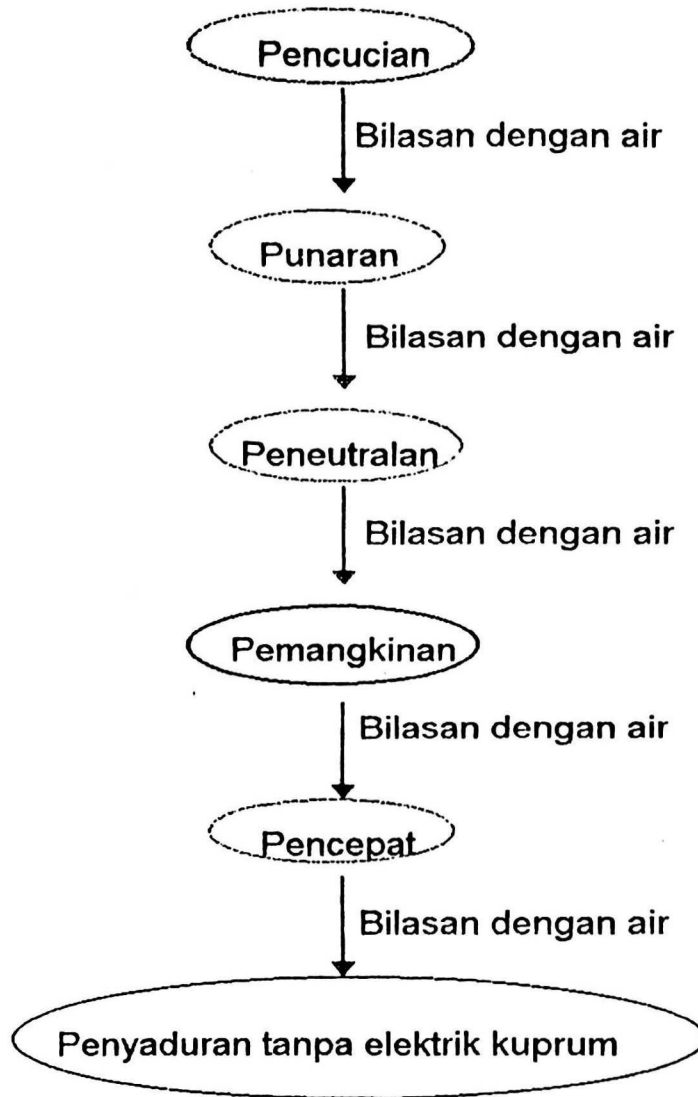
Akrilonitril-butadiena-stirena			
Ciri-ciri	Hentaman sederhana	Hentaman kuat	Ketahanan haba
Graviti spesifik, g/ml	1.05	1.03	1.05
Kekuatan tegangan,psi	7700	5000	7000
Modulus tegangan,psi	350000	240000	330000
Kekuatan hentaman,ft-lb	3.4	8.0	5.0
Pemanjangan, %	3.0	50.0	30.0

1.5.4) Beberapa plastik lain

Daripada masa ke semasa kajian sedang giat dilakukan ke atas plastik lain bagi tujuan penyaduran. Ini termasuklah polisulfon dan poli(fenilena oksida)⁹. Bagaimanapun pada masa ini bahan tersebut tidak begitu sesuai bagi kegunaan komersial.

1.6 Proses-proses penyaduran tanpa elektrik kuprum

Penyaduran tanpa elektrik bergantung kepada lima larutan kimia
recaam yang berasingan yang digunakan untuk pencucian, kekasaran
permukaan dan pemangkinan ke atas permukaan sebelum penyaduran boleh
dilakukan. Kesemua langkah ini membolehkan pelekatan logam secara sekata
di atas permukaan plastik. Rajah 1.4 menunjukkan ringkasan proses
penyaduran tanpa elektrik kuprum.



Rajah 1.4 : Proses penyaduran tanpa elektrik kuprum

1.6.1 Pencucian

Sebelum penyaduran dilakukan permukaan plastik hendaklah dibersihkan terlebih dahulu daripada kesan minyak, gris dan cap jari. Pelapisan logam tidak akan berlaku jika kesan-kesan tersebut wujud pada permukaan plastik³.

Antara bahan pencucian yang boleh digunakan ialah alkali bukan silikat dan diikuti pencelupan ke dalam asid cair untuk menghilangkan sisa alkali tersebut. Garam alkali seperti hidroksida dan karbonat mampu menukarkan minyak dan gris kepada sabun larut air, gliserol dan ester.

1.6.2 Punaran

Punaran penting untuk memberikan pelekatan logam ke atas plastik. Bagi plastik yang tidak mempunyai struktur liang permukaan yang halus, perekatan di antara plastik dengan logam adalah lemah. Akibatnya, tegangan selepas penyaduran akan memisahkan lapisan logam daripada plastik. Larutan punaran mengubah fizikal sesuatu permukaan menjadi kasar dan bersifat hidrofilik.

Campuran asid kromik dan asid hidroklorik didapati sesuai sebagai larutan punaran kepada plastik ABS. Semasa plastik ABS menjalani proses punaran, suatu serangan kimia secara langsung berlaku di atas permukaannya. Molekul polibutadiena tersebar dalam polimer ABS

dioksidakan oleh asam kromik sehingga sedalam 1-2 μm oleh sebatian kromium heksavalen²⁰. Permukaan plastik menjadi berliang mikroskopik yang menyediakan tapak pelekatan bagi logam.

Kadar tindakan punaran bergantung kepada komposisi bahan kimia dalam larutan punaran, keadaan operasi, tekanan dan tegangan permukaan plastik. Proses punaran direncanakan jika tegangan permukaan tinggi sebaliknya dicepatkan oleh tegangan permukaan rendah. Hanya molekul butadiena yang berada di atas permukaan sahaja akan dioksidakan selepas punaran yang singkat. Beberapa titik pelekatan per unit permukaan yang terjadi mencukupi untuk logam melekat dengan cepat.

Pada mulanya molekul butadiena dipermukaan dioksidakan terlebih dahulu kemudian proses penyerapan punaran berlaku perlahan-lahan ke bawah permukaan. Pada masa yang sama degradasi komponen keras [poli(stirena-akrilonitril)] bermula.

Terdapat beberapa komposisi larutan punaran yang disyorkan. Komposisi yang pertama ialah asam kromik 420 g/L, asam sulfurik (98 %) sebanyak 20 % (v/v) dan fluorokarbon sebanyak 0.1-1.0 % (v/v). Larutan ini dicairkan ke satu liter dengan menggunakan air suling. Plastik direndam di dalam larutan ini selama 6-10 minit pada suhu 60-65 °C²¹.

Komposisi yang kedua ialah asid kromik 50 g/L, asid sulfurik (98 %) sebanyak 100 ml/L dan asid hidrofleurik (48 %) sebanyak 100 ml/L. Larutan ini dijadikan satu liter dengan menambahkan air suling. Plastik direndamkan ke dalam larutan ini pada suhu 30 °C selama 1 hingga 5 minit^{3,21}.

Komposisi yang ketiga ialah asid kromik 75 g/L dan asid sulfurik (98 %) sebanyak 250 g/L. Larutan ini dijadikan satu liter dengan menambahkan air suling. Plastik direndamkan ke dalam larutan ini pada suhu 30 °C selama 1 hingga 5 minit^{3,21}.

Komposisi yang keempat ialah asid kromik 90 g/L dan asid sulfurik (98 %) sebanyak 600 g/L. Larutan ini dijadikan satu liter dengan menambahkan air suling. Plastik direndamkan ke dalam larutan ini pada suhu 30 °C selama 1 hingga 5 minit^{3,21}.

Terdapat dua teori yang menyatakan bagaimana permukaan sesuatu plastik ABS itu dipunarkan, iaitu teori kimia dan teori mekanikal. Menurut teori kimia, asid kromik yang bertindak sebagai agen pengoksidaan akan menyebabkan perubahan kimia pada permukaan Plastik. Ikatan



Ini membolehkan logam membentuk ikatan kimia dengannya. Fakta ini telah dibuktikan³ melalui serapan infra merah pada 5.85 μm , yang menunjukkan kehadiran kumpulan berfungsi C—O.

Teori mekanikal pula menyatakan larutan asid kromik berfungsi untuk membentuk suatu taburan liang-liang halus yang menyediakan tapak pengendapan logam.

1.6.3 Peneutralan

Proses peneutralan mengeluarkan sejumlah besar kromium heksavalen daripada permukaan plastik yang telah dipunarkan. Kromium heksavalen akan mengurangkan hayat mangkin yang seterusnya merencatkan pengendapan logam kuprum ke atas permukaan plastik²¹. Peneutralan biasanya terdiri daripada bahan berasid sederhana atau agen penurunan berbes. Terdapat juga beberapa jenis larutan peneutralan terutamanya bagi substrat yang susah disadurkan. Larutan peneutralan juga mengandungi bahan permukaan atau sebatian yang menggalakkan lagi penyerapan mangkin yang biasanya diperlukan oleh plastik selain daripada ABS.

1.6.4 Pemangkinan

Pemangkinan adalah hasil daripada tindakbalas stabil antara stanum klorida dan palladium klorida yang dilakukan dalam keadaan berasid. Mangkin yang terserap biasanya sebanyak 1-5 μg Pd per sentimeter persegi²¹. Logam berharga lain juga boleh digunakan tetapi daripada segi kos ia tidak menguntungkan. Larutan pemangkinan tersebut dalam bentuk koloid yang endapannya berlaku di atas permukaan plastik dengan lebihan stanum. Berikut dua contoh komposisi larutan campuran koloid Pd-Sn komersial²³. Contoh yang pertama ialah 33 ml air suling, 33 ml asid hidroklorik (37 %) dan 33 ml Shipley 9F (mengandungi 0.38 g/L Pd dan 33 g/L Sn^{2+} dari $\text{SnCl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Contoh yang kedua ialah 55 ml air suling, 20 ml asid hidroklorik (37 %) dan 25 ml MacDermid 9070 (mengandungi 0.29 g/L Pd dan 13 g/L Sn^{2+})

Pada masa sekarang sudah menjadi suatu kebiasaan dalam industri penyaduran tanpa elektrik menggunakan mangkin yang berkepekatan rendah dengan suhu tinggi. Kebiasaannya sebanyak 40-150 ppm palladium digunakan pada suhu maksima 60°C dengan stanum klorida berlebihan²¹.

Satu lagi kaedah pemangkinan ialah plastik ABS dicelup ke dalam larutan pemekaan dan disusuli pula pencelupan dalam larutan pengintian. Proses pemekaan dan pengintian berlaku di dalam liang-liang yang terhasil akibat tindakan punaran. Contoh larutan pemekaan ialah stanum (II) klorida

sebanyak 20.0 g/L dan asid hidroklorik sebanyak 40 g/L . Larutan pemekaan ini dicairkan menjadi satu liter dengan air suling³.

Larutan stanum (II) klorida berfungsi sebagai pemeka kerana ia menyebabkan pengintian berlaku di dalam liang-liang halus. Nukleus logam tersebut terlekat dengan begitu kuat pada liang-liang sehinggakan pembilasan dengan air tidak dapat menyingkirkannya. Malahan ketika bilasan, sebatian stanum menghidrolisis lalu membentuk gel yang melekat^{24,26}. Ini akan menambahkan lagi lekatan nukleus pada permukaan plastik. Tindak balas hidrolisis adalah seperti berikut^{21,26}.

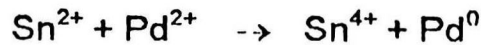


atau

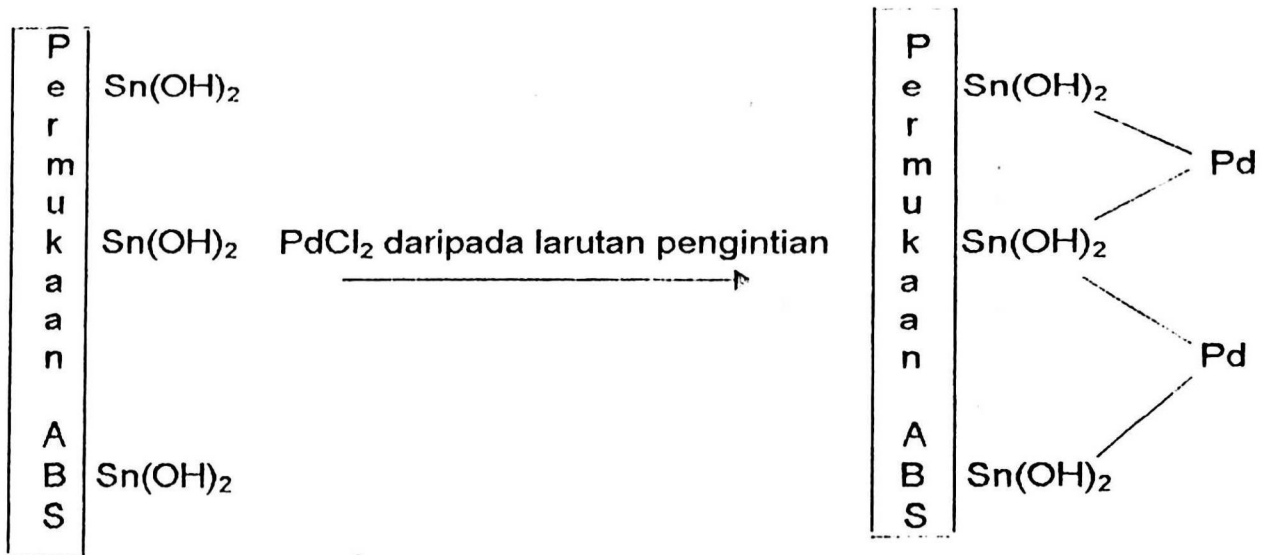


Semasa pengintian, permukaan plastik diolah menjadi mangkin. Permukaan plastik akan menjerap agen pengintian seterusnya ion logam pengintian itu diturunkan menjadi logam. Logam yang terturun ini akan bertindak sebagai tapak penyaduran. Larutan pengintian yang biasa digunakan adalah palladium klorida sebanyak 0.25 g/L dan asid hidroklorik (37 %) sebanyak 2.50 ml/L. Larutan pengintian ini dicairkan menjadi satu liter dengan menggunakan air suling³.

Ion stanum terjerap di atas permukaan plastik dalam bentuk Sn^{2+} . Tindakbalas redok yang berlaku semasa pengintian adalah seperti berikut²⁰.



Rajah 1.5 menunjukkan penjerapan ion stanum dan paladium yang terjerap di atas permukaan plastik ABS.



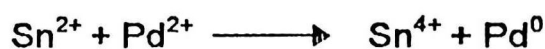
Rajah 1.5 : Penjerapan ion stanum dan paladium ke atas permukaan ABS.

1.6.5 Pencepat

Pencepat akan mengubahsuai lapisan permukaan nukleus palladium, stanum, stanum hidroksida dan oksiklorida. Sebarang larutan asid atau bes yang mampu melarutkan lebih stanum dan membolehkan nukleus mangkin palladium terdedah boleh digunakan. Langkah pencepat ini diperlukan untuk mengeluarkan lebih stanum daripada permukaan bermangkin, yang boleh merencatkan proses pelapisan logam ke atasnya ²¹.

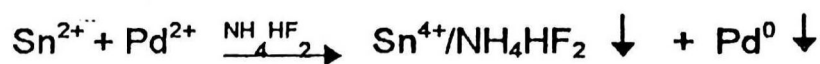
Langkah ini juga bertujuan untuk menjadikan lapisan aktif palladium lebih terdedah dan mengeluarkan nukleus palladium yang tertanggal daripada

permukaan plastik yang boleh mengakibatkan larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum tidak stabil. Plat plastik biasanya dicelupkan ke dalam larutan ini selama 5-10 minit. Antara bahan pencepat yang boleh digunakan ialah asid fluoroborik (HBF_4), ammonium bifluorida (NH_4F_2)^{21,23} asid hidroklorik³⁰, natrium hidroksida³¹, ammonium hidroksida³², asid sulfurik³¹ dan ammonium fluoroborik (NH_4BF_4)³¹. Suatu tindakbalas redoks berlaku di antara Sn^{2+} dan Pd^{2+} .



Bahan pencepat tersebut tidak akan bertindak balas dengan ion-ion Sn^{4+} dan Pd^0 . Ketika pembilasan terakhir endapan stannik akan terlarut, manakala logam palladium akan terdedah. Penyaduran logam kuprum berlaku di tapak aktif logam palladium ini.

Eksperimen telah membuktikan, larutan pencepat memberi kesan secara tidak langsung ke atas kepelbagaian kadar penukleusan mangkin⁸⁰. Ini adalah kesan daripada tindak balas ammonium bifluorida yang terdapat di dalam larutan pencepat. Ammonium bifluorida mengganggu tindak balas di antara Sn^{+2} dan Pd^{+2} melalui pengendapan Sn^{4+} .



Tindak balas berlaku di dalam larutan yang berdekatan dengan permukaan plastik ABS.

Hasil kajian melalui TEM (Transmission Electron Microscopy) ke atas substrat plastik menunjukkan langkah pertama pelapisan logam kuprum bergantung kepada langkah pencepat. Sungguhpun tindak balas penyaduran tanpa elektrik boleh dimulakan tanpa menggunakan larutan pencepat, tetapi larutan pencepat dapat mempertingkatkan kadar pertumbuhan nukleus logam kuprum. Taburan logam kuprum yang terendap ke atas permukaan plastik bergantung kepada bahan kimia yang terdapat dalam larutan pencepat. Penggunaan natrium hidroksida menghasilkan taburan logam kuprum yang sekata ke atas plastik³³.

1.6.6 Penyaduran tanpa elektrik kuprum

Selepas plastik ABS menjalani lima proses rawatan awal, barulah permukaannya tersedia untuk dilakukan penyaduran tanpa elektrik kuprum. Komponen-komponen utama larutan penyaduran tanpa elektrik kuprum adalah agen penurunan (contohnya formaldehida dan paraformaldehida), garam logam (contohnya kuprum sulfat, kuprum nitrat dan kuprum klorida), pengkompleks (contohnya natrium kalium tartrat, asid etilena diamina tetraasetik (EDTA) dan natrium glukonat), pengawal pH (contohnya natrium hidroksida) dan bahan tambah (contohnya sianida dan sebatian sulfur).

Secara umumnya ion logam dan agen penurunan bertindak balas seperti berikut²⁰;

Agen penurunan \rightarrow Bentuk teroksida + n Elektron

Ion logam + n Elektron \rightarrow logam

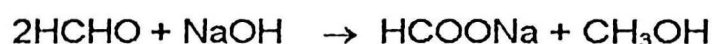
Formaldehida biasanya digunakan sebagai agen penurunan bagi kuprum.

Tindak balas pengendapan kuprum adalah seperti berikut.



Tindak balas ini adalah automangkin²⁷. Lapisan logam palladium akan menurunkan Cu^{2+} . Satu lapisan kuprum akan tersadur dengan cepatnya dan seterusnya logam kuprum yang terendap ini pula akan bertindak sebagai mangkin pendehidrogenan untuk tindakbalas penyaduran seterusnya²⁸.

Tindak balas Cannizzaro juga berlaku dalam larutan beralkali;



Di dalam tindak balas ini formaldehida mengalami pendehidrogenan untuk membentuk garam asid formik dan metil alkohol. Pada masa yang sama berlaku tindakbalas pembentukan hidrogen. Ini adalah akibat daripada penguraian asid formik sebagai kesan mangkin ke atas permukaan logam palladium. Tindak balas tersebut adalah seperti berikut³⁴,



Komposisi larutan penyaduran yang biasa digunakan²⁰ ialah kuprum sulfat 10-50 g/L, natrium kalium tartrat 10-50 g/L, natrium hidroksida 5-20 g/L, formaldehida 10-100 g/L, pH 10.5-12.5 dan suhu 20-50°C.