

Ni-Al₂O₃ 복합코팅의 마이크로 경도에 대한 공정변수의 영향

Effect of Process Parameters on Microhardness of Ni-Al₂O₃ Composite Coatings

진영준^{1*}, Simon Park²

Yeung-Jun Jin^{1*}, Simon Park²

〈Abstract〉

In this study, nanoscale Al₂O₃ ceramic particles were used due its exceptionally high hardness characteristics, chemical stability, and wear resistance properties. These nanoparticles will be used to investigate the optimal process conditions for the electro co-deposition of the Ni-Al₂O₃ composite coatings. A Watts bath electrolytic solution of a controlled composition along with a fixed agitation speed was used for this study. Whereas the current density, the pH value, temperature and concentration of the nano Al₂O₃ particles of the electrolyte were designated as the manipulative variables. The experimental design method was based on the orthogonal array to find the optimum processing parameters for the electro co-deposition of Ni-Al₂O₃ composite coatings. The result of confirmation experimental based on the optimal processing condition through the analysis of variance ; EDX analysis found that the ratio of alumina increased to 8.65 wt.% and subsequently the overall hardness increased to 983 Hv. Specially, alumina were evenly distributed on Nickel matrix and particles were embedded more firmly and finely in Nickel matrix.

Keywords : Electro Co-Deposition, Metal Composite Coating, Microhardness, Microstructure, Process Parameter

1* 한국교통대학교, 항공기계설계전공, 교수
E-mail: yjjin@ut.ac.kr

2 Calgary대학교, 기계공학과, 교수

1* Dept. of Aeronautical & Mechanical Design Engineering,
KNUT, Chungbuk, Korea

2 Dept. of Mechanical & Manufacturing Engineering, Canada

1. 서론

최근들어 개발된 1~100nm 나노입자(Nano particles)의 복합코팅(Composite coating)은 높은 경도, 작은 마찰계수 그리고 우수한 내마모성 등 많은 장점을 가지고 있어 산업체 각 분야에서도 많은 관심이 증가하고 있다.

복합코팅은 Al_2O_3 , TiO_2 , SiO_2 , ThO_2 , Y_2O_3 , SiC, WC, B_4C , BN, TiN 등처럼 산화물(Oxides), 탄소화물(Carbides), 붕소화물(Boride) 그리고 질화물(Nitride) 입자를 이용하여 표면에 두 개의 상(Phase)을 형성하는 기술이며, 단일상을 형성하는 코팅에 비해 코팅층이 질적으로 우수하며 더 콤팩트(Compact)한 형상으로 인해 기계적 특성이 향상된다고 보고[1]된다.

그러나 복합코팅은 많은 변수들이 요구되며 특히, 전해액(Electrolyte)에서 나노입자의 농도와 확산 그리고 입자의 증착(Deposition)에서는 많은 어려움을 가지고 있다. 또한 전해액의 최적 공정변수들까지 고려한다면 양질의 코팅층을 얻는 것은 매우 복잡한 문제로 지적되고 있는 실정이다. 이와 관련된 연구들은 전해도금(Electroplating)시 주요 공정 인자의 종류와 특성에 관한 연구[2,3], 복합코팅층의 미세 조직에 관한 연구[4], 알루미늄(Alumina) 나노입자(Nano particles) 복합코팅층에 대한 기계적 특성 평가에 관한 연구[5], 그리고 복합코팅시 전류밀도, 온도, 입자농도, pH 등 공정변수들의 특성에 관한 연구[6,7]들로 대부분 진행되고 있지만, 양질의 복합코팅층이 형성되기 위해서는 전해조의 최적 조건이 반드시 규명되어야 한다고 판단되며 이와같은 연구들은 현재 미비한 실정이다. 따라서 본 연구에서는 니켈(Nickel)과 알루미늄 나노입자의 복합코팅에 대한 공정변수가 미치는 영향과 이에대한 최적조건을 규명하고자 한다.

먼저 니켈은 현재 산업체 각분야에서 표면마무

리 과정의 다양성과 더불어 활용가치가 매우 높아 중요한 역할[8]을 하고 있지만, 전해도금시에는 전해액 조건에 따라 기계적 성질이 쉽게 변할 수 있는 단점을 가지고 있다. 그리고 알루미늄의 산화물인 알루미늄(Alumina)는 화학적인 안정성과 내식성, 내마모성 그리고 높은 경도등 많은 장점[5]을 가지고 있지만 입자의 표면 흡착에는 어려움이 따르고 있다.

따라서 본 연구에서는 최적의 니켈-알루미늄의 복합코팅층을 얻기 위해 먼저, 전해 동시전착시 필요한 주요 공정변수를 선정하고, 이 변수들에 대해 실험 계획법(Design of experiment)을 적용하여 최적 공정조건 추정과 더불어 공정변수들이 코팅층에 미치는 영향에 대해 검토하였다.

전해 동시전착(Electro co-deposition)은 Watts 용액[9]하에서 진행하였으며 코팅층의 미세구조와 더불어 기계적 특성을 평가하고 코팅층의 두께와 경도치와의 관계를 규명하고자 한다.

2. 실험 및 실험방법

2.1 샘플 및 전해액(Electrolyte)

본 연구에서는 동시 전해 전착시 사용한 음극은 연강(Mild steel), 양극은 순수 니켈(Pure nickel, Ni)을 사용하였다. 먼저, 샘플들은 불순물 제거를 위하여 중성세제와 증류수로 세척한 후, 18% HCl 용액에서 약 2분정도 침지한 후 증류수로 다시 세척한 다음 알칼리(Alkali) 용액에서 1분간 초음파 탈지한 후 실험을 진행하였다. 전해 전착시 샘플 표면은 마스킹(Masking) 테이프를 이용하여 약 30×24mm 면적을 일정하게 유지하면서 ASME B322 규정[9]에 따라 실험을 진행하였다.

니켈과 함께 복합코팅에 사용한 알루미늄

(Alumina, Al₂O₃)는 분말의 크기가 50nm이하인 입자를 사용하여 동시 전해전착을 진행하였으며, Fig. 1은 본 연구에서 사용한 알루미나 형상을 TEM에서 관찰한 결과를 나타내고 있다.

전해액에서 알루미나 나노입자의 확산과 증착을

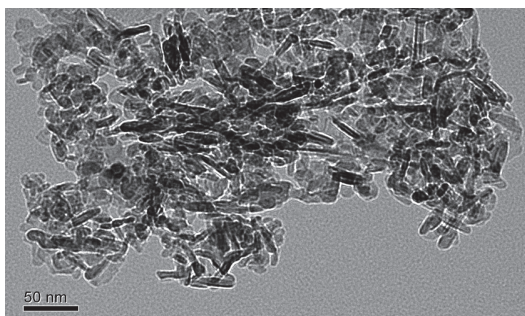


Fig. 1 TEM image of Al₂O₃ nano-particles

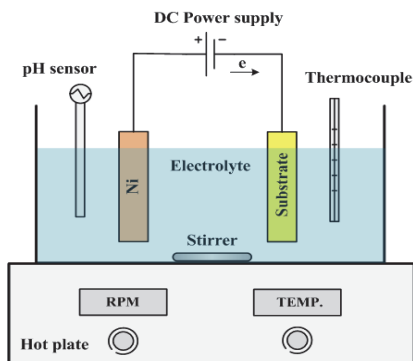


Fig. 2 Diagram of the electro deposition set up

Table 1. The composition of the Watt's bath electrolyte

Chemical name	Formula	Composition (g/L)
Nickel sulfate	NiSO ₄ · 6H ₂ O	250 g
Nickel chloride	NiCl ₂ · 6H ₂ O	45 g
Boric acid	H ₃ BO ₃	35 g
Saccharin	-	1 g
Distilled water	-	1 L

원활하게 하기 위해 먼저 알루미나가 혼합된 전해액을 교반기에서 500rpm에서 90분 정도 교반한 다음 초음파 분산(Ultrasonic dispersion)을 약 30분 처리한 후 실험을 수행하였다.

본 연구에서는 니켈과 알루미나 나노입자에 의한 복합코팅을 위해 사용한 Watts 전해액의 성분은 Table 1과 같으며, Fig. 2에서는 동시 전해전착 실험장치의 개략도를 나타내고 있다.

2.2 전해 동시전착(Electro co-deposition)

일반적으로 전해전착시 주요 공정변수는 입자의 농도, pH, 온도, 전류밀도 그리고 여러 가지 운영조건(전해액, 샘플제작, 준비과정, 입자 교반제어) 등 많은 변수들을 필요로 하며 이와같은 변수들로 인해 코팅층은 다양한 특성을 가지게 된다.

이외관련된 연구동향을 살펴보면 먼저, M.E. Bahrololoom 등[10]은 와트용액에서 전류밀도는 금속 매트릭스에 나노 입자의 증착과 복합코팅층의 미세구조에 관한 연구를 하였으며, 이들은 전류밀도는 중간전류밀도 범위에서 내부응력이 낮아 균질의 코팅층을 형성한다고 보고하고 있다. 그리고 P. Narasimman 등[11]은 pH와 온도가 코팅층 응력에 관한 연구를 진행하였으며, pH 6이상 범위에서는 코팅층에 응력 변화가 심하게 증가하여 표면 균열 발생 가능성이 높고, 온도는 20~60°C 범위에서 응력변화가 일정하게 나타남을 보고하고 있다.

따라서 본 연구에서는 니켈과 알루미나 나노입자에 의한 전해 동시전착시 많은 변수들 중, 샘플제작 및 준비과정 등과 같은 운영조건에 해당하는 변수들은 일정하게 규정하였다. 그리고 복합코팅 형성에 주요 변수로는 전해조의 온도, pH, 전류밀도 그리고 알루미나 나노입자 농도를 주요 4개 구성인자로 선정하여 실험계획법을 적용시켜 니켈과 알루미나 복합코팅에 대한 최적 공정조건을 추정하였다.

Table 2. Electrolyte bath composition and operating conditions

Operating conditions		Bath composition			Level		
		Parameter	Unit	Symbol	1	2	3
Plating time	30 min	Current density	A/dm ²	A	2	3	4
Stirring speed	200 rpm	pH	pH	B	3	4	5
Mechanical stirring	500 rpm, 15H	Bath temp.	°C	C	30	45	60
Sonicator	500W, 20kHz, 0.5H	Al ₂ O ₃ powder	g/L	D	10	20	30

Table 2에서는 전해 동시전착시 Watts 전해조의 구성과 운영조건을 나타내고 있으며, 전해액에서 사용할 전류밀도 인자의 수준은 2, 3, 4(A/dm²), pH는 3, 4, 5 그리고 온도는 30, 45, 60(°C)로 각각 세 가지 수준을 선정하였다. 그리고 Watts 용액에서 알루미늄 나노입자 농도 수준은, 과량으로 인해 분산보다 침전이 발생하는 것을 방지하기 위해 농도를 10, 20, 30(g/L)을 세가지 수준을 선택하였다.

2.3 실험계획법에 의한 최적 공정조건

본 연구에서는 니켈과 알루미늄의 전해 동시전착(Electro co-deposition)의 최적 조건을 추정하기 위해 코팅층의 경도(Hardness)를 응답계수(Response variable)로 선정하였다. 측정된 경도를 기준으로 분산분석과 S/N비(Signal to noise ratio)를 적용하여 각 제어인자들이 코팅 특성치에 미치는 영향을 분석하여 가장 높은 경도 특성을 나타내는 최적 공정조건을 도출하였다.

먼저 선정된 4개 주요구성 인자인 전류밀도, pH, 전해조의 온도 그리고 알루미늄 농도에 대해 3 수준(Level)을 기초로한 L₉(3⁴) 직교배열표(Orthogonal array)를 Table 3과 같이 나타내었다. 선정된 인자의 수준과 실험 운영조건들을 기준으로 실험을 진행하였으며, 각 인자들에 대한 특성의 차이를 해석하기 위해 측정된 경도치를 기준으로 망대 특성(Larger the better)에 대한 S/N

Table 3. Experimental layout using L₉ orthogonal array

Expt. No	Level			
	Current (A)	pH (B)	Bath temp. (C)	Powder (D)
N-1	1	1	1	1
N-2	1	2	2	2
N-3	1	3	3	3
N-4	2	1	2	3
N-5	2	2	3	1
N-6	2	3	1	2
N-7	3	1	3	2
N-8	3	2	1	3
N-9	3	3	2	1

비를 식(1)에 의해 도출하였다.

$$S/N = -10 \log \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{1}{y_i^2} \right) \quad (2)$$

여기서 y는 관찰 데이터, n은 관찰수를 각각 나타내고 있다.

3. 고찰

3.1 SEM-EDS에 의한 미세 조직관찰

Watts 전해액에서 니켈과 알루미늄의 동시전착

에 의해 형성된 코팅층의 미세 구조를 SEM 전자현미경에서 관찰한 결과를 Fig. 3에 나타내고 있으며, 순수 니켈 코팅의 표면형상은 전형적인 결절형상을 나타내고 있다. 그리고 Fig. 4에서는 니켈과 알루미늄의 동시 전착에 의해 형성된 복합코팅층을 SEM-EDS 맵핑(Mapping)한 결과를 나타내고 있으며, (a)는 니켈성분 분포, (b)는 알루미늄(Aluminium), (c)는 산소(Oxygen)성분의 패턴을 각각 나타내고 있다.

관찰 결과, 니켈은 표면 전반에 걸쳐 균일하고 안정되게 잘 분포되어 나타나고 있다. 또한 알루미늄의 원소인 알루미늄과 산소의 경우도 전체표면에도 분포하지만, 특정영역에서는 입자형태로 박혀있는 듯한 형상을 나타내고 있다. (d)에서는 코팅층에 존재한 원소의 XRD 패턴을 각각 나타내고 있으며 대부분의 복합코팅층은 니켈 매트릭스(Nickel matrix)에 알루미늄 입자들이 미세하게

박혀있는 구조를 나타내고 있다. 이는 동시전착시 알루미늄 나노입자들이 전해액속에서 니켈 이온과 혼합되어 니켈 매트릭스에 입자 형태로 흡착되어 코팅층이 완성된것으로 추정된다.

이와같은 니켈 매트릭스에 잘 흡착된 알루미늄과 같은 세라믹계열 입자들은 경도뿐만 아니라 전반적인 기계적 특성을 향상시킬 수 있는 주요요인으로 판단된다. 그러나 본 연구에서 사용한 Watts 용액의 전해액 조건과 농도에 따라 코팅층의 수준 차이는 많이 발생하였으며, 경도향상의 중요한 역할을 하는 알루미늄의 함량은 대개 2.14~6.16w% 까지 다양하게 분포되었다. Fig. 5에서는 니켈과 알루미늄의 동시전착에 의해 복합코팅이 형성되는 과정을 도식적으로 표현하였다.

3.2 복합코팅층의 경도측정

본 연구에서는 동시 전해전착에 의한 니켈과 알루미늄 복합코팅의 최적 조건을 추정하기 위해

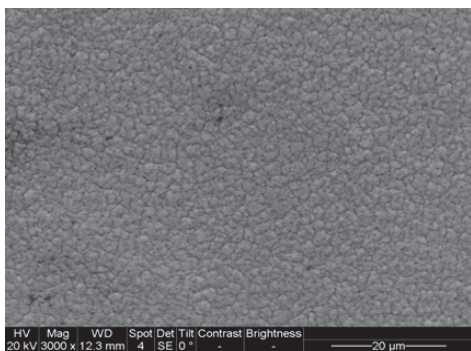


Fig. 3 SEM morphology of pure Ni coating

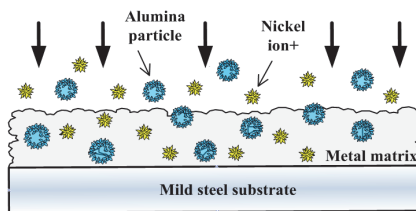


Fig. 5 Schematic of the electro co-deposition of Ni and Al₂O₃

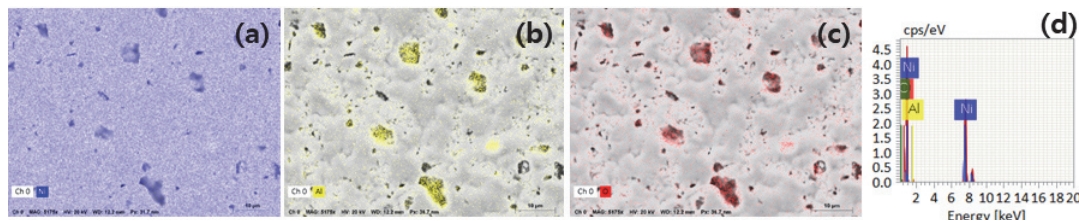


Fig. 4 EDS analysis for Ni-Al₂O₃ composite coating(N-3 sample) (a)Nickel, (b)Aluminum, (c) Oxygen and (d)Elements spectra

응답계수를 코팅 경도로 선정하였다. 각 인자들에 대한 성능특성을 관찰하기 위해 코팅층에 마이크로 경도 실험(Micro hardness tester, TUKON 1202)을 수행하였다. 실험방법은 하중 25gf하에서 측정시간 10초간 일정하게 유지하면서 샘플당 20

포인트에 대해 진행하였으며, Fig. 6에서는 코팅층에 대한 경도 측정된 일례를 나타내고 있다.

측정 결과, 모재인 연강(Mild steel)의 경우는 약 171.3Hv, 순수 니켈 코팅층인 경우는 약 341.2Hv로 나타나는 반면, 니켈과 알루미늄 복합 코팅층의 경도는 약 400~881Hv까지 다양하게 분포되었다. 특히, 알루미늄 입자영역에서는 경도치는 최대 약 1058Hv로 높게 분포됨을 관찰할 수 있었으며, 이는 금속 매트릭스에 알루미늄과 같은 세라믹 계열 원소가 흡착된 복합코팅의 경우는 높은 경도뿐만 아니라 내마모성, 내식성 등 다양한 기계적 특성을 향상시킬 수 있는 주요한 역할을 할 것으로 판단된다.

Watts 전해액 구성 조건에 따른 샘플의 경도 측정 결과를 Table 4에 나타내었으며, 본 연구에서는 데이터의 정확성을 높이기 위해 코팅 경도의 상위 10%이상 데이터는 제외하고 S/N비 해석을 하였다.

3.3 코팅 두께와 경도와의 관계

복합코팅층의 경도변화에 따른 코팅층 두께와의 관계를 살펴보았다. 측정방법은 샘플의 코팅층을

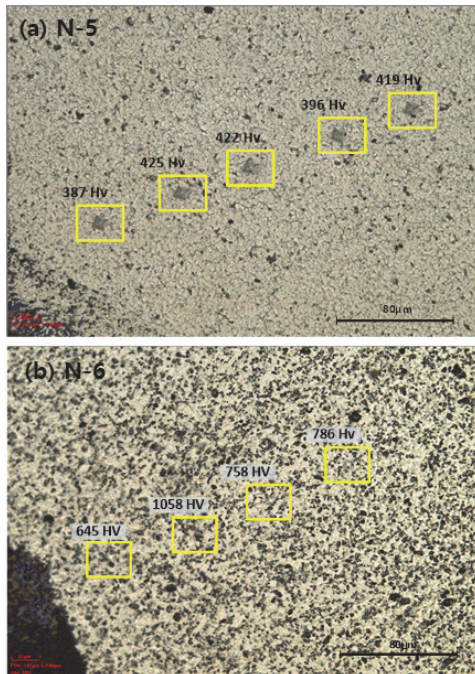


Fig. 6 Determination of micro-hardness

Table 4. Experimental output of coatings hardness, thickness and S/N ratio

No	Hardness, Hv			Thickness, μm			S/N ratio
	Average	STD.Deviation	STD.Error	Average	STD.Deviation	STD.Error	
N-1	709.59	93.64	23.41	24.33	5.99	0.92	57.02
N-2	519.34	181.44	38.68	21.86	2.91	0.63	52.93
N-3	411.39	66.29	14.82	19.17	0.74	0.17	52.28
N-4	647.74	157.07	37.02	27.47	3.70	0.67	55.61
N-5	400.88	29.24	7.81	15.48	0.33	0.12	51.99
N-6	768.91	91.24	24.38	27.17	5.36	1.03	57.72
N-7	515.29	227.02	50.76	26.19	1.97	0.44	49.18
N-8	881.77	77.21	17.26	54.84	3.64	0.44	58.91
N-9	729.13	102.95	18.79	36.76	9.21	1.49	56.28

세로로 절단한 후 절단면을 기준으로 3D 현미경 (Zeta 3D Optical profiler)을 이용하여 샘플당 20포인트의 두께를 측정하여 평균값을 구하였다. Table 4에서 경도와 코팅두께를 비교하여 나타내었으며, Fig. 7에서는 샘플을 절단한 후 코팅두께를 측정한 예를 각각 나타내고 있다.

측정결과, 순수 니켈 코팅층의 두께는 평균 약

13.98 μ m인 반면, 니켈과 알루미늄 복합코팅의 두께는 약 15.48~54.84 μ m으로 전해액의 조성 조건에 따라 다양하게 나타남을 관찰하였다. 특히, 경도와 코팅두께와의 관계를 비교하면, 공정조건 중 N-5인 경우는 최저 경도이면서, 최저 코팅두께를 나타내고 있다. 그리고 N-8 인 경우는 최고 경도와 더불어 최고 코팅 두께가 나타남을 관찰할 수 있으며 이는 경도와 코팅두께 관계는 직선 기울기로 증가한다고 판단된다.

4. 코팅 경도에 대한 응답계수

니켈과 알루미늄 복합코팅의 최적 조건을 추정하기 위해 응답계수를 코팅층 경도로 선정하여 S/N비 해석 결과를 Table 4에 나타내었다. S/N비가 가장 낮은 N-5샘플의 경우 경도는 400.88Hv에서 가장 높은 N-8샘플의 경도는 881.77Hv까지 다양하게 나타남을 관찰하였다. 코팅층의 경도에 미치는 인자별 평균 반응을 Table 5에 나타내고 있으며 반응의 민감도는 온도, 전류밀도, 알루미늄 농도 그리고 pH 순으로 나타났으며, 특히, 온도와 전류밀도가 수준변화에 대한 변동이 크게 나타나고 있음을 판단 할수 있다. 따라서 니켈과 알루미늄 복합코팅의 경도치를 기준으로 한 최적조건은 인자별 가장 높은 수준인 A₃B₃C₁D₃으로 나타났으며, 이는 전류밀도가 4 A/dm², pH가 6, 온도가

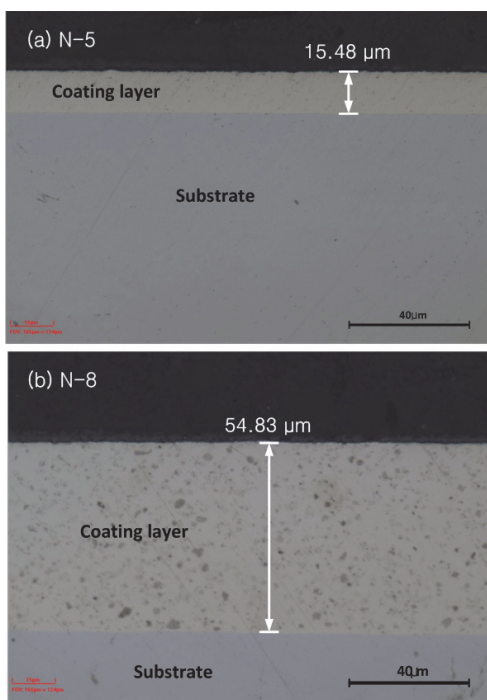


Fig. 7 Cross sectional image of Ni and Al₂O₃ composition coatings

Table 5. Mean effect response for micro-hardness

Response	Level	Current, A/dm ² (A)	pH (B)	Temp, °C (C)	Al ₂ O ₃ , g/L (D)
Micro-hardness (HV)	1	546.8	624.2	786.8	613.2
	2	605.8	600.7	632.1	601.2
	3	708.7	636.5	442.5	647
	Delta	162.0	35.8	344.2	45.8
	Rank	2	4	1	3

30°C 그리고 알루미늄 농도는 30 g/L 조건하에서 최적 공정조건임을 판단하였다.

5. 추정조건에 대한 검증

실험계획법에 의해 코팅 경도를 기준으로 분산 분석한 결과 $A_3B_3C_1D_3$ 조건이 니켈-알루미늄 동시 전해전착에 최적 공정조건인 것으로 나타났지만, 도출한 이 조건은 직교배열표상에 포함되어 있지 않으므로 이 공정조건을 기준으로 검증 실험을 실시하였다.

추정된 $A_3B_3C_1D_3$ 의 최적 공정조건을 검증하기 위해 전류밀도(A) 4 A/dm², pH(B)가 5, 온도(C) 30°C 그리고 알루미늄 농도(D) 30g/L인 전해액에서 전해 동시전착 실험을 수행하여 검증실험을 진행하였다. 경도 측정은 동일한 방식으로 20 포인터에 대해 측정하였으며, 검증실험 결과 평균 경도치는 약 983Hv로 관찰되었으며 이는 종전 실험에서 구한 최대 경도인 N-8샘플의 경우보다 약 100Hv 이상 높은 경도를 나타내고 있으며, 코팅 두께의 경우도 약 58.9µm로 기존보다 증가한 것을 관찰 할 수 있었다.

Fig. 8에서는 SEM-EDS 전자현미경을 이용하여 검증실험 샘플의 코팅층을 비교 관찰한 결과를 나타내고 있다. (a)는 N-5샘플 표면, (b)는 N-8표면 그리고 (c)는 추정 최적조건인 $A_3B_3C_1D_3$ 조건하에

서 검증실험한 코팅면을 각각 나타내고 있다. (a)와 (b)의 경우는 니켈 매트릭스와 알루미늄 입자들이 불균일한 확산으로 인해 전반적으로 코팅면이 거칠게 형성된것에 비해 (c)의 경우는 코팅층이 상대적으로 니켈 매트릭스에 알루미늄이 안정적이고 컴팩터하게 형성되어 있어 다른 조건보다 양질상태의 코팅을 관찰할 수 있었다. 그리고 (d)의 경우는 검증실험한 (c)의 코팅 표면에 형성된 원소성분을 관찰하기 위해 EDX 분석한 결과를 나타내고 있다. 복합코팅의 주요성분인 니켈과 알루미늄의 구성비는 종전 실험과 비교하면 니켈 성분은 감소되었지만, 알루미늄 구성비가 약 8.65w%까지 증가되면서 검증실험한 샘플의 경도가 향상된 원인이라고 추정된다.

6. 결론

복합코팅층을 SEM-EDS 관찰한 결과, 니켈 매트릭스(Nickel matrix)에 알루미늄 입자들이 미세하게 박혀있는 구조를 나타내고 있으며, 이는 동시전착시 알루미늄 나노입자들은 전해액속에서 니켈 이온과 혼합되어 니켈 매트릭스에 입자 형태로 흡착되어 코팅층이 완성된것으로 추정된다. 이와같은 니켈 매트릭스에 잘 흡착된 알루미늄과 같은 세라믹계열 입자들은 경도뿐만 아니라 전반적인 기계적 특성을 향상시킬 수 있는 주요요인으로 판단된다.

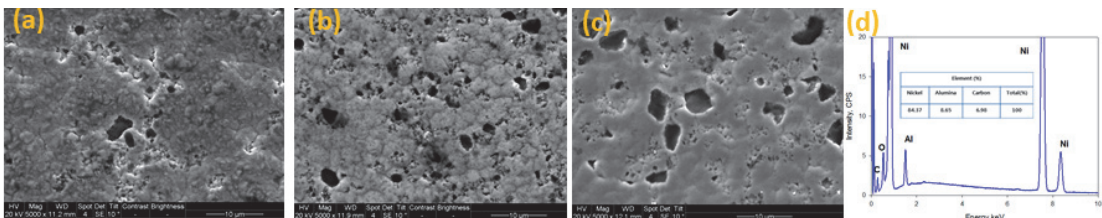


Fig. 8 SEM surface morphology of Ni-Al₂O₃ composite coatings (a) N-5, (b) N-8, (c) Confirmation experiment and (d) Elements spectra

복합코팅층에 대해 경도 실험한 결과, 순수 니켈 코팅층인 경우는 약 341.2Hv로 나타나는 반면, 복합코팅층의 경우는 공정조건에 따라 경도는 약 400~881Hv까지, 코팅두께는 약 15.48~54.84μm으로 다양하게 관찰되었으며, 경도와 코팅두께와의 관계는 직선 기울기로 증가하고 있음을 판단할 수 있다.

니켈과 알루미늄의 전해 동시전착(Electro co-deposition)의 최적 조건을 추정하기 위해 코팅의 경도를 응답계수로 선정하였으며, 4개 주요구성인자인 전류밀도(A), pH(B), 전해조의 온도(C) 그리고 알루미늄 농도(D)에 대해 3 수준을 기초로한 직교배열표(Orthogonal array)를 작성하여 각 제어인자들이 코팅 특성에 미치는 영향을 분석하여 가장 높은 경도 특성을 나타내는 A₃B₃C₁D₃의 최적 공정조건을 도출하였다.

최적공정 조건에 대한 검증 실험 한 결과, 경도치는 약 983Hv, 코팅두께는 약 58.9μm까지 증가하였으며, 복합코팅의 주요성분인 알루미늄의 구성비도 약 8.65w%까지 증가되면서 니켈 매트릭스에 알루미늄이 좀더 안정적이고 컴팩트하게 형성되어 있는 양질의 코팅층이 형성되었다.

후 기

본 연구는 2022년 한국교통대학교 지원을 받아 수행하였음.

참고문헌

- [1] S.T.Aruna, V.K. William Grips, “Ni-based electro deposited composite coating exhibiting improved microhardness, corrosion and wear resistance properties”, J. of Alloys and Compounds 468, pp. 546-552, (2009).
- [2] H.H.Sheu, P.C.Huang, etc, “Effects of plating parameters on the Ni-P-Al₂O₃ composite coatings prepared by pulse and direct current plating”, Surface and Coatings Technology 235, pp.529-535, (2013).
- [3] Anna Goral, Marek Nowak etc, “Influence of current density on microstructure and properties of electro deposited nickel- alumina composite coatings”, J. of Alloys and Compounds 615, pp.406-410, (2014).
- [4] Arshali Sasi, Manoj Mondal etc, “Electro deposition of Nickel-Alumina Composite Coating, Materials Today”, Proce. 2, pp. 3042-3048, (2015).
- [5] Baosong Li, Xiao Li, Yuxing Huan etc “Influence of alumina nanoparticles on microstructure and properties of Ni-B composite coating”, J. of Alloy and Compunds 762, pp.133-142, (2018).
- [6] Prasanna Gadhari, Prasanta Sahoo, “Effect of process parameters on microhardness of Ni-P-Al₂O₃ composite coatings, Proce. Materials Science 6, pp.623-632, (2014).
- [7] Qiuyuan Feng, Tingju Li etc, “Preparation and characterization of nickel nano-Al₂O₃ composite coatings by sediment co- deposition”, Applied Surface Science 254, pp.2262-2268, (2008).
- [8] A.F.Zimmermana, G.Palumbob, K.T.Austa, U.Erba, “Mechanical properties of nickel silicon carbide nanocomposites”,Materials Science and Engineering 328, pp.137-146, (2002).
- [9] ASTM B322, Standard Guide for Cleaning Metals Prior to Electroplating, B322-99 (Reapproved 2014).
- [10] M.E.Bahrololoom, “The influence of pulse plating parameters on the hardness and wear resistance of nickel-alumina composite coatings”, Surface and Coatings Technology 192, pp.154-163, (2005).
- [11] P. Narasimman, M.Pushpavanam, “Wear and scratch resistance characteristics of electro deposited nickel-nano and micro SiC composites”, Wear 292, pp.197-206, (2012).