

先进陶瓷维氏硬度测试的载荷效应及 3 种压痕类型

赵子敬¹, 滕 振², 胡春峰¹, 包亦望²

(1. 西南交通大学材料科学与工程学院, 成都 610031;

2. 河南省科学院碳基复合材料研究院, 郑州 450046)

摘 要: 为探究维氏硬度测试结果随载荷变化及其与微纳米压痕仪结果不同的原因和机理, 分别利用维氏硬度计和微纳米压痕仪对 Al_2O_3 、 ZrO_2 、 $(\text{Hf}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})\text{C}$ 3 种陶瓷样品的维氏硬度进行系列测试与分析。结果表明, 3 种材料的硬度测试结果均随载荷增加而下降, 当载荷大于某阈值后, 测试值趋于稳定。分别采用维氏硬度计和微纳米压痕仪对多种样品进行测试比较, 发现两者的主要区别集中在压痕面积的计算上, 首次证明了卸载之后压痕尺寸会发生变化, 尤其载荷小的时候, 这种变化是导致测试误差的重要原因。在常规实验中压痕变化形式可归纳为 3 种类型: 稳定型、回弹型和挤出型。传统的维氏硬度试验假定卸载前后的压痕尺寸不变, 所以, 这一假设只适用于稳定型压痕的材料, 对于非稳定型材料, 特别是低载荷条件引起的误差不可忽视, 这表明陶瓷的有效硬度测试时载荷不能太低, 同时分析了载荷效应的机理和原因。

关键词: 先进陶瓷; 维氏硬度; 载荷效应; 压痕尺寸

中图分类号: TB302 文献标志码: A 文章编号: 0454-5648(2025)12-3674-10

网络出版时间: 2025-10-16



硬度是材料抵抗外力(如压痕、刮擦或切削)造成永久变形能力的量度。它是陶瓷材料力学性能的一个重要指标, 通常用于评估材料的耐磨性、抗划伤能力和加工过程中的耐磨耗性^[1]。通常, 快捷而方便的测试方式更受材料研究者的青睐, 而硬度测试是材料力学性能的一种快速、简便的评估方法, 广泛应用于材料研究、质量控制和工程应用^[2-3]。对于先进陶瓷, 维氏硬度是一种最常见的性能指标, 维氏硬度压头为 2 个相对平面相交 136° 形成的四棱锥, 通过施加垂直于样品表面的载荷, 卸载后在材料表面形成正四方锥形压痕, 普通维氏硬度计是通过测量卸载后残余压痕的对角线长度来计算硬度值^[4-5]。常见的维氏硬度的测试仪器包括维氏硬度计、显微硬度计和微纳米压痕仪, 3 种测试仪器的压头几何形状相同, 主要区别在于载荷量程和压头的制造精度和尺寸的差异。微纳米压痕仪的压头加工最为精致, 尖端也最为尖锐。测试上的差别在于压痕接触面积的计算, 对于普通维氏硬度计, 其是

通过测量卸载后压痕对角线长度来计算最大载荷时的接触面积; 而微纳米压痕仪, 则是通过加载卸载过程的压入深度计算接触面积的。根据硬度的定义, 硬度等于最大载荷值除以该载荷下压头与样品之间的接触面积, 而对于常规的维氏硬度计, 其是通过测量卸载后样品表面压痕的对角线长度计算接触面积, 并需假设压痕对角线长度在卸载前后不发生变化且在试验过程中压头保持刚性的条件下计算硬度, 在这种假设下, 微纳米压痕仪与维氏硬度计测得的硬度应该一致, 但是对于很多陶瓷材料, 尤其是载荷很小的情况下, 2 种方法得到的硬度值不一致^[6]。本工作将证明一个重要原因是卸载前后的压痕尺寸发生了变化, 探究压痕尺寸的影响因素和变化规律对于准确评价材料的真实硬度至关重要。

在维氏硬度测试中, 人们发现了 2 种非正常现象: 一是测量的硬度值随着试验载荷减小而增大, 当载荷大于某一门槛值硬度才会趋于稳定, 这种现象称为硬度测试的载荷效应(ISE)^[7-9]; 另一种非正

收稿日期: 2025-01-20。 修订日期: 2025-03-13。

基金项目: 河南省自然科学基金青年科学基金(242300420336); 国家自然科学基金(52072311, 52472079)和四川省科技计划(2025 YFHZ0082)。

第一作者: 赵子敬(2001—), 男, 硕士研究生。

通信作者: 包亦望(1957—), 男, 博士, 教授;

胡春峰(1980—), 男, 博士, 教授。

Received date: 2025-01-20. Revised date: 2025-03-13.

First author: ZHAO Zijing (2001—), male, Master candidate.

E-mail: 945847622@qq.com

Correspondent author: BAO Yiwang (1957—), male, Ph.D., Professor;

HU Chunfeng (1980—), male, Ph.D., Professor.

E-mail: byw@hnas.ac.cn; chfhu@live.cn

常现象是对于同一样品用维氏硬度计和微纳米压痕仪测出的硬度有时并不相同^[10]。这些非正常现象一直困扰着测试人员和陶瓷研究者,同时,由于未知的载荷效应影响及不同设备所测得的硬度并不统一,所测到的硬度也难以严格代表材料的真实硬度^[11]。大多数陶瓷材料都表现出这 2 种非正常现象^[12],并已长时间被研究人员所关注^[13]。许多学者对载荷效应进行研究,提出了许多计算公式和模型,试图解释和描述该现象的原因,如 Meyer 方程^[14]; Hays 和 Kendall 提出的 Hays-Kendall 方法^[15]; Bull 提出的弹塑性变形模型^[16]; Li 和 Bradt 提出的比例试样阻力模型(PSR 模型); 龚江宏等在此基础上对其进行了修正提出了 MPSR 模型^[13,17]; 以及周亮等提出的残余面积最大压深模型等^[18]。对于不同测试设备出现的结果差异,也有研究人员提出了下沉和堆积效应试图去解释这种现象^[10]。这些模型和方法都具有各自的理论依据,但并不能广泛适用于各种不同的材料,这些非正常现象是与材料本身的属性有关还是由实验误差或者设备精度所引起的,目前,尚未有定论,需要进一步的研究探索^[19]。

为了弄清楚这 2 种非正常现象的原因,本工作分别采用维氏硬度计和配有维氏压头的微纳米压痕仪对多种先进陶瓷材料进行不同载荷下的维氏硬度测试和分析,分析在不同载荷下材料表面压痕尺寸及其卸载前后的变化规律,获得材料的载荷与压痕尺寸关系以及载荷与维氏硬度之间的关系,以此来探究陶瓷维氏硬度的载荷效应以及维氏硬度计和纳米压痕仪测试存在硬度差异这 2 种现象的原因。

1 实验

1.1 样品制备

选取 2 种常见氧化物陶瓷,即氧化铝(质量分数 99%)、氧化锆(商业用, 3Y-TZP)陶瓷以及课题组制备的 1 种碳化物陶瓷,即碳化钨陶瓷(SPS 烧结,质量分数 99%, 2200 °C 保温 10 min, 烧结压力 30 MPa, 升温速率为 55 °C/min)共 3 种陶瓷作为研究对象,使用莱州蔚仪 MoPao2B 型金相试样磨抛机对 3 组样品研磨并抛光。首先,依次使用 80、120、240、400、800、1600 目的碳化硅砂纸对样品进行研磨,磨抛机转速为 400 r/min,每级打磨 5~10 min。研磨完成后进行抛光,依次使用 3 μm 和 1 μm 的金刚石悬浮液喷洒于抛光布上,转速为 400 r/min,每级抛光 10~15 min,抛光后使用酒精超声清洗并烘干,最后进行硬度测试。

1.2 维氏硬度测量实验

样品制备完成后,使用莱州蔚仪力博士 QHV-1000SPT 型全自动显微维氏硬度计(载荷范围为 0.1~10 N)进行硬度测试,载荷从大到小分别为 10.00、5.00、3.00、2.00、1.00、0.50、0.25、0.10 N, 根据国家标准保载时间为 15 s, 每个载荷水平下至少进行 5 次压痕测试,压痕均匀分布在样品表面,通过设备自带的光学显微镜观察并测量压痕的对角线长度,排除实验误差后取平均值,最后,计算得到不同载荷下材料的维氏硬度。

1.3 微纳米压痕测量实验

使用搭载维氏压头的 NANOVEA-PB1000 型微纳米压痕仪(最小载荷为 0.01 N)对材料进行加载,载荷从大到小分别为 10.00、5.00、1.00、0.50、0.25、0.10、0.07、0.03、0.01 N,压头以 5 $\mu\text{m}/\text{min}$ 的速率接近样品表面,接触样品后 30 s 达到最大载荷,达到最大载荷后保载 10 s (或 15 s 但结果相同), 然后进行卸载。每个载荷水平下至少进行 5 次实验并且 2 个压痕之间的间隔至少为其压痕对角线大小的 2 倍以上,确保 2 次加载之间不会产生影响。实验完成后采用 Zeiss Gemini Sigma 360 VP 型场发射扫描电子显微镜观测不同载荷下 3 种样品压痕表面形貌并测量压痕对角线的长度。

2 结果与讨论

2.1 维氏硬度载荷效应

为了研究不同材料的载荷效应,在对多种先进陶瓷材料进行筛选后,选择 3 种最具有代表性的陶瓷进行维氏压痕实验,使用维氏硬度计测得 3 组样品的维氏硬度随载荷变化规律如图 1 所示。由图 1 可见,随着测试载荷的增加,测到的维氏硬度呈现出连续下降的趋势。尤其是在低载荷范围(<1 N)内,硬度随着载荷的增加而急剧下降,展现出明显的载荷效应。当载荷从 0.1 N 增加到 10 N,氧化铝、氧化锆、碳化钨的硬度分别下降了 34.44%、22.85%、29.44%。随着载荷的进一步增大,3 种陶瓷材料的硬度测试值趋于稳定,氧化铝、氧化锆和碳化钨的硬度达到稳定的临界载荷大小分别约为 5、3 N 和 3 N, 稳定硬度分别为 15.57~15.73、12.82~12.96 GPa 和 18.55~18.75 GPa。

图 2 为维氏硬度与微纳米压痕硬度的计算方法图。由图 2a 可见,对于常规的维氏硬度测量,通常假设压痕的对角线长度在卸载前后保持不变。基于该假设,可以通过卸载后的残余压痕尺寸和压头角

度计算出最大载荷时的接触面积,从而计算出对应的维氏硬度,维氏硬度的计算见式(1),即载荷与接触面积的比值。

$$H_V = \frac{P}{A} = 1.854 \frac{P}{d^2} \quad (1)$$

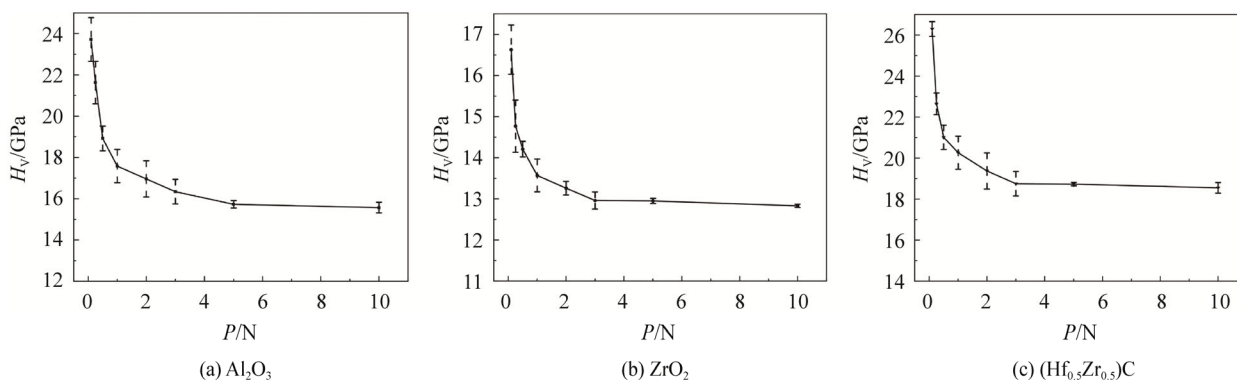
式中: H_V 为维氏硬度值, MPa; P 为压头载荷, N; A 为载荷最大时压头与样品之间的接触面积, mm^2 ; d 为真实压痕对角线长度, mm。

但是对于陶瓷材料,尤其是载荷很小的情况下,卸载之后测量得到的压痕尺寸与加载到设定载荷时的实际接触尺寸存在偏差,这种尺寸差异将直接导致维氏硬度计算结果偏离硬度的真实值($H_{V\text{true}}$)。维氏硬度测量时,经过严格校准的维氏硬度计的载荷误差可忽略不计,故误差主要来源于压痕尺寸,压痕尺寸的影响因素是硬度测试误差的主要来源。对于维氏硬度计,需测试卸载后的残余压痕尺寸,而对于微纳米压痕仪,直接用卸载前的压入深度计算压痕尺寸。本工作发现压痕尺寸在卸载前后的变化是导致材料出现载荷效应以及 2 种方法测试不一致

的一个重要原因。实际上,维氏硬度测试加载完成后,压痕的形变等效于 1 种弹塑性形变,压痕深度在保载时达到最大而卸载后会发生回弹。图 2b 为微纳米压痕仪试验中的加载-卸载曲线的示意图, h 表示压头尖端的压入深度,其中: h_m 为最大深度; h_f 为残余深度。卸载过程中的能量耗散越大,卸载曲线偏离加载曲线越远,2 条曲线之间的面积代表能量耗散量^[20]。压痕仪试验虽然考虑卸载过程中垂直方向的压痕深度发生了弹性恢复,但没考虑压痕水平方向也可能产生一定的回弹。

2.2 卸载前后压痕尺寸的比较

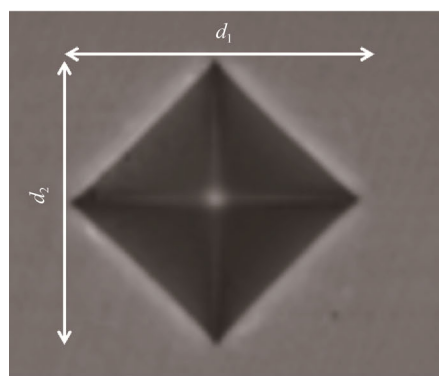
材料的载荷效应与压痕的弹塑性变形之间具有十分紧密的关系。图 3 为 3 种陶瓷样品微纳米压痕测试后的扫描电子显微镜照片。由图 3 可见,3 种样品的压痕边缘都清晰可见,不同样品在载荷作用下的压痕呈现出不同的状态, $(\text{Hf}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})\text{C}$ 在小载荷下压痕边缘明显出现了裂纹, Al_2O_3 在载荷从 0.1 N 增加到 0.25 N 时出现了裂纹形貌,而 ZrO_2 的压痕在各种载荷下均未观察到明显的压痕裂纹。



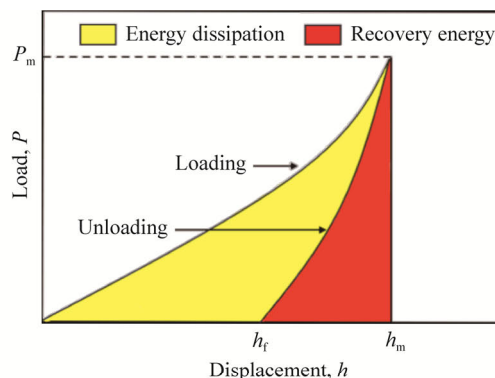
P —Load (N); H_V —Hardness (GPa).

图 1 3 种陶瓷测试的维氏硬度值随载荷的变化曲线

Fig. 1 Variation curves of Vickers hardness with load for three ceramics



(a) Vickers indentation and diagonal length



(b) Loading-unloading curves of the micro-nano indentation tester

图 2 维氏硬度与微纳米压痕硬度的计算方法图

Fig. 2 Schematic diagram of calculation method for Vickers hardness and micro-nano indentation hardness

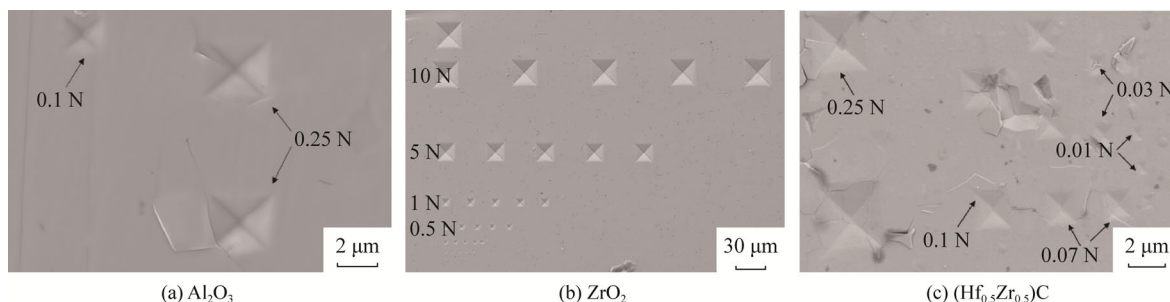


图 3 3 种样品压痕的扫描电子显微镜照片

Fig. 3 SEM images of indentation morphologies of three specimens

根据维氏压头的形状，通过微纳米压痕仪的压入深度可算出压痕对角线长度。维氏压头任一截面的对角线长度约为该截面到锥顶距离的 7 倍，即卸载之前的压入深度 h_c 的 7 倍等于卸载之前的压痕对角线长度^[6]，而扫描电子显微镜测到的压痕对角线长度代表的是卸载后的尺寸。用不同载荷下的压入深度 h_c 算出卸载前压痕对角线长度 $d_1=7h_c$ ，由此得到硬度值表示为 H_{V1} ；卸载后用扫描电子显微镜测到的残余压痕对角线长度 d_2 ，计算的硬度为表示为 H_{V2} ，3 种样品在不同载荷下的试验结果比较如表 1~表 3 所示。

表 1 不同载荷下 Al_2O_3 卸载前后的压痕对角线和硬度Table 1 Indentation diagonal length and hardness for Al_2O_3 ceramic before and after unloading under different loads

P/N	Before unloading		After unloading	
	$d_1/\mu\text{m}$	H_{V1}/GPa	$d_2/\mu\text{m}$	H_{V2}/GPa
10.00	35.41±2.97	14.98±2.43	34.87±3.21	15.25±2.74
5.00	24.94±2.74	15.13±3.21	24.74±2.87	15.35±3.46
1.00	9.11±0.98	22.34±4.71	9.17±0.87	22.05±4.11
0.50	6.07±0.32	25.16±2.59	6.17±0.43	24.75±3.33
0.25	4.16±0.41	26.98±5.19	4.07±0.37	27.81±4.98
0.10	2.58±0.25	27.86±5.33	2.31±0.19	34.75±5.59
0.07	2.11±0.23	29.16±6.17	1.92±0.17	35.21±6.23
0.03	1.31±0.17	32.42±8.26	1.05±0.14	50.46±13.17
0.01	0.71±0.12	36.78±12.21	0.52±0.07	68.58±15.21

表 1 中氧化铝试验显示卸载后压痕尺寸变小，而且载荷越小，这种变化越大；而表 2 的氧化锆试验结果则相反，卸载后压痕尺寸变大；表 3 的碳化钨测试数据基本不变。

H_{V1} 代表微纳米压痕仪测试的硬度； H_{V2} 代表常规维氏硬度计测试的硬度，3 种材料在不同载荷下的这 2 种数据如图 4 所示。

图 4 为 3 种样品在不同载荷下卸载前后的压痕

尺寸计算的维氏硬度变化曲线。由图 4 可以看出，在小载荷区间时硬度值相差较大，随着载荷增加，2 种方法测到的硬度值逐渐趋于一致，它实际上也代表了 2 种测试方法结果的比较。如果同一种样品

表 2 不同载荷下 ZrO_2 卸载前后的压痕对角线长度和硬度Table 2 Indentation diagonal length and hardness for ZrO_2 ceramic before and after unloading under different loads

P/N	Before unloading		After unloading	
	$d_1/\mu\text{m}$	H_{V1}/GPa	$d_2/\mu\text{m}$	H_{V2}/GPa
10.00	37.81±2.37	12.96±1.59	37.61±2.67	13.12±1.82
5.00	25.91±1.98	13.81±2.03	26.21±2.41	13.51±2.41
1.00	11.34±0.61	14.42±1.52	11.41±0.67	14.28±1.64
0.50	7.56±0.47	16.23±1.97	8.05±0.56	14.32±1.95
0.25	5.29±0.29	16.57±1.78	5.46±0.32	15.56±1.86
0.10	3.18±0.25	18.33±2.83	3.44±0.27	15.67±2.41
0.07	2.46±0.19	21.45±3.07	2.76±0.21	17.04±2.48
0.03	1.39±0.14	28.81±5.68	1.68±0.17	19.71±3.91
0.01	0.63±0.07	46.72±9.24	0.96±0.11	20.12±4.54

表 3 不同载荷下 $(\text{Hf}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})\text{C}$ 卸载前后的压痕对角线长度和硬度Table 3 Indentation diagonal length and hardness for $(\text{Hf}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})\text{C}$ ceramic before and after unloading under different loads

P/N	Before unloading		After unloading	
	$d_1/\mu\text{m}$	H_{V1}/GPa	$d_2/\mu\text{m}$	H_{V2}/GPa
10.00	32.02±2.57	18.28±2.84	31.57±2.71	18.61±3.11
5.00	22.12±1.92	18.75±3.18	22.21±2.11	18.81±3.49
1.00	9.46±0.87	20.72±3.72	9.66±0.92	20.87±3.71
0.50	6.44±0.77	22.05±5.23	6.54±0.72	21.68±4.67
0.25	4.55±0.38	22.41±3.67	4.51±0.41	22.82±4.06
0.10	2.81±0.24	23.79±3.93	2.77±0.21	24.17±3.59
0.07	2.26±0.21	25.82±4.81	2.22±0.23	26.39±5.53
0.03	1.34±0.17	30.98±7.69	1.36±0.14	30.81±6.06
0.01	0.68±0.12	39.64±12.11	0.71±0.11	37.73±11.02

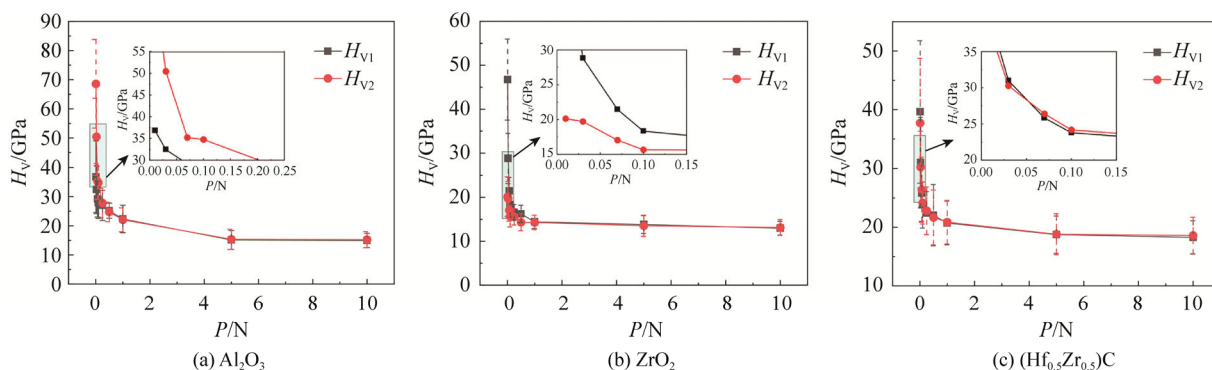


图 4 3 种样品卸载前后的维氏硬度-载荷关系曲线

Fig. 4 Vickers hardness-load relationship curves for three specimens before and after unloading

送 2 个检测中心分别用维氏硬度计和微纳米压痕仪测试硬度，往往结果差异很大，除上面的卸载后尺寸变化的原因之外；另一个原因是纳米压痕仪的试验载荷一般较低，使得测到硬度偏高，因此，2 种仪器测试硬度进行比较时需要用选用相同的载荷。

2.3 材料卸载前后压痕尺寸变化的 3 种类型

由表 1~表 3 对比结果可以得知，材料卸载前后的压痕对角线变化大致可以归纳为 3 种类型：

1) 稳定型。

稳定型符合传统维氏硬度理论的假设，即卸载前后压痕只发生了压痕深度方向的回弹，而压痕水平对角线长度不发生变化，其剖面示意图如图 5 所示。

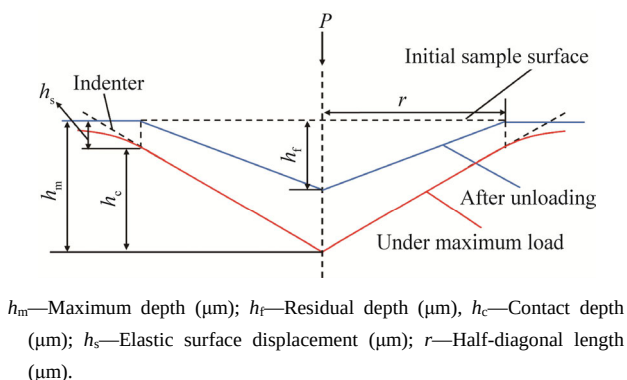


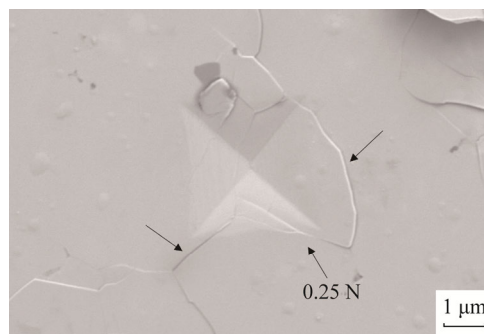
图 5 稳定型压痕卸载前后的示意图

Fig. 5 Schematic diagram of stabilized indentation before and after unloading

表 3 中的 $(\text{Hf}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})\text{C}$ 陶瓷属于这一类，通过观察其压痕显微形貌(见图 3c)发现，扫描电子显微镜照片中材料表面存在着大量的裂纹，这是因为该种材料的韧性较差，在微小载荷下即可产生微裂纹，使得在加载过程中样品内部储存的压应力得到释放。因此，在卸载过程中压痕对角线不

会发生回弹。

通过放大低载荷下的 $(\text{Hf}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})\text{C}$ 的压痕照片进一步分析，如图 6 所示。由图 6 可以看出，在载荷仅为 0.25 N 时，在压痕边缘即可观察到明显的裂纹，进一步证实了前面的推测。

图 6 在 0.25 N 载荷下 $(\text{Hf}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})\text{C}$ 陶瓷的压痕形貌Fig. 6 Indentation morphology of $(\text{Hf}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})\text{C}$ ceramics under 0.25 N load

此外，由图 4c 可以看出，对于稳定型压痕，通过卸载前压痕深度计算得到的硬度 H_{V1} 与卸载后直接量取对角线计算得到的维氏硬度 H_{V2} 保持一致，故其在不同载荷下的硬度变化趋势也基本相同。

2) 回弹型。

回弹型是指材料在卸载之后，不仅压痕深度方向发生了回弹，水平方向的压痕对角线也发生回弹，从而导致卸载之后的压痕对角线长度要小于最大载荷时的压痕对角线长度。其剖面示意图如图 7 所示。由表 1 可见，对于 Al_2O_3 陶瓷，在小载荷时，卸载前后压痕明显发生回弹，由于在小载荷下其压痕没有产生明显裂纹(见图 3a)，故卸载时边缘处的应力释放会使压痕回弹，而在大载荷下压痕回弹不太明显，这是因为当载荷过大时压痕已经产生破损使得内应力得到释放(见图 8)，且低载荷时压痕尺寸微

小, 这种回弹量就显得重要, 而高载荷下压痕尺寸大, 这种回弹量就显得微不足道。

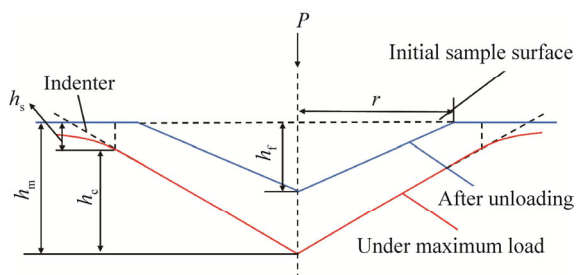


图 7 回弹型压痕卸载前后示意图

Fig. 7 Schematic diagram of springback indentation before and after unloading



图 8 在 10 N 载荷下 Al_2O_3 陶瓷的压痕形貌

Fig. 8 Indentation morphology of Al_2O_3 ceramics under 10 N load

通过图 4a 可以发现, 当在大载荷下压痕呈现稳定型时, 残余压痕与原始压痕尺寸接近, 故计算出的硬度接近, 2 种硬度的载荷效应程度也相近, 而在小载荷下残余压痕呈现回弹型时, 残余压痕尺寸小于原始压痕尺寸, 计算得到的卸载后的维氏硬度 H_{V2} 高于卸载前的硬度 H_{V1} 。

3) 挤出型。

挤出型是指材料在施加载荷后, 样品表面压痕边缘发生隆起, 产生近似于挤出状的压痕形貌, 卸载后从表面测量到的对角线长度 $2r$ 要大于在加载最大载荷时的压痕对角线长度。其剖面示意图如图 9 所示。

根据表 2 对比结果可知, ZrO_2 陶瓷的压痕在小载荷下呈现挤出型, 而到了大载荷下逐渐转变为稳定型。研究表明, 陶瓷硬度测试中, 压痕边缘区域会存在局部微观塑性变形^[21], 且对于 ZrO_2 , 由于应力诱导 ZrO_2 发生相变, 故压痕实验中的局部应力会诱发材料压痕部分由四方相向单斜相转变。相变区会表现出有限的局部塑性并伴随着一定的体积膨胀^[22], 这种体积膨胀会导致压痕周围部分发生轻

微隆起从而使压痕形貌近似表现为挤出型, 导致观察到的残余压痕尺寸偏大。载荷越小, 卸载前后的压痕尺寸大差异越大。

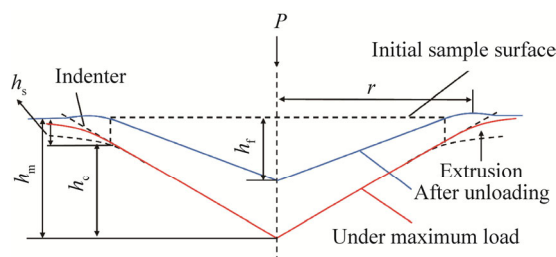


图 9 挤出型压痕卸载前后示意图

Fig. 9 Schematic diagram of extrusion indentation before and after unloading

综上所述, 传统维氏硬度测试中压痕尺寸卸载之后不变化的假设只适用于材料压痕呈现稳定型时。

2.4 讨论

2.4.1 载荷效应的数据拟合 通常认为硬度是材料常数, 测试数据偏离常数源于压痕尺寸的偏差。以下以稳定后的硬度值作为材料常数, 讨论压痕尺寸与载荷的理论关系, 以氧化锆陶瓷的测试数据为例来分析, 维氏硬度约为 12.82 GPa, 并为材料常数, 则根据硬度计算公式[见式(1)], 从理论上可以计算获得不同载荷下压痕对角线尺寸, 这里称为理论压痕尺寸 d_0 。将理论压痕尺寸与表 2 中的实测压痕尺寸 d_2 进行对比, 得到在不同的载荷下实际测量压痕尺寸 d_2 偏离理论压痕尺寸 d_0 的差值 $\Delta d = |d_0 - d_2|$ 。测量值、理论值及偏离值如表 4 所示。此外, 采用压痕尺寸的理论值和测试值分别计算得到的维氏硬度值也在表 4 之中进行对比。

表 4 ZrO_2 陶瓷在不同载荷下的压痕尺寸实测值、理论值、偏离值及其对应的维氏硬度值比较

Table 4 A comparison of measured, theoretical and deviated indentation sizes of ZrO_2 under different loads and their corresponding Vickers hardness values

P/N	$d_2/\mu\text{m}$	$d_0/\mu\text{m}$	$\Delta d/\mu\text{m}$	Measured hardness	Theoretical hardness
10.00	37.61	38.033	0.422 7	13.12	12.82
5.00	26.21	26.893	0.683 2	13.51	12.82
1.00	11.41	12.027	0.617 1	14.28	12.82
0.50	8.05	8.504 4	0.454 4	14.32	12.82
0.25	5.46	6.013 5	0.553 5	15.56	12.82
0.10	3.44	3.803 3	0.363 3	15.67	12.82
0.07	2.76	3.182 1	0.422 1	17.04	12.82
0.03	1.68	2.083 1	0.403 1	19.71	12.82
0.01	0.96	1.202 7	0.242 7	20.12	12.82

由表 4 可以看出, 在不同载荷下的压痕尺寸测试值与理论值的相差不大。但根据硬度计算公式, 载荷越小这个偏差值对硬度影响越大。

图 10 为 ZrO_2 陶瓷在不同载荷下的压痕尺寸实测值、理论值、偏离值及其对应的维氏硬度值的变化曲线。由图 10 可以看出, 在不同载荷下, 压痕尺寸的测试值与理论值呈现出相似的变化趋势。

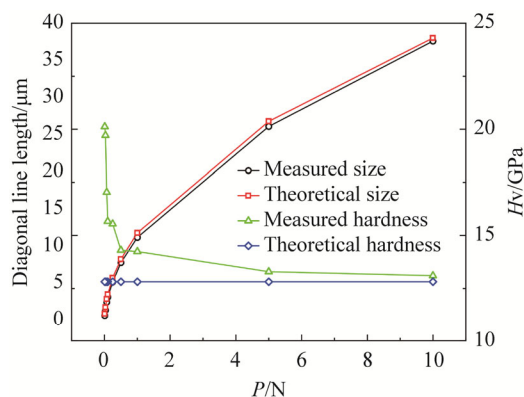


图 10 ZrO_2 陶瓷在不同载荷下的压痕尺寸实测值、理论值及其对应的维氏硬度值的变化曲线

Fig. 10 Curves of measured and theoretical indentation sizes of ZrO_2 under different loads and their corresponding Vickers hardness values

实验数据揭示出尺寸偏差与硬度误差的非线性关联特性, 其中, 当载荷为 5 N 时观测到最大绝对尺寸偏差: $\Delta d=0.6832$, 但引起的维氏硬度的偏差并不大; 而当载荷为 0.01 N 时, 尺寸绝对偏差最小, $\Delta d=0.2427$, 但是引起的维氏硬度偏差最大, 接近真实硬度的 2 倍, 这是因为在压痕尺寸很小时, 绝对偏差虽小但相对偏差很大, 如在 0.01 N 载荷下, 压痕尺寸偏差与压痕尺寸的比值(相对偏差)达到 $0.2427/1.2027 \approx 0.2$, 即 20%; 而在 10 N 载荷时, 尺寸偏差与压痕尺寸的比值仅有 $0.4227/38.033 \approx 0.011$, 即 1.1%。

2.4.2 维氏硬度载荷效应的原因 固体样品在硬度试验后产生的表面残余压痕不是完全的塑性, 而是局部挤压粉碎和损伤形成的不可恢复变形^[23]。假设这个不可恢复变形等效为一个塑性锥形坑, 根据固体力学, 产生一个初始塑性或损伤的临界载荷必定大于零, 在从零到该临界载荷的范围内, 卸载后均不产生残余压痕, 只有弹性恢复, 即在这个载荷范围内硬度计测到的硬度值理论上为无穷大。当试验载荷略大于该临界载荷, 卸载后产生微小残余压痕, 压痕变形总体上是弹性多、塑性少, 这时计算的硬度值虽不无穷大但是超高。随着载荷进一步增

大, 不可恢复的压痕尺寸远大于微小的弹性恢复变形, 则计算的硬度值趋于稳定。因此, 小载荷测得维氏硬度必定高于大载荷下的测试值, 从而导致材料的硬度测试呈现明显的载荷效应。

若不规定载荷要求, 维氏硬度测试值可以从真实硬度直到无穷大。要获得稳定可靠的维氏硬度值, 最简单的方法就是试验载荷不宜太低。维氏硬度计测试陶瓷材料硬度用 3~5 N 的载荷都属于硬度稳定区, 个别陶瓷材料可能要 5 N 或以上才稳定。对于单相均质陶瓷材料, 载荷大于 5 N 时测得的维氏硬度受载荷效应的影响很小, 为便于测试的载荷选取, 应选取载荷不低于 5 N 时测得的维氏硬度, 认为是真实硬度。

2.4.3 维氏硬度计与微纳米压痕仪测试的主要差别

从硬度压头的加工精度进行分析, 普通维氏硬度计压头与微纳米压痕仪专用压头存在显著工艺差异, 与微纳米压痕仪的压头相比, 普通维氏硬度计的压头加工较为粗糙, 尖端没有那么尖锐, 四棱也没有那么锋利。

图 11 为不同倍率普通维氏硬度计压头 SEM 照片。由图 11 可见, 普通维氏硬度计在多次使用过后会出现典型磨损特征, 表面会产生一些划痕且尖端也会发生钝化, 但当载荷非常小时, 普通维氏压头压痕尺寸趋于零, 使得计算硬度值趋于无穷大。

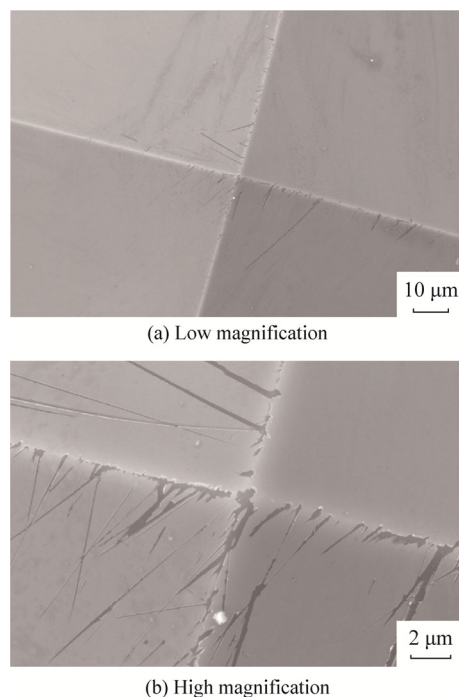


图 11 普通维氏硬度计压头 SEM 照片

Fig. 11 SEM of standard Vickers hardness indenter

另外 3 项主要差别为: 1) 维氏硬度计用卸载后的残余压痕来计算硬度, 微纳米压痕仪用卸载前的压入深度计算硬度, 卸载后压痕尺寸变化会引起硬度值差异。2) 在载荷量程方面, 微纳米压痕仪的载荷量程比维氏硬度计要小得多, 故通常测试载荷也低, 容易由载荷效应引起误差。纳米压痕可能仅在 1 个晶粒面上, 而维氏硬度计压痕可能涉及一群晶粒及晶界的损伤, 代表的性能不完全相同^[24]。3) 纳米压痕仪常用的三棱锥压头也不能与四棱锥压头的测试结果相互比较。

3 结论

1) 先进陶瓷材料的维氏硬度表现出明显的载荷效应, 即载荷越低, 测到的硬度值越高, 但当载荷大于某阈值后, 试验结果趋于稳定, 并可视作为有效硬度值。样品 Al_2O_3 、 ZrO_2 、 $(\text{Hf}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})\text{C}$ 3 种陶瓷的维氏硬度测试的载荷阈值均为 3~5 N 左右。对于单相均质陶瓷, 过低的实验载荷可能引起硬度测试值虚高的假象。

2) 假设陶瓷表面残余压痕等效为一个塑性锥形坑, 则产生初始塑性的临界载荷一定大于零。在从零到临界载荷的范围内, 卸载后不产生残余压痕, 故测得维氏硬度值为无穷大(分母为零)。当试验载荷略大于该临界载荷, 卸载后产生微小残余压痕, 压痕变形为弹性多、塑性少, 则计算的硬度超高。随着载荷进一步增大, 不可恢复的残余压痕尺寸远大于微小的弹性恢复变形, 则计算的硬度值趋于稳定, 这是硬度测试中载荷效应最重要的原因。

3) 许多陶瓷在卸载后的维氏压痕尺寸有变化, 表现为 3 种变化类型: (1) 稳定型, 即卸载前后的压痕尺寸不变, 若载荷相同, 维氏硬度计与微纳米压痕仪测得的硬度基本一致; (2) 回弹型, 卸载之后的压痕尺寸产生微小的回弹收缩, 若载荷相同, 维氏硬度计测试值高于微纳米压痕仪测试值, 如氧化铝; (3) 挤出型, 由于压痕周边产生微小堆积效应, 卸载后残余压痕尺寸大于真实受力面积, 若载荷相同, 维氏硬度计测试值低于微纳米压痕仪测试值, 如氧化锆。

参考文献:

- [1] 张泰华, 杨业敏. 纳米硬度技术的发展和应[J]. 力学进展, 2002, 32(3): 349–364.
- ZHANG Taihua, YANG Yemin. Adv Mech, 2002, 32(3): 349–364.
- [2] 朱珠, 姚英学, 周亮. 硬度测量技术现状及发展趋势[J]. 机械科学与技术, 2003, 22(增刊1): 6–7.

- ZHU Ying, YAO Yingxue, ZHOU Liang. Mech Sci Technol Aerosp Eng, 2003, 22(Suppl 1): 6–7.
- [3] JIANG D Y. Recent progresses in the phenomenological description for the indentation size effect in microhardness testing of brittle ceramics[J]. J Adv Ceram, 2012, 1(1): 38–49.
- [4] BROITMAN E. Indentation hardness measurements at macro-, micro-, and nanoscale: A critical overview[J]. Tribol Lett, 2016, 65(1): 23.
- [5] BEN GHORBAL G, TRICOTEAUX A, THUAULT A, et al. Comparison of conventional Knoop and Vickers hardness of ceramic materials[J]. J Eur Ceram Soc, 2017, 37(6): 2531–2535.
- [6] 刘松. 金属材料显微硬度压痕尺寸效应分析及其试验研究[J]. 失效分析与预防, 2019, 14(4): 225–231.
- LIU Song. Fail Anal Prev, 2019, 14(4): 225–231.
- [7] EBISU T, HORIBE S. Analysis of the indentation size effect in brittle materials from nanoindentation load–displacement curve[J]. J Eur Ceram Soc, 2010, 30(12): 2419–2426.
- [8] GONG J H, WU J J, GUAN Z D. Examination of the indentation size effect in low-load vickers hardness testing of ceramics[J]. J Eur Ceram Soc, 1999, 19(15): 2625–2631.
- [9] SANGWAL K. Review: Indentation size effect, indentation cracks and microhardness measurement of brittle crystalline solids-some basic concepts and trends[J]. Cryst Res Technol, 2009, 44(10): 1019–1037.
- [10] QIAN L M, LI M, ZHOU Z R, et al. Comparison of nano-indentation hardness to microhardness[J]. Surf Coat Technol, 2005, 195(2/3): 264–271.
- [11] LUO Q S, KITCHEN M. Microhardness, indentation size effect and real hardness of plastically deformed austenitic Hadfield steel[J]. Materials, 2023, 16(3): 1117.
- [12] BALOS S, PECANAC M, TRIVKOVIC M, et al. Load-independent hardness and indentation size effect in iron aluminides[J]. Materials, 2024, 17(9): 2107.
- [13] 龚江宏, 赵喆, 吴建军, 等. 陶瓷材料 Vickers 硬度的压痕尺寸效应[J]. 硅酸盐学报, 1999, 27(6): 693–700.
- GONG Jianghong, ZHAO Zhe, WU Jianjun, et al. J Chin Ceram Soc, 1999, 27(6): 693–700.
- [14] GONG J H, WU J J, GUAN Z D. Analysis of the indentation size effect on the apparent hardness for ceramics[J]. Mater Lett, 1999, 38(3): 197–201.
- [15] LI H, BRADT R C. The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals[J]. J Mater Sci, 1993, 28(4): 917–926.
- [16] DOGRUER M, KARABOGA F, YILDIRIM G, et al. Comparative study on indentation size effect, indentation cracks and superconducting properties of undoped and MgB_2 doped Bi-2223 ceramics[J]. J Mater Sci Mater Electron, 2013, 24(7): 2327–2338.
- [17] PENG Z J, GONG J H, MIAO H Z. On the description of indentation size effect in hardness testing for ceramics: Analysis of the nanoindentation data[J]. J Eur Ceram Soc, 2004, 24(8): 2193–2201.
- [18] 周亮, 姚英学, SHAHJADA A P. 纳米压痕硬度尺寸效应的残余面积最大压深模型[J]. 硅酸盐学报, 2005, 33(7): 817–821.
- ZHOU Liang, YAO Yingxue, SHAHJADA A P. J Chin Ceram Soc, 2005, 33(7): 817–821.
- [19] 周亮, 姚英学. 微纳米尺度压痕硬度尺寸效应的研究进展[J]. 哈尔滨工业大学学报, 2008, 40(4): 597–602.

- ZHOU Liang, YAO Yingxue. J Harbin Inst Technol, 2008, 40(4): 597–602.
- [20] BAO Y W, WANG W, ZHOU Y C. Investigation of the relationship between elastic modulus and hardness based on depth-sensing indentation measurements[J]. Acta Mater, 2004, 52(18): 5397–5404.
- [21] LIU L Z, BAO Y W, ZHOU Y C. Effects of strain hardening and residual stress in impression on the instrumented indentation technique[J]. J Mater Res, 2006, 21(7): 1680–1686.
- [22] HANNINK R H J, KELLY P M, MUDDLE B C. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics[J]. J Am Ceram Soc, 2000, 83(3): 461–487.
- [23] BAO Y W, HU C F, ZHOU Y C. Damage tolerance of nanolayer grained ceramics and quantitative estimation[J]. Mater Sci Technol, 2006, 22(2): 227–230.
- [24] 闫五柱, 张嘉振, 周振功, 等. 基于晶体塑性理论的晶界压痕行为研究[J]. 金属学报, 2015, 51(1): 100–106.
- YAN Wuzhu, ZHANG Jiazhen, ZHOU Zhengong, et al. Acta Metall Sin, 2015, 51(1): 100–106.

Load Effect of Vickers Hardness Test on Advanced Ceramics and Three Typical Indentations

ZHAO Zijing¹, TENG Zhen², HU Chunfeng¹, BAO Yiwang²

(1. School of Materials Science and Engineering, Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China; 2. Institute of Carbon Matrix Composites, Henan Academy of Sciences, Zhengzhou 450046, China)

Extended Abstract

Introduction Hardness testing is crucial for evaluating the mechanical properties of ceramics, especially in applications involving wear and scratch resistance. The widely used Vickers hardness test is often affected by an indentation size effect (ISE), resulting in hardness values deviating from their true values under lower loads. Moreover, significant discrepancies in hardness values obtained between the Vickers hardness testers and micro-/nano-indentation instruments at low loads for identical samples persistently cause a confusion. The conventional theories presume that the ceramic materials' indentation dimensions remain unaltered before and after unloading. However, these dimensions often exhibit variations in practice. The existing models and methodologies fail to universally accommodate diverse materials, making it essential to clarify these issues for the accurate assessment of ceramic material hardness. This study was to explore the origins of the Indentation Size Effect (ISE) and the patterns of indentation deformation *via* comparing the Vickers hardness data with micro-/nano-indentation results under varying loads, thereby furnishing a theoretical foundation for the standardization of ceramic hardness testing.

Methods Three representative ceramic materials (*i.e.*, Al₂O₃, ZrO₂, and (Hf_{0.5}Zr_{0.5})C) were investigated to evaluate their load-dependent mechanical responses. After being sequentially sectioned, ground, and polished, the specimens were subjected to a series of Vickers hardness tests at different loads. The Vickers hardness values were determined *via* optically measuring the diagonal dimensions of residual indentations using a metallographic microscope. Simultaneously, micro-/nano-indentation tests were performed by a nanoindenter equipped with a Vickers indenter. The pre-unloading hardness values were calculated based on the changes in depth after loading. Subsequently, the post-unloading hardness values were obtained *via* measuring the indentation sizes after unloading using scanning electron microscopy (SEM). Through a comprehensive analysis of the variations in indentation sizes before and after unloading, this study could elucidate the characteristics of load-dependent mechanical responses in those ceramic materials.

Results and discussion The three ceramic specimens display pronounced load-dependent characteristics according to the Vickers hardness data. Three specimens exhibit significant hardness declines in a low-load regime (*i.e.*, decreased by 3.44% for Al₂O₃, decreased by 22.85% for ZrO₂, and decreased by 29.44% for (Hf_{0.5}Zr_{0.5})C), and stabilize at characteristic plateau values (*i.e.*, 15.6 GPa, 12.9 GPa, and 18.6 GPa, respectively) beyond critical threshold loads (*i.e.*, 3–5 N) as the load increases. This behavior is attributed to the predominance of elastic recovery mechanisms during low-load indentation, which results in measured values that exceed the true hardness of the materials. As the load further increases, the plastic deformation becomes a dominant mechanism, leading to stabilized indentation dimensions and hardness values that more accurately reflect the intrinsic properties of the ceramics.

A comparative study is conducted to evaluate the pre-unloading hardness values derived from depth changes during loading and the post-unloading hardness values calculated from residual indentation dimensions as using the micro-/nano-indentation system. This investigation reveals three distinct types of indentation behavior among the materials tested. For Al₂O₃, the Vickers hardness tester obtains significantly higher results than the micro-/nano-indentation tester at low loads. This discrepancy is since the indentation diagonal exhibits a rebound pattern after unloading, resulting in a minimal residual deformation and consequently an overestimated hardness value. In contrast, ZrO₂ demonstrates the opposite trend. Ceramic materials exhibit a localized microplastic deformation at indentation edges. For ZrO₂ under low loads, the phase transformation-induced expansion at an indentation periphery creates an extrusion effect, increasing residual indentation dimensions and resulting in extrusion-type morphology. The results of Vickers hardness values measured by the tester that are lower than those obtained from micro-/nano-indentation tests. For (Hf_{0.5}Zr_{0.5})C, a stress is alleviated due to the formation of micro-cracks around the indentation. Since there is no significant change in

indentation size after unloading, the testing methods both yield comparable hardness results.

A further analysis indicates that minor deviations in indentation size (Δd) have a significant effect on the low-load hardness calculations. For instance, in the case of ZrO_2 at a load of 0.01 N, a small Δd of only 0.24 μm can lead to a relative error of 20%, due to the extremely small indentation size of 1.20 μm , which results in a substantial 57% deviation in hardness measurements. The critical load is the threshold above, which the plastic deformation dominates and elastic recovery is negligible, leading to stable test results. The differences between the results by the Vickers hardness testers and by the micro-/nano-indentation testers can be attributed to several factors, *i.e.*, a) indenter precision: Nano-indenters have sharper tips, allowing for more accurate contact area calculations at low loads; b) load range: Nano-indenters are designed for ultralow loads (< 1 N), but are more prone to ISE. The Vickers testers require loads of 5 N or greater to minimize errors; and c) test objective: Nano-indentation primarily reflects the properties of individual grains, while Vickers testing reflects a combined response of multiple grains and their grain boundaries. These factors contribute to the differences in hardness results obtained from the two testing methods, highlighting the importance of choosing an appropriate technique based on the specific material characteristics and testing goals.

Conclusions For reliable mechanical characterization of advanced ceramics, an empirical minimum applied load of 5 N was established as a critical threshold in Vickers hardness testing. This threshold was essential for eliminating load-dependent artifacts and ensuring the reproducibility of measurements. This protocol effectively suppressed elastic recovery contributions to indentation work, obtaining the hardness values that accurately reflected a bulk plastic deformation behavior. Three distinct indentation morphologies were categorized based on the systematic analysis of dimensional recovery characteristics, a) stable type: This could align with conventional assumptions regarding indentation behavior; b) rebound type: This morphology resulted in higher Vickers hardness values due to the rebound effect during unloading; and c) extrusion type: This morphology resulted in lower Vickers hardness values. At low loads, elastic deformation could dominate, while plastic deformation could remain minimal. This scenario caused the calculated hardness that was greater than the true value. As the load further increased, the irreversible residual indentation size became significantly larger than the minor elastic recovery deformation, leading to a stabilization of the calculated hardness value. This phenomenon could be a primary reason for the load effects obtained in hardness testing.

Keywords advanced ceramics; Vickers hardness; load effect; indentation size