

Misura di durezza superficiale

Tommaso Stefani

2025-08-05

In questa attività si conducono misure di durezza superficiale

Table of contents

Descrizione dell'attività	2
Richiami teorici	3
La durezza	3
Scala Mohs	4
Scala Rockwell	5
Scala Brinell	6
Scala Vickers	7
Test di student	8
Test di Student per campioni indipendenti	9
Esperimento	9
Taratura	9
Parte sperimentale	11
Obiettivi	11
Descrizione attrezzature	12
Progettazione della campagna di misure	13
Misure necessarie per Test di student	13
Misure necessarie per taratura	14
Fasi da seguire in laboratorio per la raccolta delle misure	16
Montaggio e smontaggio indentatore	18
Accensione, messa a fuoco e selezione dei parametri	19
Misurazione	20

Elaborazione dei dati	23
Analisi differenze indentatore rotto/indentore integro	23
Discussione risultati	27
Analisi per taratura	29

Descrizione dell'attività

La presente attività ha lo scopo di introdurre alla **misurazione della durezza dei materiali in ambito metallurgico** e all'**analisi statistica dei dati raccolti**. In particolare, si acquisiranno le competenze necessarie per eseguire le procedure di laboratorio finalizzate alla misura della durezza. Successivamente, si condurranno due tipi di analisi statistiche sui dati ottenuti, ciascuna volta a esplorare due aspetti distinti dell'analisi dei dati:

1. Test di inferenza statistica: Test di Student accoppiato.
2. Taratura degli strumenti di misura: Sviluppo del modello analitico di uno strumento di misura e relativa regressione.

Questi due temi si prestano particolarmente bene a essere sviluppati nell'attività sperimentale proposta, in quanto sono applicabili alle seguenti situazioni rappresentative di contesti correnti:

1. T test accoppiato: Si sospetta che le anomalie riscontrate in alcune misure di durezza rispetto ai valori noti in letteratura o ricavati da un eventuale storico di produzione aziendale siano causate dall'utilizzo di un penetratore danneggiato.
2. Taratura: Si vuole indagare la relazione tra la misura di durezza stimata dalla sola penetrazione dell'indentore (fornita dal durometro utilizzato in laboratorio) e la durezza misurata tenendo conto delle diagonali dell'impronta dell'indentatore, come indicato da normativa.

La presente attività, quindi, affrontando tali tematiche, si compone delle seguenti fasi:

- Pianificazione della campagna di misure di durezza
- Realizzazione delle misure in laboratorio (contesto metallurgico)
- Analisi statistica dei dati e discussione dei risultati ottenuti

Richiami teorici

La durezza

Definizione – Durezza

La **durezza** è la proprietà meccanica dei materiali che esprime la loro resistenza alla deformazione plastica locale, determinata mediante prove di penetrazione, graffiatura o abrasione.

Essa rappresenta la capacità di un materiale ad opporsi alla formazione di impronte permanenti sotto l'azione di un corpo più duro.

Esistono diverse tecniche per la valutazione quantitativa della durezza. Le più comuni e utilizzate prevedono l'impiego di un piccolo penetratore il quale viene forzato a penetrare attraverso la superficie del materiale da analizzare, secondo modalità di applicazione del carico e velocità di penetrazione controllate. La profondità o la dimensione dell'impronta che ne risulta viene poi misurata e da queste misure, attraverso formule stabilite dal metodo di prova adottato, si risale alla valutazione della durezza, espressa con un numero.

E' importante sottolineare che le misure di durezza non sono valori assoluti ma relativi in quanto dipendono fortemente dal metodo di prova utilizzato (Brinell, Vickers, Rockwell, Mohs, ecc.) e dalle condizioni di prova. Per questo motivo quando si riporta un valore di durezza è indispensabile riportare la sigla che ne definisce la scala di riferimento. La sigla 350 HV 30 / 10, per esempio, sta ad indicare una durezza di 350 stabilita con il metodo Vickers, usando un carico di 30 kgf applicato per un tempo di 10 secondi.

Trattandosi di una grandezza empirica (non esprimibile con una propria unità di misura), la durezza non è direttamente derivabile da altre proprietà fisiche fondamentali, ma dipende da fattori quali per esempio la microstruttura, la composizione chimica, il trattamento termico e le condizioni di prova. Va comunque detto che in molti materiali metallici (soprattutto acciai e leghe) esiste una certa correlazione empirica tra il valore di durezza (soprattutto Vickers o Brinell) e la tensione di rottura a trazione. Questa correlazione nasce dal fatto che entrambe le grandezze riflettono la resistenza del materiale alla deformazione plastica.

Alla luce di quanto detto è evidente come non esista un metodo generale di conversione tra le diverse scale di misura della durezza (corrispondenti ai diversi metodi di prova utilizzati) ma solo tentativi di raffronto sperimentali.

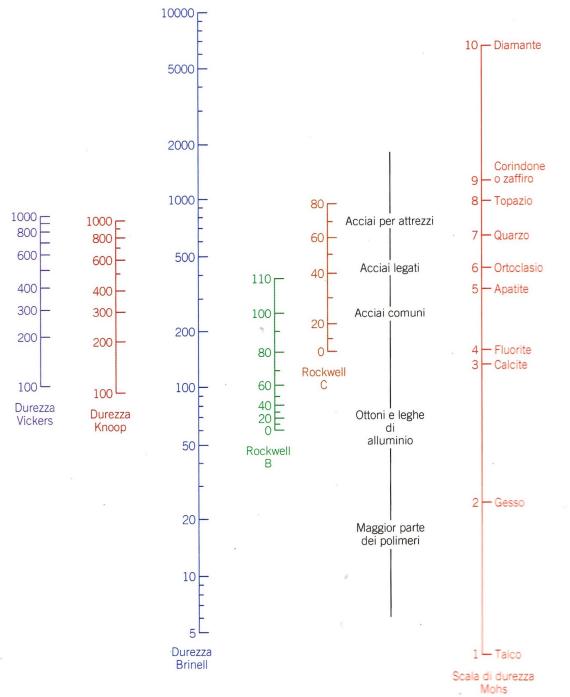


Figure 1: Confronto tra scale di durezza diverse, Scienza ed ingegneria dei materiali, Callister & Rethwisch, IV edizione, p. 169

Le prove di durezza sono effettuate di frequente in quanto:

1. Sono semplici e poco costose: il campione non subisce particolari preparazioni preliminari e l'apparecchio di misura è poco costoso
2. La prova è di carattere non distruttivo: sul campione rimane solo una piccola impronta
3. Altre proprietà meccaniche possono essere dedotte (seppur approssimativamente) dalle misure di durezza (per esempio la resistenza a rottura)

Di seguito si riportano le tre scale di durezza più comuni per materiali metallici (compresi gli acciai), soffermandosi maggiormente sulla scala Vickers, adottata nelle misure del presente esperimento. Si illustra brevemente anche la scala Mohs, in quanto storicamente è stato il primo tentativo di comparare le diverse durezze dei materiali e tutt'ora viene utilizzata in alcuni ambiti.

Scala Mohs

La **scala Mohs** è un sistema ideato nel 1812 dal mineralogista tedesco *Friedrich Mohs* per classificare i materiali in base alla loro durezza, intesa come resistenza alla graffiatura. Si

tratta di un metodo empirico e comparativo, che non fornisce un valore numerico assoluto, ma piuttosto consente di stabilire se un materiale è più o meno duro rispetto a un altro.

La scala è composta da dieci livelli, ognuno rappresentato da un minerale di riferimento, ordinati dal più tenero (il talco, al livello 1) al più duro (il diamante, al livello 10). Per esempio, il quarzo si trova al livello 7, e può graffiare tutti i materiali con durezza inferiore, ma non quelli più duri.

Questo metodo è ancora oggi largamente utilizzato in geologia e mineralogia, dove è utile per un'identificazione rapida e pratica dei minerali sul campo o in laboratorio. Tuttavia, come anticipato, nel settore metallurgico e industriale la scala Mohs ha un impiego molto più limitato, perché non permette misurazioni quantitative o confronti precisi. In quei contesti, infatti, si preferiscono metodi come Rockwell, Vickers o Brinell, che restituiscono valori numerici affidabili e ripetibili.

In sintesi, la scala di Mohs è uno strumento semplice ed efficace per valutare la durezza relativa tra materiali, ma non è adatta quando serve un dato tecnico rigoroso o confrontabile in ambito industriale.

Scala Rockwell

La **prova Rockwell** è un metodo per misurare la durezza dei materiali basato sulla misura della profondità residua di penetrazione di un penetratore standardizzato, dopo l'applicazione sequenziale di un carico preliminare e uno principale, secondo procedure normalizzate.

La procedura prevede 3 fasi:

- preparazione dei campioni
- Applicazione di un **precarico** per stabilizzare il contatto;
- Applicazione e successiva rimozione del **carico principale**, dopo cui si misura la profondità h dell'impronta residua.

Il valore di durezza Rockwell si calcola mediante la formula:

$$HR = N - \frac{h}{s}$$

- HR è il valore di durezza,
- h è la profondità residua dell'impronta (mm),
- $s = 0.002$ mm è il coefficiente di scala,
- N è una costante che dipende dalla scala (es. $N = 100$ per la scala HRC).

Per la scala Rockwell C per esempio:

$$HRC = 100 - \frac{h}{0.002} = 100 - 500h$$

Le diverse scale Rockwell si distinguono per:

- tipo di **penetratore** (cono in diamante o sfera di diverse dimensioni),
- **carico applicato**

Per riportare il valore di durezza di un materiale si usa la seguente sigla:

HR_{xx} yy

- *HR*: prova Rockwell
- *xx*: scala utilizzata (per es. C)
- *yy*: valore di durezza rilevato sulla scala C

La prova Rockwell rappresenta un metodo molto semplice e molto utilizzato in quanto non richiede particolari conoscenze da parte dell'operatore. Questo perchè si basa su una misura determinata automaticamente dalla macchina (la profondità dell'impronta).

La procedura, le condizioni operative, la scelta della scala e le modalità di taratura sono dettagliatamente definite nella norma internazionale **UNI EN ISO 6508-1:2016**

Scala Brinell

La **prova Brinell** è un metodo che si basa sulla misura del diametro dell'impronta di penetrazione provocata da una **sfera in acciaio o carburo di tungsteno** sottoposta a un carico statico. E' una prova robusta che può essere applicata ad un ampio intervallo di durezze.

Dopo l'applicazione del carico, si misura il **diametro dell'impronta** residua. La durezza Brinell si calcola mediante la formula:

$$HBW = \frac{2F}{\pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

dove:

- *F*: carico applicato (kgf)
- *D*: diametro della sfera (mm)
- *d*: diametro medio dell'impronta (mm)

Per riportare il valore di durezza di un materiale si usa la seguente sigla:

$$HBW \ xx/yy/zz$$

dove:

- HBW : prova Brinell con sfera in carburo di tungsteno (HB se in acciaio)
- xx : diametro della sfera (mm)
- yy : carico applicato (kgf)
- zz : tempo di applicazione del carico (s)

La prova Brinell si caratterizza per essere una prova robusta che può essere applicata ad un ampio intervallo di durezze. La procedura, le condizioni operative, la scelta della scala e le modalità di taratura sono dettagliatamente definite nella norma internazionale **UNI EN ISO 6506-1**

Scala Vickers

La **prova Vickers** è un metodo di prova basato sulla misurazione delle dimensioni di un'impronta ottenuta tramite un penetratore piramidale in diamante. Il penetratore ha una geometria a base quadrata con un angolo di 136° tra le facce opposte. Durante la prova, si applica un carico statico definito, mantenuto per un determinato intervallo di tempo. Una volta rimosso il carico, si osserva l'impronta lasciata sulla superficie del campione.

La durezza viene determinata misurando otticamente le due diagonali dell'impronta, generalmente tramite un microscopio ottico con reticolo graduato o un sistema digitale di acquisizione. Il valore di durezza Vickers si calcola come rapporto tra il carico applicato e l'area della superficie dell'impronta, secondo la seguente formula:

$$HV = \frac{1.854 \cdot F}{d^2}$$

dove:

- F è il carico applicato in kgf
- d è la lunghezza media delle due diagonali dell'impronta, espressa in millimetri.

Trattandosi di una misura ottica, la preparazione del campione è un aspetto fondamentale. La superficie da testare deve essere accuratamente levigata e lucidata, al fine di permettere una lettura chiara e precisa dell'impronta. Per questo motivo, la prova Vickers è particolarmente indicata per materiali metallici omogenei e per applicazioni su sezioni sottili o microstrutture, come nel caso delle microdurezze.

La scala Vickers è unica nella geometria del penetratore, ma varia in funzione del carico applicato, indicato accanto alla sigla HV. Questa specifica è fondamentale perché la dimensione dell'impronta e la risposta del materiale possono variare in base alla forza impiegata. I risultati ottenuti con carichi diversi **non sono sempre direttamente confrontabili**, specialmente su materiali eterogenei o trattati superficialmente.

Per riportare il valore di durezza di un materiale si usa la seguente sigla:

$$HVxx/yy$$

dove:

- HV : prova Vickers con penetratore a punta di diamante piramidale
- xx : carico applicato in kgf
- yy : tempo di applicazione del carico in secondi (opzionale, spesso non indicato)

Tutti i dettagli tecnici, i criteri di esecuzione e le tolleranze della prova sono regolati dalla norma **UNI EN ISO 6507-1**, che rappresenta il riferimento principale per l'applicazione corretta del metodo Vickers.

In figura le caratteristiche principali che caratterizzano le prove Brinell e Vickers.

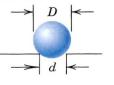
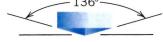
Prova	Penetratore	Forma dell'impronta		Carico	Formula per ottenere il numero di durezza ^a
		Vista laterale	Vista dall'alto		
Brinell	Sfera in acciaio o carburo di tungsteno, diametro 10 mm			P	$HB = \frac{2P}{\pi D [D - \sqrt{D^2 - d^2}]} \quad \text{diametro dell'impronta}$
Microdurezza Vickers	Piramidi di diamante			P	$HV = 1.854 \frac{P}{d_1^2} \quad \text{diametro dell'impronta}$

Figure 2: Sistemi di prova per la durezza, Scienza ed ingegneria dei materiali, Callister & Rethwisch, IV edizione, p. 167

Test di student

Il **test di Student**, o t-test, è un test statistico utilizzato per confrontare le medie di due gruppi e verificare se le differenze osservate siano statisticamente significative. Viene quindi impiegato quando si hanno due campioni e si vuole determinare se la differenza tra le medie rilevata possa essere attribuita al caso (effetto aleatorio) oppure ad un effetto reale (deterministico).

Esistono diverse varianti del t-test:

- ad uno due lati

- ad uno o due campioni
- t test accoppiato

In questa attività si utilizza il test accoppiato, che viene descritto nel seguito.

Test di Student per campioni indipendenti

Nel caso di test di Student a due campioni, quando essi **hanno la stessa dimensione e sono raccolti due a due in condizioni molto simili**, è opportuno accoppiarli e effettuare il test di Student accoppiato.

Ogni misura è esprimibile come:

$$y_{ij} = \mu_i + \beta_j + \varepsilon_{ij}; \quad \begin{cases} i = 1, 2 \\ j = 1, 2, \dots, n \end{cases}$$

dove:

- i identifica il campione
- j identifica la singola misura di un campione

Se si definisce $d_j = y_{1j} - y_{2j}$, ricordando le proprietà dell'operatore $E(\cdot)$, risulta $\mu_d = \mu_1 - \mu_2$. Quindi si può formulare la seguente coppia di ipotesi:

[

$$H_0 : \quad \mu_d = 0 \tag{1}$$

$$H_1 : \quad \mu_d \neq 0 \tag{2}$$

]

Il test accoppiato è quindi evidentemente un test a un campione, con il vantaggio che **gli effetti casuali tra coppie di osservazioni non influiscono sul risultato del test**

Esperimento

Taratura

Una **misura**, che è il risultato di una misurazione, rappresenta un parametro di un sistema considerato in un determinato stato.

Esistono misurazioni dirette (ottenute per confronto con un campione noto) e misurazioni indirette, ottenute misurando grandezze secondarie collegate a quella di interesse mediante un modello (che rappresenta lo strumento di misura). Tale modello è un insieme di relazioni tra

parametri descrivente le interazioni di un sistema. Può essere analitico o numerico, inoltre deve essere costruito sulla base della misura stessa: non deve essere necessariamente esaustivo né basato sulla comprensione fisica del sistema (cioè può anche essere empirico)

Nel caso di misurazione indiretta, lo strumento di misura è basato su un trasduttore: un dispositivo che trasforma una grandezza fisica in ingresso in un'altra grandezza.

E' importante distinguere tra modelli statici (cioè che non tengono conto delle relazioni differenziali nel tempo delle grandezze del sistema) e modelli dinamici (che al contrario tengono conto dell'evoluzione nel tempo del sistema). Questa attività fa riferimento al primo.

Nel caso di misurazioni indirette, è fondamentale disporre di un modello che descriva il comportamento del trasduttore, cioè la relazione tra uscita e ingresso. Ogni modello dipende da uno o più parametri numerici che devono essere identificati, questa operazione di identificazione dei parametri del modello di misura si chiama **taratura**.

Taratura

La **taratura** punta a definire la correlazione $y = f(m)$ tra l'ingresso misurando m e l'uscita del trasduttore y , e la relativa incertezza. La $f(\cdot)$ è detta caratteristica statica dello strumento.

Uno strumento fornisce la misura mediante inversione della caratteristica statica: $m = f^{-1}(y)$

Perché la $f(\cdot)$ sia nota è necessario identificarne i parametri mediante **regressione** che viene effettuata a partire da una serie di coppie (m_i, y_i) ottenute:

- da una serie di misurandi noti
- da una serie di misurazioni ottenute con uno strumento di qualità migliore di quello in taratura (questo perchè l'incertezza sui parametri della regressione non dipende dall'incertezza su queste misurazioni ma sulla variabilità dei dati raccolti)

La taratura statica si sviluppa quindi su quattro passaggi:

1. Sviluppo del modello dello strumento: analisi dei principi fisici per definire la caratteristica statica
2. Raccolta dei dati di taratura: campagna sperimentale per coppie (m_i, y_i) in ordine casuale
3. Regressione: identificazione dei parametri del modello
4. Validazione del modello: verifica adeguatezza mediante analisi dei residui

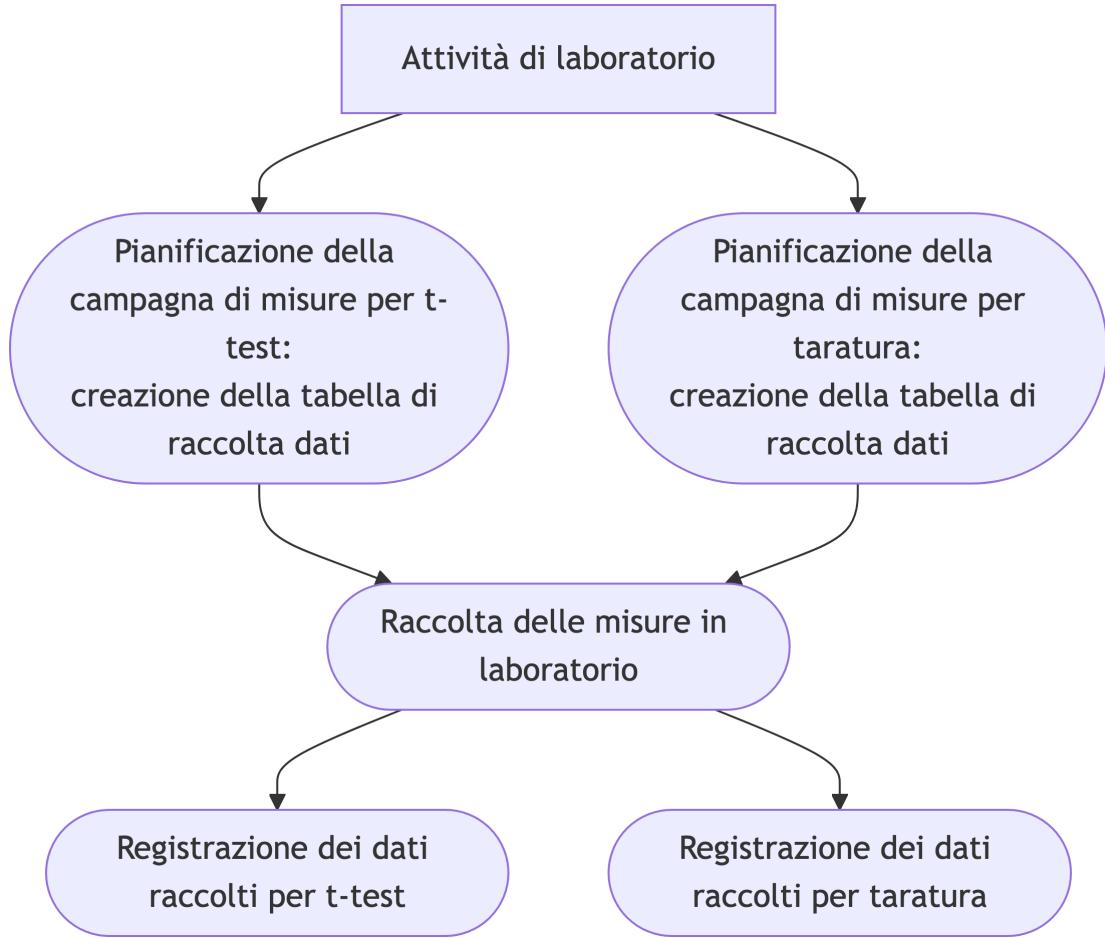
La taratura deve anche definire l'incertezza dello strumento, dovuta al modello (la forma della caratteristica statica), ai parametri del modello e alla stima del misurando (dovuta a ingressi di disturbo).

Parte sperimentale

Obiettivi

Gli obiettivi principali di questa attività di laboratorio sono due:

- Apprendere la tecnica di misurazione della durezza mediante un durometro a lettura ottica.
- Raccogliere i dati necessari per lo svolgimento delle due analisi statistiche introdotte in precedenza:
 - T-test: valutare se le misurazioni ottenute con indentatore integro differiscono in modo statisticamente significativo da quelle ottenute con indentatore danneggiato.
 - Taratura di un modello analitico: mettere a punto una relazione tra la stima della durezza fornita dal durometro (basata sulla profondità di penetrazione dell'indentatore) e il valore reale di durezza misurato.



Di seguito sono elencate le attrezzature necessarie e le fasi operative da seguire per la raccolta delle misure. La sequenza è stata organizzata in modo da ottimizzare i tempi e ridurre al minimo le riconfigurazioni strumentali.

Descrizione attrezzature

Le attrezzature e i materiali necessari per eseguire le misure Vickers in laboratorio sono le seguenti:

- 10 campioni di acciai ignoti (composizione non nota, trattamenti subiti non noti, ecc.)
- Carte abrasive: Non sono prescritte grane specifiche nelle normative, ma si consiglia di utilizzare una sequenza di abrasivi da grana 120 a 1200 per garantire una superficie liscia e priva di difetti
- detergente per superfici metalliche
- panno in microfibra o tessuto morbido che non rilasci fibre

- durometro per misurazione durezza VIckers
- penetatore Vickers danneggiato
- penetratore Vickers integro

Progettazione della campagna di misure

Per eseguire le analisi statistiche volte ad affrontare le due tematiche descritte in precedenza è necessario effettuare le misure di durezza opportune. Di seguito vengono riportate le misure necessarie per entrambe le analisi, insieme alle motivazioni della loro scelta.

Misure necessarie per Test di student

Il test statistico più adatto ad attribuire un valore alla probabilità di errore nell'assumere falsa l'ipotesi nulla (p -value), secondo cui l'indentatore danneggiato non è responsabile delle deviazioni osservate nelle misurazioni, è il Test di Student accoppiato.

Sebbene si possano confrontare due campioni di misure rilevate sullo stesso materiale utilizzando i due intenditori, in quel caso sarebbe necessario un test di Student a due campioni indipendenti. Tuttavia, gli effetti stocastici nelle misure ridurrebbero la potenza del test. Con il test di Student accoppiato, invece, le differenze tra le misure eliminano gli effetti stocastici comuni, migliorando la potenza del test (a condizione che le stesse siano rappresentative dello stesso misurando e siano raccolte a due a due in condizioni molto simili).

Per l'esperimento si scelgono 10 campioni di acciaio ignoto, misurando la durezza prima con l'indentatore integro e poi con l'indentatore danneggiato (cercando di estrapolare visivamente la posizione del vertice danneggiato dell'impronta).

Il durometro presente in laboratorio, oltre a fornire la misura di durezza calcolata secondo normativa (utilizzando il valore del carico e delle diagonali lasciate dall'impronta dell'indentatore), fornisce anche una stima della durezza basata sulla profondità dell'impronta lasciata nel materiale. Per ogni misura si raccoglie anche il valore di questa stima, che sarà utile per l'analisi successiva.

Infine, in quanto l'indentatore danneggiato permette di misurare con certezza solo una delle due diagonali (l'altra termina sullo spigolo danneggiato) si effettuano delle ulteriori misurazioni utilizzando per l'indentatore danneggiato due volte il valore della diagonale visibile. Anche queste misure saranno utili per l'analisi successiva.

In sintesi si eseguiranno 30 misurazioni (indentatore integro, indentatore danneggiato, indentatore danneggiato usando due volte la diagonale visibile) e per ogni misura si rileva anche il valore di stima della macchina.

Di seguito la tabella che servirà per la raccolta dei dati, organizzata tenendo conto di quanto detto sopra (per le misurazioni si sceglie di adottare la scala HV30).

```

df_a<-tibble(
  material=1:10, #materiale
  HV30_OK=NA,    #misura effettiva, indentatore integro
  HV30_NOK=NA,   #misura effettiva, indentatore danneggiato
  stima_OK=NA,   #stima della macchina, indentatore integro
  stima_NOK=NA,  #stima della macchina, indentatore danneggiato
  HV30_dd=NA,    #misura effettiva usando due volte la diagonale visibile, indentatore danneggiato
  stima_dd=NA,   #stima della macchina, indentatore danneggiato per misura con doppia diagonale
)

write.csv(df_a,"misure_HV_30.csv") #per avere la tabella in formato .csv così da poter esser utilizzata per il T-test

kable(df_a, caption = "Tabella di raccolta dati per T-test")

```

Table 1: Tabella di raccolta dati per T-test

material	HV30_OK	HV30_NOK	stima_OK	stima_NOK	HV30_dd	stima_dd
1	NA	NA	NA	NA	NA	NA
2	NA	NA	NA	NA	NA	NA
3	NA	NA	NA	NA	NA	NA
4	NA	NA	NA	NA	NA	NA
5	NA	NA	NA	NA	NA	NA
6	NA	NA	NA	NA	NA	NA
7	NA	NA	NA	NA	NA	NA
8	NA	NA	NA	NA	NA	NA
9	NA	NA	NA	NA	NA	NA
10	NA	NA	NA	NA	NA	NA

Misure necessarie per taratura

Per indagare la relazione tra la misura di durezza stimata dalla sola penetrazione dell'indentore (fornita dal durometro utilizzato in laboratorio) e la durezza misurata tenendo conto delle diagonali dell'impronta dell'indentatore (come indicato dalla UNI EN ISO 6507-1) è necessario sviluppare una campagna sperimentale atta a fornire le coppie di valori rappresentanti il misurando (durezza effettiva del materiale) e l'uscita dello strumento (la stima fornita dal durometro). Tali coppie di misure vanno raccolte in ordine casuale, per mitigare l'effetto degli ingressi modificanti.

È quindi necessario raccogliere, per ciascuna scala di misura tra quelle scelte (HV5, HV10, HV20, HV30, HV50) e per ciascuno dei sei materiali scelti per eseguire la taratura (con durezza diversa), sia la durezza reale sia quella stimata.

Di seguito la tabella che servirà per la raccolta dei dati, organizzata tenendo conto di quanto detto sopra.

```

df_b<-expand.grid(
  Scale=c("HV5","HV10","HV20","HV30","HV50"),
  Material=1:6
)%>%
  relocate(Material,.before = Scale)%>%
  mutate(
    StdOrder = 1:n(),
    RunOrder = sample(n()),
    .before=Material
)%>%
  mutate(
    Estimated=NA,
    Hardness=NA
)%>%
  arrange(RunOrder)%>%
  tibble()

write.csv(df_b,"misure_per_taratura.csv")  #serve per avere la tabella in formato .csv così ci si può leggere con un qualsiasi programma

kable(df_b, caption = "Tabella di raccolta dati per taratura")

```

Table 2: Tabella di raccolta dati per taratura

StdOrder	RunOrder	Material	Scale	Estimated	Hardness
8	1	2	HV20	NA	NA
3	2	1	HV20	NA	NA
21	3	5	HV5	NA	NA
10	4	2	HV50	NA	NA
4	5	1	HV30	NA	NA
14	6	3	HV30	NA	NA
24	7	5	HV30	NA	NA
22	8	5	HV10	NA	NA
11	9	3	HV5	NA	NA
25	10	5	HV50	NA	NA
30	11	6	HV50	NA	NA
17	12	4	HV10	NA	NA
28	13	6	HV20	NA	NA
1	14	1	HV5	NA	NA

StdOrder	RunOrder	Material	Scale	Estimated	Hardness
9	15	2	HV30	NA	NA
15	16	3	HV50	NA	NA
23	17	5	HV20	NA	NA
5	18	1	HV50	NA	NA
26	19	6	HV5	NA	NA
19	20	4	HV30	NA	NA
18	21	4	HV20	NA	NA
6	22	2	HV5	NA	NA
16	23	4	HV5	NA	NA
29	24	6	HV30	NA	NA
20	25	4	HV50	NA	NA
27	26	6	HV10	NA	NA
2	27	1	HV10	NA	NA
13	28	3	HV20	NA	NA
7	29	2	HV10	NA	NA
12	30	3	HV10	NA	NA

Fasi da seguire in laboratorio per la raccolta delle misure

Per la raccolta delle misure sono necessarie le seguenti fasi:

1. Scelta di 10 campioni di acciai ignoti
2. Preparazione dei campioni:
 - I campioni devono essere accuratamente lucidati per ottenere una superficie liscia e priva di ossidazioni o impurità. Non sono prescritte grane specifiche nelle normative, ma si consiglia di utilizzare una sequenza di abrasivi da grana 120 a 1200. Se possibile lucidare a specchio
 - Pulizia con panno morbido e detergente per metallo per rimuovere polveri o residui.



Figure 3: Campione prima e dopo preparazione superficiale

3. Numerazione dei campioni: Identificare i campioni numerandoli da 1 a 10



Figure 4: Campioni numerati

4. Montaggio indentatore Vickers danneggiato sulla macchina
5. Accensione durometro
6. Selezione dei parametri per la prova HV30
7. Impostare la messa a fuoco della lente (solo se necessario).
8. Esecuzione delle misure previste dalla tabella di raccolta dati per T-test `df_a` relative all'indentatore danneggiato, estrapolando visivamente la posizione del vertice danneggiato

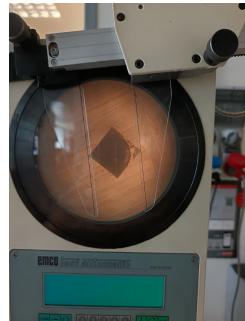


Figure 5: Estrapolazione visiva della posizione del vertice danneggiato

10. Esecuzione delle misure previste dalla tabella di raccolta dati per T-test `df_a` relative all'indentatore danneggiato, doppia misura della diagonale visibile.
11. Cambio indetatore, montaggio indentatore Vickers integro
12. Esecuzione delle misure previste dalla tabella di raccolta dati per T-test `df_a` relative all'indetatore integro
13. Esecuzione delle misure previste dalla tabella di raccolta dati per taratura `df_b` cambiando coerentemente il metodo di prova (HV5, HV10, HV20, HV30, HV50) selezionando i parametri corretti
14. Spegnimento durometro

Per eseguire le fasi che richiedono l'uso del durometro è possibile consultare il manuale d'uso del durometro EMCO TEST M4U 025 presente in laboratorio, tuttavia al fine di agevolare il procedimento si riportano sinteticamente le operazioni necessarie (valide per il durometro EMCO TEST M4U 02).



Figure 6: Durometro EMCO TEST M4U 02

Montaggio e smontaggio indentatore

Per montare l'indentatore sulla macchina:

1. Inserire l'indentatore dalla parte del gambo nell'apposito supporto a T.



Figure 7: Supporto a T

2. Inserire l'indentatore nella sede della macchina
3. Serrare il grano con la chiave esagonale apposita

Per lo smontaggio seguire a ritroso le fasi sopra riportate.

Gli indentatori e gli utensili necessari sono presenti nell'apposita scatola, contrassegnati con la sigla HV e HV-rotto.



Figure 8: Serraggio con chiave esagonale



Figure 9: Indentatore e relativa custodia

Accensione, messa a fuoco e selezione dei parametri

Per accendere la macchina:

1. Azionare la chiave presente sul retro della stessa.
2. Verificare che l'interruttore dedicato all'illuminazione per la lettura dell'impronta sia impostato su On
3. Ad accensione avvenuta il display mostra un messaggio che chiede all'operatore se l'indentatore e l'ottica siano stati montati. Premere il tasto rosso f per confermare.

Per impostare la messa a fuoco dell'immagine (da eseguire solo se necessario):

1. Premere il tasto Code seguito da 1470, confermare con il tasto f
2. Compare la scritta **SERVICE MODUS**, premere il tasto +/– che cancella la posizione di fuoco precedente, confermare con f
3. Premere il tasto Code
↓
4. Esegure una misura di durezza tramite il tasto – ↑
5. Una volta che il durometro passa all'ottica stabilire la posizione di fuoco attraverso i tasti ← e →.

6. Misurare le diagonali e confermare con il tasto f, in questo modo viene anche memorizzata la nuova posizione di fuoco.

Per selezionare i parametri e il tipo di prova di durezza, il durometro prevede una sezione in cui è possibile impostare diverse specifiche . Tuttavia, non è necessario modificare alcun parametro, eccetto il primo, poiché la sua impostazione richiama automaticamente i parametri per le prove previste dalla presente attività (secondo normativa). Quindi, per selezionare il giusto metodo di prova:

1. Premere il tasto Code seguito da 1234, confermare con il tasto f. Si apre la sezione parametri



Figure 10: Sezione di impostazione parametri

2. Inserire il numero relativo al metodo di prova da eseguire in modo da impostare il parametro n. 1, questo numero è presente nella colonna CODE della tabella posta sul lato destro della macchina. Confermare con f. **IMPORTANTE: Non modificare nessun altro parametro!**
3. Premere nuovamente code
4. Accertarsi che nella schermata principale sia ora comparso il metodo di prova corretto.

Si raccomanda di accertarsi che sulla macchina sia montata la lente specificata nei parametri della prova. Come detto in precedenza il significato di tutti i codici relativi ai parametri e i parametri stessi sono illustrati nel manuale d'uso presente in laboratorio .

In quanto le istruzioni sopra riportate sono una sintesi valida per le operazioni richieste nella presente attività per eventuali dubbi si faccia riferimento al responsabile di laboratorio.

Misurazione

Per eseguire una misura di durezza:

		CONVERSION (UMWERTUNG)										
TESTMETHODE	CODE	CONV	HB 30	HB 10	HB 5	HB 2,5	HRC	HV	N/mm	Kp/mm	μm	HB
HV 1	1	♦	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
HV 2	2			●								
HV 3	3			●								
HV 5	4			●								
HV 10	5			●								
HV 20	6			●								
HV 50	7			●								
HV 100	9			●								
HR 15N	10			●								
HR 15-T	11			●								
HR 45N	12			●								
HR 15-T	13			●								
HR 30-T	14			●								
HR 45-T	15			●								
HR A	16			●								
HR B	17			●								
HR C	18			●								
HR D	19			●								
HR E	20			●								
HR F	21			●								
HR G	22			●								
HR H	23			●								
HR K	24			●								
HR 1/2,5	25			●								
HR 1/5	26			●								
HR 1/10	27			●								
HR 2/15/1,62	28			●								
HR 2/5/1,2	30			●								
HR 2/0,62/1,5	31			●								
HR 0,62/1,2/1,12	32			●								
HR 0,62/1,12	33			●								
HR 0,62/0,62	34			●								
HR 0,62/0,32	35			●								
HR 0,32/0,25	36			●								
HR 0,25/0,16	37			●								
HR 0,16/0,10	38			●								
HR 0,10/0,06	39			●								
HR 0,06/0,04	40			●								
HR 0,04/0,02	41			●								
HR 0,02/0,01	42			●								

Figure 11: Tabella codici di prova sul lato del durometro

1. Poggiare il provino sul piano di supporto della macchina
2. Ruotare il volantino portando in adesione il provino con l'elemento di contatto del durometro

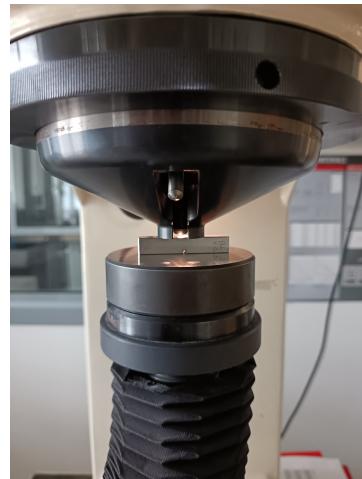


Figure 12: Provino a contatto

- ↓
1. Premere il tasto — che avvia il ciclo di misura

↑

 2. Attendere la fine della prova, quindi che compaia l'immagine dell'impronta sullo schermo, annotare la stima fornita dalla macchina.
 3. Azzerare la posizione del regolo portando a contatto i due corsi del calibro, premere il

tasto f (solo per prima misura dopo accensione)



Figure 13: Azzeramento del regolo

4. Allineare la linea presente su uno dei due corsoi con una delle diagonali dell'impronta, in modo da fissare l'orientamento corretto per la misurazione

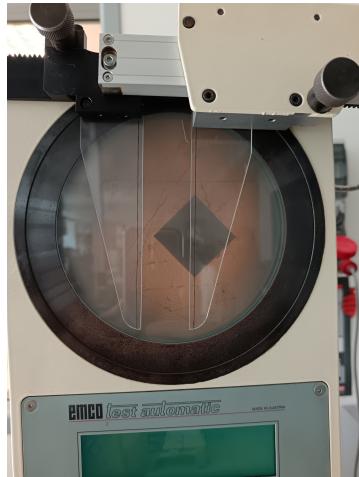


Figure 14: Orientamento regolo

5. Mantendendo l'orientamento ottenuto al punto precedente regolare attraverso i due pomelli presenti sul calibro la posizione dei due corsoi, in modo che le linee presenti sugli stessi combacino con i vertici della diagonale opposta a quella usata da riferimento al punto 4. Confermare con il tasto f.
6. Ripetere i punti 4,5 per l'altra diagonale

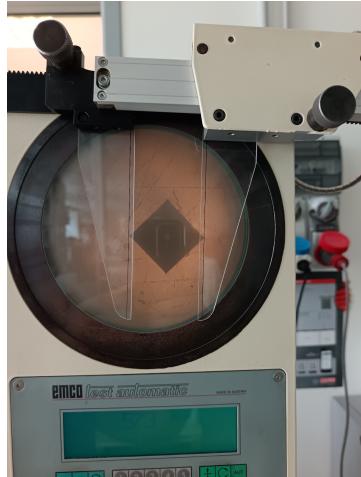


Figure 15: Misura della diagonale

7. Annotare la misura che compare a display
8. Premere il tasto f

Per le misure che prevedono di usare due volte la stessa diagonale (quella chiaramente visibile dell'indentatore rotto) rilevare due volte la stessa diagonale (dopo aver effettuato i passi 4. e 5 premere nuovamente il tasto f senza cambiare la posizione dei corsori)

In quanto le istruzioni sopra riportate sono una sintesi valida per le operazioni richieste nella presente attività per eventuali dubbi si faccia riferimento al responsabile di laboratorio.

Elaborazione dei dati

Analisi differenze indentatore rotto/indentore integro

Si importano i dati raccolti in laboratorio per le misure riguardanti il ttest (df_a)

```
df_a$stima_OK=c(591,205,209,262,318,578,206,156,624,581)
df_a$HV30_NOK = c(676,259,259,306,352,660,244,164,659,625)
df_a$HV30_OK=c(662,242,262,302,330,641,244,165,668,651)
df_a$stima_NOK = c(612,212,217,307,339,629,216,157,615,596)
df_a$HV30_dd=c(648,256,253,297,351,652,247,166,659,635)
df_a$stima_dd=c(612,219,218,297,337,621,218,157,618,596)

kable(df_a)
```

material	HV30_OK	HV30_NOK	stima_OK	stima_NOK	HV30_dd	stima_dd
1	662	676	591	612	648	612
2	242	259	205	212	256	219
3	262	259	209	217	253	218
4	302	306	262	307	297	297
5	330	352	318	339	351	337
6	641	660	578	629	652	621
7	244	244	206	216	247	218
8	165	164	156	157	166	157
9	668	659	624	615	659	618
10	651	625	581	596	635	596

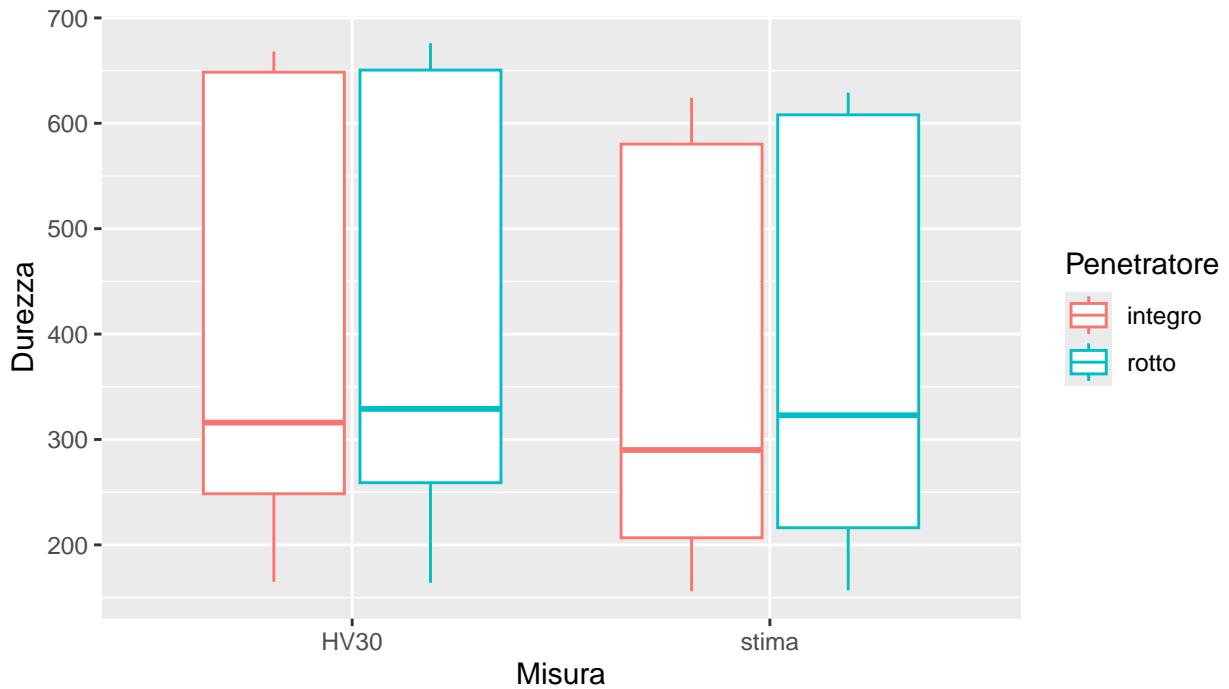
Si considerano dapprima solo le misure raccolte usando le due diagonali diverse (le prime 4 colonne della tabella `df_a`). Si converte altresì la tabella in formato tidy, più maneggevole, riordinandola in modo da avere tutte le misure in un'unica colonna `durezza`:

```
dfv <- df_a %>%
  select(material:stima_NOK) %>%
  pivot_longer(-material,
    names_sep = "_",
    names_to = c("misura", "ok"),
    values_to = "durezza") %>%
  mutate(ok = ifelse(ok == "OK", "integro", "rotto"))
dfv %>% head() %>% kable()
```

material	misura	ok	durezza
1	HV30	integro	662
1	HV30	rotto	676
1	stima	integro	591
1	stima	rotto	612
2	HV30	integro	242
2	HV30	rotto	259

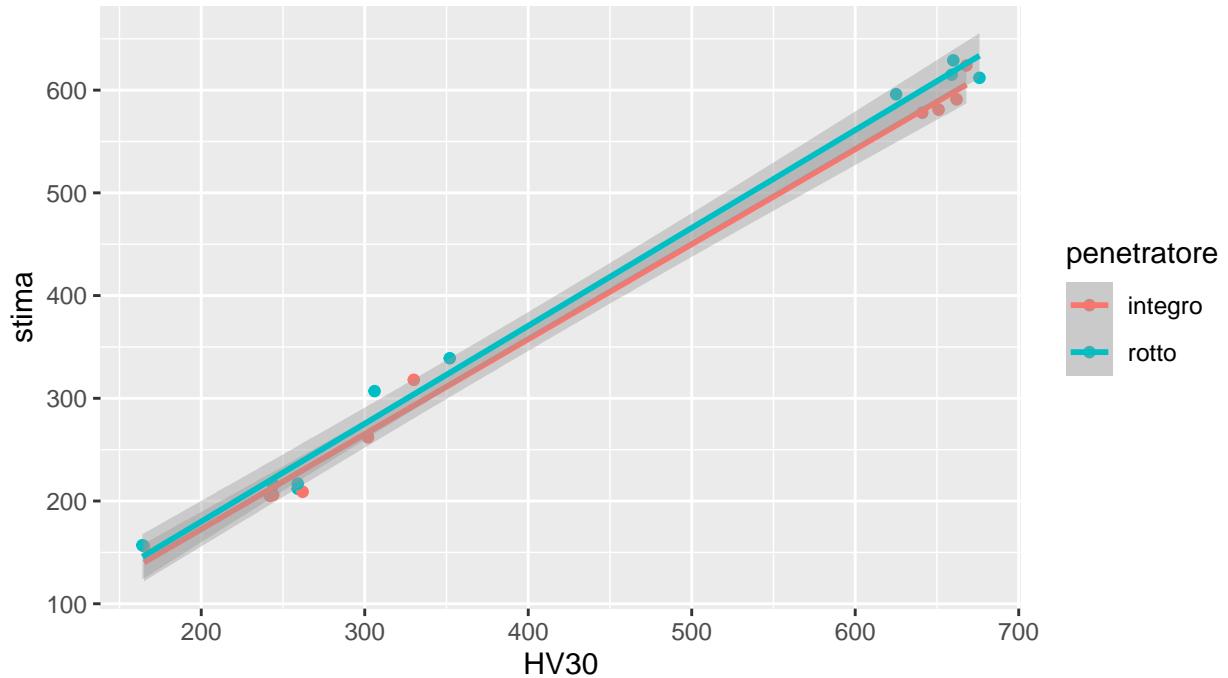
Si confrontano tutti i dati con un boxplot: non si evidenzia nessuna differenza significativa, perché la variabilità del materiale **maschera** le variabilità delle misure.

```
dfv %>%
  ggplot(aes(x = misura, y = durezza, color = ok)) +
  geom_boxplot() +
  labs(x = "Misura", y = "Durezza", color = "Penetratore")
```



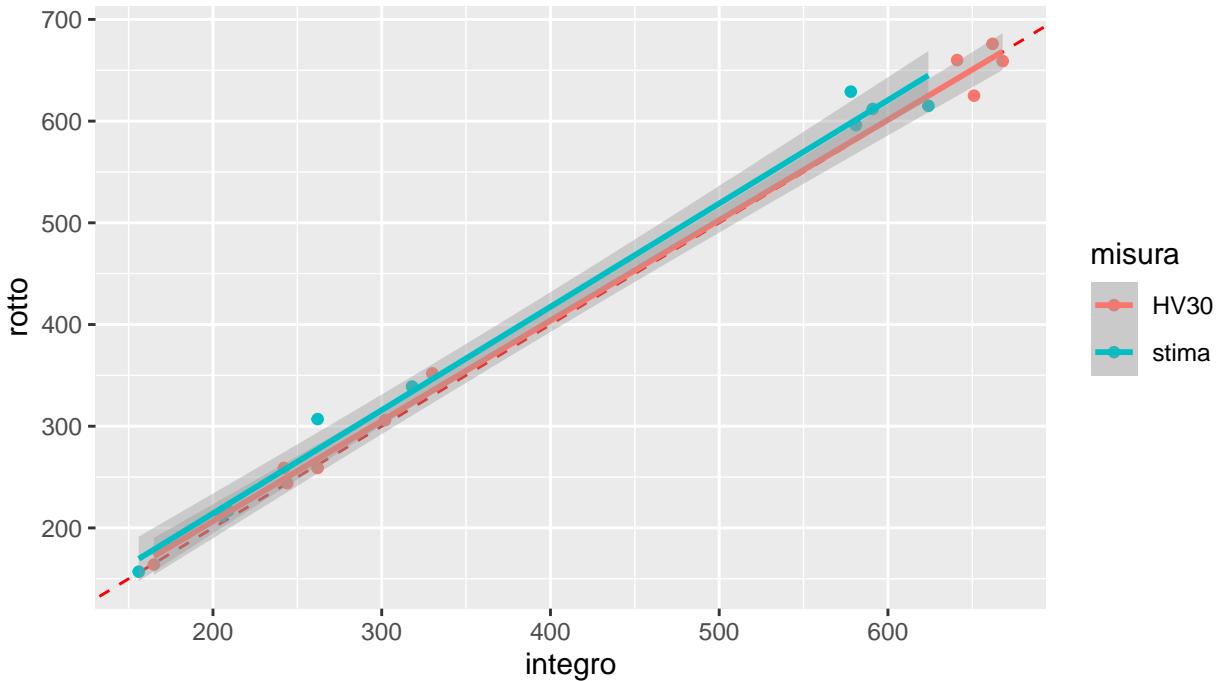
Si osserva la relazione tra stima e durezza, separatamente per penetratore: sembrano essere differenti sia l'intercetta che la pendenza.

```
dfv %>%
  pivot_wider(names_from = misura, values_from = durezza) %>%
  ggplot(aes(x=HV30, y=stima, color=ok)) +
  geom_point() +
  geom_smooth(method="lm", formula=y~x) +
  labs(color="penetratore")
```



Si osserva invece la relazione tra le misure fatte con indentatore rotto e indentatore integro: se non ci fosse differenza sarebbero allineate sulla retta diagonale con equazione $y = x$. Si osserva che i punti corrispondenti al HV30 effettivamente hanno una regressione che corrisponde alla diagonale, mentre per i punti corrispondenti alla stima la regressione è al di sopra della diagonale e i punti sono consistentemente al di sopra di essa, cioè la stima dà una durezza maggiore per l'indentatore rotto che per quello integro.

```
dfv %>%
  pivot_wider(names_from = ok, values_from = durezza) %>%
  ggplot(aes(x=integro, y=rotto, color=misura)) +
  geom_abline(slope=1, intercept=0, color="red", lty=2) +
  geom_point() +
  geom_smooth(method="lm", formula=y~x)
```



Discussione risultati

Si effettuano i T-test per HV30 e per stima, in un colpo solo: prima si separano su due colonne le misure per penetratori integri e rotti, poi si spezza la tabella in due con split, e infine si applica la funzione t.test a ciascun sottosinsieme mediante reduce, usando tidy per trasformare il risultato di ciascun test in una tibble:

```
dfv %>% pivot_wider(names_from = ok, values_from = durezza) %>%
  split(~misura) %>%
  reduce2(., names(.), \(acc, d, n) {
    t <- t.test(d$integro, d$rotto, paired = T)
    bind_rows(acc, tidy(t) %>% mutate(group=n, .before=1))
  }, .init=tibble())
} %>%
  relocate(p.value, .after=-1) %>%
  mutate(
    significant = p.value < 0.05,
    across(c(statistic, conf.low, conf.high, p.value), ~round(., 3))) %>%
  select(-method, -alternative) %>%
  kable()
```

group	estimate	statistic	parameter	conf.low	conf.high	p.value	significant
HV30	-3.7	-0.790	9	-14.300	6.900	0.450	FALSE
stima	-17.0	-2.879	9	-30.358	-3.642	0.018	TRUE

Il risultato ottenuto suggerisce di accettare l'ipotesi nulla per il gruppo HV30: non c'è differenza a livello statistico nell'utilizzare un penetratore o l'altro se per la diagonale mancante (a causa del danno), si estrapola visivamente la lunghezza.

Viceversa, per il gruppo stima l'ipotesi nulla viene rifiutata con una probabilità di errore molto bassa: il penetratore danneggiato produce misure significativamente più alte rispetto a quello integro, perché in questo caso il sistema di calcolo è basato sulla misura della penetrazione e non sulla lunghezza della diagonale, e la prima evidentemente risente del danno.

i Conclusione

In altre parole, il danno al penetratore viene compensato dalla capacità dell'operatore di estrapolare dal contesto la posizione del vertice mancante nell'impronta. Questa compensazione è però soggettiva e dipende dall'esperienza e capacità dell'operatore.

Viceversa, la misura basata sulla penetrazione è completamente oggettiva e risente quindi della integrità del penetratore: tanto più la geometria reale si discosta dalla geometria nominale per la quale è nota la relazione tra altezza della piramide e area della base, tanto più la misura è errata.

Avendo a disposizione anche le misure raccolte con doppia diagonale, ci si chiede se, utilizzando un indentatore danneggiato, sia preferibile usare due volte la stessa diagonale oppure estrapolare la posizione del vertice danneggiato.

Per rispondere a questa domanda, si effettua un test tra le misure ottenute con doppia diagonale e quelle ottenute con indentatore integro.

Se il *p*-value di questo test risulta maggiore rispetto a quello del confronto tra le misure con indentatore danneggiato e quelle reali, allora è preferibile utilizzare due volte la stessa diagonale.

```
t.test(df_a$HV30_OK,df_a$HV30_dd,paired = T)%>%tidy()%>%kable()
```

estimate	statistic	p.value	parameter	conf.low	conf.high	method	alternative
0.3	0.0758987	0.9411601	9	-	9.241484	Paired t-test	two.sided

Conclusione

Quindi, se si ha a disposizione solo l'indentatore danneggiato, è preferibile utilizzare due volte la stessa diagonale. Ovviamente, questa conclusione è valida solo per l'indentatore e per il campo di applicazione specifico considerato.

Analisi per taratura

Si importano i dati raccolti in laboratorio per le misure riguardanti la taratura (`df_b`)

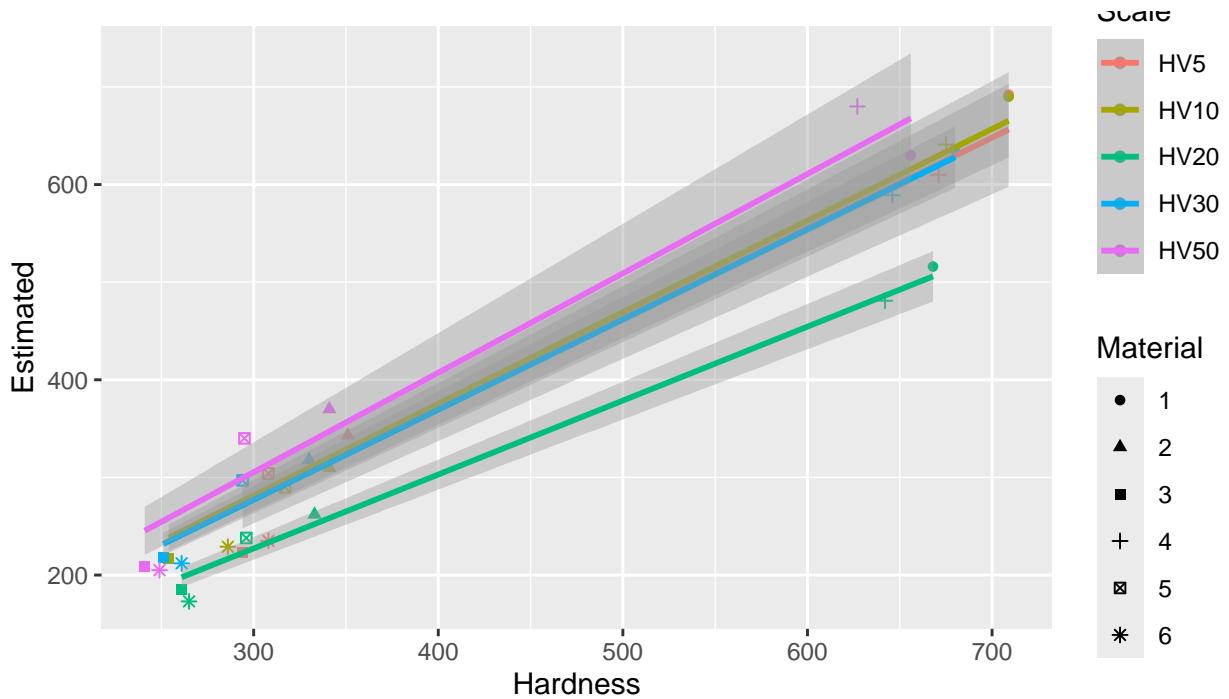
```
df_b<-df_b%>%
  arrange(StdOrder) %>%
  mutate(Load = str_extract(Scale, "HV(\d+)", group=1) %>% as.numeric(), .after=Scale) %>%
  mutate(
    Estimated=c(692,690,516,634,630,343,310,262,318,370,223,217,185,218,209,
               610,641,481,589,680,304,290,238,297,340,235,229,173,212,205),
    Hardness=c(709,709,668,680,656,351,341,333,330,341,294,254,261,251,241,
              671,675,642,646,627,308,317,296,294,295,308,286,265,261,249)
  ) %>%
  mutate(Material=factor(Material))

kable(head(df_b))
```

StdOrder	RunOrder	Material	Scale	Load	Estimated	Hardness
1	14	1	HV5	5	692	709
2	27	1	HV10	10	690	709
3	2	1	HV20	20	516	668
4	5	1	HV30	30	634	680
5	18	1	HV50	50	630	656
6	22	2	HV5	5	343	351

Si visualizzano le regressioni dei modelli lineari effettuati separatamente per ogni scala. Si noti che è stata scelta intercetta nulla e modello lineare in quanto quella cercata è una correlazione tra due entità che rappresentano la stessa grandezza.

```
df_b %>%
  ggplot(aes(x=Hardness, y=Estimated, group=Scale, color=Scale)) +
  geom_point(aes(shape=Material)) +
  geom_smooth(method="lm", formula=y~x-1)
```



Si effettua una ANOVA per verificare se la scala effettivamente sia un fattore che incide sul modello da regredire.

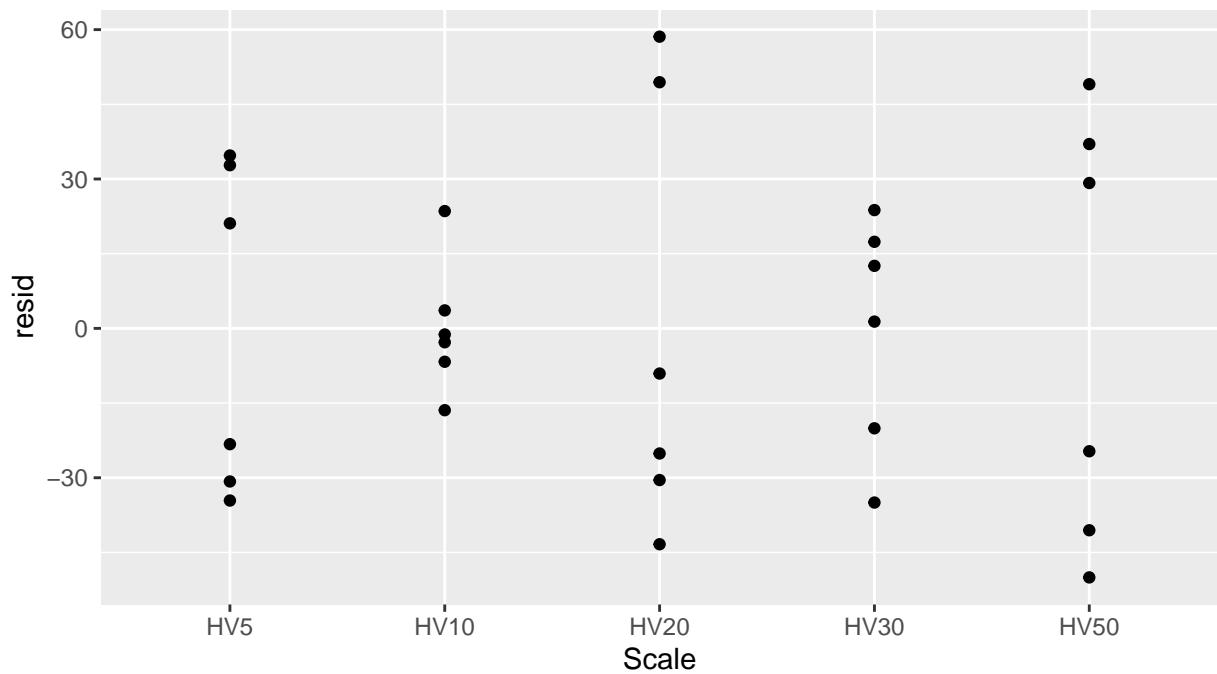
```
df_b.lm <- lm(Hardness~Estimated + Scale, data = df_b)

anova(df_b.lm) %>% tidy() %>% kable()
```

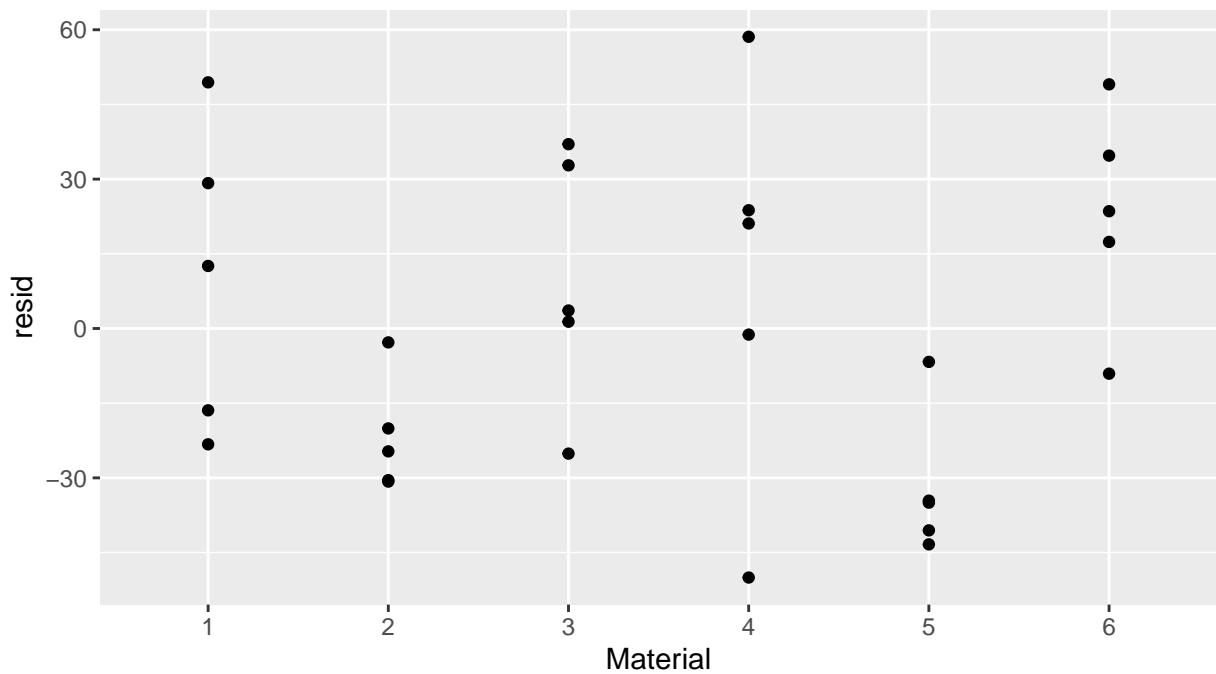
term	df	sumsq	meansq	statistic	p.value
Estimated	1	902412.55	902412.549	780.942643	0.0000000
Scale	4	34179.39	8544.848	7.394663	0.0004976
Residuals	24	27733.02	1155.543	NA	NA

Si verifica che i residui non abbiano pattern in funzione del Run Order e in funzione dei fattori

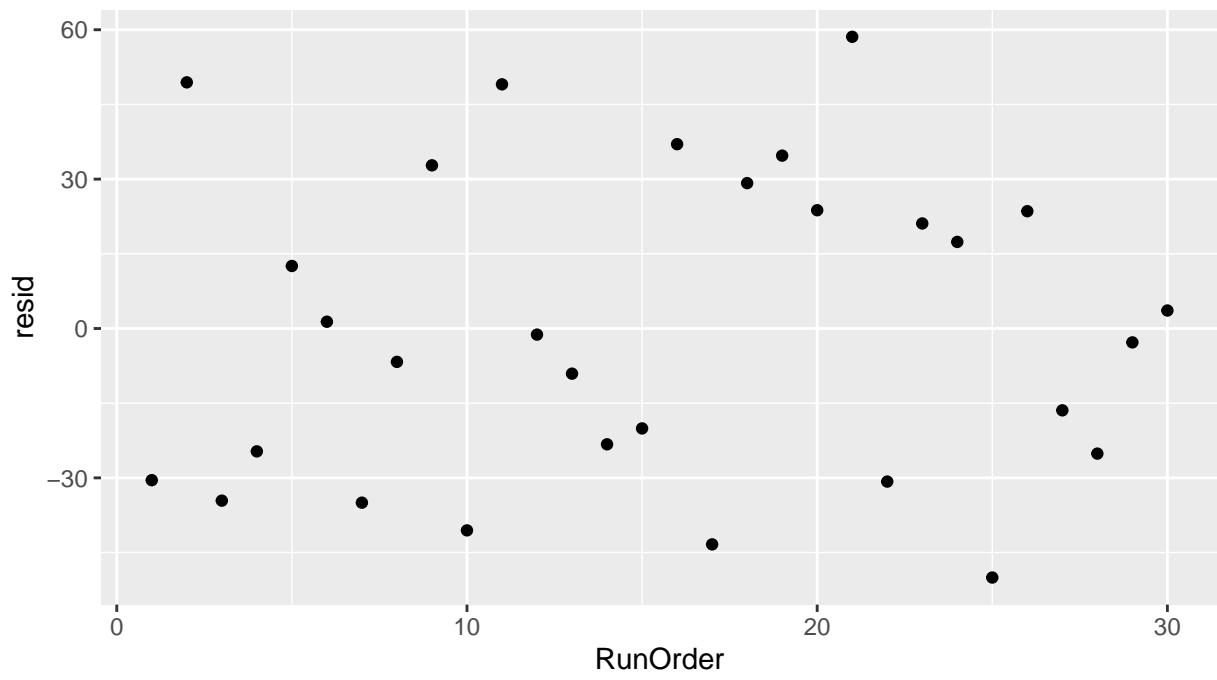
```
df_b %>%
  add_residuals(df_b.lm) %>%
  ggplot(aes(x=Scale, y=resid)) +
  geom_point()
```



```
df_b %>%
  add_residuals(df_b.lm) %>%
  ggplot(aes(x=Material, y=resid)) +
  geom_point()
```

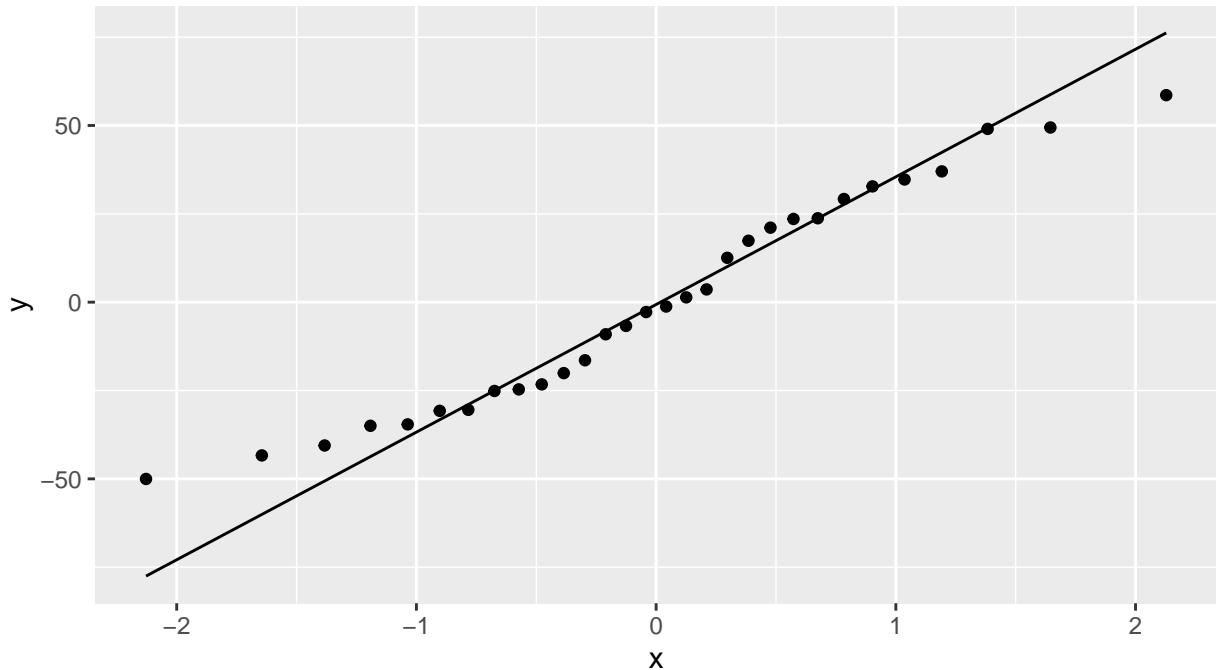


```
df_b %>%
  add_residuals(df_b.lm) %>%
  ggplot(aes(x=RunOrder, y=resid)) +
  geom_point()
```



Si verifica che i residui abbiano distribuzione normale:

```
df_b %>%
  add_residuals(df_b.lm) %>%
  ggplot(aes(sample=resid)) +
  geom_qq() +
  geom_qq_line()
```



```
df_b %>%
  add_residuals(df_b.lm) %>%
  pull(resid) %>%
  shapiro.test()
```

Shapiro-Wilk normality test

```
data: .
W = 0.95792, p-value = 0.2738
```

La anova appena condotta risulta quindi valida e suggerisce di effettuare una regressione distinta per ogni scala ricavando per ognuna il valore della pendenza:

```
df_b %>%
  group_by(Scale) %>%
  summarise(slope = lm(Hardness~Estimated - 1) %>% coefficients())%>%
  kable()
```

Scale	slope
HV5	1.073691

Scale	slope
HV10	1.062934
HV20	1.317666
HV30	1.080766
HV50	0.974963

Per ogni scala di durezza si riportano i valori della pendenza, i valori dell'intervallo di confidenza al 95% sul valore della pendenza e il range massimo dei residui (che risulta abbastanza importante).

```
df_b %>%
  split(~Scale) %>%
  map_dfr(~{
    d.lm <- lm(Hardness ~ Estimated - 1, data = .x)
    tibble(
      Scale = unique(.x$Scale),
      Slope = coef(d.lm),
      Residual_min = min(residuals(d.lm)),
      Residual_max = max(residuals(d.lm)),
      CI_low = confint(d.lm)[1, 1],
      CI_high = confint(d.lm)[1, 2]
    )
  })%>%
  kable()
```

Scale	Slope	Residual_min	Residual_max	CI_low	CI_high
HV5	1.073691	-33.99390	55.68271	0.9777060	1.169675
HV10	1.062934	-24.42458	42.58807	1.0026906	1.123178
HV20	1.317666	-17.60441	37.04385	1.2506058	1.384725
HV30	1.080766	-26.98758	31.87755	1.0266411	1.134891
HV50	0.974963	-36.48741	49.13259	0.8777659	1.072160

Va verificata l'assenza di pattern per i residui e la normalità degli stessi.

```
# Modelli per ciascuna scala
df_models <- df_b %>%
  group_split(Scale) %>%
  set_names(map_chr(., ~ unique(.x$Scale))) %>%
  map(~ {
```

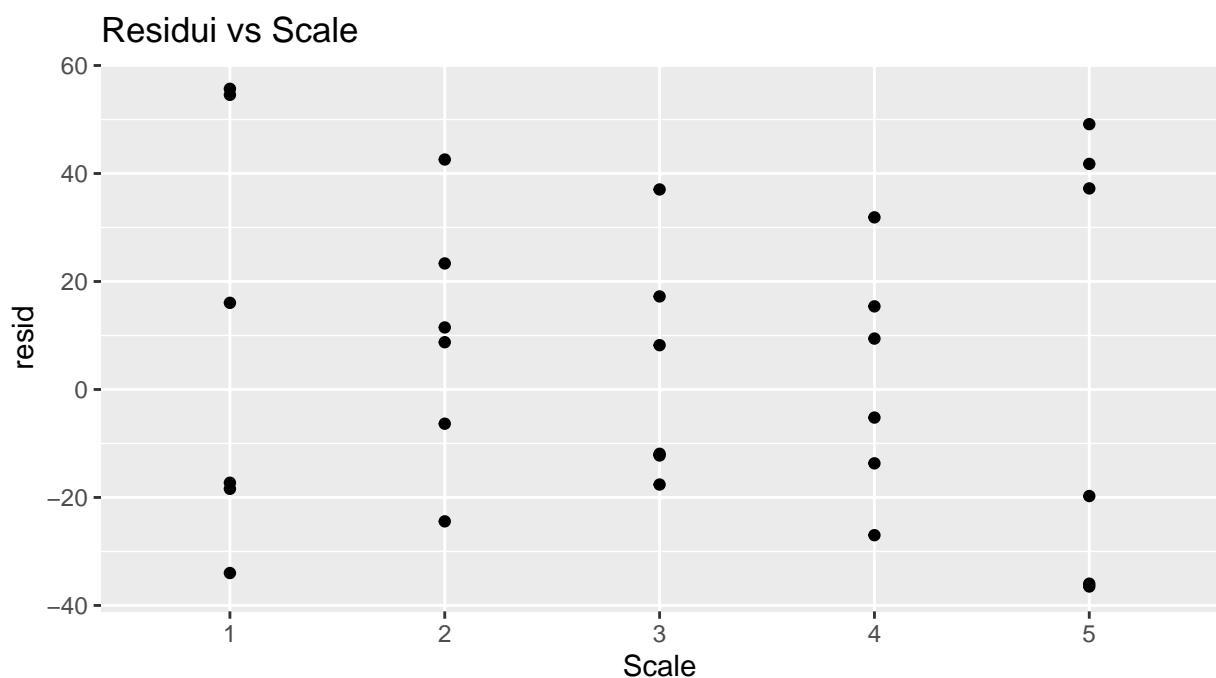
```

mod <- lm(Hardness ~ Estimated - 1, data = .x)
.x %>%
  add_residuals(mod) %>%
  mutate(model = list(mod))
}

# Unione in unico dataframe
df_resid <- bind_rows(df_models, .id = "Scale")

#Residui vs Scale
ggplot(df_resid, aes(x = Scale, y = resid)) +
  geom_point() +
  labs(title = "Residui vs Scale")

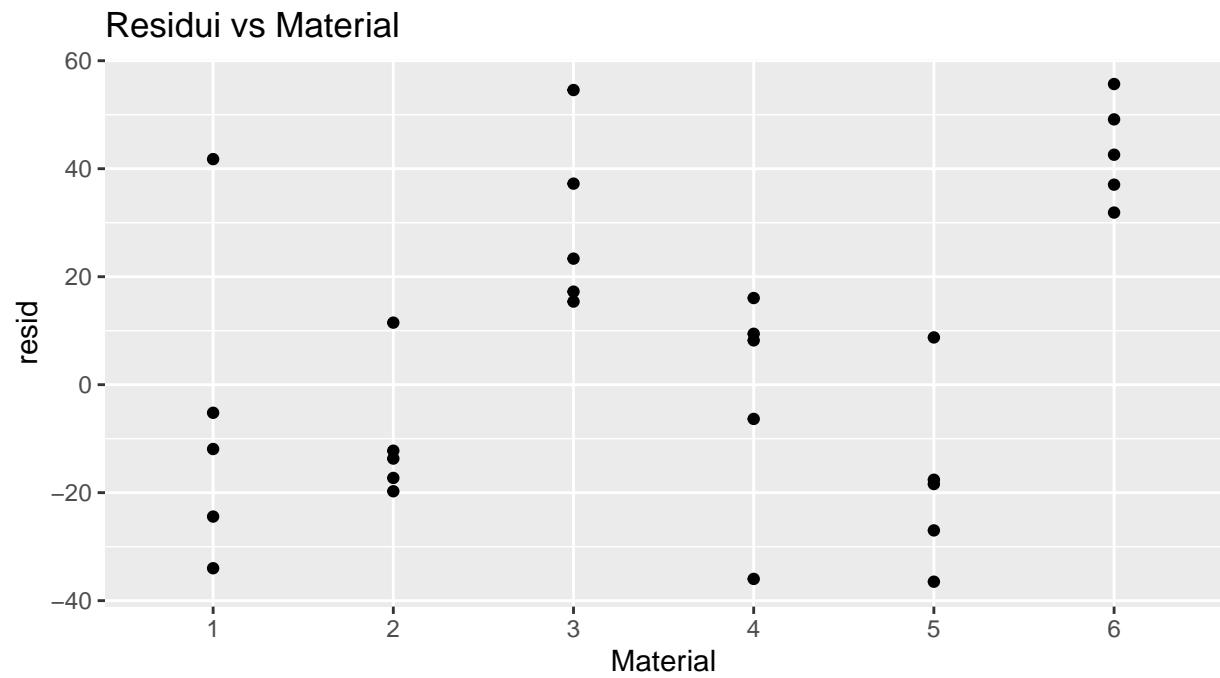
```



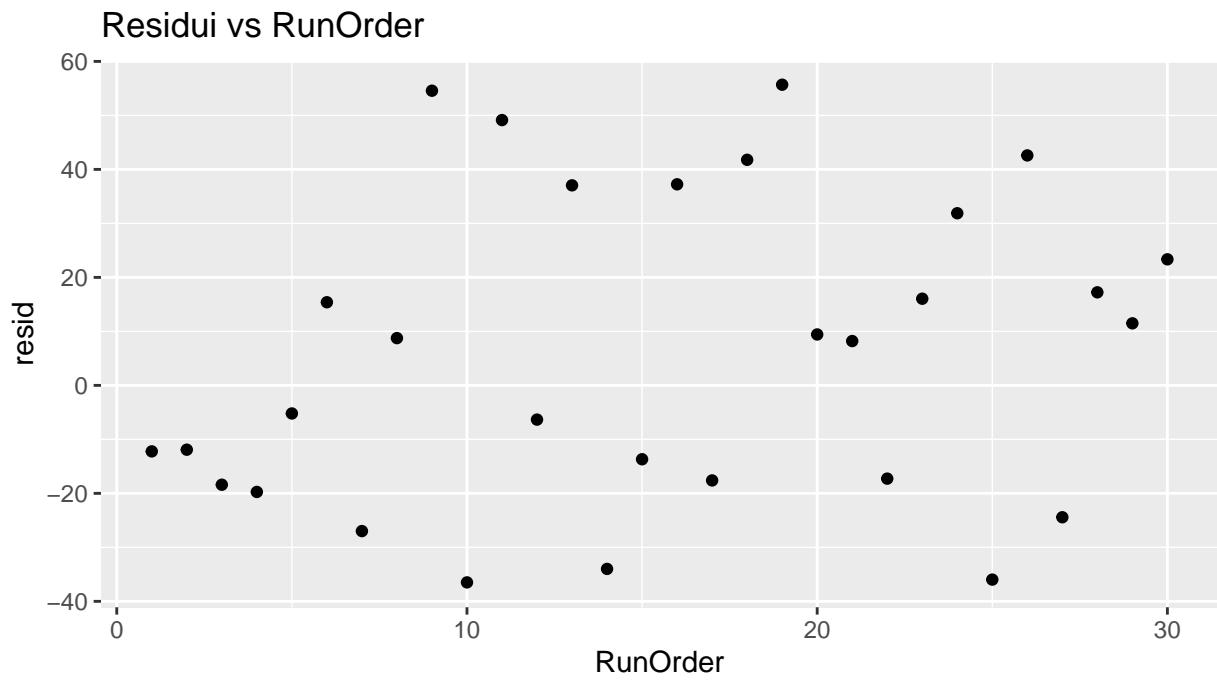
```

#Residui vs Material
ggplot(df_resid, aes(x = Material, y = resid)) +
  geom_point() +
  labs(title = "Residui vs Material")

```

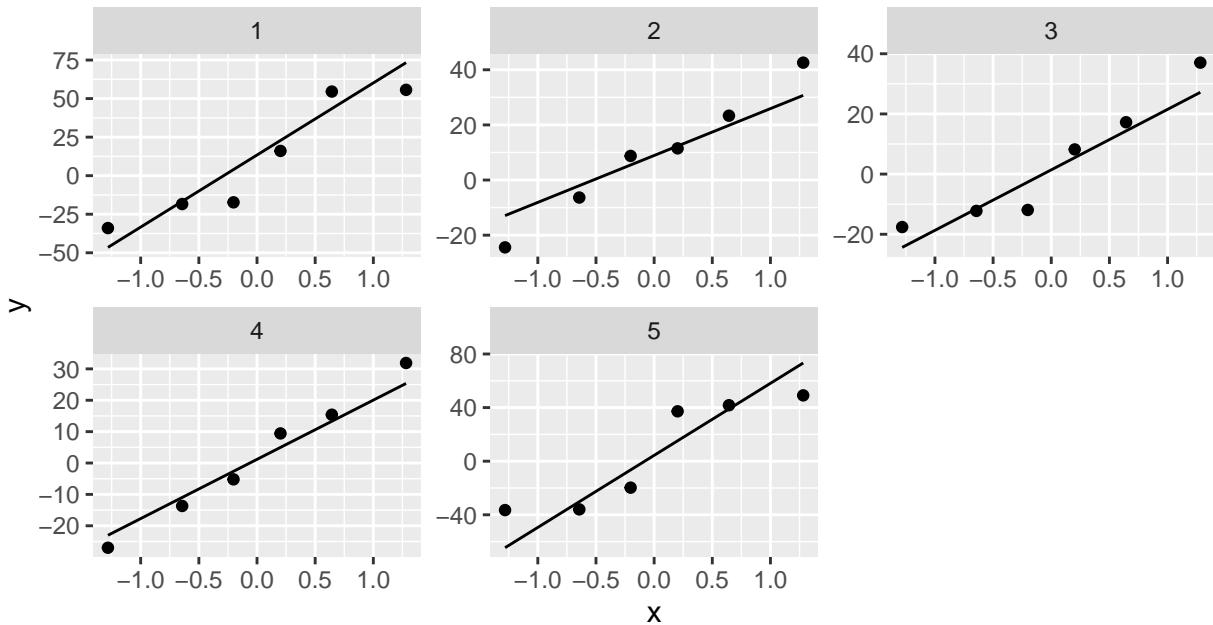


```
#Residui vs RunOrder
ggplot(df_resid, aes(x = RunOrder, y = resid)) +
  geom_point() +
  labs(title = "Residui vs RunOrder")
```



```
# QQ-plot per ogni scala
ggplot(df_resid, aes(sample = resid)) +
  geom_qq() +
  geom_qq_line() +
  facet_wrap(~ Scale, scales = "free") +
  labs(title = "QQ-plot dei residui per scala")
```

QQ-plot dei residui per scala



```
# Shapiro-Wilk per ogni scala
df_shapiro <- df_resid %>%
  group_by(Scale) %>%
  summarise(
    p_value = shapiro.test(resid)$p.value,
    W = shapiro.test(resid)$statistic
  )

print(df_shapiro)%>%kable()
```

```
# A tibble: 5 x 3
  Scale p_value     W
  <chr>   <dbl> <dbl>
1 1       0.210  0.866
2 2       0.992  0.991
3 3       0.379  0.901
4 4       0.983  0.988
5 5       0.0636 0.804
```

Scale	p_value	W
1	0.2098494	0.8657677
2	0.9921061	0.9913004
3	0.3787054	0.9008042
4	0.9830883	0.9877855
5	0.0636429	0.8038556