

rails and the changes in burden, stability and movement safety of the mine cars at straight and curved sections of the rail track. We have determined extreme values of the indicators of interaction of components of transport system, have discovered the resonance phenomenon and determined critical speed for the safe mode of movement.

Practical implications. The obtained results of the research can be used to develop technical standards for

construction, maintaining and repair of the mining rail transport.

Keywords: *track facilities, sectional train, burden, stability, movement safety, resonance phenomenon*

Рекомендовано до публікації докт. техн. наук В.П. Надутим. Дата надходження рукопису 15.01.13.

УДК 669.15-192.017:621.357.7

Е.В. Колесник, канд. техн. наук

Государственное высшее учебное заведение „Украинский государственный химико-технологический университет“, г. Днепропетровск, Украина, e-mail: ievgen.kolesnyk@ukr.net

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ ЭЛЕКТРООСАЖДЕННЫХ СПЛАВОВ Fe-Ni

Ye.V. Kolesnik, Cand. Sci. (Tech.), Associate Professor

State Higher Educational Establishment “Ukrainian State University of Chemical Technology”, Dnepropetrovsk, Ukraine, e-mail: ievgen.kolesnyk@ukr.net

FEATURES OF STRUCTURE FORMATION OF ELECTRODEPOSITED ALLOYS Fe-Ni

Цель. Выявление характеристик электроосажденных сплавов Fe-Ni в зависимости от концентрации ионов никеля в сульфатном электролите.

Методика. Электроосажденные покрытия сплавами Fe-Ni толщиной 50 мкм наносили на низкоуглеродистую сталь при температуре 55–57°C и катодной плотности тока 10 А/дм² из сульфатного электролита с концентрацией ионов железа (II) – 80 г/л, никеля (II) – 1–20 г/л, pH 2–3. Рентгеновский фазовый анализ образцов проводили на модернизированном дифрактометре ДРОН-3 в излучении меди без отделения покрытий от основы. Кристаллографическую текстуру образцов оценивали при помощи дифрактограмм, текстурных кривых и обратных полюсных фигур. Микроструктуру поверхности исследовали методом сканирующей электронной микроскопии на микроскопе РЭМ-106И в режиме вторичных электронов.

Результаты. Показано, что введение ионов никеля в сульфатный электролит железнения приводит к образованию в электроосажденных покрытиях твердых растворов на основе решетки α-Fe, для которых характерна аксиальная текстура <111>, доля и совершенство которой возрастают с повышением концентрации никеля в электролите. На примере железо-никелевых покрытий показана возможность формирования сферолитов в электроосажденных сплавах. Установлено, что образование аксиальной текстуры <111> в электроосажденных сплавах Fe-Ni сопровождается формированием сферолитов в их структуре.

Научная новизна. Выявлено влияние концентрации ионов никеля в электролите на структурообразование электроосажденных сплавов Fe-Ni, обнаружены сферолиты в их структуре. Выявлена взаимосвязь между формой роста кристаллов и параметрами кристаллографической текстуры сплавов.

Практическая значимость. Полученные результаты открывают возможность целенаправленного формирования определенной кристаллографической текстуры в электроосажденных сплавах Fe-Ni, которые могут применяться для восстановления размеров изношенных деталей машин в горнодобывающей, металлообрабатывающей промышленности и машиностроении.

Ключевые слова: *электроосажденные сплавы, Fe-Ni, структура, кристаллографическая текстура, рентгеновский анализ*

Введение. Электроосажденное железо [1,2] может применяться для восстановления размеров изношенных в процессе эксплуатации деталей машин различного назначения в горнодобывающей, металлообрабатывающей промышленности, машиностроении, а также в сельском хозяйстве. Для электролитических осадков металлов характерна повышенная твердость по сравнению с материалами, полученными

ми металлургическим способом. Поэтому применение электроосажденных железных покрытий обеспечивает не только восстановление размеров, но и поверхностное упрочнение покрываемых деталей, что особенно актуально для низко- и среднеуглеродистых сталей в связи со сравнительной дешевизной и экологической безопасностью электролитов железнения.

Для повышения эксплуатационных характеристик электроосажденного железа может осуществляться

его легирование различными элементами – хромом, никелем, марганцем, цинком и др., с образованием электролитических сплавов. Одним из возможных и перспективных вариантов электроосажденных сплавов на основе железа являются сплавы Fe-Ni.

Состояние вопроса. Анализ литературных источников показал, что в работах, посвященных электроосажденным сплавам Fe-Ni, обсуждаются, в основном, электрохимические аспекты их получения, в то время как вопросу изучения структуры осадков уделяется недостаточно внимания. Поэтому исследование особенностей структурообразования этих электроосажденных материалов представляется достаточно актуальной задачей с точки зрения поиска новых возможных путей повышения комплекса их свойств.

Особый интерес представляет исследование кристаллографической текстуры (преимущественной ориентировки кристаллов) электроосажденных Fe-Ni сплавов, так как известно, что материалы, полученные методом электролитического осаждения, как правило, обладают ярко выраженной текстурой [3,4]. Это обусловлено направленным воздействием на формирующийся в процессе электроосаждения материал – потоком ионов осаждаемого металла в направлении катода, где происходит их восстановление и формирование осадка.

Наличие кристаллографической текстуры оказывает существенное влияние на свойства электроосажденных материалов. Формирование той или иной текстуры в электроосажденных материалах определяется составом электролита, параметрами процесса осаждения (плотностью тока и температурой), а также структурой подложки, на которую происходит осаждение. Тем не менее, однозначные закономерности влияния перечисленных факторов на процессы текстурообразования на сегодняшний день не сформулированы. Поэтому, для каждого конкретного вида покрытий и условий осаждения представляет интерес экспериментальное исследование кристаллографической текстуры.

Ранее нами исследованы особенности формирования структуры чистого электроосажденного железа, полученного из сульфатного электролита, и показано влияние плотности тока и толщины покрытий на процессы текстурообразования [5]. Поскольку одним из возможных путей управления структурой и текстурой электроосажденных сплавов является изменение соотношения концентраций ионов совместно осаждаемых элементов в электролите, целью данной работы стало выявление особенностей структурообразования электроосажденных сплавов Fe-Ni в зависимости от концентрации ионов никеля в электролите.

Материал и методика исследования. Покрытия сплавами Fe-Ni толщиной 50 мкм осаждали при температуре 55–57°C и катодной плотности тока 10 А/дм² из сульфатного электролита с концентрацией ионов железа (II) – 80 г/л, рН 2–3. Концентрацию ионов никеля (II) варьировали в диапазоне 1–20 г/л.

При осаждении применяли растворимый железный анод. В качестве подложки использовали листовую низкоуглеродистую сталь марки 08кп толщиной 0,5 мм.

Рентгеновский фазовый анализ электроосажденных образцов проводили на модернизированном дифрактометре ДРОН-3 в излучении меди. Покрытия от основы не отделяли в связи с их достаточной толщиной. Кристаллографическую текстуру оценивали при помощи рентгеновских дифрактограмм, текстурных кривых, а также обратных полюсных фигур, построенных с учетом теоретического соотношения интенсивностей дифракционных максимумов для безтекстурного эталона α -Fe. Микроструктуру поверхности исследовали методом сканирующей электронной микроскопии на микроскопе РЭМ-106И в режиме вторичных электронов с ускоряющим напряжением 20 кВ.

Изложение основного материала. Ранее нами показано [5], что покрытия электроосажденным железом (без легирования) при толщине 50 мкм характеризуются наличием острой аксиальной текстуры $\langle 211 \rangle$. С увеличением толщины покрытий в исследованном диапазоне степень совершенства текстуры возрастает. Преобладающие в текстуре стальной подложки ограниченные компоненты $\{111\}\langle 112 \rangle$, $\{100\}\langle 110 \rangle$ и $\{112\}\langle 110 \rangle$ в железных покрытиях не обнаружены, что свидетельствует о сравнительно слабом влиянии подложки на процессы формирования осадков.

Проведенный анализ рентгеновских дифрактограмм (рис. 1) электроосажденных сплавов Fe-Ni выявил образование твердых растворов на основе кристаллической решетки α -Fe во всех исследованных образцах, на что указывает определенное смещение дифракционных максимумов относительно их положения на дифрактограммах чистого электроосажденного железа.

Установлено, что введение ионов никеля в электролит железнения приводит к образованию аксиальной кристаллографической текстуры $\langle 111 \rangle$ в структуре покрытий. При малых концентрациях никеля (1 г/л) аксиальная ориентировка $\langle 111 \rangle$ существует совместно с ориентировкой $\langle 211 \rangle$ (рис. 1, а), характерной для чистого железа, хотя и преобладает над ней, о чем свидетельствует соотношение полюсных плотностей на соответствующей обратной полюсной фигуре (рис. 2, а).

С увеличением концентрации ионов никеля в электролите наблюдается монотонное увеличение доли аксиальной ориентировки $\langle 111 \rangle$ в текстуре покрытий (рис. 1, б, в), и при концентрации ионов никеля 10 г/л вторая аксиальная ориентировка $\langle 211 \rangle$ уже практически отсутствует.

Методом растровой электронной микроскопии установлено, что введение ионов никеля в электролит железнения вызывает также изменения микроструктуры электроосажденных покрытий (рис. 3). Ранее нами установлено [5], что в структуре поверхности электроосажденного железа (без легирования) преобладают

компактно расположенные кристаллы с четкой гранкой.

Присутствие ионов никеля в электролите уже при концентрации 1 г/л приводит к образованию большого количества чрезвычайно мелких кристаллов (рис. 3, а), очевидно, соответствующих обнаруженной аксиальной ориентировке $\langle 111 \rangle$. В то же время, в структуре покрытий сохраняется достаточно высокая доля более крупных кристаллов, характерных для структуры чистого железа. При увеличении концентрации никеля до 5 г/л и более крупные кристаллы с четкой огранкой полностью исчезают, а структура электроосажденных сплавов Fe-Ni представлена исключительно мелкими игольчатыми кристаллами, образующими очень гладкий рельеф поверхности (рис. 3, б, в). При этом взаимное расположение кристаллов указывает на образование сферолитов

(т. е. агрегатов кристаллов радиально-лучевого строения, состоящих из ядра и периферийной части [3]) в процессе электроосаждения железо-никелевых сплавов, что особенно четко видно при концентрации никеля 10 г/л (рис. 3, в).

Образование сферолитов как одной из возможных форм роста электролитических осадков рассматривается в работе [6]. Формирование сферолитов можно объяснить повышением локальной плотности тока в центрах кристаллизации в начальный период электроосаждения (что приводит к превышению скорости зарождения кристаллов над скоростью их роста и возникновению ядер сферолитов, состоящих из мелких разориентированных кристаллов) и ее последующим понижением при разрастании ядра с образованием радиально-лучевой периферии агрегата [3].

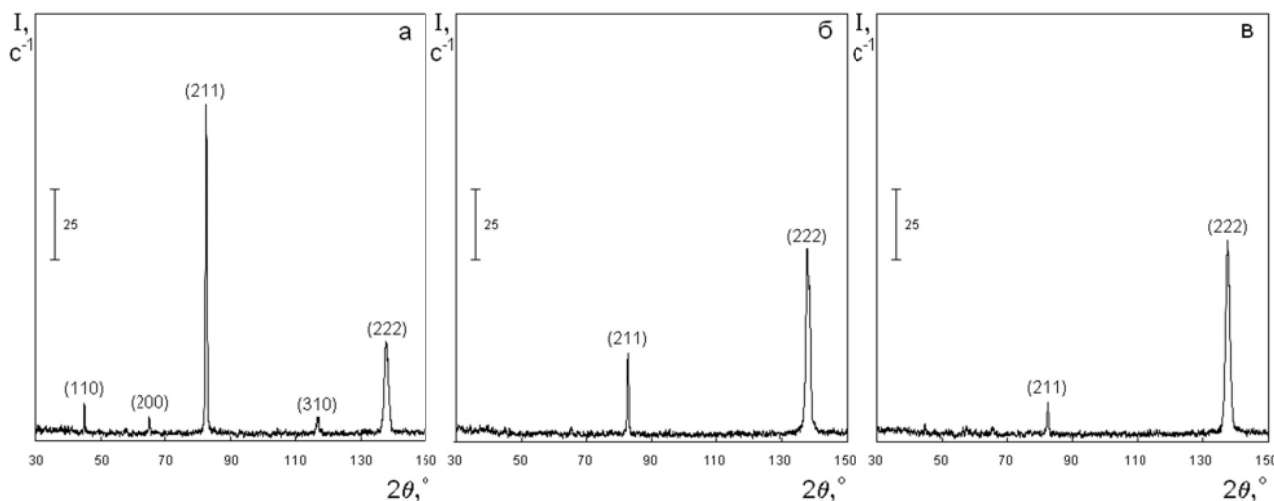


Рис. 1. Дифрактограммы электроосажденных сплавов Fe-Ni, полученных при концентрации ионов никеля в электролите: а – 1 г/л; б – 5 г/л; в – 10 г/л

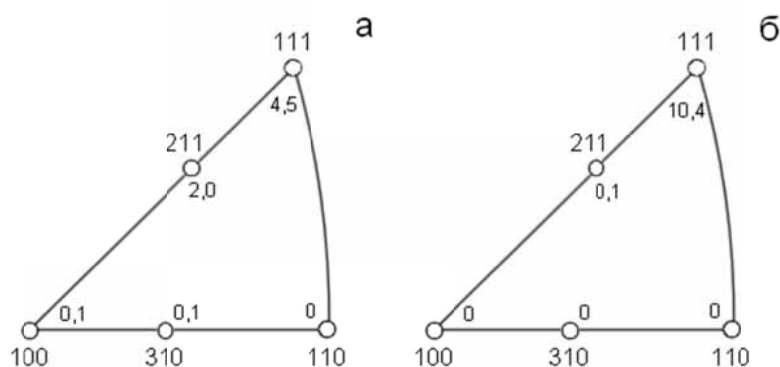


Рис. 2. Обратные полюсные фигуры электроосажденных сплавов Fe-Ni, полученных при концентрации ионов никеля в электролите: а – 1 г/л; б – 10 г/л

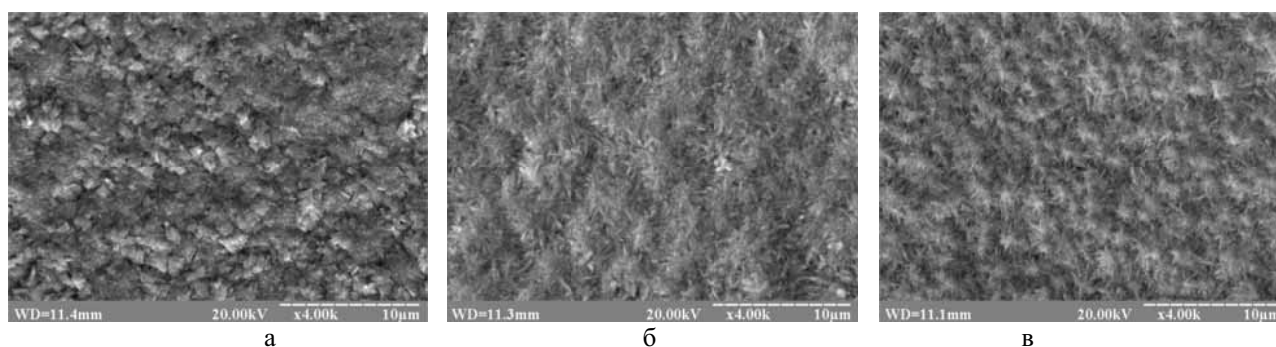


Рис. 3. Микроструктура поверхності електроосаджених сплавів Fe-Ni ($\times 4000$), отриманих при концентрації іонів нікеля в електроліті: а – 1 г/л; б – 5 г/л; в – 10 г/л

Следует отметить, что в работе [6] описано формирование сферолитов в электроосажденных меди, никеле, кобальте и предложена схема их образования, исходя из дисклинационных представлений. Что касается металлов с ОЦК-решеткой, в работе [7] выявлено образование сферолитов при электроосаждении железа из сернокислого электролита на индифферентную подложку.

Таким образом, в данной работе на примере железо-никелевых покрытий показано, что формирование сферолитов возможно не только в чистых электроосажденных металлах, но также и в их сплавах. Выявлена взаимосвязь между формированием аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$ и образованием сферолитов в структуре электроосажденных сплавов Fe-Ni. Повышение концентрации никеля в электролите приводит к росту его концентрации в твердом растворе, что вызывает изменения в форме роста кристаллов (вероятно – за счет соответствующего изменения периода решетки твердого раствора замещения) с формированием новой аксиальной ориентировки кристаллов $\langle 111 \rangle$.

С учетом выявленных особенностей структурообразования электроосажденных сплавов Fe-Ni, в дальнейшем представляет интерес проведение испытания комплекса свойств образцов с различной долей аксиальной ориентировки $\langle 111 \rangle$ в их текстуре. Учитывая, что в кристаллической решетке α -Fe плотность расположения атомов в кристаллографических плоскостях (111) и (211) различна, можно предположить некоторое изменение твердости и, возможно, износостойкости покрытий с увеличением объемной доли аксиальной ориентировки $\langle 111 \rangle$ в текстуре покрытий Fe-Ni.

Выводы.

1. Показано, что введение ионов никеля в сульфатный электролит железнения приводит к образованию в электроосажденных покрытиях твердых растворов на основе решетки α -Fe, для которых характерна аксиальная текстура $\langle 111 \rangle$, доля и совершенство которой возрастает с повышением концентрации никеля в электролите.

2. На примере железо-никелевых покрытий показана возможность формирования сферолитов в элект-

роосажденных сплавах. Установлено, что образование аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$ в электроосажденных сплавах Fe-Ni сопровождается формированием сферолитов в их структуре.

Список литературы /References

1. Электролитическое осаждение железа / [Петров Ю.Н., Гурьянов Г.В., Бобанова Ж.И. и др.] – Кишинев: Штиинца, 1990. – 195 с.
Petrov, Yu.N., Guryanov, G.V. and Bobanova, Zh.I. (1990), *Elektroliticheskiye osazhdeniye zheleza* [Electrolytic Deposition of Iron], Shtiintsa, Chisinau, Moldova.
2. Лихачев В.А. Восстановление изношенных деталей методом холодного железнения / В.А. Лихачев // Гальванотехника и обработка поверхности. – 2006. – № 1. – С. 14–18.
Likhachev, V.A. (2006), “Restoration of depreciated components by the method of cold iron-plating”, *Galvanotekhnika i obrabotka poverkhnosti*, no. 1, pp. 14–18.
3. Ковенский И.М. Металловедение покрытий / И.М. Ковенский, В.В. Поветкин – М.: Интермет инжиниринг, 1999. – 296 с.
Kovenskiy, I.M. and Povetkin, V.V. (1999), *Metallovedeniye pokrytiy* [Materials Science of Coatings], Intermet Engineering, Moscow, Russia.
4. Czerwinski F. and Szpunar J.A. (1999), “Texture in metallic and ceramic films and coatings”, *Textures and Microstructures*, no. 1–4, pp. 107–118.
5. Колесник Е.В. Изменение совершенства кристаллографической текстуры по толщине электроосажденных железных покрытий / Е.В. Колесник // Металлофизика и новейшие технологии. – 2011. – Спецвыпуск. – С. 401–406.
Kolesnyk, Ye.V. (2011), “Change of perfection of crystallographic texture along the thickness of electrodeposited iron coatings”, *Metaloznavstvo ta termichna obrobka metaliv*, special issue, pp. 401–406.
6. Воленко А.П. Физические основы формирования кристаллов с дисклинационными дефектами и пентагональной симметрией в процессе электрокристаллизации меди: автореф. дисс. на соискан. учен. степени докт. физ.-мат. наук: спец. 01.04.07 / Воленко А.П. // Самарск. гос. техн. ун-т. – Самара, 2004. – 38 с.

Volenko, A.P. (2004), "Physical basis of the formation of crystals with disclination defects and pentagonal symmetry during the process of copper electrocrystallization", Abstract of Dr. Sci. (Phys.-Math.) dissertation, Samara State Technical University, Samara, Russia.

7. Крестниковская Е.А. Образование сферолитов при электроосаждении железа: тезисы докладов II Международн. научн-техн. конф. „Современные методы в теоретической и экспериментальной электрохимии“. / Крестниковская Е.А., Неверов И.В. – Плес, Ивановск. обл., Россия. – 2010. – 167 с.

Krestnikovskaya Ye.A. and Neverov, I.V. (2010), "Spherulites formation during iron electrodeposition", Proc. of the the 2nd Int. Conf. "Modern methods in theoretical and experimental electrochemistry", Ples, Ivanovo region, Russia.

Мета. Виявлення характеристик електроосаджених сплавів Fe-Ni в залежності від концентрації іонів нікелю в сульфатному електроліті.

Методика. Електроосаджені покриття сплавами Fe-Ni завтовшки 50 мкм наносили на низьковуглецеву сталь при температурі 55–57°C і катодній густині струму 10 А/дм² з сульфатного електроліту з концентрацією іонів заліза (II) – 80 г/л, нікелю (II) – 1–20 г/л, рН 2–3. Рентгенівський фазовий аналіз зразків проводили на модернізованому дифрактометрі ДРОН-3 у випромінюванні міді без відділення покриттів від основи. Кристалографічну текстуру зразків оцінювали за допомогою дифрактограм, текстурних кривих та зворотних полюсних фігур. Мікроструктуру поверхні досліджували методом скануючої електронної мікроскопії на мікроскопі РЕМ-106I в режимі вторинних електронів.

Результати. Показано, що введення іонів нікелю до сульфатного електроліту залізнення призводить до утворення в електроосаджених покриттях твердих розчинів на основі решітки α -Fe, для яких характерна аксіальна текстура $\langle 111 \rangle$, частка та досконалість якої зростає зі збільшенням концентрації нікелю в електроліті. На прикладі залізо-нікелевих покриттів показана можливість формування сферолітів в електроосаджених сплавах. Установлено, що утворення аксіальної текстури $\langle 111 \rangle$ в електроосаджених сплавах Fe-Ni супроводжується формуванням сферолітів в їх структурі.

Наукова новизна. Виявлений вплив концентрації іонів нікелю в електроліті на структуроутворення електроосаджених сплавів Fe-Ni, винайдені сфероліти в їх структурі. Виявлений взаємозв'язок між формою росту кристалів і параметрами кристалографічної текстури сплавів.

Практична значимість. Одержані результати відкривають можливість цілеспрямованого формування певної кристалографічної текстури в електроосаджених сплавах Fe-Ni, що можуть застосовуватись

для відновлення розмірів зношених деталей машин у гірничодобувній, металообробній промисловості та машинобудуванні.

Ключові слова: електроосаджені сплави, Fe-Ni, структура, кристалографічна текстура, рентгенівський аналіз

Purpose. To determine the features of structure formation of electrodeposited alloys Fe-Ni depending on the concentration of nickel ions in the sulphate electrolyte.

Methodology. Electrodeposited 50 μm thick coatings by Fe-Ni alloys were applied onto low-carbon steel at the temperature 55–57°C and cathode current density 10 A/dm² from the sulphate electrolyte with the concentration of iron (II) ions – 80 g/l, nickel (II) ions – 1–20 g/l, pH 2–3. X-ray phase analysis of 50 μm thick coatings by Fe-Ni alloys, electrodeposited from sulphate electrolyte, was performed at DRON-3 modernized diffractometer in copper radiation without separation of coatings from the substrate. Crystallographic texture of the samples was estimated by diffractograms, texture curves and invert pole figures. Microstructure of surface was investigated by the method of scanning by electron microscope REM-106I in the mode of secondary electrons.

Findings. It is shown, that the insertion of nickel ions into sulphate iron-plating electrolyte causes the formation of solid solutions based on α -Fe lattice in the electrodeposited coatings, that are characterized by the axial texture $\langle 111 \rangle$, the fraction and the perfection of which increases with the growth of the concentration of nickel in the electrolyte. By the example of iron-nickel coatings the possibility of the formation of spherulites in electrodeposited alloys has been shown. We have found that the formation of the axial texture $\langle 111 \rangle$ in electrodeposited Fe-Ni alloys is accompanied by the appearance of spherulites in their structure.

Originality. The influence of the concentration of nickel ions in the electrolyte on structure formation of electrodeposited Fe-Ni alloys has been discovered, the spherulites have been found in their structure. The interdependence between the form of growth of crystals and characteristics of crystallographic texture of the alloys has been found.

Practical value. The obtained results show the possibility of the purposeful formation of certain crystallographic texture in electrodeposited Fe-Ni alloys, which can be used for restoration of the dimensions of depreciated machine components in the mining, metal-working industries and in machine-building.

Keywords: electrodeposited alloys, Fe-Ni, structure, crystallographic texture, x-ray analysis

Рекомендовано до публікації докт. техн. наук Б.В. Виноградовим. Дата надходження рукопису 19.02.13.