

Esempio: misura durezza

Tommaso Stefani

2025-02-05

In questo esperimento si conducono delle misure di durezza superficiale su diversi campioni metallici, dopo opportuna preparazione superficiale

Table of contents

Descrizione dell'attività	1
Richiami teorici	2
La durezza	2
Test di student accoppiato	6
Descrizione attrezzature	6
Descrizione delle modalità operative dell'esperimento	6
Progettazione della campagna di misure	7
Raccolta dei dati	7
Analisi e discussione	11

Descrizione dell'attività

La presente attività ha lo scopo di simulare l'attività di misurazione e la relativa indagine statistica che si potrebbe applicare in un contesto industriale nel quale si abbia il dubbio che un generico strumento di misura sia danneggiato.

Il contesto che si prende come esempio è quello di una situazione in cui nel reparto qualità di un'azienda che produce componenti meccanici vengano rilevati valori di durezza difforni rispetto allo storico per uno specifico articolo.

Si potrebbe ragionevolmente ipotizzare che tali valori siano dovuti al fatto che il penetratore utilizzato nelle prove di durezza sia danneggiato. Per inferire circa la probabilità di errore nell'assumere vera tale ipotesi è necessario eseguire un Test statistico.

Il Test che più si presta ad essere applicato a tale situazione (come verrà illustrato nel paragrafo.....) è il *Test di Student accoppiato*.

La presente attività, quindi, con il presupposto di simulare tale contesto si compone delle seguenti fasi:

1. pianificazione della campagna di misure di durezza
2. realizzazione delle misure in laboratorio (contesto metallurgico)
3. Analisi statistica e discussione dei risultati ottenuti

In particolare si misureranno le durezza Vickers di un certo numero di campioni di acciaio (la composizione e i trattamenti subiti dagli stessi non sono noti proprio per evidenziare la peculiarità del test adottato) utilizzando prima un'incisore integro e poi uno danneggiato. Una volta concluse e analizzate le misure ottenute si potrà stabilire con un certo valore di probabilità di errore se le anomalie riscontrate nelle misurazioni siano dovute o meno al penetratore sospettato di essere danneggiato.

Richiami teorici

La 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.

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 3 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 certi ambiti.

Scala Mohs

La scala di 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 di lui.

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, 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 basato sulla **misura della profondità residua** di penetrazione dopo l'applicazione di carichi normalizzati. È molto diffusa per la sua rapidità e semplicità.

La procedura prevede 3 fasi:

- preparazione dei campioni
- Applicazione di un **precarico** (10 kgf) 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 è calcolato mediante la formula:

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

dove: - HR è il valore di durezza, - h è la profondità residua dell'impronta (in 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:

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

Le diverse scale Rockwell si distinguono principalmente per: - tipo di **penetratore** (cono in diamante o sfera di diverse dimensioni), - **carico totale** (da 60 a 150 kgf),

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 ottico che misura la durezza di un materiale valutando la resistenza all'indentazione 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 durezza.

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

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

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

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 ottico per la determinazione della durezza dei materiali metallici, 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 e 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. Ad esempio, la sigla **HV5** indica una prova eseguita con un carico di 5 kgf, **HV10** con 10 kgf, e così via. 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.

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.

Test di student accoppiato

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:

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

Se definisco $d_j = y_{1j} - y_{2j}$, ricordando le proprietà dell'operatore $E(\cdot)$, risulta $\mu_d = \mu_1 - \mu_2$. Quindi posso riformulare una coppia di ipotesi equivalenti:

$$H_0 : \quad \mu_d = 0 \quad (1)$$

$$H_1 : \quad \mu_d \neq 0 \quad (2)$$

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

Descrizione attrezzature

Le attrezzature e i materiali necessari per eseguire l'esperimento sono:

- 10 campioni di acciai di varia composizione (non nota)
- carta abrasiva
- etanolo
- carta assorbente
- Durometro Vickers
- penetratore Vickers danneggiato
- penetratore Vickers integro
- 10 campioni di acciaio di composizione non nota

Descrizione delle modalità operative dell'esperimento

L'esperimento si articola nelle seguenti fasi:

1. Preparazione del campione: il campione deve essere accuratamente lucidato per ottenere una superficie liscia e priva di ossidazioni o impurità. In seguito si pulisce con etanolo per rimuovere polveri o residui.

2. Configurazione del durometro: si installa sul durometro il penetratore Vickers integro e si impostano i parametri della prova HV 30 come da normativa UNI EN ISO 6507-1 (**sono già impostati basta richiamare la memoria).
3. Esecuzione delle 10 misurazioni relative ai 10 campioni
4. Cambio del penetratore: si rimuove il penetratore integro e si installa quello danneggiato.
5. Esecuzione delle 10 misurazioni relative ai 10 campioni

Progettazione della campagna di misure

Raccolta dei dati

```
df <- tibble(
  HV30_OK=c(679, 673, 635, 273, 275, 279, 164, 658, 682, 294),
  HV30_NOK=c(667, 660, 647, 267, 271, 284, 163, 645, 653, 303),
  stima_OK = c(502, 551, 555, 200, 139, 208, 151, 585, 604, 262),
  stima_NOK = c(592, 588, 584, 217, 223, 222, 157, 611, 616, 263)
) %>%
  mutate(sample = 1:n(), .before = 1)

df %>% kable()
```

sample	HV30_OK	HV30_NOK	stima_OK	stima_NOK
1	679	667	502	592
2	673	660	551	588
3	635	647	555	584
4	273	267	200	217
5	275	271	139	223
6	279	284	208	222
7	164	163	151	157
8	658	645	585	611
9	682	653	604	616
10	294	303	262	263

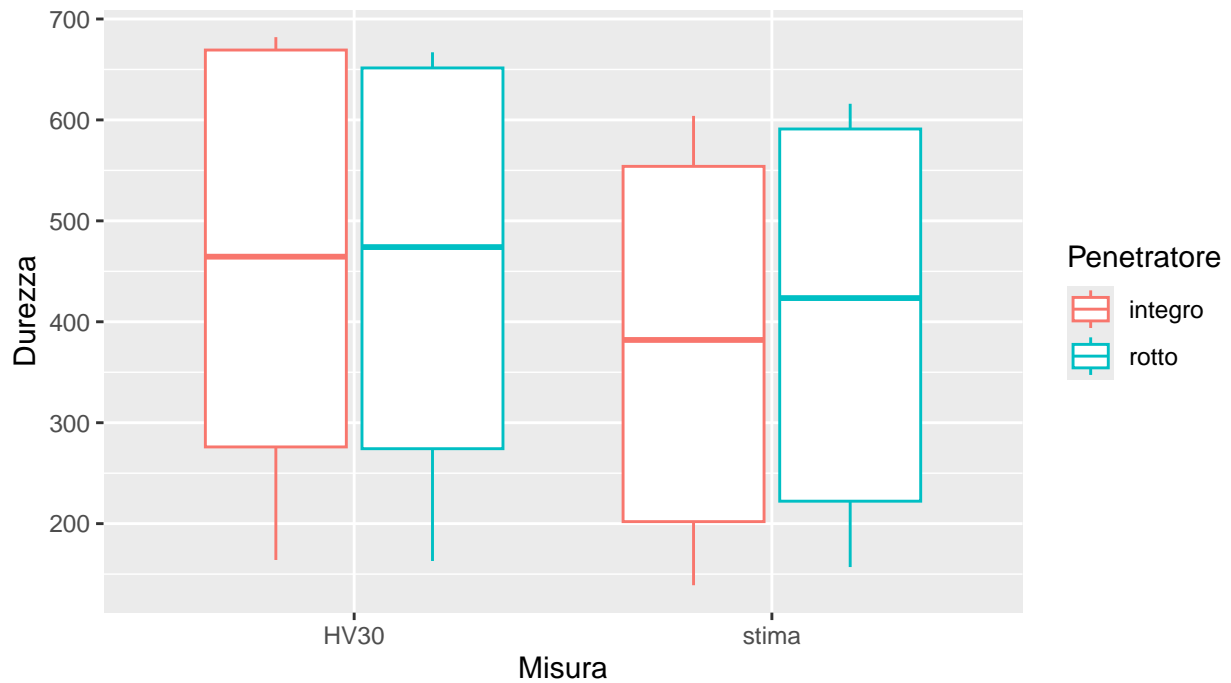
Converto la tabella in formato tidy, più maneggevole, riordinandola in modo da avere tutte le misure in un'unica colonna **durezza**:

```
dfv <- df %>%
  pivot_longer(-sample,
               names_sep="_",
               names_to = c("misura","ok"),
               values_to="durezza") %>%
  mutate(ok=ifelse(ok=="OK","integro","rotto"))
dfv %>% head() %>% kable()
```

sample	misura	ok	durezza
1	HV30	integro	679
1	HV30	rotto	667
1	stima	integro	502
1	stima	rotto	592
2	HV30	integro	673
2	HV30	rotto	660

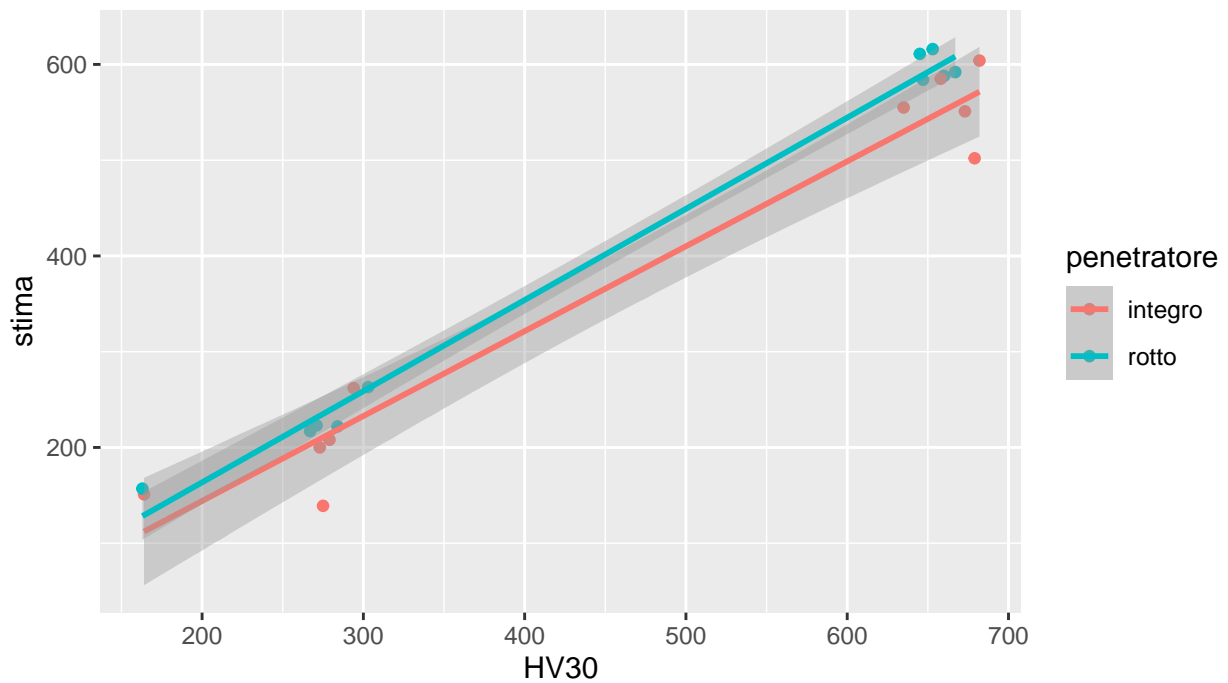
Confrontiamo tutti i dati: non si evidenzia nessuna differenza significativa, perché la variabilità del materiale **maschera** le variabilità delle misure.

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

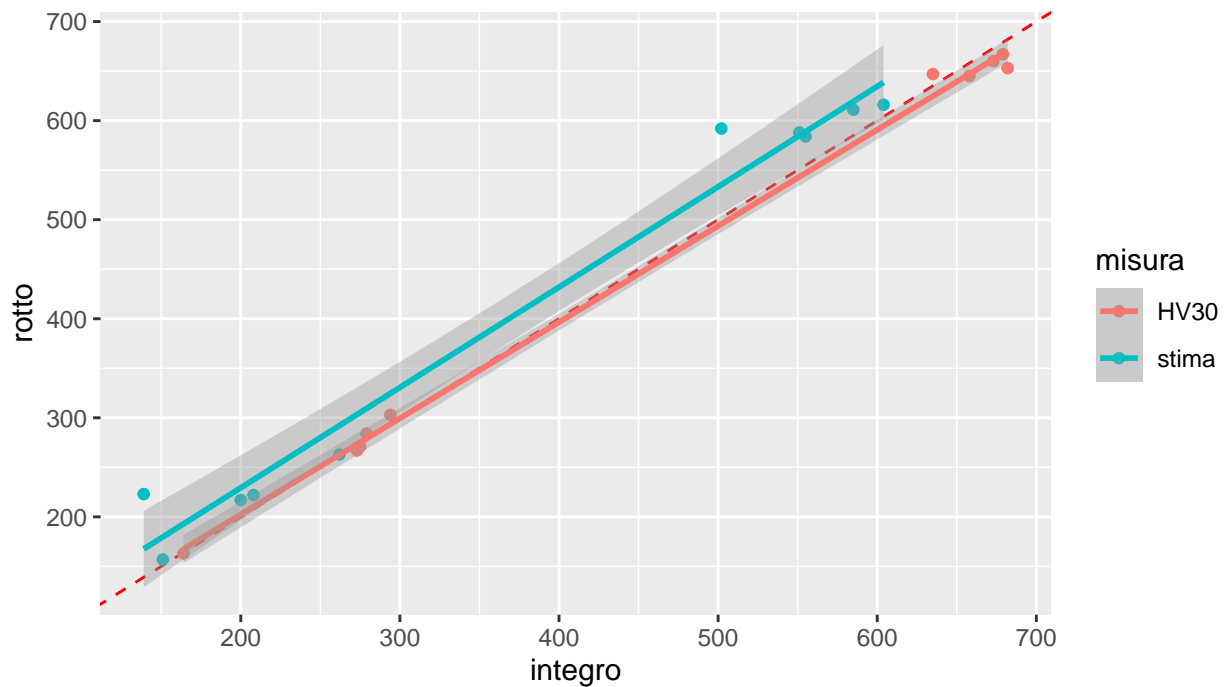
Osserviamo la relazione tra stima e durezza, separatamente per penetratore: sembrano essere differenti sia l'intercetta che la pendenza.

```
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")
```



Osserviamo invece la relazione tra le misure fatte con indentatore rotto e indentatore integro: se non ci fosse differenza sarebbero allineate sulla rettdiagonale 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 significativamente 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)
```



Analisi e discussione

Effettuo i T-test per HV30 e per stima, in un colpo solo: prima separo su due colonne le misure per penetratori integri e rotti, poi spezzo la tabella in due con `split`, e infine applico la funzione `t.test` a ciascun sottoinsieme 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	5.2	1.34	9	-3.579	13.979	0.213	FALSE
stima	-31.6	-3.21	9	-53.870	-9.330	0.011	TRUE

Il risultato ottenuto suggerisce di accettare l'ipotesi nulla: non c'è differenza a livello statistico nell'utilizzare un penetratore o l'altro.

Questo fatto può parere inaspettato, in quanto il penetratore si sa essere danneggiato. Tuttavia sta ad indicare proprio che nonostante esso sia danneggiato *nel campo di applicazione nel quale si sono svolte le misure* questo fatto non è statisticamente rilevante.