# ATTI ACCADEMIA NAZIONALE DEI LINCEI

CLASSE SCIENZE FISICHE MATEMATICHE NATURALI

# Rendiconti

MARCO FRANZINI, MIRELLA TROYSI

# L'effetto del ritiro elastico dell'impronta nelle misure di microdurezza Vickers e Knoop. II. Discussione e interpretazione dei dati

Atti della Accademia Nazionale dei Lincei. Classe di Scienze Fisiche, Matematiche e Naturali. Rendiconti, Serie 8, Vol. **66** (1979), n.5, p. 417–422. Accademia Nazionale dei Lincei

<http://www.bdim.eu/item?id=RLINA\_1979\_8\_66\_5\_417\_0>

L'utilizzo e la stampa di questo documento digitale è consentito liberamente per motivi di ricerca e studio. Non è consentito l'utilizzo dello stesso per motivi commerciali. Tutte le copie di questo documento devono riportare questo avvertimento.

Articolo digitalizzato nel quadro del programma bdim (Biblioteca Digitale Italiana di Matematica) SIMAI & UMI http://www.bdim.eu/

Atti della Accademia Nazionale dei Lincei. Classe di Scienze Fisiche, Matematiche e Naturali. Rendiconti, Accademia Nazionale dei Lincei, 1979.

Mineralogia. — L'effetto del ritiro elastico dell'impronta nelle misure di microdurezza Vickers e Knoop. II. Discussione e interpretazione dei dati. Nota di MARCO FRANZINI<sup>(\*)(\*\*)</sup> e MIRELLA TROYSI<sup>(\*)</sup>, presentata<sup>(\*\*\*)</sup> dal Socio G. CAROBBI.

SUMMARY. — The analysis of Knoop and Vickers micro-indentation numbers, measured on 11 specimens with seven different loads between 15 and 500 grams, shows that micro-hardness variation with load is related only to elastic recovery effects. Use of extrapolated Vickers and Knoop values (HVE and HKE), which allow direct comparison of the results given by the two indenters, is suggested.

#### . INTRODUZIONE

In questa Nota vengono analizzati i dati ottenuti misurando i valori di microdurezza Vickers e Knoop su undici diversi campioni. I dati sperimentali ed i particolari delle metodologie strumentali utilizzate sono riportati in M. Franzini e M. Troysi [1].

Scopo dell'analisi che verrà sviluppata qui di seguito è di provare sperimentalmente la validità dell'ipotesi che le variazioni di microdurezza in funzione del carico dipendano esclusivamente dal ritiro elastico dell'impronta [1]. Subordinatamente si vuole verificare la possibilità di confrontare i dati Vickers con quelli Knoop.

### 2. DISCUSSIONE DEI DATI

Riportando le misure di microdurezza Knoop (Tabella V in [1]), eseguite a diversi carichi su uno stesso materiale, in diagrammi del tipo descritto da M. Franzini e M. Troysi [2], si osserva che i valori di HK si allineano secondo rette a diversa pendenza.

Questo comportamento può essere spiegato assumendo che ogni impronta, dopo il sollevamento della punta di diamante, si ritiri di una quantità  $\sigma$  indipendente dal carico utilizzato nella prova. Si può, quindi, introdurre una quantità HKE, definita dalla (1), che è indipendente dal carico ed è interpretabile come durezza estrapolata a peso infinito:

(I) 
$$HKE = \frac{K \cdot p}{(I + \sigma)^2}.$$

(\*) Istituto di Mineralogia e Petrografia dell'Università di Pisa.

(\*\*) Centro di Geologia Strutturale e Dinamica dell'Appennino – C.N.R. – Pisa. (\*\*\*) Nella seduta del 21 aprile 1979.





Data una serie di valori  $l_i \in p_i$ , dalla (1) con i normali metodi di regressione possono essere calcolati i valori di  $\sigma$  e di HKE (Tabella I). Noto  $\sigma$  si possono ricalcolare i valori

$$\mathrm{HKC}_{i} = \frac{\mathrm{K} \cdot p_{i}}{(l_{i} + \sigma)^{2}}$$

che sono dati nelle Tabelle IV e V in [1].

(2)

Per completare l'analisi dei dati è stato calcolato, a partire dai valori  $HKC_i$ , anche il valore medio e la deviazione standard di HKC (Tabella I).

La stessa analisi, applicata ai dati di microdurezza Vickers, mette in evidenza che otto campioni seguono un comportamento analogo a quello riscontrato per i dati Knoop, mentre tre campioni (blenda, magnesio e stagno) mostrano un andamento assai diverso. In fig. 1 si osserva, infatti, che i dati misurati si dispongono secondo due allineamenti a pendenze nettamente diverse.

Nella Tabella I sono riportati valori ( $\sigma$ , HVE, HVC media e dev. stand.) calcolati per le misure Vickers analoghi a quelli calcolati per le misure Knoop. Per i campioni di blenda, magnesio e stagno sono dati i valori per l'insieme di tutte le misure e per i due allineamenti osservati in fig. I.

Diciotto delle ventuno serie di misure riportate da M. Franzini, M. Troysi [1] sembrano trovare logica spiegazione assumendo che, dopo l'innalzamento della punta di diamante, l'impronta si ritiri di una quantità  $\sigma$  indipendente dal carico. Ai fini di una valutazione dell'attendibilità di questa ipotesi, è stata sviluppata l'analisi degli effetti degli errori sperimentali di misura sui valori delle quantità derivate  $\sigma$ , HVE, HVC.

I dati sperimentali misurati,  $d \in l$ , sono affetti da errori sistematici e statistici. I controlli eseguiti sullo strumento, descritti nel paragrafo 3 in [I], consentono di ritenere che l'unico errore sistematico nella misura di d e/o l sia l'errore di puntamento dell'operatore; errore che è caratteristico di tutti i sistemi di misura che utilizzano oculari micrometrici. Tale errore, che per le caratteristiche dello strumento utilizzato è inferiore o uguale a 0.2  $\mu$ m (spessore apparente delle divisioni del micrometro oculare), è indipendente dal carico e, pertanto, ha influenza esclusivamente sul valore di  $\sigma$ . Dato che l'errore sistematico è relativamente piccolo, rispetto ai valori di  $\sigma$  calcolati, esso sarà d'ora in avanti trascurato.

L'insieme di misure effettuate, i valori medi delle quali sono riportati in [1], ha messo in evidenza che l'errore statistico dipende da caratteristiche intrinseche del materiale e dal tipo di piramide impiegata, mentre è indipendente dal carico. In Tabella I è dato, per ogni campione, il valore  $\varepsilon$  (espresso in  $\mu$ m) della deviazione standard – calcolata con i metodi usuali sull'insieme di tutte le misure (da un minimo di 25 a un massimo di 60) eseguite su ogni singolo campione –, del valore medio di d o l misurato per ogni peso.

27. - RENDICONTI 1979, vol. LXVI, fasc. 5.

419

# TABELLA I.

Grandezze	caratte	eristiche (prim	ea riga) e	e l	loro dev	riazior	ne standar	d (seconda	riga)
relativ	e alle	microdurezze	Vickers	e	Knoop	o dei	materiali	esaminati	•

VICKERS							KNOOP					
	N	£	ଚ	HVE	HVC media d.s.		N	٤	6	HKE	IKE media	
Acciaio 2	7	.100	.609 .078	554.51 3.62	553.6 4.13	2.56	7	.42	2.259 .33	555.10 5.49	553.18 6.25	4.47
Acciaio 1	7	.179	.350 .139	504.85 5.63	504.86 6.43	1.11	7	.5	2.648	513.88 5.83	512.85 6.64	4.05
Meteorite	7	.095	.833 .074	318.88 1.50	317.72 1.70	2.09	7	.615	1.86 .48	266.20 2.67	267.85 3.08	2.92
	7		2.315	174.27	172.71	3.73	7	1.47	7.64.	159.63 2.97	158.09 3.34	3.12
Blenda	4	.118	.525	208.11	208.00 2.71	.88						
	4		4.70 .217	160.64	160.63	.73	1					
Fluorite	7	.121	1.245 .094	169.08 .74	168.67	1.04	6	.70	8.17 .63	123.08 1.35	122.82 1.37	1.39
Ottone	7	.145	1.700 .113	148.86 .73	149.30 .84	.81	7	.62	5.24 .48	158.40 1.24	158.62 1.42	1.80
Alluminio	7	.153	.545 .119	110.02	110.20 .55	.68	6	.76	-1.04	119.87 1.41	119.66 1.43	.78
Rame	7	.102	033 .079	105.13 .30	105.36 .35	.92	6	.95	3.65	104.08 1.43	103.81 1.44	1.25
Galena	6	.098	1.159 .089	61.76 .19	61.71 .19	.17	5	.30	5.35 .32	59.89 .28	59.95 .26	.20
	7	}	7.23	39.26 .073	38.76 .082	1.10	4	1.50	.389	55.64 2.24	55.69 1.72	.40
Magnesio	5	.107	3.13 .114	46.71 .192	46.69 .174	.11						
	3	1	23.16 .333	31.01 .146	31.01 .095	.065						
	5		21.12 .103	8.645 .014	8.624 .013	.232						
Stagno	3	.097	10.86	11.70 .079	11.70 .055	.044	1					
ł	3	1	27.63	8.02 .059	8.04 .011	.162						

La teoria degli errori, applicata al sistema di equazioni (1), porta alle seguenti espressioni:

 $\Delta \sigma = A_N \epsilon$   $\Delta HVE = B_N \epsilon HVE^{1.5}$   $\Delta HVC = C_N \epsilon HVC^{1.5}$ .

I valori delle costanti  $A_N$ ,  $B_N$ ,  $C_N$  sono dati nella Tabella III e i valori calcolati delle deviazioni standard di  $\sigma$ , HVE, HVC sono dati in Tabella I, nella seconda riga per ogni campione.

### 3. CONCLUSIONI

Per diciotto delle ventuno serie di misure l'ipotesi espressa dalla (1) resta confermata, nei limiti sperimentali, dal fatto che la deviazione standard (deviazione standard calcolata) del valore HVC (o HKC), calcolata sulla base delM. FRANZINI e M. TROYSI, L'effetto del ritiro elastico dell'impronta, ecc. 421

l'errore sistematico di misura  $\varepsilon$ , è comparabile con la deviazione standard (deviazione standard sperimentale) di HVC (o HKC) inteso come valore medio degli HVC ricalcolati. Per questi campioni i valori HVE e HKE sono molto più significativi, come espressione del valore di microdurezza, dei valori HVp o HKp.

Per tre serie di misure (Blenda, Stagno, Magnesio: microdurezza Vickers) un accordo fra le deviazioni standard calcolate e sperimentali si ha solamente considerando per ogni campione due diversi gruppi di misure, secondo quanto graficamente illustrato nella fig. 1. I dati raccolti non consentono una interpretazione definitiva dei motivi per i quali, al di sopra di un certo carico, il materiale modifica nettamente il proprio comportamento.

## TABELLA II.

Elaborazione dei dati della Tabella III di Knoop e al. [3].

	a	нке	нкс	HK4	HK (Kg)		ø	нке	нкс	нк4	HK (Kg)
C 65-67	1.74	796.4	797.3	804	795 (45)	VETRO	3.49	354.1	354.3		
GAGE 2	2.52	780.1	779.0	782	768 ( <b>45)</b>	C 25	-1.36	283.7	283.8	276	281 (30)
GAGE 1	3.08	642.1	641.3	649	639 (30)	RAME	-2.63	126.8	126.8	124	125 (15)
C 47	-1.48	501.4	502.0	493	490 (45)		<b>1</b> i	L	L	I	

## TABELLA III.

Valori delle costanti utilizzate nei calcoli delle deviazioni standard.

N		7	6	5	4	3	4	3
p <sub>min</sub> - p <sub>ma</sub>	ax.	15 - 500	15 - 300	15 - 200	15 - 100	15 - 50	100 - 500	200 - 500
A <sub>N</sub> x 100		;778	.904	1.066	1.479	2.389	1.835	3.115
B <sub>N</sub> x 100	V K	.27705 .10001	.39148 .14132	.56070 .20240	.99640 .35969	2.0246 .73087	.51400	.79244
C <sub>N</sub> x 100	v K	.31677 .11435	.39734	.51101 .18447	.76634 .27664	1.4270 .51514	.34600	.51485
$A_{N} = (1/a)$	√: :	Σ <sub>i</sub> (b√p <sub>i</sub> -	1) <sup>2</sup> ; a = 1	N - (Σ <sub>i</sub> √p	i) <sup>2</sup> /Σ <sub>i</sub> p <sub>i</sub>	; b = Σ <sub>i</sub>	$\sqrt{p_i}/\Sigma_i p_i$	i = 1,N
$B_{\rm N} = (2K^{-0})^{-0}$	o.5/	(c) $\sqrt{\Sigma_i}(d_v)$	$(\bar{p}_{i} - 1)^{2}$	; c = (N/b)	) - $\Sigma_i \sqrt{P_i}$	; d =	$N/\Sigma_{i}\sqrt{P_{i}}$ ;	i = 1,N
$C_{N} = (2K^{-0})^{-0}$	).5 <sub>/</sub>	(N) $\sqrt{\Sigma_{i}^{(1)}}$	+ A <sub>N</sub> <sup>2</sup> )/p <sub>i</sub>	; ;			1	i = 1,N ()

I valori di HVE e HKE sono fra loro sostanzialmente uguali e confermano quindi la validità della interpretazione proposta. Due eccezioni sono rappresentate dalla meteorite e dalla fluorite per le quali i valori HKE sono nettamente inferiori ai valori HVE. Questo risultato non invalida quanto precedentemente osservato, ma indica che in un monocristallo il valore di HKE dovrebbe probabilmente essere calcolato da due misure eseguite in orientazioni tra loro ortogonali. Una indicazione in questo senso è fornita dalla notevole deformazione delle impronte Knoop osservata nella meteorite. Questo particolare aspetto richiede, tuttavia, un ulteriore approfondimento.

I dati della Tabella II mettono in evidenza che i valori di HKE trovano buona rispondenza con i valori misurati a carichi molto alti (da 15 a 40 Kg), confermando sia l'ipotesi del ritiro elastico sia l'intepretazione del valore di microdurezza estrapolata come macrodurezza.

Il ritiro elastico dell'impronta è una proprietà fisica caratteristica e misurabile di ogni corpo. La misura di due o più valori di microdurezza a carichi diversi, consente quindi, generalmente, di calcolare il valore di due proprietà tra loro indipendenti: HVE (o HKE) e  $\sigma$ . I dati raccolti mostrano che le microdurezze estrapolate sono significative e caratteristiche del materiale esaminato, mentre  $\sigma$  dipende fortemente dalla forma del penetratore.

L'uguaglianza osservata tra i valori di HVE e di HKE conferma la validità dell'uso empirico, consolidato dalla tradizione, dei valori 1854.4 e 14230 quali costanti per il calcolo rispettivamente delle microdurezze Vickers e Knoop.

Molti aspetti connessi con la misura della microdurezza (in particolare su monocristalli) restano ancora oscuri. Si ritiene, tuttavia, che l'uso del valore HVE (o HKE) per descrivere la microdurezza dei minerali possa portare un notevole contributo a restringere il campo di variabilità dei valori oggi reperibili in letteratura per le singole specie. Gli effetti del ritiro elastico non sono, infatti, eliminati dalla pratica di confrontare tra loro soltanto misure eseguite con lo stesso peso. Si vedano, come esempio, i dati relativi a due galene (M. Franzini, M. Troysi [2]), per le quali si hanno valori HV<sub>015</sub> rispettivamente uguale a 87 e 74 mentre i valori HVE risultano molto più vicini (72.8 e 70.0).

#### BIBLIOGRAFIA

- M. FRANZINI e M. TROYSI (1979) L'effetto del ritiro elastico dell'impronta nelle misure di microdurezza Vickers e Knoop. I. I dati sperimentali. « Rend. Acc. Naz. Lincei», Ser. VIII, in corso di stampa.
- [2] M. FRANZINI e M. TROYSI (1979) Macrohardness derivation from microhardness measurements. « Rend. Acc. Naz. Lincei », Ser. VIII, in corso di stampa.
- [3] F. KNOOP, C. G. PETERS and W. B. EMERSON (1939) A sensitive pyramidal diamond tool for indentation measurements. « Jour. Res. Nar. B. Stand. », RP 1220, 23, 39-61.

422