



بررسی خوردگی پوشش‌های چندلایه $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$ تولید شده با آبکاری پالسی به کمک التراسونیک

هیوا مجیدی^۱، محمود علی اف خضرای^۲، عبدالسلام کریم زاده^۳، علیرضا صبور روح اقدم^۴

۱. دانشگاه تربیت مدرس (دانشجوی کارشناس ارشد) ۲. (استاد بار) ۳. (دانشجوی دکتری) ۴. (دانشیار)

چکیده

فرایند آبکاری پالسی یک روش بسیار مناسب برای تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی تقویت شده با ذرات سرامیکی است. در این مطالعه، پوشش‌های چندلایه $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$ شامل ۶ لایه متناوب روی فولاد ساده کربنی به کمک همزدن التراسونیک از حمام واتس پوشش داده شده‌اند. ساختار و مورفولوژی عرض مقطع اچ شده پوشش‌ها با میکروسکوپ الکترونی رویی (SEM) بررسی شده است. رفتار خوردگی این پوشش‌ها در محلول $1\text{M H}_2\text{SO}_4$ ارزیابی شده است. همه پوشش‌ها رفتار اکتیو-پسیو را نشان داده‌اند و همچنین با افزایش فرکانس از ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ هرتز و افزایش چرخه کاری از ۲۰ تا ۸۰٪ مقاومت پلاریزاسیون حدود ۲ برابر افزایش یافته است.

واژه‌های کلیدی: آبکاری پالسی، پوشش‌های چندلایه، پوشش‌های نانو کامپوزیتی $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$ همزدن التراسونیک، رفتار خوردگی.

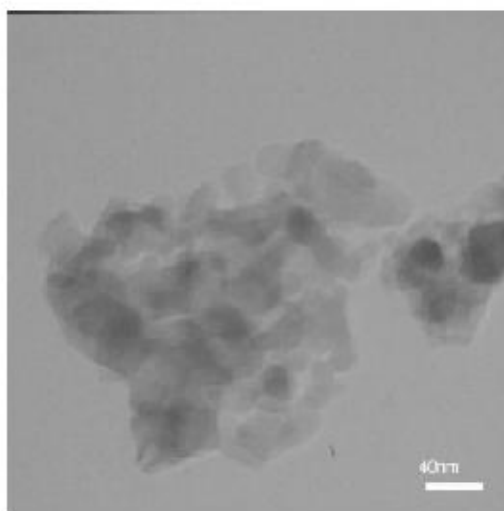
مقدمه

تجهیزات فلزی مورد استفاده در صنایع مختلف تحت خسارت‌های سایشی و خوردگی هستند. بنابراین توسعه پوشش‌های مقاوم به خوردگی لازم و ضروری است. پوشش‌های حاوی نانو ذرات به خوبی پراکنده شده در زمینه فلزی سختی و مقاومت در برابر سایش و خوردگی بهتری نسبت به فلزات خالص و یا آلیاژها را نشان داده‌اند [۱-۴]. پوشش‌های زمینه نیکلی تقویت شده با نانو ذرات Al_2O_3 اغلب در کاربردهای مقاوم در برابر سایش استفاده می‌شوند و همچنین آنها بخاطر مقاومت در برابر خوردگی خود شناخته شده‌اند [۵، ۶]. این پوشش‌ها به عنوان پوشش سیلندرهای موتور، دریچه‌های فشار بالا، قالب‌ها، در تولید ابزار موسیقی، اتصالات دستگاه مته، لوازم جانبی خودرو و هواپیماهای کوچک و قطعات برقی کاربرد دارند [۷]. مقدار ذرات سرامیکی در زمینه نیکل، ریزساختار و خواص پوشش را تحت تاثیر قرار می‌دهد [۸]. ساختار و خواص پوشش‌ها به غلظت و توزیع ذرات و همچنین به نوع محلول مورد استفاده و پارامترهای آبرکاری (چگالی جریان، دما، مقدار pH، و غیره) بستگی دارد [۲، ۹، ۱۰]. با این حال، رسوب ذرات خنثی ریز مانند نانو آلومینا تمایل به آگلومره شدن در پوشش به دلیل انرژی سطحی بالای آنها دارند. آگلومره شدن ذرات آلومینا را می‌توان با انرژی التراسونیک یا با اضافه کردن فعال کننده سطحی به حمام نیکل کاهش داد [۳، ۵، ۱۱]. پوشش‌های نانوکامپوزیتی شامل دو یا چند لایه متناوب با ساختار یا ترکیب متفاوت، مقاومت به اکسیداسیون، رفتار مکانیکی [12] و الکتروشیمیایی بهتری نسبت به پوشش‌های تک لایه را نشان داده‌اند. این پوشش‌ها با روش‌های مختلف رسوب فیزیکی بخار (PVD)، رسوب شیمیایی بخار (CVD)، پاشش پلاسمای حرارتی و آبرکاری تولید شده‌اند [13]. آبرکاری به دلیل دمای رسوب نشانی پایین، هزینه پایین و کنترل ضخامت پوشش‌ها به طور وسیعی برای تولید پوشش‌های نانوکامپوزیت استفاده شده است [14]. آبرکاری پالسی به دلیل مزایای همچون اعمال چگالی جریان بالاتر، بازدهی بالاتر و پارامترهای متغیر بیشتر نسبت به آبرکاری جریان مستقیم در دهه‌های اخیر مورد توجه قرار گرفته است [۱۵].

در این مطالعه، پوشش‌های چندلایه شامل ۶ لایه تحت فرکانس پله‌ای ۱۰۰-۱۰۰۰ Hz در چرخه‌های کاری مختلف و تحت چرخه کاری پله‌ای ۲۰-۸۰٪ در فرکانس‌های مختلف از حمام واتس به همراه همزدن التراسونیک رسوب داده شده‌اند. تاثیر فرکانس و چرخه کاری روی مورفولوژی و مقدار نانوذرات در پوشش‌ها مورد ارزیابی قرار گرفته است. افزون بر این، رفتار الکتروشیمیایی پوشش‌ها در محلول $1M H_2SO_4$ بررسی شده است.

مواد و روش تحقیق

پوشش‌های نانوکامپوزیت چندلایه نیکل-آلومینا از حمام سولفات نیکل اسیدی رسوب داده شده‌اند. برای تهیه حمام با غلظت آلومینا ۵۰ گرم بر لیتر، نانوذرات آلومینا به حمام افزوده شده است. شکل ۱ عکس میکروسکوپ الکترون عبوری (TEM) نانوذرات Al_2O_3 را نشان می‌دهد. ترکیب حمام و شرایط آبرکاری در جدول ۱ نشان داده شده است. سوسپانسیون همگن آلومینا در حمام واتس با استفاده از همزن مغناطیسی با سرعت ۳۰۰ rpm به مدت ۲۴ ساعت قبل از آبرکاری و سپس با استفاده از همزن التراسونیک (20 kHz, 400 W, TOPSONIC) به دست آمده است. فرکانس و توان همزن التراسونیک به ترتیب 20 kHz و 150 w برای 200cc حمام آبرکاری به مدت ۳۰ دقیقه بوده است. از ورق فولاد ساده کربنی با مساحت 20 cm^2 به عنوان کاتد استفاده شده است. ورق نیکلی با خلوص بالا (۹۹٫۷۵٪) به عنوان کاتد استفاده شده است. قبل از آبرکاری، کاتدها با کاغذ سنباده تا گرید ۱۲۰۰ پولیش، سپس با آب مقطر شسته شدند. سطح کاتد با محلول HCl (15%) فعال و دوباره با آب مقطر شستشو شده است. هنگام آبرکاری همزن مغناطیسی و التراسونیک به طور همزمان به ترتیب با 150 و 90W اعمال شده است.



شکل ۱: عکس TEM نانوذرات Al_2O_3 .

جدول ۱: ترکیب حمام و شرایط آبرکاری.

$NiSO_4 \cdot 6H_2O$ ($g \cdot L^{-1}$)	250
$NiCl_2 \cdot 6H_2O$ ($g \cdot L^{-1}$)	40
H_3BO_3 ($g \cdot L^{-1}$)	35
Al_2O_3 ($g \cdot L^{-1}$)	50
چگالی جریان میانگین ($A \cdot dm^{-2}$)	5

فرکانس (Hz)	100-550-1000
چرخه کاری (%)	20-80
همزن مغناطیسی در طول آبکاری (rpm)	150
همزن التراسونیک در طول آبکاری ($W.cm^{-2}$)	۴۵
دما ($^{\circ}C$)	50 ± 2
pH	4 ± 0.3

پوشش‌های استفاده شده در این مطالعه در چگالی جریان متوسط $5 A.dm^{-2}$ و در شرایط پالسی مختلف رسوب داده شده‌اند. برای مطالعه تاثیر فرکانس روی پوشش‌های نانوکامپوزیت چندلایه نمونه‌ها تحت چرخه کاری پله-ای ۲۰-۸۰٪ در فرکانس‌های ثابت ۱۰۰، ۵۵۰ و ۱۰۰۰ Hz پوشش داده شدند. و همچنین برای بررسی تاثیر چرخه کاری روی پوشش‌های چندلایه نمونه‌ها تحت فرکانس پله‌ای ۱۰۰-۱۰۰۰ Hz در چرخه‌های کاری ثابت ۲۰، ۵۰ و ۸۰٪ پوشش داده شدند. جزئیات پارامترهای پالس برای نمونه‌ها در جدول ۲ نشان داده شده است.

جدول ۲: پارامترهای پالس برای تولید پوشش‌های نانوکامپوزیتی چندلایه $Ni-Al_2O_3$

نمونه	f (Hz)	Θ (%)	t_{off} (ms)	t_{on} (ms)	i_p ($A.dm^{-2}$)
f_{100}	100	20-80-20-80-20-80	8-2	2-8	25-6.25
f_{550}	550	20-80-20-80-20-80	1.4-0.36	0.36-1.4	25-6.25
f_{1000}	1000	20-80-20-80-20-80	0.8-0.2	0.2-0.8	25-6.25
D_{20}	100-1000-100-1000-100-1000	۲۰	8-0.8	-0.2۲	۲۵
D_{50}	100-1000-100-1000-100-1000	۵۰	5-0.5	5-0.5	۱۰
D_{80}	100-1000-100-1000-100-1000	۸۰	2-0.2	8-0.8	۶,۲۵

مورفولوژی سطح اچ شده و مقدار نانوذرات پوشش‌های نانوکامپوزیتی چندلایه با میکروسکوپ الکترونی روبشی (FE-SEM TESCAN MIRR3 LMU) بررسی شده است. محاسبات پتانسیودینامیک پوشش‌های نانوکامپوزیت $Ni-Al_2O_3$ در محلول $1M H_2SO_4$ در دمای اتاق ($25 \pm 2^{\circ}C$) انجام گرفته است.

شانزدهمین سمینار ملی مهندسی سطح

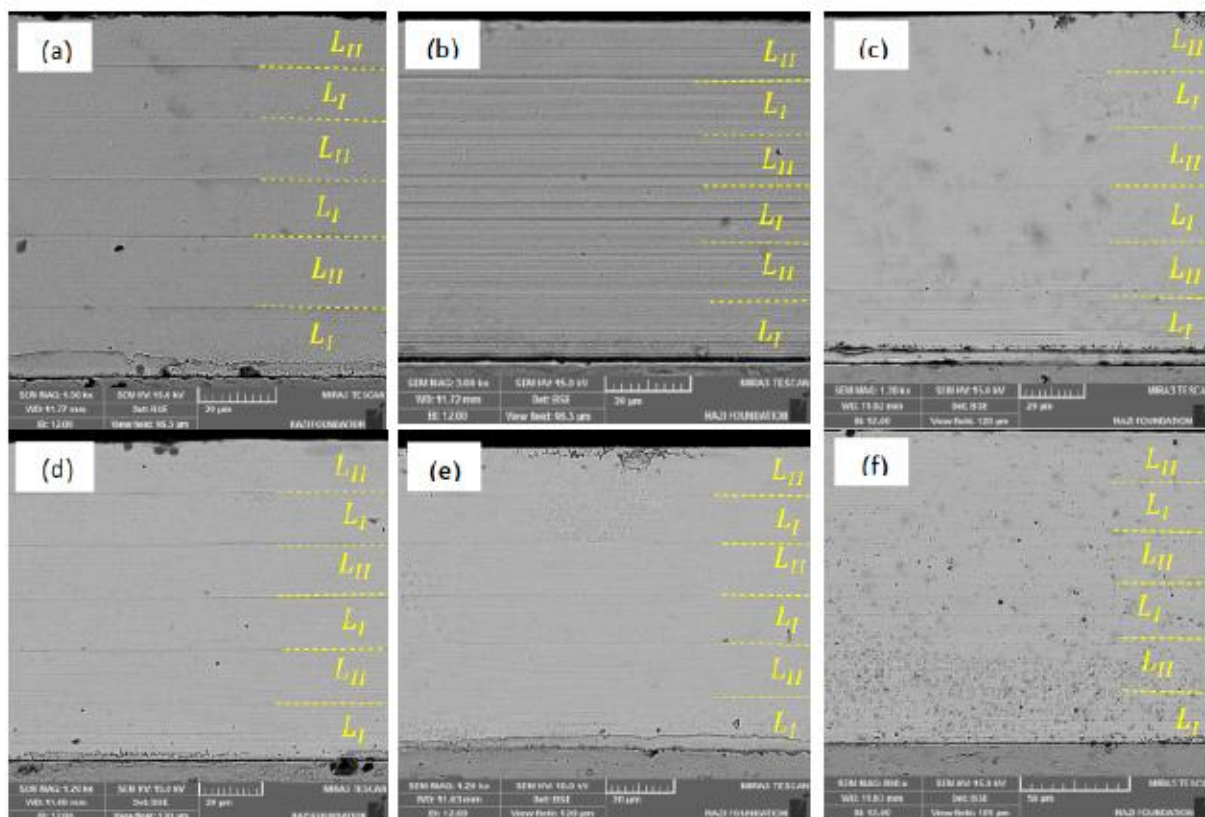
مساحت سطح الکتروود کار 0.785 cm^2 بوده است. الکتروود کالومل فوق اشباع KCl به عنوان الکتروود مرجع استفاده شده است. نمودار پتانسیودینامیک پلاریزاسیون بعد از ۳۰ دقیقه غوطه وری در محلول خورنده ثبت شده است. نرخ تغییرات پتانسیل 0.5 mV s^{-1} بوده است.

نتایج و بحث

بررسی SEM

شکل ۲ تصاویر SEM (الکترون برگشتی) سطح مقطع اچ شده پوشش‌های تولید شده تحت چرخه کاری پله‌ای ۲۰٪-۸۰٪ در فرکانس‌های مختلف از ۱۰۰، ۵۵۰ و ۱۰۰۰ Hz و فرکانس پله‌ای ۱۰۰-۱۰۰۰ Hz در چرخه کاری مختلف ۲۰٪، ۵۰٪ و ۸۰٪ را نشان می‌دهد. همانطور که در شکل ۲ نشان داده شده است، پوشش کامپوزیتی چند لایه تولید شده تحت چرخه کاری پله‌ای ۲۰٪-۸۰٪ در فرکانس پایین ۱۰۰ Hz تفاوت ساختاری بیشتری بین لایه‌ها نسبت به فرکانس بالا ۱۰۰۰ Hz را نشان می‌دهد و همچنین پوشش تولید شده تحت فرکانس پله‌ای ۱۰۰-۱۰۰۰ Hz در چرخه کاری پایین ۲۰٪ تفاوت ساختاری بین لایه‌های بیشتر نسبت به چرخه کاری بالا ۸۰٪ را نشان می‌دهد. به عبارت دیگر، با افزایش فرکانس و چرخه کاری این اختلاف ساختاری کمتر شده است. که این می‌تواند مربوط به تغییر جهات کریستالی و اندازه دانه زمینه فلزی شود. این نتایج در توافق با گزارش‌های رائه شده سایر محققان [2, 16] است. لی چن و همکاران [۲] گزارش نموده‌اند که افزایش فرکانس از ۱۰ تا ۱۰۰۰ هرتز در چرخه کاری ۵۰٪ منجر به تغییر جهت گیری ترجیحی شدید (۱۱۱) به جهت گیری تصادفی (۲۰۰) شده است. از این رو، به دلیل چگالی صفحه‌ای پایین (۲۰۰) انرژی سطح آن بالاتر از انرژی سطحی (۱۱۱) است. سید احمد لاجوردی و همکاران [۱۶] همچنین نشان داده‌اند که کاهش چرخه کاری در فرکانس‌های مختلف از ۹۰ تا ۱۰٪ منجر به تغییر ریزساختار پوشش کامپوزیتی به دانه کوچک به طور تصادفی جهت دار شده است. تفاوت ساختاری بین لایه نیز می‌تواند مربوط به این واقعیت باشد که جوانه زنی و رشد دانه زمینه تحت تاثیر چگالی جریان پیک بوده است. در چگالی جریان متوسط ثابت، کاهش چرخه کاری چگالی جریان پیک را افزایش می‌دهد که منجر به افزایش سرعت جوانه زنی و در نتیجه دانه ریزتر زمینه شود. به عبارت دیگر، لایه با چرخه کاری پایین تمایل بیشتر به اچ شدن نسبت به لایه با چرخه کاری بالاتر دارد. با افزایش فرکانس، جهات ترجیحی پوشش‌ها به جهت گیری تصادفی می‌شود که تمایل به بیشتر اچ شدن دارند. علاوه بر این، افزایش فرکانس تفاوت ساختاری بین لایه‌ها را کاهش داده است به طوری که پوشش یکنواخت اچ شده

است. بحرالعلوم و ثانی[۱۷] گزارش کرده‌اند که خواص پوشش کامپوزیت نیکل آلومینا بیشتر تحت تاثیر چرخه کاری بوده است.



شکل ۲: تصاویری SEM (الکترون برگشتی) سطح مقطع اچ شده برای نمونه های تولید شده تحت چرخه کاری متناوب ۲۰-۸۰٪ در فرکانس های (a) $F = 100$ هرتز، (b) ۵۵۰ هرتز و (c) ۱۰۰۰ هرتز و برای نمونه تولید شده تحت فرکانس پله ای ۱۰۰-۱۰۰۰ هرتز در چرخه کاری (d) $DC = 20\%$ ، (e) $DC = 50\%$ و (f) $DC = 80\%$

جداول ۳ و ۴ درصد حجمی ذرات آلومینا رسوب داده شده در لایه های پوشش های کامپوزیت را نشان می دهند. واضح است که مقدار آلومینا در لایه ها با افزایش فرکانس و کاهش چرخه کاری افزایش یافته است. با افزایش فرکانس، زمان خاموشی کوتاه تر می شود به طوری که ذرات آلومینا تحت همزدن اولتراسونیک شانس رسیدن و جذب بر روی سطح کاتد را خواهند داشت. بحرالعلوم و همکاران[۱۷] گزارش کرده اند که افزایش فرکانس منجر به کاهش ذرات آلومینا در پوشش شده است. در حالی که لی چن و همکاران[۲] نشان داده اند که مقدار ذرات آلومینا با افزایش فرکانس افزایش یافته است.

که این تناقض را می توان مربوط به اختلاف در مکانیزم رسوب الکتریکی همزمان ذرات خنثی در پوشش شود.

جدول ۳: درصد حجمی ذرات آلومینا در لایه‌های پوشش کامپوزیت چند لایه تولید شده تحت چرخه کاری پله ای ۲۰-۸۰٪ در فرکانس های ۱۰۰، ۵۵۰ و ۱۰۰۰ هرتز.

نمونه	مقدار آلومینا در لایه ها (vol.%)	
	D.C. 20%	D.C. 80%
f_{100}	4.4	2.4
f_{550}	5.6	2.8
f_{1000}	5.9	3.7

جدول ۴: درصد حجمی ذرات آلومینا در لایه های پوشش کامپوزیت چند لایه تولید شده تحت فرکانس پله ای ۱۰۰-۸۰٪، ۲۰، ۵۰ و ۸۰٪ هرتز در چرخه های کاری ۲۰، ۵۰ و ۸۰٪.

نمونه	مقدار آلومینا در لایه ها (vol.%)	
	$f=100\text{Hz}$	$f=1000\text{Hz}$
D_{20}	4.5	6.4
D_{50}	4.1	5.2
D_{80}	3.2	3.5

مقاومت خوردگی

نمودارهای پلاریزاسیون برای پوشش های نانو کامپوزیت $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$ در محلول H_2SO_4 امولار در شکل های ۳ و ۴ نشان داده شده است. و همچنین پتانسیل خوردگی (E_{corr})، چگالی جریان خوردگی (i_{corr}) و شیب های آندی (B_a) و کاتدی (B_c) پوشش ها در جدول ۵ نشان داده شده است. مقاومت پلاریزاسیون (R_p) از معادله استرن-گری محاسبه شده است:

$$R_p^{-1} = 2.303 i_{\text{corr}} \left(\frac{1}{\beta_a} + \frac{1}{\beta_c} \right) \quad (2)$$

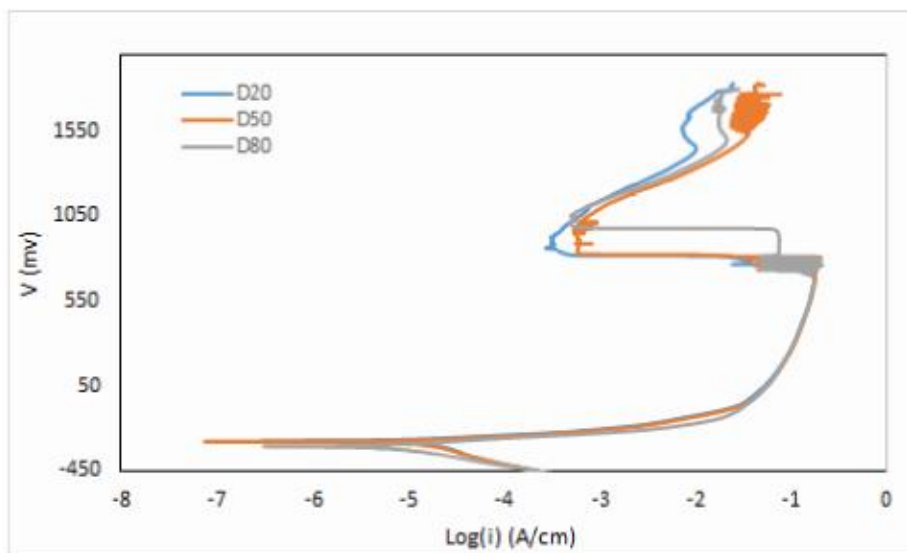
R_p در معادله ۲ مقاومت پلاریزاسیون فلز برای خوردگی یکنواخت در محیط همگن را نشان می دهد. همه پوشش های نانو کامپوزیت $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$ رفتار فعال-پسیو را نشان می دهند. چنانچه در شکل ۳ و ۴ نشان داده شده است، فیلم پسیو نازک اولیه در چگالی جریان پسیو بحرانی شدیداً ناپایدار بوده است که می توان به ماهیت معیوب فیلم پسیو نیکل مربوط باشد [18, 19]. شکل ۵ عکس SEM سطح خورده شده پوشش ها را نشان می -

دهد. خوردگی حفره‌ای روی سطوح پوشش‌ها ظاهر شده است. وجود نقص زیاد در فیلم پسیو منجر به محدوده پسیو پایین شده است که کاتیون‌های نیکل به راحتی از میان فیلم پسیو حرکت کرده و منجر به شکست و حذف فیلم پسیو می‌شود. پوشش‌ها تقریباً دارای چگالی جریان پسیو بحرانی یکسان هستند. چنانچه از جدول ۵ نشان داده شده است، مقاومت پلاریزاسیون پوشش‌های کامپوزیتی چندلایه با افزایش چرخه کاری و فرکانس افزایش یافته است. به طور کلی، وجود لایه‌های مجزا در پوشش کامپوزیت تاثیر منفی روی فرایند خوردگی آنها داشته است که می‌تواند به دلیل حضور نواقص همچون نایجایی‌ها در فصل مشترک بین لایه‌ها باشد که به عنوان مکان-های ناهمگن شیمیایی در فرایند خوردگی عمل می‌کنند [19]. ذرات خنثی در پوشش کامپوزیت دارای دو اثر متضاد در مقاومت در برابر خوردگی کامپوزیت هستند: تاثیر مثبت این است که ذرات خنثی در زمینه فلزی منجر به کاهش اندازه دانه و خوردگی حفره‌ای می‌شوند [20] و تاثیر منفی این است که حضور ذرات خنثی در پوشش نایجایی‌ها و نواقص در زمینه فلزی ایجاد می‌کنند که مکان‌های ترجیحی برای فرایند خوردگی هستند [1]. با افزایش فرکانس، مقاومت پلاریزاسیون پوشش‌ها افزایش یافته است. این می‌تواند مربوط به این واقعیت باشد که با افزایش فرکانس نانوذرات افزایش یافته و تفاوت متمایز در ساختار لایه‌ها نیز کاهش یافته است. نانوذرات به عنوان یک مانع در برابر خوردگی با توجه به خواص الکتروشیمیایی خنثی خود عمل می‌کنند [21]. در نهایت می‌توان به این نتیجه رسید که تاثیر ساختار متمایز در لایه‌ها روی رفتار الکتروشیمیایی پوشش نانو کامپوزیتی چند لایه $Ni-Al_2O_3$ نسبت به مقدار نانو ذرات آلومینا در لایه‌های خود بیشتر بوده است. نانوذرات آلومینا قرار گرفته در مرزها و داخل دانه نیکل می‌تواند روند پسیو شدن را تسریع کند [22].

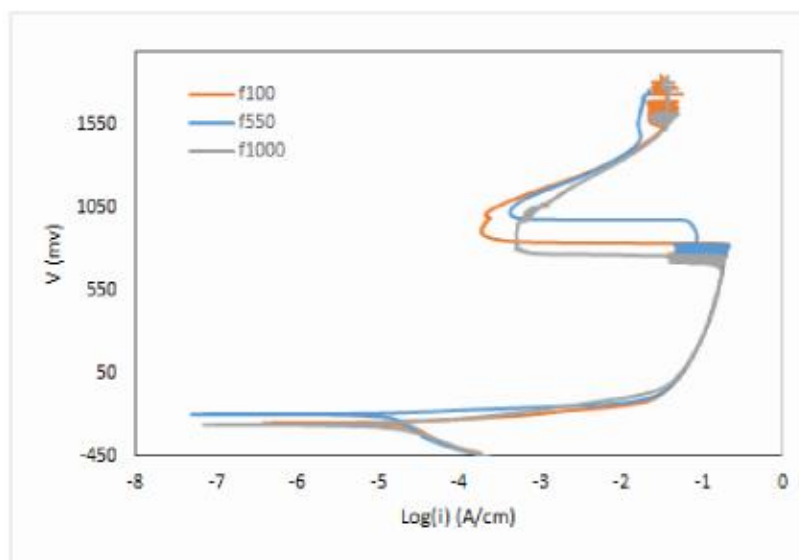
جدول ۵: مقاومت پلاریزاسیون به دست آمده برای پوشش‌ها از منحنی‌های پتانسیودینامیک پلاریزاسیون در محلول ۱

مولار H_2SO_4 .

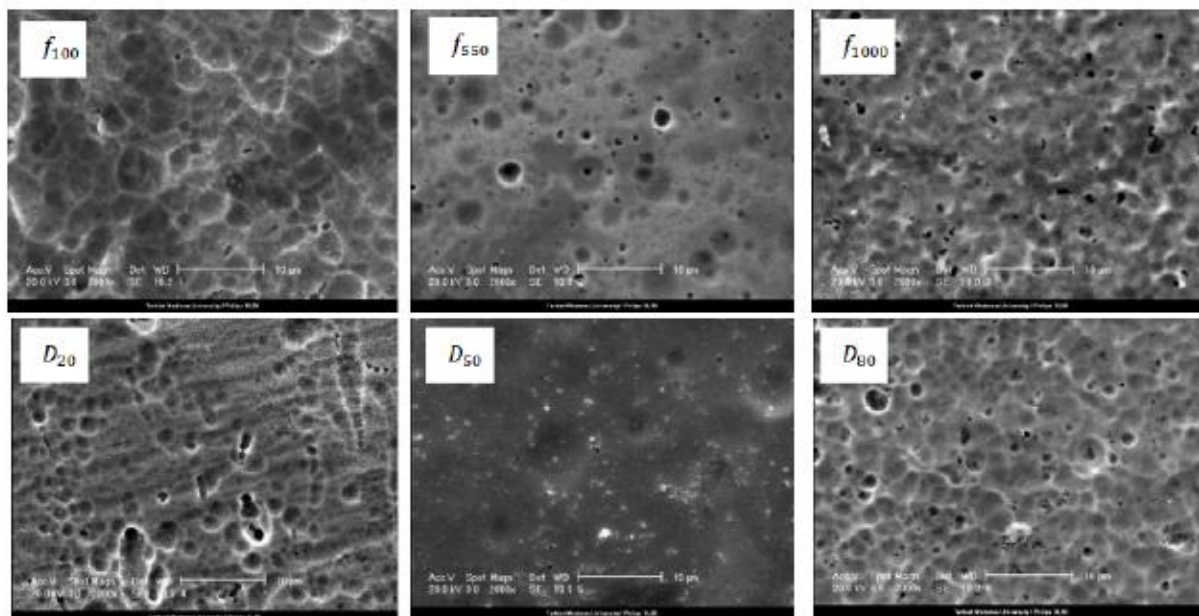
نمونه	E_{corr} (mV)	i_{corr} ($\mu A \cdot cm^{-2}$)	B_a (mV/dec)	B_c (mV/dec)	R_p ($\Omega \cdot cm^2$)
$f_{1...}$	-252	20	29	223	557
$f_{50...}$	-198	10	23	219	904
$f_{100...}$	-262	16	45	173	970
$D_{r...}$	-270	16	41	190	915
$D_{5...}$	-275	13	35	158	957
$D_{10...}$	-302	6	39	97	2013



شکل ۳: منحنی‌های پلاریزاسیون پتانسیودینامیک پوشش‌های چند لایه نانوکامپوزیتی $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$ تولید شده تحت فرکانس پله‌ای ۱۰۰-۱۰۰۰ Hz در چرخه‌های مختلف ۲۰، ۵۰، و ۸۰٪ در محلول $1\text{ M H}_2\text{SO}_4$ با سرعت اسکن 0.5 mV.s^{-1} .



شکل ۴: منحنی‌های پلاریزاسیون پتانسیودینامیک پوشش‌های چند لایه نانوکامپوزیتی $\text{Ni-Al}_2\text{O}_3$ تولید شده تحت چرخه کاری پله‌ای ۲۰ - ۸۰٪ در فرکانس‌های مختلف ۱۰۰، ۵۰۰، ۱۰۰۰ Hz در محلول $1\text{ M H}_2\text{SO}_4$ با نرخ اسکن 0.5 mV.s^{-1} .



شکل ۵: تصاویر SEM (الکترون ثانویه) از سطح خورده شده پوشش‌ها پس از تست خوردگی در محلول ۱ مولار H_2SO_4 در دمای اتاق ($25 \pm 2^\circ C$).

نتیجه‌گیری

- ۱) پوشش‌های نانوکامپوزیت چندلایه $Ni-Al_2O_3$ شامل ۶ لایه با روش آبکاری پالسی سنتز شدند.
- ۲) سطح مقطع اچ شده پوشش‌ها لایه‌های متمایز را نشان داده‌اند که با افزایش فرکانس و چرخه کاری این اختلاف ساختاری کاهش یافته است.
- ۳) پوشش‌ها در محلول اسید سولفوریک رفتار فعال-پسیو داشته‌اند و همچنین با افزایش چرخه کاری از ۲۰ تا ۸۰٪ و با افزایش فرکانس از ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ هرتر مقاومت پلاریزاسیون حدود ۲ برابر افزایش یافته است.

مراجع

س

- ۱) Hovestad, A. and L. Janssen, *Electrochemical codeposition of inert particles in a metallic matrix*. Journal of Applied Electrochemistry, ۱۹۹۵. ۲۵(۶): p. ۵۲۷-۵۱۹
- ۲) Chen, L., et al., *Influence of pulse frequency on the microstructure and wear resistance of electrodeposited Ni-Al ۲O ۳ composite coatings*. Surface and Coatings Technology, ۲۰۰۶. ۲۰۱(۳): p. ۶۰۵-۵۹۹
- ۳) Gül, H., et al., *Characteristics of electro-co-deposited Ni-Al ۲O ۳ nano-particle reinforced metal matrix composite (MMC) coatings*. Wear, (۵)۲۶۷. ۲۰۰۹p. ۹۹۰-۹۷۶

۴. Wei, X., et al., *Fabrication of Ni-Al γ O γ composite microcomponent by electroforming*. Microelectronic engineering, ۲۰۰۷. ۸۴(۵): p. ۱۲۵۹,-۱۲۵۶
۵. Kuo, S.-L., et al., *Nano-particles dispersion effect on Ni/Al γ O γ composite coatings*. Materials Chemistry and Physics, ۲۰۰۴. ۸۶(۱): p. ۱۰,-۵
۶. Aruna, S., et al., *Corrosion-and wear-resistant properties of Ni-Al γ O γ composite coatings containing various forms of alumina*. Journal of Applied Electrochemistry, ۲۰۱۱. ۴۱(۴): p. ۴۶۸,-۴۶۱
۷. Steinhäuser, S. and B. Wielage, *Composite coatings: Manufacture, properties, and applications*. Surface engineering, ۱۹۹۷. ۱۳(۴): p. ۲۹۴,-۲۸۹
۸. Ciubotariu, A.C., et al., *Electrochemical impedance spectroscopy and corrosion behaviour of Al γ O γ -Ni nano composite coatings*. Electrochimica Acta, ۲۰۰۸. ۵۳(۱۳): p. ۴۵۶۳,-۴۵۵۷
۹. Erler, F., et al., *Interface behaviour in nickel composite coatings with nano-particles of oxidic ceramic*. Electrochimica Acta, ۲۰۰۳. ۴۸(۲۰): p. ۳۰۷۰,-۳۰۶۳
۱۰. Chater, R.J., et al., *Three-dimensional reconstruction of a nickel-alumina composite coating by FIB-SIMS*. Surface and Interface Analysis, ۲۰۱۱. ۴۳(۱-۲): p. ۴۹۴,-۴۹۲
۱۱. Chen, L., et al., *Effect of surfactant on the electrodeposition and wear resistance of Ni-Al γ O γ composite coatings*. Materials Science and Engineering: A, ۲۰۰۶. ۴۳۴(۱): p. ۳۲۵,-۳۱۹
۱۲. Riedl, H., et al., *Oxidation behavior and tribological properties of multilayered Ti-Al-N/Mo-Si-B thin films*. Journal of Vacuum Science & Technology A, ۲۰۱۵. ۳۳(۵): p. ۰۵E۱۲۹,
۱۳. Dong, Y., P. Lin, and H. Wang, *Electroplating preparation of Ni-Al γ O γ graded composite coatings using a rotating cathode*. Surface and Coatings Technology, ۲۰۰۶. ۲۰۰(۱۱): p. ۳۶۳۶,-۳۶۳۳
۱۴. Thiemig, D., A. Bund, and J.B. Talbot, *Influence of hydrodynamics and pulse plating parameters on the electrocodeposition of nickel-alumina nanocomposite films*. Electrochimica Acta, ۲۰۰۹. ۵۴(۹): p. ۲۴۹۸,-۲۴۹۱
۱۵. Chandrasekar, M. and M. Pushpavanam, *Pulse and pulse reverse plating—Conceptual, advantages and applications*. Electrochimica Acta, ۲۰۰۸. ۵۳(۸): p. -۳۳۱۳
۳۳۲۲,

- 16 Lajevardi, S., T. Shahrabi, and J. Szpunar, *Synthesis of functionally graded nano Al₂O₃-Ni composite coating by pulse electrodeposition*. Applied Surface Science, 2013. 279: p. 188-180.
- 17 Bahrololoom, M. and R. Sani, *The influence of pulse plating parameters on the hardness and wear resistance of nickel-alumina composite coatings*. Surface and Coatings Technology, 2005. 192(2): p. 163-164.
- 18 Rofagha, R., et al., *XPS characterization of the passive films formed on nanocrystalline nickel in sulphuric acid*. Nanostructured materials, 1999. 4(1): p. 69-78.
- 19 Mishra, R. and R. Balasubramaniam, *Effect of nanocrystalline grain size on the electrochemical and corrosion behavior of nickel*. Corrosion Science, 2004. 46(12): p. 3029-3039.
- 20 Feng, Q., et al., *Investigation on the corrosion and oxidation resistance of Ni-Al₂O₃ nano-composite coatings prepared by sediment co-deposition*. Surface and Coatings Technology, 2008. 202(17): p. 4144-4147.
- 21 Sajjadnejad, M., et al., *Preparation and corrosion resistance of pulse electrodeposited Zn and Zn-SiC nanocomposite coatings*. Applied Surface Science, 2014. 300: p. 7-11.
- 22 Shi, L., et al., *Mechanical properties and wear and corrosion resistance of electrodeposited Ni-Co/SiC nanocomposite coating*. Applied Surface Science, 2006. 202(10): p. 3599-3601.