

A. CECCHINI, M. FRANZINI, M. TROYSI (*)

LA MICRODUREZZA DELLA CASSITERITE

Riassunto — Vengono riportati i valori di microdurezza Vickers e Knoop misurata su 8 campioni di cassiterite provenienti da località diverse.

I risultati ottenuti mettono in evidenza, per questo minerale, che la microdurezza è indipendente dall'orientazione secondo cui viene effettuata la misura e dalla composizione chimica dei campioni studiati.

È possibile quindi fornire per la cassiterite un valore medio per tutte le forme esaminate e proporre questo minerale come standard di riferimento per la microdurezza alla penetrazione.

Abstract — *Cassiterite microhardness*. The cassiterite Vickers and Knoop microhardness extrapolated values, measured on 8 samples at seven different weights in the range 15-500 grams, are reported.

The data suggest that cassiterite microhardness is essentially independent from orientation as well as from chemical composition of the samples. It is then possible to recommend cassiterite as a reference term in a microhardness indentation scale.

Key words — Cassiterite, Vickers microhardness, Knoop microhardness.

1. PREMessa

Lo studio sulla microdurezza alla penetrazione della cassiterite si inquadra nell'ambito delle ricerche volte a definire una serie di minerali come termini di riferimento per questa proprietà.

Le misure di microdurezza Vickers e Knoop sono state effettuate su 8 campioni di cassiterite provenienti da regioni diverse, scelti tra i minerali della collezione del Museo di Mineralogia e Petrografia dell'Università di Pisa.

Le caratteristiche di ogni campione sono descritte in tab. 1.

(*) Dipartimento di Scienze della Terra. Università degli Studi di Pisa.

TAB. 1 - *Caratteristiche dei campioni di cassiterite esaminati.*

Campione	N. Collezione	Provenienza	Caratteristiche macroscopiche
1	1420	RWANDA	Cristallo di colore nero, ad abito bipiramidale. Diametro massimo di circa 1.5 cm. Forma studiata: {111}.
2		TRAS OS MONTES (PORTOGALLO)	Cristallo di colore nero, ad abito bipiramidale. Diametro massimo di circa 3.5 cm. Forma studiata: {111}.
3	911	SCHLACKENWALD (BOEMIA)	Cristallo di colore nero, ad abito bipiramidale. Diametro massimo di circa 1.5 cm. Forme studiate: {111}, {100}.
4		RWANDA	Cristallo di colore nero, ad abito bipiramidale. Diametro massimo di circa 2 cm. Forma studiata: {111}.
5	108	AUSTRALIA	Cristallo di colore nero, ad abito prismatico. Diametro massimo di circa 1.5 cm. Forma studiata: {100}.
6	77	BOLIVIA	Cristallo di colore nero, ad abito bipiramidale. Diametro massimo di circa 2 cm. Forma studiata: {111}.
7	85	CUMBERLAND (INGHILTERRA)	Cristallo di colore nero, ad abito prismatico. Diametro massimo di circa 5 cm. Forma studiata {110}.
8	14	MINAS FERAU (BRASILE)	Cristallo di colore nero, ad abito bipiramidale. Diametro massimo di circa 2 cm. Forma studiata: {101}.

2. DATI SPERIMENTALI

2.1. Misure di microdurezza

Le impronte sono state effettuate sulle facce delle piramidi {101} e {111} o su quelle dei prismi {100} e {110}, secondo le orientazioni riportate in tab. 2.

TAB. 2 - Orientazione delle impronte.

Forma	Orientazione		
	a	b	c
{100}	[001]	45° da [001]	[010]
{110}	[001]	45° da [001]	$\bar{1}$ 10]
{101}	[10 $\bar{1}$]	45° da [10 $\bar{1}$]	[100]
{111}	$\bar{1}$ 11]	45° da [$\bar{1}$ 11]	$\bar{1}$ 10]

In questa tabella l'orientazione è espressa mediante la direzione della diagonale dell'impronta (per Knoop ci si riferisce alla diagonale maggiore) rispetto ad una direzione cristallografica prescelta. Ovviamente per le impronte Vickers, che sono quadrate, sono state prese in considerazione solo due orientazioni (cioè le orientazioni a e b; vedi tab. 2).

2.2. Elaborazione dei dati raccolti

Ogni dato di microdurezza Vickers e Knoop riportato nelle tabelle 3 e 4 rappresenta la media di almeno quattro misure, eseguite su impronte molto nitide, ottenute utilizzando un certo peso.

I carichi impiegati sono di 15, 25, 50, 100, 200, 300 e 500 g; quindi, tenendo conto delle varie orientazioni e dei due diversi tipi di microdurezza, per ogni forma considerata sono state esaminate complessivamente 140 impronte.

In tabella 3 sono riportati sia il valore medio (d) della lunghezza della diagonale dell'impronta Vickers (espressa in μm) per le due orientazioni a e b sia il valore di microdurezza HV che ne deriva; in tabella 4 sono riportati il valore medio (d) della lunghezza della diagonale dell'impronta Knoop per le tre diverse orientazioni a, b e c ed il corrispondente valore di microdurezza HK.

Nelle tabelle 5 e 6 sono elencati i valori di microdurezza estrapolata HV_1 - HV_2 e HK_1 - HK_2 , il valore del ritiro elastico σ , il peso di cambio pendenza p_1 , la deviazione standard R_1 e l'errore statistico ϵ , ottenuti applicando ai dati sperimentali il modello proposto da FRANZINI *et al.* (1981).

TAB. 3 - *Microdurezza Vickers per carichi compresi tra 15 e 500 g.*

Campione	Forma	Orien/ne	15	25	50	100	200	300	500
1	{111}	a d	4.0	5.5	8.0	12.0	17.0	21.4	28.3
		HV	1739	1533	1449	1288	1283	1210	1110
		b d	4.2	5.5	8.3	11.7	17.0	21.4	28.7
		HV	1577	1478	1346	1355	1283	1214	1126
2	{111}	a d	4.7	6.3	9.0	12.7	18.8	24.3	31.7
		HV	1259	1168	1145	1150	1049	942	923
		b d	4.6	6.2	9.0	12.9	18.7	24.0	31.6
		HV	1315	1206	1145	1114	1061	966	929
3	{100}	a d	4.4	6.0	8.5	12.2	17.6	23.0	29.9
		HV	1437	1288	1283	1246	1197	1052	1037
		b d	4.4	6.0	8.4	12.3	17.7	23.2	30.0
		HV	1437	1288	1314	1226	1184	1033	1030
	{111}	a d	4.3	5.8	8.5	12.2	18.0	22.6	29.6
		HV	1504	1378	1283	1246	1145	1089	1058
		b d	4.3	5.7	8.4	12.2	18.2	22.5	29.6
		HV	1504	1427	1314	1246	1120	1099	1058
4	{111}	a d	4.3	5.6	8.2	12.5	17.8	22.1	31.5
		HV	1504	1478	1379	1187	1171	1139	934
		b d	4.2	5.6	8.1	12.2	17.7	22.2	31.6
		HV	1577	1478	1413	1246	1184	1129	929
5	{100}	a d	3.9	5.6	7.9	11.5	18.7	23.5	31.0
		HV	1829	1478	1485	1187	1060	1007	965
		b d	4.1	5.9	8.0	11.7	17.5	21.5	29.5
		HV	1655	1332	1449	1355	1212	1203	1065
6	{111}	a d	4.8	6.2	9.0	12.7	18.1	23.7	31.0
		HV	1207	1206	1145	1150	1132	990	965
		b d	4.8	6.1	9.0	12.8	18.1	23.0	30.0
		HV	1207	1246	1145	1132	1132	1052	1030
7	{110}	a d	4.1	5.5	8.6	12.4	17.8	22.0	29.2
		HV	1655	1532	1254	1206	1171	1149	1087
		b d	4.3	6.0	8.5	12.7	18.1	22.6	30.2
		HV	1504	1287	1283	1150	1132	1089	1017
8	{101}	a d	4.6	6.0	8.6	12.3	17.6	22.4	29.9
		HV	1315	1288	1254	1226	1197	1109	1037
		b d	4.6	6.2	8.9	12.7	18.1	22.9	30.7
		HV	1315	1206	1171	1150	1132	1061	984

TAB. 4 - *Microdurezza Knoop per carichi compresi tra 15 e 500 g.*

Campione	Forma	Orient.	15	25	50	100	200	300	500
1	{111}	a d	9.5	12.8	20.9	30.9	47.5	58.7	81.1
		HK	2346	2154	1616	1479	1251	1229	1073
		b d	9.4	12.8	20.8	31.8	48.1	58.9	79.5
		HK	2396	2154	1631	1396	1220	1221	1117
		c d	9.5	12.7	20.8	32.4	48.6	60.5	81.5
		HK	2346	2188	1631	1345	1195	1157	1062
2	{111}	a d	12.5	16.5	25.5	37.9	55.0	70.0	92.1
		HK	1355	1296	1085	983	933	864	832
		b d	12.0	16.0	25.5	36.9	54.6	67.6	90.1
		HK	1470	1379	1085	1037	947	927	869
		c d	11.5	16.2	24.1	35.5	51.1	66.0	88.3
		HK	1601	1345	1215	1120	1081	972	905
3	{100}	a d	10.1	15.4	23.7	37.6	57.4	71.8	93.5
		HK	2076	1488	1257	998	857	821	807
		b d	9.8	14.3	21.3	31.9	47.9	60.9	80.4
		HK	2205	1726	1556	1387	1230	1142	1092
		c d	10.2	14.5	23.0	34.4	53.5	66.4	87.8
		HK	2035	1678	1334	1193	986	961	916
4	{111}	a d	9.1	12.8	21.5	31.9	47.9	61.9	81.1
		HK	2557	2154	1527	1387	1230	1105	1073
		b d	9.6	12.9	21.0	32.4	48.8	62.2	80.4
		HK	2298	2121	1600	1345	1186	1095	1092
		c d	9.6	12.7	21.5	33.2	47.6	61.0	81.0
		HK	2297	2188	1527	1281	1246	1138	1076
5	{100}	a d	10.6	15.1	22.9	37.6	55.1	67.7	90.1
		HK	1884	1548	1346	998	930	924	869
		b d	10.4	14.8	22.1	31.7	45.3	58.9	82.0
		HK	1958	1611	1445	1405	1376	1221	1050
		c d	10.4	14.9	21.5	33.9	50.7	62.8	83.9
		HK	1958	1589	1527	1228	1098	1074	1003
6	{111}	a d	9.7	13.7	22.6	35.0	52.6	64.5	87.0
		HK	2250	1880	1382	1152	1020	1018	932
		b d	9.0	13.2	20.7	33.1	48.8	62.5	81.8
		HK	2614	2025	1647	1288	1185	1084	1055
		c d	10.7	15.0	24.0	39.6	59.7	74.1	98.4
		HK	1849	1568	1225	900	792	771	729
7	{110}	a d	9.3	13.3	20.2	31.9	47.0	58.8	78.8
		HK	2448	1995	1730	1387	1278	1225	1137
		b d	9.4	12.5	21.4	31.2	47.0	59.0	78.5
		HK	2396	2259	1541	1450	1278	1216	1145
		c d	9.6	12.7	21.7	32.1	48.7	60.4	82.0
		HK	2297	2188	1500	1370	1198	1161	1050
8	{101}	a d	7.3	10.9	16.6	28.9	38.6	55.9	78.5
		HK	3973	2970	2561	1690	1895	1355	1145
		b d	10.7	14.3	22.2	33.6	49.5	61.7	79.9
		HK	1849	1726	1432	1250	1152	1112	1106
		c d	11.3	15.7	23.7	35.9	53.3	66.6	90.4
		HK	1658	1432	1256	1095	994	955	864
9	{101}	a d	10.5	14.6	20.9	31.9	46.2	58.4	79.3
		HK	1920	1655	1616	1387	1323	1242	1122
		b d	10.5	14.4	20.9	31.8	46.2	58.2	78.7
		HK	1920	1702	1616	1396	1323	1250	1139
		c d	10.5	14.6	22.6	33.2	49.5	63.2	83.6
		HK	1920	1655	1382	1281	1152	1060	1010

TAB. 5 - Valori di microdurezza Vickers estrapolata HV_1 e HV_2 , di ritiro elastico σ , di peso di cambio pendenza p_1 , di deviazione standard R_1 e di errore statistico ϵ calcolati con il modello proposto da FRANZINI et al. (1981).

Campione	Forma	HV_1	HV_2	σ	p_1	R_1	ϵ
1	{111}	1182	970	0.69	245	0.02	0.12
2	{111}	1058	840	0.43	154	0.13	0.09
3	{100}	1157	929	0.39	167	0.20	0.08
	{111}	1116	988	0.71	107	0.01	0.08
4	{111}	1058	706	1.02	289	0.10	0.07
5	{100}	1106	915	0.93	134	0.17	0.56
6	{111}	1073	913	0.32	197	0.12	0.24
7	{110}	1027	839	0.94	402	0.06	0.30
8	{101}	1117	906	0.40	216	0.02	0.24

TAB. 6 - Valori di microdurezza Knoop estrapolata HK_1 e HK_2 , di ritiro elastico σ , di peso di cambio pendenza p_1 , di deviazione standard R_1 e di errore statistico ϵ calcolati con il modello proposto da FRANZINI et al. (1981).

Campione	Forma	HK_1	HK_2	σ	p_1	R_1	ϵ
1	{111}	1042	935	5.17	152	0.47	0.55
2	{111}	854	763	3.86	202	0.11	1.20
3	{100}	931	812	4.84	73	0.17	3.18
	{111}	969	918	5.72	178	0.39	0.39
4	{111}	1002	844	4.02	158	0.33	2.67
5	{100}	1003	791	4.75	39	0.18	3.88
6	{111}	1037	956	5.14	171	0.30	0.80
7	{110}	1107	921	4.19	93	0.92	4.24
8	{101}	1099	929	3.49	225	0.17	1.42

3. DISCUSSIONE DEI DATI

Per quanto concerne la microdurezza Vickers la tabella 3 mette in evidenza, oltre alla normale diminuzione del valore di durezza con l'aumentare del carico, anche una certa variabilità di valori, particolarmente significativa nelle misure a 15 g, fra campioni differenti. I valori misurati a carichi maggiori sono più uniformi, come conseguenza del fatto che gli effetti dovuti al ritiro elastico e/o alla

presenza di difetti di superficie del campione hanno un peso inferiore nelle impronte grandi, corrispondenti ai carichi più elevati.

Ai dati della tabella 3 sono stati applicati i modelli a due ed a quattro variabili proposti rispettivamente da FRANZINI e TROYSI (1978) e da FRANZINI et al. (1981). Il modello a due variabili non è in grado di interpretare i dati misurati, mentre questi sono perfettamente inquadrabili nel modello a quattro variabili ($R_1 < 0.3 \mu\text{m}$ per tutti i campioni).

La tabella 5 mostra che esistono differenze superiori a 200 unità fra HV_1 e HV_2 e che i valori di σ variano da 0.32 a 1.02.

Comunque i valori di HV_1 e di HV_2 appaiono poco variabili da un campione all'altro; solo il valore di HV_2 del campione 4 si discosta parecchio dai valori corrispondenti degli altri campioni.

Le stesse osservazioni valgono per i dati Knoop (tabelle n. 4 e n. 6), per i quali tali caratteristiche appaiono ancora più evidenti.

Di conseguenza sono stati calcolati i valori medi delle microdurezze Vickers e Knoop estrapolate per ognuna delle forme esaminate; tali valori sono riportati in tabella 7. Da tale tabella si può notare che, per la forma {111}, presente in 5 campioni, e per la forma {100}, presente in 2 campioni, le deviazioni standards sulla media risultano basse sia per la microdurezza Vickers che per quella Knoop. Ovviamente per le forme {110} e {101} non sono riportati i valori medi, in quanto tali forme sono presenti rispettivamente solo nel campione 7 e nel campione 8.

Tab. 7 - Valori medi di microdurezza Vickers e Knoop relativi alle singole forme esaminate.

Campione	Forma	HV_1	HV_2	HK_1	HK_2
1, 2, 3, 4, 6	{111}	1097 ± 52.9	883 ± 114.7	981 ± 76.7	883 ± 79.3
3, 5	{100}	1132 ± 36.7	922 ± 9.9	967 ± 50.9	802 ± 14.1
7	{110}	1027	839	1107	921
8	{101}	1117	906	1099	929
		1099 ± 50.2	890 ± 85.1	1005 ± 80.0	874 ± 72.1

Infine è opportuno sottolineare che la deviazione standard risulta sempre assai bassa, anche se vengono calcolate le medie tra tutti i valori ottenuti su tutte le quattro forme. Pertanto è possibile fornire, per la cassiterite, valori estrapolati di microdurezza alla penetra-

zione HV_1 , HV_2 , HK_1 e HK_2 indipendenti dalla forma (tab. 7).

Inoltre è importante evidenziare che la cassiterite presenta valori misurati di microdurezza abbastanza omogenei per un carico di misura di 100 g. I valori medi sono rispettivamente:

$$HV_{100} = 1214 \pm 70.4$$

$$HK_{100} = 1268 \pm 183.5$$

Si può concludere che la cassiterite può essere utilizzata come standard nella serie di minerali proposta come serie di riferimento per la microdurezza alla penetrazione.

RINGRAZIAMENTI

Gli autori ringraziano la Sig.ra Maria Cavallaro per aver eseguito le misure di microdurezza.

BIBLIOGRAFIA

- FRANZINI M., TROYSI M. (1978) - Macrohardness derivation from microhardness measurements. *Acc. Naz. Lincei, Rend. Cl. Sc. M.F.N.*, ser. VIII, **65**, 185-189.
- FRANZINI M., TROYSI M., CECCHINI A. (1981) - La variazione della microdurezza alla penetrazione in funzione del carico di misura. *Acc. Naz. Lincei, Rend. Cl. Sc. M.F.N.*, ser. VIII, **70**, 271-278.

(ms. pres. il 25 giugno 1990; ult. bozze il 28 dicembre 1990)