MIKROSKOPIE

ZENTRALBLATT FÜR MIKROSKOPISCHE FORSCHUNG UND METHODIK

Hauptschriftleitung Dr. Fritz Bräutigam und Prof. Dr. Alfred Grabner

Verlag Rudolf Hans Hammer, Wien VI, Linke Wienzeile 36 Tel. A 32-0-84

Band 3 1948 Heft 9—12 Seite 257—384

ÜBER DIE MIKROHÄRTE DER MINERALIEN

Mit 24 Abbildungen

Von PROF. DR. ROLAND MITSCHE und DR. mont. EMMA MARIA ONITSCH

(Institut für Metallkunde an der Montanistischen Hochschule Leoben; Vorstand Prof. Dr. Roland Mitsche)

INHALTSÜBERSICHT

A. Das Wesen der Härte

I. Eindringhärte 258
II. Ritzhärte 258
III. Schleifhärte 258

B. Nähere Kennzeichnung der Eindringhärte

I. Grundsätzliches 259
II. Praktische Ermittlung der Einkristallmikrohärte 260

C. Die praktische Ermittlung der Mikrohärte der Mineralien

I. Allgemeines 262
II. Die untersuchten Mineralien 267
III. Genauigkeit und Streugrenzen und die dafür maßgebenden Einflußgrößen 267
1. Prüfgerät 268
2. Probe.. 268
3. Prüfvorgang 289
4. Beobachter 291
5. Folgerungen für die vorläufige Ermittlung der Mikrohärte 292
IV. Die Mikrohärte der untersuchten Mineralien.. 294
V. Auswertung der Versuchsergebnisse.. 300
VI. Anhang: Die Mikrohärte der Kohlenbestandteile 305

Verschiedene Beobachtungen und Erfahrungen bei der Mikrohärteprüfung metallischer Werkstoffe (1, 2, 3) ließen es zweckmäßig erscheinen, die Möglichkeiten dieses Verfahrens für die Prüfung der Mineralien systematisch zu untersuchen.

Das Wesen der Mikrohärteprüfung, deren Entwicklung über E. M. H. LIPS (4) vor allem von den Arbeiten von H. HANEMANN und Mitarbeitern (5) und E. O. BERNHARDT (6) ausgeht, wurde kürzlich (2) ausführlich behandelt und soll hier nur zusammenfassend wiederholt werden. Dazu ist, auch wegen des Vergleiches mit den andern bei Mineralien üblichen Härteprüfverfahren, eine kurze Betrachtung über das Wesen der Härte erforderlich.

A. Das Wesen der Härte

Eine exakte Definition des Begriffes der Härte stößt auf große Schwierigkeiten (7, 8), man hat daher verschiedene Arten der „technischen Härte" eingeführt. Die Verfahren zu ihrer Bestimmung beruhen alle darauf, daß man einen Prüfkörper, der natürlich „härter" sein muß als der zu prüfende Stoff, in diesen eindrückt und bei zwei Arten der Härteprüfung noch zusätzlich bewegt.

Daraus ergeben sich drei verschiedene Verfahren zur Bestimmung der technischen Härte:

I. Eindringhärte (7, 8)

In diesem Fall mißt man die Belastung P, mit welcher der Prüfkörper eingedrückt wird und — nach Entlastung — die Größe des entstandenen Eindruckes, z. B. seine lineare Dimension d in der Prüffläche. Man definiert die Eindringhärte üblicherweise als den Quotienten von P geteilt durch die Oberfläche des Eindruckes oder durch seine Projektion in der Prüffläche, meist in kg/qmm.

Nach der erstgenannten Kennzeichnung arbeiten die Kugeldruckproben nach BRINELL, die Pyramidenhärteprüfung nach LUDWIK-VICKERS und die Mikrohärteprüfung (2—6), während z. B. die Meyer-Härte die Projektion des Eindruckes verwendet. Auch die Rockwell-Härteprüfung, bei welcher die Eindringtiefe gemessen wird, gehört hieher.

II. Ritzhärte (7—11)

Hier wird der Prüfkörper in die zu prüfende Fläche eingedrückt und anschließend noch parallel zur Prüffläche (also mehr oder weniger senkrecht zur Richtung des Eindruckes) verschoben, so daß eine Spur der Bewegungsbahn, ein Ritz, entsteht. Je nach der Beschaffenheit des Prüflings findet dabei entweder nur eine Verschiebung von Teilchen oder aber schon Abtrennung von Stoffteilchen des Prüflings statt. Zur Kennzeichnung der Ritzhärte hat man bisher entweder die Belastung P angegeben, die eine bestimmte Ritzbreite ergibt, oder die Ritzbreite, die bei einem bestimmten P entsteht. Schon E. MEYER (9) und neuerdings W. EHRENBERG (10) haben vorgeschlagen, die Ritzhärte ähnlich der Eindruckhärte in kg/qmm zu definieren. Man muß aber unbedingt festhalten, daß die Vorgänge beim Ritzen vom bloßen Eindrücken eines Prüfkörpers erheblich verschieden sind, so daß die Ritzhärte andere Eigenschaften eines Stoffes kennzeichnet als die Eindruckhärte. Dies haben beispielsweise E. SCHEIL und W. TONN (11) für Stähle nachgewiesen. In der Mineralogie wird zur Kennzeichnung der Härte bisher überwiegend die Ritzhärteprüfung nach MOHS und teilweise das Verfahren von TALMAGDE (12) verwendet.

III. Schleifhärte (13)

Bei diesem Verfahren wird zuerst eine Vielzahl von Prüfkörpern, z. B. Schmirgelkörner, in den Prüfling eingedrückt (entsprechend der Eindruckhärtebestimmung)

und dann diese Prüfkörper parallel zur Prüffläche bewegt (entsprechend der Ritzhärtebestimmung). Diese Bewegung erstreckt sich jedoch nicht nur auf eine bestimmte Strecke, sondern wird so lange fortgesetzt, bis größere Mengen des Prüflings abgetrennt sind und gleichzeitig die Prüfkörper infolge der Veränderungen, die sie selbst erleiden, unwirksam werden. Es handelt sich also um ein sehr komplexes Prüfverfahren, bei dem sowohl die Eigenschaften des Prüflings als auch die der Prüfkörper eine Rolle spielen. Es wird also hier wiederum eine ganz andere Eigenschaft des Prüflings bestimmt als bei den beiden anderen Verfahren.

Zusammenfassend muß also festgestellt werden, daß die drei Härtebegriffe Eindringhärte, Ritzhärte und Schleifhärte sehr verschiedene Eigenschaften eines Werkstoffes kennzeichnen und daß daher die Härte ein und desselben Stoffes gemäß den verschiedenen Härtebegriffen erhebliche, wenn nicht sogar grundsätzliche Unterschiede aufweist.

(Hier sei auch auf grundsätzliche Betrachtungen insbesondere über die Härte der Mineralien von V. PÖSCHL in seiner Schrift „Über die Härte der festen Körper", Dresden 1909, hingewiesen.)

B. Nähere Kennzeichnung der Eindringhärte

I. Grundsätzliches

Bei der Eindruckhärte muß man prinzipiell streng auseinanderhalten:

1. Vielkristallhärte

Der Prüfkörper ist im Verhältnis zur Größe der einzelnen Körner des Prüflings so groß, daß er immer mehrere Kristallite gleichzeitig erfaßt. Diese Härte bezeichnet man richtig als Vielkristallhärte.

Bei den üblichen Prüfverfahren dieser kurz als Vielkristallhärte bezeichneten Eigenschaft (nach den Verfahren von BRINELL, VICKERS, ROCKWELL), wie sie üblicherweise bei metallischen Werkstoffen angewendet wird, liegen die Prüflasten zwischen 1—3000 kg, die Eindruckdurchmesser bzw. Diagonalenlängen zwischen einigen hundertstel Millimetern und 5 mm. Man kann diese Verfahren unter dem Namen Makroverfahren zusammenfassen.

Sie bieten praktisch vor allem zwei große Vorteile:

Erstens sind sie für homogene und heterogene Gefüge grundsätzlich gleich anwendbar, und zweitens liefern sie Mittelwerte, die in der Regel mit vielen praktisch wichtigen Eigenschaften der metallischen Werkstoffe eng zusammenhängen, und gestatten dadurch eine vergleichende Bewertung. Auf Grund der letzteren Möglichkeit hat A. KIESLINGER die Anwendung der Brinell-Probe auch für Gesteinsuntersuchungen versucht. (Vgl. Geologie und Bauwesen **7** [1935] 65/78, mit ausführlichen Literaturangaben.)

2. Einkristallhärte

Sie kann beim Vorliegen entsprechend großer Einkristalle grundsätzlich nach den gleichen Verfahren ermittelt werden wie die Vielkristallhärte bei den Makroverfahren. Gegen eine allgemeine Anwendung der Makroverfahren sowohl bei den Metallen als auch bei den Mineralien für die Bestimmung der Einkristallhärte sprechen aber eine Reihe von Gründen, nämlich:

a) Die erforderlichen großen Einkristalle liegen nicht immer vor.

b) Bei spröden Mineralien zerbrechen die erforderlich größeren Proben leicht. Eine zur Vermeidung des Brechens notwendige satte und gleichzeitig genügend feste Einbettung erfordert einen erheblichen Aufwand.

c) Beim Prüfen im Anschliff tritt immer ein Miteinfluß der benachbarten Kristalle auf. Dieser Einfluß ist naturgemäß um so stärker, je größer der Eindruck im Verhältnis zur Größe des zu prüfenden Kristalles ist. Der Einfluß der Nachbarkristalle ist in heterogenen Gefügen um so stärker, je größer die Härteunterschiede zwischen den einzelnen Gefügebestandteilen sind. Bei homogenen Gefügen kann die verschiedene Orientierung der Nachbarkristalle einen starken Einfluß ausüben, der um so größer sein wird, je weniger das Gefüge geregelt ist und je weniger Gleitmöglichkeiten im Gitter vorliegen.

d) Das Auftreten von Zwillingsbildung und Kombinationsstreifungen erschwert die Bestimmung.

e) Es hat sich gezeigt (3), daß im Gegensatz zur bisher meist geäußerten Annahme auch die nach dem Makroverfahren ermittelte Härte, meist als Vielkristallhärte ermittelt, auch bei der Verwendung von Pyramiden oder Kegeln (die bei verschiedenen Belastungen geometrisch ähnliche Eindrücke ergeben) von der angewendeten Prüflast und somit von der Eindruckgröße abhängig ist. Das Maß dieser Abhängigkeit ist aber für die Härtekennzeichnung wesentlich (siehe später). Um diese Abhängigkeit feststellen zu können, braucht man selbst im theoretischen Mindestfall zwei Eindrücke, d. h. eine Fläche, wo man gerade noch einen einzigen Eindruck unterbringen kann, genügt nicht. Aus diesen Gründen geht man zweckmäßig auf kleinere Prüflasten und dementsprechend kleinere Eindrücke über. Man ermittelt so eine Härte, die man richtig als

3. Einkristallmikrohärte

bezeichnet.

In der Literatur hat sich dafür leider der nicht ganz zutreffende Ausdruck Mikrohärte eingebürgert. Dieser Ausdruck ist deshalb nicht einwandfrei, weil es Gefüge gibt, die aus Einzelbestandteilen aufgebaut sind, deren Größe kleiner ist als die kleinsten noch einigermaßen sicher ausmeßbaren Eindrücke, also etwa unter 1 Mikron (6). In diesem Fall kann man nur eine Vielkristallmikrohärte bestimmen. Es sei daher ausdrücklich festgestellt, daß die einfache Bezeichnung Mikrohärte in dieser Arbeit ausschließlich für die Einkristallmikrohärte verwendet wird. In Fällen, wo es sich um die Vielkristallmikrohärte handelt, wird dies ausdrücklich angegeben.

II. Praktische Ermittlung der Einkristallmikrohärte

Die Mikrohärte wird ermittelt, indem eine Diamantpyramide unter bestimmten Belastungen P in eine ebene Prüffläche eingedrückt wird, eine bestimmte Zeit eingedrückt bleibt und dann nach der Entlastung die Eindruckdiagonale d ausgemessen wird.

Einzelheiten darüber wurden in dieser Zeitschrift kürzlich veröffentlicht (2), so daß hier nur das Wesentliche kurz wiederholt zu werden braucht. Für die vorliegende Arbeit wurde der Mikrohärteprüfer von C. REICHERT, Wien (2, 14), verwendet, der einen Belastungsbereich von 1—100 g (130 g) aufweist und eine vierseitige Diamantpyramide mit einem Flächenwinkel von 136 Grad als Eindringkörper verwendet.

Die Mikrohärte wird allgemein als Quotient von Prüflast P in Gramm durch die Oberfläche des Eindruckes mit der Diagonalenlänge d in μ bestimmt.

Für die verwendete Pyramide ergibt sich

$$\text{Mikrohärte MH} = 1{,}855 \frac{P}{d^2} \text{ in g}/\mu^2 \text{ oder}$$

$$\text{MH} = 1855 \frac{P}{d^2} \text{ in kg/qmm}$$

doi:10.1007/BF01320 Download from Digitalisierungszentrum Wien

Zahlentafel 1

Aus der Mittelgeraden	NaCl (100)		Flußspat (100)		Gips (010) Spalt		Kalzit ($10\bar{1}1$)		Rauchquarz ($10\bar{1}0$)		Bergkristall ($10\bar{1}1$)		Korundanschliff	
d in μ	P in g	Δ d in μ	P in g	Δ d in μ	P in g	Δ d in μ	P in g	Δ d in μ	P in g	Δ d in μ	P in g	Δ d in μ	P in g	Δ d in μ
5	—	—	3	0,6	—	—	—	—	29	1,6	25	2	48	2,3
10	1,7	0,2	11	2,1	4	2,3	9	3,2	68	2	61	2	120	2,5
15	3,4	0,3	24	1,1	9	4,5	19	3,5	110	3,5	105	2,1	—	—
20	5	2	42	2,1	14	4,7	32	5	—	—	—	—	—	—
25	8	1,5	64	1,2	21	4,3	48	4,2	—	—	—	—	—	—
30	13	2,2	—	—	25	7,3	68	3,3	—	—	—	—	—	—
35	16	5,2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
40	21	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
45	26	1,8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
50	32	5,3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
55	39	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
60	45	6,4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
65	53	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
70	60	2,9	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Maximale Streuung $\triangle$ d (in μ) und die zu bestimmten Eindruckgrößen d gehörigen Prüflasten P (in g) in Abhängigkeit von d (in μ).

Nun ist aber nach E. MEYER (9) $P = a \cdot d^n$, wobei a und n Größen sind, welche den Werkstoff, seinen Zustand und die Verformungsvorgänge beim Eindrücken der Pyramide kennzeichnen (3).

Der Exponent n kann kleiner, gleich oder größer als 2 sein, und daher ist der Wert der Mikrohärte

$$MH = 1855 \frac{a \cdot d^n}{d^2} = 1855\, a \cdot d^{n-2}$$

von der Größe des Exponenten n entscheidend abhängig.

Nur wenn $n = 2$, ist die Mikrohärte von der Belastung unabhängig. Wenn n größer ist als 2, wird die Mikrohärte mit sinkender Prüflast bzw. abnehmender Eindruckgröße kleiner, hingegen wenn n kleiner als 2 ist, mit sinkender Prüflast größer. Je mehr sich n von 2 unterscheidet, um so mehr unterscheiden sich die Mikrohärtewerte bei verschiedenen Prüflasten.

Für eine einwandfreie Kennzeichnung der Mikrohärte ist daher die Angabe eines nach obigem berechneten Härtewertes und die Angabe des Exponenten n nötig. Demgemäß wurde vorgeschlagen (2), die Mikrohärte durch

$${}^{n}MH_{10\mu}$$

zu kennzeichnen, also die bei einer Eindruckdiagonale von 10 μ errechnete Härte, wobei der gleichzeitig angegebene Exponent n des Meyerschen Potenzgesetzes innerhalb des Bereiches um 10 μ als konstant angesehen wird.

Die in der Literatur (2, 3, 5, 6) vorliegenden Angaben über den Zahlenwert des Exponenten n beziehen sich fast nur auf metallische Werkstoffe bzw. auf die in ihnen vorkommenden Gefügebestandteile. Für Mineralien sind, abgesehen von Einzelfällen (6), bisher nur in einer Arbeit (3) Werte von n bekanntgeworden.

Die Bestimmung der Mikrohärte einschließlich des n wird so vorgenommen, daß man zusammengehörige Werte von P und d in ein doppellogarithmisches Koordinatensystem einträgt.

Gemäß $\log P = \log a + n \log d$ (aus dem Meyerschen Potenzgesetz) ist für konstantes n der Zusammenhang von P und d durch eine Gerade, die sogenannte Meyer-Gerade, *Abb. 1*, gegeben, wobei n der Tangens des Neigungswinkels der Geraden ist.

$MH_{10\mu}$ wird nach der oben gegebenen Formel berechnet, unter Verwendung der zu einer Diagonallänge von 10 μ ($d_{10\mu}$) zugehörigen Belastung ($P_{10\mu}$).

C. Die praktische Ermittlung der Mikrohärte der Mineralien

I. Allgemeines

Um eine erste Beurteilungsgrundlage für die Anwendung der Mikrohärteprüfung der Mineralien zu schaffen, mußte festgestellt werden, welche Streuungen bei gegebenen Arbeitsbedingungen auftreten. Zu diesem Zwecke wurden mit dem Mikrohärteprüfer von C. REICHERT von drei verschiedenen Beobachtern Messungen an natürlichen Flächen von Mineralien sehr verschiedener Härte und verschiedenem Gitterbau vorgenommen, und zwar:

Steinsalz (100), Gips, Spaltfläche (010), Kalkspat ($10\bar{1}1$), Quarz ($10\bar{1}0$) und ($10\bar{1}1$) und an einem Anschliff eines Korundkristalls.

Um die größtmögliche Streuung zu ermitteln, wurden sämtliche an sich einwandfreie Meßpunkte verwendet und die absoluten Größt- und Kleinstwerte zur Kennzeichnung des Streugebietes gemäß *Abb. 2* verwendet. Durch dieses Streugebiet wird dann die mittlere Meyer-Gerade gezeichnet und zur Berechnung der Mikrohärte verwendet. Dieses Streugebiet umfaßt sämtliche Faktoren, die auf die Mikrohärte einen Einfluß haben. Sie werden in den folgenden Abschnitten noch eingehend behandelt.

Der praktische Wert der Kenntnis dieses Streugebietes liegt darin, daß man einen zahlenmäßigen Überblick darüber erhält, welche Unterschiede in der Mikrohärte beim Prüfen einer Kristallfläche auftreten können, wenn nur Einzelmeßpunkte (also nicht die Meyer-Gerade) miteinander verglichen werden können. Solche Einzelmessungen können sich im äußersten Fall um die Werte $\triangle d$, Abb. 2, unterscheiden. In Zahlentafel 1 sind die zu bestimmten Eindruckgrößen $d\mu$ gehörigen abgerundeten Werte von P (g) und $\triangle d$ (μ) zusammengefaßt.

Hiezu ist folgendes zu bemerken: Bei jedem der genannten Mineralien wurden so viele Meßreihen, von denen jede der Ermittlung einer Meyer-

download unter www.biologiezentrum.at

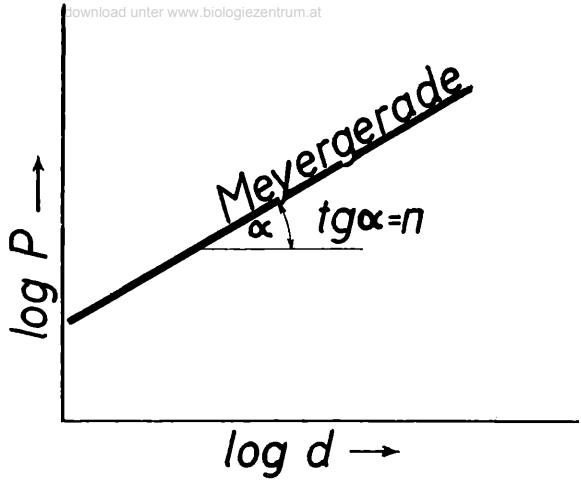

Abb. 1. Zusammenhang von Prüflast P und Eindruckdiagonalenlänge d bei konstantem n; Meyer-Gerade doppeltlogarithmischen Koordinatensystem.

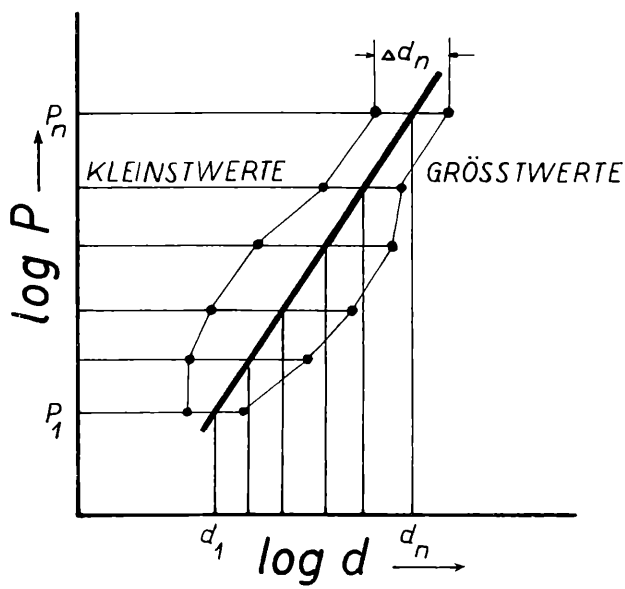

Abb. 2. Maximales Streugebiet von P und d und graphische Ermittlung der mittleren Meyer-Geraden (Mittelgerade).

Geraden entspricht, durchgeführt, bis keine weitere Messung Werte ergab, die außerhalb des so ermittelten maximalen Streugebietes lagen. Derart wurden z. B. beim Steinsalz 21 Meßreihen mit je rund 10 Prüflasten aufgenommen und bei jeder Prüflast ein Mittelwert aus 3—5 Einzelmessungen gebildet, so daß für die Ermittlung des Streugebietes und damit der Meyer-Geraden für das Steinsalz etwa 800—1000 Einzelmessungen zugrunde liegen.

Bei den anderen Mineralien kann aus verschiedenen Gründen kein so großer Meßbereich ausgenutzt werden wie beim Steinsalz.

Solche Gründe sind z. B. folgende:

Bei zu kleinen Belastungen und damit zu kleinen Eindruckmessern entstehen bei manchen Mineralien keine der Prüfpyramide ähnlichen Eindrücke, sondern es tritt nur ein rundlicher Ausbruch auf. Dies ist z. B. beim Quarz der Fall, wo erst ab etwa 40 g Prüflast brauchbare Eindrücke entstehen: daher sind die für Quarz bei $d_{5\mu}$ angegebenen Werte mit etwas Vorsicht aufzunehmen. Ähnlich ist es beim Korund, wo bei Prüflasten unter 30 g keine auswertbaren Eindrücke entstehen. Bei großen Belastungen treten teilweise sehr starkes Ausbrechen, Abgleiten, Risse und Randwulstbildung auf, so daß die Ausmessung zu ungenau wird. Solche Verhältnisse liegen z. B. beim Gips und Kalzit vor. Schließlich ist bei härteren Mineralien auch noch eine Grenze durch den Belastungsbereich des Apparates gegeben, da Quarz für einen Eindruck von 15μ und Korund schon bei 10μ Prüflasten über 100 g erfordern.

In allen Fällen wurden aber mindestens 5—6 verschiedene Prüflasten angewendet, z. B. beim Korund 6 Belastungen zwischen 32 und 112 g und so 12 Meßreihen durchgeführt, so daß in diesem Fall noch immer 200—250 Einzelmeßpunkte ausgewertet sind.

Auf alle Fälle sind die aus diesen Messungen gemittelten Meyer-Geraden und damit die daraus gerechneten Mikrohärten weitestgehend gesichert. Hiezu sei noch weiter bemerkt, daß bei den natürlichen Flächen immer mehrere gleichwertige Flächen untersucht wurden, wobei sich praktisch immer dieselben Mittelwerte ergeben haben.

Bei kleinen d-Werten, etwa $5—6\mu$ und kleiner, treten sehr häufig Abweichungen von der gemittelten Meyer-Geraden auf, die darauf hinweisen, daß der Exponent n keine konstante Größe ist.

Aus diesem Grund wurden so kleine Eindrücke in der Regel nicht ausgewertet. Andererseits treten bei d-Werten von etwa 20μ vielfach schon sehr erhebliche Streuungen auf, so daß es auch aus diesem Grunde zweckmäßig erscheint, die Mikrohärte als

$$^{n}\mathrm{MH}\ 10\mu$$

zu kennzeichnen, wobei sich das n etwa auf einen Bereich zwischen $5—20\mu$ erstreckt.

Aus Zahlentafel 1 ergeben sich für $d = 10\mu$ folgende Werte der Gesamtstreuung von $\triangle d$ in μ:

download unter www.biologiezentrum.at

Mineralien	NaCl	Gips	Kalzit	Flußspat	Rauchquarz	Bergkristall	Korund
Fläche	(100)	Spalt (010)	$(10\bar{1}1)$	(100)	$(10\bar{1}0)$	$(10\bar{1}1)$	Anschliff
$\triangle$ d in μ	0,2	2,3	3,2	2,1	2		
$^1/_2 \triangle$ d in μ	± 0,1	± 1,15	± 1,6	± 1,05		± 1	± 1,25
$P_{10\mu}$ in g	1,45	4,2	9	11	68	61	115
Die $MH_{10\mu}$ für die untersuchten Mineralien beträgt:							
	27	76	172	206	1230	1130	2100
Errechnet man, bezogen auf diesen Mittelwert, die ± Streuung in Prozenten, so ergeben sich folgende Werte:							
	± 2	± 25	± 32	± 20	± 20	± 20	± 26

Aus diesen Zahlen geht eindeutig hervor, daß, abgesehen von Sonderfällen, wie z. B. beim Steinsalz, wo auf den Würfelflächen praktisch überhaupt keine Streuung auftritt, ein Vergleich von einzelnen Meßpunkten (also ohne Aufnahme der Meyer-Geraden) bei den Mineralien überhaupt nur dann einen Wert hat, wenn für seine Ermittlung eine so große Zahl von Einzelmessungen vorgenommen wird, daß man verläßlich den zur gewählten Prüflast gehörigen Mittelwert von d bestimmen kann.

Nun ist aber, wie weiter oben gezeigt wurde, die Eigenschaft, die als Mikrohärte bezeichnet wird, erst durch die gemeinsame Angabe des Härtewertes bei einer bestimmten Belastung und des Exponenten n gekennzeichnet. So ist es daher richtiger und führt zu viel allgemeiner brauchbaren Ergebnissen, wenn man von vornherein die Meyer-Gerade aufnimmt, zumal dies, wie gleich gezeigt wird, auch nicht viel mehr Meßarbeit erfordert.

Wir haben verschiedentlich untersucht, wie viele Messungen mindestens erforderlich sind, um auch bei Mineralien mit einem großen Streugebiet nach Abb. 2 zu einem Mittelwert zu gelangen, der von dem wirklichen um höchstens ± 5 % abweicht. Als vorläufiges Ergebnis, das durch weitere Erfahrungen noch gewisse Korrekturen erfahren könnte, kann folgendes festgehalten werden:

Bei Mineralien, welche klare, leicht ausmeßbare Eindrücke ohne die früher genannten Störungen ergeben, wie z. B. das Steinsalz, und bei denen mit einer gewissen Sicherheit angenommen werden kann, daß innerhalb der geprüften Fläche keine größeren Ungleichmäßigkeiten vorliegen (was natürlich von vornherein nicht leicht zu entscheiden ist,

sondern vielfach erst durch die Mikrohärtemessung selbst festgestellt wird), genügt es, bei 3—6 Belastungsstufen je 3—6 Einzelmessungen vorzunehmen und durch die so gewonnenen Mittelwertspunkte die Meyer-Gerade zu zeichnen.

Bei Mineralien, bei denen unklare, schlecht ausmeßbare, ausgebrochene, mit Randwulsten behaftete Eindrücke entstehen und die vielfach auch an Stelle der geraden Eindruckkanten gekrümmte zeigen, genügen ebenfalls 3—6 Belastungsstufen, aber man muß in der Regel viel mehr Eindrücke machen, bis man ebenfalls 3—6 wirklich einwandfreie Eindrücke für die Auswertung erhält.

Als Beispiel sei die Mikrohärtebestimmung des Korunds an einer angeschliffenen Fläche angeführt. Als Mittelwert von 15 Meßreihen hat sich $^{1,26}MH_{10\mu} = 2100$ kg/qmm ergeben.

Von diesen Messungen waren zuerst 12 Reihen und etwa ein halbes Jahr später, als unabhängige Kontrolle, 3 solche durchgeführt worden. Bei diesen Kontrollreihen waren sechs Belastungsstufen und statt je 3—6 Eindrücken hier 6—9 je Belastung angewendet worden. Die ersten 12 Reihen hatten $^{1,25}MH_{10\mu} = 2040$ kg/qmm ergeben, die drei Kontrollreihen $^{1,28}MH_{10\mu} = 2140$ kg/qmm. In diesem Fall liegt, wegen der relativ guten Ausmeßbarkeit der Eindrücke, die Streuung noch unter dem $\pm$ 5-%-Wert. Die Zahl der notwendigen Messungen liegt also zwischen 9 und 39.

Wenn man nur bei einer einzigen Belastung mißt, wie dies z. B. J. SIEBEL (17) an einigen Mineralien durchgeführt hat, so braucht man auf alle Fälle mehr als 9 Messungen, um nur diesen einen richtigen Mittelwert von d zu erhalten. Außerdem ist, wie bereits wiederholt betont wurde, die Mikrohärte nur dann eine Konstante, wenn $n = 2$, und nur in diesem Fall kann man sie bei jeder beliebigen Eindruckgröße ermitteln.

Je mehr n von 2 verschieden ist, um so größer werden die Unterschiede bei den verschiedenen Belastungen. Es hat z. B. Kalzit eine Mikrohärte von $^{1,67}MH_{10\mu} = 172$ kg/qmm, während die $MH_{5\mu} = 200$ kg/qmm und die $MH_{20\mu} = 148$ kg/qmm beträgt.

Um aber feststellen zu können, ob n gleich 2 ist, braucht man schon a priori die Meyer-Gerade. Der Vorteil der Aufnahme der vollständigen Meyer-Geraden, selbst wenn man nur etwa 12—18 Einzelmessungen ausführt, liegt weiter darin, daß man herausfallende Werte sofort als solche erkennen und entweder als Fehlmessungen ausscheiden kann oder, wenn sich solche Werte wiederholen, auf Besonderheiten aufmerksam gemacht wird, welche diese Werte verursachen.

Es wird aber nochmals ausdrücklich darauf verwiesen, daß bei d-Werten um 5 μ und kleiner sehr häufig eine Änderung des Zahlenwertes von n eintritt, so daß Meßpunkte, die in diesem Bereich von d liegen und von der Meyer-Geraden stark abweichen, nicht Fehlmessungen sind, sondern eben die Änderung von n anzeigen.

Zusammenfassend ergibt sich für die praktische Bestimmung der Mikrohärte von Mineralien nach unseren Erfahrungen der Vorschlag, wenn

irgendwie möglich die Meyer-Gerade mit mindestens 3—4 verschiedenen Prüflasten und mindestens 3 einwandfreien Eindrücken je Prüflast zu ermitteln. Dabei sollen die Prüflasten so liegen, daß Eindruckdiagonalenwerte zwischen 5 und 20μ einigermaßen gleichmäßig verteilt entstehen.

II. Die untersuchten Mineralien

Die Eindringhärte hängt in entscheidender Weise von der Fähigkeit der Kristalle zur Gleitebenenbildung ab, d. h. also, daß der Gitteraufbau einer der wesentlichsten Faktoren ist.

Es wurden folgende Mineralien untersucht:

I. Kubisches System

1. Steinsalz ($NaCl$)
2. Bleiglanz (PbS)
3. Flußspat (CaF_2)
4. Tetraedrit (Cu-Sb-Fahlerz)
5. Magnetit (Fe_2O_3)
6. Pyrit (FeS_2)

II. Trigonales System

7. Kalzit ($CaCO_3$)
8. Magnesit ($MgCO_3$)
9. Magnesit ($MgCO_3$), Fe-haltig
10. Dolomit ($CaMg[CO_3]_2$)
11. Siderit ($FeCO_3$)
12. Ankerit ($[Fe, Mg, Mn]CaC_2O_6$)
13. Ilmenit ($FeTiO_3$)
14. Quarz (SiO_2)
15. Korund (Al_2O_3)

III. Tetragonales System

16. Kupferkies ($CuFeS_2$)

IV. Hexagonales System

17. Rotnickelkies ($NiAs$)
18. Apatit ($Ca_5F[PO_4]_3$)

V. Rhombisches System

19. Silberglanz (Ag_2S)
20. Rammelsbergit ($NiAs_2$)
21. Markasit (FeS_2)
22. Topas ($Al_2[F_2Si\text{-}O_4]$)

VI. Monoklines System

23. Talk ($Mg_6[OH]_4Si_8O_{20}$)
24. Gips ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$)
25. Adular ($KAlSi_3O_8$)

III. Genauigkeit und Streugrenzen

Die Größe des Streugebietes nach Abb. 2 hängt von einer großen Zahl von Faktoren ab. Für die Mikrohärtebestimmung der Metalle sind diese Faktoren schon teilweise behandelt worden (5 a, 6) und insbesondere haben sich W. BISCHOF und P. WENDEROTT (15) damit befaßt. Für Mineralien liegen einige Angaben von E. M. ONITSCH (3) und Einzelangaben bei F. O. BERNHARDT (6), aber in der uns zugänglichen Literatur keine diesbezüglichen systematischen Untersuchungen vor. Infolge der großen Zahl von Einzelfaktoren konnten in der vorliegenden Arbeit nicht alle genügend eingehend untersucht werden.

Es wurde vielmehr angestrebt, die Verhältnisse bei der Mikrohärtebildung der Mineralien unter solchen Prüfbedingungen zu untersuchen, wie sie für ein praktisches mineralogisches Arbeitsverfahren auch wirklich in Frage kommen können. Eine vollständige Klärung aller Fragen hätte den vorgesehenen Rahmen dieser ersten Arbeit überschritten.

Folgende Einflußgruppen müssen unterschieden werden:

1. das Prüfgerät,
2. die Probe,
3. der Prüfvorgang,
4. der Beobachter.

1. Das Prüfgerät

Um zunächst die Frage zu entscheiden, ob es möglich ist, mit Prüfgeräten verschiedener Bauart gleiche Ergebnisse zu erhalten, wenn alle sonstigen Bedingungen gleich sind, wurden von E. M. ONITSCH[1]) vergleichende Mikrohärtebestimmungen an einem Gerät von C. REICHERT (14) und einem Hanemann-Zeiß-Mikrohärteprüfer (5) durchgeführt[2]).

Es ergab sich dabei, daß mit beiden Prüfgeräten gleiche Ergebnisse erzielt werden. Man darf wohl annehmen, daß diese an je einem Gerät festgestellte Tatsache auch für die Typen an sich gilt.

2. Die Probe

Hier können folgende Einzelfaktoren eine Rolle spielen:

a) Zusammensetzung, Mischkristallbildung, Oberflächenveränderungen
b) die Probenvorbereitung;
c) örtliche Inhomogenitäten infolge von Kristallbaufehlern oder Spannungen, Mosaikkristallbildung und Verzwilligungen;
d) die Verformbarkeit und die auftretenden Störerscheinungen (Abgleiten, Ausbrechen, Randwulste, Risse), das Verhältnis der elastischen und bleibenden Verformung (Rückfederung), Spaltbarkeit;
e) die Orientierung des Kristalls.

a) Zusammensetzung, Mischkristallbildung, Oberflächenveränderungen

Der Haupteinfluß ist selbstverständlich durch die Zusammensetzung und den Gitteraufbau gegeben. Es ist ja der Zweck der Mikrohärtebestimmung, diesen Einfluß zu erfassen.

Nun liegen aber bei den Mineralien in sehr vielen Fällen keine reinen Stoffe (Endglieder), sondern mehr oder weniger Mischkristallbildungen vor.

---

[1]) Noch unveröffentlichte Versuche.

[2]) Der Werksdirektion Steyr der Steyr-Daimler-Puch A. G. sei auch hier für die Ermöglichung dieser Versuche bestens gedankt.

Zahlenmäßige Angaben über den Einfluß der Mischkristallbildung auf die Härte liegen nur in sehr rohem Ausmaß als Ritzhärtewerte vor, z. B. wird die Mohs-Härte der vollständigen Mischkristallreihe Safflorit ($CoAs_2$) — Rammelsbergit ($NiAs_2$) als $4^1/_2$—$5^1/_2$ angegeben (18). In metallischen Mischkristallreihen treten bei mittleren Zusammensetzungen Maxima der Härte auf. Bei Mineralien liegen offenbar andere Verhältnisse vor, für deren genaues Studium die Mikrohärtemethode von großem Wert sein wird.

Die Anwendbarkeit der Mikrohärtebestimmung erscheint durch diese Tatsache eingeengt. Für eine sinnvolle Anwendung der Mikrohärteprüfung ist es in solchen Fällen zunächst notwendig, die Mikrohärte der reinen Stoffe zu kennen. Soferne die Endglieder von Mischkristallreihen nicht als natürliche Mineralien vorkommen, kann man sie vielfach, wenigstens mit einer gewissen Annäherung, synthetisch herstellen. So wurde z. B. möglichst reines FeS durch Herstellung einer FeS-Legierung mit etwa 10% S erzeugt und mit Magnetkies aus Fahlun verglichen. Während aber im natürlichen Magnetkies ein geringer, durch Fe-Leerstellen zu deutender S-Überschuß vorhanden ist (19), kann in dem neben Eisen vorkommenden FeS ein gewisser Fe-Überschuß vorliegen (20). Die beiden FeS-Mineralien zeigten eine weitgehende Übereinstimmung im Verhalten, insbesondere auch in der Tatsache, daß sich der n-Wert gerade bei einem Eindruck von 10 μ stark ändert. Der Magnetkies aus Fahlun hat $^{1,50}MH_{10\mu} = 270$; n ist bis etwa 10 $\mu = 1,52$ (bei größeren Eindrücken wird $n = 2,45$). Das synthetische FeS, ein $^{1,75}MH_{10\mu} = 290$ kg/qmm.

Weiters müssen noch die Gesetzmäßigkeiten der Abhängigkeit der Eindringhärte von der Zusammensetzung in binären, ternären und komplexen Mischkristallreihen bekannt sein. Dann kann man allerdings aus der ermittelten Mikrohärte auch Rückschlüsse auf das Ausmaß einer vorhandenen Mischkristallbildung ziehen.

Solange aber die eben erwähnten Grundlagen nicht bekannt sind, kann man die Mikrohärtewerte von Mineralien, bei denen Mischkristallbildung möglich ist, nur als kennzeichnend für ein bestimmtes Einzelstück, nicht aber für das Mineral an sich ansehen.

Bei natürlichen Flächen muß immer mit der Möglichkeit gerechnet werden, daß sie durch irgendwelche Einflüsse (Verwitterung, Auswitterung, Oberflächenkorrosion im weitesten Sinn) verändert sind und daher andere Eigenschaften als das Kristallinnere zeigen. Dies spräche dafür, die Mikrohärte an Anschliffen zu bestimmen und nur solche Werte zu vergleichen, wenn nicht noch andere Gesichtspunkte zu berücksichtigen wären.

b) Probevorbereitung

In allen Fällen, wo die Probe angeschliffen werden muß, praktisch also immer, mit Ausnahme der Prüfung von natürlichen Kristallflächen und Spaltflächen, wird die Oberfläche durch den Schleif- und Poliervorgang mehr oder weniger stark verformt (16, 16 a, 16 b) und in der Regel verfestigt. Dies

download unter www.biologiezentrum.at

Zahlentafel 2

Einfluß des Schleifens und Polierens auf die Mikrohärte von Einkristallen

Mineral und Fläche	Natürliche Fläche		Parallel zur natürl. Fläche Geschliffen und Poliert	
	n	$MH_{10\mu}$ kg/qmm	n	$MH_{10\mu}$ kg/qmm
Steinsalz (100)	1,90	27	1,80	35
Flußspat (100)	1,96	206	1,90	248
Dolomit (10$\bar{1}$1)	1,81	420	1,55	475
Kalzit (10$\bar{1}$1)	1,78	172	2,15	167
Rauchquarz (10$\bar{1}$0)	1,10	1230	1,05	1300
Topas (110)	1,30	1130	1,44	1110
Apatit (10$\bar{1}$0)	1,00	760	1,25	610
Adular (110)				
I (Schweiz)	0,74	1150	0,93	860
II (Venediger)	0,74	1150	1,34	930

ist für metallische Werkstoffe wiederholt einwandfrei nachgewiesen worden (5 a, 6, 15).

E. O. BERNHARDT (6) hat auch an Hämatit und Lithiumfluorid und sogar am sehr harten Borkarbid Oberflächenverfestigungen nachgewiesen. Wir haben einige Mineralien mit sehr verschiedenem Gitterbau und sehr großen Mikrohärteunterschieden untersucht, und zwar so, daß an derselben Probe einmal natürliche Wachstumsflächen und dann (mit Ausnahme des Topas, wo verschiedene Individuen benutzt werden mußten) dieselbe Fläche nach dem Abschleifen und Polieren geprüft wurde. Es wurden die üblichen metallographischen Schmirgelscheiben und Schmirgelpapiere, zum Polieren Tonerde verwendet oder mit trockenen gebrauchten Poliertüchern gearbeitet.

An dem gegen Bearbeitung ziemlich empfindlichen Steinsalz wurde festgestellt, daß die Art des Schleifvorganges keinen merklichen Einfluß auf die Oberflächenverfestigung hatte.

Aus den Ergebnissen gemäß Zahlentafel 2 kann man folgendes erkennen. Es gibt 2 Gruppen von Mineralien, die auf den Schleif- und Poliervorgang ganz verschieden ansprechen:

Gruppe I: Steinsalz, Flußspat, Dolomit. Die Mikrohärte steigt, während der Meyer-Exponent n sinkt.

Gruppe II: Apatit, Adular. Die Mikrohärte sinkt, der Exponent n steigt.

Bei Rauchquarz und Topas sind die Veränderungen zu gering, um sie sicher einer der beiden Gruppen zuzuordnen.

Der Kalzit zeigt ein ganz merkwürdiges Verhalten, die Härte bleibt konstant, aber n steigt auf einen ungewöhnlich hohen Wert an.

Bei Metallen wurde nach neueren Versuchen sowohl ein Verhalten nach Gruppe I als auch nach Gruppe II gefunden (Vortrag E. M. ONITSCH, I. P. T., Graz, 1948). Die Wichtigkeit, sowohl die Härte als auch des Exponenten n zu ermitteln, wird hier besonders klar.

Für eine Deutung der beobachteten Tatsache müssen erst noch wesentlich mehr Versuchsunterlagen gesammelt werden. Immerhin kann man schon jetzt sagen, daß der Gitteraufbau eine wichtige Rolle spielt. Man könnte sich weiter vorstellen, daß bei der Gruppe II durch das Schleifen in den oberflächennahen Schichten eine starke Aufspaltung in mosaikkristallartige Gitterblöcke oder etwas größere Individuen stattfindet. Je nach dem Ausmaß dieser Aufspaltung würde es sich dann im Anschliff also gar nicht mehr um die Mikroeinkristallhärte, sondern um eine Mikrovielkristallhärte handeln (Mosaikvielkristallhärte).

Die Möglichkeit, daß die Eindringhärte durch Unterteilung eines Kristalls in kleinere Individuen geringer wird, d. h. also, daß die Korngrenzen keine größere, sondern eine geringere Verformungsbehinderung geben als das Kristallinnere, ist für Mineralien bisher noch nicht nachgewiesen. Bei Metallen wurde verschiedentlich (5 a) nachgewiesen, daß derselbe Werkstoff als Einkristall härter sein kann als in vielkristalliner Form. Auf alle Fälle ergibt sich aber, daß die Frage der Oberflächenveränderungen durch das Schleifen und Polieren erst völlig geklärt werden muß, ehe die Mikrohärte auch für absolute quantitative Messungen verwendet werden kann.

Eine Möglichkeit, schon ohne diese Klärung zu arbeiten, liegt darin, daß man die Mikrohärte grundsätzlich nur auf Anschliffe bezieht. Allerdings muß auch dafür noch nachgewiesen werden (was wir nur am Steinsalz untersucht haben), daß die Art des Schleifens keinen wesentlichen Einfluß hat.

Auf eine weitere Komplikationsmöglichkeit muß noch hingewiesen werden. Es wurde bereits erwähnt, daß der Meyer-Exponent nur innerhalb eines gewissen Bereiches als konstant angesehen werden kann.

Änderungen von n sind unter anderem auch bei sehr kleinen Eindrücken, also solchen, welche gerade die verformte Oberflächenzone erfassen, zu erwarten. Wenn also bei sehr kleinen Eindrücken Änderungen von Mikrohärte und n auftreten, so können die Ursachen sowohl in einer tatsächlichen Veränderung der oberflächennahen Schichten als auch in den bei kleinen d andersartigen Verformungsvorgängen beim Eindruck ihre Ursachen haben. Diese letzte Frage wird derzeit untersucht.

c) Örtliche Inhomogenitäten oder Spannungen

Örtliche Inhomogenitäten, die sich über Bereiche erstrecken, die mit der Eindruckgröße vergleichbar sind, können die Mikrohärte beeinflussen. Bei

der praktischen Durchführung der Mikrohärteprüfung kann man diesen Einfluß dadurch ausschalten, daß man Einzelwerte, die weit aus dem Durchschnitt fallen, einfach eliminiert.

Auch Spannungen wirken sich auf die Härte aus. Während aber andere Versuche, aus der Härte auf den Spannungszustand zu schließen, bei metallischen Werkstoffen bisher zu keinem bekannten auswertbaren Ergebnis geführt haben, konnte E. O. BERNHARDT (6) nachweisen, daß sowohl bei kristallinen als auch bei amorphen Stoffen der Exponent n durch Eigenspannungen beträchtlich geändert wird. Daraus ergibt sich vielleicht eine Möglichkeit einer Spannungsmessung, wenn es gelingt, alle anderen Faktoren, welche n ebenfalls beeinflussen, zu eliminieren. Andererseits kann man beim Vorliegen einer genügend großen Zahl von Einzelmeßpunkten und der Kenntnis der Härtewerte der homogenen ungestörten Kristallfläche Rückschlüsse auf den Grad und vielleicht sogar auf die Art der vorhandenen Inhomogenitäten ziehen.

d) Die Verformbarkeit

Die Verformbarkeit der Probe spielt bei der Ermittlung der Mikrohärte in verschiedener Hinsicht eine wichtige Rolle.

Zunächst muß die Probe überhaupt das Vermögen besitzen, eine bleibende Verformung anzunehmen, d. h. es müssen im Gitter unter dem Einfluß der durch das Eindrücken der Diamantpyramide entstehenden Spannungen solche Lagenveränderungen (Gleitungen, Schiebungen, Drehungen usw.) eintreten, die nach Entlastung nicht mehr zurückgehen. Nicht alle Körper haben diese Fähigkeit der bleibenden Verformbarkeit. So hat E. O. BERNHARDT (6) nachgewiesen, daß bei Graphit kein Eindruck zu erzielen ist, wenn die Basistranslation (z. B. durch sehr geringe Korngröße oder bei Vorliegen einer Sphärolithenstruktur) ausgeschaltet ist. Wir haben bei der Untersuchung der Mikrohärte von Kohle und Koks (siehe dieses Kapitel) ganz entsprechende Feststellungen gemacht.

Die meisten Stoffe zeigen ein Verhalten, das zwischen der ideal elastischen und ideal plastischen Verformbarkeit liegt, d. h. der unter dem Einfluß der Prüflast erzeugte Eindruck ändert nach der Entlastung seine Form und Größe. Da nun aber die Mikrohärte definitionsgemäß der Quotient von Prüflast und der Eindruckgröße (die durch diese Prüflast entsteht) ist, so muß natürlich richtigerweise eigentlich die Eindruckgröße unter der Prüflast herangezogen werden. Tritt bei Entlastung eine irgendwie ins Gewicht fallende Änderung des Eindruckes gegenüber dem Eindruck unter der Last ein, so kann die nach Entlastung gemessene Mikrohärte nicht mehr streng als definitionsgemäß angesehen werden. Über das Ausmaß der durch das Rückfedern nach der Entlastung auftretenden Änderungen liegen für metallische Gefügebestandteile schon einige, sich scheinbar widersprechende Angaben vor (6, 15, 21, 22), wobei nochmals insbesondere auf die Arbeit von W. BISCHOF und B. WENDEROTT (15) verwiesen sei. Während bei einer Gruppe von Untersuchungen (21, 22) eine Rückfederung einwandfrei festgestellt

wurde, hat E. O. BERNHARDT (6) z. B. an Al ebenso einwandfrei durch Aufnahmen belegt, daß eine Änderung der Eindruckdiagonale nicht eintritt. Eine Erklärung dieser Diskrepanzen läßt sich wahrscheinlich aus den Meßergebnissen von BISCHOF und WENDEROTT finden. Diese stellten fest, daß die Rückfederung der Eindringtiefe im allgemeinen um so größer ist, je härter der geprüfte Gefügebestandteil ist, z. B. bei Belastungen 1—10 kg bei Martensit $^{1,4}MH_{10\mu} = 1200$ kg/qmm: 27%, bei Weicheisen $^{1,8}MH_{10\mu} = 160$ kg/qmm: 6%.

Außerdem finden sie, daß die Rückfederung mit abnehmender Belastung prozentuell immer größer wird, z. B. bei Kupfer bei 1—10 kg 18%, bei 0,02—0,13 kg 23%. Schließlich stellten BISCHOF und WENDEROTT fest, daß sich auch die Eindruckdiagonale durch die Belastung ändert bzw. anders gemessen wird. Allerdings sind diese Änderungen wesentlich kleiner, sie betragen z. B. bei 50 g Prüflast bei Martensit 1%, bei Weicheisen 7% und bei 100 g bei Martensit 5%, bei Weicheisen 3%. Diese letztgenannte Tatsache kann aber wahrscheinlich auf die Wulstbildung um den Eindruck zurückgeführt werden. Wir glauben, aus den bisherigen Literaturangaben den vorläufigen Schluß ziehen zu dürfen, daß zumindest für metallische Gefüge Rückfederungserscheinungen um so geringer sein dürften, je besser gleitfähig ein Stoff ist, also grob gesprochen, je größer sein n und je kleiner seine $^{n}MH_{10\mu}$ ist. Damit würde es z. B. zwanglos zu erklären sein, daß BERNHARDT beim Rein-Al mit $^{1,85}MH_{10\mu} = 60$ kg/qmm praktisch keine Änderung der Diagonallänge durch die Entlastung festgestellt hat.

Für Mineralien liegen bisher über die Verhältnisse von elastischem zu plastischem Verformungsanteil überhaupt keine Angaben vor. Wir selbst mußten auf die Durchführung eigener Messungen verzichten, weil mit jeder „Hochwassermethode (7)", wie sie auch für die Mikrohärte angewendet wurde (15), eine gewisse Gefährdung der Apparatur verbunden ist, die wir derzeit nicht riskieren können.

Man muß daher v o r l ä u f i g bei den Mineralien ebenso vorgehen, wie bisher bei den Metallen, d. h. auf die Berücksichtigung der Rückfederung verzichten und für die Berechnung der Mikrohärte stillschweigend die Eindruckgröße n a c h Entlastung heranziehen. Dieses Vorgehen erscheint, abgesehen von der vorläufigen Notwendigkeit, durch die Tatsache einigermaßen gerechtfertigt, daß die Änderungen der Diagonalenlänge relativ gering erwartet werden können. Dagegen spricht die Tatsache, daß die n-Werte der Mineralien in sehr großen Grenzen schwanken, so daß der Fehler z. B. bei Steinsalz und Flußspat klein, bei Apatit oder Feldspat groß sein wird.

In vielen Fällen, besonders deutlich z. B. bei Quarz, hat es den Anschein, als ob die Eindrücke sehr flach seien, daß also eine erhebliche Rückfederung in der Tiefe eingetreten ist. Mangels einer quantitativen Meßmöglichkeit kann dies vorläufig nur als subjektiver Eindruck festgehalten werden.

Neben der Frage, ob überhaupt eine Verformbarkeit vorliegt, ist das absolute Maß dieser Eigenschaft von sehr großem Einfluß. Dies geht aus fol-

genden grundsätzlichen Überlegungen hervor. Der Fließvorgang bei der Verformung ist vom gesamten Spannungszustand abhängig, wobei z. B. allseitige Druckspannung das Eintreten von Gleitungen begünstigt. Der Spannungszustand ändert sich aber beim Eindrücken der Pyramide ständig. Es ist daher möglich, daß in bestimmten Fällen bei kleinen Belastungen und den entsprechend kleinen Eindringtiefen der Pyramide der für das Fließen notwendige mehrachsige Druckspannungszustand noch gar nicht vorliegt, so daß entweder nur elastische Verformungen oder aber Trennbrüche, etwa in Form von Absplitterungen, eintreten. Derartige Verhältnisse wurden bei verschiedenen Mineralien festgestellt. So konnte auf Prismenflächen von Bergkristall verschiedentlich bis 50 g Belastung überhaupt kein Eindruck erzielt werden, die zweifellos vorhandenen Verformungen müssen also rein elastisch gewesen sein. In anderen Fällen, z. B. bei Topas, Quarz, Korund, Adular, Apatit, treten bei Belastungen bis 30—50 g nur rundliche Ausbrüche auf, nicht aber die Eindrücke, die der Prüfpyramide entsprechen.

Es ist auffallend, daß ein Mineral, wie z. B. der Topas, bei Belastungen über 50 g richtige Eindrücke gibt. Man müßte erwarten, daß in jedem Fall beim Aufbringen einer Prüflast, die größer als 50 g ist, beim Durchschreiten des Bereiches bis zu dieser Höhe die oben erwähnten rundlichen Ausbrüche auftreten, und daher ein pyramidenförmiger Eindruck gar nicht möglich wäre. Es gibt zwei Erklärungsmöglichkeiten: Entweder bildet sich der richtige Eindruck genau an der Stelle, wo zuerst das rundliche Ausbrechen stattfand, so daß dieser dadurch gewissermaßen ausgelöscht wird, oder es treten ebenfalls wiederholt beobachtete zeitliche Phasenverschiebungen zwischen Belastung bzw. Entlastung und Verformung auf. Es wurde an verschiedenen Mineralien, besonders deutlich am Topas, aber auch am Quarz, festgestellt, daß erst einige Zeit n a c h der Entlastung starke Aussplitterungen am und um den Eindruck auftreten. Dies geht meist in der ersten Minute nach der Entlastung vor sich, wurde aber auch 5—10 Minuten später noch beobachtet. Noch wesentlich merkwürdiger und einstweilen völlig unerklärlich ist folgende Erscheinung, die im ganzen fünfmal an der Prismenfläche eines Bergkristalles festgestellt wurde. Bei Belastungen von 64 und 80 g zeigte sich nach Entlastung zunächst überhaupt kein Eindruck. Innerhalb eines Zeitraumes von 1—5 Minuten bildete sich, im Mikroskop deutlich verfolgbar, ein normaler Eindruck aus. Ohne hier zu diesen zeitlichen Phasenverschiebungen Stellung nehmen zu können, sei auf die Möglicheit hingewiesen, mit ihr das Nichtauftreten von rundlichen Ausbrüchen bei kleinen Belastungen zu erklären, wenn dieser Bereich relativ schnell durchschnitten wird. Praktisch bedeutet diese Abhängigkeit der Verformbarkeit von der Höhe der Prüflast bzw. der Eindruckgröße, daß der bei niedrigen Prüflasten liegende Teil der Meyer-Geraden nicht mehr aufgenommen werden kann bzw. daß bei Kristalliten u n t e r einer gewissen Größe kein brauchbarer Eindruck erzeugt werden kann.

Auch nach o b e n hin hat die anwendbare Prüflast eine Grenze, denn es treten von einer gewissen Belastung an Ausbrüche am Eindruckrand, Riß-

bildung, Einbrechen in der unmittelbaren Umgebung des Eindruckes, Ausbrechen ganzer Platten um den Eindruck und sehr starkes Verzerren der Eindrücke auf, so daß eine einwandfreie Auswertung unmöglich wird.

Diese obere Grenze liegt bei verschiedenen Proben einer bestimmten Mineralart etwas verschieden und kann durch Unterschiede (Kristallaufbaufehler, Spannungen usw.) infolge verschiedener Entstehungsbedingungen der Mineralien ohne weiters erklärt werden. Die absolute Höhe dieser oberen Grenze liegt z. B. bei Kalzit schon bei 15—30 g, während bei Korund auch bei 130 g noch ganz einwandfreie Eindrücke entstehen.

Es gibt also bei vielen Mineralien nur einen bestimmten mittleren Bereich, in welchem eine einwandfreie Bestimmung der Mikrohärte möglich ist.

Dies bedeutet aber nicht eine Einschränkung des Wertes der Mikrohärtebestimmung, sondern erweist vielmehr ihre Bedeutung, denn dieser mittlere Bereich, der in weitesten Grenzen etwa zwischen 1 g und 130 g (obere Grenze des jetzigen Reichert-Mikrohärteprüfers) liegt, ist der einzige, in dem die Bestimmung einer Eindruckhärte überhaupt möglich ist.

Daran ändert auch die Tatsache nichts, daß selbst in diesem eigentlichen Meßbereich der Mikrohärte noch verschiedene störende Erscheinungen auftreten können, welche vor allem eine genaue Ausmessung der Diagonalenlänge erschweren.

Die wichtigsten im Rahmen unserer Untersuchungen festgestellten Störungen werden im folgenden kurz beschrieben und solchen Fällen gegenübergestellt, wo klare, einwandfreie, leicht und genau ausmeßbare Eindrücke entstehen.

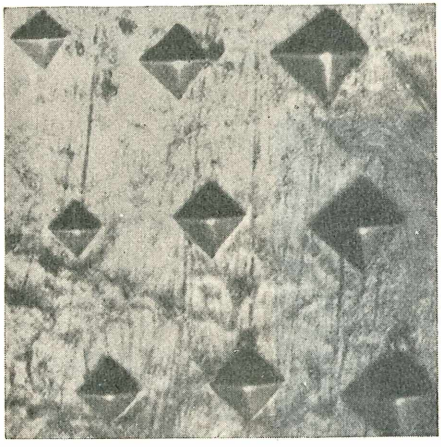

Abb. 3.

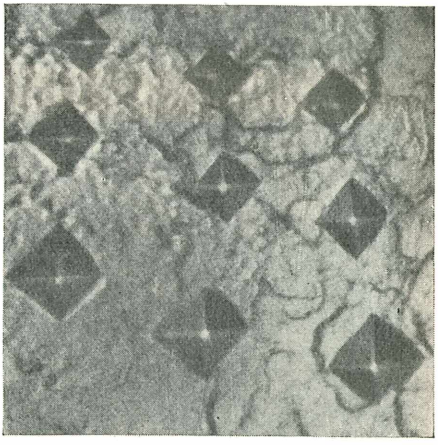

Abb. 4.

Abb. 3. Steinsalz. Eindrücke mit 3,4, 5 und 8 g auf der natürlichen (100). 500×.
Abb. 4. Steinsalz. Eindrücke mit 3,4, 5 und 8 g auf einem Anschliff (100). 500×.

Klare, einwandfreie Eindrücke erhält man bei vielen kubischen Mineralien, wie Steinsalz, Flußspat, Bleiglanz und Magnetit.

Hingegen treten bei Tetraedrit und Pyrit Einbrechen am und um den Eindruck und teilweise Rißbildung auf.

Abb. 3 und *4* zeigen (500 ×) Eindrücke an Steinsalz mit 3,4, 5 und 8 g Belastung auf der natürlichen Würfelfläche (Abb. 3) und auf einem Anschliff parallel dazu (Abb. 4). Abgesehen von rhomboidförmigen Verzerrungen, die durch örtliche Abweichungen der Prüffläche von der Normalen zur Prüfpyramidenachse bedingt sind, sind die Eindrücke einwandfrei.

Abb. 5 (500 ×) zeigt Eindrücke mit 5, 8, 16 und 32 g in einem Anschliff, Orientierung nicht bekannt, eines Bleiglanzes (Bleiberg), die ebenfalls ganz

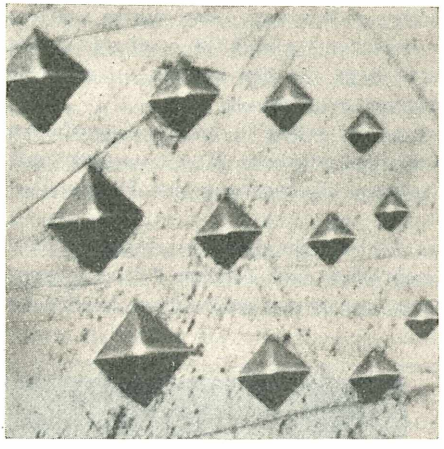

Abb. 5. Bleiglanz. Eindrücke mit 5, 8, 16 und 32 g auf einem Anschliff (Orientierung unbekannt). 500×.

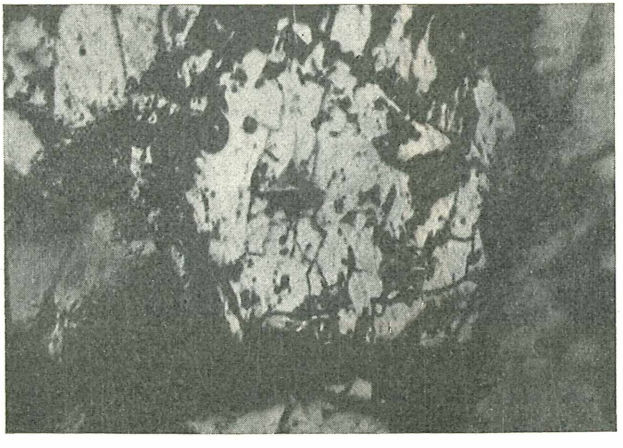

Abb. 6. Markasit. Eindrücke mit 64 und 96 g auf einem Anschliff (Orientierung unbekannt). Teilweise starke Zertrümmerung. 500×.

einwandfrei sind. Für eine praktische Mikrohärtebestimmung wird man die Eindrücke wegen der Möglichkeit einer gegenseitigen Beeinflussung nicht so nahe aneinanderbringen.

Im rhombischen System hat von den untersuchten Mineralien nur der Silberglanz scharf begrenzte eindeutige Eindrücke entsprechend etwa Abb. 3—5 ergeben.

Bei Markasit im Anschliff (Bleiglanz, Bleiberg Kärnten) tritt, wie in *Abb. 6* (500 ×) zu sehen ist, bei den angewendeten Belastungen von 64 und 96 g eine teilweise starke Zertrümmerung, insbesondere kleinerer Körner, ein.

In *Abb. 7* (500 ×) vom gleichen Anschliff und Eindrücken mit 32, 64 und 96 g sind die 32-g-Eindrücke noch nicht pyramidenähnlich, sondern

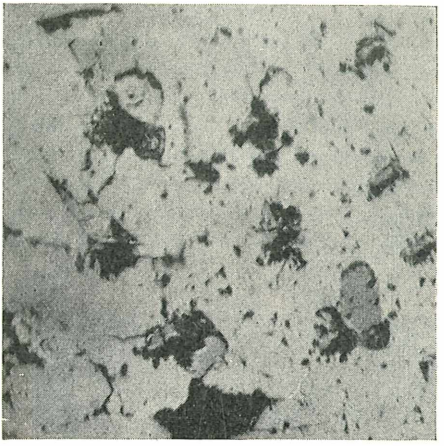

Abb. 7. Markasit. Eindrücke mit 32, 64 und 96 g auf einem Anschliff (Orientierung unbekannt); nichtpyramidenförmige Eindrücke. Ränder eingebrochen, plattiges Ausbrechen neben den Eindrücken. 500×.

Abb. 8. Topas. Eindrücke mit 32, 64 und 96 g auf der natürlichen Basisfläche, Ausbrechen am Eindruckrand und daneben. 500×.

rundlich rechteckig, bei den höheren Belastungen tritt starkes Ausbrechen am Eindrückrand auf, außerdem brechen unmittelbar anschließend größere Platten aus. Nur einzelne Eindrücke (auf dem Bild der mittlere bei 96 g) sind brauchbar. In solchen Fällen muß man oft viele Eindrücke machen, bis man das erforderliche Minimum an einwandfrei ausmeßbaren erhält.

Auch beim Topas treten ähnliche Störungserscheinungen auf, deren Art aus *Abb. 8* (500 ×) zu ersehen ist. Die dort wiedergegebenen Eindrücke wurden auf der natürlichen Prismenfläche mit 32, 64 und 96 g erzeugt.

Auch bei hexagonalen und trigonalen Kristallen erhält man teilweise klare, einwandfrei ausmeßbare Eindrücke, teilweise treten aber sehr starke Störungen auf.

Beispielsweise ergaben dunkle Korundkristalle (Indien) im Anschliff bei Belastungen von 32, 64, 96, 128 und 144 g, wie in *Abb. 9* (500 ×), schöne quadratische Eindrücke und nur bei 144 g beginnen an den Ecken der Eindrücke Risse aufzutreten. Es ist auffallend, daß beim Korund, der von allen untersuchten Mineralien die größte Mikrohärte aufweist, ganz einwandfreie Eindrücke entstehen. Beim Quarz treten an natürlichen Flächen oft sehr große Unterschiede innerhalb ein und derselben Fläche auf. An einem Rauchquarz wurden auf Prismen- und Grundrhomboederflächen teilweise ganz klare Eindrücke, wie sie in *Abb. 10* (500 ×) bei Belastungen mit 16, 32, 48, 64 und 80 g auf der Prismenfläche dargestellt sind, erhalten. Auf derselben Fläche treten aber auch Erscheinungen gemäß *Abb. 11* (500 ×) auf. Bei den Ein-

Abb. 9.

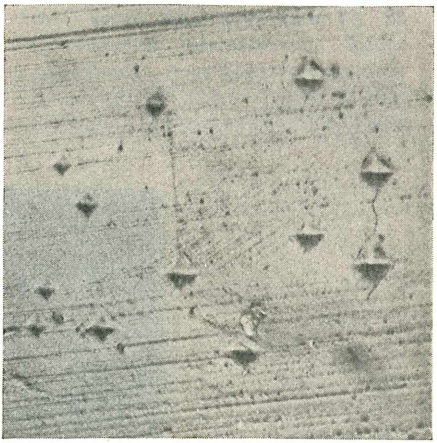

Abb. 10.

Abb. 9. Korund. Eindrücke mit 32, 64, 96, 128 und 144 g auf einem Anschliff (Orientierung unbekannt). 500×.

Abb. 10. Rauchquarz. Eindrücke mit 16, 32, 48, 64 und 80 g auf einer natürlichen (10$\bar{1}$0). 500×.

drücken, die mit 32, 64, 96 und 128 g erzeugt sind, erkennt man folgende störende Erscheinungen:

1. die Eindruckränder sind teilweise ausgebrochen;

2. bei größeren Belastungen setzt sich das Ausbrechen in die Umgebung fort und es brechen, wie z. B. in der Ecke des Bildes sichtbar ist, große dicke Platten aus;

3. in der Umgebung des Eindruckes treten, ohne daß oberflächlich ein Zusammenhang mit letzterem sichtbar wird, kleine rundliche Ausbrüche mit teilweisen muscheligem Aussehen auf.

Diese letztgenannte Erscheinung tritt an anderen Stellen noch viel deutlicher auf, wie in *Abb. 12* (500 ×) mit gleichen Belastungen wie Abb. 11

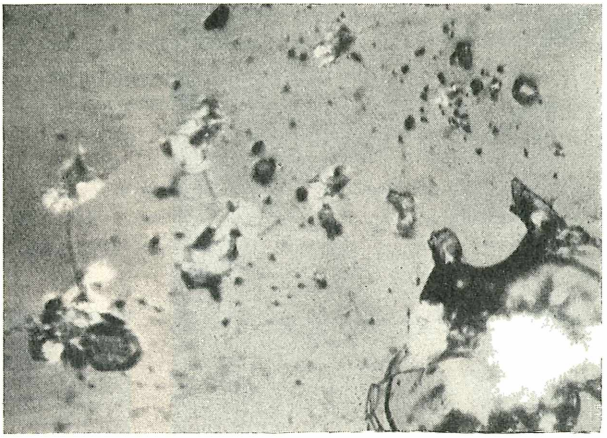

Abb. 11. Rauchquarz. Eindrücke mit 32, 64, 96 und 128 g auf derselben Fläche wie Abb. 10. Ausbrechen der Eindruckränder, starkes Ausbrechen neben dem Eindruck, rundliche Ausbrüche in der Umgebung des Eindruckes. 500×.

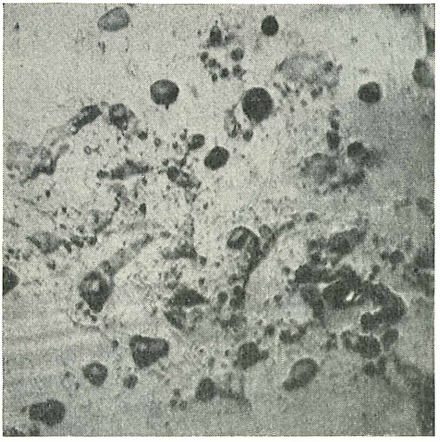

Abb. 12. Rauchquarz. Eindrücke mit 32, 64, 96 und 128 g auf derselben Fläche wie Abb. 10 und 11. Besonders starkes Auftreten rundlicher Ausbrüche in der Umgebung der Eindrücke. 500×.

ersichtlich ist. Die Ursache dieser kleinen Ausbrüche ist offenbar ein Zusammenwirken des durch den Eindruck erzeugten Spannungsfeldes mit örtlichen Inhomogenitäten der Oberfläche. Außer den genannten Störerscheinungen kann man aus der Abb. 11 und 12 noch gelegentlich eine leichte Wulstbildung am Eindruckrand feststellen, die allerdings an sich beim Quarz kaum von großem Einfluß ist.

Auch bei anderen untersuchten Mineralien treten durch Aufwölbungen, Wulstbildung, Gleitlinienbildung mit Abschiebungen, Rißbildung und teilweise sehr großflächiges Ausbrechen oft sehr starke Störungen auf. Besonders deutlich lassen sie sich auf den natürlichen Rhomboederflächen von reinem Kalzit (Großarl) zeigen.

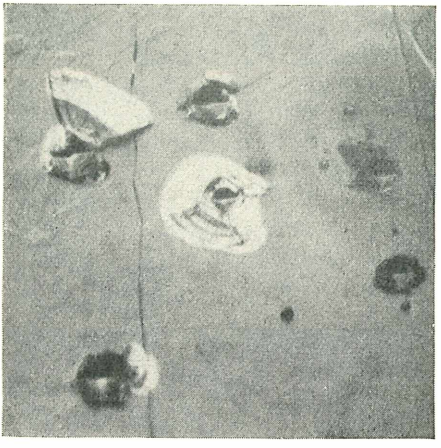

Abb. 13. Kalzit. Eindrücke mit 5, 8 und 16 g auf der Spalt (10$\bar{1}$1). Wulstbildung. Abschieben, Ausbrechen. örtlich rundliche Ausbrüche in der Umgebung des Eindruckes. 500×.

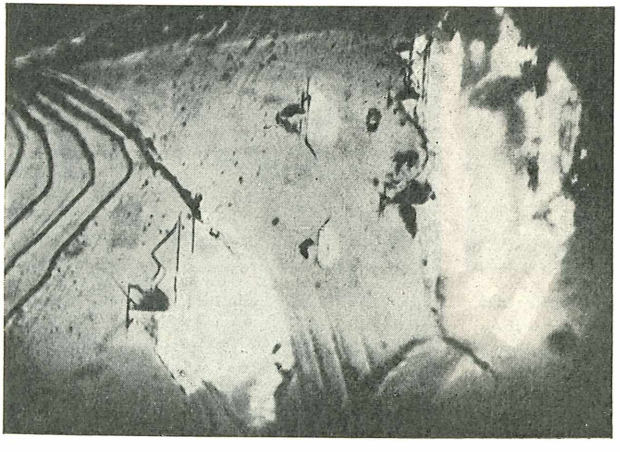

Abb. 14. Kalzit. Eindrücke mit 5, 8, 16 und 32 g auf der Spalt (10$\bar{1}$1). Gleitlinienbildung, Abschiebungen, Ausbrüche. 500×.

Abb. 13 (500 ×) zeigt Eindrücke bei 5, 8 und 16 g Prüflast. Einigermaßen brauchbar sind nur die 5-g-Eindrücke. Bei dem einen derselben tritt im übrigen im geringern Ausmaß die in Abb. 12 am Quarz gezeigte Erscheinung auf, daß in der Umgebung des Eindruckes rundliche örtliche Ausbrüche entstehen. Bei den 8-g-Eindrücken ist starke Wulstbildung, Abschiebung, Ausbrechen eingetreten und ähnlich bei dem einem der 16-g-Eindrücke. Der zweite 16-g-Eindruck ist ähnlich den 5-g-Eindrücken und zeigt nur ganz leichtes Ausbrechen neben dem Eindruck. Derartige starke Unterschiede auf engstem Raum kann man sehr häufig feststellen. Sie beweisen die starke Inhomogenität der realen Kristalle. Die Eindrücke als solche sind aber meist nur wenig verschieden groß.

In *Abb. 14* (500 ×) sind Eindrücke mit 5, 8, 16 und 32 g abgebildet. Schon bei den kleinsten Belastungen treten Gleitlinien und Abschiebungen (im Bilde weiße fächerförmige Flecken, die in Wirklichkeit Interferenzfarben zeigen) auf, bei größeren Belastungen entstehen Ausbrüche, die einen klaren Zusammenhang mit den Gleitlinien aufweisen, wie insbesondere aus *Abb. 15* (500 ×) mit 5-, 8- und 16-g-Eindrücken ersichtlich ist. Eine Stelle mit besonders starken Ausbrüchen bei 5-, 8-, 16- und 32-g-Eindrücken ist schließlich in *Abb. 16* (500 ×) wiedergegeben. Aus den Abb. 14, 15 und 16 geht auch deutlich hervor, daß die Gleitlinien alle möglichen Lagen relativ zum Eindruck haben. Teils sind sie parallel zur Eindruckdiagonale, teils parallel zur Eindruckkante und außerdem tritt mehr oder weniger deutlich meist ein

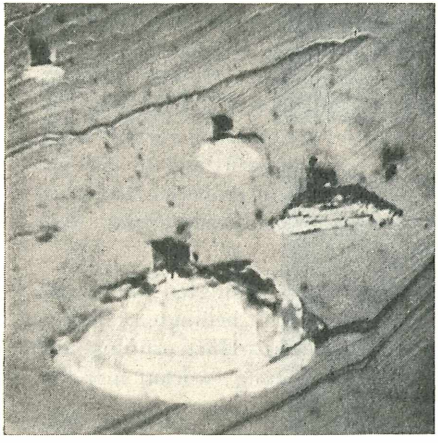

Abb. 15.

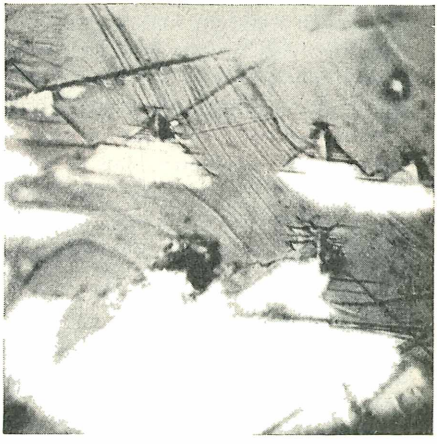

Abb. 16.

Abb. 15. Kalzit. Eindrücke mit 5, 8 und 16 g auf der Spalt (10$\bar{1}$1). Zusammenhang der Ausbrüche mit den Gleitlinien. 500×.

Abb. 16. Kalzit. Eindrücke mit 5, 8, 16 und 32 g auf der Spalt (10$\bar{1}$1). Besonders starkes Ausbrechen. 500×.

Abb. 17.
Gips. Eindrücke mit 3,4, 5, 8 und 16 g auf der Spalt (010). Starke Wulstbildung und Ausbrechen am Eindruckrand. 500×.

zweites Gleitliniensystem unter 60° zum ersten geneigt auf. Diese Tatsachen beweisen, daß trotz der durch die Pyramidenform gegebenen Druckverteilung auf die vier Seiten das Gleiten über größere Bereiche ausschließlich durch den Gleitmechanismus des Gitters geregelt ist. Da die Eindrücke selbst aber immer pyramidenähnlich mit quadratischer Grundfläche sind, muß man annehmen, daß durch das Spannungsfeld in der Nähe des Eindruckes auch noch andere Gleitmöglichkeiten erzwungen werden, als sie beim Gleiten in größeren Bereichen wirksam sind. Es werden so die Beobachtungen von SCHULZ und HANEMANN (5 a) bestätigt, wonach auch bei niedrig symmetrischen Kristallen quadratische Eindrücke erhalten werden können. Unsere Deutung dafür ist allerdings etwas anders. Während HANEMANN als Ursache annimmt, daß der Druck auf die vier Seiten genügend gleichmäßig verteilt wird, müssen wir annehmen, daß es überhaupt der Spannungszustand in der unmittelbaren Umgebung der Eindruckpyramide ist, denn in größeren Bereichen tritt das Gleiten nach den Gittergegebenheiten in den Vordergrund. Man wird also zweckmäßig zwischen einem

a) überwiegend durch die Art des Spannungsfeldes bedingten und einem
b) überwiegend durch die Gittergleitmöglichkeiten bedingten Gleiten

unterscheiden. Diese Unterscheidung hat für die Mikro-Härteprüfung und auch sonst in verschiedener Hinsicht erhebliche Bedeutung; worauf hier nur hingewiesen werden kann.

Besonders große Schwierigkeiten ergaben einige monokline Mineralien. Als Beispiel sei zunächst die Spaltfläche von Gips (Kalusz) dargestellt. In *Abb. 17* (500 ×) sind Eindrücke mit 3,4, 5, 8 und 16 g wiedergegeben, deren genaue Ausmessung durch starke Wulstbildung, Ausbrüche am Eindruckrand und daneben sehr erschwert ist. In *Abb. 18* und *19* (500 ×) ist ein und dieselbe Stelle zu verschiedenen Zeitpunkten nach der Erzeugung

der Eindrücke mit 3,4, 5, 8 und 16 g gezeigt. Abb. 18 ist unmittelbar nach der Herstellung der Eindrücke, Abb. 19 etwa 10 Minuten später aufgenommen. Beim Vergleich der beiden Abbildungen sieht man, daß um den mit 16 g hergestellten Eindruck Nachbrechen nach dem Entlasten eingetreten ist, so daß eine Ausmessung praktisch unmöglich ist. Derartiges Nachbrechen trat bei Belastungen unter 16 g nie ein. Aus Abb. 18 könnte man vermuten, daß das Nachbrechen eine Folge von Spannungsspitzen wegen des geringen Abstandes der einzelnen Eindrücke ist. Aus den *Abb. 20* und *21*, welche ganz den Abb. 18 und 19 entsprechen, ist aber ersichtlich, daß der eine der mit 16 g erzeugten Eindrücke auch für sich allein ausbricht und nachbricht. Jedenfalls wurde auf dem untersuchten Gips mit Belastungen

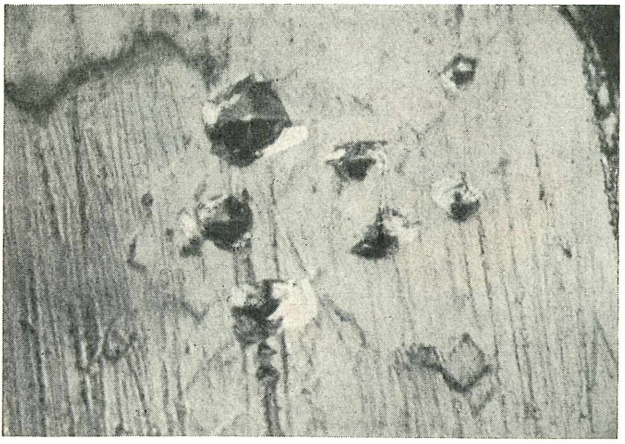

Abb. 18. Gips. Eindrücke mit 3,4, 5, 8 und 16 g auf der Spalt (010). Unmittelbar nach der Erzeugung der Eindrücke. 500×.

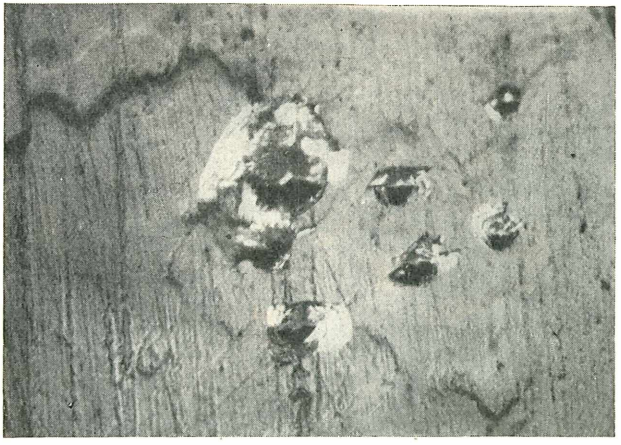

Abb. 19. Gips. Wie Abb. 18, jedoch 10 Minuten später aufgenommen. Starkes Nachbrechen beim 16-g-Eindruck. 500×.

unter 16 g nie ein Nachbrechen beobachtet. Das heißt praktisch, daß man in solchen Fällen wenigstens bis zu einer gewissen Belastung prüfen kann, ohne das vollständige Unbrauchbarwerden der Eindrücke befürchten zu müssen.

Die größten Schwierigkeiten, denen wir überhaupt begegnet sind, haben wir auf natürlichen Prismenflächen von Adular (Schweiz und Großvenediger) gefunden, wobei die Proben vom Großvenediger etwas weniger empfindlich waren. *Abb. 22* (500 ×) gibt eine Vorstellung von den Schwierigkeiten. Die mit 32, 64 und 96 g hergestellten Eindrücke zeigen unscharfe Ränder oder starkes Ausbrechen am Rand, Rißbildung und irgendwie erscheint das Gefüge im Eindruck ganz zerrüttet, was sich durch Ausbrechen während der Belastung und auch Nachbrechen nach Entlastung zeigt. Man braucht daher

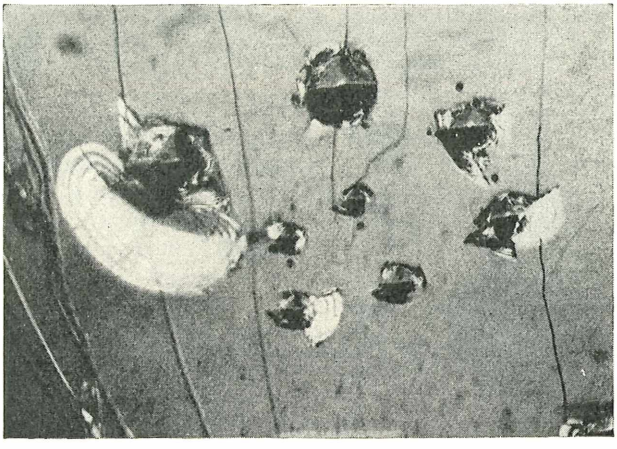

Abb. 20. Gips. Genau Abb. 18 entsprechend. 500×.

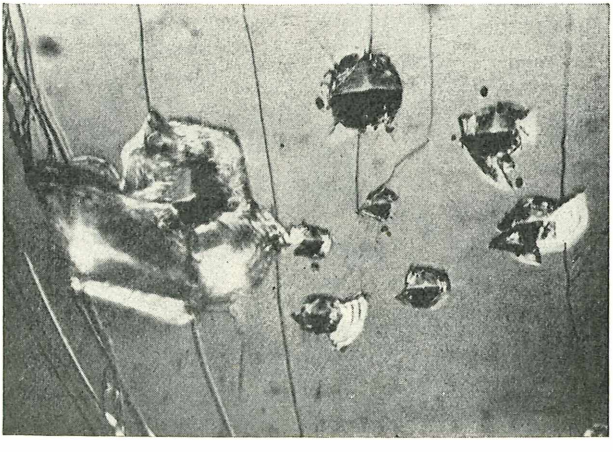

Abb. 21. Gips. Genau Abb. 19 entsprechend. 500×.

download unter w

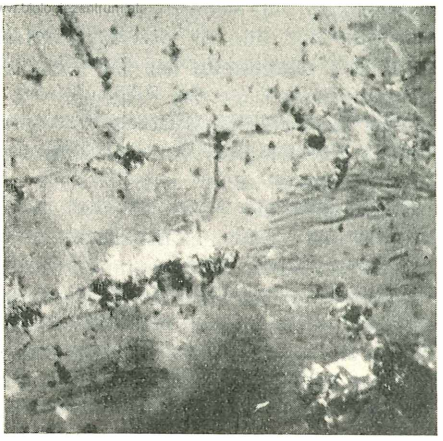

Abb. 22.
Adular. Eindrücke mit 32, 64 und 96 g auf der natürlichen (110). Unscharfe Ränder, Ausbrechen, Gefüge zerrüttet. 500×.

hier besonders viele Eindrücke, bis man einen brauchbaren erhält. Die besondere Empfindlichkeit des Adulars geht auch daraus hervor, daß man ganz langsam belasten muß (etwa 5—10 Sekunden), wenn man überhaupt einmal brauchbare Eindrücke erhalten will. Bei schnellerer Belastung entstehen praktisch immer völlig zermorste Eindrücke. Eine ähnliche Empfindlichkeit gegen rasche Steigerung der Prüflast wurde in ähnlichem Ausmaß nur noch bei Apatit (Zinnwald) festgestellt. Die übrigen untersuchten Mineralien waren in dieser Beziehung praktisch unempfindlich.

Aus den Abb. 3 bis 22 wird es verständlich, daß man bei der Mikrohärtebestimmung von Mineralien wegen der unter dem beim Eindrücken der Prüfpyramide entstehenden Spannungszustand nur im beschränkten Ausmaß vorhandenen Verformbarkeit und der auftretenden Störungen mit ziemlich großen Streuungen rechnen muß bzw., um einigermaßen reproduzierbare Mittelwerte zu erhalten, eine bestimmte Mindestanzahl von Messungen nicht unterschreiten darf.

Über den Einfluß der Spaltbarkeit auf die Eindringhärte bei verschieden großen Eindrücken müssen noch besondere Untersuchungen durchgeführt werden.

e) Einfluß der Kristallorientierung

Grundsätzlich muß man erwarten, daß die verschiedenen Flächen eines Kristalls verschiedene Mikrohärtewerte ergeben. Dies gilt sowohl für natürliche Flächen bei Einkristallen als auch für die in Anschliffen vorhandenen Schnittflächen der meist verschieden orientierten Kristallite eines Vielkristallhaufwerkes. Bei den letzteren Flächen kann noch eine Veränderung der Mikrohärte durch das Schleifen und Polieren eintreten. Diese ganze Frage muß noch eingehend studiert werden.

Im Schrifttum liegen über den Einfluß der Kristallorientierung auf die

Mikrohärte nur wenige Angaben, wieder meist die Metalle betreffend, vor. F SCHULZ und H. HANEMANN (5 a) haben an Al-Kristallen (kub. fl. zentr.) festgestellt, daß die Unterschiede an einer bestimmten Fläche bei verschiedener Lage der Prüfpyramide etwa 4,5% betragen und damit etwas größer sind als die Mittelwertschwankungen, die in acht verschieden orientierten Al-Kristallen mit 3% festgestellt wurden. Dieser Unterschied spielt aber praktisch keine entscheidende Rolle. Aber auch beim hexagonalen (rhomboedrischen) Antimon, bei dem in verschieden orientierten Flächen, verschieden geformte Eindrücke auftreten, erhält man praktisch gleiche Mikrohärtewerte, wenn man die Stellung der Prüfpyramide so wählt, daß möglichst quadratische Eindrücke entstehen. SCHULZ und HANEMANN nehmen an, daß durch die Verteilung des Druckes auf die vier Pyramidenseiten ein so weitgehender Ausgleich eintritt, daß sich die durch die Orientierung bedingte Anisotropie nicht mehr auswirkt. (Wenn das richtig ist, so müßte man für die Mikrohärtebestimmung zweckmäßig einen Diamantkonus verwenden. Die Herstellung eines solchen mit genügend kleiner Spitzenabrundung war bisher aber scheinbar nicht möglich.)

E. O. BERNHARDT (6) hat diese Beobachtungen von SCHULZ und HANEMANN bestätigt. Hingegen stellte er an Kristallen niederer Symmetrie, insbesondere an Schichtgittern, Unterschiede der Mikrohärte in Abhängigkeit von der Orientierung der Meßfläche fest, so z. B. bei rhombischem Antimonglanz und Wismutglanz sowie beim hexagonalen Molybdänglanz (Schichtgitter). Zahlenmäßige Angaben hat BERNHARDT leider nicht gemacht, so daß man nicht entscheiden kann, ob das rhombische System in diesem Zusammenhang schon als „niedrig symmetrisch" zu gelten habe.

Es ist klar, daß mit Abnahme der Symmetrie die Gleitmöglichkeiten geringer werden und daher bei einer gewissen aufgezwungenen Verformung Risse auftreten. Durch die Rißbildung treten aber sehr tiefgreifende Veränderungen, vor allem auch im Spannungszustand auf. Nach BERNHARDT haben aber solche Risse nur bei niedrigsymmetrischen Stoffen einen wesentlichen Einfluß, während bei höhersymmetrischen Kristallen und bei amorphen Stoffen ein nennenswerter Einfluß auf die Mikrohärte nicht vorliegt. Diese Beobachtung konnte bei unseren eigenen Messungen vielfach insofern bestätigt werden, als oftmals bei einer bestimmten Belastung Eindrücke mit und solche ohne Risse entstehen. Soferne nicht sehr starke Risse auftreten, ist zwischen Eindrücken mit und ohne Rissen praktisch kein Unterschied in der Diagonalenlänge vorhanden.

Zusammenfassend ergibt sich also aus dem Schrifttum über die Mikrohärte, daß, abgesehen von niedrig symmetrischen Kristallen, die Orientierung keine wesentliche Rolle spielen sollte, wobei es allerdings unklar geblieben ist, von welchem Grad der Symmetrie angefangen, der Einfluß praktisch merkbar wird.

Wir haben eine Reihe von Versuchen zu dieser Frage durchgeführt, ohne aber zu einer endgültigen Stellungnahme gekommen zu sein, da die Ergebnisse sich scheinbar sehr widersprechen.

So wurden z. B. an einem Bergkristall auf der natürlichen Prismenfläche $^{1,44}MH_{10\mu} = 1120$ kg/qmm und auf der natürlichen Rhomboederfläche $^{1,27}MH_{10\mu} = 1130$ kg/qmm, also die Härte praktisch gleich, aber n verschieden gemessen.

Bei einem Rauchquarzkristall hingegen zeigte die natürliche Prismenfläche $^{1,10}MH_{10\mu} = 1230$ kg/qmm, die natürliche Grundrhomboederfläche $^{1,35}MH_{10\mu} = 1040$ kg/qmm.

Dabei ist der größere Wert der Prismenfläche durch Messung an verschiedenen Prismenflächen desselben Kristalls bestätigt. Außerdem sind die genannten Mikrohärtewerte Mittelwerte, die aus genügend (je 7) vollständigen Meßreihen bestimmt wurden, so daß man mit einem Fehler von höchstens $\pm$ 5% rechnen kann. Das bedeutet aber, daß beim Quarz einmal Unterschiede zwischen den Prismen- und Pyramidenflächen auftreten und einmal nicht. Die Prismenfläche dieses Rauchquarzes wurde angeschliffen und ergab eine $^{1,05}MH_{10\mu} = 1300$ kg/qmm (siehe Zahlentafel 2). Diese Änderung ist der Größe nach eine weitere Bestätigung der hohen Härte an der Prismenfläche.

Flußspat (Sarntal) zeigte an natürlichen (100) $^{1,96}MH_{10\mu} = 206$ kg/qmm, während in der natürlichen (111) $^{2,10}MH_{10\mu} = 185$ kg/qmm festgestellt wurde. Der Orientierungseinfluß ist etwas größer als die $\pm$ 5-%-Streuung.

Gips (Kalusz, Galizien) ergab an der natürlichen (110) $^{1,76}MH_{10\mu} = 60$ kg/qmm, die Spalt (010) hingegen $^{1,80}MH_{10\mu} = 76$ kg/qmm. Der höhere Härtewert der Spaltfläche hängt vielleicht auch mit den Vorgängen bei der Bildung der Spaltflächen zusammen.

Aus den angeführten Messungen ergibt sich jedenfalls noch kein auch nur einigermaßen klares Bild über den Einfluß der Orientierung auf die Mikrohärte bei natürlichen Flächen.

Besonders auffallende Erscheinungen wurden beim Vergleich von Kalzit-Einkristallen mit Kristalliten im Anschliff von Marmor erhalten. Auf den verschiedenen Rhomboederflächen eines besonders reinen Kalzits (99,3% $CaCO_3$) aus dem Stegbachgraben (Großarl) wurde mit sehr guter Übereinstimmung eine $^{1,78}MH_{10\mu} = 172$ kg/qmm gemessen, wobei die größte Streuung zwischen 167 und 177 kg/qmm lag. Im Anschliff eines Marmors aus der Brettstein-Serie (Nähe Obdacher Sattel) weist im Anschliff im Auflicht ein Teil der Kristalliten eine mehr graue hellere oder dunklere Färbung auf, die anderen Kristalliten sind mehr gelblich. Aus dem Dünnschliff ist ersichtlich, daß nur Kalkspat mit prächtiger Druckzwillingslamellierung noch $(01\bar{1}2)$ vorliegt. Die verschiedenen Reflexionsfarben, die bei 500facher Vergrößerung im Karbonat auftreten, können demnach nur durch unterschiedliche kristallographische Orientierung begründet sein. Die grauen Kristalliten ergeben $^{1,89}MH_{10\mu} = 167$ kg/qmm, die gelblichen Kristalliten $^{1,84}MH_{10\mu} = 124$ kg/qmm. Die n-Werte weichen von dem der Kalzit-Einkristalle nur wenig ab und die Mikrohärte der grauen Kristallite des Marmors ist praktisch gleich der des reinen Kalzits. Hingegen ist die Härte der gelblichen Kristallite um mehr als 20% geringer. Dies ist eine zunächst

höchst auffallende Tatsache. Es gibt verschiedene Möglichkeiten zu ihrer Erklärung. Zunächst könnte man annehmen, daß bei dem vorliegenden Marmor eben der Streubereich so groß ist. Diese Erklärung wird aber dadurch sehr unwahrscheinlich gemacht, daß sich im doppeltlogarithmischen P—d-Diagramm die Streugebiete der grauen Kristallite (8 Meßreihen) und der geiblichen (5 Meßreihen) überhaupt nicht überschneiden. Andererseits ist die Gleichheit der n-Werte bei beiden Gruppen untereinander und mit den reinen Kalzit-Einkristallen auffällig. Es wäre immerhin möglich, daß sich die Orientierung auf den Härtewert stärker als auf den Meyer-Exponenten auswirkt. Eine Klärung dieser Frage, die von größter Bedeutung ist, muß weiteren Untersuchungen vorbehalten bleiben. Wenn man also nicht eine große Streuung als Ursache annehmen soll, dann liegt offenbar ein starker Orientierungseinfluß vor. Wenn sich dieser auch bei anderen Mineralien bestätigen sollte, so muß bei jeder Mikrohärtebestimmung darauf Rücksicht genommen werden. Die Abhängigkeit der Mikrohärte von der Orientierung der Kristalle muß bei künftigen systematischen Untersuchungen eingehend berücksichtigt werden.

Es wurde daher auch an anderen Karbonaten mit gleichem Gitter wie $CaCO_3$ im Anschliff die Mikrohärte an verschieden orientierten Körnern geprüft. Bei Ankerit (Steirischer Erzberg) der eine ${}^{1,65}MH_{10\mu} = 370$ kg/qmm im Mittel ergab, zeigten die hellen Kristallite ${}^{1,56}MH_{10\mu} = 390$ kg/qmm, die dunklen ${}^{1,70}MH_{10\mu} = 350$ kg/qmm. Hier liegt zwar noch ein gewisser Orientierungseinfluß vor, aber er beträgt auf den Mittelwert der Mikrohärte bezogen nur mehr rund $\pm$ 5%. Bei einem Pinolithmagnesit (Sunk, Trieben) ergaben im Anschliff helle Kristalle ${}^{1,38}MH_{10\mu} = 520$ kg/qmm, dunkle hingegen ${}^{1,38}MH_{10\mu} = 435$ kg/qmm, das sind, bezogen auf den Mittelwert ${}^{1,38}MH_{10\mu} = 480$ kg/qmm, $\pm$ 8%. Andererseits ergaben gleichwertige Messungen bei Siderit (Steirischer Erzberg) überhaupt keine Unterschiede zwischen hellen und dunklen Kristalliten im Anschliff.

Diese wenigen Messungen reichen zur Beantwortung der Frage des Orientierungseinflusses in keiner Weise aus. (Vielleicht darf man die Vermutung aussprechen, daß die Gitter reiner Stoffe gegenüber Orientierungseinflüssen besonders empfindlich sind, während Mischkristallgitter derselben Art deshalb viel weniger empfindlich sind, weil sie a priori schon geringe Störungen aufweisen.) In den bisher besprochenen Fällen hatte es sich um Anschliffe gehandelt. Es würde daher im Bereich der Möglichkeit liegen, daß die gemessenen Mikrohärteunterschiede mit dem Schleifen und Polieren zusammenhängen, indem verschieden orientierte Körner eine verschieden starke Oberflächenveränderung erfahren und sich diese dann bei der Mikrohärtebestimmung auswirkt. Mit dieser Vorstellung wäre die starke Empfindlichkeit der Gitter reiner Stoffe (Endglieder) durchaus vereinbar. Die im früheren Abschnitt nachgewiesene Tatsache, daß durch das Schleifen sowohl Steigerung als auch Verminderung der Mikrohärte eintreten kann, ließe es verstehen, daß bei bestimmter Orientierung auch eine Abnahme der Mikrohärte eintreten kann, wie z. B. beim Marmor im Vergleich zum reinen Kalzit.

Die Tatsache, daß auch bei Einkristallen nach dem Anschleifen Mikrohärteunterschiede vorliegen, wurde am Steinsalz nachgewiesen. Dieses ergab auf natürlichen Würfelflächen $^{1,9}MH_{10\mu} = 27$ kg/qmm und auf Anschliffen parallel zu den Würfelflächen $^{1,8}MH_{10\mu} = 35$ kg/qmm. Auf Oktaederflächen, die in natürlicher Ausbildung nicht vorlagen, ergab sich auf Anschliffen $^{1,7}MH_{10\mu} = 47$ kg/qmm, also ein um 30% höherer Wert.

Faßt man die hier durchgeführten Untersuchungsergebnisse zusammen, so ergibt sich daraus eindeutig, daß sowohl an natürlichen Kristallflächen als auch an Anschliffen ein Einfluß der Kristallorientierung auf die Mikrohärte vorliegt. Dieser Einfluß, der ohne Zweifel für einen Teil der Streuung der Mikrohärtewerte verantwortlich ist, ist zahlenmäßig, abgesehen von den wenigen hier angeführten Beispielen, noch unbekannt.

Man kann daher allen Angaben über Mikrohärtewerte, die sich nicht auf genau definierte Flächenlagen beziehen, nur einen bedingten Wert beimessen.

3. Der Prüfvorgang

Bei gegebenen Eindringkörpern haben folgende Faktoren den Haupteinfluß:

a) die Belastungsgeschwindigkeit,
b) die Größe der Prüflast,
c) die Belastungsdauer,
d) die Reibungsverhältnisse zwischen Probe und Eindringkörper,
e) Erschütterungen,
f) Größe des geprüften Kristalliten im Verhältnis zur Größe des Eindruckes.

Für einige metallische Werkstoffe sind diese Einflüsse in der schon wiederholt erwähnten Arbeit von W. BISCHOF und B. WENDEROTT (15) samt Diskussion behandelt worden. Es wurde gefunden, daß die Mikrohärte mit steigender Belastungsgeschwindigkeit, steigender Prüflast und steigender Reibung zwischen Probe und Eindringkörper abnimmt und daß Erschütterungen einen sehr großen Einfluß haben. Es müssen daher „mit der größten Sorgfalt die gleichen Versuchsbedingungen genau eingehalten werden“

Wir haben an den Mineralien grundsätzlich gleiche Beobachtungen gemacht. Da wir aber in dieser Arbeit zunächst nur jene Bedingungen untersuchen wollten, die für ein mineralogisches Arbeitsverfahren praktisch in Frage kommen, wurden gewisse Arbeitsbedingungen möglichst konstant gehalten. Die Belastungsgeschwindigkeit ist gekennzeichnet durch die Zeit vom genau erkennbaren Aufsetzen der Prüfspitze bis zum Erreichen der Höchstlast und betrug je nach Größe der letzteren etwa 1—3 Sekunden. Bei manchen Mineralien ist diese Geschwindigkeit noch viel zu groß, und es tritt daher eine völlige Zertrümmerung der Oberfläche ein, z. B. bei Apatit und Adular. Man muß dann viel langsamer belasten.

Die angewendeten Prüflasten sollen einen möglichst großen Bereich umfassen, um die Meyer-Gerade möglichst genau ermitteln zu können. Über die durch das Verhalten der Probe und den Belastungsbereich des Apparates

download unter www.biologiezentrum.at

Zahlentafel 3

Einfluß der Belastungszeit auf die Eindruckgröße bei verschiedenen Mineralien

Mineral und Fläche	Belastung in g	Diagonalenlänge in μ nach					
		1	5	10	20	30	60
		Sekunden					
Steinsalz (100)	8	24,1	25,2	26,3	27,6	28,4	29,2
Bleiglanz, Anschliff	8	13,5	13,8	13,9	14.2	14,4	15,6
Flußspat (100)	16	11,3	11,4	11,8	12,1	12,4	12,9
Kalzit ($10\bar{1}1$) Spalt	16	12,6	13,2	13,6	14,2	14.9	15,4
Korund, Anschliff	96	8,3	8,8	9,7	9,8	9,8	10,2

Anmerkung. Die angegebenen Zahlen sind Mittelwerte aus jeweils 3 bis 4 Meßreihen.

gegebenen Grenzen wurde bereits früher gesprochen. Die drei Einflußgrößen: Belastungsdauer, Reibungsverhältnisse und Erschütterungen hängen eng miteinander zusammen, da mit steigender Belastungsdauer die Möglichkeit einer Einwirkung von Erschütterungen und damit Beeinflussung der Reibungsverhältnisse ebenfalls steigt. Es war daher grundsätzlich eine möglichst kurze Belastungszeit anzustreben.

Um einen Überblick über den Einfluß der Belastungsdauer zu bekommen, wurden Steinsalz, Bleiglanz, Flußspat, Kalzit und Korund untersucht. Es zeigte sich in allen Fällen ein erheblicher Einfluß der Zeit, wie aus der folgenden Zahlentafel 3 hervorgeht. Man erkennt daraus, daß weder bei weichen noch bei harten Mineralien 60 Sekunden genügen, um einen Gleichgewichtszustand zu erreichen. (Bei Metallen hatten W. BISCHOF und B. WENDEROTT (15) gefunden, daß bereits nach 30 Sekunden Gleichgewicht, also kein weiteres Eindringen des Prüfkörpers, erreicht ist.)

Der große Einfluß von Erschütterungen wird durch folgendes beleuchtet: Bei der Belastungsdauer, die bis zu einer Stunde ausgedehnt worden war, wurde die Mikroskoplampe (zur Schonung) bei den längeren Zeiten mittels des am Mikroskop (REICHERT MeA) angebrachten kleinen Kippschalters ausgeschaltet. Dieser einzige Stoß, der im Verhältnis zur Masse des Mikroskops ganz gering ist, erzeugt in den meisten Fällen (merkwürdigerweise nicht immer) eine so starke Vergrößerung des Eindruckes, daß seine Größe in gar keiner Beziehung zur aufgebrachten Last mehr steht.

Wenn nun auch Erschütterungen, wie die genannte, allgemein nicht auftreten werden, so muß mit gewissen, in der Regel unkontrollierbaren Erschütterungen immer gerechnet werden. Um diesen Einfluß möglichst auszuschalten, haben wir für die vorliegenden Untersuchungen mit möglichst

kurzen Belastungszeiten in der Größenordnung von etwa einer Sekunde gearbeitet.

Ob sich diese Belastungszeit für ein endgültiges Verfahren der MH-Bestimmung der Mineralien bewähren wird, soll heute noch dahingestellt bleiben.

Es bleibt noch die Frage des Einflusses der Größe des geprüften Kristalliten im Verhältnis zur Größe des Eindruckes zu behandeln. Die Größe dieses Einflusses hängt im wesentlichen davon ab, wie groß der vom Eindruck aus beeinflußte Bereich ist. Wenn sich dieser im erheblichen Maße über den jeweils geprüften Kristalliten hinaus erstreckt und Nachbarkristalle erfaßt, dann muß mit einer gewissen Beeinflussung durch die Nachbarn gerechnet werden, die auch bei homogenem Gefüge schon durch den Orientierungseinfluß gegeben ist.

Für Metalle ist die Größe der vom Eindruck aus beeinflußten Zone einigermaßen bekannt, und BISCHOF und WENDEROTT (15) haben die sich daraus ergebenden Folgerungen eingehend behandelt. Für Mineralien steht eine entsprechende Untersuchung noch aus. Wir selbst haben, um diesen Einfluß vorerst möglichst auszuschalten, vielfach Einkristalle untersucht. Bei der Untersuchung von Anschliffen und genau so bei natürlichen Kristallen muß man sich immer Klarheit verschaffen, ob die geprüften Flächen jeweils einen einzelnen oder mehrere Kristallite umfassen und ob es sich bei den einzelnen Meßwerten jeweils um die Einkristall- oder um die Vielkristallmikrohärte handelt.

Bis zur Lösung der hier angeschnittenen Fragen muß man sich damit begnügen, in vielkristallenen Proben die Mikrohärte-Eindrücke an Kristalliten durchzuführen, die im Verhältnis zur Eindruckgröße nicht zu klein sind. Als ersten Richtwert, dessen quantitative Berechtigung aber erst nachgewiesen werden muß, darf man vielleicht annehmen, daß ein Eindruck, dessen Ränder wenigstens das einfache der Diagonallänge von der nächsten Gefügeheterogenität (Korngrenze, anderer Bestandteil) entfernt sind, als brauchbar anzusehen ist. Dies gilt nicht, wenn es sich um dünne Platten handelt, jedoch erkennt man dies meist daran, daß diese Platten einbrechen. Auf keinen Fall sind Eindrücke brauchbar, die so nahe am Rand des zu messenden Bestandteils liegen, daß die ursprünglichen Umrisse der Kristalliten verändert werden. Wenn man sich an diese Gesichtspunkte hält und die ganze Meyer-Gerade aufnimmt, so wird man größere Fehler, die durch zu geringe Größe des gemessenen Kristalliten bedingt sind, relativ leicht feststellen können, sofern die Abweichung praktisch ins Gewicht fällt.

4. Der Beobachter

Abgesehen von den bei jedem optischen Meßverfahren auftretenden, durch den Beobachter bedingten Streuungen, muß auf zwei Gesichtspunkte besonders verwiesen werden.

Die überwiegende Zahl der Mineralien ist durchsichtig oder durchscheinend. Es treten daher, oft in Verbindung mit Randwülsten, Ausbrüche usw.,

an den Kanten helle Streifen auf, die besonders bei nicht geradlinigen Kanten konvex oder konkav zu verschiedener Einstellung des Meßquadrates führen. Derartige Fehler wirken sich bei kleinen Eindrücken stärker aus als bei großen.

Eine zweite Fehlermöglichkeit liegt im verschieden starken Abblenden. In vielen Fällen kann man überhaupt nur bei starker Abblendung messen, wodurch wieder bei kleinen Eindrücken eine scheinbare Änderung ihrer Größe eintritt. Dies ist mit einer der Gründe, warum die Werte der Diagonalenlängen in der Größe bis vielleicht 2 μ mit einer zusätzlichen Unsicherheit behaftet sind.

Hier sind einer Verbesserung der Genauigkeit durch die optischen Gesetze prinzipielle Grenzen gesetzt, deren Erörterung hier nicht in Frage kommt.

5. Folgerung für die vorläufige Ermittlung der Mikrohärte

Die in den vorstehenden Punkten 2, 3 und 4 festgestellten Umstände lassen es erforderlich erscheinen, zunächst einmal nur von einer vorläufigen Ermittlung der Mikrohärte zu sprechen, weil noch zu viele Punkte ungeklärt sind.

Es wäre aber unzweckmäßig und sogar falsch, wenn man die Mikrohärtebestimmung, auch bei dem jetzigen Stand der Erkenntnisse, als Hilfsmittel für die Untersuchung der Mineralien gänzlich ablehnen würde. Man muß sich nur ihre vorläufigen Grenzen vor Augen halten.

Voraussetzung ist zunächst, daß man die äußeren Prüfbedingungen möglichst gleichhält, also:

1. Gleiche, nicht zu große Belastungsgeschwindigkeit, so daß nicht schon durch zu schnelles Aufbringen der Last Zertrümmerungen eintreten.

2. Wahl der Prüflasten in einem Bereich, wo schon deutlich ausmeßbare Eindrücke, aber noch keine Störungen durch zu große Belastungen entstehen.

3. Gleiche Belastungsdauer. Da es sich gezeigt hat, daß weiche Mineralien viel längere Zeit brauchen, um zu einem einigermaßen konstanten Endwert zu kommen als harte, dürfte es vorläufig zweckmäßiger sein, mit ganz kurzen Belastungszeiten zu arbeiten. (Für eine endgültige Bestimmung wird man voraussichtlich Belastungszeiten anwenden, bei denen das Fließen praktisch zu Ende gegangen ist.)

4. Ausschaltung des Einflusses der Reibung zwischen Probe und Eindringkörper und von Erschütterungen durch Verwendung von immer gleichartigen Eindringkörpern und Vermeidung von Erschütterungen sowie allfällige Nachprüfung, ob vorhandene, nicht vermeidbare Erschütterungen einen Einfluß haben.

5. Die Größe des zu prüfenden Kristalls soll möglichst so sein, daß jede Stelle des Eindruckes vom Rand des Kristalls etwa so weit entfernt ist, wie die Kanten- oder besser die Diagonalenlänge des Eindruckes beträgt.

Nimmt man dann gemäß unserem weiter oben gemachten Vorschlag die Meyer-Gerade mit mindestens 3—4 verschiedenen Prüflasten und

mindestens 3 einwandfreien Eindrücken je Prüflast auf, dann kann man damit rechnen, daß die so ermittelten Härtewerte mit einer Streuung von maximal ± 5% des Mittelwertes festgestellt werden.

Was dieser Mittelwert der Mikrohärte selbst darstellt, ergibt sich aus den früheren Betrachtungen über den Einfluß der Probe selbst auf die Mikrohärte.

Man muß demgemäß vorläufig noch drei Gruppen von Mikrohärtewerten der Mineralien unterscheiden, und zwar je nach den Flächen, auf denen sie ermittelt wurden. Diese Gruppen sind:

Gruppe 1. Natürlich gewachsene Kristallflächen bekannter Orientierung von reinen Stoffen.

Mikrohärtewerte solcher Flächen kommen den wahren Werten am nächsten, weil die nach C, III, 2, „Die Probe", möglichen Störungen ein relatives Minimum aufweisen. Man darf solchen Werten eine gewisse absolute Bedeutung beimessen, soferne genügend viele verschiedene Proben einer bestimmten Kristallart durchgemessen wurden. (Diese letzte Forderung ist bei unseren eigenen Untersuchungen, die ja nur eine grundsätzliche Klärung bezweckten, noch nicht ausreichend erfüllt.)

Wir haben vor allem für einen allenfalls für zweckmäßig gehaltenen Vergleich der Mikrohärte mit der Mohsschen Skala so weit als möglich (bei Talk und Korund war es unmöglich) nur Werte dieser Gruppe 1 herangezogen.

Gruppe 2. Anschliffe bekannter Orientierung.

Für diese gelten, abgesehen vom Einfluß der Probenvorbereitung, die gleichen Überlegungen wie bei Gruppe 1.

Da der Einfluß der Probenvorbereitung auf die Mikrohärte von Mineralien bisher nur in den wenigen, in dieser Arbeit genannten Fällen bekannt ist, kann man vorläufig den Härtewerten vor Anschliffen nur eine relative Bedeutung zubilligen. Da aber gerade die Mikrohärtebestimmung in Anschliffen das Hauptanwendungsgebiet in der Mineralogie sein wird, ist es eine der ersten Aufgaben, den Einfluß der Probenvorbereitung genau zu studieren.

Es sei hier nur darauf hingewiesen, daß man unter Umständen auf künstlich hergestellten Oberflächen noch näher an die wirklichen Härtewerte herankommen kann als selbst bei natürlichen. Dies ist dann der Fall, wenn man die oft durch sekundäre Einflüsse (Verwitterung usw.) gestörte natürliche Oberfläche durch Ablösen ohne jede mechanische Spannung entfernt, wie dies z. B. bei Metallkristallen durch das elektrolytische Polieren geschieht (5 a).

Gruppe 3. Anschliffe unbekannter Orientierung.

Hier addiert sich zu den bei Gruppe 2 vorliegenden Einflüssen noch die Wirkung der Kristallorientierung, die, wie aus Abschnitt C, III, 2 e, „Die Probe, Einfluß der Kristallorientierung" hervorgeht, ziemlich groß sein kann.

Werte der Gruppe 3 würden daher grundsätzlich die größten Abweichungen vom wahren Mittelwert ergeben, und die in einem bestimmten Fall ermittelten Härtezahlen hätten die am meisten relative Bedeutung.

Es gibt aber eine Reihe von Erscheinungen, welche diese Tatsache etwas weniger kritisch erscheinen lassen, nämlich:

a) In vielen Fällen ist (siehe nächster Abschnitt) der Orientierungseinfluß sehr gering.

b) Vielfach kann man die Orientierung des geprüften Kristalls im Anschliff direkt erkennen, z. B. durch Spaltausbrüche (100) in Bleiglanz (23) oder Gleitlinien und Ausscheidungen parallel bestimmter Gitterrichtungen, Zwillingsbildung, optisches Verhalten usw.

c) Häufig treten durch die Erzeugung des Eindruckes für die Mikrohärteprüfung selbst Gleitlinien auf (vgl. z. B. die Abb. 13—16 von Kalzit), wodurch eine Orientierungsbestimmung möglich wird.

Trotzdem bleibt die systematische Klärung des Orientierungseinflusses eine der wichtigsten Aufgaben.

Die im folgenden Abschnitt (Die Mikrohärte der untersuchten Mineralien) wiedergegebenen Mikrohärtewerte müssen unbedingt immer auf ihre Zugehörigkeit zu einer der im vorstehenden gekennzeichneten Gruppen betrachtet werden.

In der zu Abb. 23 gehörigen Tabelle sind die Mikrohärtewerte nach den Gruppen 1—3 unterteilt angeordnet.

IV. Die Mikrohärte der untersuchten Mineralien

Im folgenden wird eine kurze Zusammenstellung der wichtigsten Beobachtungen, die bei den vorliegenden Untersuchungen gemacht wurden, sowie der Mikrohärtewerte gegeben.

Soferne bei den einzelnen Proben die Bezeichnung „natürliche Fläche" verwendet wird, ist das Volumen des untersuchten Kristalls mindestens 10^6—10^9mal so groß wie das des Eindruckes, so daß die erhaltenen Werte in dieser Hinsicht als einwandfrei gelten können. Weiters wurden nur schön ausgebildete, meist ziemlich große Kristalle verwendet.

In allen anderen Fällen wurde die Bezeichnung „Anschliff" verwendet. Soferne sich bei den Reihenprüfungen Anzeichen eines stärkeren Orientierungseinflusses ergaben, wie z. B. im Anschliff des Marmors (Obdach), wurden diese untersucht und dies besonders vermerkt. Proben, welche die Bezeichnung „Anschliff, keine Orientierungsangaben" haben, wurden auf den Orientierungseinfluß hin nicht untersucht. Bei diesen Proben wurden in den verschiedenen Körnern im Zuge der laufenden Untersuchungen keine so großen Unterschiede festgestellt, als daß ein starker Orientierungseinfluß vermutet werden konnte. Es muß aber ausdrücklich darauf verwiesen werden, daß diese letztgenannten Proben nicht systematisch untersucht wurden und daher ein, auch praktisch bedeutsamer, Orientierungseinfluß vorliegen könnte.

I. Kubisches System

1. Steinsalz (Wieliczka), NaCl

Eindrücke durchwegs klar, leicht ausmeßbar, siehe Abb. 3 und 4.

a) natürliche (100): $^{1,9}MH_{10\mu} = 27$ kg/qmm.

b) Anschliff parallel (100): $^{1,8}MH_{10\mu} = 35$ kg/qmm.
Verschiedenartiges Anschleifen und Polieren mit metallographischem Schleifpapier und Tonerde ergab keine Unterschiede.

c) Anschliff parallel (111): $^{1,7}MH_{10\mu} = 47$ kg/qmm.

2. Bleiglanz (Bleiberg), PbS

Eindrücke durchwegs klar, siehe Abb. 5.
Anschliff (keine Orientierungsangaben): $^{1,96}MH_{10\mu} = 95$ kg/qmm.

3. Flußspat (Sarntal), CaF_2

Eindrücke durchwegs klar.

a) natürliche (100): $^{1,96}MH_{10\mu} = 206$ kg/qmm.

b) natürliche (111): $^{2,0}MH_{10\mu} = 185$ kg/qmm.

c) Anschliff parallel (100): $^{1,9}MH_{10\mu} = 248$ kg/qmm. Bei kleinen d-Werten wird n kleiner, etwa = 1,6.

4. Tetraedrit (Zinkwand, Schladming)

Eindrücke nur teilweise klar; ab 32 g Einbrechen am Rand und Rißbildung aus den Ecken; ab 64 g plattiges Ausbrechen vom Rand weg und Rißbildung auch von den Kanten aus.
Anschliff (keine Orientierungsangaben): $^{1,72}MH_{10\mu} = 380$ kg/qmm.

5. Magnetit (Kaareck, Katschberg), Fe_3O_4

Eindrücke durchwegs klar, bis 128 g keinerlei Einbrechen oder Rißbildung.
Anschliff (keine Orientierungsangaben): $^{1,61}MH_{10\mu} = 650$ kg/qmm.

6. Pyrite, FeS_2

Eindrücke fast immer schlecht ausmeßbar, starkes Ausbrechen und Rißbildung. n ändert sich in Abhängigkeit von P bzw. d stark, die angegebenen Werte gelten nur für einen Bereich von $d = 7 - 15\ \mu$.

Alles Anschliffe (keine Orientierungsangaben).

A. Pyrit (Foldalengrube, Norwegen): $^{1,30}MH_{10\mu} = 1130$ kg/qmm.

B. Pyrit (Fahlun): $^{1,20}MH_{10\mu} = 1040$ kg/qmm.

C. Pyrit in Meliererz (Rammelsberg), wahrscheinlich mit starken Störungen: $^{1,05}MH_{10\mu} = 840$ kg/qmm.
Im Fall C liegt vielleicht eine Art Zertrümmerung und Unterteilung in kleine Subkristalliten vor.

7. Kalzit, Marmor, $CaCO_3$

Die Eindrücke sind fast durchwegs schwer auszumessen, weil alle möglichen Störerscheinungen auftreten, siehe die Abb. 13—16.
Das starke Ausbrechen usw. tritt schon ab 16 g, oft schon ab 5 g auf.

A. Kalzit 99,3% $CaCO_3$ (Großarl)

a) $(10\bar{1}1)$: Spaltfläche $^{1,78}MH_{10\mu} = 172$ kg/qmm.
b) Anschliff, parallel $(10\bar{1}1)$: $^{2,15}MH_{10\mu} = 167$ kg/qmm.

B. Marmor (Obdach) Anschliff

a) graue (helle und dunkle) Kristalle $^{1,89}MH_{10\mu} = 167$ kg/qmm, gekennzeichnet durch das Auftreten von meist zwei Scharen von Gleitlinien unter etwa 60°, von denen eine annähernd parallel zur Eindruckkante liegt.

b) gelbliche Kristalle $^{1,85}MH_{10\mu} = 124$ kg/qmm, meist nur eine Schar von Gleitlinien parallel zur Eindruckkante.

C. Kalkgang im Weißnickelkies (Zinkwand, Schladming)
Anschliff (keine Orientierungsangabe): $^{1,76}MH_{10\mu} = 260$ kg/qmm.
Ausmessung schwierig, Wert daher unsicher.

8. Magnesite (Trieben und Veitsch), $MgCO_3$

Die Eindrücke sind meist durch leichtes Einbrechen am Rand etwas gestört, aber verhältnismäßig leicht ausmeßbar.

A. Pinolithmagnesit (Sunk, Trieben)

Anschliff:
1. helle Kristalle: $^{1,38}MH_{10\mu} = 520$ kg/qmm.
2. dunkle Kristalle: $^{1,38}MH_{10\mu} = 435$ kg/qmm.

B. Magnesit (Veitsch)

Anschliff (keine Orientierungsangaben): $^{1,66}MH_{10\mu} = 306$ kg/qmm.

9. Magnesit, eisenhaltig (Veitsch), braun, verwittert

Eindrücke ähnlich Dolomit.
Anschliff: Messungen nur in homogenen braunen Kristalliten, Orientierungseinfluß unsicher $^{1,57}MH_{10\mu} = 316$ kg/qmm.

10. Dolomit (Veitsch), $CaMg(CO_3)_2$

Leichtes Einbrechen am Eindruckrand, Eindrücke aber ganz gut ausmeßbar.

a) natürliche $(10\bar{1}1)$: $^{1,81}MH_{10\mu} = 420$ kg/qmm.
b) Anschliff parallel $(10\bar{1}1)$: $^{1,55}MH_{10\mu} = 475$ kg/qmm.

11. Siderit (Steirischer Erzberg), $FeCO_3$, Mischkristall

Eindrücke durch leichtes Einbrechen und Rißbildung etwas gestört, aber ziemlich gut ausmeßbar.
Anschliff, kein Unterschied zwischen hellen und dunklen Kristalliten:
$^{1,40}MH_{10\mu} = 430$ kg/qmm.

12. Ankerit (Steirischer Erzberg), Mischkarbonat etwa 15% Fe

Eindrücke ähnlich Siderit.

Anschliff:
1. helle Kristalle: $^{1,56}MH_{10\mu} = 390$ kg/qmm.
2. dunkle Kristalle: $^{1,70}MH_{10\mu} = 350$ kg/qmm.

13. Ilmenit (Bamle, Norwegen), $FeTiO_3$

Eindrücke klar, ab 32 g teilweise Rißbildung aus den Ecken.
Anschliff (keine Orientierungsangaben): $^{1,78}MH_{10\mu} = 680$ kg/qmm.
Teilweise treten sekundäre Fe_2O_3-Ausscheidungen auf. Die ilmenitische Grundmasse ist in diesen Zonen vielleicht etwas weicher, jedoch müßte dies erst genauer geprüft werden.
Die Fe_2O_3-Ausscheidungen konnten wegen ihrer geringen Größe nur mit 8 g geprüft werden, wobei $d = 3{,}6\,\mu$ gegen $3{,}7\,\mu$ bei der ilmenitischen Grundmasse ist. Die Fe_2O_3-Einlagerungen wären daher etwas härter.

14. Quarze (verschiedener Herkunft), SiO_2

Eindrücke teilweise ganz einwandfrei, teils sehr stark gestört, siehe Abb. 10—12, oft starke Unterschiede an verschiedenen Stellen ein und derselben Kristallfläche. Starke Rückfederung der Eindrucktiefe; die Eindrücke erscheinen oft sehr flach und sind nur dadurch zu erkennen, daß an den Kanten während der Belastung örtliche Zertrümmerungen eingetreten sind, die nach der Entlastung sichtbar bleiben, so daß Ausmessung trotzdem möglich ist. Brauchbare Eindrücke vielfach erst ab 48 g, manchmal, z. B. Abb. 10, aber auch schon bei kleinsten Belastungen.

A. Bergkristall (Steirischer Erzberg)

a) natürliche $(10\bar{1}0)$: $^{1,44}MH_{10\mu} = 1120$ kg/qmm.
b) natürliche $(10\bar{1}1)$: $^{1,27}MH_{10\mu} = 1130$ kg/qmm.

In einzelnen Fällen entstehen auf diesen Flächen bei 46 g und 80 g nach dem Entlasten zuerst überhaupt keine Eindrücke, nach 1—5 Minuten bilden sich diese ohne Last aus. Fünfmal beobachtet, bisher völlig unerklärlich.

B. Rauchquarz (Tauern)

a) natürliche $(10\bar{1}1)$: $^{1,10}MH_{10\mu} = 1230$ kg/qmm.
n ändert sich bei kleinen d-Werten, daher ist $n = 1{,}10$ nur im Bereich von etwa 6—14 μ gültig.

b) natürliche $(10\bar{1}0)$: $^{1,35}MH_{10\mu} = 1040$ kg/qmm.
Änderung von n mit d etwas geringer.

c) Anschliff parallel $(10\bar{1}0)$: $^{1,05}MH_{10\mu} = 1300$ kg/qmm.
n verhält sich ähnlich wie auf der natürlichen Prismenfläche.

C. Quarz neben Arsenkies (Pusterwald, Obersteiermark)

Anschliff (keine Orientierungsangaben): $^{1,37}MH_{10\mu} = 1170$ kg/qmm.
Leicht ausmeßbar; die Rückfederung scheint schwächer zu sein als bei den natürlichen Einkristallflächen. Dieser Quarzgang besteht aus Körnern mit Durchmesser von Zehntel- bis Hundertstelmillimetern. Möglicherweise spielt dies eine gewisse Rolle bei der Rückfederung.

D. Achat.

Anschliff: $^{1,35}MH_{10\mu} = 1170$ kg/qmm.
Mikrovielkristallhärte.
Es liegen in den untersuchten Fällen also die Ein- und Vielkristallmikrohärte der SiO_2 im Mittel zwischen 1100 und 1200 kg/qmm.

15. Korund (Indien), Al_2O_3 Download unter www.biologiezentrum.at

Die im Bereich zwischen 32 g und 144 g entstehenden Eindrücke meist einwandfrei, siehe auch Abb. 9. Bis 32 g meist noch keine pyramidenähnlichen Eindrücke. Ausbrechen am Rand tritt kaum auf, Rißbildung aus den Ecken erst bei den höchsten Belastungen.
Anschliff (keine Orientierungsangabe, 3 verschiedene willkürliche Anschliffrichtungen): $^{1,26}MH_{10\mu} = 2100$ kg/qmm.
Beim Anschleifen (Siliziumkarbidscheiben und Papier, polieren mit Tonerde) tritt zuerst ein „Scheingefüge" auf, d. h. die Schliffläche zeigt helle glatte und dunkle rauhe Stellen. Diese letzteren sind wahrscheinlich Vertiefungen der Oberfläche in welchen sich Schleifstaub ansammelt. Messungen der Mikrohärte ergeben an diesen dunklen Stellen viel zu niedrige Werte, etwa $^1/_4$ bis $^1/_2$ des richtigen. Durch genügend langes Polieren verschwinden die dunklen Stellen. Die Herstellung einwandfreier Eindrücke auf natürlichen Flächen war bisher nicht möglich.

III. Tetragonales System

16. Kupferkies in Melierer (Rammelsberg), $CuFeS_2$

Eindrücke sehr ungleichartig, ab 16 g meist schon plattige Einbrüche am Rand, bei 48 g vielfach Rißbildung quer durch den Eindruck, nicht von den Ecken ausgehend. Zwischen 16 und 32 g Eindrücke oft rechteckig mit Seitenverhältnis 1,2 bis 1,3.
Anschliff (keine Orientierungsangaben): $^{2,0}MH_{10\mu} = 222$ kg/qmm.

IV. Hexagonales System

17. Rotnickelkies (Zinkwand, Schladming), NiAs

Eindrücke ungleichartig, ab 32 g leichtes Einbrechen und Risse parallel zum Rand des Eindruckes, ab 64 g starkes Ausbrechen neben dem Eindruck und Risse von den Ecken aus.
Anschliff (keine Orientierungsangabe): $^{1,83}MH_{10\mu} = 630$ kg/qmm.

18. Apatit (Zinnwald), $Ca_5F(PO_4)_3$

Eindrücke sehr stark gestört durch Splittern am Rand, Einbrechen und Ausbrechen am und neben dem Eindruckrand, Rißbildung.
Eindrücke sehr schwierig auszumessen. Belastung muß besonders langsam aufgebracht werden.

a) natürliche $(10\bar{1}0)$: $^{1,0}MH_{10\mu} = 760$ kg/qmm,
auf einzelnen Flächen auch: $^{1,0}MH_{10\mu} = 850$ kg/qmm.

b) Anschliff parallel $(10\bar{1}0)$: $^{1,25}MH_{10\mu} = 610$ kg/qmm.

V. Rhombisches System

19. Argentit (Schemnitz), Ag_2S

Eindrücke durchwegs klar.
Anschliff (keine Orientierungsangaben): $^{1,76}MH_{10\mu} = 38$ kg/qmm, örtlich wesentlich härtere Stellen.

20. Rammelsbergit (Zinkwand, Schladming), $NiAs_2$

Eindrücke ähnlich wie bei Rotnickelkies.
Anschliff (keine Orientierungsangaben): $^{1,65}MH_{10\mu} = 820$ kg/qmm.

download unter www.biologiezentrum.at

21. Markasit im Bleiglanz (Bleiberg), FeS_2

Eindrücke meist schwierig auszumessen, ab 16 g schon Einbrechen am Rand, ab 32 g Rißbildungen, siehe auch Abb. 6 und 7.
Anschliff (keine Orientierungsangaben): $^{1,69}MH_{10\mu} = 1110$ kg/qmm.

22. Topas (Brasilien), $Al_2[F_2(SiO_4)]$

Eindrücke trotz verschiedener Störungen, siehe auch Abb. 8, noch relativ gut zu vermessen.

a) natürliche (110): $^{1,30}MH_{10\mu} = 1130$ kg/qmm.
b) Anschliff parallel (110): $^{1,44}MH_{10\mu} = 1110$ kg/qmm.

Im Anschliff bis 48 g nur rundliche Ausbrüche mit Interferenzstreifen, zwischen 50—130 g negativpyramidale Eindrücke, vielfach aber rechteckig mit eingezogenen Kanten, teilweise Risse, Einbrechen an und neben den Eindruckkanten sowie oft Nachbrechen nach Entlastung.

VI. Monoklines System

23. Talk (Mautern), $Mg_6(OH)_4$, Si_8O_{20}

Eindrücke kaum gestört, aber ziemlich undeutlich zu sehen und etwas schwierig auszumessen.
Anschliff, Vielkristallmikrohärte: $^{1,72}MH_{10\mu} = 2$ kg/qmm.
Auf natürlichen Flächen von Einkristallen konnte bisher die Mikrohärte nicht einwandfrei bestimmt werden.

24. Gips (Kalusz, Galizien), $CaSO_4 . 2 H_2O$

Eindrücke meist sehr stark gestört und schwierig auszumessen, siehe Abb. 17 bis 21.
a) natürliche (110): $^{1,76}MH_{10\mu} = 60$ kg/qmm.
b) Spaltfläche (110): $^{1,80}MH_{10\mu} = 76$ kg/qmm.

25. Adulare $KAlSi_3O_8$

Es treten die stärksten bisher überhaupt festgestellten Störungen auf, siehe Abb. 22 und die früheren Ausführungen. Die Ausmessung ist daher sehr schwierig.

A. Adular (Schweiz)

a) natürliche (110): $^{0,74}MH_{10\mu} = 1150$ kg/qmm.
b) Anschliff parallel (110): $^{0,93}MH_{10\mu} = 860$ kg/qmm.

B. Adular (Großvenediger)

a) natürliche (110): $^{0,74}MH_{10\mu} = 1150$ kg/qmm.
b) Anschliff parallel (110): $^{1,34}MH_{10\mu} = 930$ kg/qmm.

Auf den natürlichen Flächen des Adulars liegt der einzige bisher mit Sicherheit festgestellte Fall vor, daß der Wert von n erheblich kleiner ist als 1. Da die n-Werte der geschliffenen Flächen um 1 und darüber liegen, ist die Vermutung nicht von der Hand zu weisen, daß in den natürlichen Flächen besondere Verhältnisse vorliegen, die mit den Härteeigenschaften des Gitters an sich nichts zu tun haben.

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

In Abb. 23 und Tabelle dazu sind die ermittelten Werte der Mikrohärte und des Meyer-Exponenten aufgetragen, wobei die Zugehörigkeit zu den drei Gruppen besonders gekennzeichnet ist.

Bevor an irgendeine Auswertung der Ergebnisse gegangen wird, muß nochmals auf folgendes hingewiesen werden: Bei den verschiedenen Mineralien ist zweifellos das Verhältnis von elastischer zu bleibender Verformung verschieden. Da sich die Rückfederung, soweit bekannt, im wesentlichen auf die Eindrucktiefe bezieht, ist bei gleicher Diagonalenlänge bei einem stark rückfedernden Stoff das plastisch verformte Volumen kleiner. Da sich die Eindringhärtedefinition auf den bleibend verformten Anteil bezieht, wird die ohne Berücksichtigung der Rückfederung bestimmte Eindringhärte vom definitionsgemäßen Wert um so mehr abweichen, je größer der elastische Formänderungsanteil ist. Stark elastische Mineralien haben also in Wirklichkeit eine höhere Härte, als bei der üblichen Bestimmung ermittelt wird. Für die vorläufige Auswertung muß dieser Punkt noch unberücksichtigt bleiben, weil keine entsprechenden Messungen gemacht werden konnten. Es ist aber sehr wohl möglich, daß beispielsweise die im Härtebereich zwischen 1100—1200 kg/qmm liegenden verschiedenen Mineralien bei Berücksichtigung der Rückfederung wesentlich weiter auseinander liegen würden.

Aus Abb. 23 ergibt sich zunächst, daß die Mineralien der Mohsschen Skala von 1—9 in der Mikrohärte $MH_{10\mu}$ einen Bereich von rund 2000 kg/qmm bzw. für den Mohsschen Bereich 1—8 rund 1200 kg/qmm umfassen. Wollte man also den Umfang der Mohsschen Skala in Mikrohärtewerten ausdrücken, so käme auf e i n Intervall ein Bereich von rund 200 kg/qmm, was selbst bei der Annahme einer $\pm$ 5%igen Streuung um den Mittelwert auch im Bereich bei 1200 kg/qmm noch eine wesentlich feinere Unterscheidung gestatten würde.

Dieser naheliegende Vergleich der bisher noch meist verwendeten Mohs-Härte und der Mikrohärte hat aber aus verschiedenen Gründen wenig Sinn. Erstens sind beide Härten wesensverschieden und zweitens sind die Mohsschen Härtestufen willkürlich und ungleich (24) und außerdem für eine feinere Unterscheidung viel zu roh.

So hat z. B. der Graphit nach Mohs die Härte $^1/_2$—1, während er eine Mikrohärte im bisherigen Sinn überhaupt nicht hat, weil er sich nach E. O. BERNHARD (6) und nach unseren eigenen Feststellungen an Koks nur entweder elastisch verformt oder bricht.

Anderseits ist die Mikrohärte von Gips mehr als doppelt so groß als die des an gleicher Stelle der Mohsschen Skala stehenden Steinsalzes. Es ist richtiger, die Mikrohärte ihrem Wesen entsprechend als eine besondere Eigenschaft zu behandeln und auch einen allgemeinen Vergleich mit den verschiedenen anderen Härtemeßverfahren der Mineralogie (24) erst dann zu versuchen, wenn einmal wesentlich mehr Mikrohärtewerte $^nMH_{10\mu}$ von Mineralien gemessen worden sind.

Aus Abb. 23 kann man allgemein entnehmen, daß für alle drei Gruppen von MH-Werten folgendes gilt:

1. Zwischen der $MH_{10\mu}$ und dem Meyer-Exponenten n besteht ein zwar nur grober, aber ganz klarer Zusammenhang, indem mit steigender Härte der Wert von n abnimmt.

2. Abgesehen von zwei Ausnahmen (Anschliff Kalzit und natürliche Flächen beim Adular) liegen alle n-Werte zwischen 1 und 2; und weiters

3. Durch die gleichzeitige Angabe von Mikrohärte und Exponenten n, also von $^{n}MH_{10\mu}$ ist eine sehr gute Kennzeichnung der Mineralien möglich. Dabei ist die Güte der Kennzeichnung durch die Zugehörigkeit zu einer der drei Gruppen der MH-Werte gegeben.

Die Frage, ob für eine endgültige Kennzeichnung die auf Anschliffen bekannter Orientierung (Gruppe 2) oder die auf natürliche Flächen bekannter Orientierung (Gruppe 1) bestimmten Werte herangezogen werden, kann erst nach Vorliegen einer viel größeren Zahl von Einzelwerten und nach Klärung der früher erwähnten Punkte beantwortet werden. An sich wäre Gruppe 1 vorzuziehen, für die praktischen Arbeiten hat aber zweifellos Gruppe 2 größere Bedeutung.

Auf Einzelheiten der Abb. 23 gehen wir bewußt nicht ein, um zu vermeiden, daß die darin niedergelegten Zahlenwerte irgendwie als endgültig für die untersuchten Mineralien angesehen werden. Die Werte sind, und darauf weisen wir hier nochmals hin, zwar sehr sorgfältig und mit einer weitaus genügenden Zahl von Einzelmessungen bestimmte Mittelwerte, betreffen aber nur je ein oder einige Stücke einer bestimmten Mineralart.

Aus den wenigen bisher bekannten Mikrowerten gemäß Abb. 23 ergeben sich in manchen Fällen Übereinstimmung mit bisher Bekanntem, aber ebensooft auch Widersprüche. So ist z. B. nach ERNI (25) die Schleifhärte der Rhomboederfläche des Quarzes kleiner als die der Prismenflächen. Bei Rauchquarz wurde gefunden, daß die $MH_{10\mu}$ der Rhomboederflächen 1040 kg/qmm, die der Prismenflächen 1230 kg/qmm beträgt. Anderseits gibt NIGGLI (26) nach ROSIWAL an, daß in der Schleifhärte zwischen Fluorit und Apatit nur eine kleine Differenz besteht, während die $MH_{10\mu}$ (Gruppe 2) des ersteren 250 kg/qmm, die des letzteren 610 kg/qmm beträgt. Man darf solche Tatsachen nicht überschätzen und muß für eine endgültige Beurteilung noch viel mehr MH-Werte ermitteln.

Zusammenfassend kann man auf Grund der in Abb. 23 dargestellten Werte und der Untersuchungen, die zu ihrer Ermittlung durchgeführt wurden, über die Mikrohärteprüfung der Mineralien folgendes sagen:

1. Die Durchführung der Bestimmung der Mikrohärte ist mit dem von uns verwendeten Reichert-Mikrohärteprüfer schnell, genau und verläßlich möglich.

2. Einfache Vergleichshärtemessungen mit nur einer einzigen Prüflast geben Mikrohärtewerte, die nur bei dieser Prüflast, nicht aber allgemein

download unter www.biologiezentrum.at

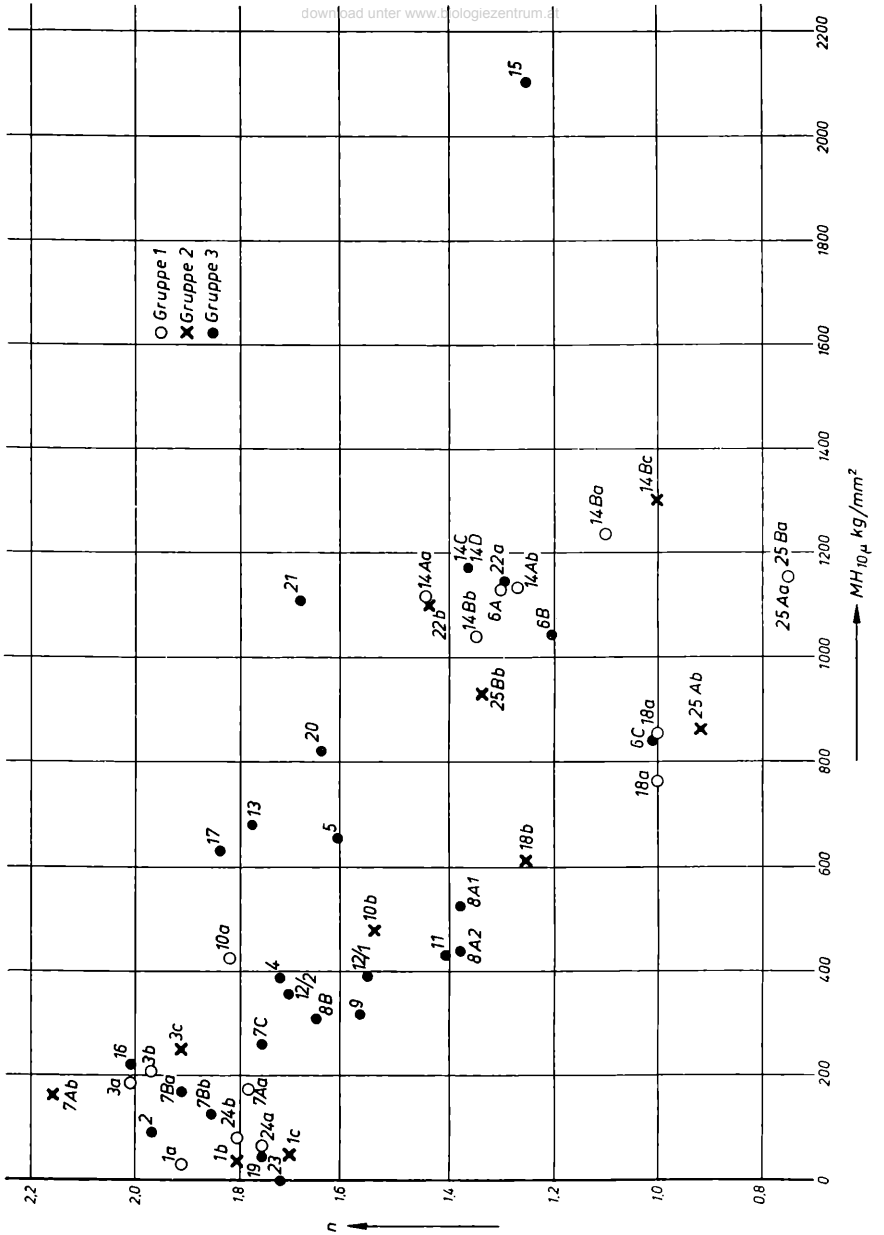

Abb. 23. Mikrohärten ($MH_{10\mu}$) und Meyer-Exponenten n der untersuchten Mineralien.

Tabelle zu Abb. 23

$MH_{10\mu}$ in kg/qmm und n-Werte der untersuchten Mineralien, nach Gruppen 1, 2, 3.

Gruppe 1: Natürliche Kristallflächen bekannter Orientierung,
Gruppe 2: Anschliffe bekannter Orientierung,
Gruppe 3: Anschliffe unbekannter Orientierung.

Die laufende Nummernbezeichnung entspricht der im Abschnitt C (IV Die krohärte der untersuchten Mineralien) angewendeten.

ufende Nr.	Mineral	Gruppe 1		Gruppe 2		Gruppe 3	
		n	$MH_{10\mu}$	n	$MH_{10\mu}$	n	$MH_{10\mu}$
1 a	Steinsalz (100)	1,90	27				
1 b	Steinsalz (100)			1,80	35		
1 c	Steinsalz (111)			1,70	47		
2	Bleiglanz					1,96	95
3 a	Flußspat (100)	1,96	206				
3 b	Flußspat (111)	2,00	185				
3 c	Flußspat (100)			1,90	248		
4	Tetraedrit					1,72	380
5	Magnetit					1,61	650
6 A	Pyrit (Foldalen)					1,30	1130
6 B	Pyrit (Fahlun)					1,20	1040
6 C	Pyrit (Meliererz)					1,05	840
7 Aa	Kalzit ($10\bar{1}1$)	1,78	172				
7 Ab	Kalzit ($10\bar{1}1$)			2,15	167		
7 Ba	Marmor, hell					1,89	167
7 Bb	Marmor, dunkel					1,85	124
7 C	Kalkgang					1,76	260
8 A1	Pinolithmagnesit, hell					1,38	520
8 A2	Pinolithmagnesit, dunkel					1,38	435
8 B	Magnesit (Veitsch)					1,66	306
9	Magnesit (Veitsch), eisenhaltig, braun					1,57	316
0 a	Dolomit ($10\bar{1}1$)	1,81	420				
0 b	Dolomit ($10\bar{1}1$)			1,55	475		

Laufende Nr.	Mineral	Gruppe 1		Gruppe 2		Gruppe 3	
		n	$MH_{10\mu}$	n	$MH_{10\mu}$	n	$MH_{10\mu}$
11	Siderit					1,40	430
12/1	Ankerit, hell					1,56	390
12/2	Ankerit, dunkel					1,70	350
13	Ilmenit					1,78	680
14 Aa	Bergkristall ($10\bar{1}0$)	1,44	1120				
14 Ab	Bergkristall ($10\bar{1}1$)	1,27	1130				
14 Ba	Rauchquarz ($10\bar{1}0$)	1,10	1230				
14 Bb	Rauchquarz ($10\bar{1}1$)	1,35	1040				
14 Bc	Rauchquarz ($10\bar{1}0$)			1,05	1300		
14 C	Quarzgang					1,37	1170
14 D	Achat					1,35	1170
15	Korund					1,26	2100
16	Kupferkies					2,00	222
17	Rotnickelkies					1,83	630
18 a	Apatit ($10\bar{1}0$)	1,00	760				
18 a	Apatit ($10\bar{1}0$)	1,00	850				
18 b	Apatit ($10\bar{1}0$)			1,25	610		
19	Argentit					1,76	38
20	Rammelsbergit					1,65	820
21	Markasit					1,69	1110
22 a	Topas (110)	1,30	1130				
22 b	Topas (110)			1,44	1110		
23	Talk					1,72	2
24 a	Gips (110)	1,76	60				
24 b	Gips, Spalt (010)	1,80	76				
25 Aa	Adular (Schweiz) (110)	0,74	1150				
25 Ab	Adular (Schweiz) (110)			0,93	860		
25 Ba	Adular (Venediger) (110)	0,74	1150				
25 Bb	Adular (Venediger) (110)			1,34	930		

gültig sind, da sich infolge des in der Regel verschiedenen Wertes des Meyer-Exponenten n die Härtereihung bei einer anderen Belastung umkehren kann. Nur bei gleichen n-Werten aller zu vergleichenden Stoffe bleibt die Härtereihung für alle Prüflasten gleich.

3. Durch die Aufnahme der Meyer-Geraden, ergibt sich die Möglichkeit einer Kennzeichnung der Mineralien (und natürlich auch anderer Stoffe), die weit über eine einfache Härtereihung hinausgehen kann.

4. Für die Ermittlung endgültiger Werte von Mikrohärte und Meyer-Exponenten n muß noch die Auswirkung verschiedener Einflußgrößen, die in der vorliegenden Arbeit zum Teil nur grundsätzlich untersucht wurden, systematisch geklärt werden (Belastungsgeschwindigkeit und Dauer, Schleifen und Polieren, Orientierung usw.).

5. Darüber hinaus müssen noch eine Reihe von grundsätzlichen Untersuchungen, die wir nur angedeutet haben, vorgenommen werden, wie z. B. Einfluß von Spannungen, von Subkristalliten- und Mosaikkristallbildung, Ermittlung der Mikrohärtewerte der reinen Stoffe (Endglieder), Zusammenhänge von Mikrohärte und Mischkristallbildung und viele andere. Umgekehrt wird man dann aus diesen Ergebnissen noch viel weitergehende Rückschlüsse ziehen können, wie bereits in 3. angedeutet ist.

6. Die weitere Anwendung der Mikrohärteprüfung der Mineralogie erscheint uns daher zweckmäßig und wertvoll.

VI. Die Mikrohärte der Kohlenbestandteile

Im Zuge der vorliegenden Untersuchungen wurden auch einige informierende Versuche über die Brauchbarkeit der Mikrohärteprüfung der Kohlenbestandteile angestellt.

Man muß sich von vornherein darüber klar sein, daß infolge der grundsätzlichen Unterschiede zwischen den Mineralien und den Kohlebestandteilen die Mikrohärteprüfung in beiden Fällen über verschiedene Eigenschaften Aufschluß gibt. Abgesehen vom gänzlich verschiedenen Aufbau der Einzelbestandteile der Kohlenbestandteile in sich, sind diese Einzelteile meist irgendwie faserig gelagert. Dabei sind die einzelnen Elementarfasern häufig nur einige Tausendstelmillimeter stark, so daß ein Eindruck mit beispielsweise 10 μ Diagonalenlänge schon mehrere dieser Elementarfasern umfaßt und daher schon deshalb nicht mehr von Mikrohärte im eigentlichen Sinne gesprochen werden kann. Der gemessene Wert entspricht einigermaßen dem Begriff „Vielkristallmikrohärte".

Weiters ist das Verhalten sowohl der Elementarfasern als auch des Faserverbandes bei kurzzeitigen Verformungen (in der Größenordnung von Sekunden) und die Rückbildungserscheinungen nach Entlastung ohne Zweifel anders als bei Mineralien. Man wird annehmen können, daß die Rückbildungen viel stärker sind.

Es wurden folgende Kohlensorten im Anschliff untersucht:

1. Rosenthaler Moorkohle,
   Nürschauer Plattelkohle (Durit),
3. Grünbacher Steinkohle (Vitrit, Clarit),
4. Hüttenkoks.

Dabei konnte folgendes festgestellt werden:

Die Eindrücke sind in allen Fällen viel schlechter sichtbar als bei den meisten Mineralien und Metallen. Diese Erscheinung hängt möglicherweise mit der vermuteten starken Rückbildung der Eindrücke zusammen, die sich vor allem als eine Verringerung der Tiefe der Eindrücke auswirken würde.

Zahlentafel 4.

Kohlenart und Gefügebestandteil		MH in kg/qmm bei d = 10 μ
Moorkohle	2,08	
Nürschauer Plattelkohle, Durit	2,03	23
Grünbacher Steinkohle		
a) Vitrit	2,0	26
b) Claritische Zone	2,0	38
Bemerkenswert ist der konstante Wert von n = 2		

Klar ausgeprägt sind die Eindruckspuren der Pyramidenkanten, und zwar insbesondere in der senkrecht zur Faser gelegenen Richtung. Die Ausmessung der Eindruckdiagonalen erfolgt vor allem mit Hilfe dieser Eindruckspuren, die man durch leichtes Unscharfstellen und Abblenden entweder als dunkle oder als stark leuchtende Striche einstellen kann. Kleine Eindrücke schon zwischen 10 und 20 μ sind schwierig auszumessen, so daß die Bestimmung der Eindruckgröße in den normalerweise weniger breiten Elementarfasern ziemlich schwierig sein wird. Eine gewisse Erschwerung bringt auch die geringe Härte der Kohlenbestandteile gemäß Zahlentafel 4 mit sich. Der Belastungsbereich des Reichert-Mikrohärteprüfers gestattet in der jetzigen Ausführung höchstens eine Ablesung auf 0,5 bis 1 g genau und die Belastungen zur Erzielung eines Eindruckes von 10 μ liegen bei den untersuchten Kohlensorten zwischen 0,2 und 3 g. Diese Schwierigkeit läßt sich relativ leicht überwinden, soferne man sich auf Eindrücke 10 μ festlegen kann, weil man die zu diesem Wert gehörige Belastung mit ausreichender Genauigkeit

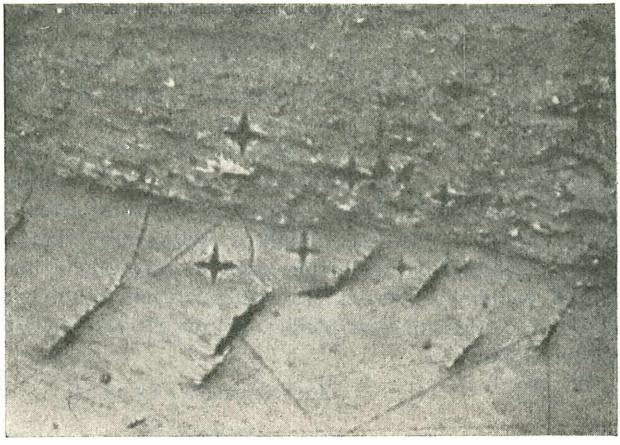

Abb. 24. Steinkohle (Grünbach). Eindrücke mit 8, 16, 32, 48 und 51 g auf Vitrit (hell) und claritischer Zone (dunkel). Die 8-g-Eindrücke sind wegen der hier geringeren Vergrößerung nicht sichtbar. 125×.

an der Meyer-Geraden ablesen kann. Außerdem würde sich der Mikrohärteprüfer ohne weiteres mit einem kleineren Kraftmeßbereich, dafür aber größerer Ablesegenauigkeit bauen lassen. In diesem Falle könnte man auch die Mikrohärte der einzelnen Elementarfasern leichter bestimmen. Wenn die Breite derselben nur mehr wenige μ beträgt, könnte die Mikroritzhärte (deren Anwendung für die Prüfung der Metalle und Mineralien derzeit erprobt wird) mit Vorteil herangezogen werden.

Aus den Meyer-Geraden ergaben sich im Bereich zwischen 20 und 70 μ folgende mittlere Schwankungen der Diagonalenlängen Prozenten des jeweiligen Mittelwertes:

Moorkohle $\pm$ 12%
Nürschauer Plattelkohle $\pm$ 5%
Grünbacher Steinkohle $\pm$ 9 (Vitrit)
Grünbacher Steinkohle $\pm$ 4 (Clarit)

Die Werte liegen somit in derselben Größenordnung wie bei den Mineralien.

Die auf eine Diagonalenlänge von 10 μ bezogenen Härte- und n-Werte sind:

In *Abb. 24* ist eine Übersichtsaufnahme der Grünbacher Kohle in 125facher Vergrößerung wiedergegeben. Der helle Streifen ist reiner Vitrit, der dunkle claritisch ausgebildet. Die Eindrücke sind mit 51, 48, 32, 16 und 8 g erzeugt, der zur kleinsten Belastung gehörige ist bei der schwachen Vergrößerung nicht sichtbar. Der Unterschied der Eindrücke in diesen Kohlebestandteilen von den in Mineralien entstehenden ist offensichtlich. Bei der Moorkohle und der Nürschauer Kohle ergaben sich gleiche Eindrücke wie in Abb. 24.

Völlig andere Verhältnisse zeigten sich beim Hüttenkoks. Hier waren bei Belastungen bis 100 g überhaupt keine meßbaren Eindrücke festzustellen.

Es liegen hier offenbar ähnliche Verhältnisse vor, wie sie E. O. BERNHARDT (6) für den Graphit festgestellt hat. Die erzeugten Eindrücke sind offenbar rein elastisch, sie werden also nach Entlastung völlig rückgebildet. In solchen Fällen ist die auf der Erzeugung eines bleibenden Eindruckes basierende Eindringhärtebestimmung nicht anwendbar. Anderseits kann der Übergang vom nur plastisch zum nur mehr elastisch verformbaren Zustand erfaßt werden, was für manche Zwecke von Wichtigkeit sein kann.

Für Werkstoffe, bei denen bei der Eindruckhärteprüfung ein erhebliches Maß an elastischer Rückbildung auftritt, wird man zweckmäßig zu einer neuen „Härte"-Kennzeichnung greifen, für welche beispielsweise das Verhältnis von bleibender zur Gesamtverformung unter der vollen Belastung oder das Verhältnis von bleibender zur elastischen Verformung verwendet werden könnte.

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit werden die theoretischen und praktischen Grundlagen für die Mikrohärteprüfung der Mineralien dargestellt, die noch offenen Fragen aufgezeigt und teilweise durch eigene Versuchsergebnisse beantwortet und nachgewiesen, daß die Mikrohärteprüfung ein sehr zweckmäßiges mineralogisches Arbeitsverfahren sein kann.

Zum Schluß möchten wir dem dritten Beobachter, Frl. J. WALLNER, für ihre Mitarbeit auch hier bestens danken.

Weiters danken wir den Herren Prof. O. M. FRIEDRICH, Professor K. METZ und Prof. F. ZECHNER für ihre Leihgaben an Mineralien und den Herren Prof. FRIEDRICH und Dr. F. MEIXNER für ihre wertvollen Ratschläge.

Nachtrag

Nach der Drucklegung der vorliegenden Arbeit wurden uns drei Arbeiten bekannt, in welchen mit Hilfe von Elektronenstrahlen untersucht wurde, welche Veränderungen an der Oberfläche von mechanisch bearbeiteten (Drücken, Schleifen, Polieren) Mineralien auftreten.

RAETHER H., Z. Physik **124** (1946): 286/308, hat nachgewiesen, daß auch an Mineraloberflächen bei der mechanischen Bearbeitung eine weitgehende Zertrümmerung, d. h. Unterteilung der ursprünglichen Einkristalloberfläche in feinste Kristallite stattfindet, ähnlich wie er sie schon früher, Z. Physik **86** (1933): 82 ff, bei Metallen nachgewiesen hat. Das Ausmaß der Zertrümmerung hängt stark von der Härte der Mineralien ab, und zwar so, daß mit sinkender Härte die entstehenden feinen Kristallite immer kleiner werden.

LEISE K. H., Z. Physik **124** (1946): 258/63, kommt zu gleichen Ergebnissen.

Schließlich hat HEIDENREICH R. D., SAE. Journal **53** (1945): 588/94, an Hand elektronenmikroskopischer Bilder die Unterteilung einer Steinsalzwürfelfläche in kleine Kristalliten durch den Schleifvorgang mit üblichem

Schleifpapier nachgewiesen. Die Ergebnisse dieser Arbeiten bestätigen unsere auf Grund der Mikrohärteuntersuchung gemachten Annahmen im Abschnitt C III 2 b weitgehend. Ein eingehender Vergleich unserer Ergebnisse, insbesondere mit den Arbeiten von RAETHER und LEISE, wird später gesondert gegeben werden.

Die in der vorliegenden Arbeit gewonnenen Erkenntnisse über den Einfluß des Schleifens und Polierens auf die Mikrohärte der Minerale sowie die im Nachtrag angeführten Bestätigungen unserer Ergebnisse lassen es zweckmäßig erscheinen, die Mikrohärte auch als zusätzliches Erkennungsmittel für nichtmetallische Einschlüsse in Metallen, insbesondere auch in Stählen, heranzuziehen. Eine systematische Arbeit darüber ist derzeit im Gange.

Literatur

Mitsche R., Onitsch E. M. und *Blüthgen W.*, Berg- u. Hüttenm. Mh. **92** (1947): 13—25.

2. *Onitsch E. M.*, Mikroskopie **2** (1947): 131—151.

3. *Onitsch E. M.*, Berg- u. Hüttenm. Mh. **93** (1948).

4. *Lips E. M. H.*, Z. Metallk. **29** (1937): 339/40.

5. *Hanemann H.* und *Bernhardt E. O.*, Z. Metallk. **32** (1940): 35—38.

5 a. *Schulz F.* und *Hanemann H.*, Z. Metallk. **32** (1941): 124—134.

6. *Bernhardt E. O.*, Z. Metallk. **33** (1941): 135—144.

Neill H. O., The hardness of metals and its measurement. London, 1934.

8. *Siebel E.*, Handb. Werkstoffprüf. **2** (1939), V: 326—363. W. Hengemühle, Berlin.

9. *Meyer E.*, Forsch.-Arbeiten, Ing.-Wesen (1909), 65.

10. *Ehrenberg W.*, Z. Metallk. **33** (1941): 22/23 und 23/24.

11. *Scheil E.* und *Tonn W.*, Arch. Eisenhüttenwesen **8** (1934/35): 259—262.

12. *Talmadge S. B.*, Econ. Geology **20** (1925).

13. *Rosiwal A.*, Verh. Geol. Reichsanstalt Wien (1896): 475—491 und (1899): 204—225.

14. *Ramsthaler P.*, Mikroskopie **2** (1947): 345—352.

15. *Bischof W.* und *Wenderott B.*, Arch. Eisenhüttenwesen **13** (1941/42): 497 bis 505.

16. *Schneiderhöhn-Ramdohr*, Lehrbuch der Erzmikroskopie 1. Bd., 1. Hälfte: 92—96 und 310 Berlin, 1934.

16 a. In 16 angeführt: *Boas W* und *Schmid E.*, Naturwiss. **20** (1932): 416—419.

16 b. In 16 angeführt: *Raether H.*, Naturwiss. **21** (1933): 547.

17. *Siebel J.*, Metall und Erz **40** (1943): 169—174.

18. *Klockmann-Ramdohr*, Lehrbuch der Mineralogie: 36. Stuttgart, 1942.

19. *Schneiderhöhn-Ramdohr*, Lehrbuch der Erzmikroskopie, 2. Band: 336. Berlin, 1931.

20. *Hansen M.*, Die Zweistofflegierungen: 722—727. Berlin, 1936.

21. *Knoop F.*, *Peters Ch. G.* und *Emerson W B.*, I. Res. Nat. Bur. Stand **23** (1939): 39—61.

Tate D. R., Am. Soc. Met. Annual Convention paper (1944): 374—389.

23. wie 19, jedoch 244, Abb. 109.

24. *Niggli P.*, Lehrbuch der Mineralogie und Kristallchemie: 100. Berlin, 1941.

25. wie 24: 103, Abb. 67.

26. wie 24: 103.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: Mikroskopie - Zentralblatt für Mikroskopische Forschung und Methodik

Jahr/Year: 1948

Band/Volume: 3

Autor(en)/Author(s): Mitsche Roland, Onitsch Emma Maria

Artikel/Article: Über die Mikrohärte der Mineralien. 257-309