



## Nevşehir Bilim ve Teknoloji Dergisi

<https://dergipark.org.tr/tr/pub/nevbiltek>

Makale Doi: **10.17100/nevbiltek.633289**



### **<sup>1</sup>Elektrolitik Kaplanmış Nikel/Grafen Kompozit Kaplamaların Üretimi ve Karakterizasyonu**

Ferda MİNDİVAN<sup>1</sup>, Kemal AYDIN<sup>2</sup>, Harun MİNDİVAN<sup>3</sup>

<sup>1</sup>*Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Biyomühendislik Bölümü, Bilecik, Türkiye*  
ORCID ID: 0000-0002-6046-2456

<sup>2</sup>*Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Bilecik, Türkiye*  
ORCID ID: 0000-0001-6475-1936

<sup>3</sup>*Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Bilecik, Türkiye*  
ORCID ID: 0000-0003-3948-253X

#### **Öz**

Nikel (Ni) ve grafen nano plaka (GNP) takviyeli Ni esaslı kaplamalar, Watts tipi kaplama banyosu kullanılarak doğru akım (DC) şartları altında hazırlanmıştır. Elektrolitik kaplama için altlık olarak St 37 çelik, yanal boyutu ~5 nm ve kalınlığı ~5-8 nm boyutlarında olan GNP tabakaları ise takviye malzemesi olarak kullanılmıştır. Elde edilen kaplamaların morfolojik, elementel ve faz değerlendirmeleri sırasıyla taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılımlı x-ışınları spektrometre (EDS) ve X-ışını kırınım ölçer (XRD) ile gerçekleştirildi. Ayrıca hazırlanan kaplamaların sertlik ve aşınma davranışları incelenmiştir. Elektrolitik yöntemle hazırlanan 0,3 g/l GNP içeren kompozit kaplama daha düzgün istif yoğunluğuna ve daha kompakt bir yapıya sahiptir. Ni-GNP (0,3 g/l) kompozit kaplama, saf Ni kaplamaya kıyasla üstün sürtünme özellikleri sergilemiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Elektrolitik Kaplama, Nikel-Grafen, Morfoloji, Mikroyapı, Aşınma.

### **Production and Characterization of Electrodeposited Nickel/Graphene Composite Coatings**

#### **Abstract**

Nickel (Ni) - Graphene nanoplatelet (GNP) composite coating was prepared under direct current (DC) conditions by co-deposition of GNP particles and Ni from a Watts type bath. St 37 steel substrate was used for electrodeposition and GNP layers having a lateral dimension of ~5 nm and a thickness of ~5-8 nm were used as reinforcement. Morphological, elemental and phase evaluations were conducted on the deposited coatings by scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) and X-ray diffraction (XRD), respectively. Furthermore, the hardness and wear behaviors of the prepared coatings were investigated. The results showed that the composite coating prepared by electrodeposition in a Ni plating bath containing 0.3 g/l GNP, exhibited a uniform and compact structure. Ni-GNP (0.3 g/l) composite coating showed superior frictional properties compared to pure Ni coating.

**Keywords:** Electrodeposition, Nickel-Graphene, Morphology, Microstructure, Wear.

## 1. Giriş

Metal ve metal olmayan bileşenlerden kompozit oluşturmak için en etkili yöntemlerden biri olan elektrolitik kaplama basit ve düşük maliyetlidir [1]. SiC, TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, elmas gibi partikül içeren nikel (Ni) matrisli kompozit kaplamalar, üstün mekanik özellikleri, yüksek ısıl kararlılıkları, yüksek aşınma ve korozyon dirençleri gibi özellikler dolayısıyla son yıllarda oldukça ilgi görmektedir [2- 4].

Grafen (Gr), tek sıra bir karbon tabakasından oluşan, 2-boyutlu olarak tanımlayabileceğimiz ve hem temel özellikleri, hem de uygulama alanları dolayısıyla oldukça ilgi çeken bir takviye malzemesidir. Gr'nin dikkat çekici kimyasal ve fiziksel özellikleri, nanokompozit yapılar, güneş enerjisi uygulamaları, süper kapasitör, transistör, lityum bataryaları ve yakıt hücreleri gibi çeşitli alanlarda potansiyel uygulamalar haline gelmesine neden olmaktadır [5]. Gr'nin olağanüstü mekanik, elektrik ve termal özellikleri 2004'te keşfedilmesinden bu yana, nano-elektronikten sensörlere kadar çeşitli uygulama alanlarında karbon nanotüpe alternatif olarak ortaya çıkmıştır [6]. Metallerde korozyon önleyici kaplama olarak kullanılacak takviye malzemesinin hafif, atomik boyutta ince, sızdırmaz, inert, aşınmaya karşı dirençli ve mekanik olarak dayanıklı olması istenir. Bir bal peteği örgüsünde düzenlenmiş ince bir karbon atomu tabakasından oluşan Gr bu talepleri karşılamaktadır [7].

Son zamanlarda, kompozit kaplamaların aşınma davranışını iyileştirmek için Gr takviyeli Ni matrisli kompozitleri üretmek için bazı araştırmalar yapılmıştır. Örneğin Algul ve arkadaşları; pulse akımla elektrolitik olarak üretilen Ni-Gr kompozit kaplamaların aşınma mekanizmasına Gr içeriğinin ve kayma hızının etkisini incelemiş ve kompozit kaplamaların sertlik, sürtünme katsayısı ve aşınma direncinin saf Ni kaplamaya kıyasla daha iyi olduğunu rapor etmiştir [8].

Bu çalışmada, doğru akım (DC) altında saf Ni kaplama ve ağırlıkça % 0,3 grafen nano plaka (GNP) içeren kompozit kaplama hazırlanmıştır ve elde edilen kaplamaların yapısal ve mekanik özellikleri incelenmiştir. DC akım türünde Ni matrisli kaplamalar hakkında çok sayıda çalışmalar yapılmasına rağmen yapısal ve tribolojik özellikleri ilişkilendiren Ni-GNP kaplamalar üzerine herhangi bir çalışma bulunmamaktadır.

## 2. Yöntem ve Karakterizasyon

Deneysel çalışmalarda saf Ni ve GNP takviyeli Ni matrisli kompozit kaplamaların üretiminde Watts tipi kaplama banyosu kullanılmıştır. Akım kaynağı olarak DC uygulayabilen ve akım parametrelerinin kontrolünün kolayca sağlayabildiği güç kaynağı kullanılmıştır. Kaplamalar 100 ml lik cam beher içerisine ısı ve hız kontrollü manyetik karıştırıcı üzerine kurulmuş düzenek içerisinde yapılmıştır. Deney düzeneği çevre ve ortam sağlığı için çeker ocak içerisine kurulmuştur. Çalışmalarımızda katot malzemesi olarak 10 x 30 x 3 mm ebatlarında St 37 çelik levhalar, anot malzemesi olarak 30 x 50 x 2 mm ebatlarında Ni levhalar kullanılmıştır. Kaplama banyosu olarak yüksek saflıkta nikel sülfat (NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O), nikel klorür (NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O), borik asit (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) ve saf su kullanılmıştır. Kompozit kaplama için Ni kaplama banyosunun içerisine yanal boyutu ~ 5 nm ve kalınlığı ~ 5-8 nm boyutlarında GNP ilave edilerek kompozit kaplama üretilmiştir. 0,3 g/l GNP'ler ultrasonik prob yardımı ile kaplama banyosuna ilave edilmiştir. GNP ile takviye edilmiş tabakalar üretilirken GNP'lerin topaklaşmasını (aglomerasyonunu) engellemek için kaplama esnasında manyetik karıştırmanın yanında kaplama öncesi ultrasonik prob çalıştırılmıştır.

Kaplama tabakasının altlıkla iyi bir birleşme sağlayabilmesi, düzgün ve homojen bir kaplama tabakası elde edebilmek için altlıkların yüzeyi düzgün ve temiz olması gereklidir. İstenilen ebatlarda çelik levhalardan elde edilen katot malzemeleri, zımpara yardımı ile yüzeyleri düzgün ve temiz hale getirilmiştir. Çelik katot yüzeyleri 400, 600, 800 numaralı silisyum karbür (SiC) zımparalar kullanılarak yüzeyi ıslak zımparalanmış ve alkolle temizlendikten sonra kurutulup deneye hazır hale getirilmiştir. Kaplama öncesi çelik levhalar hacimce % 10 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisine daldırılmış 50 sn bekletilmiş sonrasında saf su ile yıkanarak kaplama sistemine yerleştirilmiştir. Kaplama çalışmaları, 5 A/dm<sup>2</sup> akım yoğunluğu altında DC akım türünde gerçekleştirilmiştir (Tablo 1).

**Tablo 1.** Elektrolitik kaplama banyoları çalışma koşulları.

<b>Banyo Bileşimi</b>	
NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	300 g/l
NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	50 g/l
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	40 g/l
SDS (Sodium dodecyl sulfate)	0,1 g/l
<b>Kaplama Parametreleri</b>	
Sıcaklık	50 ± 5 °C
pH	4 ± 2
Akım Yoğunluğu	5 A/dm <sup>2</sup>
Akım Türü	DC
Manyetik Karıştırma	30 dak.
Ultrasonik Karıştırma	30 dak.
Anot	Ni
Katot	St 37 çelik

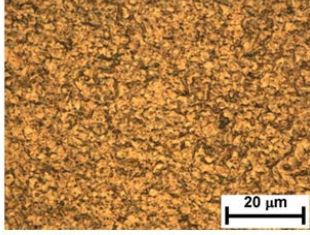
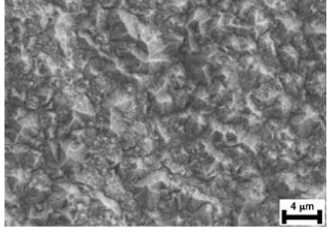
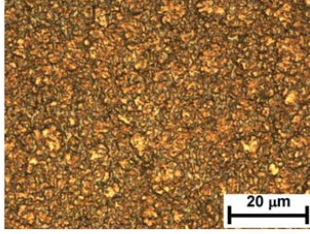
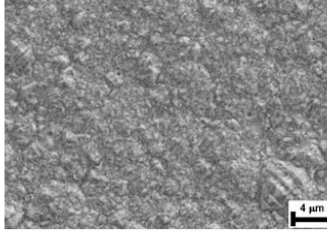
Kaplamaların yapısal özellikleri enerji dağılımlı x-ışınları spektrometre (EDS) donanımlı Zeiss Supra taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Nikon marka Eclipse LV150 model optik metal mikroskobu (OM) kullanılarak incelenmiştir. Kaplamaların faz analizleri Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı bünyesinde bulunan Panalitical X-ışını kırınım ölçer (XRD) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. XRD ölçümlerinde  $\lambda=1,54059 \text{ \AA}$  dalga boyuna sahip CuK $\alpha$  ışınımı kullanılmıştır. Mikrosertlik ölçümleri Shimadzu HVM mikrosertlik cihazında Vickers batıcı uç kullanılarak 50 gram yük altında yapılmıştır. Her bir numune için en az 5 ölçüm alınarak ortalama sertlik değeri hesaplanmıştır. Yüzey pürüzlülüğü Mitutoyo Surtest SJ-400 marka profilometrede kaplama yüzeyinde 1000  $\mu\text{m}$  mesafede tarama yapılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir numune için üç farklı ölçüm alınmıştır. Cihazda alınan yüzey pürüzlülüğü sonuçlarının ortalaması alınmıştır.

St 37 çelik altlık, saf Ni ve Ni/GNP (0,3 g/l) kaplamaların aşınma deneyleri 5 N'luk normal yük altında kuru ortamda doğrusal zıt yönlü düzlem-bilye aşınma (reciprocating ball-on-flat) yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Karşı malzeme olarak 10 mm çaplı alümina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) bilye kullanılmıştır. Aşınma deneyleri 1,7 cm/s kayma hızıyla ve 50 m kayma mesafesinde uygulanmıştır. Aşınma deneyleri sonrası bilye ve aşınma izleri OM ve SEM ile incelenmiştir.

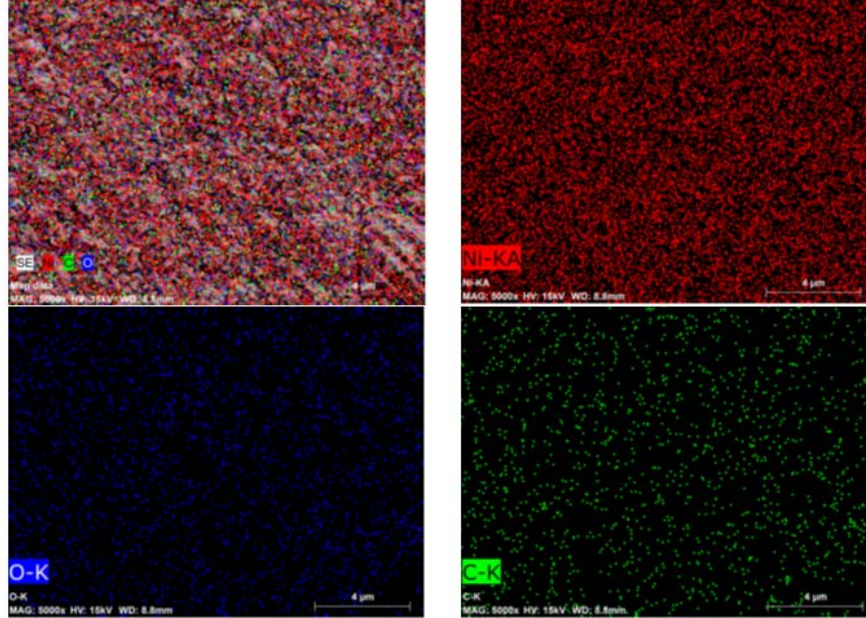
### 3. Bulgular ve Tartışma

Şekil 1'de DC akım altında 50 °C de 30 dk. süre ile 5 A/dm<sup>2</sup> akım uygulanarak çelik altlık üzerine biriktirilen saf Ni kaplama ve Ni-GNP (0,3 g/l) kompozit kaplamanın yüksek çözünürlüklü yüzey morfolojileri görülmektedir. DC akım altında üretilen saf Ni kaplamada tanelerin polihedron şeklinde olduğu görülmektedir. Kompozit kaplamanın yüzey SEM görüntüleri incelendiğinde polihedron tane şeklinin kaybolduğu ve ince taneli yapıya dönüştüğü tespit edilmiştir (Şekil 1). Şekil 2'de 0,3 g/l GNP içeren Ni matrisli kompozit kaplamadaki elementel haritalama sonuçları verilmiştir. Şekil 2 incelendiğinde kompozit kaplamada GNP'nin yapı içerisinde homojen olarak dağıldığı görülmüştür.

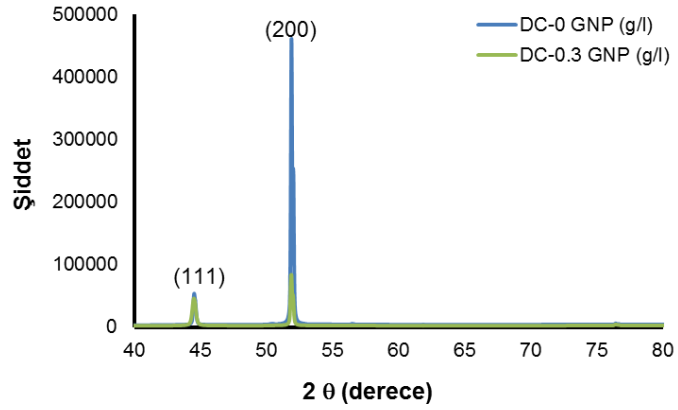
Şekil 3'de saf Ni ve 0,3 g/l GNP içeren kompozit kaplamanın XRD analiz sonuçları verilmektedir. XRD sonuçlarına göre DC akım türünde sırası ile  $2\theta=44,4^\circ$  ve  $51,8^\circ$  de iki adet keskin pik ortaya çıkmakta ve (200) pikinin baskın olduğu açıkça görülmektedir. DC akım türünde üretilen saf Ni ve kompozit kaplamanın XRD grafikleri beraber değerlendirildiğinde, kompozit kaplamalarda (200) Ni pik şiddeti azalmakta ve pik genişliği artmaktadır. Bu durum GNP partiküllerinin kaplama banyosu içerisine ilave edilmesiyle Ni-GNP kompozit kaplamanın tane boyutunun düşmesine bağlanabilir. GNP partikülleri daha fazla çekirdeklenme bölgesi sağlar ve böylece kristal büyümesini geciktirerek kompozit kaplamanın Ni matriksi daha ince tane boyutuna sahip olur [8].

GNP İçeriği (g/l)	OM Görüntüsü	SEM Görüntüsü
0		
0,3		

Şekil 1. DC akım altında üretilmiş saf Ni ve kompozit kaplamanın yüzeyine ait OM ve SEM görüntüleri.

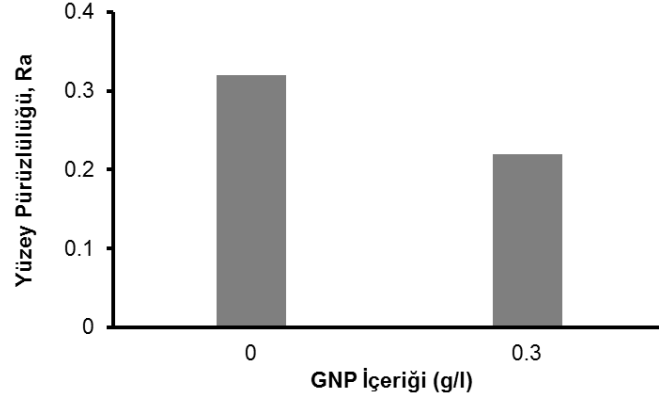


Şekil 2. DC akım altında 50 °C de 30 dk. süre ile 5 A/dm<sup>2</sup> akım yoğunluğunda üretilmiş 0,3 g/l Gr içeren Ni matrisli kompozit kaplamadaki elementel haritalama görüntüleri.



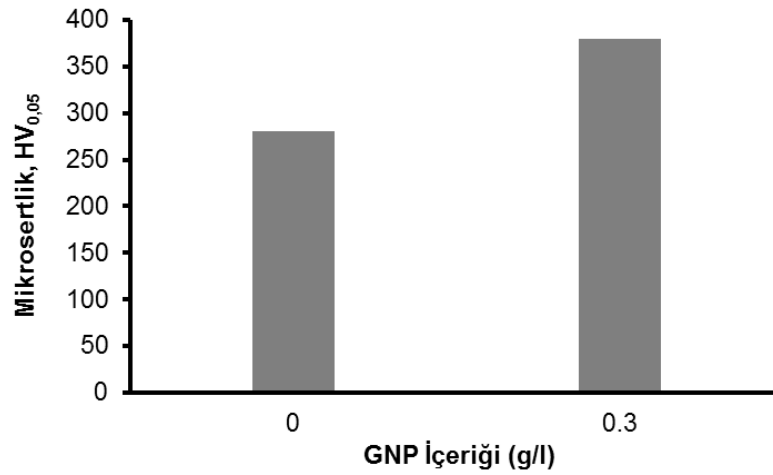
Şekil 3. DC akım türünde üretilmiş saf Ni ve kompozit kaplamanın XRD grafikleri.

Kaplama işlemi öncesi  $R_a=0,09 \mu\text{m}$  yüzey pürüzlülüğüne sahip St 37 çelik altlık saf Ni kaplama ve kompozit kaplama sonrası yüzey pürüzlülüğü sonuçları Şekil 4’de verilmiştir. Yüzey pürüzlülüğü incelendiğinde 0,3 GNP içeren kompozit kaplamanın yüzey pürüzlülüğünde düşüş görülmüştür. Bu durumun nedeni, kompozit kaplamanın daha küçük tane boyutuna bundan dolayı daha düzgün istif yoğunluğuna ve daha kompakt bir yapıya sahip olmasıdır.



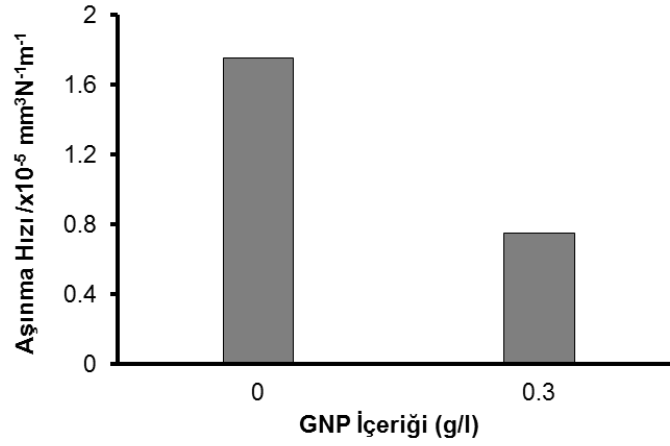
Şekil 4. DC akım türünde üretilmiş saf Ni kaplama ve 0,3 g/l GNP içeren kompozit kaplamanın yüzey pürüzlülüğü.

Saf Ni ve kompozit kaplamanın sertlik değerlerinin değişimi Şekil 5’de verilmiştir. DC akım türünde banyo içerisine 0,3 g/l GNP ilavesinin kaplama tabakasının sertliğini artırdığı tespit edilmiştir. Algul vd., (2015) ve Kumar vd., (2013) yapı içerisine giren Gr’in sertliği arttırdığını raporlamışlardır [8, 9]. Sertlik sonuçları SEM (Şekil 1), elementel haritalama görüntüleri (Şekil 2) ve XRD (Şekil 3) sonuçları ile birlikte değerlendirildiğinde yüzey merkezi kübik (YMK) yapıdaki Ni kafesine GNP’nin girmesi ile sertliği artırdığı sonucuna ulaşılmaktadır.



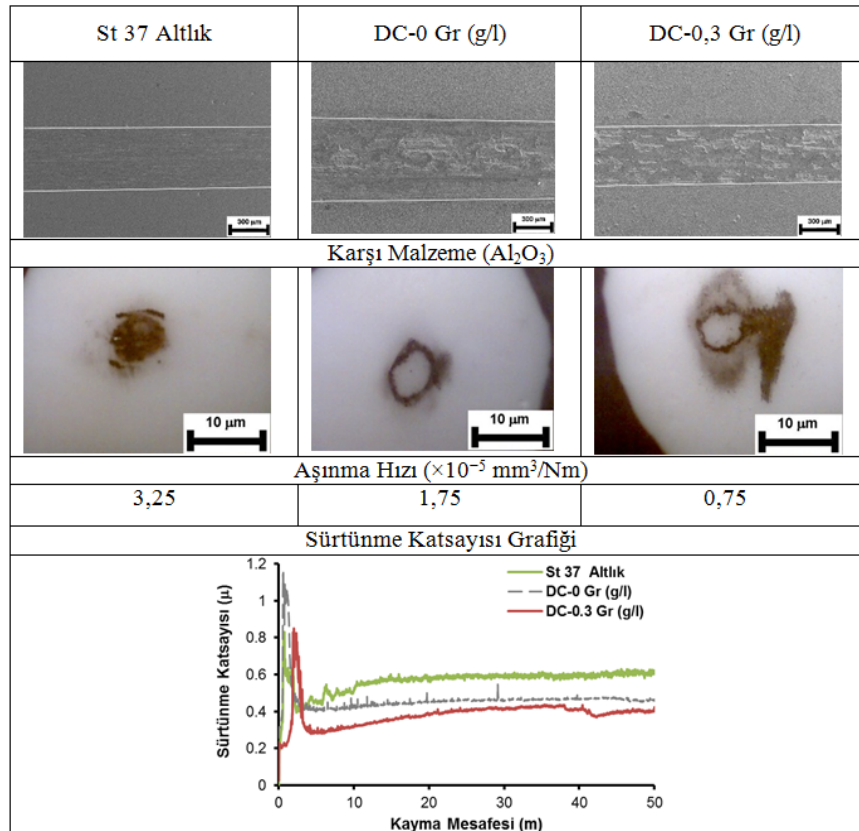
Şekil 5. DC akım türünde üretilmiş saf Ni kaplama ve 0,3 g/l GNP içeren kompozit kaplamanın sertlikleri.

Şekil 6’da aşınma hızındaki değişim görülmektedir. DC, akım türünde üretilmiş saf Ni ve 0,3 g/l GNP içeren kompozit kaplamanın aşınma hızları karşılaştırıldığında en düşük aşınma hızı değeri Archard’ın kanununa uygun şekilde kompozit kaplamada elde edilmiştir (Şekil 5 ve Şekil 6). DC akımla üretilen 0,3 g/l GNP içeren kompozit kaplama saf Ni kaplama ile karşılaştırıldığında mikrosertliğin artması ve aşınma hızının düşmesi net bir biçimde anlaşılabilir. Burada Ni matris içerisinde giren GNP nanopartiküller tane inceltme ve dispersiyon sertleşmesi etkileri yoluyla Ni tanelerinin büyümesini ve yük altında matrisin plastik deformasyona uğramasını engellemektedir. Tane inceltmesi ve dispersiyon sertleşmesi etkileri GNP ile artmaktadır [10].



Şekil 6. DC akım türünde üretilmiş saf Ni kaplama ve 0,3 g/l GNP içeren kompozit kaplamanın aşınma hızları.

Şekil 7’de kuru ortam aşınma deneylerinde DC akım altında üretilen saf Ni ve 0,3 g/l GNP içeren kompozit kaplamanın ve karşı malzeme olarak kullanılan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bilyelerin aşınma yüzey görüntüleri, aşınma hızı ve sürtünme katsayısı grafikleri karşılaştırmalı olarak incelendiğinde,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bilye ile oluşturulan aşınma iz derinliği ve geniş yüzey hasarından dolayı St 37 çelik altlık ( $3,25 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ) ve saf Ni kaplama yüksek aşınma hızı ( $1,75 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ) sergilemektedir. GNP içeren kompozit kaplamanın aşınma iz genişliği ile karşı malzeme olarak kullanılan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bilyelerin aşınma iz büyüklüğünün azaldığı görülmektedir. Sürtünme katsayısı grafikleri incelendiğinde GNP içeren kompozit kaplamanın ortalama sürtünme katsayısı da azalmaktadır. Sürtünme katsayısında önemli parametrelerden olan yüzey pürüzlülüğü (Şekil 4) ve mikrosertlik (Şekil 5) grafikleri beraber değerlendirildiğinde en düşük yüzey pürüzlülüğü ve en yüksek sertlik değerinin 0,3 g/l GNP içeren kompozit kaplamanın verdiği görülmüştür. Sertliğin yüksek ve yüzey pürüzlülüğünün düşük olması sürtünme katsayısını düşürmektedir.



Şekil 7. St 37 çelik altlık ve DC akım altında üretilmiş saf Ni ve 0,3 g/l GNP içeren kompozit kaplamanın ve karşı malzeme olarak kullanılan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bilyelerin aşınma yüzey görüntüleri, aşınma hızı değerleri ve sürtünme katsayısı grafikleri.

#### 4. Sonuçlar

Bu çalışmada elektrolitik kaplama yöntemi kullanılarak St 37 çelik altlıklar üzerine saf Ni kaplama ve GNP katkılı Ni kompozit kaplama başarılı bir şekilde üretilmiştir. Üretilen kaplamalar enerji dağılımlı x-ışınları spektrometre (EDS) donanımlı taramalı elektron mikroskobu (SEM), X-ışınları difraktometresi (XRD), yüzey profilometresi, mikrosertlik ve aşınma deneyleri kullanılarak analiz edilmiştir.

- DC akım türünde üretilen kompozit kaplamada GNP ilavesinin matrisin (Ni) tane yapısını incelttiği görülmüştür.
- EDS analizi sonucunda kompozit kaplamada GNP'nin yapı içeresine homojen dağıldığı gözlenmiştir.
- GNP ilavesi yüzey pürüzlülüğünü azaltmıştır.
- Saf Ni kaplama ve kompozit kaplamanın aşınma ve sertlik sonuçları beraber incelendiğinde en düşük aşınma hızı ve en yüksek sertlik kompozit kaplamada elde edildiği görülmektedir. Bu durumun nedeni yapısal incelemeler sonucu DC akım türünde üretilen kompozit kaplamanın daha kompakt bir yapıya sahip olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

#### 5. Teşekkür

Bu çalışma Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri birimi tarafından desteklenmiştir (Proje No: 2018-01.BŞEÜ.03-03).

#### 6. Kaynaklar

- [1] Rezaeiolum, A., Aliofkhazraei, M., Karimzadeh, A., Rouhaghdam, A. S., Miresmaeili, R., "Electrodeposition of Ni-Mo and Ni-Mo-(nano Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) multilayer coatings", **Surface Engineering**, 34 (6), 423-432, 2017.
- [2] Bagheri, P., Farzam, M., Mousavi, A. B., Hosseini, M., "Ni-TiO<sub>2</sub> nanocomposite coating with high resistance to corrosion and wear", **Surface and Coatings Technology**, 204 (23), 3804-3810, 2010.
- [3] Aruna, S. T., Srinivas, G., "Wear and corrosion resistant properties of electrodeposited Ni composite coating containing Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> composite powder", **Surface Engineering**, 31 (9), 708-713, 2015.
- [4] Lanzutti, A., Lekka, M., Leitenburg, C de., Fedrizzi, L., "Effect of pulse current on wear behavior of Ni matrix micro-and nano-SiC composite coatings at room and elevated temperature", **Tribology International**, 132, 50-61, 2019.
- [5] Kuang, D., Xu, L., Liu, L., Hu, W., Wu, Y., "Graphene-nickel composites", **Applied Surface Science**, 273, 484-490, 2013.
- [6] Jiang, K., Li, J., Liu, J., "Electrochemical codeposition of graphene platelets and nickel for improved corrosion resistant properties", **RSC Advances**, 4, 36245-36252, 2014.
- [7] Kyhl, L., Nielsen, S. F., Čabo, A. G., Cassidy, A., Miwa, J. A., Hornekær, L., "Graphene as an anti-corrosion coating layer", **Faraday Discussions**, 180, 495-509, 2015.
- [8] Algul, H., Tokur, M., Ozcan, S., Uysal, M., Cetinkaya, T., Akbulut, H., Alp, A., "The effect of graphene content and sliding speed on the wear mechanism of nickel-graphene nanocomposites", **Applied Surface Science**, 359, 340-348, 2015.
- [9] Kumar, C. M. P., Venkatesha, T. V., & Shabadi, R., "Preparation and corrosion behavior of Ni and Ni-graphene composite coatings", **Materials Research Bulletin**, 48(4), 1477-1483, 2013.
- [10] Xiang, L., Shen, Q., Zhang, Y., Bai, W., Nie, C., "One-step electrodeposited Ni-graphene composite coating with excellent tribological properties", **Surface & Coatings Technology**, 373, 38-46, 2019.

## Extended Abstract

### Introduction

Electrolytic deposition, which is one of the most effective methods for producing composites from metal and non-metal components, is simple and low cost. Nickel (Ni) matrix composite coatings with reinforcing particles such as SiC, TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, diamond have received great attention in recent years due to their superior mechanical properties, high thermal stability, high wear and corrosion resistance. Graphene (Gr), a single 2D sp<sup>2</sup>-hybridized carbon sheet, has attracted considerable interests for both fundamental properties and application areas. The remarkable chemical and physical properties of Gr lead it become potential applications in various fields, such as solar energy conversion, supercapacitors, field effect transistors, lithium secondary batteries and fuel cells.

In the present work, pure Ni and composite coatings containing 0.3 g/l graphene nano plate (GNP) were prepared under direct current (DC) electrodeposition in order to study their structural and mechanical properties. Despite some reports on DC electrodeposition of Ni, however, to the best of our knowledge, there are few report concerning the tribological properties of Ni–GNP coatings produced by DC electrodeposition.

### Method

Ni-GNP composite coating was prepared under direct current (DC) conditions by co-deposition of GNP particles and Ni from a Watts type bath. St 37 steel plate was used for electrodeposition and GNP layers having a lateral dimension of ~5 nm and a thickness of ~5-8 nm were used as reinforcement. After DC electrodeposition, the surface morphology, elemental and phase evaluations were conducted on the deposited coatings by scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) and X-ray diffraction (XRD), respectively. Furthermore, the hardness and wear behaviors of the prepared coatings were investigated. Microhardness of the coatings was measured using a Vicker's microhardness indenter. Dry sliding wear tests were investigated by the ball-on-plate method with a home-made reciprocating wear tester by rubbing a 10 mm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ball. Wear tests were carried out under a normal load of 5 N, a sliding speed of 1.7 cm s<sup>-1</sup> and a sliding distance of 50 m.

### Results and Discussion

XRD patterns showed typical peaks corresponding to (1 1 1) and (2 0 0) crystallographic planes of Ni. For the pure Ni, the relative intensity of the (2 0 0) plane was much higher than that of (1 1 1) plane. The addition of GNP in the electrolyte resulted in a decrease relative intensity of (2 0 0) plane. It means that the effect of grain refinement of the GNP in the matrix improved the structure of composite coating and made it uniform, compact and fine grained. EDS mapping analysis revealed that GNP particles are well dispersed in the Ni matrix. The surface morphology of the pure Ni coating is comparatively rougher than the Ni-GNP coating. The microhardness of Ni-GNP composite coating containing 0.3 g/l GNP is 380 HV<sub>0.05</sub> compared to that of a pure Ni coating, which is only 280 HV<sub>0.05</sub>. The friction coefficient of Ni-GNP deposit was significantly lower than those of pure Ni coating and St37 steel substrate. The Ni-GNP coating has a better lubricating property because of the fact that GNP particles acting as a lubricant diminish the direct contact between the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ball and the Ni matrix. Compared with pure Ni deposit, Ni-GNP composite has an increasing wear resistance in terms of a smoother worn surface and the reduced wear track width.

### Conclusion

Ni-GNP composite coating was successfully prepared on the St 37 steel by DC electrodeposition. The GNP particles were uniformly incorporated in the Ni matrix, resulting particle dispersion to strengthen the composite coating. The XRD and SEM analysis presented the better grained and compact property of the Ni-GNP deposit. The incorporation of GNP into the Ni matrix improved both friction and wear behavior of the composite coating compared to the pure Ni coating.