शोध पत्र / Research Paper

विभिन्न भारण दरों पर TiAlN विलेपन का आसंजनशील मूल्यांकन

Adhesiveness Evaluation of TiAlN Coatings at Different Loading Rates

डॉ. कुलवंत सिंह

Dr. Kulwant Singh

Scientist H, Materials Science Division,
Bhabha Atomic Research Centre, Trombay,
Mumbai - 400085
Professor, Homi Bhabha National Institute,
Anushakti Nagar, Mumbai - 400094
singhkw@barc.gov.in

https://doi.org/10.5281/zenodo.17954217

सारांश

टाइटेनियम–एल्यूमीनियम–नाइट्राइड (TiAlN) विलेपन (coating) को अभिक्रियाशील डीसी मैग्नेट्रॉन स्पटरिंग तकनीक द्वारा स्टेनलेस स्टील अवस्तर (substrate) पर जमा (deposit) किया गया। अवस्तर पर इसकी आसंजनशीलता (adesiveness) का मूल्यांकन खरोंच परीक्षण (स्क्रैच टेस्ट) का उपयोग करके किया गया। यह तकनीक स्टेनलेस स्टील के विलेपित (कोटेड) नमूने पर बढ़ते सामान्य भार के तहत हीरा स्टाइलस (हीरा लगी कलम) के द्वारा खरोंच लगाने की क्रिया पर आधारित है। खरोंच परीक्षणों के दौरान लेपन की भारण दर (loading rate) में परिवर्तन किया गया और विलेपित आसंजक पर इस प्रभाव का विश्लेषण किया गया। खरोंच परीक्षणों के दौरान विलेपित आसंजक (adhesive) एवं ससंजन (cooesive) विफलताओं के लिए क्रांतिक भार (critical weight) को मापा गया। विभिन्न भारण दरों पर घर्षण गुणांक (μ) को निर्धारित किया गया। कम भार की दशा में विलेपन में दरारें दिखना, तथा ऊपरी परत के हटने के साथ ससंजक विफलता की घटना देखी गई। जबकि उच्च भार पर, आसंजक विफलता, छीलन अथवा विलेपित पदार्थ के छोटे टुकड़े या छीलन अलग होना (chipping), समुत्खंडन (spalation) अर्थात कोटिंग के बड़े टुकड़ों का टूट कर अलग होना और विस्तरण/विसंयोजन (delamination) इत्यादि देखा गया।

Abstract

Titanium-aluminium-nitride (TiAlN) coating was deposited on stainless steel substrate by reactive DC magnetron sputtering technique. The adhesion was evaluated using scratch test. This technique is based on scratching the coated stainless-steel sample with a diamond stylus under increasing normal load. The loading rate was varied during the scratch tests and its effect on the coated adhesive was analysed. The critical weight for adhesive and cohesive failures of the coated adhesive was measured during the scratch tests. The coefficient of friction (μ) was determined at different loading rates. At low loads, the occurrence of cracks in the coating, and cohesive failure with peeling of the top layer was observed. Whereas at high loads, adhesive failure, chipping or breaking off of the coated material into smaller pieces, spallation i.e. breaking off of larger pieces of the coating and delamination etc. were observed.

मुख्य शब्द : आसंजन; आखुरण/खरोंच परीक्षण; TiAlN; मैग्नेट्रॉन स्पटरिंग; भारण (loading) दर; घर्षण गुणांक।

Keywords : adhesion; scratch test; TiAlN; magnetron sputtering; loading rate; friction coefficient.

परिचय

कई अनुप्रयोगों (applications) में TiN कोटिंग को टाइटेनियम–एल्यूमीनियम–नाइट्राइड (TiAlN) के लेप द्वारा प्रतिस्थापित किया जाता है [1]। TiAlN कोटिंग उच्च कठोरता, बढ़ा हुआ घिसाव प्रतिरोध, उच्च ऑक्सीकरण प्रतिरोध और काटने की बेहतर क्षमता प्रदर्शित करती हैं [2]। TiAlN अथवा इसी तरह की किसी अन्य कोटिंग को अनेक प्रकार की भौतिक वाष्प निक्षेपण तकनीकों [3] (deposition techniques) के द्वारा जमा किया जा सकता है। TiN की तुलना मे TiAlN विलेपित धातु (TiAlN coated metal) मशीनन (machining) और निर्माण अनुप्रयोगों की एक श्रृंखला के लिए बेहतर प्रदर्शन दर्शाती हैं, जो कि TiN लेप में एल्यूमीनियम के जुड़ने से और यंत्रों (instruments) की सतह पर एल्यूमीनियम ऑक्साइड की परत के निर्माण के कारण होता है। यह विलेपन (coating) के प्रचालन तापमान परास (operating temperature range) को जो TiN विलेपन आस्तरण के लिए 500° C होता है TiAlN विलेपन आस्तरण के लिए 800° C तक बढ़ा देता है। TiAlN आस्तरण सख्त भी होता है, जिसके परिणामस्वरूप छीलन के उखड़ने में कमी आती है। TiAlN विलेपन के गुण इसे न्यूनतम स्नेहक (lubricants) के उपयोग के साथ उच्च तापमान पर काटने की क्रिया के संचालन के लिए उपयुक्त बनाते हैं। इसका उपयोग टाइटेनियम, एल्यूमीनियम, निकल मिश्र–धातु, स्टेनलेस स्टील, मिश्र–धातु स्टील, कोबाल्ट–क्रोमियम –मोलिब्डेनम (Co–Cr–Mo) और कच्चे लोहे से बने यंत्रों में सफलतापूर्वक किया जा सकता है। इस तरह के लेप के सबसे महत्वपूर्ण मूल्यांकन मापदंडों में से एक आसंजक शक्ति (adhesive power) [4] है। विलेपन और अवस्तर (substrate) के बीच आसंजन का मूल्यांकन खरोंच परीक्षण का उपयोग करके किया जा सकता है। यह परीक्षण रॉकवेल सी हीरा दंतुरक (diamond inentor) को लेपित नमूने (सामान्यत: 20 से 50 मिमी आकार) पर यंत्र द्वारा चलाते हुए नमूने की सतह पर रैखिक रूप से लोड (भार) को सतत बढ़ा कर किया जाता है। दंतुरक (indentor) में 200 μm (ASTM मानक) की नोक–त्रिज्या (tip radius) होती है। लगाए गए सामान्य भार (लोड) को 1 N से लेकर अधिकतम 100 N तक बढ़ाया जा सकता है। भारण दर और खरोंच की लंबाई पूर्व–निर्धारित की जाती है। खरोंच परीक्षण के दौरान, वह प्लेटफ़ॉर्म, जिस पर नमूने को स्थिर (fix) किया जाता है, क्षैतिज रूप से चलता है। दंतुरक पर, ध्वनिक उत्सर्जन (Acoustic Emission–AE), घर्षण बल (Friction Force) और गहराई (depth) मापन सेंसर लगाए जाते हैं, जो खरोंच परीक्षण के दौरान डेटा को निरंतर रिकॉर्ड करते हैं। विलेपन की विफलताओं के लिए दो प्रमुख प्रकार के क्रांतिक भार (critical force) परिभाषित किए गए हैं। एक, ससंजक क्रांतिक भार (cohesive critical load), वह भार है जिस पर ससंजक विफलता होती है, यानी विलेपन के भीतर विफलता जैसे कि विलेपन के भीतर सूक्ष्म दरारें और दूसरा आसंजन विफलता यानी कि छीलन (chipping) निकलना, समुत्खंडन (spallation), विपटलन (dellmination) या ऐसी किसी भी घटना का अवलोकन जिसमें विलेपन के नीचे अवस्तर (substrate) उजागर हो जाता है। खरोंच परीक्षण के तुरंत बाद प्रकाशीय सूक्ष्मदर्शिकी (optical microscopy) में खरोंच पथ (scratch track) को देखकर और खरोंच पथ पर अलग–अलग भार पर फोटो लेकर क्रांतिक भार प्राप्त किए जा सकते हैं। खरोंच परीक्षण के दौरान प्राप्त ध्वनिक उत्सर्जन (AE) संकेत या घर्षण बल (friction force) व्यवहार में परिवर्तन के साथ क्रांतिक भार को भी निर्धारित या सहसंबंधित किया जा सकता है। वर्तमान अध्ययन डीसी मैग्नेट्रॉन स्पटरिंग द्वारा स्टेनलेस स्टील पर जमा TiAlN विलेपन (coatin) के आसंजन (adhesivvness) पर भारण दर के प्रभाव का मूल्यांकन करता है। खरोंच परीक्षण के दौरान प्राप्त घर्षण बल और ध्वनिक उत्सर्जन संकेतों का मूल्यांकन और तुलना की गई है। भारण दरों के संदर्भ में घर्षण गुणांक का मूल्यांकन भी किया गया है।

विलेपन

TiAlN फ़िल्में जंगरोधी इस्पात अवस्तर (stainless steel substrate) पर अभिक्रियाशील (reactive) dc मैग्नेट्रॉन स्पटरिंग द्वारा विशेष रूप से निर्मित इकाई (custom built unit) में तैयार की गई। सतह की सफाई क्षारीय घोल में की गई, तथा घोल का तापमान 60° C रखा गया था। क्षारीय घोल में सफाई के बाद, अवस्तर सबस्ट्रेट्स को 33% (v/v) हाइड्रोजन क्लोराइड (HCl) में डुबोया गया। सभी चरण पराश्रव्य (ultrasonic) प्रेक्षणों के रूप में किए गए। प्रत्येक चरण के बाद, नमूनों को सादे पानी से धोया गया और फिर आसवित खनिज (distilled mineral–DM) पानी से धोया गया। विलेपन का जमाव नाइट्रोजन/आर्गन प्रवाह के 20% अनुपात पर किया गया। टाइटेनियम और एल्यूमीनियम के वैकल्पिक चाप खंडों वाले एक गोलाकार मोज़ेक धातु लक्ष्य का उपयोग किया गया था। लक्ष्य का व्यास 160 मिमी और सतह क्षेत्र अनुपात (C_{Ti}/C_{Al}) एक था। घूर्णी (rotary) पंप द्वारा समर्थित विसरण (diffusion) पंप की सहायता से कक्ष में $<1\times10^{-5}$ mbar (<0.0076 mTorr) का निर्वात (vacuum) बनाया गया। उच्च शुद्धता वाले आर्गन और नाइट्रोजन गैसों (शुद्धता >99.99%) को फिर से कक्ष में भर दिया गया। सभी प्रयोगों में आर्गन गैस का प्रवाह 20 sccm पर स्थिर रखा गया, तथा कुल दबाव लगभग 4×10^{-3} mbar (3.8 mTorr) पर स्थिर रखा गया। नाइट्रोजन प्रवाह को अनुकूलित किया गया और 20% के नाइट्रोजन/कुल गैस प्रवाह अनुपात के इस अनुकूलित मान पर लेप तैयार किया गया। लेप के जमाव के दौरान, अवस्तर को –100 V पर अभिनत (bias) किया गया एवं लक्ष्य धारा को 0.6 A रखा गया था। लेप के जमाव के दौरान, कोई बाहरी तापन (heating) नहीं की गई थी। लक्ष्य से अवस्तर के बीच की दूरी 60 मिमी रखी गई थी। लक्ष्य को 0–1000 V (6 A अधिकतम) की स्थिर प्रत्यक्ष धारा शक्ति (direct current–DC power) आपूर्ति के माध्यम से बिजली की आपूर्ति की गई थी। अवस्तर अभिनति (substrate biasing) को परिवर्तनीय वोल्टेज (0–300 V) और धारा (current) (0–500 mA) की स्थिर प्रत्यक्ष धारा शक्ति की आपूर्ति के माध्यम से लागू किया गया। नाइट्राइड विलेपन में बेहतर आसंजन प्राप्त करने के लिए, सभी प्रयोगों में सबसे पहले लक्ष्य (Ti–Al) पदार्थ का एक पतला धातु अंतःस्तर (interlayer) (<0.2 μm) को कक्ष में नाइट्रोजन की शुरूआत से पहले जमा किया गया था। प्राप्त TiAlN लेप की मोटाई 1.8 से 2.2 μm की सीमा में थी।

खरोंच आसंजन परीक्षण (scratch adhesive test)

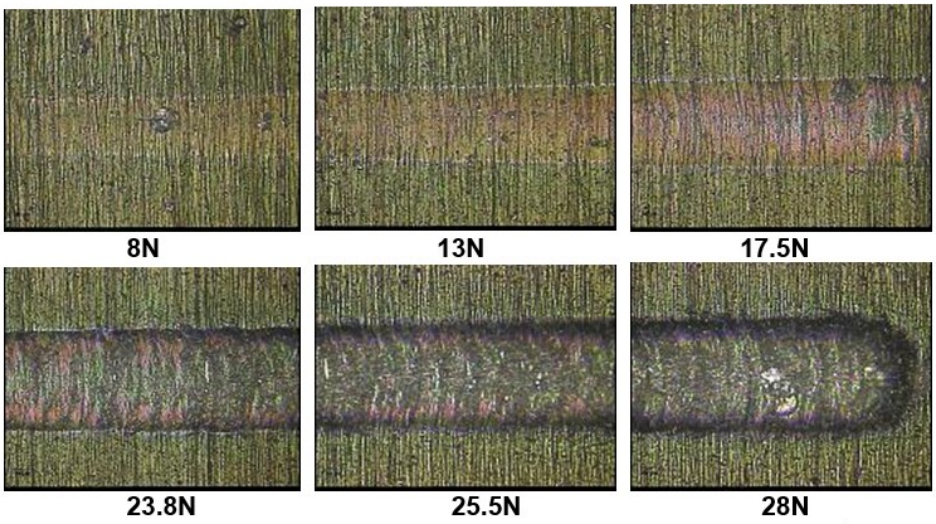
विलेपन के लिए बुनियादी आवश्यकता यह है, कि जमा की गई फिल्म अवस्तर से अच्छी तरह से जुड़ी हुई हो। खरोंच आसंजन परीक्षण एक वाणिज्यिक स्वचालित खरोंच परीक्षक (CSEM, स्विटजरलैंड निर्मित) का उपयोग करके किया गया था, जो रॉकवेल सी डायमंड स्टाइलस (शंकु शीर्ष कोण 120°, अग्र त्रिज्या 200 माइक्रोन) और प्रकाशीय सूक्ष्मदर्शिकी से सुसज्जित था। 1 से 30 N तक रैखिक रूप से बढ़ते भार के तहत खरोंच बनाए गए थे। 10, 30, 50, 70 और 100 N/min की भारण दरों पर अलग–अलग खरोंच किए गए थे, जिसमें खरोंच की लंबाई 3 मिमी पर स्थिर रखी गई थी। चूंकि लेप 30 N भार तक पूरी तरह से विफल नहीं हुई थी, इसलिए 30 N/min की भारण दर पर लागू सामान्य बल को 50 N तक बढ़ाकर खरोंच परीक्षण दोहराया गया। विभिन्न लेप विफलता घटनाओं में सूक्ष्म दरारें, छीलन, समुत्खंडन (spallation), पदार्थ का पार्श्व प्रवाह (side flow), आंशिक या पूर्ण विसंयोजन (disjunction) शामिल हैं। बढ़ते भार के साथ खरोंच प्रतिरूप जिसमें विभिन्न प्रकार की विलेपन विफलताएं होती हैं, प्रकाशीय सूक्ष्मदर्शिकी और घर्षण बल माप द्वारा जाना जा सकता है। यह सुझाव दिया गया है, कि आसंजन विफलता सीधे घर्षण बल और AE मान में अचानक वृद्धि के साथ जुड़ी हुई है। ध्वनिक संसूचक (acoustic detector) जो मूल रूप से खरोंच के दौरान उत्सर्जित ध्वनि ऊर्जा को मापता है, स्टाइलस के ऊपर लगाया जाता है, और सूक्ष्म दरारों के गठन और प्रसार से निकलने वाले प्रघाती तरंग प्रस्फोट (shock wave burst) के माध्यम से लेप के नुकसान की शुरुआत

का पता लगाता है। ध्वनिक संकेतों (acoustic signals) के बड़े स्पंदनों (vibrations) और विलेपन विफलता के बीच एक संबंध है। घर्षण बल संसूचक (friction force detector) खरोंच परीक्षण के दौरान घर्षण बल को लगातार रिकॉर्ड करता है। विलेप के टूटने, अलग होने या अन्यथा क्षतिग्रस्त होने पर घर्षण बल बदल जाता है। उच्च भार पर व्यवहार का निरीक्षण करने के लिए, 50 N (30 N/मिनट की भारण दर पर) तक भार बढ़ाकर खरोंच परीक्षण को दोहराया गया।

परिणाम और चर्चा

खरोंच परीक्षण के दौरान सामान्य भार, घर्षण गुणांक (friction coefficient) और ध्वनिक उत्सर्जन के ग्राफ दर्ज किए गए। यह देखा गया है, कि 30 N भार तक, छिलना, ऊपरी परत हटाना, विलेप पदार्थ का आगे की ओर प्रवाह, पार्श्व प्रवाह अथवा कुछ स्थानों पर छिलना और आंशिक विसंयोजन (disjunction) देखा गया, जबकि पूर्ण विसंयोजन नहीं पाया गया। उच्च भार पर व्यवहार का निरीक्षण करने के लिए, 50 N तक भार बढ़ाकर खरोंच परीक्षण किया गया।

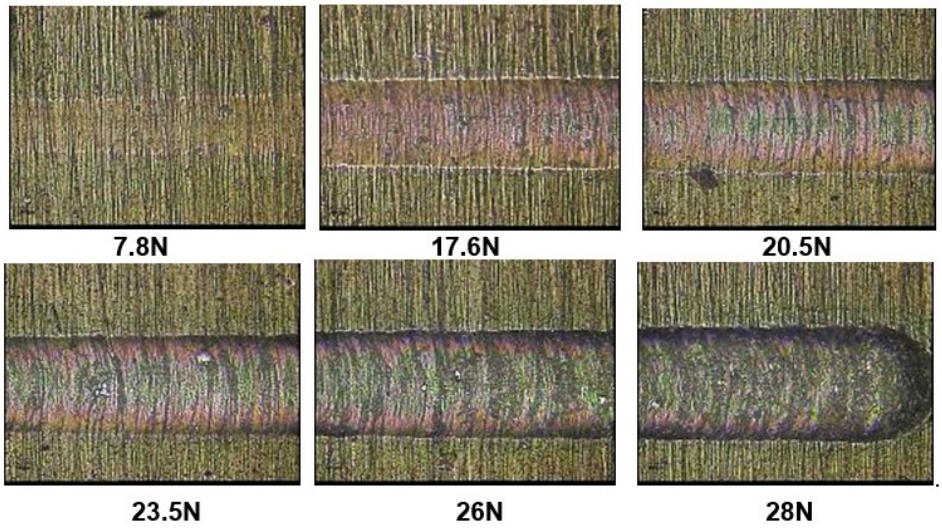
भारण (loading) दर का प्रभाव



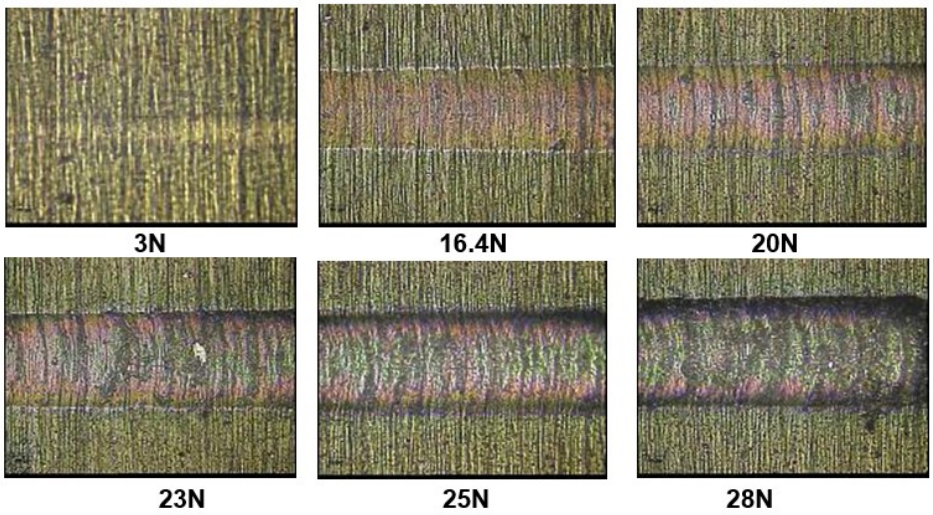
चित्र 1: विभिन्न भार पर सूक्ष्म छवियां (micrograph) (भारण दर: 10 N/मिनट)

चित्र 1 में, 10 N/मिनट की भारण दर पर किए गए खरोंच परीक्षण के लिए अलग–अलग भार पर खरोंच पथ की सूक्ष्म छवियां दिखाई गई हैं। 8 N भार तक कोई दरार या छीलन नहीं देखी गई। जैसे ही भार 13 N तक बढ़ा, मामूली छीलन देखी गई। 17.5 N भार पर ऊपरी परत हट गई और छीलन के साथ–साथ छोटी दरारें भी आईं। 23.8 N भार पर, दरार और छीलन बढ़ गई और पदार्थ का प्रवाह (flow) शुरू हो गया। 25.5 N भार पर, ये सभी घटनाएँ उच्च सीमा तक बढ़ी देखी गईं। 28 N पर, कुछ स्थानों पर समुत्खंडन और आंशिक विसंयोजन (partial disjunction) भी हुआ।

चित्र 2 में 30 N/मिनट की भारण दर पर किए गए खरोंच परीक्षण से विभिन्न भारों पर सूक्ष्म छवियां (micrograph) दिखाई गई हैं। यह देखा गया कि 17.6 N भार पर, छीलन से ऊपरी परत हटने लगी, जबकि 20.5 N भार पर दरारें दिखाई देने लगीं। 23.5 N भार पर दरारें लंबी, गहरी और चौड़ी हो गईं और आंशिक रूप से विसंयोजन (disjuntion) हुआ। 26 N भार पर, पदार्थ का प्रवाह (flow of material) भी देखा गया। 28 N भार पर, छिलने और दरारों की मात्रा बढ़ गई और किनारों पर पदार्थ का प्रवाह भी देखा गया।



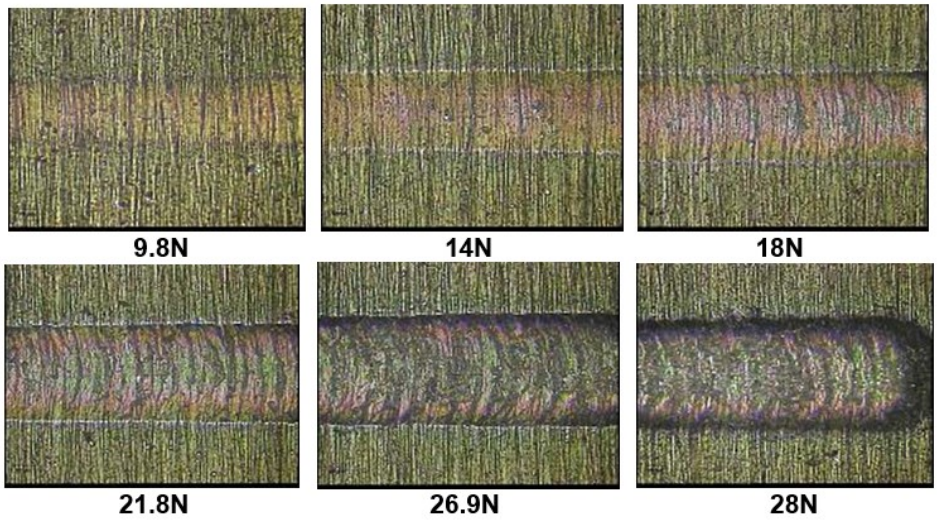
चित्र 2: विभिन्न भार पर सूक्ष्म छवियां (भारण दरः 30 N/मिनट)



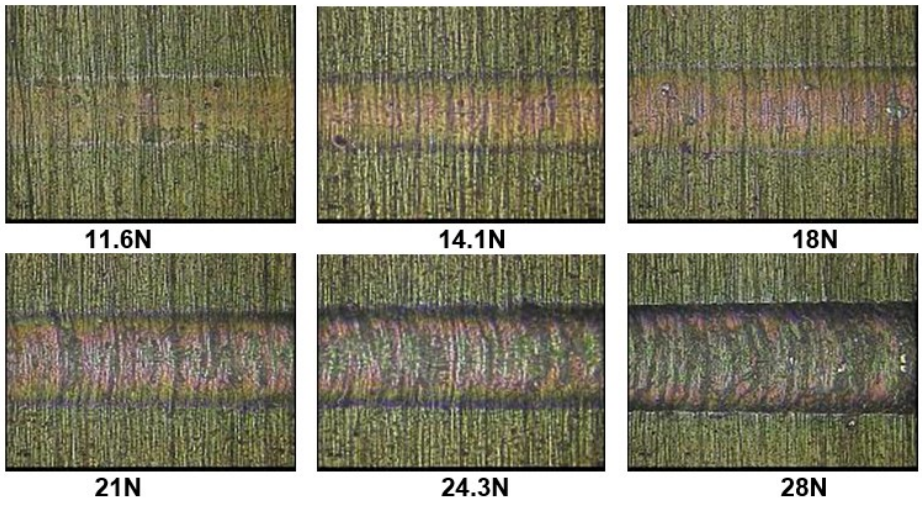
चित्र 3: विभिन्न भार पर सूक्ष्म छवियां (भारण दरः 50 N/मिनट)

50 N/मिनट (चित्र 3) की भारण दर पर, यह देखा गया कि 16.4 N पर केवल ऊपरी परत हट गई। 20 N पर क्रैकिंग और चिपिंग शुरू हुई और 23 N भार पर समुत्खंडन हुआ। 25 N पर चटकने (cracking) और छिलने की मात्रा बढ़ गई, और किनारों पर पदार्थ का प्रवाह भी शुरू हो गया। 28 N पर छिलना, चिटकना और पदार्थ के प्रवाह की मात्रा बढ़ी देखी गई। 30 N के परीक्षण भार तक कोई विसंयोजन नहीं देखा गया।

70 N/मिनट भारण दर पर, चित्र 4 से यह स्पष्ट है, कि 14 N तक, कोई भी ससंजक विफलता (cohesive failure) नहीं देखी गई। 18 N भार पर, दरारें, छिलना और ऊपरी परत का हटना शुरू हो गया। 26.9 N भार पर, दरारें गहरी और लंबी हो गईं, पदार्थ का प्रवाह भी देखा गया। 28 N पर, छिलने की मात्रा बढ़ गई, किनारों पर पदार्थ का प्रवाह देखा गया, लेकिन 30 N भार तक कोई आसंजन विफलता (adhesion failure) नहीं हुई।



चित्र 4: विभिन्न भार पर सूक्ष्म छवियां (भारण दरः 70 N/मिनट)



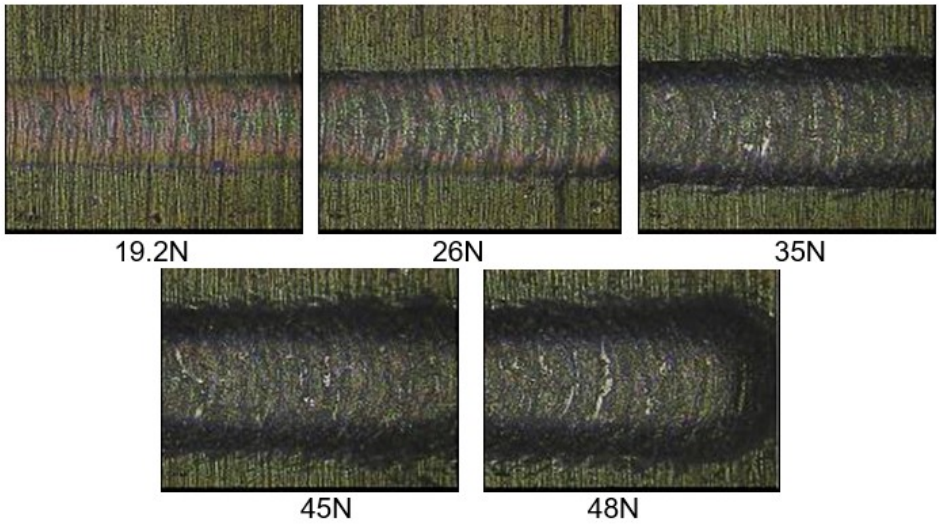
चित्र 5: विभिन्न भार पर सूक्ष्म छवियां (भारण दरः 100 N/मिनट)

100 N/मिनट भारण दर (चित्र 5) पर, 18 N भार पर ऊपरी परत का हटना और छिलना देखा गया। 21 N भार पर, विलेप में दरारें शुरू हो गईं। 24.3 N भार पर, दरारों का घनत्व (density) बढ़ गया, और किनारों पर पदार्थ का प्रवाह भी देखा गया। 28 N भार पर, छिलने और आंशिक विसंयोजन के साथ पदार्थ का भारी प्रवाह हुआ। जब हम अलग–अलग भारण दरों पर किए गए समान भार पर खरोंच प्रतिरूप (scratch pattern) की तुलना करते हैं, तो हम देखते हैं, कि जैसे–जैसे भारण दर बढ़ती है, चिटकना, छिलना, और पदार्थ का प्रवाह तथा ऊपरी परत का हटना, समुत्खंडन आदि सभी घटनाएं तेजी से होती हैं। चित्र 1–5 में, जब 8–12 N भार के बीच खरोंच प्रतिमान की तुलना की जाती है, तो समान भार पर भारण दर में वृद्धि के साथ कम दोष देखे गए। विभिन्न भारण दरों पर 16–18 N भार के बीच (चित्र 1–5) खरोंच प्रतिरूप (scratch pattern) की तुलना करने पर, यह देखा गया कि जैसे–जैसे भारण दर बढ़ती है, समान लागू भार पर पदार्थ का प्रवाह और दरारें कम होती जाती हैं। इसी तरह, जब विभिन्न भारण दरों के लिए 21–24 N भार के बीच खरोंच प्रतिरूप की तुलना

की गई, तो यह देखा गया, कि कम भारण दरों पर पदार्थ का प्रवाह और सतही दोष अधिक स्पष्ट थे, और भारण दर बढ़ने के साथ कम हो गए। 28 N भार पर, विभिन्न भारण दरों के लिए खरोंच प्रतिमान की तुलना करने पर, यह देखा गया कि कम भारण दर पर, अधिक फैलाव और पदार्थ का प्रवाह हुआ।

50 N तक के भार पर खरोंच

खरोंच परीक्षण 50 N तक के सामान्य भार पर दोहराया गया, क्योंकि 30 N तक के भार पर, विलेप में कोई बड़ी आसंजन विफलता नहीं पाई गई। भारण दर 30 N/मिनट थी और खरोंच की लंबाई 3 मिमी रखी गई थी। विभिन्न भारों पर खरोंच पथ (track) के सूक्ष्म छवियां चित्र 6 में दिखाई गई हैं।



चित्र 6: विभिन्न भार पर सूक्ष्म छवियां (भारण दरः 30 N/मिनट)

चित्र 6 से, यह देखा गया कि 19.2 N भार पर, छिलना और दरारें आईं। 26 N भार पर, दरारें और छिलने के साथ–साथ पदार्थ का प्रवाह देखा गया। 35 N भार पर, बिखराव हुआ और किनारों पर पदार्थ का प्रवाह बढ़ गया, साथ ही आंशिक विसंयोजन भी हुआ। 45 N भार पर, बिखराव और आंशिक विसंयोजन की मात्रा बढ़ गई, और किनारों पर पदार्थ का भारी प्रवाह देखा गया। 48 N भार पर, बिखराव, पदार्थ का प्रवाह और आंशिक विसंयोजन और भी बढ़ गया, जैसा कि चित्र में दिखाया गया है। हालांकि, अवस्तर से विलेप का पूर्ण विसंयोजन/अलगाव 50 N भार तक नहीं देखा गया।

घर्षण गुणांक

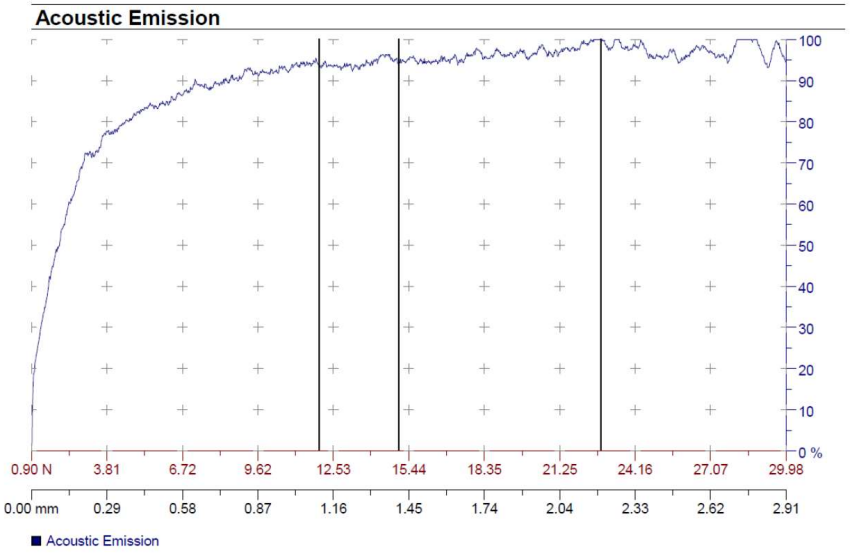
विभिन्न भारण दरों पर किए गए खँरोच परीक्षण के दौरान विभिन्न भारों पर प्राप्त घर्षण गुणांक (μ) तालिका 1 में दिखाए गए हैं। खँरोच परीक्षण में सामान्य भार 1 से 30 N तक बढ़ाए जाने पर, μ धीरे–धीरे लागू भार के साथ बढ़कर 50 N/मिनट तक की भारण दरों के लिए 0.1 और 70 और 100 N/मिनट की भारण दरों के लिए 0.11 तक बढ़ गया। भार में वृद्धि के साथ घर्षण गुणांक में वृद्धि, अवस्तर प्रभाव में वृद्धि के कारण होती है। खरोंच परीक्षण के दौरान भारण दर बढ़ाने से विभिन्न भार पर μ पर अलग–अलग प्रभाव पड़ा। कम भार (6.7 और 12.5 N) पर मान 10 से 100 N/मिनट तक भारण दर में वृद्धि के साथ कम हो गया, 18.3 N भार पर मान स्थिर रहा, जबकि उच्च भार (24.2 और 30 N) पर यह 10 से 100 N/मिनट तक भारण दर में वृद्धि के साथ (एक सीमित सीमा तक) बढ़ गया। परिणाम दर्शाते हैं, कि ऊपरी भारण दर की एक सीमा है, जिससे अधिक दर पर खरोंच परीक्षण को हतोत्साहित किया जाना चाहिए। वर्तमान मामले में, यह 50 N/मिनट पाया गया।

तालिका 1: स्क्रैच परीक्षण के दौरान विभिन्न भार पर घर्षण गुणांक (μ)

लोडिंग दर (N/min)	विभिन्न भार पर घर्षण गुणांक (μ)				
	6.7 N	**12.5 N**	**18.3 N**	**24.2 N**	**30 N**
10	0.05	0.07	0.08	0.09	0.10
30	0.04	0.06	0.08	0.09	0.10
50	0.05	0.06	0.08	0.09	0.10
70	0.03	0.05	0.08	0.10	0.11
100	0.04	0.05	0.08	0.10	0.11

ध्वनिक उत्सर्जन

खरोंच परीक्षण के दौरान, ध्वनिक उत्सर्जन संकेत उत्पन्न हुए। जिन्हें ग्राफ के रूप में रिकॉर्ड किया गया। ये संकेत दरारें, छिलना, विसंयोजन आदि के गठन को इंगित करते हैं। जब सिग्नल की ऊंचाई बढ़ जाती है, तो यह खरोंच परीक्षण के दौरान दरार और छिलने में वृद्धि को दर्शाता है। प्रकाशीय सूक्ष्मदर्शी (optical microscope) में खरोंच पथ के अवलोकन से इसकी पुष्टि हुई। खरोंच परीक्षण (30 N/मिनट की भारण दर पर) के दौरान प्राप्त एक विशिष्ट AE ग्राफ चित्र 7 में दिखाया गया है।



चित्र 7: खरोंच परीक्षण के दौरान प्राप्त AE ग्राफ (भारण दरः 30 N/मिनट)

क्रांतिक भार (critical load)

क्रांतिक भार को उस भार के रूप में परिभाषित किया जा सकता है, जिस पर विलेप/अवस्तर प्रणाली (coating/substrate system) में कुछ आसंजन/ससंजन (adhesive/cohesive) विफलता शुरू होती है। जैसा कि उपरोक्त अध्ययनों से स्पष्ट है, कि 30 N भार तक, आसंजन विफलता (समुत्खंडन, अवस्तर से आंशिक विलेपन विस्तरण) देखा गया। तालिका 2 विभिन्न भारण दरों पर खरोंच परीक्षण के दौरान देखे गए विभिन्न क्रांतिक भार के मानों को दर्शाती है।

तालिका 2 : विभिन्न भारण दरों पर खरोंच परीक्षण के दौरान देखा गया क्रांतिक भार

लोडिंग दर (N/min)	L_{C1} (N)	L_{C2} (N)	L_C (N)	L_{C4} (N)
10	12.9	17.5	22.8	23.8
30	13.5	17.8	23.5	23.5
50	13.9	20.0	25.0	23.0
70	14.0	20.5	26.9	26.9
100	14.1	21.0	27.0	30.0

जहाँ LC_1 = वह क्रांतिक भार जिस पर ऊपरी परत का हटना और छिलना शुरू हुआ।

LC_2 = वह क्रांतिक भार जिस पर दरारें उत्पन्न हुईं।

LC_3 = वह क्रांतिक भार जिस पर किनारों पर पदार्थ का प्रवाह देखा गया।

LC_4 = वह क्रांतिक भार जिस पर छिलना/आंशिक विसंयोजन हुआ।

हम तालिका 2 से देखते हैं कि ऊपरी परत को हटने और छिलने के लिए आवश्यक क्रांतिक भार (LC_1) भारण दर में वृद्धि के साथ धीरे–धीरे बढ़ता गया। इसी तरह, दरारें उत्पन्न करने के लिए आवश्यक क्रांतिक भार (LC_2) और पदार्थ का प्रवाह (LC_3) भी भारण दर में वृद्धि के साथ बढ़ता गया।

हालाँकि, छिलना/आंशिक विसंयोजन (LC_4) पर भारण दर का प्रभाव अलग था। LC_4 का मान भारण दर में 50 N/min तक की वृद्धि के साथ थोड़ा कम हुआ और फिर भारण दर में 100 N/min तक की वृद्धि के साथ यह बढ़ गया। यह दर्शाता है कि 70 और 100 N/मिनट की भारण दरें LC_4 के वास्तविक मानों को दर्शाने के लिए बहुत अधिक हैं।

निष्कर्ष

डीसी मैग्नेट्रॉन स्पटरिंग द्वारा स्टेनलेस स्टील सब्सट्रेट पर जमा किए गए TiAlN विलेप का मूल्यांकन 10, 30, 50, 70 और 100 N/मिनट की भारण दरों पर 1–30 N भार से खरोंच आसंजन परीक्षण द्वारा किया गया।

सभी परीक्षणों में खरोंच की लंबाई 3 मिमी पर स्थिर रखी गई थी। बढ़ते लागू भार के साथ घर्षण बल और घर्षण गुणांक को सतत मापा गया। निम्नलिखित निष्कर्ष प्राप्त हुए –

- पदार्थ के प्रवाह, सूक्ष्म दरारें, फैलाव, आंशिक विसंयोजन आदि दोषों के अवलोकन में यह पाया गया कि भारण दर में क्रमिक वृद्धि के साथ सभी में देरी हुई यानी एक विशेष भार पर, दोष कम भारण दरों पर अधिक स्पष्ट थे और भारण दर बढ़ने के साथ कम हो गए।
- खरोंच परीक्षण में भार को 1 से 30 N तक बढ़ाने पर, μ धीरे–धीरे 50 N/मिनट तक भारण दरों के लिए 0.1 तक और 70 और 100 N/मिनट की भारण दरों के लिए 0.11 तक बढ़ गया।
- कम भार पर μ भारण दर में 10 से 100 N/मिनट की वृद्धि के साथ कम हो गया, जबकि उच्च भार पर यह भारण दर में 10 से 100 N/मिनट की वृद्धि के साथ थोड़ा बढ़ गया।
- शीर्ष परत हटने और छिलने (LC_1), दरारें निर्माण (LC_2), और पदार्थ के प्रवाह (LC_3) के लिए क्रांतिक भार भारण दर के साथ बढ़ गया। हालांकि, समुत्खंडन/आंशिक विसंयोजन (LC_4) के लिए क्रांतिक भार भारण दर में 50 N/मिनट तक की वृद्धि के साथ थोड़ा कम हो गया और फिर भारण दर में 100 N/मिनट तक की वृद्धि के साथ यह बढ़ गया।

- भारण दरों के अध्ययन से पता चलता है कि खरोंच परीक्षणों के दौरान भारण दर का एक इष्टतम ऊपरी मान होता है। वर्तमान अध्ययन में यह 50 N/मिनट है।

शोध पत्र में प्रयुक्त अंग्रेजी शब्दों की समानार्थक हिंदी शब्दावली

Alphabetically sorted terminology in English	**वर्णमाला अनुक्रमित हिन्दी शब्दावली**
Acoustic detector	ध्वनिक संसूचक
Adhesiveness evaluation	आसंजनशील मूल्यांकन
Coating	विलेपन
Cohesive	ससंजन
Delamination	विस्तरण/विसंयोजन
Diamond indentor	हीरा दंतुरक
Disjunction	विसंयोजन
Loading rate	भारण दर
Optical microscopy	प्रकाशिक सूक्ष्मदर्शिकी
Scratch test	आखुरण/खरोंच परीक्षण
Shock wave burst	प्रघाती तरंग प्रस्फोट
Spallation	समुत्खंडन
Substrate	अवस्तर
Ultrasonic	पराश्रव्य

संदर्भ

1. Koller C.M., Hollerweger R., Sabitzer C., Rachbauer R., Kolozsvari S., Paulitsch, J. and Mayrhofer, P. H. (2014). Thermal stability and oxidation resistance of arc evaporated TiAlN, TaAlN, TiAlTaN, and TiAlN/TaAlN coatings, Surface and Coatings Technology, 259, 599-607.
2. Chi-Lung Chang and Fu-Chi Yang (2018). Effect of target composition on the microstructural, mechanical, and corrosion properties of TiAlN thin films deposited by high-power impulse magnetron sputtering, Surface & Coatings Technology, 352, 330-337.
3. Liu L., Tang W., Zhou L., Wu Z. and Chu P.K. (2020). Comparative study of TiAlN coatings deposited by different high-ionization physical vapor deposition techniques, Ceramics International, In press, Available online 11 January 2020, https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.01.092.
4. Othman, M. F. and Bushroa, A. R. (2015). Evaluation techniques and improvements of adhesion strength for TiN coating in tool applications: A review, Journal of Adhesion Science and Technology, 29(7), 569-591.