

**СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ  
КОМПОЗИЦИОННЫХ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ Ni–SiC  
С СУБМИКРОМЕТРОВЫМ РАЗМЕРОМ ЗЕРНА,  
ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ ВИБРАЦИОННОМ ПЕРЕМЕШИВАНИИ**

© А. В. Красиков<sup>1,2</sup>, Д. В. Агафонов<sup>2</sup>, М. В. Старицын<sup>1</sup>,  
А. А. Каширина<sup>1</sup>, М. В. Меркулова<sup>1</sup>

<sup>1</sup> НИЦ «Курчатовский институт» — ЦНИИ КМ «Прометей»,  
191015, г. Санкт-Петербург, ул. Шпалерная, д. 49

<sup>2</sup> Санкт-Петербургский технологический институт (технический университет),  
190013, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 24–26/49 литера А  
E-mail: krasikov.av@mail.ru

Поступила в Редакцию 3 августа 2023 г.  
После доработки 27 декабря 2023 г.  
Принята к публикации 29 декабря 2023 г.

*Исследован процесс электрохимического осаждения композиционного покрытия Ni–SiC с субмикрометровым порошком карбида кремния из электролита-суспензии, стабилизированной вибрационным перемешиванием. Описаны особенности структуры формирующегося покрытия. Покрытия малой толщины независимо от условий вибрационного перемешивания представляют собой слои с ярко выраженным рельефом. Исследование поперечных сечений показало, что базовым элементом, формирующим рельеф, являются металлокерамические фрагменты, состоящие из частиц SiC и никеля. Детальное исследование шлифов показало, что на поверхности каждой частицы присутствует пленка никеля, что говорит о восстановлении металла, в том числе на их поверхности. В структуре толсто-слойных композиционных покрытий также выявляются области скопления частиц SiC. Предложен механизм формирования покрытия, состоящий в адсорбции агломератов частиц SiC и в мгновенном осаждении никеля на их поверхности. Результаты исследования металлической матрицы покрытия методом дифракции обратно рассеянных электронов согласуются с предложенным механизмом.*

Ключевые слова: композиционные электрохимические покрытия; покрытие Ni–SiC; структура покрытий; размер зерна; вибрационное перемешивание

DOI: 10.31857/S0044461823070046; EDN: SWQUCF

Композиционные электрохимические покрытия являются объектом многочисленных исследований и обсуждений. Как правило, под композиционными электрохимическими покрытиями понимают слои, нанесенные на металлическую деталь при электролизе коллоидных растворов, содержащих соли металлов, или аналогичных суспензий. В качестве

дисперсной фазы могут использоваться различные твердые тугоплавкие соединения, полимеры, а иногда металлы [1, 2]. В качестве матричного материала исследователи используют практически все металлы и сплавы, применяемые в гальванотехнике, в зависимости от назначения покрытия.

Известно, что благодаря образованию композиционных электрохимических покрытий возможно получение покрытий с улучшенными эксплуатационными свойствами, такими как низкий коэффициент трения, намного более высокая микротвердость, чем у металла матрицы, и повышенная коррозионная стойкость [3, 4]. При этом сохраняется главное преимущество гальванотехники — возможность нанесения покрытий на миниатюрные детали, тонкостенные элементы и изделия сложной геометрии. Это придает композиционным покрытиям существенную практическую ценность. Обилие возможных комбинаций металлических матриц и функциональных наполнителей, которые можно привнести в структуру покрытия из электролита-суспензии, однозначно показывает огромный потенциал развития гальванотехники в этом направлении.

Ранее нами была показана эффективность электроосаждения композиционных покрытий системы Ni–SiC с размером частиц карбида кремния 5–7 мкм [5, 6] из виброоживленной суспензии. Полученные покрытия содержат равномерно распределенные частицы SiC с объемной долей до 24% и характеризуются высокой износостойкостью и микротвердостью. Осаждение композиционных покрытий той же системы с субмикрометровым размером частиц также подтверждает эффективность использования вибрации [7]. Тем не менее, несмотря на значительное количество работ по получению композиционных электрохимических покрытий, структура покрытий Ni–SiC, полученных электроосаждением из виброоживленного электролита-суспензии, остается неизученной, равно как и механизм их формирования.

Цель работы — исследовать структуру композиционных электрохимических покрытий Ni–SiC с субмикрометровым размером частиц карбида кремния и предложить механизм ее формирования.

### Экспериментальная часть

Для исследований использовали стандартный сульфатный электролит никелирования, приготовленный растворением следующих солей: NiSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O (ч.д.а.) — 250 г·л<sup>-1</sup>, NaCl (х.ч.) — 10 г·л<sup>-1</sup>, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> (х.ч.) — 30 г·л<sup>-1</sup> (все — АО «Ленреактив», кат. номера 131421, 130314, 020255 соответственно), — и дистиллированную воду, полученную в лабораторном аквадистилляторе ДЭ-4МО (АО «ТЗМОИ»). Величина pH электролита составляла 2.3, температура — 22°C. В качестве дисперсной фазы использовали субмикрометровый порошок карбида кремния мо-

дификации 3С с размером частиц 0.6–3.5 мкм (ООО «Плазмотерм»). Гранулометрические исследования порошка были проведены ранее [7]. Порошок SiC вводили в электролит в количестве 50 г·л<sup>-1</sup>.

Образцы для осаждения композиционных покрытий Ni–SiC представляли собой пластины, вырезанные из медной ленты М1М толщиной 0.2 мм (ООО «ПКФ «ЗМК») с рабочей частью размером 15 × 30 мм. Покрытия осаждали при плотности тока 2 А·дм<sup>-2</sup>. Перед нанесением покрытия образцы шлифовали, обезжиривали электрохимически в растворе Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>·12H<sub>2</sub>O (ч.) — 30 г·л<sup>-1</sup> и Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (х.ч.) — 30 г·л<sup>-1</sup> (все — АО «Ленреактив», кат. номера 130302 и 130139 соответственно), затем травили в растворе H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (х.ч.) — 30 г·л<sup>-1</sup> (АО «Ленреактив», кат. номер 170212). Концентрации компонентов растворов для подготовки поверхности образцов выбрали по ГОСТ 9.305 «Покрытия металлические и неметаллические. Операции технологических процессов получения покрытий».

Для формирования взвеси частиц в электролите возле дна лабораторной гальванической ванны была расположена вибрирующая площадка с массивом конических отверстий, распечатанная на 3D-принтере Picasso Designer XL Pro (ООО «Пикассо 3Д») из пластмассы АВС (ООО «Завод полимерных труб») по 3D-модели, разработанной авторами данной статьи. Площадка приводилась в движение вибростендом TiraVib (TIRA) под управлением низкочастотного источника сигналов ГЗ-112/1 (ПАО «Завод Радиоприбор»). Схема установки представлена на рис. 1. Частоту колебаний площадки регулировали в интервале 10–100 Гц, амплитуду задавали равной 1 мм.

Металлографические исследования проводили на растровом электронном микроскопе Tescan Vega 3 (Tescan). Количество включений в покрытии оценивали путем анализа содержания никеля и кремния и последующего расчета объемного содержания керамической фазы, считая содержание углерода и кремния в керамической фазе эквивалентным. Химический состав определяли с помощью энергоспектрального микроанализатора состава Inca X-max (Oxford Instruments) с радиусом зоны генерации сигнала не более 1.5 мкм. Структуру матрицы в композиционных покрытиях исследовали методом дифракции обратно рассеянных электронов на электронном микроскопе Tescan Lyra 3 (Tescan).

### Обсуждение результатов

При прочих равных условиях, т. е. плотности тока, температуре электролита, величине pH, амплитуде

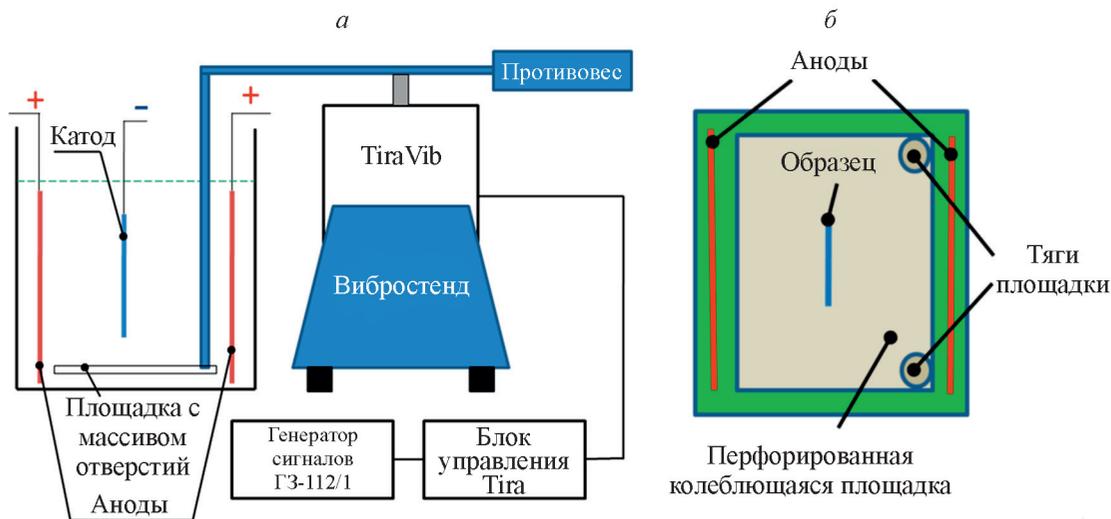


Рис. 1. Установка для получения образцов композиционных покрытий (а); расположение образца в гальванической ванне (б).

колебаний перфорированной площадки, частота ее колебаний влияет на количество карбида кремния, захватываемое растущим композиционным покрытием. С увеличением частоты колебаний от 10 до 100 Гц происходит монотонное увеличение объемной доли внедренного SiC, характер изменения состава практически линейный (рис. 2).

Исследование структуры поверхности покрытий, проведенное с помощью электронного микроскопа, выявляет их существенную шероховатость. Поверхность покрытия имеет своеобразные караллоподобные образования (или кораллиты), не характерные для гальванических никелевых слоев\* (рис. 3). Более детальное исследование поверхности осажденных композиционных покрытий Ni–SiC при большом увеличении не позволяет выявить наличие частиц SiC на поверхности. Это косвенно говорит о том, что все частицы SiC находятся под слоем металла, достаточно тонким для того, чтобы энергодисперсионный анализатор смог зафиксировать присутствие кремния. По-видимому, используемый субмикрометровый порошок SiC обладает поверхностной проводимостью, что и позволяет никелю осаждаться на поверхности каждой частицы. В промежутках между караллоподобными образованиями поверхность имеет структуру классического никелевого гальванопокрытия, полученного без добавок (рис. 4).

Для определения локального химического состава структурных элементов покрытия были выбраны три зоны по следующему принципу: зона 1, не относящаяся

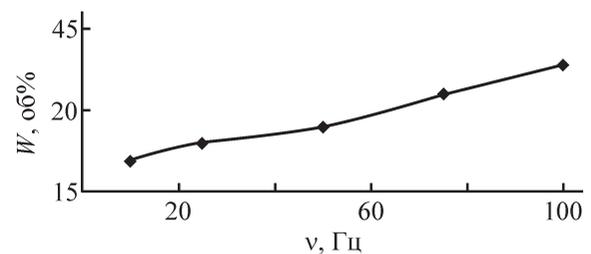


Рис. 2. Влияние частоты колебаний перфорированной площадки на объемную долю SiC в композиционном покрытии Ni–SiC.

ся к кораллитам, зона 2, охватывающая кораллит, и зона 3, расположенная вблизи кораллита. При определении локального химического состава отдельных элементов, выявляемых при большом увеличении (см. таблицу), в зонах 1 и 3 фиксируется преимущественно никель и незначительное количество кремния. В зоне 2, напротив, обнаруживается существенное содержание кремния до 21.6 ат%, что говорит о локализации частиц SiC в структуре кораллитов.

Поэлементное картирование образцов, проведенное с помощью растрового электронного микроскопа, выявляет микронеоднородности распределения частиц SiC (рис. 5). Аналогичная структура наблюдается и при внедрении субмикрометровой фракции во время соосаждения наноразмерного карбида кремния с никелем из сульфатного электролита [8], и при осаждении композита Ni–MoS<sub>2</sub> [9].

На картах распределения элементов прослеживается обратная корреляция локальных концентраций никеля, кремния и углерода. Таким образом, в точках поверхности, свободных как от кремния, так и от

\* Мельников С. П. Справочник по гальванопокрытиям в машиностроении. М.: Машиностроение, 1979. С. 112–113.

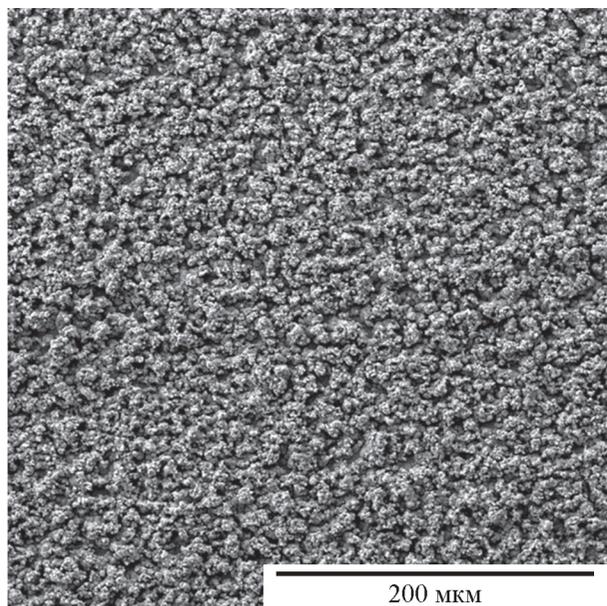


Рис. 3. Характерная структура поверхности композиционного покрытия Ni-SiC, осажденного при плотности тока  $2 \text{ A} \cdot \text{дм}^{-2}$  в течение 20 мин, частоте колебаний перфорированной площадки 50 Гц и амплитуде 1 мм.

углерода, наблюдается максимальная концентрация никеля. Отсутствие видимых частиц карбида кремния на поверхности покрытия, значительное количество кремния в кораллитах и его практически полное отсутствие в промежутках между ними позволяют заключить, что формирование композиционного покрытия в данной системе протекает через образование вышеупомянутых кораллитов, которые состоят из агломератов частиц SiC, покрытых тонкой пленкой металлического никеля.

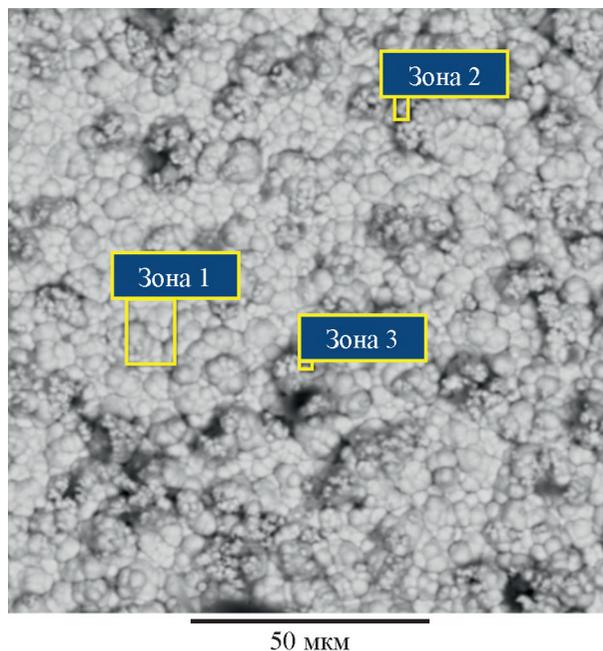


Рис. 4. Зоны определения химического состава отдельных структурных элементов композиционного покрытия Ni-SiC, осажденного при плотности тока  $2 \text{ A} \cdot \text{дм}^{-2}$  в течение 20 мин, частоте колебаний перфорированной площадки 50 Гц и амплитуде 1 мм.

Для проверки этого предположения была подготовлена серия поперечных микрошлифов композиционных покрытий, полученных при различных частотах колебаний и содержащих соответственно различное количество карбида кремния. Покрытия имеют крайне неоднородную структуру и толщину (рис. 6). Частицы карбида кремния локализованы преимущественно в утолщениях покрытия (кораллитах),

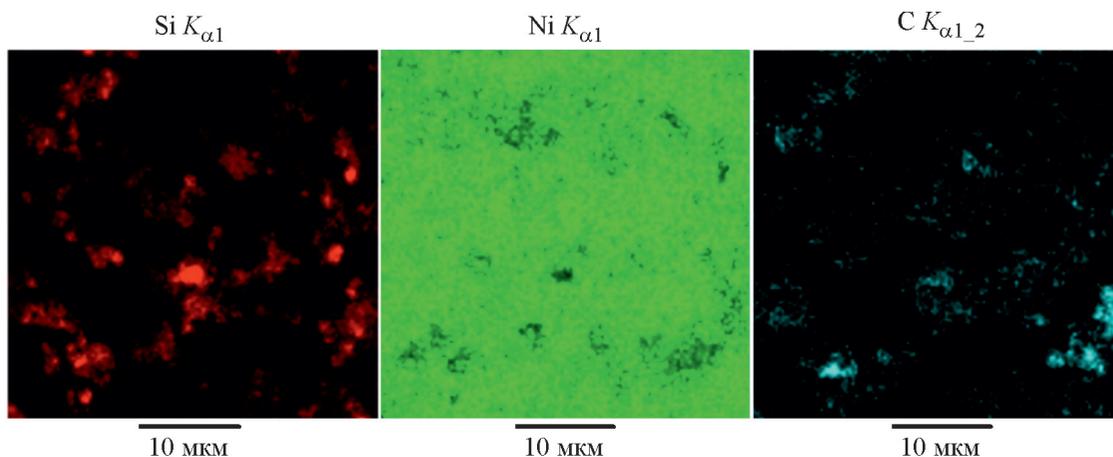


Рис. 5. Карта распределения элементов по поверхности покрытия Ni-SiC, осажденного при частоте 50 Гц и амплитуде колебаний перфорированной площадки 1 мм.

Содержание SiC — 19 об%.

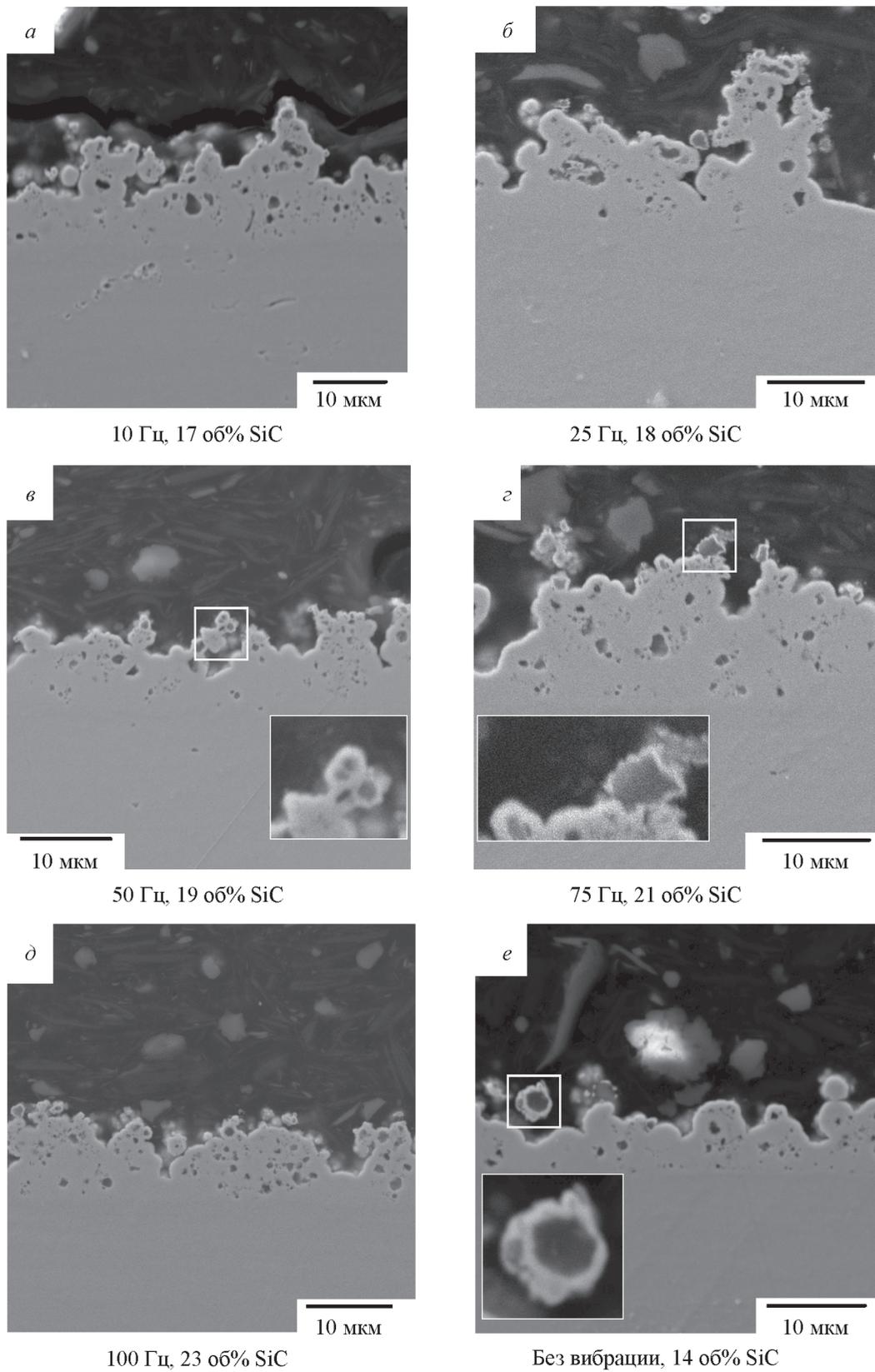


Рис. 6. Поперечные сечения образцов покрытия Ni-SiC, осажденных при различной частоте колебаний перфорированной площадки и амплитуде 1 мм в течение 20 мин при плотности тока  $2 \text{ A} \cdot \text{дм}^{-2}$ .

Химический состав отдельных элементов поверхности композиционного покрытия Ni–SiC, осажденного при плотности тока  $2 \text{ A} \cdot \text{дм}^{-2}$  в течение 20 мин, частоте колебаний перфорированной площадки 50 Гц и амплитуде 1 мм

Зона сканирования	Si, ат%	Ni, ат%
Зона 1, не относящаяся к кораллитам	3.2	96.8
Зона 2, охватывающая кораллит	21.6	78.4
Зона 3, расположенная вблизи кораллита	3.5	96.5

в то время как между кораллитами они практически отсутствуют. Частицы SiC собраны в металлокерамические фрагменты. Кроме того, на представленных изображениях четко фиксируются частицы SiC, покрытые тонкой пленкой металла (рис. 6, в, з, е). Это подтверждает предположение о наличии поверхностной электропроводности частиц.

Полученный вывод объясняет причину формирования специфической структуры поверхности полученных покрытий. Как было предположено выше, субмикрометровые частицы SiC в электролите существуют в виде агломератов. Этому способствует низкий  $\zeta$ -потенциал частиц, который составляет +4.5 мВ и обусловлен высокой концентрацией солей в электролите, и значительная поверхностная свободная энергия, свойственная мелкодисперсным порошкам [7]. Эти агломераты перемещаются вместе с потоками электролита, вызванными вибрацией перфорированной площадки в ванне, и контактируют с поверхностью образца, которая к тому времени уже покрыта слоем никеля некоторой толщины. Как только происходит контакт, частицы, входящие в состав агломерата, покрываются слоем никеля. Растущие кристаллы никеля разъединяют частицы, с одной стороны обеспечивая доступ электролита внутрь агломерата, а с другой — фиксируя их положение относительно друг друга, образуя металлокерамические фрагменты композиционного покрытия. Хаотичное строение агломератов и приводит к тому, что фрагменты, содержащие SiC, имеют столь причудливую форму. Следует отметить, что в случае использования более крупнодисперсного порошка карбида кремния, не обладающего электропроводящими свойствами, подобного явления не наблюдается [5, 6].

Осаждение композиционных покрытий по такому механизму может приводить к их существенной пористости, особенно при нанесении покрытий большой толщины. Это ставит под сомнение целесообразность

использования рассмотренного подхода к синтезу толстослойных композиционных покрытий Ni–SiC. Для проверки предположения об образовании пор в данном случае необходимы исследования структуры покрытия Ni–SiC толщиной хотя бы 30–40 мкм.

Исследования поперечных шлифов образцов, осажденных за продолжительное время (2.5 ч), показали, что формирующиеся композиционные покрытия, против ожидания, имеют высокую сплошность, т. е. пористость (как сквозная, так и закрытая) отсутствует. На первый взгляд, частицы SiC распределены в объеме покрытия равномерно, однако детальное изучение изображения выявляет микронеоднородности. В сечении покрытия обнаруживаются зоны неправильной формы, практически свободные от частиц SiC, которые формируют неупорядоченную ячеистую структуру (рис. 7).

Проведенные металлографические исследования позволяют сделать предположение о механизме формирования структуры покрытия. Вынужденная конвекция электролита суспензии, вызванная вибрацией, доставляет все новые и новые агломераты из частиц SiC, которые, касаясь катода, фиксируются на поверхности, превращаясь в металлокерамические фрагменты. Поскольку их электропроводность существенно ниже, чем у чистого металлического никеля, локальные потенциалы на катоде перераспределяются, и захват новых агломератов становится менее вероятным. В то же время значительно повышается локальная плотность тока на участках между метал-

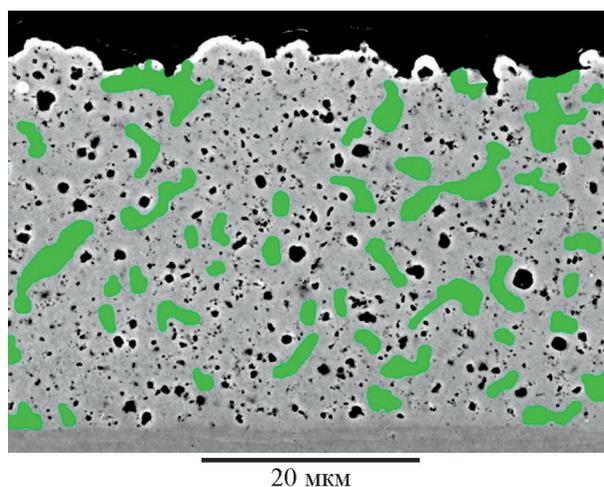


Рис. 7. Поперечное сечение композиционного покрытия, сформированного при продолжительном осаждении 2.5 ч при плотности тока  $2 \text{ A} \cdot \text{дм}^{-2}$ , частоте колебаний перфорированной площадки 50 Гц и амплитуде колебаний 1 мм.

Выделенные участки — зоны без частиц SiC.

локерамическими фрагментами, и они заполняются никелем. На некоторой стадии заполнения локальные потенциалы вновь перераспределяются, и фиксация агломератов SiC с последующим превращением их в металлокерамические кластеры вновь становится возможной. Таким образом, формируется своеобразная скелетная структура покрытия.

Предложенный механизм формирования неоднородной структуры композиционных покрытий Ni–SiC с субмикрометровым размером зерна позволяет сделать вывод, что с порошками с поверхностной проводимостью можно получить толстослойные покрытия с высокой объемной долей керамической компоненты только при высоких концентрациях порошка в электролите.

Внедрение субмикрометровых частиц карбида кремния существенно изменяет структуру металлической матрицы. Исследование методом дифракции обратно рассеянных электронов, позволяющим, в числе прочего, выявлять границы и субграницы зерен материала, ярко это показывает (рис. 8). Электроосажденное никелевое покрытие имеет характерную столбчатую структуру, ориентированную нормально к поверхности катода. Размеры структурных элементов относительно велики и достигают ~25 мкм в длину. Сами же эти элементы состоят из более мелких зерен размером до 5 мкм (рис. 8, а). Совокупность ориентировок зерен в пределах проанализированного участка никелевого покрытия образует аксиальную текстуру с осью (110), лежащей нормально к плоскости катода. Вблизи границы раздела зерна настолько малы, что их объемы оказываются недостаточными для эффективной генерации картин электронной дифракции. Это объясняется

перенапряжением кристаллизации никеля в начале осаждения на чужеродной поверхности [10].

Вблизи границы раздела никелевое покрытие характеризуется относительно малым размером зерна, хотя столбчатое строение сохраняется. Наличие данного переходного слоя характерно для гальванопокрытий, сформированных на чужеродных металлах, что обусловлено влиянием кристаллической решетки металла основы на рост покрытия. На основании анализа карт дифракции обратно рассеянных электронов установлено, что толщина данного слоя составляет 3.2–3.5 мкм.

В композиционном покрытии зерна крайне малы, их размер едва превышает 1 мкм (рис. 8, б). Особенно мелкодисперсной структура является вблизи включений SiC, а на границе раздела размер зерен никеля меньше предела обнаружения методом дифракции обратно рассеянных электронов, в связи с чем на карте дифракции наблюдаются темные участки. По мере удаления от частиц размер зерна возрастает. Зерна имеют округлую форму, их ориентация в пространстве хаотична, и текстуры не наблюдается. Мелкодисперсность зерен матрицы, вызванная внедрением композиционных частиц, очевидно, приводит к увеличению ее микротвердости, что положительно сказывается на микротвердости покрытия в целом. Малый размер зерна металлической матрицы говорит о том, что упрочнение, вызванное внедрением частиц при формировании композиционных покрытий [11], обусловлено влиянием двух факторов: дисперсионным упрочнением и измельчением структуры матрицы, что в соответствии с законом Холла–Петча должно увеличивать ее прочность и твердость. Какой из двух факторов влияет сильнее,

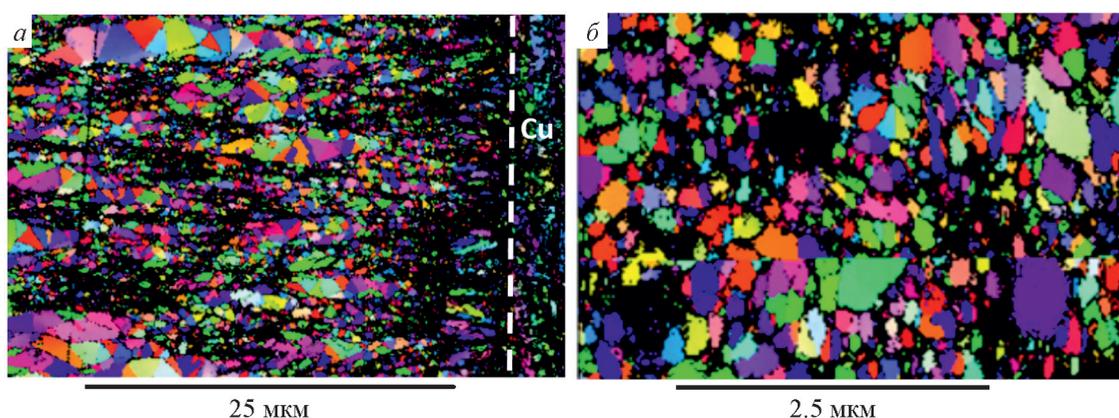


Рис. 8. Сравнение карт ориентации кристаллов никеля в пространстве для гомогенного никелевого (а) и композиционного (б) покрытия.

Белой пунктирной линией обозначена граница между покрытием (слева) и медной основой (справа).

по-видимому, определяется характером, размером и плотностью распределения частиц.

Исследование методом дифракции обратно рассеянных электронов при высоком разрешении выявляет, что вблизи границы раздела между медной основой и композиционным покрытием структура матрицы несколько отличается от структуры в объеме. Зерна никеля очень малы, но имеют вытянутую форму, что соответствует начальной стадии роста стандартного никелевого покрытия. Однако частицы SiC, захваченные матрицей, оказывают влияние на процесс ее кристаллизации, и рост металла нарушается. Вместо формирования переходного слоя с самого начала происходит рост хаотично ориентированных мелких зерен. Внедрение частиц второй фазы нарушает эпитаксиальный рост, не позволяя формироваться текстуре. В переходном слое наблюдается тенденция к формированию структуры, характерной для переходного слоя гомогенного никелевого покрытия, но только до тех пор, пока на растущем металле не адсорбируется частица SiC (рис. 9). После этого структура металла становится хаотичной, а форма зерен — равноосной. Это же наблюдается и при введении наноразмерных частиц  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ , SiC в никелевую матрицу [8, 11].

Формирование мелкодисперсной структуры матричного материала в покрытии может являться следствием следующих причин: увеличение поляризации

электрода вследствие адсорбции на поверхности металла инородных частиц, искажение фронта роста кристаллов при встрече с частицами, ингибирование роста граней кристаллов наноразмерными частицами.

В отсутствие поверхностно-активных веществ формировалась мелкодисперсная структура матричного металла с размером зерен металла от нескольких десятков до нескольких сотен нанометров [8, 9, 11]. В то же время в работе [12] при исследовании композиций Ni–SiC с частицами размером 50 и 60 нм не обнаружилось существенного измельчения зерна матрицы. При этом частицы SiC включаются внутрь зерен матрицы, т. е. преимущественный механизм упрочнения в этом случае — дисперсионный. Различие между этими покрытиями состояло в объемной доле и, следовательно, плотности распределения частиц в матрице. При содержании частиц вплоть до 7.6 об% и размере частиц 60 нм существенных отклонений в механизме роста никелевых кристаллов не наблюдается [9]. Мелкодисперсные зерна никеля расположены в основном вблизи границы раздела между покрытием и медной основой, и такая микроструктура сохраняется на расстоянии от границы не более 5 мкм. На большем расстоянии от границы раздела между основой и покрытием начинается формирование крупных зерен. Увеличение размера частиц SiC до 300 нм при той же объемной доле (7.4%) [11] также не приводит к принципиальным изменениям в

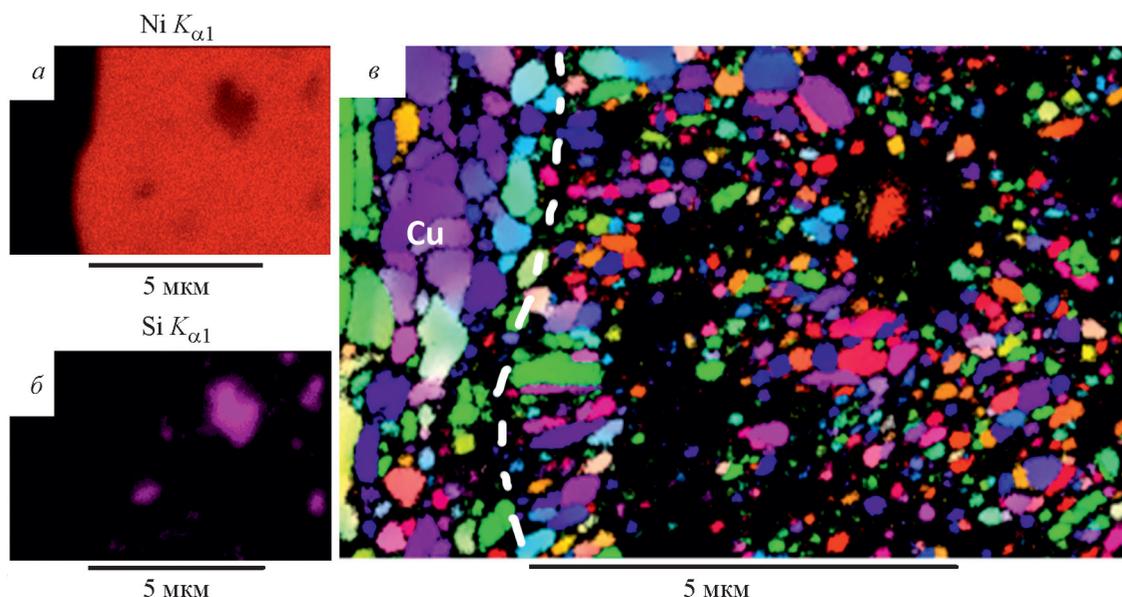


Рис. 9. Структура матрицы композиционного покрытия Ni–SiC на поперечном шлифе вблизи границы раздела с медной основой: а) карта распределения никеля; б) карта распределения кремния; в) визуализация зеренной структуры матрицы с помощью метода дифракции обратно рассеянных электронов.

Белой пунктирной линией показана граница раздела между медью и композиционным покрытием.

строении никелевой матрицы. Хотя в матрице наблюдается значительное количество дефектов и размер зерна становится меньше, сохраняется тенденция к формированию колончатой структуры, характерной для никеля.

В то же время в композиционных покрытиях с частицами SiC размером 500 нм и объемной долей 8 и 19% наблюдается полное исключение эпитаксиального роста и формирование мелкодисперсной структуры [12]. В покрытиях с высокой объемной долей наноразмерных частиц SiC происходит существенное измельчение структуры матрицы [8]. При этом внедрение электропроводных частиц MoS<sub>2</sub> в количестве 19.5 об% также приводит к значительному измельчению зерен матрицы [11], т. е. наличие или отсутствие электропроводности у частиц не принципиально для измельчения зерна матрицы композиционного покрытия.

Это говорит о том, что для изменения механизма роста матрицы и перехода от столбчатой структуры к хаотично-ориентированной необходимо достичь некоей плотности заполнения поверхности катода частицами, вероятно для каждой системы своей. Однако это требование справедливо для измельчения зерна матрицы как за счет поляризации, так и за счет искажения фронта роста кристаллов при встрече с частицей. Ингибирование роста зерен вряд ли является объяснением формирования мелкого зерна в матрице, поскольку, во-первых, существуют случаи захвата частицы внутрь зерна матрицы без существенных искажений [11] и, во-вторых, матрица сохраняет мелкозернистую структуру даже на существенном удалении от частицы, а измельчение зерна матрицы настолько интенсивное, что зерна металла могут быть меньше размера упрочняющей частицы (рис. 8, б; 9, в), что также наблюдалось и в [8].

Еще одной причиной мелкодисперсности никелевой матрицы может быть кристаллизация металла на поверхности проводящих частиц SiC. В этом случае с учетом того, что образование металлической оболочки на поверхности частицы SiC происходит за короткий промежуток времени, разумно предположить, что никель на частицах восстанавливается со значительным перенапряжением, обусловленным кристаллизацией на химически чужеродной поверхности. Это должно приводить к крайне мелкодисперсному строению металла, обусловленному перенапряжением кристаллизации [10], что и наблюдается в настоящем исследовании. По мере удаления фронта роста металла от частицы размер зерна должен возрастать, что также подтверждено исследованием методом дифракции обратно рассеянных электронов.

## Выводы

Исследование осаждения композиционного электрохимического покрытия Ni–SiC при вибрационном перемешивании показывает, что, несмотря на влияние частоты колебаний на объемную долю частиц SiC в покрытии, структура покрытия принципиально не изменится. Полученное при непродолжительном осаждении (20 мин) покрытие состоит из кораллитов, в которых каждая частица SiC имеет оболочку из металла, что свидетельствует о наличии поверхностной электропроводности. В толстослойных композиционных покрытиях Ni–SiC, полученных при длительном осаждении, выявлена скелетная структура. На основании сравнения структуры матриц полученных композиционных покрытий Ni–SiC с гомогенным электрохимически осажденным никелевым слоем показано, что включение частиц SiC приводит к измельчению зерен матричного металла. При этом дробление структуры металла при формировании композиционного электрохимического покрытия не связано с наличием поверхностной электропроводности частиц SiC.

В статье предложен механизм формирования структуры покрытия, объясняющий обнаруженные неоднородности распределения армирующих частиц в покрытии. Он состоит в том, что агломераты частиц SiC при контакте с поверхностью катода покрываются пленкой никеля и фиксируются на поверхности, формируют металлокерамические фрагменты хаотичной формы, промежутки между которыми заполняются никелем.

## Благодарности

Экспериментальные исследования выполнены на оборудовании Центра коллективного пользования научным оборудованием «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» — ЦНИИ КМ «Прометей».

## Финансирование работы

Представленный материал получен в рамках реализации гранта Российского научного фонда «Проведение исследований научными лабораториями мирового уровня в рамках реализации приоритетов научно-технологического развития Российской Федерации», Президентской программы исследовательских проектов, реализуемых ведущими учеными, в том числе молодыми учеными, по соглашению № 21-73-30019.

### Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

### Информация о вкладе авторов

А. В. Красиков — автор идеи исследования и механизма формирования структуры покрытия, осуществил сборку и настройку установки для получения образцов; Д. В. Агафонов — автор идеи вибрационного метода стабилизации агрегатного состояния электролита-суспензии, идеи о конструкции перемешивающей системы, использованной в работе; М. В. Старицын применил метод дифракции обратно рассеянных электронов и проводил ключевые исследования методом электронной микроскопии, участвовал в анализе карт дифракции обратно рассеянных электронов; А. А. Каширина проводила металлографические исследования, в том числе методом растровой электронной микроскопии, участвовала в анализе наблюдаемой структуры покрытия; М. В. Меркулова обеспечивала получение образцов, участвовала в анализе структуры покрытий и являлась соавтором предложенного механизма формирования их структуры.

### Информация об авторах

*Красиков Алексей Владимирович*, к.х.н.  
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1625-2347>  
*Агафонов Дмитрий Валентинович*, к.т.н., доцент  
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2669-6136>  
*Старицын Михаил Владимирович*  
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0088-4577>  
*Каширина Анастасия Анверовна*  
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9533-0779>  
*Меркулова Мария Витальевна*  
ORCID: <https://orcid.org/0009-0005-1772-3103>

### Список литературы

- [1] Walsh F. C., Ponce de Leon C. A review of the electrodeposition of metal matrix composite coatings by inclusion of particles in a metal layer: An established and diversifying technology // Transactions of the IMF. 2014. V. 92. N 2. P. 83–98.  
<https://doi.org/10.1179/0020296713Z.000000000161>
- [2] Robin A., Rosa J. L., Silva M. B. Electrodeposition and characterization of Cu–Nb composite coatings // Surf. Coat. Technol. 2010. V. 205. N 7. P. 2152–2159.  
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.08.124>
- [3] Буркат Г. К., Гоорницкий И. В., Долматов В. Ю. Электроосаждение никеля в присутствии наноуглеродных добавок // Изв. СПбГТИ (ТУ). 2011. № 11. С. 97–99. <https://www.elibrary.ru/ogmymb>
- [4] Sangeetha S., Paruthimal Kalaignan G. Tribological and electrochemical corrosion behavior of Ni–W/BN (hexagonal) nano-composite coatings // Ceram. Int. 2015. V. 45. N 9. P. 10415–10424.  
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.04.089>
- [5] Красиков А. В., Агафонов Д. В., Марков М. А., Быкова А. Д., Беляков А. Н., Кравченко И. Н., Галиновский А. Л., Кузнецов Ю. А. Электроосаждение композиционного покрытия Ni–SiC из вибрационно-стабилизированного электролита-суспензии // Электрометаллургия. 2022. № 7. С. 3–12.  
<https://doi.org/10.31044/1684-5781-2022-0-7-3-12>  
<https://www.elibrary.ru/NDINPA>  
[Krasikov A. V., Agafonov D. V., Markov M. A., Bykova A. D., Belyakov A. N., Kravchenko I. N., Galinovskii A. L., Kiznetsov Yu. A. Electrodeposition of Ni–SiC composite coating from a vibration-stabilized electrolyte-suspension // Russ. Metall. (Met.) 2023. V. 2023. N 6. P. 796–802.  
<https://doi.org/10.1134/S0036029523060241>]
- [6] Красиков А. В., Марков М. А., Красиков В. Л., Кравченко И. Н., Старицын М. В., Быкова А. Д., Беляков А. Н. Влияние параметров вибрации при электроосаждении композиционных покрытий Ni–SiC из вибрационно-стабилизированной суспензии // Проблемы машиностроения и надежности машин. 2022. № 4. С. 34–40.  
<https://doi.org/10.31857/S0235711922040113>  
<https://www.elibrary.ru/nzbwrk>  
[Krasikov A. V., Markov M. A., Krasikov V. L., Kravchenko I. N., Staritsyn M. V., Bykova A. D., Belyakov A. N. Influence of vibration parameters during electrodeposition of Ni–SiC composite coatings from a vibration stabilized suspension // J. Mach. Manuf. Reliab. 2022. V. 51. N 4. P. 300–305.  
<https://doi.org/10.3103/S1052618822040100>]
- [7] Красиков А. В., Красиков В. Л., Марков М. А., Кравченко И. Н., Галиновский А. Л., Беляков А. Н., Старицын М. В., Быкова А. Д. Влияние параметров вибрации на состав композиционного электрохимического покрытия никель–субмикронный карбид кремния // Электрометаллургия. 2022. № 10. С. 11–18.  
<https://doi.org/10.31044/1684-5781-2022-0-10-11-18>  
<https://www.elibrary.ru/xkjisp>  
[Krasikov A. V., Krasikov V. L., Markov M. A., Kravchenko I. N., Galinovskii A. L., Belyakov A. N., Staritsyn M. V., Bykova A. D. Influence of vibration parameters on the composition of an electrochemical nickel — submicron silicon carbide composite coating // Russ. Metall. (Met.) 2023. V. 2023. N 6. P. 803–808.  
<https://doi.org/10.1134/S0036029523060253>]

- [8] Wang S. C., Wei W. C. J. Kinetics of electroplating process of nano-sized ceramic particle/Ni composite // Mater. Chem. Phys. 2003. V. 78. P. 574–580. [https://doi.org/10.1016/S0254-0584\(01\)00564-8](https://doi.org/10.1016/S0254-0584(01)00564-8)
- [9] Pinate S., Leisner P., Zanella C. Wear resistance and self-lubrication of electrodeposited Ni–SiC:MoS<sub>2</sub> mixed particles composite coatings // Surf. Coat. Technol. 2021. V. 421. ID 127400. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127400>
- [10] Ваграмян А. Т., Жамагорцяну М. А. Электроосаждение металлов и ингибирующая адсорбция. М.: Наука, 1969. С. 95–100.
- [11] Pinate S., Ispas A., Leisner P., Zanella C. Electrocodeposition of Ni composites and surface treatment of SiC nano-particles // Surf. Coat. Technol. 2021. V. 406. ID 126663. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.126663>
- [12] Pinate S., Eriksson F., Leisner P., Zanella C. Effects of SiC particles codeposition and ultrasound agitation on the electrocrystallisation of nickel-based composite coatings // J. Mater. Sci. 2021 V. 56. P. 18463–18476. <https://doi.org/10.1007/s10853-021-06483-z>
-