

Atti del

I Forum Nazionale delle Misure

XXXIV Congresso Nazionale di Misure
Elettriche ed Elettroniche
XXV Congresso Nazionale di Misure
Meccaniche e Termiche



14-16 Settembre 2017

Dipartimento di Ingegneria "E. Ferrari",
Università di Modena e Reggio Emilia
Modena

associazione italiana 
gme
gruppo misure
elettriche ed elettroniche



Questo volume è stato composto in \LaTeX tramite l'applicazione software sviluppata dall'Unità dell'Università di Genova e successivamente adattata e migliorata dall'Unità del Politecnico di Bari, dalle Università di Trento e Benevento e, in ultimo, dell'Università di Modena e Reggio Emilia.

ISBN 978-88-903149-9-5

Copyright© degli autori
Tutti i diritti sono riservati
Pubblicato a cura di Luigi Rovati e Stefano Cattini
Modena

Finito di stampare nel mese di Settembre 2017



UNIMORE
UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI
MODENA E REGGIO EMILIA

Atti del

I Forum Nazionale delle Misure

XXXIV Congresso Nazionale di Misure
Elettriche ed Elettroniche
XXV Congresso Nazionale di Misure
Meccaniche e Termiche

Modena, 14-16 Settembre 2017

A cura di
Luigi Rovati
Stefano Cattini
Università degli Studi di Modena
e Reggio Emilia

Pubblicazione a cura dell'Unità GMEE dell'Università
degli Studi di Modena e Reggio Emilia

I diritti di traduzione, di memorizzazione elettronica,
di riproduzione e di adattamento anche parziale,
con qualsiasi mezzo, sono riservati per tutti i Paesi.

Non sono assolutamente consentite le fotocopie
senza il permesso scritto dell'Associazione GMEE.

APPROFONDIMENTI METROLOGICI SULLA MISURA DEL MODULO ELASTICO CON LA PROVA DI PENETRAZIONE STRUMENTATA

A. Germak⁽¹⁾, G. Barbato⁽²⁾

⁽¹⁾INRIM, Strada delle Cacce 91 - 10135 Torino

⁽²⁾DIGEP, Politecnico di Torino, Corso Duca degli Abruzzi 24 - 10129 Torino
mail: a.germak@inrim.it

SOMMARIO

La prova di penetrazione strumentata consente di valutare alcune caratteristiche dei materiali, come ad esempio il modulo elastico. Ciò si ottiene registrando con continuità i segnali di forza e spostamento durante le fasi di incremento e decremento della forza applicata, ma introduce una notevole complessità di gestione dei fenomeni elasto-plastici e di elaborazione dei segnali di misura ottenuti. Lo stato dell'arte è testimoniato dalla norma ISO 14577 ed in particolare dalla parte 1 che, ancora nell'ultimo aggiornamento del 2015, prevede l'uso di due metodi che, però, hanno problemi significativi dal punto di vista misuristico.

Gli autori esaminano alcuni metodi alternativi che consentono di superare i fattori critici ed evidenziano la necessità di curare la parte misuristica per migliorare la robustezza e diminuire l'incertezza dei risultati. I metodi normati e quelli alternativi sono stati applicati a dati sperimentali ottenuti nel campo della nano e macro durezza, evidenziandone, col confronto, le caratteristiche specifiche.

1. INTRODUZIONE

La prova di penetrazione strumentata per la determinazione della durezza ed altri parametri dei materiali consiste nell'applicare una forza di compressione al penetratore, un corpo di materiale molto duro (spesso diamante) di forma geometrica definita (spesso una piramide), ortogonalmente alla superficie del materiale in prova. Contrariamente ai metodi di misura di durezza convenzionali che considerano solo gli effetti della forza di massima, in questa metodologia di prova forza e spostamento vengono registrati con continuità. Ciò consente un collegamento con le caratteristiche elasto-plastiche del materiale, quali lo scorrimento, il modulo elastico e la durezza, spesso legate alla pendenza della curva caratteristica di aumento/decremento della forza. I dati sperimentali così ottenuti, come segnali di forza e spostamento, devono essere trattati tenendo conto delle leggi di comportamento elasto-plastico del materiale ma anche dei criteri di gestione dei segnali sperimentali. Le metodiche utilizzate sono descritte principalmente dalla norma ISO 14577-1 [1].

Il primo di questi metodi [2] ipotizza come lineare l'andamento della curva forza-spostamento all'inizio della fase di decremento della forza, ma ciò non corrisponde al reale comportamento che è affetto invece da una curvatura che aumenta lentamente fin dall'inizio. È evidente che, utilizzando questo metodo, si individuano delle pendenze corrispondenti a linee secanti rispetto alla curva sperimentale, piuttosto che tangenti nel punto iniziale come richiesto dalla teoria. Per limitare la differenza tra secante e tangente, la norma prevede di usare solo i dati sperimentali contenuti in un piccolo intervallo all'inizio della fase di scarico; per ridurre l'effetto di questo problema, nell'ultima revisione è stato ridotto al 20%. Dal punto di vista misuristico ciò corrisponde a rinunciare ad una notevole quantità di informazione che potrebbe rendere più robusti i risultati ottenuti.

Il secondo metodo [3] cerca di correggere gli effetti sopra citati introducendo un modello curvilineo descritto da una legge di potenza; nonostante questo tentativo di migliorare l'approssimazione del comportamento teorico non lineare, rimangono, e spesso aumentano, i problemi legati alla gestione dei dati sperimentali.

I due metodi alternativi proposti [4] intendono rispettare l'andamento caratteristico inizialmente rettilineo con curvatura lentamente crescente; quindi adottano modelli matematici che hanno tale caratteristica. Come modelli sono stati valutati la funzione seno, rettilinea nella zona vicino all'ascissa 0 e con curvatura man mano crescente, e la funzione logaritmo, che si comporta analogamente a quella seno ma con zona rettilinea vicino all'ascissa 1.

I risultati sperimentali mostrano che la bontà dell'interpolazione aumenta nettamente, tuttavia ciò non è sufficiente a risolvere completamente il problema; infatti, queste due funzioni, che hanno il

vantaggio di fornire una interpolazione più robusta dei dati sperimentali con conseguenti incertezze inferiori, danno, in molti casi, risultati non compatibili.

Di nuovo è necessario esaminare il problema dal punto di vista misuristico e focalizzare attentamente l'obiettivo da raggiungere. Tutti e quattro i modelli sopra citati puntano a determinare una buona rappresentazione della caratteristica forza-spostamento del materiale, però il parametro utile è la pendenza di tale caratteristica intorno all'inizio della fase di scarico; sono utilizzate quindi delle metodiche di valutazione del parametro desiderato mediante la misura di altri parametri correlati, introducendo così quella che viene chiamata *incertezza di correlazione* [5].

Queste problematiche sono approfondite nel lavoro anche mediante analisi dei dati sperimentali di nano durezza forniti dall'Oklahoma State University [6].

2. ANALISI

La misura di durezza strumentata utilizza, come la classica misura di durezza tipo Brinell o Vickers, la tensione meccanica prodotta dalla compressione di un penetratore di forma ben definita e di materiale molto duro. L'innovazione, rispetto ai metodi tradizionali consiste nel registrare, per tutta l'evoluzione della prova, l'andamento della forza applicata, F , e del corrispondente spostamento del penetratore, h , nella deformazione elastoplastica del materiale così prodotta (fig. 1).

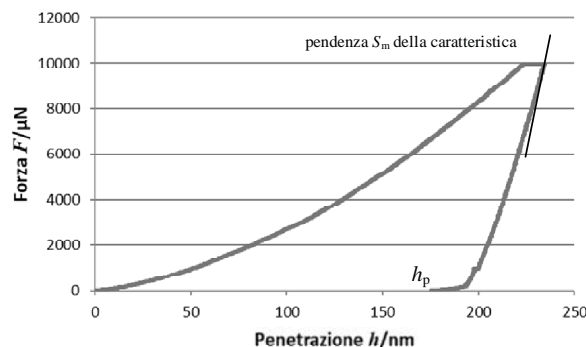


Fig. 1 Caratteristica tipica forza-spostamento in una prova di penetrazione strumentata

Per quanto riguarda il modulo elastico, viene presa in considerazione la fase di scarico del processo che coinvolge maggiormente le caratteristiche elastiche del materiale. Un'indagine preliminare sui contributi d'incertezza dovuti ai diversi fattori coinvolti nella misura indica che la determinazione della pendenza, S_m , della curva di scarico è molto critica; ciò si ripercuote nell'indicazione della normativa di due differenti modelli matematici per identificarla: una legge lineare e una legge di potenza. Il punto critico della legge lineare è legato al fatto che l'andamento da rappresentare non è lineare; la norma cerca di ridurre questo problema limitando la zona di regressione sempre di più (dal 30% superiore nella versione del 2002, al 20% nella versione del 2015), ma ciò riduce molto il numero di dati sperimentali da cui trarre il risultato. La legge di potenza, che non elimina questo problema, è proposta nella forma:

$$F = B(h - h_p)^m \quad (1)$$

Ove h_p è il valore di spostamento residuo quando la forza ritorna a zero.

È evidente che, se la legge lineare non è adatta a rappresentare una nuvola di dati con andamento non lineare, una legge di potenza non è adatta a rappresentare un andamento inizialmente lineare; inoltre il punto più critico è l'adozione di un punto fisso di passaggio h_p corrispondente alla penetrazione al ritorno della forza a zero che produce due serie di problemi: il primo è di carattere misuristico perché tale punto, come si vede in fig. 1, corrisponde all'intersezione tra la caratteristica forza-penetrazione per forze tendenti a zero, che ha teoricamente pendenza nulla con l'asse delle ascisse: tale intersezione è evidentemente mal definita [7]. Il secondo problema è un effetto moltiplicativo

dell'incertezza di h_p dovuta alla distanza rispetto al punto di forza massima che si vuole valutare influenzando il valore della pendenza, S_m , e la sua incertezza.

Le problematiche dei diversi metodi sono ben descritte dall'andamento strutturato dei residui che alcuni di essi producono. Nelle figure seguenti sono rappresentati, a titolo di esempio, i residui ottenuti nelle misure su tungsteno, con una forza di 1 mN: con modello lineare (fig. 2), legge di potenza (fig. 3), sinusoidale e logaritmico (figg. 4 e 5) che rappresentano i residui e la loro interpolazione.

Poiché l'interpolazione dei residui non è costante, in fig. 2 è evidente la presenza di errori sistematici che non vengono descritti dal modello lineare. In fig. 3 si osserva un andamento dei residui ancora più strutturato; ciò indica che il modello ha una curvatura maggiore dell'andamento dei dati sperimentali dovuta alla posizione del punto h_p che, per le caratteristiche elastiche della struttura, spesso è spostata verso valori inferiori. In certi casi, in cui sperimentalmente il punto h_p risulta spostato verso valori superiori, la curvatura dell'andamento dei residui si inverte. Gli autori di questo modello [3] hanno rifinito successivamente i loro studi e hanno proposto di prendere anche h_p come parametro della regressione; questo, che comporta di dover utilizzare metodi di regressione non lineare, non supera però completamente il problema di curvature differenti tra andamento sperimentale e legge di potenza. In fig. 4 e 5 sono rappresentati i residui dei modelli sinusoidale e logaritmico; si può osservare che sono molto poco strutturati e quindi presumere che diano entrambi una stima corretta dei parametri.

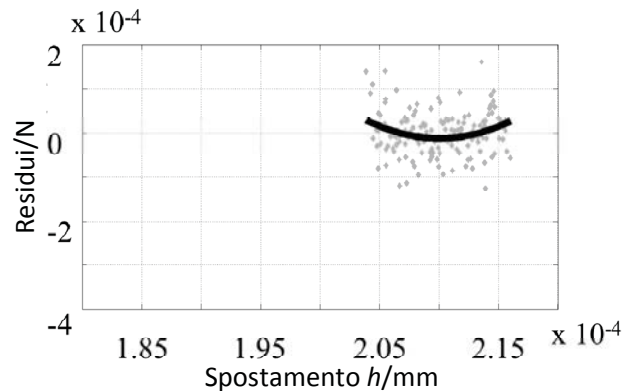


Fig. 2 Andamento dei residui del modello lineare

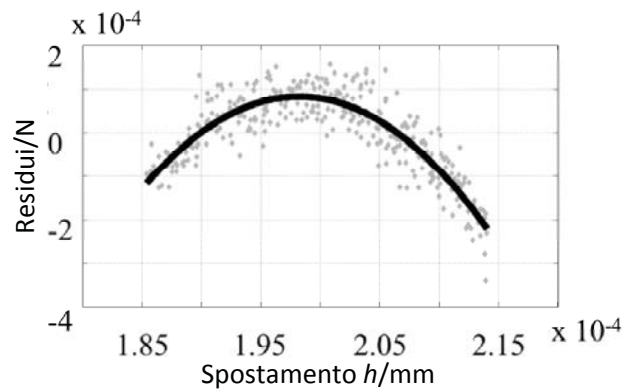


Fig. 3 Andamento dei residui del modello legge di potenza

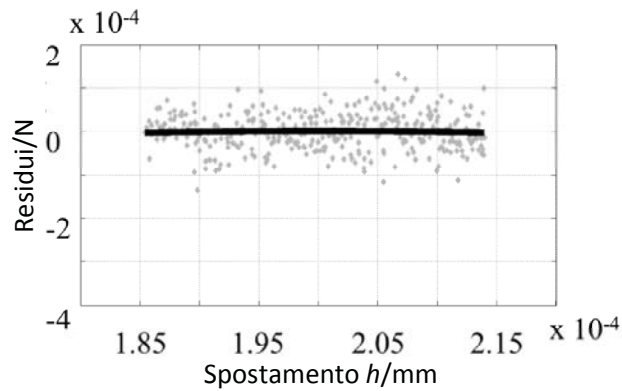


Fig. 4 Andamento dei residui del modello sinusoidale

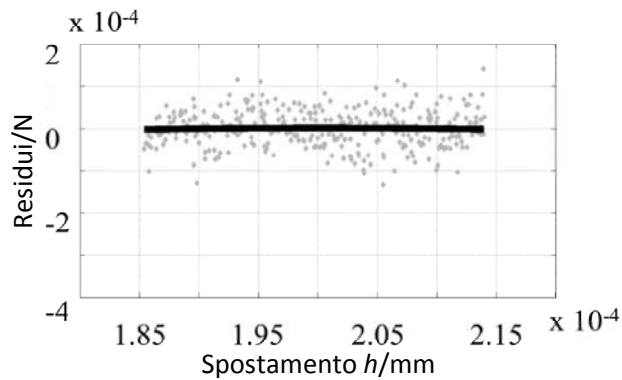


Fig. 5 Andamento dei residui del modello logaritmico

In fig. 6 sono mostrati i risultati di valutazione della pendenza S_m del ramo discendente della forza valutata con i diversi metodi [8].

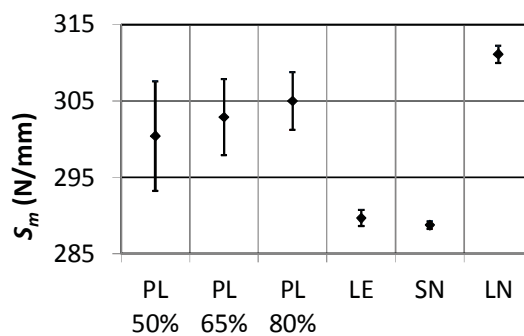


Fig. 6 Valutazione della pendenza S_m della caratteristica forza-penetrazione ottenuta su tungsteno con forza massima 10 mN (PL=legge di potenza, LE=legge lineare, SN=legge sinusoidale, LN=legge logaritmica)

Utilizzando il modello lineare e sinusoidale si ottengono valori pressoché compatibili con incertezze basse (leggermente maggiore quella del modello lineare, probabilmente per il limitato numero di dati utilizzati) e possono essere considerati come valori di riferimento. Utilizzando invece l'interpolazione col modello a legge di potenza si notano valori più alti con un andamento sistematico crescente in funzione dell'ampiezza dell'intervallo di dati presi in considerazione (50%, 65%, 80%); inoltre l'incertezza è nettamente superiore. Utilizzando il modello logaritmico si ottiene un valore molto più elevato e non compatibile con i precedenti anche se con incertezza molto bassa.

3. PROPOSTE

Questa analisi ha mostrato che è possibile adottare modelli matematici che interpolano bene la nuvola dei dati sperimentali, senza residui strutturali, ma che hanno differenze sistematiche anche elevate nella valutazione della pendenza S_m . Ciò è probabilmente dovuto ad un errore di metodo: l'andamento di un modello che interpola bene una nuvola di dati sperimentali non necessariamente garantisce che la sua derivata ad un estremo rappresenti in modo corretto la pendenza nella zona di interesse.

Come tentativo di valutazione locale è stata calcolata numericamente la derivata sulla base delle differenze pesate di alcuni dati sperimentali nell'intorno del punto in cui si vuole calcolare la derivata. Il risultato ottenuto per una prova su tungsteno con forza di 10 mN ha dato come risultato, nella zona del primo 20% della fase di scarico (corrispondente alla zona di interpolazione lineare definita dalla normativa di riferimento), i valori riportati in fig. 7. Come noto, il calcolo numerico della derivata è sempre affetto da una forte incertezza; tuttavia mediando su tutto l'intervallo considerato, si ottiene un risultato di 310 $\mu\text{N}/\text{mm}$ (scarto tipo 4,8 $\mu\text{N}/\text{mm}$), confrontabile con quello ottenuto con gli stessi dati con la regressione lineare, pari a 303 $\mu\text{N}/\text{mm}$ (scarto tipo 2,8 $\mu\text{N}/\text{mm}$).

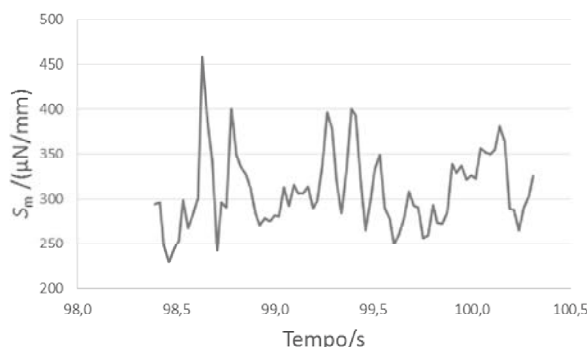


Fig. 7 calcolo numerico della derivata di prova su tungsteno con forza di 10 mN

Si deve osservare inoltre, che l'ipotesi di derivata pressoché costante anche nel solo tratto limitato al 20% superiore della forza, talvolta non è affatto verificata. Ad esempio, altre prove eseguite nel campo della macro durezza hanno mostrato risultati riproducibili in prove successive rappresentati in fig. 8. In questo caso, mediando su tutto l'intervallo considerato, si ottiene un risultato di 44 $\text{N}/\mu\text{m}$ (scarto tipo 0,7 $\mu\text{N}/\text{mm}$), confrontabile con quello ottenuto con gli stessi dati con la regressione lineare, pari a 45 $\mu\text{N}/\text{mm}$ (scarto tipo 0,2 $\mu\text{N}/\text{mm}$). L'irregolarità evidenziata calcolando localmente la derivata (fig 8) è probabilmente dovuta al comportamento del materiale in prova e indica che il problema deve essere esaminato anche dal punto di vista metallurgico, perché difficilmente una situazione come quella rappresentata può essere gestita sulla semplice base della media di S_m .

Una ulteriore analisi ha individuato un altro problema: la gestione dell'andamento $F-h$ non rispetta la realtà del processo di misura e l'applicazione della regressione lineare, teoricamente valida solo se l'incertezza sui valori in ascissa è trascurabile rispetto a quella sui valori in ordinata, non dovrebbe essere usata perché nel caso in esame l'incertezza relativa su h è nettamente maggiore di quella su F . Molto meglio, dal punto di vista misuristico, sarebbe considerare i due segnali di F ed h , rilevati da sensori differenti, come cose separate e analizzarli separatamente in funzione del tempo, potendo in

tal modo applicare i corretti metodi misuristici di analisi del segnale, filtraggio, eliminazione di eventuali outlier e lavorare così su andamenti meglio definiti da cui estrarre il valore di S_m .

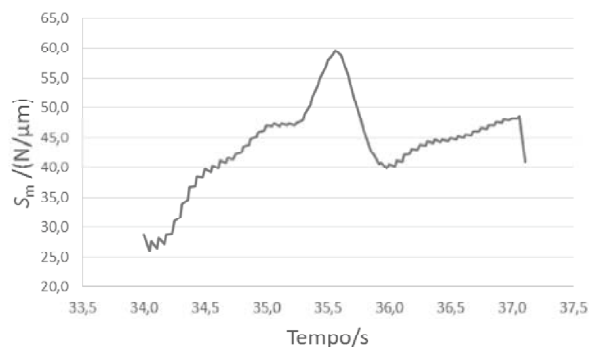


Fig. 8 calcolo numerico della derivata di prova su acciaio con forza di circa 1000 N

Si prevede, come sviluppo futuro, di valutare metodiche di analisi e filtraggio dei segnali per ripulire i dati sperimentali e determinare la pendenza S_m in modo più robusto.

4. CONCLUSIONI

La soluzione proposta, per risolvere il problema di interpolare un andamento inizialmente rettilineo e con curvatura via via crescente, è stata quella di adottare modelli matematici che abbiano questa caratteristica. Sono stati provati modelli logaritmici e sinusoidali che hanno mostrato di poter interpolare bene i risultati di misura, senza residui strutturati, evidenziando, però, con la differenza dei loro risultati, che l'identificazione di un modello matematico di cui, poi, si calcola la derivata non garantisce che essa rappresenti il valore cercato della pendenza, corrispondente all'inizio della fase di scarico.

Si deve osservare comunque che il rispetto dei principi fondamentali dell'ambito delle misure, adottati per tali modelli, ha consentito un netto miglioramento, rispetto alla metodologia normativa della legge di potenza, come è dimostrato dall'andamento dei residui riportati nelle figg. 4 e 5 e dalla comparazione delle incertezze, valutate secondo la GUM, sui diversi metodi (fig. 6).

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- [1] ISO 14577-1:2015. Metallic materials -- Instrumented indentation test for hardness and materials parameters -- Part 1: Test method.
- [2] Doerner M.F., & Nix W.D. A method for interpreting the data from depth sensing indentation instruments. *J. Mater. Res.* 1986, 1 pp. 601–609.
- [3] 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.* 1992 June, 7 pp. 1564–1583.
- [4] Cagliero, Roberto; Barbato, Giulio; Maizza, Giovanni; Genta, Gianfranco (2015), Measurement of elastic modulus by instrumented indentation in the macro-range: Uncertainty evaluation. In: *INTERNATIONAL JOURNAL OF MECHANICAL SCIENCES*, vol. 101-102, pp. 161-169.
- [5] ISO 14978:2006, Geometrical product specifications (GPS) -- General concepts and requirements for GPS measuring equipment.
- [6] Lucca, D.A., Herrmann, K., Klopstein, M.J., 2010, Nanoindentation: Measuring Methods and Applications, *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 59/2:803–819.
- [7] Barbato G; Brondino G.; Galetto M; Vicario G (2002), Zero-Point in the evaluation of Martens Hardness uncertainty. In: proceedings of Joint international conference IMEKO TC3/TC5/TC20, Tagung Celle, Germany, September 24-26. pp. 113-118.
- [8] Barbato G.; Genta G.; Cagliero R; Galetto M; Klopstein M.J., Lucca D.A.; Levi R. (2017), Uncertainty evaluation of indentation modulus in the nano-range: contact stiffness contribution. In: proceedings of 67th CIRP General Assembly, Lugano. 21-23 August 2017