

**Міністерство освіти і науки України
Криворізький національний університет
Кафедра геології і прикладної мінералогії**

**Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи № 1
« Типоморфні ознаки мінералів. Вивчення мікротвердості
мінералів за методикою С.І. Лебедевої » з дисципліни
«Прикладна мінералогія» для здобувачів вищої освіти першого
(бакалаврського) рівня спеціальності 103 «Науки про Землю».**

м. Кривий Ріг

2020 р.

Укладачі: О.М.Трунін, кандидат геолого-мінералогічних наук, доцент;
Д. М. Прилепа, аспірант.

Відповідальний за випуск: В.Д.Євтехов, доктор геолого-мінералогічних наук, професор.

Рецензент: О.Г.Волков, кандидат геолого-мінералогічних наук, доцент.

Методичні вказівки містять базову теоретичну і науково-практичну інформацію, необхідну для самостійної підготовки і успішного виконання в подальшому студентами-геологами відповідної лабораторної роботи з курсу «Прикладна мінералогія». Наведені варіанти вправ, які пропонуються студентам до виконання під час опанування матеріалу лабораторної роботи, а також контрольні питання до них.

Розглянуто
на засіданні кафедри
геології і прикладної
мінералогії

Протокол № 2
від 18 жовтня 2019 р.

Схвалено
на методичній раді
геолого-екологічного
факультету

Протокол № 3
від 25 листопада 2019 р.

Вступ

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи № 1 з курсу «Прикладна мінералогія» містять важливий і обов'язковий за навчальною програмою теоретичний і практичний матеріал, який дозволяє студентам спеціальності 103 «Науки про Землю» методично грамотно, у повному обсязі, здійснювати самостійну підготовку і безпосереднє виконання відповідної лабораторної роботи і пов'язаних з нею завдань, а також грамотно узагальнювати і аналізувати отриману в ході виконання роботи інформацію про фізичні властивості мінералів.

Метою курсу «Прикладна мінералогія» є засвоєння студентами теоретичних основ дисципліни та набуття фахового досвіду використання результатів пошукових, топомінералогічних, мінералого-технологічних спостережень у вирішенні конкретних геологічних проблем.

Теоретичною основою дисципліни є *вчення про типоморфізм мінералів* [2], тому принципово важливим являється отримання студентами практичних навичок використання відомостей про типоморфні ознаки мінералів в практиці геолого-мінералогічних досліджень.

Задачі вивчення дисципліни під час виконання лабораторних робіт полягають у здобутті і закріпленні студентами необхідних важливих знань і вмінь грамотно досліджувати типоморфні ознаки різних за природою мінералогічних об'єктів за допомогою традиційних і сучасних методів, практично застосовувати результати вивчення типоморфізму мінералів у вигляді проведення комплексу специфічних заходів при виконанні пошуково-розвідувальних робіт, картуванні й економічної оцінки родовищ, визначенні якісних показників корисних копалин, оптимізації їх збагачення та подальшого використання.

В якості базового першоджерела при складанні запропонованих методичних вказівок була використана відома робота С.І.Лебедевої «Мікротвердість мінералів» [4].

1. Теоретичні положення до виконання лабораторної роботи.

1.1. Сучасні уявлення про природу мікротвердості мінералів.

Твердість мінералів - складна інтегральна властивість, що залежна як від кристалохімічних та фізико-хімічних (тип кристалічної структури мінералу, валентність, хімічні зв'язки тощо), так і від механічних чинників, властивих будь-якому твердому тілу (пружність, крихкість, пластичність та ін). Послідовне і всебічне вивчення перерахованих факторів і становить теорію твердості мінералів.

Кристалохімічні фактори визначають, головним чином, твердість мінералів, так як остання обумовлена в основному міцністю з'єднання елементів структури, тобто міцністю кристалічної решітки мінералів. Міцність кристалічної структури, в свою чергу, залежить, в основному, від щільності і типу структури а також від природи хімічного зв'язку між структурними одиницями - атомами, іонами або радикалами

Сьогодні для мінералів відомі п'ять головних родових структур, або, як їх називають, структурних мотивів (координаційний, каркасний, острівний, ланцюговий та верстуватий) і три основних типи хімічного зв'язку (ковалентний, металевий та іонний). Для більшості мінералів характерні в основному змішані або проміжні зв'язки (іонно-ковалентні), які для одних типів мінералів наближаються до ковалентних, для інших - до гранично іонних і лише для невеликої частини мінералів характерний металевий зв'язок.

Дослідження залежності твердості мінералів від кристалохімічних факторів дозволяє зробити наступні основні положення:

1. Для самородних елементів з металевим і змішаним (ковалентно-металевим) типом хімічного зв'язку з координаційним і верстуватим типами структури твердість в основному залежить від іонного радіусу та валентності. Твердість мінералів цієї групи підвищується із зменшенням іонного радіусу і збільшенням максимальної валентності, що проявляється в іонних сполуках (табл. 1).

Вплив валентності на твердість (пряма кореляція), при інших рівних умовах, може бути проілюстровано наступним прикладом. Cu і Fe мають близькі іонні радіуси (відповідно 1,28 і 1,26 Å), але різні валентності – тому середня мікротвердість у заліза вище ($H_{ср} = 130 \text{ кгс/мм}^2$), ніж у міді ($H_{ср} = 117 \text{ кгс/мм}^2$).

Залежність мікротвердості самородних елементів від кристалохімічного радіусу

Елемент	Іонний радіус, Å		Мікротвердість Н, кгс/мм ²	
	Металічний	Ковалентний	Межі коливань	Середнє значення (H _{ср})
Мідь	1,28	-	90—147	117
Золото	1,44	-	45—70	55
Срібло	1,44	-	45—61	54
Миш'як	-	1,21	93—137	104; 128
Сурма	1,61	1,41	62—135	97; 119
Вісмут	1,82	-	13—26	18; 20

2. Для мінералів, що володіють координаційними і каркасними типами структур з іонним, проміжним і ковалентним типами зв'язку твердість підвищується зі збільшенням валентності, координаційного числа атомів і ступеня ковалентності зв'язку між ними, а також зі зменшенням міжатомних і міжіонних відстаней.

3. Для мінералів з острівним, ланцюговим і верстуватим типами структури, що характеризуються неоднорідністю хімічного зв'язку, твердість визначається, головним чином, міцністю найслабших з цих зв'язків. Для мінералів цієї групи з істотно іонним зв'язком між радикалами твердість залежить від тих же чотирьох головних факторів, характерних для мінералів попередньої групи. Однак вплив стану зв'язку на твердість мінералів в даному випадку позначається менше, ніж на твердість мінералів зі структурами координаційного та каркасного типів через порівняно вузькі межі її зміни. У мінералів з верстуватою структурою (графіт, тальк тощо), головним фактором, контролюючим твердість, є ступінь легкості деформації цих мінералів.

4. Наявність в мінералах гідроксилу або молекул води, а також метамікстність і колоїдний стан мінералів також завжди знижують їх твердість.

1.2 Анізотропія твердості

Мінерали, як і всі тверді кристалічні тіла, володіють анізотропією фізичних властивостей (електричних, оптичних та ін.), в тому числі і анізотропією твердості. Дослідження показали, що анізотропія твердості виявляється у всіх кристалічних мінералів. Мінерали кубічної сингонії мають

досить слабку анізотропію. Особливо сильну анізотропію твердості мають мінерали нижчих сингоній (листуваті, волокнисті, призматичні).

Анізотропія твердості мінералів - це прояв в кристалі неоднакової твердості по різних кристалографічних напрямках. Для систематизації всі спостережувані явища неоднакової твердості в мінералах розділили на два види:

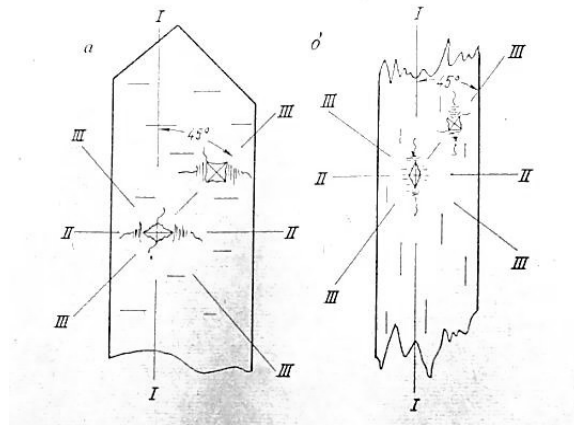


Рис. 1 . Схематичне зображення фігур тиску (відбитків) на гранях антимоніту (а) та дистену (б). Відбитки орієнтовані по різних напрямках в межах кристалів. Нижні відбитки (ромбоподібні) відображають анізотропію I роду.

а) *анізотропія твердості I роду* (полярна) - різна твердість по різних кристалографічних напрямках в межах однієї площини кристала (грані, перетину). При вимірах вона виявляється в спотвореній формі фігури тиску (відбитку), що наближається до ромбу, і відповідно в різних числових значеннях мікротвердості (рис.2). Спотворення відбитка пояснюється різною міцністю і пружністю поверхні мінералу, зумовлюється різними силами зв'язку, що діють у різних кристалографічних напрямках в межах однієї площини, різним орієнтуванням елементів ковання і систем дислокацій в кристалі, що виникають при вдавненні індентора;

б) *анізотропія твердості II роду* (ретикулярна) - різна твердість граней або сімейств граней, а також зрізів, паралельних або перпендикулярних кристалографічним осям в одному кристалі. Залежить головним чином від їх атомної (ретикулярної) щільності. У цьому випадку відбитки на гранях кристала можуть мати форму квадрата, але розміри відбитків, а отже, і числові значення мікротвердості будуть різними.

Встановлено, що у одних мінералів (антимоніт, дистен, більшість телуридів, селеніди та ін.) найбільш яскраво проявляється анізотропія I роду, в інших (циркон, берил тощо) - анізотропія II роду.

Прояв анізотропії I і II роду можна розглянути на кристалах вісмутину (Bi_2S_3). Для з'ясування повної характеристики мікротвердості вісмутину залежно від кристалографічного орієнтування були виміряні його

монокристали в різних перетинах. З шестоватих кристалів мінералу розміром $\sim 2 \times 5$ мм були виготовлені орієнтовані аншлифи-брикети таким чином, щоб у них були розкриті перетини, перпендикулярні кристалографічним осям a , b і c . Вивчення мікротвердості було проведено окремо для кожної з площин. Результати вимірів наведені в табл.3. В результаті, максимальними значеннями мікротвердості характеризується площина (010) , ретикулярна щільність якої найвища, що знаходить пояснення в структурі. Анізотропія твердості I роду найбільше проявлена в площині (100) і найменше - в (010) .

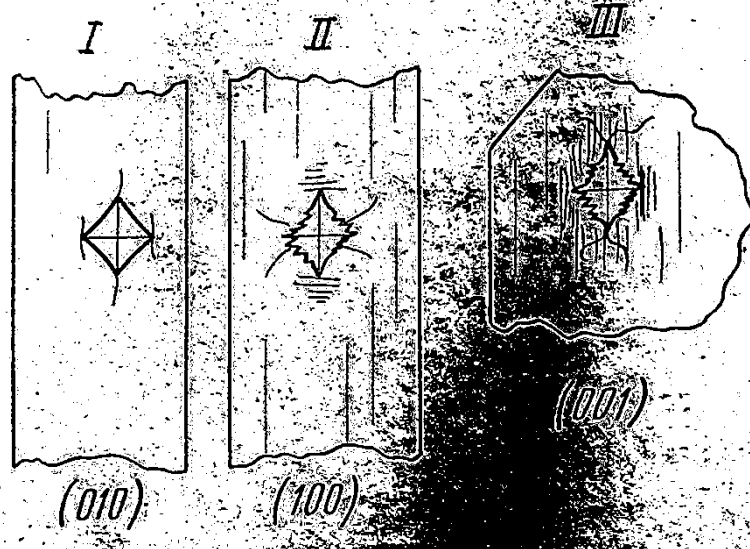


Рис.2 . Схематичне зображення фігур тиску на різних площинах (полірованих перетинах) кристалу вісмутину (I -III)

Для більш повної характеристики мікротвердості вісмутину необхідно зупинитися на формі відбитків (фігур тиску) алмазної піраміди, одержуваних на кожній площині. Так, на площинах, паралельних (010) , відбитки виходять чіткими і мають форму або квадрата, або трохи витягнутого ромба; від їх кутів відходять паралельні подовженню кристала ледь помітні тріщини (див. рис.2-I). На площинах, паралельних (100) , відбитки, як правило, спотворені, тобто мають форму сильно витягнутого ромба з розщепленими краями; навколо таких відбитків утворюються тріщини, які зазвичай орієнтовані перпендикулярно до напрямку слідів спайності (рис.2-II). На площинах, паралельних (001) , вимірювання відбитків сильно ускладнюється через утворення навколо них тріщинуватості (рис.2-III). У цих випадках алмазну пірамідку необхідно орієнтувати діагоналями під кутом 45° до слідів спайності. Тоді відбитки мають форму спотвореного квадрату. Відбитки, отримані на так званих «косих перетинах» (на перетинах, проміжних між (010) та (100)), мають форму, проміжну між зображеними на фіг.2-I та 2-II. Числові значення на цих перетинах також виходили середніми між (010) і (100) . Таким чином, форма та вид відбитків, отриманих при вимірюванні мікротвердості вісмутину, дають можливість визначати символ перетину.

Анізотропію твердості II роду виявити набагато важче, особливо при масових вимірах мікротвердості в полірованих шліфах, так як при одному і

тому ж навантаженні всі відбитки виходять у вигляді правильних або майже правильних чотирикутників, але лише різної величини, а при анізотропії твердості I роду відбитки мають вигляд викривлених ромбів. Таким чином, при неорієнтованих вимірах мікротвердості, анізотропія твердості II роду виявляється в тому чи іншому розкиді чисел твердості для даного мінералу. У таких випадках запропонована методика вимірювань і математична обробка отриманих результатів дозволяють виявити і цей вид анізотропії мікротвердості мінералів.

Таблиця 3

Характеристика мікротвердості різних за орієнтацією перетинів кристалу вісмутину (Р 15 та 20 гс)

Площина виміру	Н, кгс/мм ²	Н _{ср}		К _н	Примітка
		∥ подовженню і спайності	⊥ подовженню і спайності		
Призматичні перетини з чіткою спайністю (100)	73-149	81 (під 45° до спайності 100)	137 (під 45° до спайності 100)	1,80— 1,90	Біля відбитка виявляється мікро-тріщинуватість ∥ (001)
Призматичні перетини без видимої спайності (010)	153— 188	164	176	1,07— 1,15	Анізотропія твердості I роду слабка, нею можна знехтувати
Перетини з чіткою спайністю (001)	73-153	Під 45° до спайності 101		-	При орієнтуванні піраміди ∥∥ або ⊥ спайності відбитки зруйновані

Для кількісної оцінки ступеню анізотропії твердості в мінералах слід використовувати коефіцієнт анізотропії “К_н”, який розраховується за формулою:

$$K_n = \frac{H_{\max}}{H_{\min}}, \text{ де } H_{\max} \text{ і } H_{\min} \text{ - відповідно максимальне і мінімальне}$$

значення мікротвердості (в кгс/мм²), отримані для даного мінералу на різних перетинах і гранях або з різних напрямків в одному перерізі. При такому розрахунку коефіцієнт анізотропії твердості - величина відносна, завжди більше одиниці і показує ступінь анізотропності мінералу по твердості. Чим сильніше виражена анізотропія твердості у мінералу, тим чисельно більше коефіцієнт анізотропії. У слабоанізотропних за твердістю мінералів К_н наближається до одиниці. Так, у сильно анізотропного за твердістю дистену:

$$K_{n\text{д}} = \frac{1313 \text{ кгс/мм}^2}{420 \text{ кгс/мм}^2}, \text{ а у циркону } K_{n\text{ц}} = \frac{1387 \text{ кгс/мм}^2}{1165 \text{ кгс/мм}^2}$$

Одержуваний, часто великий, діапазон значень мікротвердості при вимірах анізотропних мінералів ускладнює використання цих даних при діагностиці. Діапазон даних анізотропного мінералу обумовлюється різними факторами, тому буває важко встановити, який з факторів в даному випадку головний. При обчисленні коефіцієнта анізотропії відпадає один з факторів - суб'єктивна помилка спостереження. Залишаються - мікронеоднорідність і анізотропія, яку і характеризує K_n . Таким чином, на коефіцієнт анізотропії впливають не три фактори, а один - мікронеоднорідність, тому K_n наближається до величини, постійної для даного анізотропного за твердістю мінералу, будучи його константою.

При вивченні мікротвердості анізотропних мінералів в одному шліфі зазвичай зустрічаються різні зрізи мінералів. Отримати справжні коефіцієнти анізотропії в таких випадках неможливо - отримують лише числа K'_n , які статистично наближаються до значень істинних коефіцієнтів. K'_n - окремі коефіцієнти, обчислені на підставі вимірів мікротвердості в так званих «косих» або випадкових перетинах мінералу. Отже, при роботі зі звичайними рудними аншліфами це треба враховувати і за «істинний» коефіцієнт анізотропії брати максимальне з обчислених значень K'_n .

Таким чином, коефіцієнт анізотропії твердості доповнює характеристику анізотропних за твердістю мінералів і сприяє кращому використанню значень мікротвердості для їх діагностики та інших більш тонких досліджень.

2. Визначення мікротвердості мінералів.

2.1. Прилади

Всі прилади для визначення мікротвердості засновані на єдиному принципі статичного вдавнення чотирьохграної алмазної пірамідки з квадратною основою і кутом при вершині між протилежними гранями, рівним 136° . Піраміда стандартна у всіх країнах.

Основним для вимірювання є прилад ПМТ-3 (рис. 3). Навантажування ручне, напівавтоматичне. Навантаження від 2 до 200 гс. У роботі стабільний, має пристрій для отримання темного поля, що дуже важливо при вимірюванні мікротвердості напівпрозорих і прозорих мінералів, так як дає можливість спостерігати внутрішні рефлекси, мікротріщинуватість, мікроблочність та ін. Недолік приладу - відсутність поляризованого світла і обертового предметного столика. Більш сучасним є прилад ПМТ-5 (виготовляється фірмою ЛОМО, м. Санкт-Петербург, Російська федерація). Навантажування і вдавнення повністю автоматизовані; прилад забезпечений поляризованим світлом і обертовим предметним столиком. Навантаження від 2 до 200 гс.

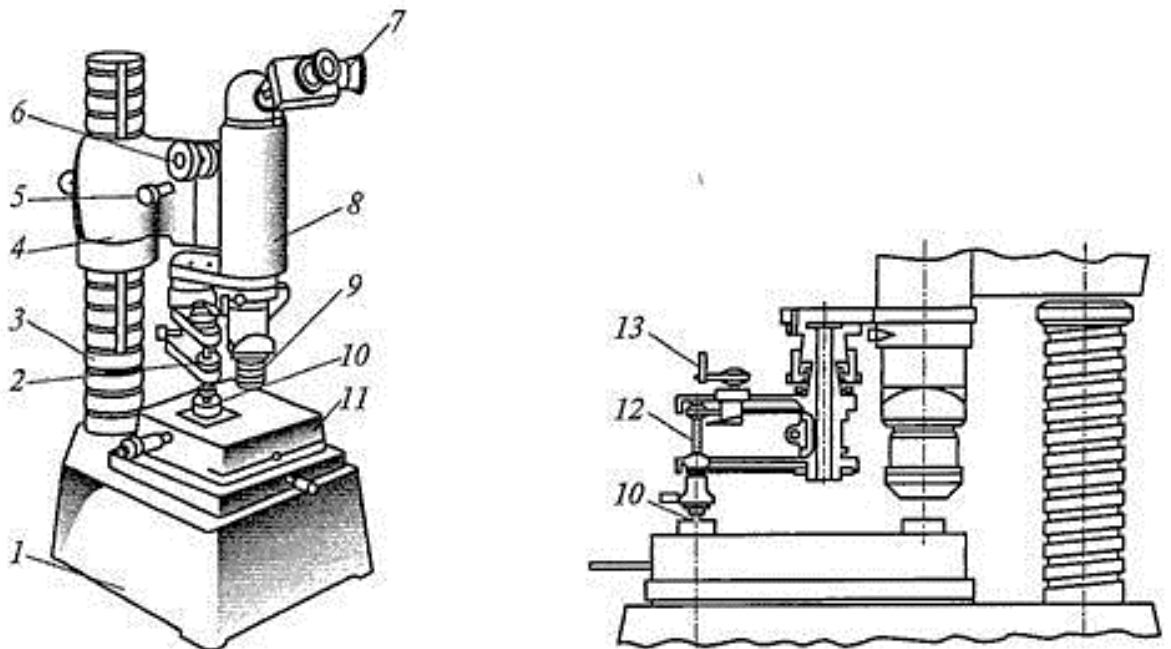


Рис. 3. Мікротвердомір ПМТ-3: 1 - підстава; 2 - навантажувальний механізм; 3 - стійка; 4 - куліса; 5 гвинт для тонкої настройки; 6 - гвинт для грубої настройки; 7 - окулярний мікрометр; 8- вимірювальний мікроскоп; 9 - об'єктив; 10 - алмазна піраміда; 11 - предметний столик; 12 - стрижень; 13 – рукоятка.

2.2 . Методика визначення мікротвердості мінералів.

2.2.1. Вибір матеріалу і підготовка його для дослідження. Монтування шліфів і кристалів

Вибір матеріалу на дослідження визначається тими завданнями, для яких будуть використані дані по мікротвердості:

- 1) діагностика мінералу;
- 2) дослідження залежності твердості мінералу від хімічного складу, особливо для мінералів різних ізоморфних рядів;
- 3) визначення орієнтовного змісту окремих хімічних компонентів в мінералах вивчених груп;
- 4) детальне дослідження властивостей окремих монокристалів (анізотропія твердості , мікрозональність , крихкість і пр.)
- 5) використання даних при вивченні типоморфізму мінералів.

Найбільш об'єктивні результати виходять в тих випадках, коли досліджується добре огранений кристал з розвиненими основними гранями або коли є можливість приготувати спеціальні орієнтовані аншліфи або брикети. Часто в практиці мінералогів - рудників такий матеріал підібрати неможливо. Тоді достатньо надійні результати по твердості для всіх цілей можна отримати на полірованих брикетах, приготованих з дрібних роздроблених фракцій (~ 0,5-2 мм) мінералу. Ці брикети готують наступним чином: роздроблені дрібні зерна мінералу запресовують в полістирол, бакелит або інший в'язкий цемент і потім полірують як звичайний мінераграфічний шліф. Виміряна на них мікротвердість і статистично оброблені результати дають повну і надійну характеристику твердості мінералу.

Отримати дані для орієнтовної діагностики мінералу можна, виробляючи заміри на звичайних полірованих шліфах , досліджуваних в мінераграфії. Крім того, для вимірювань мікротвердості придатні прозорі-поліровані шліфи, а також уламки кристалів з гладкими гранями. При необхідності мікротвердість можна визначити і на одному зерні, запресованому в шашці; при цьому воно зберігається і його легко витягти з брикету (розбити в чавунній ступці) для інших досліджень.

Готовий шліф, брикет, або кристал прикріплюють до металевої або скляної пластинці за допомогою пластиліну, смоли та інших в'язучих матеріалів під пресом так, щоб вимірювана поверхня була строго горизонтальна. Для дрібних кристалів рекомендується брати таку кількість пластиліну, щоб при натисканні пресом кристал своєї протилежною стороною торкнувся пластинки, тобто твердої опори. Ще краще дрібні кристали монтувати на епоксидній смолі. Мікродавлення в таких випадках треба намагатися зробити в центрі зерна.

2.2.2. Робота на приладі

Перевірка приладу за контрольним еталоном. Після установки мікротвердоміру згідно доданої до нього інструкції необхідно ретельно перевірити систему урівноваження механізму навантажування - індентора. В інструкції рекомендується проводити цю перевірку на м'якому металі - олові або алюмінії. Індентор опускають до тих пір, поки при дії навантаження 0,5 гс на поверхні металу з'явиться ледь помітний відбиток. При знятті цього навантаження і впливі на зразок ненавантаженого індентора на поверхні не повинно залишатися ніякого відбитку. В результаті експлуатації приладів з'ясувалося, що при такому регулюванні дані, отримані на одному зразку, але на різних приладах, часто не сходяться. Це відбувається через мікровібрації ненавантаженого індентора. У зв'язку з цим для регулювання приладів запропоновано спосіб контрольних брусків. Він полягає в тому, що при певному навантаженні на однаково обробленому матеріалі отримувати одне значення мікротвердості на всіх приладах. Метали для цієї мети не застосовані через їх неоднорідність за мікротвердістю і неможливості здійснити оптичний контроль за чистотою. Тому пошуки стали вести серед неметалів, а саме, серед мінералів, які відповідали б таким вимогам: 1) однорідність за мікротвердістю; 2) велика сталість мікротвердості, 3) єдина підготовка поверхні для випробування (скол по спайності), 4) прозорість і можливість оптичного контролю в поляризованому світлі. В якості еталонного матеріалу прийнята кам'яна сіль NaCl, яка задовольняє всім перерахованим вимогам. Проведені вимірювання мікротвердості на різних площинах спайності кам'яної солі показали наявність у неї слабкої анізотропії твердості II роду, що не впливає помітним чином на середнє арифметичне (з 5 замірів) значення мікротвердості.

Таким чином, контрольні вимірювання мікротвердості після регулювання приладів рекомендується проводити на будь-якій площині спайності (свіжому сколі) прозорого кристалу кам'яної солі. Необхідно вимірювати обидві діагоналі кожного відбитку і робити не менше 5 відбитків. Середнє арифметичне з них має відповідати $\sim 20-22,5$ кгс/мм², вимірювання слід проводити при навантаженнях 7-10 гс.

Установка досліджуваного зразка на столику приладу. Зразок мінералу (аншліф, кристал або уламки кристалу), змонтований під пресом, зі строго горизонтальною досліджуваною поверхнею поміщають на столик мікротвердоміру під об'єктивом і закріплюють. Орієнтовані розрізи мінералів або кристалів встановлюють щодо ниток хреста і діагоналей алмазної піраміди: паралельно, перпендикулярно або під кутом. Орієнтування зразків досягається або вручну шляхом переміщення змонтованого на платівці зразка по столику мікротвердоміру (ПМТ-3), або обертанням предметного столика (ПМТ-5). У звичайних аншліфах також можна виробляти орієнтовані заміри мікротвердості щодо тріщин спайності, осей витягнутих кристалів і т.п.

Наводка мікроскопу мікротвердоміру на поверхню об'єкту і додаткове центрування приладу. Мікроскоп фокусують на поверхню зразка шляхом макро- і мікроподачі. При цьому слід мати на увазі, що у робочого об'єктива ($F=6,16$; $A=0,65$) дуже мала фокусна відстань; об'єктив дуже близько знаходиться до поверхні, тому наводити його на зразок слід дуже обережно. Сфокусувавши мікроскоп, досліджувану ділянку за допомогою координатних гвинтів підводять під перехрестя ниток окуляра. Далі за допомогою рукоятки повертають столик із зразком під індентор для вдавнення алмазної піраміди.

Практика показує, що, незважаючи на те, що при встановленні приладу центрують згідно з інструкцією, що додається до кожного приладу, кожен день і навіть перед кожним відповідальним виміром мікротвердості (наприклад, на дуже малому зерні або у мікрovidіленні) прилад треба знову центрувати, так як інакше відбиток вийде не на тому місці, яке підведено під перехрестя ниток.

Центрування, або вірніше підправлення центрування, проводиться досить швидко. Під перехрестя ниток підводять будь-яку ділянку шліфа. Проводять навантажування і опускання індентору і спостерігають під мікроскопом отриманий відбиток. Якщо центр відбитка не збігається з перехрестям ниток, то їх поєднують центрировочними гвинтами. Далі координатними гвинтами столика підводять під перехрестя ниток наступну досліджувану ділянку шліфа, поправляють фокусування і здійснюють вдавнення пірамідки - відбиток точно потрапляє у задане місце.

Навантажування індентора і вдавнення алмазного накінецьника для отримання відбитку. Обраний вантаж розміщують на індентор. Якщо до цього не вдалося навіть орієнтовно визначити твердість досліджуваного мінералу за шкалою Мооса то для першого виміру вантаж треба вибирати з найменших (2, 5, 10 гс).

Предметний столик з препаратом повертають за допомогою рукоятки до упору, в результаті чого зразок потрапляє точно під алмазну піраміду індентора. Проводять вдавнення, для чого в приладі ПМТ-3 рукоятку аретира лівою рукою повільно (протягом 15 с) і рівномірно (без поштовхів) повертають до себе до упору, а руку прибирають з рукоятки. Після деякої витримки навантаження на зразку (від 5 до 15 с - час статичного тиску навантаженої алмазної пірамідки) рукоятку аретира відводять від себе вліво до упору (у приладі ПМТ-5 цей процес автоматизований). При опусканні та піднятті алмазної піраміди рукоятку аретира слід пересувати одним пальцем, ледь торкаючись її (в приладі ПМТ-3). Слід зазначити, що операція вдавнення алмазної піраміди і вимір відбитка - найвідповідальніші з усіх операцій визначення мікротвердості, тому необхідно їх робити обережно і ретельно.

Вимірювання відбитку і запис результатів спостережень. Після вдавнення алмазної піраміди і зняття навантаження предметний столик із зразком приводять у попереднє положення, потім в окуляр спостерігають відбиток алмазної піраміди, який представляє в ідеальному випадку квадрат з

двома діагоналями (відбитки ребер піраміди). Діагоналі відбитка вимірюють за допомогою гвинтового окуляра-мікрометра, доданого до мікротвердоміру. Якщо відбиток у вигляді квадрата, то вимірюють зазвичай одну (зручніше - горизонтальну) діагональ; якщо ж відбиток спотворений (у вигляді ромбу або неправильного квадрату), то вимірюють горизонтальну і вертикальну діагоналі, повернувши окуляр у вертикальне положення. При спостереженні відбитка слід врахувати, що квадратний відбиток може спотворюватися з двох причин: внаслідок анізотропії твердості, що притаманна великій кількості мінералів (різні зрізи мінералу дадуть по різному спотворені відбитки), і в результаті негоризонтальності поверхні досліджуваного мінералу. Другий випадок виразиться в несиметричності відбитка, і її слід усунути шляхом перемонтування зразка. Спотворення відбитка за рахунок анізотропії твердості слід вимірювати, а форму їх фіксувати (фотографувати або замальовувати).

При вимірі діагоналей перехрестя ниток окуляра обертанням барабана підводять спочатку до одного кутку відбитка - беруть відлік за шкалою окуляра і барабана, потім до іншого кутку відбитку і знову беруть відлік. Оскільки відбиток рідко буває ідеально квадратним , при вимірі не слід прагнути , щоб нитки окуляра точно охоплювали боки відбитка. Головне - точно підвести перехрестя ниток окуляра до кутів відбитка (методом торкання перехрестя ниток кутів відбитка з зовнішньої сторони).

Відлік знімають за шкалою окуляра за допомогою подвійного штриха, який показує число сотень поділів, і по барабану, на якому знаходяться десятки і одиниці поділів. Відлік можна брати до напівподілки шляхом інтерполяції. Різниця двох вимірів буде дорівнювати довжині діагоналі відбитка, вираженої числом поділок. Добуток цієї різниці на ціну поділки барабана (для ПМТ-3 одна поділка шкали барабана з об'єктивом А= 0,65 дорівнює ~ 0,3 мкм) дає довжину діагоналі в мікрометрах. Ціну поділки перевіряють для кожного приладу окремо. Вимірювання відбитка краще вести в межах центру поля зору мікроскопу.

Для зменшення суб'єктивних помилок один і той же відбиток рекомендується вимірювати окуляр-мікрометром три рази і записувати середнє значення. Результати замірів заносять у спеціальний журнал.

Вирахування мікротвердості. Величину мікротвердості мінералу знаходять за наступною формулою:

$$H = \frac{P}{F} \text{ кгс / мм}^2$$

де Р - навантаження , кгс; F - бокова поверхня алмазної піраміди, мм.

Отже , мікротвердість Н виражається силою , що припадає на одиницю площі. Навантаження Р відомо, а бічну площу піраміди можна обчислити через діагональ її квадратної основи, яку вимірюють окуляром - мікрометром у вигляді діагоналі квадрата-відбитка від алмазної піраміди на випробуваному зразку (вимірюють проекцію відбитка в площині окуляра).

Форма алмазу прийнята як стандартна - квадратна піраміда з кутом при вершині, рівним 136° отже, поверхню пірамідального відбитка можна обчислити через виміряну діагональ d квадратної підстави.

Площа F бічної поверхні квадратної піраміди з відомим кутом α (136°) при вершині та відомій довжині діагоналі підстави обчислюють за формулою

$$F = \frac{d^2}{2 \sin \frac{\alpha}{2}}$$

тоді

$$F = \frac{d^2}{2 \sin 68^\circ} = \frac{d^2}{2 \cdot 0,92720} = \frac{d^2}{1,8544}$$

Підставляючи значення F в рівняння $H = \frac{P}{F}$, отримуємо

$$H = \frac{1,854 P}{d^2}$$

Якщо P виразити в грамах, а d - в мікрометрах (що справедливо при вимірюванні мікротвердості на приладах типу ПМТ-3), то після відповідних перетворень формула прийме вигляд:

$$H = 1854P$$

Обчислені за цією формулою числа мікротвердості мінералу мають також розмірність кгс/мм².

Для зручності і прискорення обчислень пропонуються спеціальні таблиці, що дозволяють знаходити шукане значення H за величиною P і довжини діагоналі d . Таблиці розраховані для навантажень 2, 3, 4, 5, 7, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 70, 100, 150 і 200 гс для діагоналей розміром від 5 до 25 мкм з точністю до десятих часток мікрона (табл.4).

Мінімальні розміри зерен для надійних визначень мікротвердості. На підставі експериментальних даних розроблені вимоги про вибір місця розташування відбитків на поверхні випробуваного зразка: відстань від центру відбитка до краю зерна або між центрами сусідніх відбитків повинна бути не менше $5d$. Практика показала, що для пластичних мінералів відстані можуть доходити до $2d$. Товщина випробуваного мінералу (зерна) повинна бути не менше $1,5d$ (d - діагональ відбитка).

«Діапазон» чисел при визначенні мікротвердості мінералу. На ступінь діапазону значень мікротвердості впливають помилка вимірювання і неоднорідність мінеральних зерен. Помилка виміру позначається тим сильніше, чим вище твердість у мінералу.

При дослідженні анізотропії мікротвердості мінералів і на підставі досвіду масових замірів великої кількості мінералів можна зробити висновок, що отриманий діапазон чисел твердості мінералів залежить більшою мірою від властивості їм анізотропії твердості і в меншій мірі від двох інших

вищевказаних чинників. Таким чином, цей «діапазон» не випадковий, а цілком закономірний і не є перешкодою застосування методу вивчення мікротвердості для діагностики мінералів і інших більш тонких досліджень. Введення поняття про коефіцієнт анізотропії твердості дає можливість використовувати цю величину як додатковий критерій при діагностиці мінералів.

Таблиця 4

Таблиця значень мікротвердості (Н , кгс/мм²) при випробуванні квадратною пірамідою з двограним кутом при вершині 136° для різних навантажень (Р, гс)

Розмір діагоналі відбитка		P=20			P=30			P= 40			P=50			P=70			P=100			P=150		
Одиниці мікрометри в	Дес. долі мікрометри в	Розмір діагоналі відбитка																				
		0	10	20	0	10	20	0	10	20	0	10	20	0	10	20	0	10	20	0	10	20
0	0	-	370	92,8	-	556,2	139,1	-	741,6	185,4	-	925	232	-	1297,8	324,5	-	1850	464	-	2781	695,3
	1	-	363,6	91,9	-	545,2	137,7	-	727	183,6	-	909	229,8	-	1272,2	321,2	-	1818	459,6	-	2726,2	688,3
	2	-	357,2	91,1	-	534,6	136,3	-	712,8	181,7	-	893	227,6	-	1247,4	318,1	-	1786	455,2	-	2673	682
	3	-	350,8	90,2	-	524,3	135	-	699	180	-	877	225,4	-	1223,3	314,9	-	1754	450,8	-	2621,4	674,9
	4	-	344,4	89,3	-	514,2	133,7	-	685,7	178,2	-	861	223,2	-	1199,9	311,9	-	1722	446,4	-	2571,2	668,3
	5	-	338	88,5	-	504,5	132,3	-	672,7	176,5	-	845	221	-	1177,1	308,8	-	1690	442	-	2522,4	661,7
	6	-	331,6	87,6	-	495	131,1	-	660	174,8	-	829	218,8	-	1155	305,8	-	1658	437,6	-	2475,1	655,3
	7	-	325,2	86,7	-	485	129,8	-	647,7	173,1	-	813	216,6	-	1133,5	302,9	-	1626	433,2	-	2429	649
	8	-	318,8	85,8	-	476,9	128,6	-	635,8	171,5	-	797	214,4	-	1112,7	300	-	1594	428,8	-	2384,3	642,8
	9	-	312,4	85	-	468,1	127,3	-	624,7	169,8	-	781	212,2	-	1092,3	297,1	-	1562	424,4	-	2340,7	636,7
1	0	-	306	84,1	-	459,7	126,1	-	612,9	168,2	-	765	210	-	1072,6	294,3	-	1530	420	-	2298,3	630,6
	1	-	301,2	83,4	-	451,4	124,9	-	601,9	166,6	-	753	208,2	-	1053,3	291,5	-	1506	416,3	-	2257,1	624,6
	2	-	296,4	82,6	-	443,4	123,8	-	591,2	165	-	741	206,4	-	1034,6	288,8	-	1482	412,6	-	2217	618,8
	3	-	291,6	81,9	-	435,6	122,6	-	580,8	163,5	-	729	204,6	-	1016,4	286,1	-	1458	408,9	-	2177,9	613
	4	-	286,8	81,1	-	428	121,5	-	570,6	161,8	-	717	202,8	-	998,6	283,4	-	1434	405,2	-	2139,9	607,3
	5	-	282	80,4	-	420,6	120,3	-	560,8	160,4	-	705	201	-	981,3	280,8	-	1410	401,5	-	2102,8	601,6
	6	-	277,2	79,6	-	413,3	119,2	-	551,1	159	-	693	199,2	-	964,5	278,2	-	1386	397,8	-	2066,7	596,1
	7	-	272,	78,	-	406,	118,	-	541,	157,	-	681	197,	-	948,1	275,	-	1362	394,1	-	2031,	590,

			4	9		3	1		7	5			4			6				6	6	
	8	-	267,6	78,1	-	399,5	117	-	532,6	156,3	-	669	195,6	-	932,1	273,1	-	1338	390,4	-	1997,3	585,2
	9	-	262,8	77,4	-	392,8	116	-	523,7	154,6	-	657	193,8	-	916,5	270,6	-	1314	386,7	-	1963,8	579,8
2	0	-	258	76,6	-	386,3	114,9	-	515	153,2	-	645	192	-	901,3	268,1	-	1290	383	-	1931,3	574,6
	1	-	254,2	76	-	379,9	113,9	-	506,5	151,8	-	635,5	190,3	-	886,4	265,7	-	1271	379,7	-	1899,5	569,4
	2	-	250,4	75,3	-	373,7	112,9	-	498,4	150,5	-	626	188,6	-	871,9	263,3	-	1252	376,4	-	1868,4	564,3
	3	-	246,6	74,7	-	367,6	111,8	-	490,2	149,1	-	616,5	186,9	-	857,8	261	-	1233	373,1	-	1838,2	559,2
	4	-	242,8	74	-	361,7	110,8	-	482,3	147,8	-	607	185,2	-	844	258,6	-	1214	369,8	-	1808,7	554,2
	5	-	239	73,4	-	356	109,9	-	474,6	146,5	-	597,5	183,5	-	830,6	256,4	-	1195	366,5	-	1779,8	549,3
	6	-	235,2	72,7	-	350,3	108,9	-	467,1	145,2	-	588	181,8	-	817,5	254,1	-	1176	363,2	-	1751,7	544,5
2	7	-	231,4	72,1	-	344,8	107,9	-	459,8	143,9	-	578,5	180,1	-	804,6	251,9	-	1157	359,9	-	1724,2	539,7
	8	-	227,6	71,4	-	339,5	107	-	452,6	142,7	-	569	178,4	-	792,1	249,7	-	1138	356,6	-	1697,4	535
	9	-	223,8	70,8	-	334,2	106,1	-	445,6	141,4	-	559,5	176,7	-	779,9	2471	-	1119	353,3	-	1671,2	530,3
3	0	-	220	70,1	-	329,1	105,1	-	438,8	140,2	-	550	175	-	767,9	245,3	-	1100	350,1	-	1645,6	525,7
	1	-	216,9	69,5	-	324,1	104,2	-	432,1	139	-	542,3	173,6	-	756,2	243,2	-	1084,6	347,2	-	1620,5	521,2
	2	-	213,8	69	-	319,2	103,3	-	425,6	137,8	-	534,6	172,5	-	744,8	241	-	1069,2	344,4	-	1596,1	516,7
	3	-	210,8	68,4	-	309,8	101,6	-	413	135,4	-	526,9	170,6	-	733,7	239	-	1053,8	341,6	-	1572,2	512,3
	4	-	207,7	67,8	-	309,8	101,6	-	413	135,4	-	519,2	169,4	-	722,8	237	-	1038,4	338,8	-	1548,8	507,9
	5	-	204,6	67,3	-	305,2	100,7	-	406,9	134,3	-	511,5	168	-	712,1	235	-	1023	336	-	1525,9	503,6
	6	-	201,5	66,7	-	300,7	99,9	-	401	133,2	-	503,8	166,6	-	701,7	233	-	1007,6	333	-	1503,6	499,3
	7	-	198,4	66,1	-	296,3	99	-	395,1	132,7	-	496,1	165,2	-	691,5	231	-	992,2	330,4	-	1481,7	495,1
	8	-	195,4	65,5	-	292,1	98,2	-	389,4	130,9	-	488,4	163,8	-	681,1	229	-	976,8	327,6	-	1460,3	491
	9	-	192,3	65	-	287,9	97,4	-	383,8	129,8	-	480,7	162,4	-	6711	227	-	961,4	324,9	-	1439,4	486,9
4	0	-	189,2	64,4	-	283,8	96,6	-	378,4	128,8	-	473	161	-	662,1	225,3	-	946	322	-	1418,9	482,8

	1	-	186,8	63,9	-	279,8	95,8	-	373	127,7	-	466,9	159,7	-	652,8	223,4	-	934	319,5	-	1398,8	478,8
	2	-	184,3	63,4	-	275,8	95	-	367,8	126,6	-	460,8	158,4	-	643,6	221,6	-	921,6	317	-	1379,2	474,9
	3	-	181,9	62,9	-	272	94,2	-	362,7	125,6	-	454,7	157,1	-	634,7	219,8	-	909,4	314,5	-	1360	471
	4	-	179,4	62,4	-	268,2	93,4	-	357,6	124,7	-	448,6	153,8	-	623,8	218	-	897,2	312	-	1341,1	467,1
	5	-	177	61,9	-	264,5	92,7	-	352,7	123,5	-	442,5	154,5	-	617,3	216,2	-	885	309,5	-	1322,7	463,3
	6	-	174,6	61,4	-	260,9	91,9	-	347,9	122,5	-	436,4	153,2	-	608,8	214,5	-	872,8	307	-	1304,7	459,5
	7	-	172,1	60,9	-	257,4	91,2	-	343,2	121,2	-	430,3	151,9	-	600,6	212,7	-	860,6	304,5	-	1287	455,8
	8	-	169,7	60,4	-	253,9	90,4	-	338,6	120,7	-	424,2	150,6	-	592,5	211	-	848,4	302	-	1269,6	452,2
	9	-	167,2	59,9	-	250,5	89,7	-	334	119,4	-	418,1	149,3	-	584,6	209,3	-	836,2	299,5	-	1252,6	448,5
	0	1484	164,8	59,4	-	247,2	89	-	329,6	118,7	3710	412	148	-	576,8	207,6	742,0	824	297	-	1236	445
	1	1439	162,8	58,9	-	343,9	88,3	-	325,2	117,7	3596,5	406,6	146,9	-	569,2	206	719,3	813,1	294,7	-	1219,7	441,4
	2	1393	160,8	58,5	-	240,7	87,6	-	321	116,8	3483	401,2	145,8	-	561,7	204,4	696,6	802,5	292,4	-	1203,7	437,9
	3	1348	158,8	58	-	237,6	86,9	-	316,8	115,9	3369,5	397	144,7	-	554,4	202,8	673,9	794	290,1	-	1188	434,5
	4	1302	156,8	57,6	-	234,5	86,2	-	312,7	114,9	3256	392	143,6	-	547,2	201,2	651,2	784	287,8	-	1172,6	431,1
	5	1257	154,8	57,1	-	231,5	85,5	-	308,7	114	3142,5	387	142,5	-	540,2	199,6	628,5	774	285,5	-	1157,5	427,7
	6	1212	152,8	56,6	-	228,6	84,9	-	304,7	113,2	3029	382	141,4	-	533,3	198	605,8	764	283,2	-	1142,8	424,3
	7	1166	150,8	56,2	-	225,6	84,2	-	300,9	112,2	2915,5	377	140,3	-	526,5	196,5	583,1	754	280,9	-	1128,2	421,1
	8	1121	148,8	55,7	-	222,8	83,6	-	297,1	111,1	2902	371,3	139,2	-	519,9	195	560,4	744	278,6	-	1114	417,8
	9	1075	146,8	55,3	-	220	82,9	-	293,3	110,6	2788,5	366,7	138,1	-	513,3	193,5	537,7	733,4	276,3	-	1100	414,6
	0	1030	144,8	54,8	1545	217,3	-	2060	289,7	109,7	2575	362	137	3605	507	-	515,0	724	274	7725	1086,3	-
	1	1003	143,2	54,4	1495	214,6	-	1993	286,1	108,8	2506,5	357,9	136	3487,8	500,7	-	501,3	715,8	272	7473,8	1072,9	-
	2	975,2	141,5	54	1447	211,9	-	1929	282,6	108	2438	353,8	135	3376,2	494,5	-	487,6	7071	270	7234,7	1059,7	-
	3	947,8	139,9	53,6	1401	209,3	-	1869	279,1	107,5	2369,5	349,7	134	3269,8	488,5	-	473,9	699,4	268	7006,8	1046,7	-
	4	920,	138,	53,	1358	206,	-	1811	275,	106,	2301	345,	133	3168,	482,5	-	460	691,2	266	6789,	1034	-

		4	2	2		8			7	4		6		5			2			6		
6	5	893	136,6	52,8	1616	204,3	-	1755	272,4	105,6	2232,5	341,5	132	3071,7	476,7	-	446,5	683	264	6582,2	1021,5	-
	6	865,6	135	52,4	1277	201,8	-	1725	269,1	104,8	2164	337,4	131	2979,3	471	-	432,8	674,8	262	6384,3	1009,2	-
	7	838,2	133,3	52	1239	199,4	-	1652	265,9	104	2095,5	333,3	130	2891,1	465,3	-	419,1	666,6	260	6195,1	997,2	-
	8	810,8	131,7	51,6	1203	197,1	-	1604	262,8	103,3	2027	329,2	129	2806,7	459,8	-	405,4	658,4	258	6014,3	985,3	-
	9	783,4	130	51,2	1168	194,7	-	1558	259,7	102,5	1958,5	325,1	128	2725,9	454,4	-	391,7	652,2	256	5841,2	973,7	-
7	0	756	128,4	50,8	1135	192,6	-	1514	256,6	-	1890	321	127	2648,6	449,1	-	378,0	642	254	5675,5	962,3	-
	1	738,4	127	50,5	1103	190,2	-	1471	253,6	-	1846	317,5	126,1	2574,5	443,8	-	369,2	635	252,2	5516,8	951,1	-
	2	720,8	125,6	50,1	1173	188	-	1431	250,7	-	1802	314	125,2	2503,5	438,7	-	360,4	628	250,4	5364,6	940	-
	3	703,2	124,2	49,8	1044	185,8	-	1392	247,8	-	1758	310,5	124,3	2435,4	433,6	-	351,6	621	248,6	5218,6	929,2	-
	4	685,6	122,8	49,4	1016	183,7	-	1354	244,7	-	1714	307	123,4	2370	428,7	-	342,8	614	246,8	5078,5	918,5	-
	5	668	121,4	49,1	988,8	181,6	-	1318	242,2	-	1670	303,5	122,5	2307,2	423,8	-	334,0	607	245	4944	908,1	-
	6	650,4	120	48,7	963	179,6	-	1284	239,4	-	1626	300	121,6	2246,9	419	-	325,2	600	243,2	4814,8	897,8	-
	7	633,8	118,6	48,4	938,1	177,5	-	1251	236,7	-	1582	296,5	120,7	2188,9	414,2	-	316,4	593	241,4	4690,5	887,7	-
	8	615,2	117,2	48	914,2	175,5	-	1219	234,1	-	1538	293	119,6	2133,1	409,6	-	307,6	586	239,6	4571	877,7	-
9	597,6	115,8	47,7	891,2	173,6	-	1188	231,5	-	1494	289,5	118,9	2079,5	405	-	298,8	579	237,8	4456	868	-	
8	0	580	114,4	47,3	869,1	171,7	-	1159	228,9	-	1450	286	118	2027,8	400,6	-	290,0	572	236	4345,3	858,3	-
	1	567,8	113,2	47	847,7	169,8	-	1139	226,4	-	1419,5	283,1	117,3	1978,1	396,1	-	283,9	566,2	234,5	4238,7	848,9	-
	2	555,6	111,1	46,7	827,2	167,9	-	1103	223,9	-	1389	280,2	116,5	1930,1	391,8	-	277,8	560,4	233	4135,9	839,6	-
	3	543,4	110,9	46,4	807,4	166,1	-	1077	221,4	-	1358,5	277,3	115,8	1883,9	387,5	-	271,7	554,6	231,5	4036,9	830,4	-
	4	531,2	109,8	46,1	788,3	164,3	-	1051	219	-	1328	274,4	115	1839,3	383,3	-	265,6	548,8	230	3941,3	821,4	-
	5	519	108,6	45,8	769,8	162,5	-	1026	216,7	-	1297,5	271,5	114,3	1796,3	379,2	-	259,5	543	228,5	3849,1	812,6	-
	6	506,8	107,4	45,4	752	160,8	-	1003	214,4	-	1267	268,6	113,5	1754,7	375,1	-	253,4	537,2	227	3760,1	803,9	-
	7	494,6	106,3	45,1	734,8	159,1	-	979,8	212,1	-	1236,5	265,7	112,8	1714,6	371,1	-	247,3	531,4	225,5	3674,2	795,3	-

	8	482,4	105,1	44,8	718,2	157,4	-	951,6	209,8	-	1206	262,8	112	1675,9	367,2	-	241,2	525,6	224	3591,2	786,8	-
	9	470,2	103,9	44,5	702,2	155,7	-	936,2	207,6	-	1175,5	259,9	111,3	1638,4	363,3	-	235,1	519,8	222,5	3510,9	778,5	-
9	0	458	102,8	44,2	686,7	154,1	-	915,6	205,4	-	1145	257	110,5	1602,2	359,5	-	229,0	514	221	3433,3	770,4	-
	1	449,2	101,8	43,9	671,7	152,5	-	895,5	203,3	-	1123	254,5	109,8	1567,2	355,7	-	224,6	509	219,5	3358,3	762,3	-
	2	440,4	100,8	43,6	657,1	150,9	-	876,2	201,2	-	1101	252	109	1533,3	352,1	-	220,2	504	218	3285,7	754,4	-
	3	431,6	99,8	43,3	643,1	149,3	-	854,4	199,1	-	1079	249,5	108,3	1500,5	348,4	-	215,8	499	216,5	3215,4	746,6	-
	4	422,8	98,8	43	629,5	147,8	-	839,3	197	-	1057	247	107,5	1468,8	344,8	-	211,4	494	215	3147,4	738,9	-
	5	414	97,8	42,7	616,3	146,3	-	821,7	195	-	1035	244,5	106,8	1438	341,3	-	207,0	489	213,5	3081,4	731,4	-
	6	405,2	96,8	42,4	603,5	144,8	-	804,7	193	-	1013	242	106	1408,2	337,8	-	202,6	484	212	3017,6	723,9	-
	7	396,4	95,8	42,1	591,1	143,3	-	788	191	-	991	239,5	105,3	1379,2	334,4	-	198,2	479	210,5	2955,7	716,6	-
	8	387,6	94,8	41,8	579,1	141,9	-	772,1	189	-	969	237	104,5	1351,5	331	-	193,8	474	209	2895,7	709,4	-
	9	378,8	93,8	41,5	567,5	140,5	-	756,7	187,3	-	947	234,5	103,8	1324,2	327,7	-	189,4	409	207	2837,5	702,3	-

2.2.3. Спостереження характеру відбитка

Методика дослідження мікротвердості мінералів передбачає вивчення і вимірювання відновленого відбитка, тобто після зняття навантаження.

Під час процесу статичного вдавлення під дією навантаженої алмазної піраміди в мінералі відбувається складна деформація в результаті взаємодії ряду механічних факторів і, головним чином, пластичної і пружної деформацій. У результаті дії пружних сил края відбитка відновлюються. Пластична деформація виражається в зрушенні речовини навколо відбитка. При цьому велике значення мають дислокаційні явища.

Теоретично форма відбитка від вдавлення чотиригранної алмазної піраміди з квадратною основою повинна представляти квадрат, якщо вдавлення відбувалося в речовині, яка має досконалу пластичність. На практиці більшість мінералів поєднують в собі комплекс пластичнопружних та інших механічних характеристик, тому виходять квадратоподібні відбитки, а часто і ромбовидні з різними спотвореннями. Ромбовидні відбитки утворюються на площинах і зрізах таких мінералів, у яких спостерігається різка анізотропія пружних сил у взаємно перпендикулярних напрямках - анізотропія твердості I роду.

Зазвичай відбитки складаються з різних комбінацій деяких геометричних форм: прямі, увігнуті, опуклі, сигмоїдальні ребра. Таким чином, залежно від орієнтування алмазної піраміди відносно кристалографічних осей в якій-небудь площині мінералу можуть виникати прямокутні, опуклі, увігнуті і сигмоїдальні відбитки; крім того, можуть утворюватися і комбіновані відбитки: опукло - увігнуті, прямокутні - сигмоїдальні тощо (рис. 4).

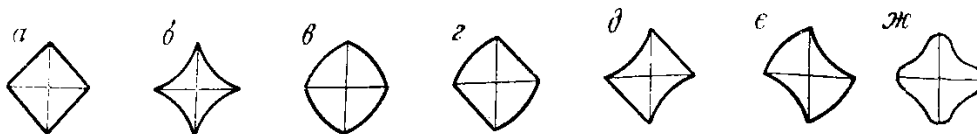


Рис . 4 . Типи відбитків, отриманих при різному орієнтуванні алмазної піраміди відносно кристалографічних напрямків у мінералах :

а - прямокутний; б - увігнутий; в - опуклий; г - прямокутний - опуклий; д - прямокутний - увігнутий; е - опукло - увігнутий; ж - сигмоїдальний

Під дією вдавлення алмазної піраміди крім пластично - пружних властивостей в переважній більшості мінералів спостерігається прояв крихких властивостей, тобто порушення суцільності у зразку. Місцеве руйнування мінералу відбувається шляхом розтріскування, роздроблення і сколів як безпосередньо в місці відбитка, так і навколо нього. Інтенсивність тріщиноутворення посилюється при збільшенні навантаження.

Різні типи тріщин і руйнувань, що утворюються навколо відбитка, розділяються дослідниками на різні категорії. Раціональною представляється наступна група:

а) тріщини розриву (зазвичай радіальні) - починаються або від кутів відбитка, або від сторін; прямі або вигнуті тріщини розриву можуть з'єднатися й утворити прості, тобто одинарні, раковисті тріщини, що обрамляють відбиток;

б) тріщини спайності - різні системи прямих паралельних тріщин, що йдуть уздовж слідів спайності; сколові тріщини, іноді перетворюються в раковисті, аж до концентричних (утворюються тоді, коли вдавнення відбувається перпендикулярно площині досконалої спайності в мінералі);

в) тріщини окремоостей - прямі або злегка зігнуті, що нагадують тріщини спайності, але менш чіткі. У той час як сліди спайності часто бувають видні до вдавнення, сліди площин окремоостей можуть бути помічені в полірованих шліфах тільки після вдавнення.

Систематичні дослідження показують, що для ряду мінералів характер відбитка поряд з числовим значенням мікротвердості може бути додатковою діагностичною ознакою. Крім того, за формою і характером відбитка можна розпізнавати або символ граней, або перетин, певним чином орієнтований щодо осей в одному мінералі. Проведення ретельних досліджень і спостережень відбитків в монокристалах дозволяє більш впевнено інтерпретувати результати вимірювань мікротвердості, отриманих в аншліфі, навіть у випадкових перетинах мінералів, і полегшує їх діагностику.

Таким чином, при вивченні твердості мінералів методом мікровдавлювання необхідно робити спостереження над характером відбитків з їх фотографуванням або замальовуванням.

2.2.4. Математична обробка результатів вимірювання

Твердість по результатам мікровдавлювання кожного мінералу, виміряна вельми чутливим методом мікротвердості, в більшості випадків не може бути виражена одним числом. Вона повинна бути охарактеризована певним комплексом чисел: межами коливань (дисперсією) H , кгс/мм², середнім арифметичним або статистичними числами H_{cp} і коефіцієнтами анізотропії твердості K_n (може бути також K_n^1 і K_n^2). Всі ці характеристики легко отримати і обчислити, якщо дослідження мікротвердості ведеться на добре ограненому монокристалі. Але частіше мінералог - рудник має справу з полікристалічним агрегатом мінералів в аншліфі. У цьому випадку для отримання надійних характеристик необхідно виконати оптимальне число замірів мікротвердості для кожного мінералу і математично правильно обробити результати вимірювань.

Залежно від ступеня анізотропії (K_n) досліджуваного мінералу, а також характеру підготовки зразка для дослідження (аншліф, кристал, поліровані брикети з подрібнених фракцій), можна рекомендувати оптимальну кількість

замірів для різних груп мінералів , а також відповідний спосіб математичної обробки результатів.

Спосіб обробки результатів шляхом знаходження середнього арифметичного ($H_{\text{ср}}$) з декількох вимірів мікротвердості є найбільш простий і поширений. Проте його можна ефективно і достовірно використовувати тільки при наступних обставинах:

1. При дослідженні мінералів будь-якого ступеня анізотропності, представлених монокристалом або їх орієнтованими зрізами, заміри мікротвердості групують по гранях або за напрямками (щодо спайності, подовження та тощо), а по них обчислюють кілька середніх арифметичних ($H_{\text{ср}1}$, $H_{\text{ср}2}$ і т. д.) і коефіцієнти анізотропії твердості $K_n = H_{\text{ср}_{\text{макс}}} / H_{\text{ср}_{\text{мін}}}$. На кожній грані або зрізі досить провести 5-10 замірів (залежно від ступеню мікронеоднорідності даної грані або перетину).

2. При дослідженні ізотропних або слабоанізотропних за твердістю мінералів ($K_n < 1,2$), представлених неорієнтованими полікристалічними агрегатами в аншлафах, брикетах та ін. Обробку результатів можна вести також шляхом обчислення середнього арифметичного ($H_{\text{ср}}$), а заміри (не менше 7-11) повинні бути зроблені по можливості на різних перетинах мінералу.

3. При дослідженні мінералів з середньо вираженою анізотропією твердості (K_n в межах 1,2-1,20) обчислювати середнє арифметичне можна в тому випадку , якщо вимірювання проводять обов'язково на різних перетинах одного мінералу. Найкращим для такої групи мінералів є приготування штучних полірованих брикетів з дрібних подрібнених зерен мінералу (розмір зерен може бути від 0,5-1 до сотих часток міліметра). Кількість замірів в цьому випадку може бути приблизно 13-15. Можна обчислювати і середнє статистичне, тоді необхідно провести не менше 25-40 замірів.

Знаходження найбільш ймовірного, характерного для даного мінералу, значення мікротвердості шляхом побудови варіаційних кривих. Якщо мінерал істотно анізотропний за твердістю ($K_n > 1,20$) і представлений полікристалічним агрегатом, тоді необхідно застосовувати методику масових вимірів мікротвердості (не менше 30-40), а при обробці результатів використовувати методи математичної статистики, зокрема метод знаходження найбільш вірогідних значень твердості шляхом побудови варіаційних кривих або спрямлених графіків. Для дослідження твердості цієї групи мінералів дуже ефективно готувати спеціальні препарати - штучні поліровані брикети з дрібної фракції мінералів. Коефіцієнти анізотропії твердості наближено можна знаходити шляхом відношення середніх статистичних.

Розглянемо на конкретному прикладі найпростіший і один з найбільш поширених способів побудови варіаційних кривих, яким можна користуватися при обробці результатів вимірювань , щоб отримати найбільш достовірні числа твердості. Наприклад,була визначена мікротвердість H гіпсу

(в кгс/мм²) при навантаженні 20 гс на гранях таблитчастих кристалів (010) або площини спайності . Всього було зроблено 33 виміри:

№ п/п	H	№ п/п	H	№ п/п	H
1	46	12	68,3	23	59,4
2	50,8	13	53,2	24	58
3	57,2	14	55,6	25	58
4	41,2	15	62,4	26	58
5	61,4	16	54,4	27	58
6	65,8	17	54,4	28	57,2
7	70,8	18	54,4	29	59,9
8	48,3	19	50,8	30	57,2
9	53,2	20	59,9	31	57,2
10	59,4	21	62,9	32	63,3
11	64,4	22	59,9	33	63,3

Знаходимо найбільше і найменше значення мікротвердості . У нашому прикладі найменше значення x ($x_{\text{мін}}$) дорівнює 41,2 , а найбільше значення $x_{\text{макс}}$ - 70,8. Різниця між $x_{\text{макс}}$ і $x_{\text{мін}}$ носить назву розмаху варіювання окремих значень і позначається через R:

$$R = x_{\text{макс}} - x_{\text{мін}} = 70,8 - 41,2 = 29,6 .$$

Визначивши розмах варіювання, необхідно встановити ширину інтервалу. Для цього зазвичай задаються певним числом інтервалів (найбільш часто 7, 9, 11 інтервалів), виходячи з попереднього аналізу досліджуваних явищ. Необхідно врахувати, що вибору інтервалу групування при складанні варіаційних кривих повинна бути приділена особлива увага. У загальному випадку інтервал групування слід вибирати так, щоб головні особливості характеру розподілу були підкреслені, а випадкові коливання згладжені. Наприклад, при обробці результатів вимірів мікротвердості мінералів для діагностичних цілей статистичним способом повинна бути виявлена анізотропія твердості того виду, який в даному мінералі переважає і для нього характерний, інші, неголовні властивості мінералу згладжені: мікронеоднорідність, незначна анізотропія твердості, випадкова помилка при вимірюванні і т. д.

Відповідно до завдань дослідження мікротвердості вибирають інтервали групування виміряних значень. Слід врахувати , що при малій довжині інтервалу переважають випадкові явища, так як кожен інтервал містить лише невелике число спостережень, а при великій довжині інтервалу втрачаються основні риси характеру розподілу одновимірного ряду.

Уникнути можливих помилок при оцінці закономірностей можна, якщо користуватися варіаційною кривою, яка набагато менш чутлива до змін розміру інтервалу .

Ширину інтервалу групування h отримують шляхом ділення розмаху R на задане число інтервалів L. У нашому прикладі $h=R/L=29,6/33=4,23$ (округляємо до 5). Якщо поділ R / L не виконується без остачі, то результат

округлюють у більшу сторону. При цьому, якщо межі інтервалів збігаються з отриманими вимірами, то останні вносять в інтервал за збігом з нижньої його значення. Наприклад, при інтервалах 40-45, 45-50 і т.д. значення $H = 45$ кгс/мм² слід внести в інтервал 45-50. Ширина інтервалу не повинна бути менше ціни ділення вимірювального приладу. Для того, щоб уникнути збігу значень відліків з межами інтервалів, при групуванні окремих значень рекомендується відступити на половину інтервалу ($0,5 h$) вправо і на половину інтервалу вліво від верхнього і нижнього меж варіювання. Межі проміжних інтервалів виходять шляхом додавання до початку кожного інтервалу повної ширини інтервалу ($h = 5$). Виходячи з даних замірів, отримаємо для гіпсу ряд розподілу значень мікротвердості в частотах m_i і накопичених частотах p (табл.5). На підставі цих даних будують варіаційні криві. Порівняння їх показало, що форма кривої, побудованої на підставі даних p , менш залежить від інтервалу групування, ніж форма кривої по m_i .

Таблиця 5

Розподіл значень мікротвердості для гіпсу по інтервалах групування

№ Інтервалу	H, кгс/мм ²	Расподіл значень мікротвердості H, кгс/мм ²	Частоти	
			m_i	$p, \%$
1	40—45	41,2	1	3
2	45—50	46,0; 48,3	2	6
3	50—55	50,8; 53,2; 53,2; 50,8; 54,4; 54,4; 54,4	7	21,3
4	55-60	57,2; 59,4; 55,6; 59,9; 57,2; 58,0; 58,0; 58,0; 59,4; 58,0; 59,9; 57,2; 57,2; 59,9	14	42,5
5	60—65	61,4; 61,4; 62,9; 62,9; 63,3; 63,3	6	18,2
6	65—70	65,8; 68,3	2	6
7	70—75	70,8	1	3
Всього.....			33	100

У математичній статистиці побудова варіаційних кривих звичайно ґрунтується на масових даних. Однак зробити велику кількість замірів на одному мінералі часто буває дуже важко через крихкість і малу кількість зерен. Практика показала, що для досягнення задовільних результатів досить 25-35 замірів.

На точковій діаграмі (рис. 5) видно, що 33 заміри мікротвердості достатньо виявляють характер і тип варіаційної кривої (рис. 6).

Для прикладу наведемо також побудовану на підставі 30-35 замірів в полірованих брикетах, приготованих з дрібних подрібнених зерен, варіаційну криву для анізотропного за твердістю мінералу стрюверіт (рис.7).

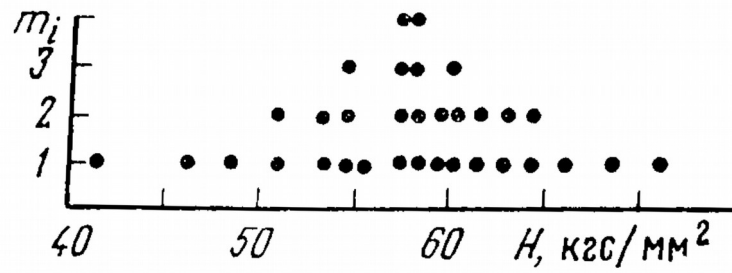


Рис.5 . Точкова діаграма, побудована для гіпсу за даними вимірів мікротвердості на площині спайності, що паралельна пінакоїду (010)

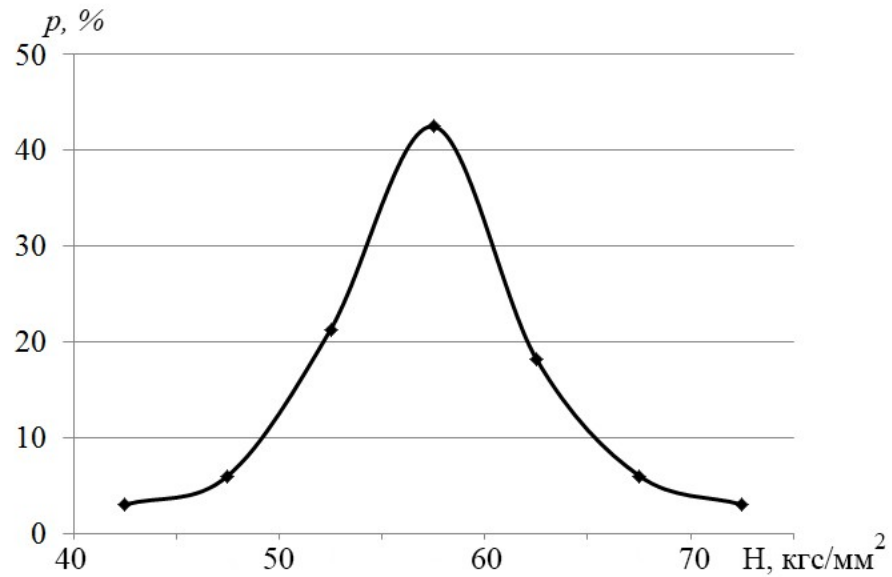


Рис.6. Варіаційна крива твердості гіпсу, p - частота зустрічальності

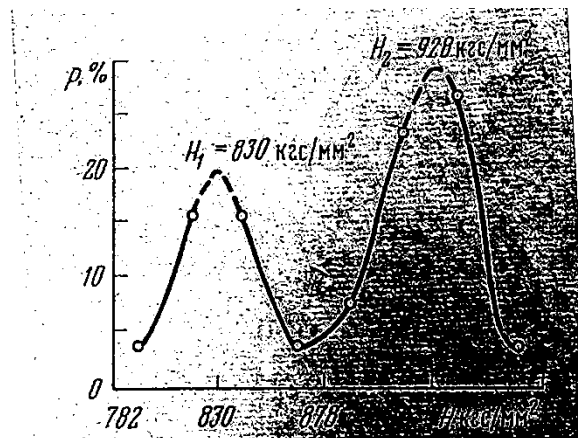


Рис.7. Варіаційна крива мікротвердості стрюверіту, яка відображає анізотропію твердості II роду

Два - максимуми означають два найбільш ймовірних і характерних значення твердості, що відображають анізотропію II роду.

2.2.5. Точність мікротвердості і джерела помилок

Розглянемо похибки, що пов'язані з вимірами. Точність мікротвердості на будь-якому приладі залежить від систематичних і випадкових помилок, більшість з яких можуть бути оцінені дослідником, що виробляють вимірювання. Виділяються головні з них.

Систематичні помилки пояснюються неточним огранюванням алмазної піраміди, відхиленням навантаження від номінальної та похибками вимірювання діагоналі відбитка (наявність мертвого ходу гвинта в гвинтових окуляр-мікрометрах, похибка у визначенні ціни поділки окуляр-мікрометра та ін.). Помилки, пов'язані з регулюванням і таруванням приладу, також є систематичними; проте їх можна вважати і випадковими, оскільки тарування проводить сам дослідник і не один раз для даного приладу, а по 2-3 рази на рік. Тут багато залежить від акуратності роботи дослідника і від умов, в яких встановлений прилад (наявність вібрацій та ін.).

Випадкові помилки залежать від методики роботи та специфіки властивостей досліджуваних об'єктів. До них належать помилки, пов'язані з 1) відтворюваністю результатів при вимірі одного і того ж відбитка (точність підведення перехрестя ниток окуляра до кутів діагоналі), 2) швидкістю опускання алмазної піраміди (якщо цей процес не автоматизований), 3) індивідуальними особливостями та досвідом дослідника, а також з умовами, в яких він працює; 4) наявністю певного часу витримки навантаженої алмазної піраміди на мінералі (часу статичного тиску). У подальшому разі на результати впливають як зовнішні причини (вібрації приміщення, де встановлений прилад, тощо), так і «внутрішні», властиві досліджуваного об'єкту, наприклад відмінність механічних властивостей у різних мінералів (характер деформації під дією піраміди, ступінь крихкості, ступінь досконалості форми відбитку, тощо).

2.2.6. Стандартизація умов вимірювання

Пропонуються наступні стандартні умови вимірювання мікротвердості мінералів:

1) навантаження підбирати відповідно до класу твердості і розмірам зерен мінералів, а в публікаціях вказувати її вагу;

2) стандартним вважати не вагу прикладеного навантаження, а розмір діагоналі відбитка, який повинен, по можливості, перебувати в межах 20-25 мкм (для крихких мінералів нижня межа може бути знижений до ~ 15 мкм);

3) кількість вимірювань на одному мінералі не строго регламентована: для ізотропних мінералів їх може бути від 5 до 10, а для анізотропних - залежно від коефіцієнта анізотропії K_n від 7 до 15 і більше;

4) час вдавнення і витримки навантаженої піраміди на зразку має бути по 15 с (відповідно до пропозицій Міжнародної комісії). Однак для тендітних мінералів час витримки може бути скорочено до 5 с.

3. Вправи до виконання лабораторної роботи.

Нижче наведені варіанти вправ, які пропонуються до виконання студентам під час опанування матеріалу лабораторної роботи № 1. «Типоморфні ознаки мінералів. Вивчення мікротвердості мінералів за методикою С.І.Лебедєвої» у відповідності до робочої програми з дисципліни.

Вправа 1

Дано: Поліровані шліфи сфалериту з різним вмістом заліза.

Необхідно: Дослідити залежність значень мікротвердості сфалериту від вмісту у його хімічному складі заліза.

Вміст заліза у запропонованих пробах сфалериту (мас. %).

№ проби	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Вміст Fe	0,4	2,6	4,1	4,6	7,3	8,5	9,6	11,4	12,7	15,1

Прядок виконання роботи:

- 1) Визначити для кожної проби значення мікротвердості сфалериту;
- 2) Побудувати діаграму, що відображає взаємозв'язок між хімічним складом сфалериту (вміст заліза) і значеннями мікротвердості мінералу;
- 4) Зробити відповідний загальний висновок про можливість (неможливість) встановлення закономірностей взаємозв'язку між хімічним складом та мікротвердістю сфалериту.
- 5) Дати відповіді на запропоновані контрольні питання.

Контрольні питання

- 1) Дайте визначення поняттю “Мікротвердість”.
- 2) Як впливає хімічний зв'язок на фізичні властивості мінералів?
- 3) Що таке анізотропія твердості мінералів?

Вправа 2

Дано: Зразки (поліровані шліфи) різних геолого-промислових (генетичних) типів руд Ковдорського комплексного родовища (Російська федерація).

Необхідно: дослідити варіативність значень мікротвердості апатиту Ковдорського комплексного родовища, як важливої типоморфної ознаки мінералу, з урахуванням різноманітності в рудах його морфологічних і конституційних особливостей (ознайомитись з відповідними роботами [5, 6, 7]).

Порядок виконання роботи:

- 1) Визначити значення мікротвердості апатиту у зразках різних геолого-промислових типів руд родовища.
- 2) Побудувати відповідну діаграму, яка б відображала мінливість значень мікротвердості апатиту в рудах Ковдорського родовища;
- 4) Зробити загальний висновок про залежність (незалежність) значень мікротвердості апатиту від мінерального складу руд (процесів мінералогенезу).
- 5) Дати відповіді на запропоновані контрольні питання.

Контрольні питання

- 1) Які кристалохімічні фактори визначають твердість мінералів?
- 2) В яких одиницях вимірюється мікротвердість мінералів?
- 3) Що таке типоморфізм мінералів?

Вправа 3

Дано: Поліровані шліфи взірців комплексних руд Ковдорського родовища.

Необхідно: Розкрити анатомічні особливості індивідів магнетиту і апатиту, як основних рудних мінералів Ковдорського комплексного родовища. В якості прикладу ознайомитись з відповідними роботами [1, 8].

Порядок виконання роботи

- 1) Виконати заміри значень мікротвердості в різних ділянках обраних індивідів магнетиту і апатиту;
- 2) За отриманими даними представити схеми мінливості значень мікротвердості в межах обраних мінеральних індивідів у вигляді побудови відповідних ізоліній;
- 3) Охарактеризувати отримані схеми, як відображення анатомічної будови індивідів (зональна, блокова будова, генетичне обґрунтування);
- 4) Зробити загальний висновок про залежність (незалежність) варіативності значень мікротвердості мінералів в межах окремого індивіду від його анатомічної будови;
- 5) Дати відповіді на запропоновані контрольні питання.

Контрольні питання

- 1) Як проводиться перевірка приладу ПМТ-3 за контрольним зразком?
- 2) Які фактори впливають на значення мікротвердості мінералів?
- 3) Яким чином значення розміру відбитка алмазної пірамідки перераховуються в значення мікротвердості мінералу?

Вправа 4

Дано: мономінеральні поліровані шліфи антимоніту, галеніту, молібденіту, арсенопіриту, магнетиту, хроміту.

Необхідно: Діагностувати мінерали за даними визначення мікротвердості.

Порядок виконання роботи

- 1) Визначити значення мікротвердості мінералів;
- 2) За допомогою відповідних літературних першоджерел [3] діагностувати мінерали;
- 3) Дати відповіді на запропоновані контрольні питання.

Контрольні питання

- 1) Які повинні бути мінімальні розміри індивідів мінералів для надійного визначення мікротвердості?;
- 2) Охарактеризувати методику проведення контрольного заміру мікротвердості на приладі ПМТ-3;
- 3) Яку оптимальну кількість вимірювань слід використовувати для отримання найбільш достовірного значення мікротвердості мінералу?

Вправа 5

Дано: Взірці (поліровані шліфи) магнетитих руд, різних за генезисом.

Необхідно: Визначити генезис магнетиту за даними дослідження мікротвердості його індивідів.

Порядок виконання роботи

- 1) Визначити значення мікротвердості магнетиту в наданих взірцях:
- 2) За даними, наведеними в таблиці, діагностувати ймовірний генезис магнетиту:

Генезис	Магматичний	Метаморфічний	Контактово-метасоматичний	Гідротермальний
Значення (кгс/мм ²)	460-642	310-550	364-520	495-585

3) Зробити загальний висновок про можливість (неможливість) визначення ймовірного генезису магнетиту за даними дослідження його мікротвердості.

- 4) Дати відповіді на запропоновані контрольні питання.

Контрольні питання

- 1) В чому полягає математична обробка результатів вимірювання мікротвердості мінералів?
- 2) Від чого залежить міцність кристалічної структури мінералів?
- 3) Охарактеризувати типи тріщин і руйнувань, що утворюються на поверхні мінералу навколо відбитка від алмазної пірамідки.

Перелік використаної літератури

1. Диагностика и диагностические свойства минералов. Под ред В.Г.Фекличева. // М.: «Наука», 1981.- 248 с.
2. Матковський О.І., Пирогов Б.І. Прикладна мінералогія: Навч. Посібник // Львів: ВЦ ЛНУ ім. Івана Франка, 2002.- 285 с.
3. Минералогические таблицы. Под ред Е.И.Семёнова. // М.: «Недра», 1981.- 398 с.
4. Лебедева С.И. Микротвёрдость минералов // М.: «Недра», 1977.- 118с.
5. Пирогов Б.И., Трунин А.Н. Морфоструктурные особенности апатита Ковдорского месторождения // Геолого-мінералогічний вісник Криворізького технічного університету.- 2000.- № 1 – 2 (3 – 4).- С. 153-167.
6. Пирогов Б.И., Трунин А.Н., Холошин И.В. ИК-спектры апатита Ковдорского месторождения // Геолого-мінералогічний вісник Криворізького технічного університету.- 2001.- № 1 (5).- С. 78-87.
7. Пирогов Б.И., Трунин А.Н., Холошин И.В. Некоторые черты кристаллохимии апатита Ковдорского комплексного месторождения // Геолого-мінералогічний вісник Криворізького національного університету.- 2016.- № 2 (36).- С. 13-19.
8. Технологическая минералогия железных руд / Пирогов Б.И., Поротов Г.С., Холошин И.В., Тарасенко В.Н. // Л.: «Наука», 1988.- 304 с.

ЗМІСТ

Стор.

Вступ.	3
1. Теоретичні положення до виконання лабораторної роботи.....	4
1.1. Сучасні уявлення про природу мікротвердості мінералів	4
1.2. Анізотропія твердості	5
2. Визначення мікротвердості мінералів	10
2.1. Прилади	10
2.2. Методика визначення мікротвердості мінералів	11
2.2.1. Відбір матеріалу і підготовка його для дослідження. Монтування шліфів і кристалів	11
2.2.2. Робота на приладі	12
2.2.3. Спостереження характеру відбитка	20
2.2.4. Математична обробка результатів вимірювання	21
2.2.5. Точність мікротвердості і джерела помилок	26
2.2.6. Стандартизація умов вимірювання	26
3. Вправи до виконання практичної роботи	28
Перелік використаної літератури	33

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи № 1 «Типоморфні ознаки мінералів. Вивчення мікротвердості мінералів за методикою С.І.Лебедевої» з дисципліни «Прикладна мінералогія» для здобувачів вищої освіти першого (бакалаврського) рівня спеціальності 103 «Науки про Землю».

УКЛАДАЧІ:

Трунін Олександр Миколайович

Прилепа Дмитро Миколайович

РЕЄСТРАЦ. № _____

Підписано до друку _____ 2020 р.

Формат А4

Обсяг 35 стор.

Тираж ____ прим.

Видавничий центр ДВНЗ «КНУ»,

вул. Віталія Матусевича, 11, м. Кривий Ріг