

陶瓷材料维氏压痕形貌仿真与实验分析

Simulation and Experimental Analysis on Vickers Indentation Morphology of Ceramic Materials

王家梁¹, 马德军¹, 陈 伟¹, 黄 勇¹, 白盟亮²
(1 装甲兵工程学院 机械工程系, 北京 100072;
2 总装备部 西安军事代表局, 西安 710065)
WANG Jia-liang¹, MA De-jun¹, CHEN Wei¹,
HUANG Yong¹, BAI Meng-liang²

(1 Department of Mechanical Engineering, Academy of Armored Force Engineering, Beijing 100072, China; 2 Xi'an Military Representatives Bureau, the General Armaments Department, Xi'an 710065, China)

摘要: 基于有限元数值分析模型对陶瓷材料维氏压入过程中产生的压痕形貌进行仿真。以 Si_3N_4 和 ZrO_2 两种典型陶瓷材料为例, 对其有限元仿真压痕与实验测量压痕的对角线半长和维氏硬度进行对比, 结果表明, Si_3N_4 和 ZrO_2 的有限元仿真压痕与实验测量压痕对角线半长分别相差 0.39% 和 -0.53%, 维氏硬度分别相差 -2.7% 和 4.2%。随着压头与材料间的摩擦因数由 0 变化至 0.5, 有限元仿真压痕与实验测量压痕的对角线半长分别相差 0.28% 和 0.27%, 维氏硬度分别相差 0.14% 和 0.21%。此外, 应用本方法对其他几种典型陶瓷材料 (Al_2O_3 , ZTA, SiC, Silica) 维氏压入有限元仿真计算值与实验真实测量值进行了对比, 其压痕对角线半长分别相差 1.14%, -0.57%, -0.89%, 0.41%, 维氏硬度分别相差 -2.24%, 1.12%, 1.85%, -0.86%。据此可知, 陶瓷材料维氏压痕形貌可由有限元数值仿真方法获得, 从而解决了陶瓷材料维氏硬度测试过程中因压痕不够清晰导致的测量数据不准问题, 为下一步探索基于仪器化压入响应识别陶瓷材料维氏硬度以及其他各力学性能参数提供技术基础。

关键词: 陶瓷材料; 有限元仿真; 压痕对角线半长; 维氏硬度; 摩擦因数

doi: 10.11868/j.issn.1001-4381.2015.11.012

中图分类号: TQ174.75 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2015)11-0071-06

Abstract: The indentation morphology of ceramic materials caused by the Vickers indentation process was simulated based on the finite element analysis model. Take two kinds of ceramic materials (Si_3N_4 and ZrO_2) for example, the indentation diagonal half-length and the Vickers hardness from finite element simulation and that from the experimental measurement were compared. The results show that the difference between Si_3N_4 and ZrO_2 in indentation diagonal half-length from finite element simulation and experimental measurement is 0.39% and -0.53% respectively, the difference in Vickers hardness is -2.7% and 4.2%. With the friction coefficient between the indenter and the material changes from 0 to 0.5, the difference in indentation diagonal half-length from finite element simulation and experimental measurement is 0.28% and 0.27%, the difference in Vickers hardness is 0.14% and 0.21%. In addition, apply this method to compare the Vickers indentation finite element simulation values of other typical ceramics materials (Al_2O_3 , ZTA, SiC and Silica) with the experimental measurement values, the difference of indentation diagonal half-length is 1.14%, -0.57%, -0.89% and 0.41% respectively, the difference in Vickers hardness is -2.24%, 1.12%, 1.85% and -0.86% respectively. It can be seen that the Vickers indentation morphology of ceramic materials can be derived by the finite element numerical simulation method, thereby this method can solve the problem of indentation measurement data inaccuracies, which caused by unclear indentation in the process of indentation method to measuring the Vickers hardness of ceramic materials. This method provides the technical foundation for further exploration based on the response of instrumented indentation to identify the Vickers hardness and any other mechanical properties of the ceramic materials.

Key words: ceramic material; finite element simulation; indentation diagonal half-length; Vickers hardness; friction coefficient

维氏硬度测试作为一种快速检测材料力学性能的简便方法,其值能够一定程度上反映出材料的弹塑性性能^[1-5],一直以来受到国内外研究学者的广泛关注^[6-10]。特别是对于陶瓷材料,断裂韧性作为衡量陶瓷脆性或韧性的重要力学性能指标,其值的准确测量一直以来是国内外研究人员普遍关注的热点和难点。然而,传统压痕法测试陶瓷材料断裂韧性的诸多公式中(Evans 公式^[11]、Lawn 公式^[12]、Anstis 公式^[13]、Niihara 公式^[14]、JISR1607—1990 公式^[15]),普遍需要对维氏压痕对角线半长及维氏硬度进行准确测量,由于肉眼对压痕形貌进行观测不可避免的会对测试结果引入人为因素导致的误差,特别是对压痕形貌识别较困难的材料而言(如熔融硅材料,压痕形貌如图 1 所示),测量结果往往误差较大。

为此,本工作以 Si_3N_4 和 ZrO_2 两种典型陶瓷材料为例,基于有限元数值分析模型对两种材料维氏压痕形貌进行仿真,并与压痕实验测量结果进行比较。从而验证陶瓷材料维氏压痕形貌仿真方法的有效性,解决陶瓷材料维氏硬度测试过程中因压痕不够清晰导致的测量数据不准问题,为下一步探索基于仪器化压入

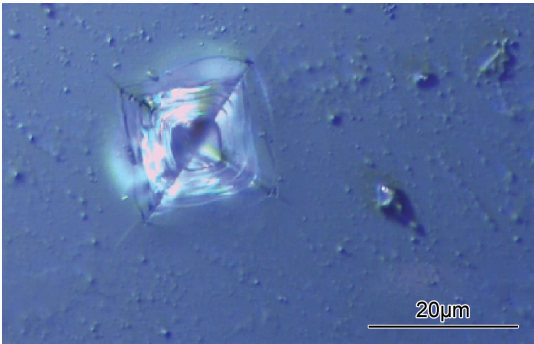


图 1 熔融硅维氏压痕形貌
Fig. 1 Vickers impression morphology of fused silica

响应识别陶瓷材料维氏硬度以及其他各力学性能参数提供技术基础。

1 维氏压入压痕形貌仿真

标准的四棱锥 Vickers 压头面角为 136° ,其对 Si_3N_4 和 ZrO_2 两种陶瓷材料进行的维氏压入产生的压痕形貌如图 2 所示。

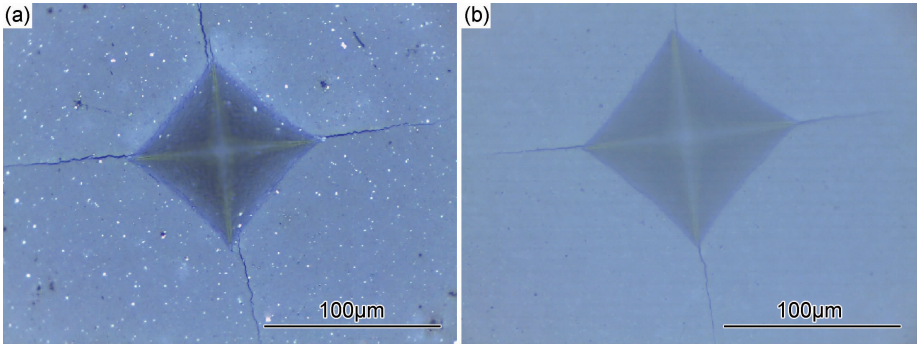


图 2 两种陶瓷材料维氏压入压痕形貌 (a) Si_3N_4 压痕形貌;(b) ZrO_2 压痕形貌
Fig. 2 Vickers indentation impression morphology of two kinds of ceramic materials
(a)impression morphology of Si_3N_4 ;(b)impression morphology of ZrO_2

应用商用有限元软件 Abaqus^[16] 建立维氏压入三维有限元模型,为降低计算成本,根据模型对称性可以取 Vickers 压头的八分之一建立模型进行分析(如图 3 所示),被压材料也定义为与压头对称性相符的八分之一模型。

对于有限元模型的网格划分,靠近压头尖端的局部网格划分精细,远离压头的区域划分较为稀疏。考虑到本工作建立的有限元模型主要针对压痕对角线进行计算,特别对被压材料的压痕对角线区域网格进行

精细划分,如图 4 所示。通过网格收敛性分析和远场无关性分析,最终确定压头和被压材料共划分 215382 个四面体单元和 54720 个六面体单元。根据仪器化压入方法^[17,18]获得的 Si_3N_4 和 ZrO_2 两种陶瓷材料的弹塑性参数作为有限元数值仿真的材料属性进行输入,其中 Si_3N_4 的弹性模量 $E=304\text{GPa}$,泊松比为 $\nu=0.2$,屈服强度 $\sigma_y=7800\text{MPa}$,硬化指数 $n=0$; ZrO_2 的弹性模量 $E=228\text{GPa}$,泊松比为 $\nu=0.2$,屈服强度 $\sigma_y=5700\text{MPa}$,硬化指数 $n=0$ 。金刚石 Vickers 压头定

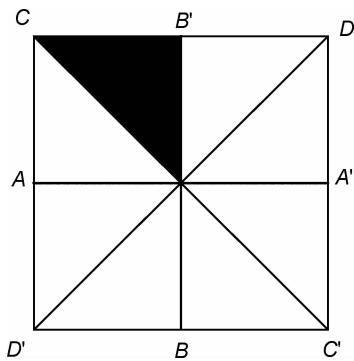


图 3 Vickers 压头建模示意图

Fig. 3 Schematic diagram of Vickers indenter modeling

义为弹性体,其中弹性模量 $E=1141\text{GPa}$,泊松比 $\nu=0.07$ 。压头和被压材料的接触摩擦因数分别取 $f=0, 0.15, 0.3, 0.5$ 。整个陶瓷材料维氏压入仿真计算采用非线性大变形理论。

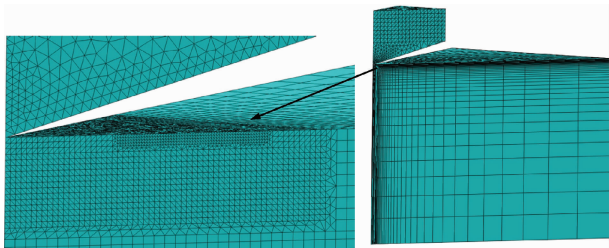


图 4 陶瓷材料维氏压入三维有限元模型图

Fig. 4 3D finite element model of Vickers indentation in ceramic materials

对于压痕对角线半长的仿真结果识别,关键在于确定压头卸载、材料回弹完全恢复后的压痕边缘有限元节点位置,该位置必然为各节点连线的曲率最大点。因此,本工作确定压痕边缘有限元节点位置主要分为两步:第一步,当压头以最大压入载荷 P_m 压入陶瓷材料至最大压入深度 h_m 时,确定出此时八分之一模型沿压痕对角线方向的对称面处压头与被压材料表面的接触节点 A (此节点位置可由接触应力值确定),如图 5 所示;第二步,当压头完全卸载后,识别接触节点 A 的位置坐标,从而得到压痕对角线半长的有限元数值仿真结果。

基于上述有限元数值仿真方法,对两种陶瓷材料进行维氏压痕形貌的有限元数值仿真,固定压头最大压入深度 $h_m=5\mu\text{m}$,针对不同接触面摩擦因数对应的两种陶瓷材料维氏压痕对角线半长 a 和维氏硬度 HV 的仿真计算值如表 1,2 所示。

由表 1,2 可以看出,不同接触面摩擦因数($f=0, 0.15, 0.3, 0.5$)对两种陶瓷材料压痕对角线半长和维氏硬度的影响极小,其中, Si_3N_4 和 ZrO_2 的压痕对

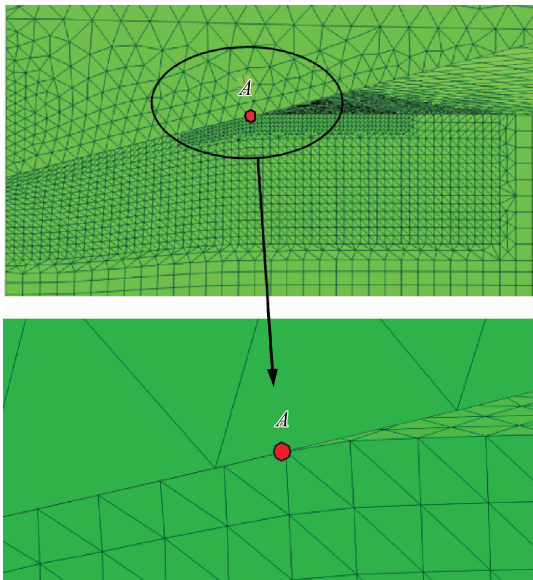


图 5 最大压入深度对应的沿压痕对角线方向压头与被压材料接触节点(A)位置示意图

Fig. 5 Schematic diagram of the maximum contact node position(A) between indenter and material of impression along the diagonal direction corresponding to the maximum indentation depth

表 1 不同接触面摩擦因数对应的 Si_3N_4 材料维氏压痕对角线半长和维氏硬度有限元仿真结果

Table 1 Si_3N_4 materials simulation results of Vickers indentation impression corresponding to the different contact friction coefficients

f	$a/\mu\text{m}$	$h_m/\mu\text{m}$	P/N	HV/GPa
0	15.23	5	7.51	15.022
0.15	15.19	5	7.48	15.044
0.3	15.19	5	7.48	15.028
0.5	15.19	5	7.48	15.041

表 2 不同接触面摩擦因数对应的 ZrO_2 材料维氏压痕对角线半长和维氏硬度有限元仿真结果

Table 2 ZrO_2 materials simulation results of Vickers indentation impression corresponding to the different contact friction coefficients

f	$a/\mu\text{m}$	$h_m/\mu\text{m}$	P/N	HV/GPa
0	15.48	5	5.76	11.145
0.15	15.45	5	5.72	11.121
0.3	15.44	5	5.72	11.124
0.5	15.44	5	5.72	11.124

角线半长差别分别为 0.28%和 0.27%,维氏硬度差别分别为 0.14%和 0.21%。由此可知,本工作所采用的有限元数值仿真方法对陶瓷材料压痕对角线半长和维

氏硬度的识别不受接触摩擦因数的影响,具有一定的可靠性,从而有望解决陶瓷材料维氏硬度测试过程中因压痕不够清晰导致的测量数据不准问题。

2 维氏压入实验

按照国家标准 GB/T 21838.1—2008^[19]的要求委托中国建筑材料科学研究总院陶瓷科学研究所制备 Si₃N₄ 和 ZrO₂ 两种陶瓷材料的压入标准试样块。其中, Si₃N₄ 和 ZrO₂ 试样均采用高纯(原料纯度 ≥ 99.9%)超细粉料通过等静压成型方法制得,其试样致密度分别大于 99%和 98%,密度分别为 3.21g/cm³ 和 6.02g/cm³。采用自主研发的具有完全自主知识产权的高精度宏观仪器化压入仪^[20]对两种材料进行维氏压入实验,所用四棱锥 Vickers 压头的面角已经过标定。加载阶段的加载速率为 0.5N/s,在保证压痕形貌能够准确识别的情况下,本实验取最大压入载荷为 100N;保载 30s;卸载阶段的卸载速率与加载速率保持一致,为 0.5N/s。按照上述压入要求,重复实验 10 次,压痕之间保持适当距离,避免实验结果相互干扰。利用光学显微镜,对两种陶瓷材料维氏压入实验获得的压痕形貌进行观测,各压痕参数量取数据分别见表 3,4 所示。

表 3 Si₃N₄ 材料维氏压入实验获得的
压痕对角线半长和维氏硬度测量值

Table 3 The impression diagonal half-length and
Vickers hardness of Si₃N₄ material obtained
from the Vickers indentation experiment

No.	$a/\mu\text{m}$	$h_{\text{m}}/\mu\text{m}$	P/N	HV/GPa
1	56.73	18.40	100.05	14.41
2	56.89	18.43	100.17	14.35
3	55.93	18.50	99.96	14.81
4	55.89	18.56	99.91	14.83
5	56.45	18.81	99.91	14.53
6	56.20	18.22	99.94	14.67
7	55.99	18.45	100.02	14.79
8	56.17	18.45	100.24	14.73
9	56.56	18.26	99.87	14.47
10	55.88	18.43	99.88	14.83
AVG	56.27	18.45	100.00	14.64

3 结果分析

由于维氏压入过程中, Si₃N₄ 和 ZrO₂ 两种陶瓷材

表 4 ZrO₂ 材料维氏压入实验获得的
压痕对角线半长和维氏硬度测量值

Table 4 The impression diagonal half-length and
Vickers hardness of ZrO₂ material obtained from
the Vickers indentation experiment

No.	$a/\mu\text{m}$	$h_{\text{m}}/\mu\text{m}$	P/N	HV/GPa
1	63.39	20.65	99.90	11.52
2	64.00	20.51	99.97	11.31
3	62.81	20.82	100.21	11.77
4	63.03	20.77	99.99	11.67
5	63.42	20.64	99.81	11.50
6	63.19	20.74	100.00	11.61
7	63.15	20.67	100.16	11.64
8	63.37	20.18	99.99	11.54
9	62.49	19.97	99.74	11.84
10	63.47	20.84	100.16	11.52
AVG	63.23	20.58	99.99	11.59

料与金刚石压头的实际接触摩擦因数 f 难以确定,且考虑到前文所述摩擦因数对压痕对角线半长的影响极小,本研究取接触面摩擦因数 $f=0.15$ 对应的两种陶瓷材料维氏压入有限元仿真获得的压痕对角线半长和维氏硬度与实验真实测量值进行对比,结果分别见表 5,6 所示。其中, $a, h_{\text{m}}, \text{HV}$ 分别为有限元仿真获得的压痕对角线半长、最大压入深度和维氏硬度, $a', h_{\text{m}}', \text{HV}'$ 分别为实验所测真实压痕对角线半长、最大压入深度和维氏硬度。

由表 5,6 可知,本工作所采用的有限元仿真方法识别的 Si₃N₄ 和 ZrO₂ 压痕对角线半长与实验真实测量值分别相差 0.39%和 -0.53%,维氏硬度分别相差 -2.7%和 4.2%。鉴于两种材料的压痕仿真识别结果与真实测量值偏差较小,且维氏硬度偏差值与维氏硬度测量最大允许误差(±2%)^[21]相当,从而说明利用有限元数值方法对陶瓷材料压痕形貌的仿真计算具有一定的可靠性。

表 7 是应用本方法对其他几种典型陶瓷材料维氏压入有限元仿真计算值与实验真实测量值的对比结果。其中, Al₂O₃(原料纯度 ≥ 99.99%)、ZTA(原料纯度 ≥ 99.99%的 25%ZrO₂ 和 75%的 Al₂O₃)和 SiC(原料纯度 ≥ 98%)由中国建筑材料科学研究总院陶瓷科学研究所提供,其密度分别为 3.95, 4.28, 3.10g/cm³, Silica 试样是由宝山钢铁股份有限公司提供的纳米压入仪用标准样品(国标编号:GSB03-2496—2008),原料纯度 ≥ 99.9%,密度为 2.20 g/cm³。在保证压痕形貌能够准确识别的情况下,本实验分别取 Al₂O₃,

表 5 Si₃N₄ 材料维氏压入有限元仿真计算值与实验真实测量值对比数据

Table 5 The finite element simulation and experimental impression parameters of Vickers indentation in Si₃N₄ material

$a/\mu\text{m}$	$h_{\text{m}}/\mu\text{m}$	$a'/\mu\text{m}$	$h_{\text{m}}'/\mu\text{m}$	HV/GPa	HV'/GPa	$(a'-a)/a/\%$	$(\text{HV}'-\text{HV})/\text{HV}/\%$
56.06	18.45	56.27	18.45	15.04	14.64	0.39	-2.7

表 6 ZrO₂ 材料维氏压入有限元仿真计算值与实验真实测量值对比数据

Table 6 The finite element simulation and experimental impression parameters of Vickers indentation in ZrO₂ material

$a/\mu\text{m}$	$h_{\text{m}}/\mu\text{m}$	$a'/\mu\text{m}$	$h_{\text{m}}'/\mu\text{m}$	HV/GPa	HV'/GPa	$(a'-a)/a/\%$	$(\text{HV}'-\text{HV})/\text{HV}/\%$
63.57	20.58	63.23	20.58	11.12	11.59	-0.53	4.2

表 7 几种典型陶瓷材料维氏压入有限元仿真计算值与实验真实测量值对比数据^[17,18]

Table 7 The finite element simulation and experimental impression parameters of Vickers indentation in several ceramic materials^[17,18]

Sample	E/GPa	$a/\mu\text{m}$	$a'/\mu\text{m}$	$h_{\text{m}}/\mu\text{m}$	$h_{\text{m}}'/\mu\text{m}$	HV/GPa	HV'/GPa	$(a'-a)/a/\%$	$(\text{HV}'-\text{HV})/\text{HV}/\%$
Al ₂ O ₃	394	56.04	56.68	17.70	17.70	14.76	14.43	1.14	-2.24
ZTA	419	52.74	52.44	16.80	16.80	16.66	16.85	-0.57	1.12
SiC	377	69.97	69.35	18.92	18.92	9.46	9.64	-0.89	1.85
Silica	72.3	4.11	4.13	1.50	1.50	6.84	6.79	0.41	-0.86

ZTA, SiC, Silica 的最大压入载荷为 100, 100, 100, 0.25N。

由表 7 中数据可知, Al₂O₃, ZTA, SiC, Silica 的仿真最大压入深度 h_{m} 分别为 17.70, 16.80, 18.92, 1.50 μm 时, 仿真压痕对角线半长与实验真实测量值分别相差 1.14%, -0.57%, -0.89%, 0.41%, 维氏硬度分别相差 -2.24%, 1.12%, 1.85%, -0.86%。据此充分说明本方法对不同弹性模量、不同硬度的陶瓷材料均具有一定的有效性。

4 结论

(1)有限元数值方法对陶瓷材料压痕对角线半长和维氏硬度的识别不受接触摩擦因数的影响。随着压头与材料间的摩擦因数由 0 变化至 0.5, 有限元仿真压痕与实验测量压痕的对角线半长差别分别为 0.28%和 0.27%, 维氏硬度差别分别为 0.14%和 0.21%。

(2)应用本方法所测材料的压痕仿真识别结果与真实测量值偏差较小。其中, Si₃N₄ 和 ZrO₂ 的有限元仿真压痕与实验测量压痕对角线半长差别分别为 0.39%和 -0.53%, 维氏硬度差别分别为 -2.7%和 4.2%。其他几种典型陶瓷材料 (Al₂O₃, ZTA, SiC, Silica) 维氏压入有限元仿真计算值与实验真实测量值进行了对比, 其压痕对角线半长分别相差 1.14%, -0.57%, -0.89%, 0.41%, 维氏硬度分别相差

-2.24%, 1.12%, 1.85%, -0.86%。从而说明利用有限元数值方法对陶瓷材料压痕形貌的仿真计算具有一定的可靠性。

(3)陶瓷材料维氏压痕形貌仿真方法对解决陶瓷材料维氏硬度测试过程中因压痕不够清晰导致的测量数据不准问题具有一定的可行性, 为下一步探索基于仪器化压入响应识别陶瓷材料维氏硬度以及其他各力学性能参数提供技术基础。

参考文献

[1] TABOR D. The Hardness of Metals[M]. Oxford: Clarendon Press, 1952.

[2] OLIVER W C, PHARR G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments[J]. J Mater Res, 1992, 7(6): 1564-1583

[3] CHANG Y T, CHANG C M. Relationship between hardness, elastic modulus and the work of indentation[J]. Appl Phys Lett, 1998, 73(5): 614-616.

[4] FAN G J, JIANG W H, LIU F X, et al. The effects of tensile plastic deformation on the hardness and Young's modulus of a bulk nanocrystalline alloy studied by nanoindentation[J]. J Mater Res, 2007, 22(5): 1235-1239.

[5] SUN Y, WANG Q M. Analysis of the elastic-plastic indentation properties of materials with varying ratio of hardness to Young's modulus[J]. Acad J XJTU, 2008, 20(3): 178-182.

[6] KENJI S, TSUYOSHI H, TAKAYUKI K. Elastic properties and Vickers hardness of optically transparent glass-ceramics with fresnoite Ba₂TiSi₂O₈ nanocrystals[J]. Mater Res Bull, 2011, 46

- (6):922—928.
- [7] GONG J H, WU J J, GUANG 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.
- [8] SEUNG K K, JU Y K, CHAN P P, et al. Conventional Vickers and true instrumented indentation hardness determined by instrumented indentation tests[J]. J Mater Res, 2010, 25(2):337—343.
- [9] SHABDAD S A, McCABE J F M, BULL S, et al. Hardness measured with traditional Vickers and Martens hardness methods [J]. Dent Mater, 2007, 23(9):1079—1085.
- [10] PAN X F, ZHANG H, ZHANG Z F, et al. Vickers hardness and compressive properties of bulk metallic glasses and nano-structure-dendrite composites[J]. J Mater Res, 2005, 20(10):2632—2638.
- [11] EVANS A G, CHARLES E A. Fracture toughness determination by indentation[J]. J Am Ceram Soc, 1976, 59(7—8):371—376.
- [12] LAWN B R, EVANS A G, MARSHALL D B. Elastic/plastic indentation damage in ceramics: the median/radial crack system [J]. J Am Ceram Soc, 1980, 63(9—10):574—581.
- [13] ANSTIS G R, CHANTIKUL P, LAWN B R, et al. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness I: direct crack measurements[J]. J Am Ceram Soc, 1981, 64(9):533—538.
- [14] NIIHARA K, MORENA R, HASSELMAN D P H. Evaluation of K_{IC} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios[J]. J Mater Sci Lett, 1982, 1(1):13—16.
- [15] Minister of International Trade and Industry. JISR1607—1995. Testing Methods for Fracture Toughness of High Performance Ceramics[S]. Tokyo: Japanese Standards Association, 1990.
- [16] ABAQUS 6. 10/CAE User's Manual[Z]. Dassault Systems Simulia Corp Providence, RI, USA, 2010.
- [17] 马德军. 材料力学性能仪器化压入测试原理[M]. 北京: 国防工业出版社, 2010.
- [18] 郭俊宏. 材料弹塑性参数仪器化压入识别方法与测试技术研究[D]. 北京: 装甲兵工程学院, 2013.
- [19] 中国钢铁工业协会. GB/T 21838. 1—2008 金属材料硬度和材料参数的仪器化压痕试验第 1 部分: 试验方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [20] 马德军, 宋仲康, 郭俊宏, 等. 一种高精度压入仪及金刚石压头压入试样深度的计算方法[P]. CN Patent: CN102288500A, 2011-12-21.
- [21] 国家冶金工业局. GB/T 4340. 2—1999 金属维氏硬度试验第 2 部分: 硬度计的检验[S]. 北京: 中国标准出版社, 1999.

收稿日期: 2014-07-30; 修订日期: 2015-04-30

通讯作者: 王家梁(1986—), 男, 博士研究生, 主要从事材料力学性能测试方法研究, 联系地址: 北京市丰台区长辛店杜家坎 21 号装甲兵工程学院机械工程系(100072), E-mail: wjllongman@126.com