

# Misura indiretta della durezza su materiali ceramici mediante indentazioni strumentate

Paolo Bosetti e Vincenzo M. Sglavo

*Dipartimento di Ingegneria dei Materiali, Università di Trento, via Mesiano 77,  
38050 TRENTO*

## **Abstract**

*Vickers hardness determination is a standard test procedure widely used in mechanical characterization of ceramic materials. Due to possible fragmentation, however, it is sometimes to detect and measure the indent diagonals for some polycrystalline ceramic materials. Moreover, hardness value often shows high variation with respect to the indentation load, causing some uncertainty in the definition of hardness as a material property. For this reasons, it has been attempted to obtain hardness value directly from the analysis of load–displacement curves (P–h) recorded by means of a suitable depth–sensing indentation test machine. In the present work depth–sensing indentation tests on pure alumina and a silicon nitride composite reinforced with whiskers of silicon carbide were performed. Two methods for the numerical interpretation of the P–h curves and developed for the direct determination of material hardness are proposed.*

## **1. Introduzione**

La durezza di un materiale è definita come la pressione di equilibrio che la superficie del solido riesce a sopportare a seguito di una sollecitazione esercitata da un oggetto più o meno appuntito detto indentatore. La geometria che caratterizza quest'ultimo determina il particolare tipo di prova di indentazione. Le normative prevedono un certo numero di geometrie regolari di indentatori che, nel campo dei materiali ceramici, possono essere separati in due classi principali, acuti e arrotondati, in funzione della tipologia dei difetti che introducono nel materiale.[1] Gli indentatori acuti provocano infatti una sensibile deformazione irreversibile (“plastica”) lasciando un'impronta e delle cricche ben distinguibili ed osservabili, mentre gli indentatori arrotondati producono generalmente fessurazioni di tipo hertziano [1] ma solo modestissime deformazioni permanenti. La misura della durezza per i materiali ceramici viene quindi effettuata esclusivamente con indentatori acuti, risalendo alla pressione di contatto come rapporto tra il carico applicato e l'area dell'impronta lasciata dall'indentatore, quale viene misurata con osservazione diretta al microscopio ottico.

Le misure di durezza vengono generalmente effettuate utilizzando carichi da circa 1 N a circa 1 kN e indentatori con geometria Vickers, vale a dire piramidi a base quadrata con un angolo di  $136^\circ$  tra le facce opposte. Per carichi più bassi si fa normalmente ricorso all'indentatore Berkovich, piramide a base triangolare avente un rapporto tra l'area delle facce laterali e l'altezza della piramide pari a quello della piramide Vickers.

Le norme ASTM [2] prevedono la determinazione della durezza Vickers come rapporto tra il carico applicato e l'area superficiale dell'impronta permanente lasciata dall'indentatore come viene misurata al microscopio ottico. L'area superficiale dell'impronta può essere calcolata misurandone le diagonali e risalendo all'area mediante semplici relazioni trigonometriche basate sulla geometria dell'indentatore come riportato in Figura 1.

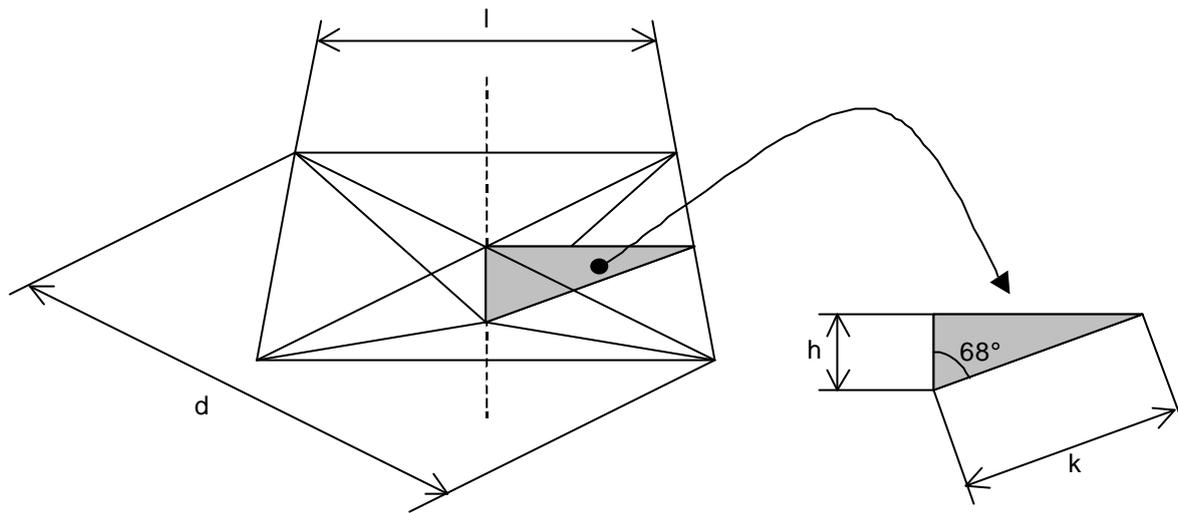


Figura 1  
Geometria della piramide Vickers

In particolare si ha che l'area  $A$  delle quattro facce laterali dell'indentatore è esprimibile come:

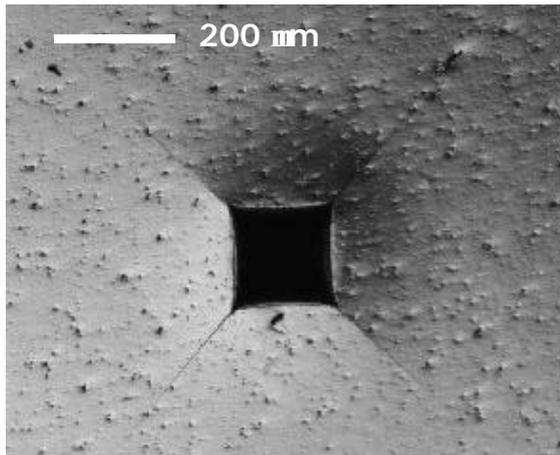
$$\frac{A}{4} = \frac{lk}{2} = \frac{l^2}{4 \sin(68^\circ)} = \frac{d^2}{8 \sin(68^\circ)} \quad (1)$$

dove le lunghezze  $d$ ,  $l$ ,  $k$  e  $h$  fanno riferimento alla Figura 1. Sotto l'ipotesi che la superficie dell'impronta osservata si mantenga geometricamente simile all'indentatore, la durezza può essere determinata come pressione di contatto dividendo il carico applicato per l'area di contatto come espressa dalla Eq. (1):

$$H_o = 2 \cos(68^\circ) \frac{P}{d^2} \cong 1.8544 \frac{P}{d^2} \quad (2)$$

dove con  $H_o$  si indica la durezza *ottica*, cioè determinata dall'osservazione ottica dell'impronta, e con  $P$  si indica il carico applicato. Tale ipotesi è generalmente ben rispettata nei metalli e in tutti quei materiali che presentano un comportamento meccanico sensibilmente plastico.

\* Utilizzando la piramide Vickers per indentazioni a carichi molto bassi può risultare troppo evidente l'imprecisione di lavorazione del diamante sul vertice della piramide. [2]



**Figura 2**  
*Indentazione su  $Si_3N_4$  al microscopio ottico, filtro interferenziale;  $P=300\text{ N}$*

L'applicazione della metodologia fin qui descritta e, segnatamente, dell'Eq. (2) ai materiali ceramici può, tuttavia, determinare alcuni problemi. Dal punto di vista sperimentale, infatti, si osserva in genere una sensibile dipendenza della durezza misurata dal carico applicato nonché, per alcuni ceramici policristallini, un'elevata frammentazione della zona indentata che rende molto difficile la stessa misurazione delle diagonali dell'impronta. Dal punto di vista metodologico, inoltre, l'elevato rapporto tra durezza e modulo elastico ( $H/E$ ) che caratterizza tali materiali fa sì che il recupero della componente elastica della deformazione che avviene allo scarico dell'indentatore sia generalmente molto più evidente che nei materiali metallici "plastici"; tale recupero elastico comporta una modificazione della forma dell'indentazione che

fa cadere l'ipotesi sopra riportata. In sostanza, l'impronta osservata al microscopio risulta avere una forma ed una superficie differenti da quelle dell'indentatore e dell'impronta stessa durante l'indentazione. Di conseguenza, la Eq. (2) fornisce in questo caso un valore che non coincide più con la durezza intesa come pressione di contatto. In Figura 2 si può osservare come un'indentazione su un materiale ceramico presenti le facce sensibilmente bombate verso l'interno, come si deduce dalla curvatura dei lati dell'impronta.

È quindi evidente che l'osservazione e la misura dell'impronta al microscopio ottico, effettuata necessariamente dopo lo scarico, nei materiali a comportamento fragile può portare alla misura di un'area che non coincide né come forma né come dimensioni con l'effettiva superficie di contatto tra materiale e indentatore durante la prova. Diventa pertanto interessante studiare l'intera evoluzione del processo di indentazione, registrando ad esempio penetrazione  $h$  dell'indentatore in dipendenza del carico applicato  $P$ . La registrazione della curva  $P-h$  viene correntemente effettuata durante le prove di nanoindentazione, ove le ridotte dimensioni delle impronte richiedono un metodo indiretto di misura della durezza. Tale metodo [3], che verrà descritto dettagliatamente più avanti, prevede l'analisi della curva di scarico per dedurre la profondità dell'impronta, dalla quale, nota la geometria dell'indentatore, è possibile risalire all'area di contatto e quindi alla durezza.

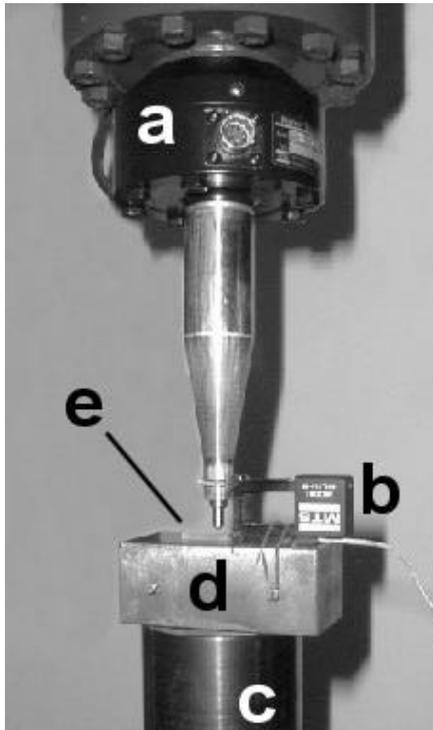
## **2. Parte sperimentale**

### *2.1 Apparato strumentale*

Le registrazioni delle curve  $P-h$  è stata effettuata mediante l'apparato illustrato nell'immagine di Figura 3: una punta Vickers è stata adattata alla cella di carico (a) di una macchina universale per prove meccaniche ad attuatore idraulico (MTS System, Modello 810) e un estensimetro a due bracci (b) con fondo scala di 2.5 mm è stato applicato tra il piano di appoggio del campione e un punto immediatamente sopra l'indentatore.

Le prove di indentazione sono state condotte imponendo all'attuatore una rampa di carico immediatamente seguita da una seconda rampa di scarico, entrambe a velocità di spostamento costante e pari a 0.02 mm/min. I segnali della cella di carico e dell'estensimetro sono stati registrati durante le prove ottenendo direttamente le curve  $P-h$ . Tali curve hanno poi subito

un primo trattamento preliminare di traslazione, riportando sull'origine degli assi il punto di contatto iniziale.



*Figura 3*  
 Arrangiamento strumentale: (a) cella di carico, (b) estensimetro, (c) attuatore idraulico, (d) piano appoggio rettificato, (e) campione

Rispetto alle strumentazioni riportate in lavori precedenti [2,4], al costo di una minore sensibilità, quella qui descritta presenta alcuni vantaggi: è anzitutto economica, trattandosi di un adattamento di una comune macchina per prove meccaniche; consente un elevato controllo delle modalità di applicazione del carico, essendo possibile programmare il ciclo con molta libertà, in condizioni di controllo di spostamento ovvero di carico; permette l'applicazione di carichi relativamente molto elevati compatibilmente con la resistenza dell'indentatore (fino a 900 N); infine, consente di effettuare prove cicliche, possibilità interessante laddove si studino problematiche di fatica da contatto.

### 2.2 Registrazione ed analisi dei dati

Le curve  $P-h$  ottenute mediante l'apparato sopra descritto sono state analizzate con lo scopo di risalire alla misura dell'area di contatto durante l'applicazione del carico da parte dell'indentatore. Per ottenere ciò è necessario correlare il segnale registrato dall'estensimetro con la superficie di contatto dell'indentatore. La superficie laterale di una piramide Vickers di altezza  $h$  può essere espressa come:

$$A = 2lk = 4h^2 \frac{\tan(\mathbf{a})}{\cos(\mathbf{a})} \cong 26.4h^2 \quad (3)$$

e la sua diagonale di base come:

$$d = 2\sqrt{2} \tan(\mathbf{a})h \cong 7.00h \quad (4)$$

dove  $l$ ,  $k$  e  $d$  sono definiti in Figura 1 mentre  $\mathbf{a}$  è il semi-angolo tra le facce della piramide che vale  $68^\circ$ .

La Figura 4 mostra come il segnale dell'estensimetro sia una misura della distanza tra il vertice dell'indentatore e la superficie indisturbata del campione e come, pertanto, la sua relazione con la diagonale e con l'area di contatto dell'indentatore non sia rappresentabile mediante le Equazioni (3) e (4).

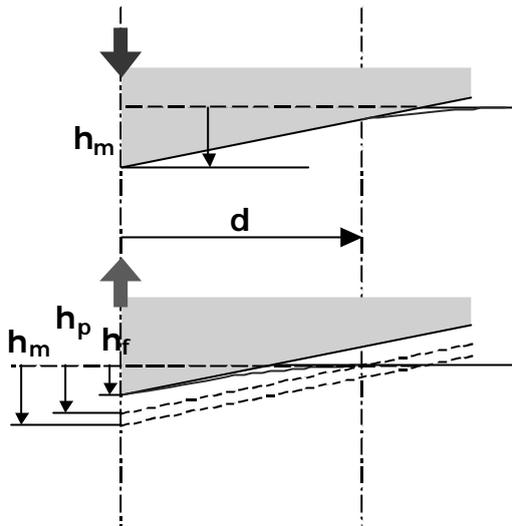


Figura 4  
Fase di carico (sopra) e di scarico (sotto)

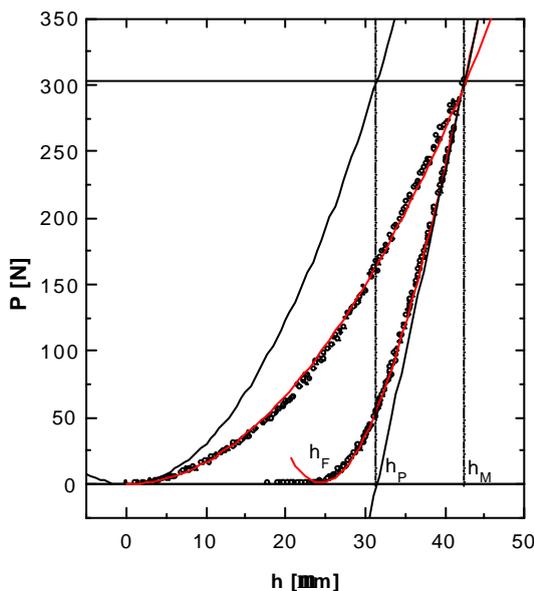


Figura 5  
Curva P-h e relative analisi

deformazione, secondo l'equazione:

$$h_p = h_M - CP_M \quad (5)$$

dove  $C$  è la pendenza della tangente iniziale alla curva di scarico e  $P_M$  è il carico massimo applicato. In altre parole, il recupero totale durante lo scarico, pari a  $h_M - h_F$ , manifesta una componente lineare dovuta alla deformazione dell'intera matrice che si abbassa sotto la pressione dell'indentatore, alla quale si somma una componente non lineare dovuta al recupero

Secondo quanto messo in luce in recenti lavori sull'argomento [3-5], la superficie e la diagonale dell'impronta possono invece essere correlate, mediante le stesse equazioni, alla grandezza indicata in letteratura come *profondità plastica*,  $h_P$ , termine con il quale si indica la profondità massima raggiunta dal vertice dell'indentatore depurata della componente elastica di deformazione.

Mentre la profondità massima ( $h_M$ ) e la profondità finale ( $h_F$ ) dell'impronta sono direttamente individuabili in corrispondenza, rispettivamente, del carico massimo e del punto di distacco a carico nullo, la profondità plastica può essere dedotta e calcolata in base ad alcuni semplici ragionamenti sulle deformazioni che avvengono durante la fase di scarico. Come si può osservare dalla Figura 4, infatti, la differenza  $h_M - h_P$  corrisponde ad un recupero allo scarico che, avvenendo a superficie di contatto costante, dipende linearmente dal carico ( $dh/dP$  costante). A tale recupero si somma un contributo di ordine superiore dovuto al fatto che le facce dell'impronta si incurvano riducendo l'area di contatto, di modo che  $dh/dP$  cresce al diminuire del carico. In prossimità del carico massimo, all'inizio del ramo di scarico, il recupero elastico avviene essenzialmente a superficie di contatto costante, con una rigidità di contatto corrispondente alla pendenza della retta che in Figura 5 interseca l'asse orizzontale in  $h_P$ .

Pertanto, la profondità plastica può essere calcolata sottraendo alla profondità massima la componente lineare di

localizzato nella zona plastica dell'indentazione e che provoca un evidente incurvamento delle facce dell'impronta.

A questo punto è evidente che l'applicazione della Eq. (4) alla profondità plastica consente di esprimere la durezza del materiale come:

$$H_s \cong 1.8544 \frac{P}{(7.00h_p)^2} \cong \frac{P}{26.4h_p^2} \quad (6)$$

Durante la fase di carico l'area di contatto cresce con il quadrato della profondità dell'impronta (vedi Eq. (3)): se la durezza, intesa come pressione di contatto, è indipendente dal carico, la curva  $P-h$  risultante deve essere una parabola. Di conseguenza, la rigidità di contatto vista dall'indentatore durante la fase di carico può essere separata in due contributi: il contributo di matrice, che descrive il comportamento puramente elastico del materiale non interessato da deformazioni permanenti, e il contributo associato alla deformazione della zona plastica immediatamente sottostante l'indentatore. Entrambi questi contributi, dipendendo dalla superficie di contatto, sono rappresentati da due parabole nel piano  $P-h$ , e la somma dei due contributi di spostamento corrisponde alla profondità totale misurata dalla curva di carico. Pertanto, sottraendo alla curva di carico la componente di matrice dello spostamento (che in corrispondenza del carico massimo vale  $h_M-h_F$ ) si ottiene la parabola più a sinistra in Figura 5 che rappresenta l'Eq. (6).

Tale ragionamento è importante perché delimita il campo di validità dell'analisi. Infatti, è anzitutto evidente che, qualora le rigidità spurie costituite dall'apparato sperimentale e comunque rivelate dall'estensimetro non siano largamente superiori alla rigidità di contatto, esse si manifestano come un contributo lineare che può essere evidenziato dall'interpolazione della curva di carico, fornendo un immediato riscontro dell'affidabilità dell'apparato strumentale. Inoltre, il fatto che la curva di carico sia una parabola comporta che la pressione di contatto, e quindi la durezza, non dipende dal carico per tutto l'intervallo compreso tra zero ed il carico massimo applicato.

### 2.3 Materiali studiati

Sono state effettuate misure di durezza con un carico massimo di 300 N su due materiali ceramici policristallini, scelti per il differente comportamento all'indentazione. Il primo materiale è un'allumina ad elevata purezza (99.7%) con una dimensione media dei grani attorno a 100  $\mu\text{m}$ : l'elevato grado di frammentazione nella zona indentata, il colore chiaro e l'alto grado di rifrazione che caratterizzano tale materiale rendono molto difficile l'osservazione delle impronte al microscopio ottico. Il secondo materiale studiato è un composito costituito da nitrato di silicio rinforzato con *whisker* di carburo di silicio, caratterizzato da dimensioni della grana limitate ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ) e sul quale si ottengono impronte di durezza molto più nitide e ben osservabili quali quelle di Figura 2.

La tecnica sopra descritta è stata applicata ai due materiali studiati realizzando ed analizzando una serie di 10 indentazioni sulla superficie di ciascun campione, preventivamente lucidata con pasta diamantata fino a 1  $\mu\text{m}$ .

## 3. Risultati sperimentali e discussione

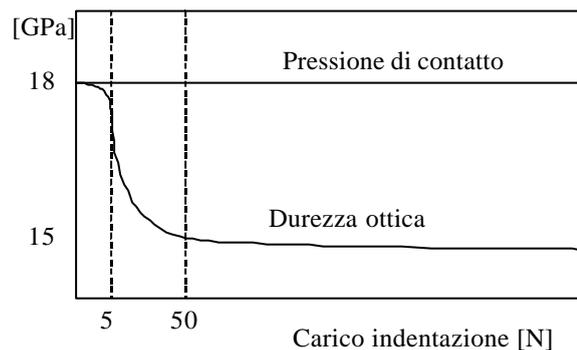
Le indentazioni sono state misurate al microscopio ottico e le curve  $P-h$  sono state sottoposte a selezione escludendo dalle successive analisi le indentazioni per le quali l'interpolazione parabolica della curva di carico fornisce un coefficiente di correlazione  $R^2$  inferiore a 0.99. Tale circostanza si è verificata in 6 casi su 20. Su ciascuna delle curve accettate è stata calco-

lata la profondità plastica  $h_p$  e quindi la durezza ottica ( $H_O$ ) e strumentale ( $H_S$ ) mediante le Eq. (2) e (6). I risultati sono riportati in Tabella 1. Si può osservare come il valore di durezza determinato indirettamente dalle curve  $P-h$  sia sensibilmente più elevato rispetto al valore calcolato in base alla misura ottica delle diagonali, con una differenza pari a circa il 20%. La dispersione dei dati è al contrario analoga nei due casi.

*Tabella 1*  
*Risultati di durezza*

Materiale	$H_O$ [GPa]	$H_S$ [GPa]	Differenza [%]
Allumina	$7.2 \pm 0.9$	$9.5 \pm 0.9$	24
$Si_3N_4$ - $SiC_w$	$15.0 \pm 0.2$	$18.6 \pm 1.1$	19

L'elevato valore del coefficiente di correlazione calcolato nell'interpolazione parabolica della curva di carico, secondo i ragionamenti sopra esposti, consente di affermare che le deformazioni spurie dell'apparato sono trascurabili e che la pressione di contatto si mantiene costante sull'intero intervallo di carico fino a 300 N, per entrambi i materiali studiati. Sul medesimo intervallo, per il nitruro di silicio, la durezza ottica passa invece da valori pari a  $18 \pm 1$  GPa tra 1 e 5 N ai valori riportati in Tabella 1 da 300 a 600 N, con un andamento sigmoidale (Figura 6).



*Figura 6*  
*Dipendenza della durezza dal carico per il nitruro di silicio*

nella formazione del completo sistema di cricche mediano radiali, che per il materiale in questione si verifica avvenire proprio nel medesimo intervallo di carico. Anche se a livello puramente qualitativo, infatti, è evidente che la comparsa di un complesso sistema di cricche in corrispondenza dell'indentazione riduce notevolmente i gradi di vincolo interno del sistema consentendo maggior libertà di espansione alla zona plastica durante la fase di scarico. Tale espansione [1] della zona plastica di forma approssimativamente emisferica sotto l'indentazione provoca una dilatazione ed un sollevamento dell'impronta. Quest'ultimo risulta ben visibile nella micrografia di Figura 2.

## Conclusioni e sviluppi futuri

Nel presente lavoro di carattere preliminare sono state applicate le metodologie di analisi sviluppate nel campo delle indentazioni strumentate su due materiali ceramici policristallini a carichi di indentazione relativamente elevati (300 N). Si è cercato di correlare i valori di

In definitiva, la pressione di contatto coincide (per il nitruro di silicio) con la durezza ottica a carichi di indentazione inferiori a 5 N. Per carichi superiori, mentre la pressione di contatto si mantiene costante, la durezza ottica si abbassa bruscamente stabilizzandosi a circa 15 GPa per carichi superiori a 100 N.

Questo andamento di  $H_O$  fa pensare che nell'intervallo tra 5 e 50 N accada qualcosa in grado di alterare sensibilmente il meccanismo di recupero delle deformazioni elastiche associate all'indentazione, consentendo cioè una maggiore "dilatazione" delle dimensioni dell'impronta.

Questo "qualcosa" può essere individuato

durezza determinata direttamente dalla misura ottica delle diagonali delle impronte con la pressione media di contatto determinata dalle curve  $P-h$  registrate durante le indentazioni.

I due valori di durezza sono risultati essere praticamente coincidenti a carichi di indentazione inferiori al carico critico per la nucleazione del sistema di cricche mediano-radiali. Per carichi superiori la durezza ottica è risultata circa del 20% più bassa rispetto alla pressione media di contatto.

Si è fatta l'ipotesi che tale differenza sia imputabile alla dilatazione della zona plastica associata all'indentazione durante la fase di scarico. Tale dilatazione provoca un sollevamento e un allungamento delle diagonali dell'impronta: come conseguenza, l'area dell'impronta misurata al microscopio ottico dopo il recupero delle deformazioni elastiche risulta maggiore della superficie di contatto dedotta dalle curve  $P-h$  e, di conseguenza, la durezza risulta inferiore alla pressione media di equilibrio.

Gli sviluppi futuri di questo lavoro prevedono anzitutto un ampliamento della base di dati sperimentali a sostegno delle ipotesi qui formulate. In un secondo tempo, sarà interessante verificare eventuali relazioni tra la differenza tra durezza e pressione media di contatto a carichi elevati e grandezze come il carico critico di nucleazione dei sistemi di cricche ovvero il fattore critico di intensità degli sforzi  $K_{Ic}$ .

## Bibliografia

- [1] Lawn, B.R., Wilshaw, T.R., "*Fracture of Brittle Solids*", Cambridge University Press, **1975**
- [2] AA.VV., *Annual Book of ASTM Standards*, E92-82, ASTM, Philadelphia, **1995**
- [3] Dörner, M.F., Nix, W.D., "A Method for Interpreting the Data from Depth-Sensing Indentation Instruments", *J. Mater. Res.*, **1** [4] 601-609, **1986**
- [4] Zeng, K., Söderlung, E., Giannakopoulos, A.E., Rowcliffe, D.J., "*Controlled Indentation: a General Approach to Determine Mechanical Properties of Brittle Materials*", *Acta Mater.*, **44** [3] 1127-1141, **1996**
- [5] Oliver, W.C., Pharr, G.M., "An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments", *J. Mater. Res.*, **7** [6] 1564-1583, **1992**