

CZYNNIKI WPLYWAJĄCE NA DOKŁADNOŚĆ POMIARÓW MIKROTWARDOSCI SUROWCÓW MINERALNYCH

UKD 539.533.001.4.001.54:553.3/.9

Wyniki pomiaru mikrotwardości różnych próbek mogą być obiektywne i porównywalne ze sobą tylko w przypadku zachowania identycznych warunków pomiaru. Metodę pomiaru mikrotwardości surowców mineralnych oraz aparaturę do tego służącą (mikrotwardościomierze) omówiono szerzej w artykułach J. Chudzińskiego i J. Stawina (1) oraz J. Stawina (5). Wypada jedynie nadmienić, że zarówno aparatura, jak i pomiary na niej wykonywane są bardzo precyzyjne. W związku z tym w celu uzyskania dokładnych i obiektywnych wyników pomiarów należy spełnić szereg warunków umożliwiających sprawne nią posługiwanie się.

Podstawowym warunkiem prawidłowego wykonywania pomiarów mikrotwardości jest zainstalowanie mikrotwardościomierza w pomieszczeniu odizolowanym od wstrząsów i drgań, które w trakcie pomiaru powodują powstawanie większych odcisków wgłębnika sugerując tym samym, że twardość badanego minerału czy skały jest mniejsza.

Drugim nie mniej ważnym warunkiem prawidłowych pomiarów jest gładkość powierzchni badanego preparatu. Powierzchnia jego powinna być płaska i dobrze polerowana, gładkość powierzchni powinna być tym lepsza im mniejszych rozmiarów spodziewamy się odcisków wgłębnika mikrotwardościomierza, a więc im badany materiał może być twardszy.

Ważne jest, by preparat materiału poddanego badaniom mikrotwardości był dobrze zamocowany na stoliku mikrotwardościomierza, co zapewniac powinno zachowanie prostopadłości powierzchni preparatu do osi wgłębnika i umożliwić zmianę położenia preparatu podczas obciążania wgłębnika. Nieprawidłowe ustawienie powierzchni preparatu do osi wgłębnika

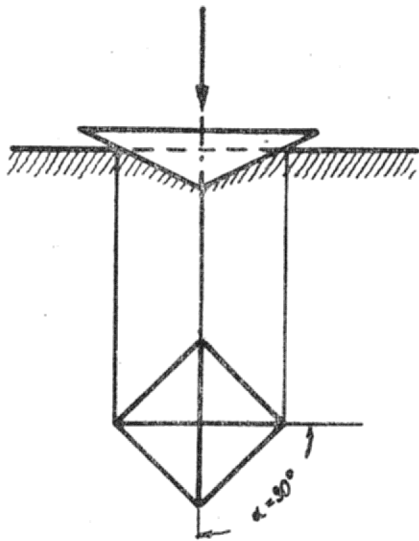
mikrotwardościomierza powoduje powstawanie niekształconych odcisków zdecydowanie obniżających dokładność uzyskanych wyników pomiaru mikrotwardości (ryc. 1 i 2).

Wybór wielkości obciążenia wgłębnika ma również duży wpływ na dokładność pomiaru mikrotwardości, ponieważ mniejsze obciążenia dają mniejsze odciski wgłębnika, zwiększają tym samym możliwość powstania błędu pomiaru przekątnej odcisku, co z kolei zmniejsza dokładność wyliczonego wyniku pomiaru mikrotwardości.

Według danych przedstawionych przez S. Katarzyńskiego, S. Kocańde i M. Zakrzewskiego (3), poważnym i trudnym do określenia źródłem błędów jest prędkość wnikania wgłębnika mikrotwardościomierza w powierzchnię preparatu, ponieważ przy zbyt nagłym przyroście obciążenia pomiar mikrotwardości staje się pomiarem dynamicznym, a nie statycznym, wskutek czego otrzymuje się powiększone odciski wgłębnika, a więc obniżone wyniki pomiaru mikrotwardości.

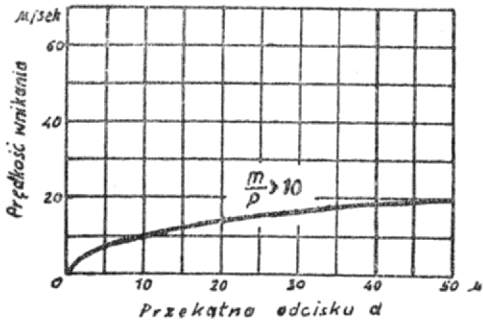
W celu stosowania właściwej szybkości wnikania wgłębnika w wierzchnią warstwę preparatu wymienieni wyżej autorzy proponują korzystanie z wykresu Bückla, przedstawionego na ryc. 3. Przyjęte symbole na tym wykresie oznaczają:

- m — masa mikrotwardościomierza, będąca w ruchu G ;
- v — prędkość wnikania wgłębnika w μ/sek ;
- P — obciążenie wgłębnika mikrotwardościomierza w G ;
- d — przekątna odcisku w μ .



Ryc. 1. Prawidłowy odcisk wgłębnika mikrotwardościomierza w kształcie ostrosłupa Vickersa. Kąt między przekątnymi odcisku $\alpha = 90^\circ$.

Fig. 1. Correct imprint of penetrator of microhardness meter in the shape of Vickers pyramid. Angle between the diagonals of the imprint $\alpha = 90^\circ$.



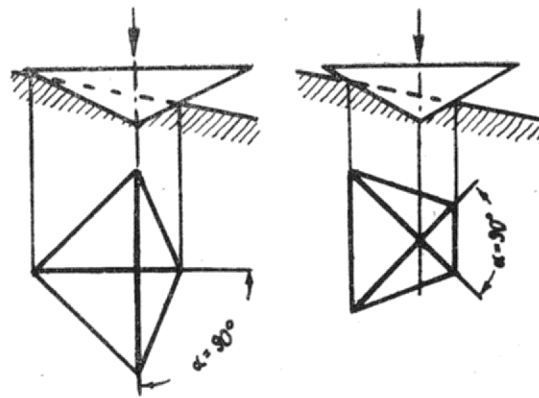
Ryc. 3. Wykres Bückla dopuszczalnej prędkości wnikania wgłębnika mikrotwardościomierza w zależności od przekątnej odcisku d i stosunku M/P.

Fig. 3. Büchel diagram of permissible velocity of penetrator of microhardness meter according to the diagonal of imprint d and ratio M/P.

Wykres przedstawiony na ryc. 3 umożliwia dobór dopuszczalnych prędkości wnikania wgłębnika mikrotwardościomierza zależnie od stosunku m/P oraz wielkości przekątnej odcisku d zależnej od twardości badanego preparatu mineralnego. Można przyjąć, że dla mikrotwardościomierzy najczęściej stosowanych w Polsce (Hanemanna, PMT-3 i Leitz) stosunek m/P jest większy od 10 przy P równym 100 G.

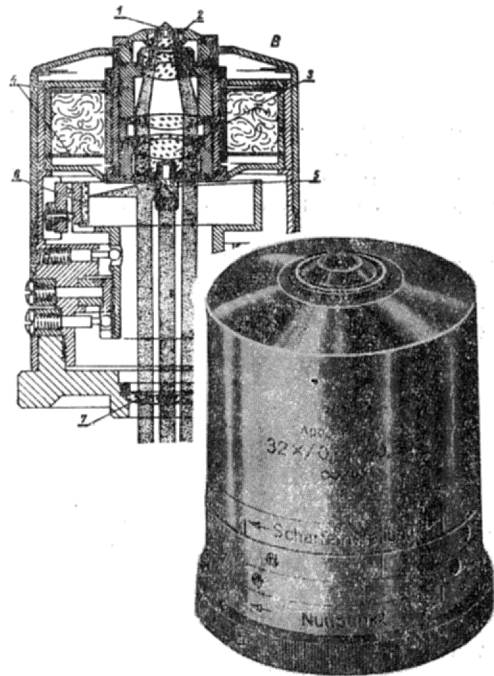
Czas trwania obciążenia wgłębnika wprowadzonego w powierzchnię badanego preparatu powinien być możliwie krótki, tzn. nie powinien przekraczać 15 sek. (2, 3, 4), ponieważ wraz z przedłużaniem się czasu obciążenia wgłębnika następuje powstawanie większego odcisku wgłębnika, co zaniża rzeczywisty wynik badanej mikrotwardości.

Powyższe dane, dotyczące wpływu różnych czynników na dokładność wyników pomiarów mikrotwardości, generalnie odnoszą się do wszystkich metod pomiaru mikrotwardości oraz stosowanej aparatury. W praktyce pomiarowej mikrotwardości metali, jak i surowców mineralnych stosuje się liczne typy mikrotwardościomierzy znacznie różniących się między sobą konstrukcją oraz sposobem posługiwania się



Ryc. 2. Zniekształcenia odcisku w przypadku nieprostokątności powierzchni preparatu do osi wgłębnika w kształcie ostrosłupa Vickersa. Kąt między przekątnymi odcisku $\alpha = 90^\circ$.

Fig. 2. Deformation of imprint in the case of non-perpendicularity of preparation surface to the axis of penetrator in the shape of Vickers pyramid. Angle between the diagonals of the imprint $\alpha = 90^\circ$.



Ryc. 4. Mikrotwardościomierz Hanemanna.

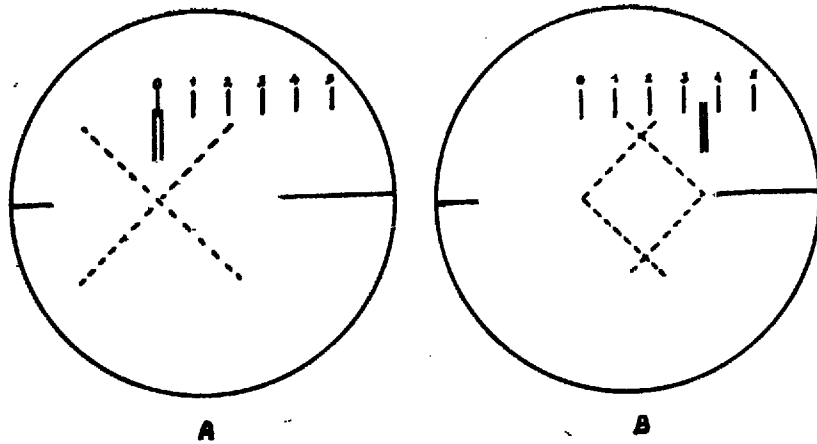
A — wygląd zewnętrzny, B — schematyczny przekrój; 1 — wgłębnik diamentowy Vickersa, 2 — soczewka obiektywu, 3 — tylna soczewka obiektywu, 4 — sprężyny pierścieniowe, 5 — układ optyczny podziałki mikrotwardościomierza, 6 — podziałka, 7 — soczewka korygująca.

Fig. 4. Hanemann's microhardness meter.

A — external view, B — diagrammatical section, 1 — diamond Vickers penetrator, 2 — lens of objective, 3 — posterior lens of objective, 4 — annular spring, 5 — optical system of scale of microhardness meter, 6 — scale, 7 — correcting lens.

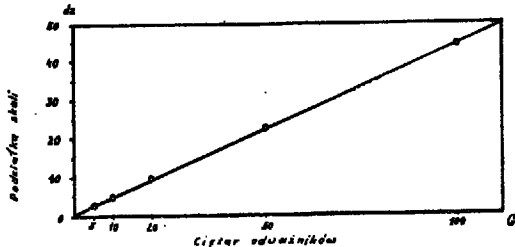
nimi. Powoduje to konieczność uwzględniania szeregu czynników specyficznych dla każdego typu mikrotwardościomierza, wpływających na jakość wyników pomiaru nim dokonywanego.

Ponieważ w praktyce pomiarów mikrotwardości surowców mineralnych wydaje się najodpowiedniej-



Ryc. 5. Wykres cechowania skali obciążania wgłębnika w mikrotwardościomierzu Hanemanna.

Fig. 5. Diagram of calibration of scale of penetrator loading in Hanemann's microhardness meter.



Ryc. 6. Wygląd krzyża pomiarowego mikrotwardościomierza Hanemanna.

A — ustawienie ramion krzyża przed pomiarem przekątnej odcisku wgłębnika, B — przykład ustawienia ramion krzyża

Fig. 6. Measuring cross of Hanemann's microhardness meter.

A — arrangement of cross arms before measuring the diagonal of penetrator imprint, B — example of position of measuring cross arms after measurement of the diagonal of penetrator imprint of microhardness meter.

szy w stosowaniu mikrotwardościomierz typu Hanemanna, będący wstawką (w miejsce obiektywu) w mikroskopach metalograficznych Neophot i Epityp produkcji NRD oraz ze względu na jego popularność w Polsce, wydaje się celowe omówienie jego konstrukcji oraz na jej tle zasadniczych czynników wpływających na dokładność pomiarów dokonywanych za jego pomocą.

Mikrotwardościomierz Hanemanna wyposażony jest we wgłębnik diamentowy Vickersa w kształcie czterościennego ostrosłupa. Kąt między przeciwległymi ścianami ostrosłupa powinien wynosić $136^\circ \pm 20'$. Wymieniony wgłębnik jest osadzony w soczewce mikrotwardościomierza (ryc. 4), dokładnie w jego osi optycznej. W trakcie pomiaru obciążenie na wgłębnik mikrotwardościomierza przenoszone jest przez stół mikroskopu metalograficznego Neophot lub Epityp wraz z zamocowanym na nim preparatem. Obciążenie działające na wgłębnik powoduje ugięcie sprężyn, a tym samym opuszczenie się obiektywu mikrotwardościomierza wraz z pryzmatem. Napiecie sprężyny jest miarą obciążenia wgłębnika określaną dzięki wbudowanej wewnątrz mikrotwardościomierza podziałce.

W wyniku zastosowania odpowiedniego układu optycznego podziałka ta jest widoczna w polu widzenia okularu mikroskopu metalograficznego, dzięki czemu, w trakcie pomiaru, sprawdza się wielkość zastosowanego obciążenia wgłębnika. W celu dokładnego ustalenia jakie wartości wymienionej podziałki odpowiadają obciążeniom wgłębnika w G, przed każdą serią pomiarów mikrotwardości sporządza się wy-

kres cechowania podziałki mikrotwardościomierza (ryc. 5), stosując pomiary kontrolne za pomocą bardzo dokładnych odważników, będących częścią składową wyposażenia mikrotwardościomierza Hanemanna.

Pomiar przekątnej odcisku wgłębnika uzyskanego przy zastosowaniu mikrotwardościomierza Hanemanna wykonuje się za pomocą zainstalowanego w okularze mikroskopu przesuwanego krzyża pomiarowego z podziałką mikrometryczną (ryc. 6) sprzężonego ze śrubą mikrometryczną, posiadającą bęben pomiarowy wycechowany w działkach (1 działka odpowiada wartości ok. $0,3 \mu$). Podziałkę cechuje się przy zastosowaniu typowej mikroskopowej podziałki wzorcowej o działce elementarnej $0,01 \text{ mm}$.

W omówionym typie mikrotwardościomierza zdecydowany wpływ na jakość dokonywanych pomiarów ma dokładne wycechowanie wyżej wymienionych podziałek (obciążenia wgłębnika i pomiaru przekątnej odcisków wgłębnika). Oprócz wymienionych wyników poważny wpływ na jakość pomiarów mikrotwardości wywiera niedoskonałość zmysłów ludzkich oraz subiektywizm obserwatora. Można przyjąć, że pomiar przekątnych odcisków wgłębnika jest możliwy do przeprowadzenia (przy stosowaniu mikrotwardościomierza Hanemanna) z dokładnością do $0,3 \mu$. Jednak kiedy serię pomiarów mikrotwardości prowadzi się w sposób ciągły, bez przerwy (stwierdzenie autora), dokładność pomiarów przekątnych odcisków maleje w wyniku zmęczenia wzroku obserwatora, schodząc do dokładności rzędu $0,6-1 \mu$ przy mierzeniu przekątnych trzydziestego, czterdziestego odcisku z kolei.

Ponieważ przy wysokiej twardości badanych minerałów uzyskuje się odcisk o przekątnych rzędu $10-15 \mu$ odczytywanie ich ze zmniejszoną dokładnością może powodować powstanie przypadkowego błędu dochodzącego do $\pm 10\%$ rzeczywistej ich mikrotwardości. Dlatego wydaje się konieczna (dla wyłączenia wzroku obserwatora) przynajmniej godzinna przerwa po wykonaniu na badanej próbce serii 30 pomiarów mikrotwardości.

W podsumowaniu powyższych danych nasuwa się wniosek, że dokładne uwzględnienie przy dokonywaniu pomiaru mikrotwardości opisanych w tekście czynników wpływających na jego dokładność może gwarantować obiektywność uzyskiwanych wyników pomiaru.

LITERATURA

1. Chudziński J., Stawin J. — Badania twardości krzemieni importowanych i niektórych krajowych mikrotwardościomierzami PMT-3 i Hanemanna. Prz. geol. 1968, nr 1.
2. Iliński G. A. — Opriedelenije mikrotwierdsti mineralow metodom wdawliwanija. Leningrad, 1963.

3. Katarzyński S., Kocańda S., Zakrzewski M. — Badanie własności mechanicznych metali. Warszawa, 1961.

SUMMARY

Results of microhardness measurement of various samples of mineral raw materials may be objective and comparable only when conditions of measurement are identical. For that reason the article deals with a complex of factors that affect the preciseness of microhardness measurement, emphasizing the importance of the factors that are the result of the conditions under which the measurement is made, and of the conditions that depend upon the constructional features of the microhardness meter.

4. Lebediewa S. J. — Opriedielenije mikro-twierdosti mineralow. Moskwa, 1963.

5. Stawin J. — Ilościowy pomiar twardości minerałów i skał monomineralnych. Sur. minier. 1968, t. 1.

РЕЗЮМЕ

Результаты измерений микротвердости на образцах минерального сырья являются объективными и сопоставимыми лишь только в том случае, когда соблюдаются единые условия замеров. В статье рассматривается комплекс факторов, оказывающих влияние на точность измерений микротвердости, в частности условий проведения замеров и конструктивных данных микросклерометра.