

продукт ФГО), который подлежит дальнейшему использованию в качестве флюсующей добавки в производстве керамических и строительных материалов.

Продукт ФГО представляет собой пастообразный (шламообразный) осадок с влажностью до 85%, плотностью 1,2 – 1,6 г/см<sup>3</sup> черного, грязно-зеленого или коричневого цвета.

По химическому составу продукт ФГО – гетерополисоединение, состоящее в основном из гидроксофосфатов железа. Невзрывоопасен и непожароопасен. По токсичности продукт ФГО относится к 4 классу опасности (малоопасный).

Доработка технологии выразилась в установке дополнительной ёмкости с реагентом, который дозируется насосом-дозатором в реактор (или илоуплотнитель) при каждом технологическом цикле очистки. Полученный продукт ФГО вывозится на переработку в кирпич на керамический завод по договору, при этом цена переработки оптимальна.

УДК 621.357.7 + 537.311.31

В.А. Кукареко<sup>1</sup>, д-р. физ.-мат. наук; А.Г. Кононов<sup>1</sup>, И.Ю. Тарасевич<sup>1</sup>

Л.С. Цыбульская<sup>2</sup>, канд. хим. наук; Ю.Н. Бекиш<sup>2</sup>, канд. хим. наук

(<sup>1</sup>ОИМ НАН Беларуси, <sup>2</sup>НИИ ФХП БГУ, г. Минск)

## **СТРУКТУРНОЕ СОСТОЯНИЕ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИ ОСАЖДЕННЫХ ПОКРЫТИЙ ЖЕЛЕЗО–НИКЕЛЬ**

В настоящее время в промышленности все более широкое применение находят покрытия сплавами. Одним из перспективных путей улучшения физико-механических свойств электроосажденного железа является осаждение сплавов на его основе. В частности, железоникелевые сплавы обладают повышенной механической прочностью, коррозионной и теплостойкостью и их применяют для восстановления изношенных деталей. Поскольку влияние содержания никеля на структурное состояние и триботехнические свойства покрытий Fe–Ni остается неизученным, то исследованию этих вопросов посвящена данная работа.

Покрытия Fe–Ni были получены при разном соотношении соли железа и солей никеля в растворе. Покрытия наносили на торцевые поверхности цилиндрических медных образцов (Ø10 мм, h=8 мм), толщиной 20-40 мкм из раствора следующего состава, г/л: NiSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O – 84,3, NiCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O – 76, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> – 37, Na<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>·5,5H<sub>2</sub>O – 4, Сахарин –

1, аскорбиновая кислота –1, лаурилсульфат натрия 0,1, FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O – 16,7 (Ni:Fe = 10:1), 44,5 (Ni:Fe = 4:1) и 84,3 (Ni:Fe = 1:1). Плотность тока, температура и pH электролита составляли 1 А/дм<sup>2</sup>, 30 °С и 2,3, соответственно.

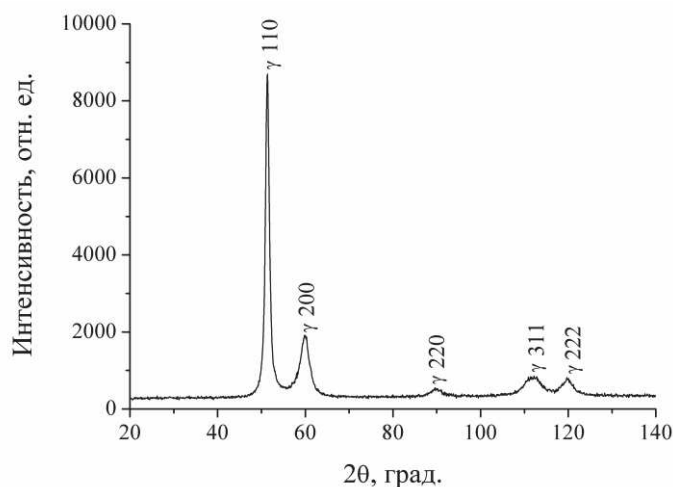
Структурно-фазовое состояние гальванических покрытий Fe–Ni исследовали с помощью дифрактометра ДРОН-3.0. Съёмки профилей интенсивности рассеянного рентгеновского излучения проводили в монохроматизированном CoK $\alpha$  излучении (U= 30 кВ и I= 15 мА). Рентгеновская съёмка осуществлялась с фокусировкой по Бреггу-Брентано в режиме сканирования (по точкам) с шагом 0,1° и временем набора импульсов на точку 10 с. Измерения микротвердости проводили на приборе DuraScan-20 при нагрузке 50 г (0,49 Н). Относительная погрешность измерения HV 0,05 не превышала 10 %. Триботехнические испытания проводили в режиме трения без смазки на автоматизированном трибометре АТВП, работающем по схеме возвратно-поступательного перемещения исследуемого образца по контртелу (90×30×3 мм) и оснащённом устройством для регистрации коэффициента трения в процессе испытаний. В качестве контртела использовали пластину, изготовленную из закалённой углеродистой стали 65Г, с твердостью 800 HV 10. Средняя скорость перемещения образца относительно контртела в процессе трибоиспытаний составляла 0,1 м/с. Номинальное контактное давление испытаний составляло 1 МПа. Измерение величины износа образцов осуществляли посредством взвешивания на аналитических весах АДВ-200М. Погрешность измерения массы образца составляла 0,05 мг.

На рисунке 1 приведена рентгеновская дифрактограмма покрытия Fe<sub>54</sub>Ni<sub>46</sub>. Из рисунка видно, что покрытие имеет структуру твердого раствора Ni в Fe с ГЦК кристаллической решеткой ( $\gamma$ -фаза), параметр ее составляет  $a=0,3591$  нм. Данная величина параметра решетки ГЦК твердого раствора имеет промежуточное значение между величинами параметров решетки чистых Ni и  $\gamma$ -Fe ( $a_{Ni} = 0,3524$  нм,  $a_{\gamma-Fe} = 0,3649$  нм), что обусловлено различными радиусами атомов никеля и железа ( $r_{Fe}=0,126$  нм,  $r_{Ni}=0,124$  нм). Согласно правилу Вегарда параметр решетки твердого раствора линейно изменяется с увеличением концентрации легирующего элемента. Для покрытия Fe<sub>54</sub>Ni<sub>46</sub> закон Вегарда запишется в виде

$$a(Fe_{54}Ni_{46}) = a_{Ni} + 0,54 * (a_{\gamma-Fe} - a_{Ni}) = 0,3592$$

где  $a_{Ni}$  и  $a_{\gamma-Fe}$  – соответственно параметры решеток чистых Ni и  $\gamma$ -Fe (в нм),  $a(Fe_{54}Ni_{46})$  – параметр решетки ГЦК твердого раствора покрытия, содержащего 54 ат.% железа. Полученный результат

находится в хорошем соответствии с экспериментально полученным значением параметра решетки ГЦК твердого раствора  $\text{Fe}_{54}\text{Ni}_{46}$ .

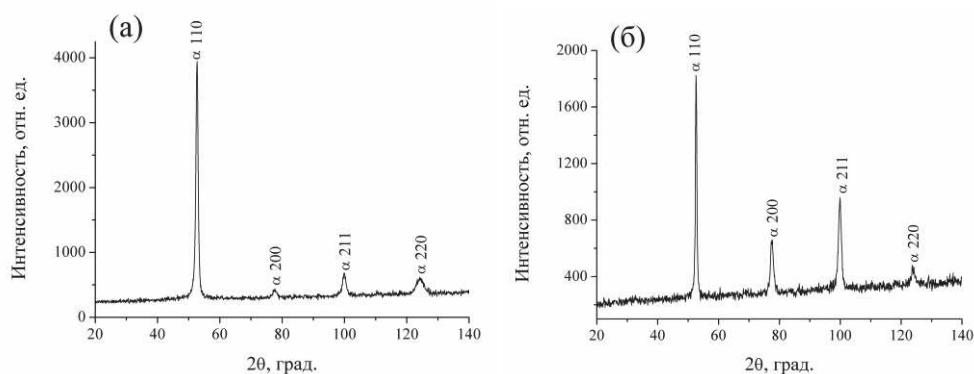


**Рисунок 1 – Рентгеновская дифрактограмма (CoK $\alpha$ ) покрытия  $\text{Fe}_{54}\text{Ni}_{46}$**

Дифракционные линии от ГЦК фазы покрытия  $\text{Fe}_{54}\text{Ni}_{46}$  сильно уширены ( $\beta_{111}=30,3 \cdot 10^{-3}$  рад,  $\beta_{222}=101,8 \cdot 10^{-3}$  рад). При этом отношение  $\beta_{222}/\beta_{111} \approx \text{tg}\theta_{222}/\theta_{111}$ , что свидетельствует о высокой концентрации линейных дефектов кристаллической решетки в покрытиях. Микротвердость покрытия  $\text{Fe}_{54}\text{Ni}_{46}$  имеет относительно высокое значение, равное 450 HV 0,05, вследствие твердорастворного упрочнения, а также упрочнения, обусловленного высокой концентрацией линейных дефектов в покрытии.

На рисунке 2 приведены рентгеновские дифрактограммы покрытий  $\text{Fe}_{83}\text{Ni}_{17}$  и  $\text{Fe}_{87}\text{Ni}_{13}$  с низким содержанием никеля. Можно видеть, что их фазовый состав существенно отличается от фазового состава покрытия  $\text{Fe}_{54}\text{Ni}_{46}$ . В частности исследуемые покрытия Fe–Ni имеют структуру твердого раствора Ni в ОЦК решетке Fe ( $\alpha$ -фаза).

Параметр решетки  $\alpha$ -фазы составляет для покрытий  $\text{Fe}_{83}\text{Ni}_{17}$  и  $\text{Fe}_{87}\text{Ni}_{13}$  соответственно  $a=0,2864$  нм и  $a=0,2868$  нм. Более низкое значение параметра решетки  $\alpha$ -фазы покрытия  $\text{Fe}_{83}\text{Ni}_{17}$  по сравнению с покрытием  $\text{Fe}_{87}\text{Ni}_{13}$  обусловлено более высоким содержанием в нем атомов Ni, имеющих меньший по сравнению с атомами Fe, радиус. Уширение дифракционных линий  $\alpha$ -фазы покрытий  $\text{Fe}_{83}\text{Ni}_{17}$  и  $\text{Fe}_{87}\text{Ni}_{13}$  существенно ниже ( $\text{Fe}_{83}\text{Ni}_{17}$  –  $\beta_{110}=12,1 \cdot 10^{-3}$  рад,  $\beta_{220}=43,8 \cdot 10^{-3}$  рад;  $\text{Fe}_{87}\text{Ni}_{13}$  –  $\beta_{110}=11,2 \cdot 10^{-3}$  рад,  $\beta_{220}=36,8 \cdot 10^{-3}$  рад), чем для  $\gamma$ -фазы покрытия  $\text{Fe}_{54}\text{Ni}_{46}$ . При этом в случае покрытий  $\text{Fe}_{83}\text{Ni}_{17}$  и  $\text{Fe}_{87}\text{Ni}_{13}$  отношение  $\beta_{220}/\beta_{110} \approx \text{tg}\theta_{220}/\theta_{110}$ , что свидетельствует о высокой концентрации в них линейных дефектов кристаллической решетки. Микротвердость покрытий Fe–Ni с относительно низким содержанием никеля составляет 550 HV 0,05, что существенно превышает величину твердости покрытия  $\text{Fe}_{54}\text{Ni}_{46}$ .

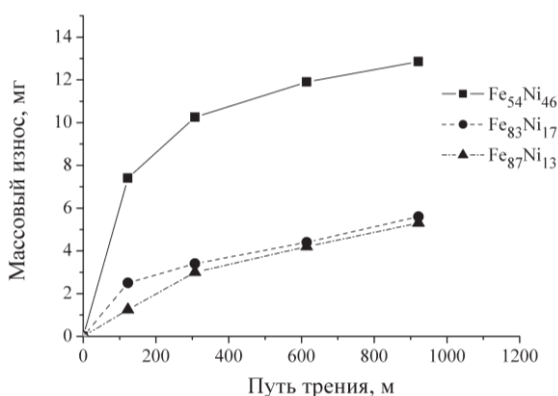


**Рисунок 2 – Рентгеновские диффрактограммы покрытий  $Fe_{83}Ni_{17}$  (а) и  $Fe_{87}Ni_{13}$  (б)**

На рисунке 3 приведены зависимости массового износа электроосажденных покрытий Ni–Fe, из которого можно видеть, что интенсивность изнашивания покрытий на стадии приработки (путь трения 300 м) и стадии установившегося изнашивания уменьшается с ростом содержания атомов Fe в покрытиях. Для покрытия  $Fe_{54}Ni_{46}$ , имеющего структуру твердого раствора с ГЦК кристаллической решеткой, интенсивность изнашивания на линейной стадии составляет 4,2 мкг/м. Интенсивность изнашивания покрытий  $Fe_{83}Ni_{17}$  и  $Fe_{87}Ni_{13}$ , имеющих ОЦК кристаллическую решетку, приблизительно одинаковая и составляет 3,6 – 3,7 мкг/м. Повышенная износостойкость покрытий  $Fe_{83}Ni_{17}$  и  $Fe_{87}Ni_{13}$  по сравнению с покрытием  $Fe_{54}Ni_{46}$  связана с более высокой твердостью покрытий с низким содержанием никеля.

Коэффициент трения покрытий Fe–Ni практически не зависит от содержания в них атомов Ni и составляет,8-0,9.

Проведенное исследование структурно-фазового состояния и триботехнических свойств электроосажденных Fe–Ni покрытий показало, что покрытие с высоким содержанием никеля ( $Fe_{54}Ni_{46}$ ) имеет структуру твердого раствора с ГЦК кристаллической решеткой и с микротвердостью 450 HV 0,05.



**Рисунок 3 – Массовый износ электроосажденных покрытий Fe–Ni в условиях трения без смазочного материала**

При пониженном содержании никеля (13-17 ат.%) покрытия имеют структуру ОЦК твердого раствора и повышенное значение микротвердости, равное 550 HV 0,05. Коэффициент трения покрытий Fe–Ni не зависит от содержания в них атомов Ni и составляет 0,8-0,9. Установлено, что покрытия Fe–Ni с ОЦК кристаллической решеткой, обладающие повышенными значениями микротвердости, характеризуются более высокой износостойкостью на стадиях приработки и установившегося изнашивания по сравнению с покрытием Fe<sub>54</sub>Ni<sub>46</sub>.

УДК 544.654.2:546.74

И.В. Антихович м.н.с., Н.М. Аблажей студ.,  
А.А. Черник доц., канд. хим. наук,

И.М. Жарский проф., канд. хим. наук (БГТУ, г. Минск)

### **СВОЙСТВА ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИ ОСАЖДЕННЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ Ni-TiO<sub>2</sub>**

Никелевое покрытие широко используется в гальванической промышленности, так как имеет ряд ценных применений. Используется в качестве защитного и защитно-декоративного покрытия, подслоя под прочие металлы (серебро, золото, хром), взамен химического никелевого покрытия, а также металла-связки для соосаждения с порошками. При электрохимическом осаждении композиционных покрытий наблюдается значительное изменение физико-механических свойств. Широко исследованы свойства композиционных покрытий на основе никеля с включением нанокремниевых добавок. Показано [1], что можно значительно изменить свойства никеля: создать сверхтвердые материалы (твердость возрастает в 1,5-2 раза), улучшить физико-механические свойства, измельчить структуру осаждаемого металла. Установлено [2-4], что введение TiO<sub>2</sub> также значительно влияет на свойства никеля и приводит к изменению его морфологии и структуры.

Электроосаждение никеля при формировании композиционного покрытия в основном осуществляют из сульфатно-хлоридного электролита с добавкой борной кислоты (электролит типа Уоттса). Однако интерес представляет поиск электролитов способных давать качественные компактные толстослойные осадки при пониженной температуре. Достойной заменой электролиту Уоттса могут быть тартратные электролиты никелирования.

В настоящей работе представлены результаты исследований структуры и свойств композиционных никелевых покрытий в