

# Mikrohärte-Messungen an körnigem Magnesit

Von H. Tertsch, Wien

(Anwendung der Vickers-Methode bei polykristallinem Material. Bemerkungen zur „Gefügehärte“.)

(Application de la méthode de Vickers pour des matériaux polycristallins. Remarques concernant la „dureté de la structure“.)

(Application of the Vickers method to polycrystalline material. Remarks regarding structure hardness.)

Wie schon lange bekannt und neuerdings wieder bestätigt (1), zeigen Mikrohärte-Messungen nach der Vickers-Methode an kristallinem Material zwei Umstände, durch die die praktische Verwertung der für technische Belange so vielversprechenden Meßmethode stark beeinträchtigt wird, nämlich die Tatsache, daß es sich bei der Ausmessung um die Ergebnisse einer exponentiellen Beziehung zwischen Eindrucksgröße und Eindruckslast handelt ( $n$ , Meyer-Gerade), und weiterhin die Tatsache, daß bei kristallinem Material die ermittelte „Mikrohärte“ in mehr oder minder starkem Maße von der geprüften Richtung im Kristall abhängig ist (Anisotropie der Mikrohärte, kristallographisch orientierte Verzerrungen der Eindrücke). Der erstgenannte Umstand macht es nötig, für eine wirklich brauchbare Bestimmung, wie das schon R. Mitsche und E. M. Onitsch betonten (2), die Mikrohärte für mindestens drei verschiedene Belastungen zu messen, um eine gewisse Sicherheit über die Größe des Exponenten  $n$ , also über die für den betreffenden Stoff kennzeichnende Steigung der „Meyer-Geraden“, zu gewinnen. Wenn man weiterhin berücksichtigt, daß es für eine genaue Messung unerlässlich ist, bei jeder angewendeten Belastungsstufe mindestens drei Eindrücke zu machen und auszumessen, so ergibt das die Notwendigkeit, eine Mindestzahl von  $3 \times 3$  Eindrücken vermessen zu können. Da nun diese Eindrücke einander nicht zu nahe liegen dürfen, um gegenseitige Störungen zu vermeiden, ist sofort ersichtlich, daß das Mineralkorn, an dem die Messungen vorgenommen werden sollen, im Ausmaß nicht allzu klein sein darf, denn die Messungen müssen an einem und demselben Korn durchgeführt werden, damit man sicher ist, daß die gleiche kristallographische Orientierung vorliegt, sonst erhält man durchaus unvereinbare Messungsgrößen. Hierin wirkt sich die Anisotropie der Mikrohärte bei kristallinem Material sehr tiefgreifend aus.

So genau und aufschlußreich die Mikrohärte-Messungen nach der Vickers-Methode an genügend großen Einzelkristallen bei Kenntnis der Flächenlage sind, so schwierig, ja unsicher werden diese Bestimmungen, wenn ein Vielkristall vorliegt, wie das ja fast ausschließlich bei den verschiedenen kristallinen Werkstoffen der Fall ist. Es scheint darum unerlässlich, einen Weg zu suchen, wie die

an Einzelkristallen gemessenen Mikrohärte-Werte bei Untersuchungen an polykristallinem Material verwertet werden können.

Zu diesem Zwecke wurden grob- und feinkörnige („dichte“) Proben von Radentheiner Magnesit, die mir in dankenswertester Weise von der Österr.-Amerikanischen Magnesit-AG zur Verfügung gestellt wurden, untersucht. Dabei wurde grundsätzlich auf die Durchmessung von Einzelkristallen bzw. von orientierten Anschliffen verzichtet.

Wie bei den vorangegangenen Kalkspatversuchen (1) habe ich auch hier wieder Herrn Doktor Reichert bestens dafür zu danken, daß er in bereitwilligster Weise mir die Verwendung des Mikrohärteprüfers der Firma Reichert gestattete (3), wie ich auch den Herren des technischen Büros zu Dank verpflichtet bin.

Für die Messungen lagen recht grobkörnige, aber auch feinkörnige („dichte“) Proben vor, dagegen fehlte eine, auch im mineralogischen Sinn, dichte Probe, d. h. ein Handstück, bei dem sich erst unter dem Mikroskop der Aufbau aus getrennten Körnern erkennen läßt, ein Zustand, wie er bei metallurgischen Untersuchungen die Regel ist. Um auch hiefür an verwandtem, nicht-isotropem Material einige Erfahrungen zu sammeln, wurde eine Probe von „Plessenkalk“ vom Salzburg bei Hallstatt untersucht, die mir von Herrn Prof. Dr. H. Leitmeier freundlichst überlassen wurde, wofür ich auch hier bestens danke.

Für alle diese Untersuchungen war eine möglichst sichere Erkennung der Korngrenzen notwendig, um sicher zu sein, daß die gemachten Eindrücke für eine Beobachtungsreihe auch wirklich an dem gleichen Korn vorgenommen worden waren. Hiefür erwies es sich sehr vorteilhaft, ja fast als unerlässlich, die Beobachtungen zwischen gekreuzten Polarisatoren vorzunehmen, da der im allgemeinen verschiedene Polarisationszustand der Körner an der dadurch bedingten Höhe der Interferenzfarben deutlich erkennbar wird. Da es sich dabei nur um Schattierungen von Grau bis Schwarz handelt, wird eine reinliche Trennung der Körner leichter, wenn man in der Diagonalstellung eine Gipsplatte mit Rot 1. Ordn. einschaltet. Besonders das auffallende Umschlagen in gelblich oder bläulich getönte Schattierungen läßt die Korngrenzen sehr schön hervortreten. Damit konnten

die Meßfelder leicht abgesteckt bzw. ausgewählt werden. Auch strukturelle Störungen, wie Verbiegungen einzelner Kristallteile, waren dadurch erkennbar, und es war daher möglich, solchen Stellen (Körnern) auszuweichen.

Dagegen gelang es mir nicht, einen Weg ausfindig zu machen, wie vielleicht mit Hilfe der Polarisation ein Schluß auf die kristallographische Orientierung des angeschliffenen Kornes gezogen werden könnte. Es mußte also von vornherein darauf verzichtet werden, die Messungen bestimmten Orientierungen im Kristall zuzuordnen, ein Fall, der wohl die Regel bei fast allen solchen Untersuchungen bildet und bilden wird.

### Grobkörniger Magnesit

Die außerordentlich schöne, reinweiße Probe zeigte Körner bis zu 2 cm Durchmesser, gelegentlich mit schönen Spaltflächen, doch waren gerade die großen Körner öfters verbogen und darum für genauere Messungen ungeeignet. Das Gefüge war sehr schön kristallin, klaffende Fugen waren mit freiem Auge kaum zu erkennen und auch im mikroskopischen Bilde selten sichtbar. Es war das Gefüge eines schönen kristallinen Marmors.

Hier war es zunächst von Interesse, Eindrücke womöglich an den Korngrenzen zu erzielen, um so zu beobachten, ob sich mit der gleichen Vickers-Methode nicht nur die Mineralhärte des Einzelkorns, sondern auch jene des Korngefüges („Gefügehärte“) praktisch ermitteln läßt.

Wo die Korngrenze als Trümmerzone erscheint, sind die Grenzen dieser Zone mit Trümmern vom Schleifen und Polieren verschmiert, wodurch eine Messung unmöglich wird. Wenn überhaupt deutliche Kantenspuren der eingepreßten Diamantpyramide sichtbar sind, wechseln deren Größenverhältnisse bei gleicher Belastung von Eindruck zu Eindruck an der gleichen Grenze und gestatten keine genaue Feststellung der sich in der Schmiere verlierenden Kantenspuren („Diagonalen“). Natürlich ist dann auch nicht zu erkennen, ob Verzerrungen auftreten oder nicht. Meine allzu hoffnungsfreudige und primitive Erwartung, es werde auf diesem Wege auch gelingen, die Gefügehärte, die Festigkeit des Zusammenhanges von Korn zu Korn zu messen, hat sich nicht erfüllt, da der Untergrund in wechselnder Weise und beeinflusst durch die Körner mitwirkt<sup>1)</sup>.

Wo die Körner in glatten, nicht verschmierten Grenzen aneinanderstoßen, ist fast immer erkennbar, daß die Korngrenze senkrecht zur Schliffebene liegt. Hier ist eine besondere „Gefügehärte“ nicht meßbar, weil sich der genau an der Korngrenze er-

zielte Eindruck einfach in zwei Teile zerlegt, wobei jeder Teil die Eindruckverhältnisse jenes Kornes zeigt, in dem sich dieser Teil befindet. Die Eindrücke verhalten sich so, als wären sie innerhalb eines Kornes erzeugt, und zeigen das elastische Rückfedern entsprechend der kristallographischen Orientierung der aneinanderstoßenden Körner.

Die Abb. 1 läßt diese Verhältnisse recht gut erkennen. Auf der einen Seite der Grenze sind die Eindrücke deltoidisch, auf der anderen Seite mehr nach Art eines gleichschenkeligen Trapezes verzerrt, wobei regelmäßig dessen Langseite durch Aufblätterungen gestört ist. Die Belastung war in beiden Hälften die gleiche (87 g). Verglichen damit ist nun der auf der Korngrenze selbst liegende Eindruck überaus kennzeichnend. Um die Verhältnisse etwas besser zu verdeutlichen, ist in Abb. 1 b eine durch Auflegen von Zellophanpapier hergestellte Strichskizze danebengestellt, wobei auch die Korngrenze eingetragen ist. Die linke Spitze des Eindruckes zeigt genau die Lagen- und Winkelverhältnisse des links liegenden Kornes, der rechte, größere Teil des Eindruckes dagegen jene des rechts angrenzenden Kornes, wobei besonders das Auftreten der Aufblätterungszone genau bis zur Korngrenze auffällig ist.

Gleichzeitig wird deutlich, daß Meßversuche ohne Kenntnis der Korngrenzen völlig zwecklos sind, da im allgemeinen die aneinandergrenzenden Körner

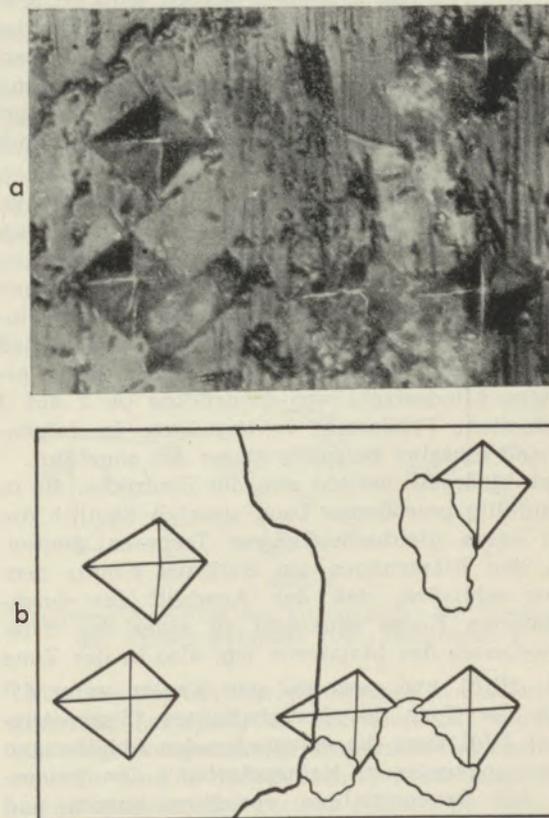


Abb. 1

Verhalten der Korngrenze; a) Lichtbild, Vergrößerung 460; b) Nachzeichnung mit eingezeichneter Korngrenze

<sup>1)</sup> Derartige Untersuchungen gelängen vielleicht, wenn eine ganz spitze Diamantpyramide vorläge. Im gegebenen Falle ist aber die Neigung der Flächen  $136^{\circ}$  und jene der Kanten (Diagonalen)  $150^{\circ}$ , also so flach, daß eine Keilwirkung nicht erzielbar ist, ob man nun die Kanten- oder die Flächenspur parallel (bzw. senkrecht) zu der Korngrenze einstellt.

kristallographisch verschieden orientiert sind und darum die erzielten Eindrücke auch bei gleicher Belastung durchaus unvereinbar sind.

Die versuchte Bestimmung der „Gefügehärte“ durch Ausmessung von Eindrücken auf den Korngrenzen selbst versagt also vollständig, weil man nur die den einzelnen Körnern gemäßen Eindrucksverhältnisse erhält, nicht aber eine vom Gefüge abhängige Größe.

Sind die Korngrenzen zwar trümmerfrei, aber schräg zum Anschliff, dann erhält man entweder eine Aufsplitterung oder Eindrücke, die dem übergreifenden Korn entsprechen.

Da auf diesem Wege die Messung der „Gefügehärte“ unmöglich und aussichtslos wird, ist es notwendig, alle jene Eindrücke, die zufällig an Körnergrenzen erzielt wurden, von der weiteren Behandlung auszuschließen und auch weiter keinen Versuch vorzunehmen, diese Grenzeindrücke für die Bewertung der Gefügehärte zu verwenden. Schon aus diesem Grunde ist es erforderlich, ein klares Bild über die Ausdehnung des einzelnen untersuchten Korns zu gewinnen, was in aller Schärfe kaum ohne die Hilfe des polarisierten Lichtes erreichbar ist.

Im Anschluß an diese Erfahrungen wäre es richtiger, nicht von „Gefügehärte“, sondern von „Gefügefestigkeit“ zu sprechen und zur messenden Behandlung dieser Festigkeit sich jener Methoden zu bedienen, mit denen die Zerreibfestigkeit von Kristallen geprüft wird (4). Das erscheint schon im Hinblick auf die Bestimmung der „Gefügefestigkeit“ von sandigem, sedimentärem Material wichtig, denn derartige Werkstoffe mit verhältnismäßig breiten Schmier- und Trümmerzonen sind für Vickers-Messungen gänzlich ungeeignet.

Es war von Interesse, nachzuprüfen, wie sich die Messungen an kristallinem Material mit gänzlich unbekannter Orientierung in der Praxis auswirken und wieweit daraus diagnostische Schlüsse gezogen werden können. Die Unmöglichkeit, kristallographisch gesicherte Meßzahlen zu gewinnen, ließ es ausreichend erscheinen, sich mit der schon erwähnten Mindestzahl von Eindrücken (je 3 auf 3 verschiedene Prüflasten) zu begnügen. Im folgenden sind einzelne Beispiele dieser Art angeführt.

Eine Meßreihe bezieht sich auf Eindrücke, die in der zufällig getroffenen Lage ziemlich deutlich die Form eines gleichschenkeligen Trapezes zeigten. Nach den Erfahrungen am Kalkspat könnte man daraus schließen, daß der Anschliff des durchgemessenen Korns senkrecht zu einer der Symmetrieebenen des Magnesits lag, also in der Zone  $[10\bar{1}1-10\bar{1}0]$ , und zwar mit den Kanten unter  $45^\circ$  gegen die Spur des Hauptschnittes (Symmetrieebene). (Vgl. dazu die entsprechenden Abbildungen in der angegebenen Kalkspatarbeit.) Die beiderseits der Symmetrielinie verteilten kurzen und langen Kantenspuren waren innerhalb der Fehlergrenzen jeweils rechts und links gleich. Die Meyer-Gerade war ziemlich genau linear, der n-Wert auffallend hoch.

Zahlentafel 1

Prüflast	Kurze Kante n = 2'56			Lange Kante n = 2'50		
	d <sub>μ</sub>	Δ	MH	d <sub>μ</sub>	Δ	MH
87 g	21,8	(±0'85)	339'7	29'0	(±0'75)	192'—
51 g	17'4	(±0'12)	313'2	23'8	(±1'45)	166'9
17 g	11'6	(±0'10)	237'3	15'5	(±0'09)	131'6
11'9 5'7	10		220'8	10		105'7

Man kann nur feststellen, daß die Mikrohärtigkeit hier etwas höher liegt als bei dem Kalkspat, doch ist der Unterschied nicht bezeichnend.

Eine zweite Messungsreihe, wieder mit  $3 \times 3$  Eindrücken, lieferte vollständig unregelmäßige, trapezoidische Eindrücke, so daß jede einzelne Kantenspur („Diagonale“) durchgemessen werden mußte. Auch hier waren die einzelnen Meyer-Geraden recht genau entwickelt und die n-Werte für drei Kantenspuren beträchtlich über 2. In der folgenden Zahlentafel sind die für d<sub>10μ</sub> errechneten bzw. konstruierten Mikrohärtigkeit-Werte zusammengestellt.

Zahlentafel 2

d=10μ	Kantenspuren	1	2	3	4
	n	1'84	2'13	2'48	2'42
Prüflast (g)	32	16	6'7	4'35	
MH	504'—	297'—	124'2	80'8	

Diese Messungsreihe lieferte Werte, die weit von jenen für Kalkspat abweichen und zum Teil auch höher liegen als jene Werte, die Mitschekonitsch für den Magnesit angeben (2). Auffallend waren auch hier wieder die hohen n-Werte, während sonst bedeutend niedrigere Zahlen angeführt werden. Es mag gleich hier bemerkt werden, daß der oben angeführte n-Wert für die Kantenspur 1 überhaupt die niedrigste n-Größe für alle von mir durchgemessenen Magnesitproben ist. Zumeist liegt das n recht beträchtlich über dem Wert 2.

Endlich wurde noch der Versuch gemacht, parallel einer an dem Handstück sichtbaren Spaltfläche (10 $\bar{1}1$ ) einen Anschliff herzustellen, also eine kristallographisch orientierte Fläche durchzumessen. Da es nicht möglich war, genau zu überprüfen, ob die angeschliffene Fläche wirklich der (10 $\bar{1}1$ ) entspricht, kann auch diesem Versuch leider keine diagnostisch wertvolle Bedeutung zugemessen werden.

Es wurden Eindrücke in verschiedenen Lagen der Pyramidenkanten versucht, bis jene Lage beobachtet werden konnte, in der wieder eine deutliche Deltoidform zu erkennen war. Die angeschliffene Fläche lag also wieder senkrecht zu einer Symmetrieebene und die „Diagonalen“ parallel und senkrecht zum Hauptschnitt, wie bei den Versuchen auf der Spaltfläche des Kalkspates (1). Dabei waren drei Richtungen praktisch gleich (1, 2 und 4) und nur eine, die dritte, davon verschieden. Leider ließ sich nicht sicher angeben, ob, entsprechend den Be-

obachtungen am Kalkspat, die dort mit s und p bezeichneten Richtungen hier praktisch gleich sind, oder jene von s und r. Eine wirkliche, kristallographische Orientierung ist also trotz dem versuchten Ansliff nicht gegeben. Immerhin mögen die Messungswerte in der folgenden Zahlentafel zusammengestellt sein. Die n-Werte liegen wieder über 2, aber die Meyer-Geraden zeigen einen sehr genauen, linearen Verlauf.

Zahlentafel 3

Prüflast	Kanten 1, 2, 4 n = 2'38			Kante 3 n = 2'18		
	d <sub>μ</sub>	Δ	MH	d <sub>μ</sub>	Δ	MH
87 g	23'75	(±0'552)	287'—	32'23	(+0'134)	155'—
51 g	19'16	(±0'167)	258'2	25'00	(±0'134)	151'7
17 g	11'85	(±0'022)	222'—	15'47	(±0'034)	132'—
11'2	10		207'6	10		124'6
6'6						

Die Messungen zeigen viel Ähnlichkeit mit dem zuerst beschriebenen Fall, sind aber von den beim Kalkspat beobachteten Werten auf (1011) nur wenig verschieden. In der Spaltfläche verhalten sich beide Minerale sehr ähnlich.

**Kleinkörniger Magnesit**

Während am grobkörnigen Magnesit die übliche Meßtechnik leicht durchgeführt werden konnte, da die großen Körner die nötige Mindestzahl von Eindrücken bei gleicher kristallographischer Orientierung gestatteten, war es im vorliegenden Falle nicht mehr leicht, Körner zu finden, die Raum für neun Eindrücke und mehr boten. Hier fehlte also nicht nur die Bezugnahme auf die kristallographische Lage des Ansliffes, sondern es waren die Meßmöglichkeiten überhaupt schon recht bedeutend eingeschränkt.

Gleichwohl wurde gerade an diesem Material, das der gewöhnlichen Ausbildung kristalliner Werkstoffe entsprach, auch noch eine andere Frage mitbehandelt, nämlich, ob und wie stark die Meßergebnisse von der Lage der „Diagonalen“ gegenüber der gedrückten Fläche abhängen.

Wie schon am Kalkspat unzweideutig zu erkennen war, ist es bei Auftreten verzerrter Eindrucksformen durchaus nicht gleichgültig, wie die Kanten der Diamantpyramide (Diagonalen) kristallographisch gegen die geprüfte Fläche eingestellt sind. An der Spaltfläche zum Beispiel, die senkrecht auf einer Symmetrieebene steht, sind zwei einfach-symmetrische Eindrücke (Deltoid und gleichschenkeliges Trapez) möglich, wenn die „Diagonalen“ parallel bzw. unter 45° zum Hauptschnitt gerichtet sind. In allen anderen Fällen erscheinen auf der gleichen (Spalt-) Fläche trapezoidische Formen. Es ist also bei einem völlig unregelmäßig verzerrten Eindruck nicht von vornherein sicher, daß die geprüfte Fläche weder auf einer Symmetrieebene noch auf einer Deckachse senkrecht steht. Will man sich darüber Klarheit verschaffen, dann muß der Eindruck nach verschie-

denen Winkeldrehungen wiederholt werden, um vielleicht doch die symmetrisch auffallenden Verzerrungsformen zu finden und zu verwerten.

Zu diesem Zweck ist es vorteilhaft, einen drehbaren Objektisch mit Kreuzschlitten und ziemlich großem, kreisförmigem Ausschnitt zu verwenden, wodurch es leicht möglich wird, an einem günstigen, größeren Korn Eindrücke in verschiedenen Stellungen zu erzielen.

Das Ergebnis eines solchen Versuches ist gut aus der Abb. 2 zu ersehen. Die obere Reihe der Eindrücke stammt von drei Stellungen, die (willkürlich) mit 0°, 15°, 30° eingestellt wurden. Die untere Reihe zeigt die verzerrten Eindrücke in Stellungen, die gegenüber den darüberstehenden Eindrücken der oberen Reihe um 45° verdreht sind, also 315°, 330°, 345°.

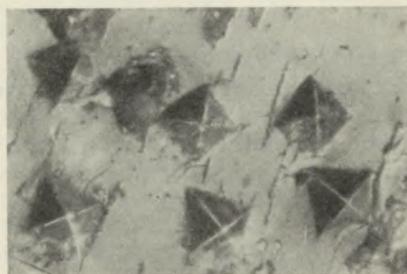


Abb. 2

Veränderungen der Eindruckformen bei Verdrehung der Vickers-Pyramide (Vergrößerung 460)

Da das abgebildete Korn nicht ausreichte, um genügend Eindrücke für Meßzwecke zu erzielen, wurde an anderer Stelle ein Meßversuch gemacht, also mindestens drei Eindrücke für jede Stellung (mit anderer Orientierung) durchgemessen. Das ließ sich knapp für eine Belastung (87 g) durchführen und gab Meßwerte, deren d<sub>μ</sub>-Werte in der Abb. 3 in der richtigen Lage nebeneinander gestellt sind.

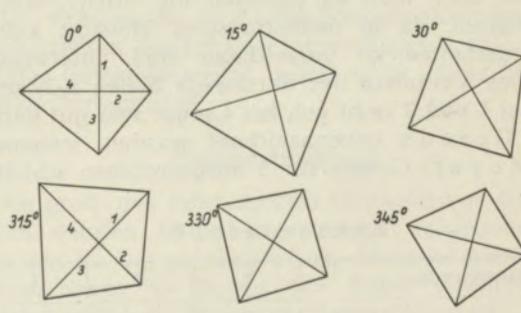


Abb. 3

Gemessene Änderung der Verzerrungen bei Verdrehung der Vickers-Pyramide (vgl. Zahlentafel 4)

Wie aus der mit den gemessenen d<sub>μ</sub>-Zahlen konstruierten Zeichnung zu erkennen ist, waren es durchwegs unregelmäßige, trapezoidische Eindrücke, wenn sie auch in verschiedenem Maße Annäherungen an symmetrische Formen zeigten. So waren die Eindrücke für 0° und 315° ziemlich gut deltoidisch, jene von 15° und 345° angenähert gleichschenkelige Trapeze. Die geringste Verzerrung fand sich bei 330°.

Die bei 87 g Prüflast gewonnenen Eindrücke der sechs Stellungen lieferten in Ausmaß und der daraus zu errechnenden Mikrohärtة folgende Zahlenwerte:

Zahlentafel 4

Kantenspuren	0°		15°		30°	
	d <sub>μ</sub>	MH	d <sub>μ</sub>	MH	d <sub>μ</sub>	MH
1	22'77	311'—	24'45	269'5	23'20	299'5
2	20'43	377'—	26'66	237'—	24'75	263'5
3	24'07	279'—	34'8	133'—	31'15	166'—
4	31'60	161'3	35'2	130'—	21'40	187'3
	315°		330°		345°	
1	28'03	204'6	24'0	279'7	21'53	348'—
2	22'88	308'5	25'32	251'8	22'03	332'5
3	30'7	171'4	28'13	204'—	26'25	233'5
4	34'2	137'8	27'—	221'—	27'72	209'7

Da das Korn nicht groß genug war, um für alle sechs Stellungen je 3 × 3 Eindrücke herzustellen und zu vermessen, wurde bloß für die erste Stellung die übliche Meßreihe durchgeführt. Leider waren hier die Meyer-Geraden recht unschön, die n-Werte ziemlich unsicher.

Zahlentafel 5

d =	Kantenspuren	1	2	3	4
		n	2'15	2'04	2'03
10 <sub>μ</sub>	Prüflast	15'2	20'5	14'0	8'3
	MH	282'—	330'—	259'5	153'8

Auch hier, wie im Fall 2, liegen die MH-Werte bedeutend höher als beim Kalkspat.

Endlich wurde noch eine Meßreihe an feinkörnigem Material durchgeführt, um die Größe des Streufeldes der gemessenen n- und MH-Werte besser überblicken zu können.

Auch hier wird es genügen, die <sup>2</sup>MH<sub>10μ</sub>-Werte anzuführen, da in meßtechnischer Hinsicht keine Besonderheiten zu verzeichnen sind. Interessant war das Verhalten der durchwegs hohen n-Werte, die bei 1 und 2 recht gut, bei 4 sogar sehr gut durch eine Gerade gekennzeichnet wurden, wogegen die Meyer-Gerade für 3 ausgesprochen schlecht war.

Zahlentafel 6

d =	Kantenspuren	1	2	3	4
		n	2'28	2'22	2'51
10 <sub>μ</sub>	Prüflast	13'5	16'2	10'2	6'3
	MH	250'6	301'—	187'5	117'—

#### Plessenkalk vom Salzberg bei Hallstatt

Wie schon eingangs erwähnt, war ein unmittelbarer Vergleich des Aufbaues vielkristallinen Magnesits mit jenem an Metallen nicht durchführbar, weil auch der „dichte“ Magnesit ein viel zu grobes Korn besitzt. Da aber die Untersuchungen doch an mineralogisch verwandtem Material durchgeführt werden sollten, griff ich wieder auf den

Kalkspat zurück, von dem in der durchgearbeiteten Probe ein ausgezeichnet d i c h t e s Material vorlag.

Auch die kleinsten, mit 17 g erzielten Eindrücke waren schon größer als die überwiegende Mehrzahl der Einzelkörner, gingen also durchwegs über zwei oder mehrere Körner hinweg, wie sich das im polarisierten Licht leicht nachprüfen ließ. Es liegen hier also ähnliche Versuchsbedingungen vor, wie bei den meisten metallurgischen Proben. — Offene bzw. verschmierte Fugen waren nur äußerst selten zu sehen.

Es war hier ganz aussichtslos, Verzerrungsformen zu suchen oder gar zu vermessen, denn wenn ja einmal Verzerrungen deutlicher wurden, war schon der nächste, gleichgewichtige Eindruck wieder ganz anders gestaltet. Tatsächlich waren auch deutliche Verzerrungen nicht zu beobachten. Die Abweichungen in den Meßwerten der „Diagonalen“ hielten sich fast immer innerhalb der Fehlergrenzen, konnten also nicht weiter ausgewertet werden.

Im gegebenen Falle waren also die erzielten Eindrücke praktisch unverzerrt, weil sich in jedem einzelnen Eindruck verschiedene Kristallorientierungen gegenseitig störten und aufhoben. Was auf der Basisfläche des Kalkspates und bei kubischen Metallen die große Zahl der Symmetrieelemente bewirkte, wurde hier durch die Mehrheit der bei einem Eindruck erfaßten Körner erreicht.

Unter diesen Umständen war es eigentlich gar nicht gerechtfertigt, die Eindrücke verschiedener Prüflasten miteinander in Beziehung zu bringen, denn die kristallographische Orientierung bzw. deren Kombination war bestimmt von Eindruck zu Eindruck verschieden. Es ist darum merkwürdig, daß der n-Wert gleichwohl ziemlich konstant blieb und die Meyer-Gerade, wenn auch recht unsicher, doch wirklich ziemlich gerade verlief.

Bei dem dichten Plessenkalk kommen demnach praktisch unverzerrte Eindrücke zur Vermessung. Das dabei erzielte Ergebnis ist:

$${}^{2,07}\text{MH}_{10\mu} = 115, \text{—, bei } 6,2 \text{ g Prüflast.}$$

Da der Kalkspat seinerzeit auf drei Flächen nach verschiedenen kristallographischen Richtungen bezüglich der Vickers-Härte genau untersucht wurde (1), lag es nahe, den beim Plessenkalk erzielten Wert mit den früheren Ergebnissen zu vergleichen.

Wenn man aus allen dort angeführten <sup>2</sup>MH<sub>10μ</sub>-Zahlen das arithmetische Mittel zieht (was kristallphysikalisch nicht begründet ist und nur einen gewissen statistischen Wert hat!), dann erhält man ein MH = 109,7, bzw. bei Einrechnung der Gewichte der einzelnen Messungen den Wert 112,3, also beide sehr nahe dem am Plessenkalk erzielten Wert.

#### Bemerkungen zum Untersuchungsgang

Die eben beschriebenen Versuche und Beobachtungen geben schon gewisse Fingerzeige für Mikrohärtepfahrungen bei vielkristallinem Material.

1. Die verwendete Prüfmethode erweist sich als ungeeignet, nebeneinander die Kristallhärte und die Gefügehärte (richtiger: Gefügefestigkeit) zu messen. Für die Ermittlung der Gefügefestigkeit wird man wohl die Prüfmethode für Zerreifestigkeit heranziehen mssen.

2. Die Mikrohrteprfung zeigt wesentliche Unterschiede, je nachdem wie gro die Kristallkrner sind. Zur Erkennung der Korngrenzen ist die Verwendung polarisierten Lichtes mit Einschaltung der Gipsplatte Rot 1. Ordn. erforderlich.

a) Liegt die Korngre unterhalb des Ausmaes des kleinsten Eindruckes, also bei sehr dichtem Material, lassen sich allfllige Verzerrungen nicht auswerten, da sie von Eindruck zu Eindruck wechseln. Man wird in diesem Fall nach Eindrcken suchen, die praktisch unverzerrt sind, mindestens drei fr jede Prflast, und wird gleichzeitig auch verschiedene, wenigstens drei Prflasten verwenden. Es ergibt sich dann eine Art statistischen Mittelwertes fr die Mikrohrte.

b) Ist das Material grer im Korn, so da auch groe Eindrcke noch innerhalb des gleichen Kornes bleiben, dann kann man eine solche statistische Vermessung nicht mehr vornehmen, sondern mu auf die auftretenden Verzerrungen an kristallinem Material Rcksicht nehmen.

Eine einigermaen verlliche Messung erfordert aber die Beobachtung bei mindestens drei verschiedenen Prflasten mit je drei Eindrcken. Wenn diese neun Eindrcke nicht in einem Korn unterzubringen sind, haben Meversuche keinen praktischen Wert. Es darf also die Korngre nicht unter dieses, fr mindestens neun Eindrcke notwendige Ausma herabsinken.

Das heit praktisch, da einerseits Massen, deren Krner sich schon mit freiem Auge unterscheiden lassen, vermessen werden knnen, andererseits ganz dichtes Material statistisch vermebar ist, aber die Messungsversuche bei sehr feinkrnigem, jedoch nicht dichtem Material versagen.

3. Deutlich erkennbare Verzerrungen deuten auf ein nicht-isotropes, also nicht-kubisches Material hin und lassen erwarten, da die Mewerte in sehr weiten Grenzen schwanken knnen, da die Mikrohrte sehr stark durch die Anisotropie des untersuchten Kristalles beeinflusst wird. Es ist darum falsch, sich in einem solchen Fall mit einer einzigen Messungsreihe zu begngen, sondern es mssen mehrere Messungsreihen durchgefhrt werden, um ein Bild ber die Gre des Streufeldes der MH-Werte an dem nicht-isotropen Material zu gewinnen.

Verschiedene Lagen der Pyramidenkanten gegen den untersuchten Kornanschliff ermglichen es, gewisse Rckschlsse auf das Ausma der Anisotropie und den allflligen Symmetriecharakter des Anschliffes zu ziehen.

Es ist ungnstig und wohl auch kristallphysikalisch nicht gerechtfertigt, die Lage der Druckpyramide so lange zu verndern, bis man einen „fast unverzerrten“ Eindruck erhlt, den man dann

auswertet, denn diese Lage ist nicht fr alle Kornorientierungen gleich und sowohl im  $n$  wie in der MH von Fall zu Fall verschieden, das heit, es ist ganz unstatthaft, Messungen an einem zweiten Korn mit heranzuziehen, nur weil zufllig auch hier eine Eindrucklage gefunden wurde, die unverzerrt erscheint.

Die zur Messung verwendeten, mindestens neun Eindrcke mssen unbedingt an einem und demselben Korn und in der gleichen Stellung erzielt werden.

4. Das groe Streufeld, das die  ${}^n\text{MH}_{10\mu}$ -Messungen bei dem gleichen Material je nach der Anschlifflage aufweisen, gestattet es nicht, diese Mezahlen fr feinere, diagnostische Zwecke zu verwenden. Sie fhren hierin nicht weiter, als etwa die Angaben der MOHSschen Hrtestufe in bezug auf die Ritzhrte. Im vorliegenden Fall lt sich nur aus einer langen Reihe von Messungen feststellen, da „im allgemeinen“ die  $n$ - und MH-Werte beim Magnesit hher liegen als beim Kalkspat. Die Streufelder der beiden Minerale bergreifen aber einander nicht unbedeutend, wodurch eine Entscheidung fr das eine oder andere Mineral kaum mglich wird.

5. Die Mikrohrteprfung ist berall dort, wo isotropes oder sehr dichtes Material vorliegt (was beides fast immer bei den metallurgischen Proben der Fall ist), ganz ausgezeichnet zu verwenden, stt aber bei der Behandlung anisotroper Kristallkrner auf recht bedeutende Schwierigkeiten.

Immerhin kann die Beobachtung, wenn auch nicht Messung, von deutlichen Verzerrungen einerseits Gewiheit ber die Anisotropie des Werkstoffes geben, andererseits allfllige Parallelorientierungen beziehungsweise „Gefgeregelungen“ sichtbar werden lassen.

Die sinngeme Anwendungsmglichkeit der hier dargestellten Mikrohrteuntersuchungen auf polykristalines Gesteinsmaterial bedarf wohl keiner besonderen Darlegungen.

#### Zusammenfassung

An grob- und feinkrnigem Magnesit von Radenthein wurden Mikrohrteversuche vorgenommen, um den fr ein polykristallines Material gnstigen Versuchsweg zu finden. Die dabei gewonnenen Erfahrungen werden kurz zusammengestellt. Die Verwendung der VICKERS-Methode erweist sich als ungeeignet zur Messung der „Gefgehrte“ („Gefgefestigkeit“).

#### Summary

At Radenthein micro-hardness tests were made with fine grained and coarsely grained magnesite with a view to determining the best testing procedure for polycrystalline materials. The experience thus gained is here summarized. The Vickers method has proven unsuitable for measuring structure hardness.

## Résumé

Des grains fins et des grains gros de la magnésie en provenance de Radenthein furent soumis à des microessais de dureté pour trouver un procédé avantageux d'essai pour des matériaux polycristallins. Les expériences obtenues sont résumées. La méthode de Vickers n'est pas applicable pour mesurer la dureté de la structure.

## Literaturhinweise

- (1) Vgl. H. Tertsch: Radex-Rundschau, Jahrg. 1950, H. 4, 194—201, und „Mikroskopie“ 5 (1950), S. 172.
- (2) R. Mitsche und E. M. Onitsch: „Mikroskopie“ 3 (1948), S. 257.
- (3) Die Konstruktion des Reichertschen Mikrohärtprüfers stammt von P. Ramsthaler und wurde von diesem in „Mikroskopie“ 2 (1947), S. 345—352, beschrieben.
- (4) Vgl. dazu H. Tertsch: Die Festigkeitserscheinungen der Kristalle, Springer-Verlag, Wien 1949.