

J. CZOCHRALSKI i S. BRUNNE

## Anizotropja twardości pojedynczych kryształów cynku

*Anisotropie de la dureté des cristaux uniques du zinc*

TREŚĆ: I. Wstęp. Rola anizotropji w praktyce. Zarys badań nad anizotropją cynku.  
II. Otrzymywanie pojedynczych kryształów cynku.  
III. Badanie anizotropji twardości *Shore'a* w odniesieniu do osi sześciokrotnej kryształów cynku.  
IV. Pomiar twardości *Brinell'a* na powierzchni monokrystalicznej kuli cynkowej. Radjowektor twardości pojedynczych kryształów cynku.

### I. Wstęp.

Anizotropja mechanicznych własności kryształów metali, jak to już podkreślili w r. 1913 *Moellendorff* i *Czochralski*<sup>1)</sup>, posiada pierwszorzędne znaczenie praktyczne; wywiera ona decydujący wpływ na wiele własności polikrystalicznych tworzyw użytkowych i odgrywa doniosłą rolę w większości procesów technologicznych, zwłaszcza zaś w obróbce plastycznej<sup>2)</sup>.

Najlichniesze prace poświęcono badaniom zjawisk zachodzących przy sprężystym lub ponadsprężystym rozciąganiu i skręcaniu monokrystalicznych próbek metali, a stosunkowo najmniej badaczy zajmuje się pomiarami twardości. Dla cynku zostały określone następujące ważniejsze własności fizyczne w zależności od orientacji krystalograficznej: moduł sprężystości<sup>3)</sup> <sup>8)</sup>, przewodność elektryczna<sup>4)</sup> <sup>8)</sup> <sup>10)</sup>, prze-

wodność cieplna<sup>4)</sup>, rozszerzalność linjowa<sup>5)</sup> <sup>8)</sup>, zdolność termoelektryczna<sup>6)</sup> <sup>9)</sup>, wytrzymałość na rozciąganie<sup>7)</sup>, wydłużenie<sup>7)</sup>, potencjał elektrolityczny<sup>10)</sup>. Twardość pojedynczych kryształów cynku nie została dotychczas, o ile nam wiadomo, wyczerpująco zbadana.

### II. Otrzymywanie pojedynczych kryształów cynku.

Celem uzyskania materiału monokrystalicznego w ilości odpowiedniej do wykonania pomiarów twardości, zastosowano metodę *Bridgman'a*, polegającą na opuszczaniu w piecu naczynia ze stopionym metalem<sup>11)</sup>. Do tego celu służyły grubościennne rury ze szkła „Pyrex” zakończone u dołu zatopioną rurką włoskowatą. Naczynia te napełniano cynkiem elektrolitycznym firmy Giesche, który przemywano uprzednio stężonym kwasem azotowym i wodą. Po napełnieniu metalem i rozrzedzeniu powietrza zapomocą rotacyjnej pompy olejowej (ciśnienie 2 mm Hg), zatapiano górny otwór naczynia. Rurkę zawieszano pionowo w piecu elektrycznym o temperaturze 500 do 550°, a po stopieniu cynku kilkakrotnie ją przechylano i wstrząsano, aby zapewnić całkowite zapełnienie kapilary. Następnie

<sup>1)</sup> W. Moellendorff u. J. Czochralski, Z. Ver. d. Ing., 57, 931, 1014 (1913).

<sup>2)</sup> J. Czochralski, Z. Metallkunde, 15, 7 (1923); Moderne Metallkunde, 206, Berlin (1924); E. Schmid u. W. Boas, Kristallplastizität, Berlin (1935).

<sup>3)</sup> E. Grüneisen u. E. Goens, Z. Phys., 26, 235 (1924); E. Schmid, Z. Elektrochem., 37, 447 (1931).

<sup>4)</sup> E. Grüneisen u. E. Goens, Z. Phys., 26, 250 (1924).

<sup>5)</sup> E. Grüneisen u. E. Goens, Z. Phys., 29, 141 (1924).

<sup>6)</sup> E. Grüneisen u. E. Goens, Z. Phys., 37, 278 (1926).

<sup>7)</sup> H. Mark, M. Polanyi u. E. Schmid, Z. Phys., 12, 58, 78, 111, (1922).

<sup>8)</sup> P. W. Bridgman, Proc. Am. Acad. Arts Sci., 60, 305 (1925).

<sup>9)</sup> E. G. Linder, Phys. Rev., (II), 29, 554 (1927); A. G. Hoyem, Phys. Rev., (II) 38, 1357 (1931).

<sup>10)</sup> K. H. Kreuchen, Z. phys. Chem., A, 155, 161 (1931).

<sup>11)</sup> Porówn.: M. Śmiałowski, Wiad. Inst. Met., 3, 184 (1936).



obniżano temperaturę w piecu do 450 — 500° i rozpoczynano opuszczanie naczynia zapomocą mechanizmu zegarowego z szybkością około 25 mm/godz. W ten sposób otrzymano kilka próbek cylindrycznych i kulistych o średnicy do 32 mm. Fotografje 1 do 4 (Pl. XXX), przedstawiają szereg otrzymanych próbek; mogą one w pewnej mierze służyć jako ilustracja poszczególnych etapów opanowywania metodyki.

### III. Pomiary twardości Shore'a.

Próbki do badania twardości metodą Shore'a wykonano z kryształów cylindrycznych przez bardzo ostrożne wycinanie zapomocą piłek jubilerskich, oraz ręczne szlifowanie i polerowanie na papierach, a następnie na poduszce zwilżonej zawiesiną tlenku glinowego. Próbki wycinano pod rozmaitemi kątami do osi walca.

Pomiary przeprowadzono zapomocą aparatu Shore'a z młoteczką magnetyczną o ciężarze 0,508 g, spadającym z wysokości 230 mm (130 podziałek). Młoteczek posiadał w dolnej swej części kształt ściętego stożka i uderzał w próbkę podstawą o średnicy 1 mm. Na każdej powierzchni wykonywano po 6 oznaczeń, z których obliczano wynik średni.

Próbki poddawano następnie łupaniu przy pomocy noża i młotka wzdłuż płaszczyzny (0001), która jest płaszczyzną doskonałej łupliwości kryształów cynku, starannie polerowano badaną powierzchnię, wycinano małą próbkę, dającą się umieścić na stoliku gonjometru i oznaczano kąt pomiędzy ścianą, na której zmierzono twardość, a ścianą podstawową (0001).

Pomiary kątów wykonano w Zakładzie Mineralogicznym Politechniki Warszawskiej, posługując się gonjometrem jednokołowym o dokładności 1'. Ze względu na niezupełną płaskość powierzchni, błędy pomiarowe mogły wynosić 1° lub nawet więcej, co jednak w danym przypadku nie odgrywało poważniejszej roli.

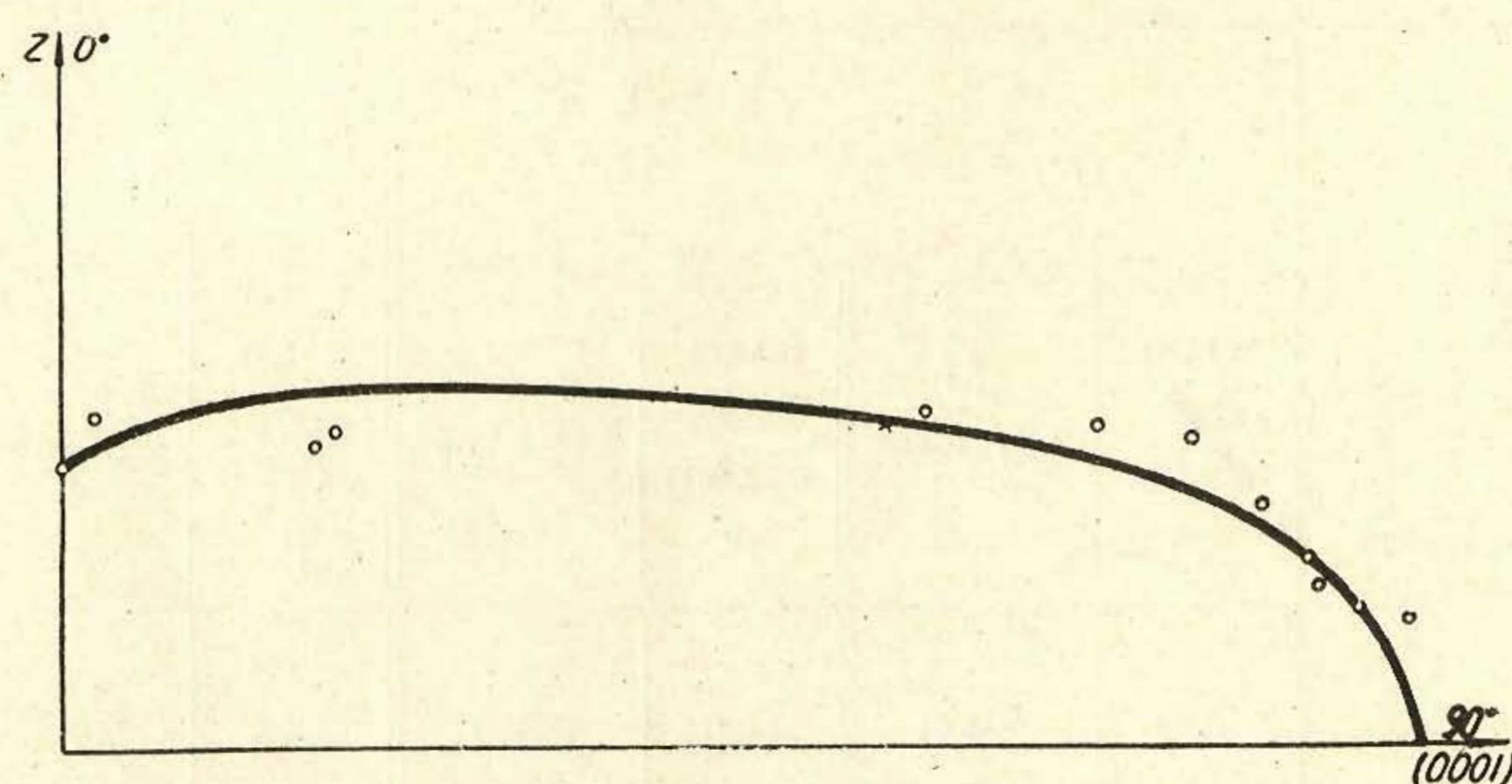
W ten sposób otrzymano dane dla ustalenia zależności twardości Shore'a od kąta zawartego między badaną powierzchnią a ścianą (0001), t. j. od kąta między kierunkiem badania twardości a osią heksagonalną kryształów cynku. Średnie wyniki tych pomiarów, sprowadzone do jednej ćwiartki, podane są na tablicy I i na rys. 1. Znaczny rozsiew punktów na rys. 1, można tłumaczyć zarówno błędami doświadczeń (zwłaszcza niedającymi się uniknąć odkształce-

niami próbek przy ich wycinaniu, polerowaniu, łupaniu itd.), jak i tem, że wyniki uzależniono tylko od kierunku względem osi sześciokrotnej, nie biorąc pod uwagę możliwej anizotropji względem osi drugorzędnych.

T A B L I C A I.

Zależność twardości Shore'a od kąta  $\varphi$  względem osi heksagonalnej kryształów cynku.

Nr. próbki	Wysokość odrzutu młoteczka w jednostkach dowolnych, średnio	Kąt $\varphi$ między torem młoteczka a osią heksagonalną
1	5,5	0°
2	6,5	5° 43'
3	14,5	37° 45'
4	7,6	40° 27'
5	8,0	40° 9'
6	15,8	67° 30'
7	16,1	68° 6'
8	17,6	68° 31'
9	16,8	69° 10'
10	21,5	69° 20'
11	20,7	73°
12	22,3	75° 7'
13	23,3	79° 5'
14	24,0	81° 43'
15	24,1	82° 44'
16	24,8	84° 16'
17	25,8	84° 44'
Materiał polikrystaliczny	31,0	—



Rys. 1. Zależność twardości Shore'a od kąta między kierunkiem badania a osią heksagonalną (z) kryształów cynku. Biegunowy układ współrzędnych.

Otrzymana krzywa twardości Shore'a (rys. 1.) przypomina swym charakterem krzywą anizotropji modułu sprężystości kryształów cyn-



ku, ustaloną przez Schmid'a<sup>12)</sup>; jest to zrozumiałe, gdyż twardość Shore'a wiąże się w znacznej mierze z własnościami sprężystymi materiału. Procentowy stosunek różnicy maksymalnej i minimalnej twardości Shore'a do wartości w kierunku prostopadłym do osi heksagonalnej wyraża się liczbą 79%, podczas gdy odpowiedni stosunek modułów sprężystości według Schmid'a wynosi 72%.

#### IV. Anizotropja twardości Brinell'a.

Pomiary twardości Brinell'a przeprowadzono na powierzchni kuli monokrystalicznej o średnicy 30 mm, wykonanej przez ręczne szlifowanie i polerowanie próbki przedstawionej na fot. 4 (Pl. XXX). Po wytrawieniu stężonym kwasem azotowym i solnym otrzymano na kuli wyraźny obraz symetrii układu heksagonalnego (Fot. 5, Pl. XXX). Późniejsze badania<sup>13)</sup> wykazały, że wąskie smugi, które łączą wierzchołki sześciokątów dwuścianu podstawowego, odpowiadają ścianom słupa heksagonalnego pierwszego {1010}. Na podstawie tego obrazu wyznaczono na kuli szereg równoleżników (co 30°) i południków (co 15°) (Fot. 5 Pl. XXX); w punktach przecięcia się ich wykonano odciski zapomocą kulki stalowej o średnicy 2 mm pod obciążeniem 5 kg (aparatury Vickers'a). Aby zapewnić osiowe działanie siły, opierano badaną kulę na pierścieniu ołowianym o nieco mniejszej średnicy wewnętrznej.

Odciski miały zwykle kształt nieforemny;

T A B L I C A II.  
Anizotropja twardości Brinell'a pojedynczego kulistego kryształu cynku.

Kąt względem płaszczyzny równika	A z y m u t					
	0°		15°		30°	
	Śred-nica od-cisku μ	H kg/mm <sup>2</sup>	Śred-nica od-cisku μ	H kg/mm <sup>2</sup>	Śred-nica od-cisku μ	H kg/mm <sup>2</sup>
0°	397	39,6	425	34,7	436	32,4
30°	414	36,2	431	34,4	440	32,2
60°	453	30,7	460	29,1	463	28,8
90°	498	25,2	—	—	—	—

<sup>13)</sup> M. Śmiałowski, l. c.

<sup>12)</sup> E. Schmid, l. c.

mierzone ich wymiary linjowe w 4 kierunkach, biorąc do obliczeń wynik średni. Otrzymane liczby twardości w kg/mm<sup>2</sup> posiadają oczywiście tylko znaczenie orientacyjne, mogą one być jednak wzajemnie porównywane.

Średnie wyniki wszystkich pomiarów, sporządzonych do 1/24 części kuli, podane są w tablicy II. Kąty azymutu odniesiono do płaszczyzny południka przechodzącego przez ciemną smugę na wytrawionej kuli, t. j. przez dwusieczną jednej ze ścian słupa pierwszego {1010}.

Jak z powyższych danych wynika, minimalną twardość posiada dwuścian podstawowy {0001} maksymalną zaś — ściany słupa pierwszego {1010}. Anizotropja granicznych wartości wyraża się liczbą 37%.

Radjowektor sporządzony na podstawie danych tablicy II uwidocznił się na fot. 6 (Pl. XXX).

#### V. Streszczenie.

1. Otrzymano metodą Bridgman'a szereg monokrystalicznych próbek cynku w formie walców lub kul o średnicy do 32 mm (Fot. 1 — 4, Pl. XXX).

2. Zbadano twardość Shore'a w zależności od orientacji krystalograficznej względem płaszczyzny łupliwości (0001), stwierdzając maksymalną twardość w kierunku prostopadłym do osi heksagonalnej (25,8 jednostek), minimalną zaś (5,5 jednostek) w kierunku do niej równoległym.

3. Zmierzono twardość Brinell'a w różnych miejscach powierzchni monokrystalicznej kuli cynkowej o średnicy 30 mm (Fot. 5, Pl. XXX). Kierunki krystalograficzne określono na podstawie refleksów, występujących po wytrawieniu kuli zapomocą stężonego kwasu azotowego i solnego. Najmniejszą twardość (rzędu 25,2 kg/mm<sup>2</sup>) wykazał dwuścian podstawowy {0001} największą zaś (rzędu 36,9 kg/mm<sup>2</sup>) — ściany słupa heksagonalnego pierwszego {1010}. Całkowity radjowektor twardości Brinell'a przedstawiony jest na fot. 6 (Pl. XXX).

Panu Prof. Dr. T. J. Woynię składamy na tem miejscu podziękowanie za umożliwienie wykonania pomiarów gonjometrycznych w Zakładzie Mineralogicznym Politechniki.

Warszawa, 1936,

Zakład Metalurgji i Metaloznawstwa  
Politechniki Warszawskiej.



## Anisotropie der Härte von Zinkeinkristallen

von J. CZOCHRALSKI und S. BRUNNE

### Z u s a m m e n f a s s u n g

1) Es wurden nach dem Bridgman-Verfahren mehrere Zinkeinkristalle in Zylinder — oder Kugelform hergestellt (Durchmesser bis 32 mm, Länge bis 150 mm; siehe Fot. 1-4, Pl. XXX).

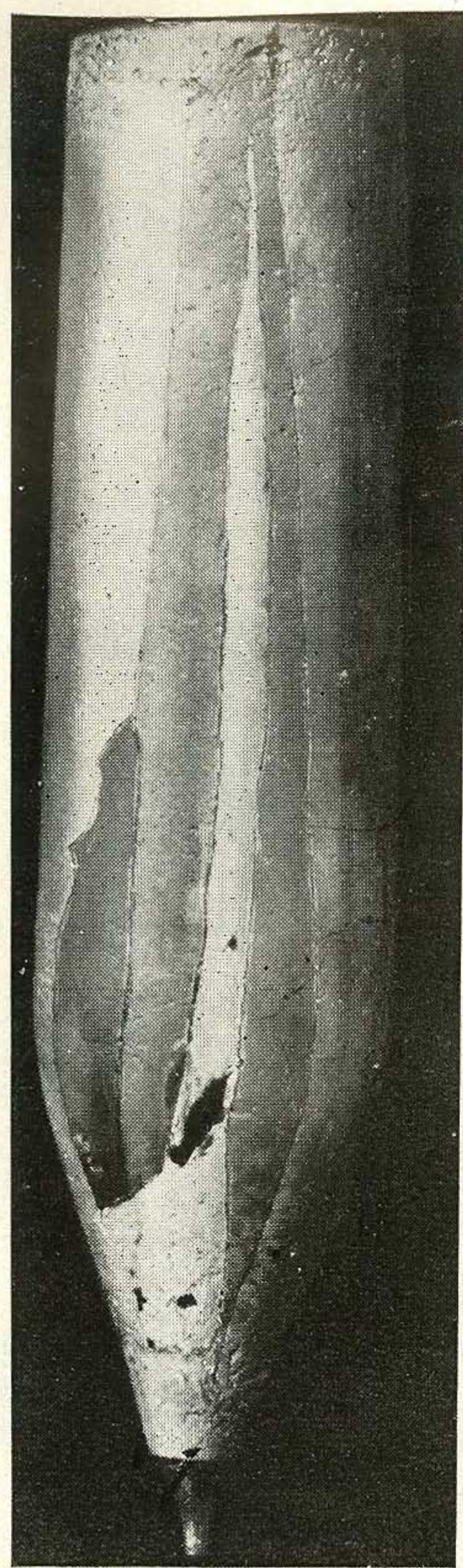
2) Die Härte wurde nach der Methode von Shore (Magnesiumhammer, 0,508 g) in Abhängigkeit vom Winkel zur hexagonalen Achse geprüft. Die Ergebnisse sind in Tabelle I, Seite 181, und Abbildung „Rys. 1“, Seite 181, angegeben. Maximale Härte (25,8 Einheiten) wurde senkrecht zur hexagonalen Achse, minimale dagegen (5,5 Einheiten) senkrecht zur Basisfläche (0001) gefunden.

3) Die Brinell-Härte wurde auf einer Zinkeinkristallkugel von 30 mm Durchmesser (Vickers - Härteprüfer, Kugeldurchmesser 2 mm, 5 kg Belastung) geprüft, Kristallographische Rich-

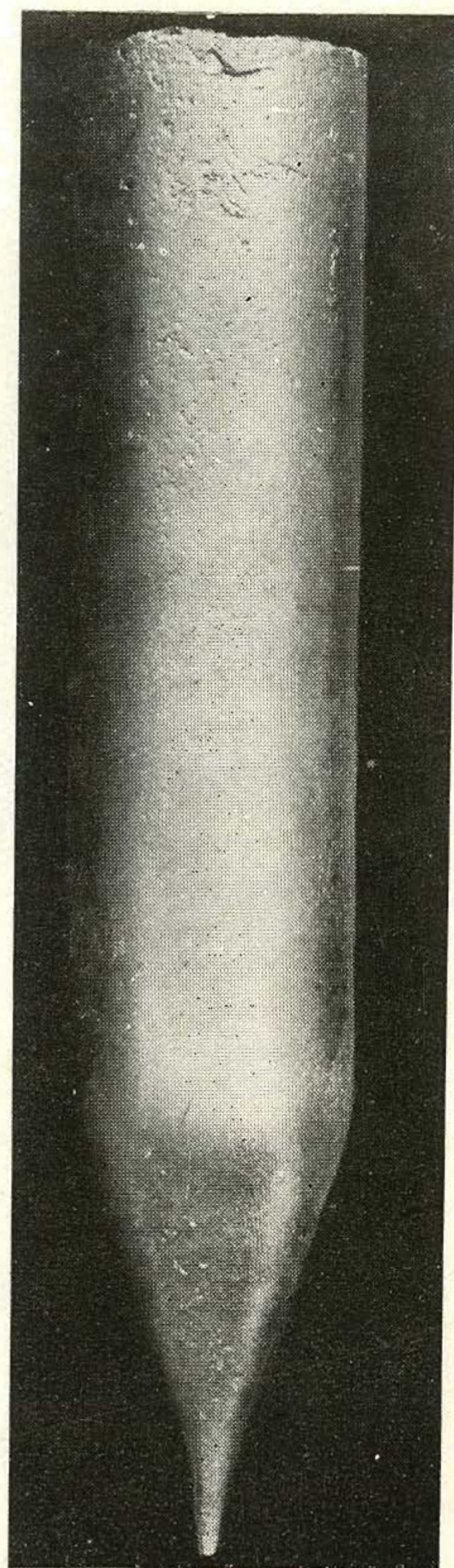
tungen wurden an Hand von Reflexen bestimmt, welche auf der Zinkeinkristallkugel nach Atzung mit konzentrierter Salpeter — und Salzsäure erscheinen (Fot. 5, Pl. XXX). Die Härtegrade sind in Tabelle II, Seite 182, angegeben. Da die Messungen auf einer kugelförmigen Fläche ausgeführt wurden, haben die in Tabelle II angegebenen Zahlen ( $H$  kg/mm<sup>2</sup>) keinen absoluten Wert, sind aber gut vergleichbar. Maximale Brinellhärte (Größenordnung 36,9 kg/mm<sup>2</sup>) hat die Prismenfläche I. Art. {1010} minimale (etwa 25,2 kg/mm<sup>2</sup>) weist die Basisfläche {0001} auf. Der Brinnell - Härtekörper eines Zinkeinkristalls ist auf Fot. 6 (Pl. XXX) abgebildet.

Warszawa, 1936,  
Institut für Metallurgie und Metallkunde  
der Technischen Hochschule.





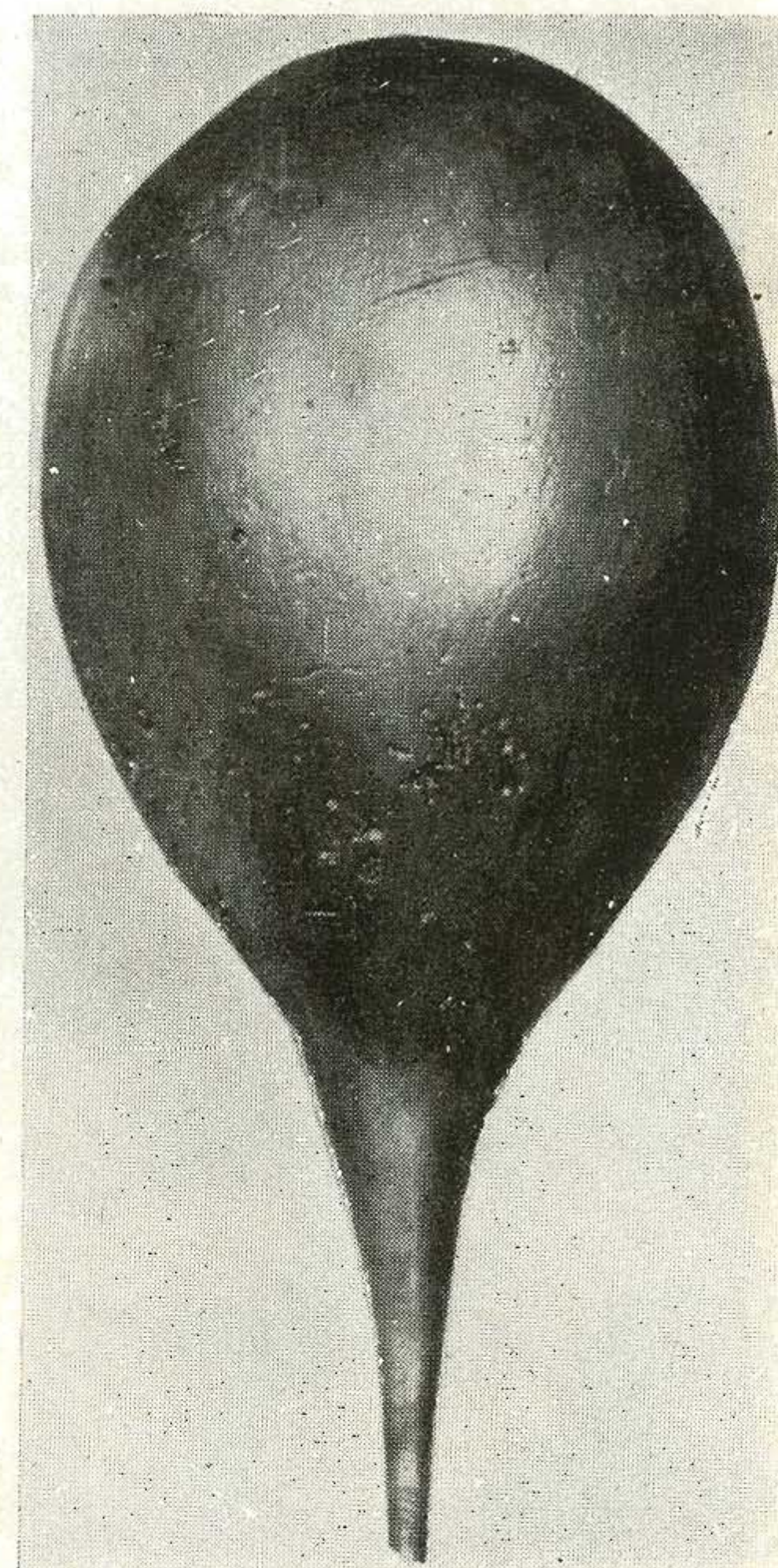
Fot. 1.



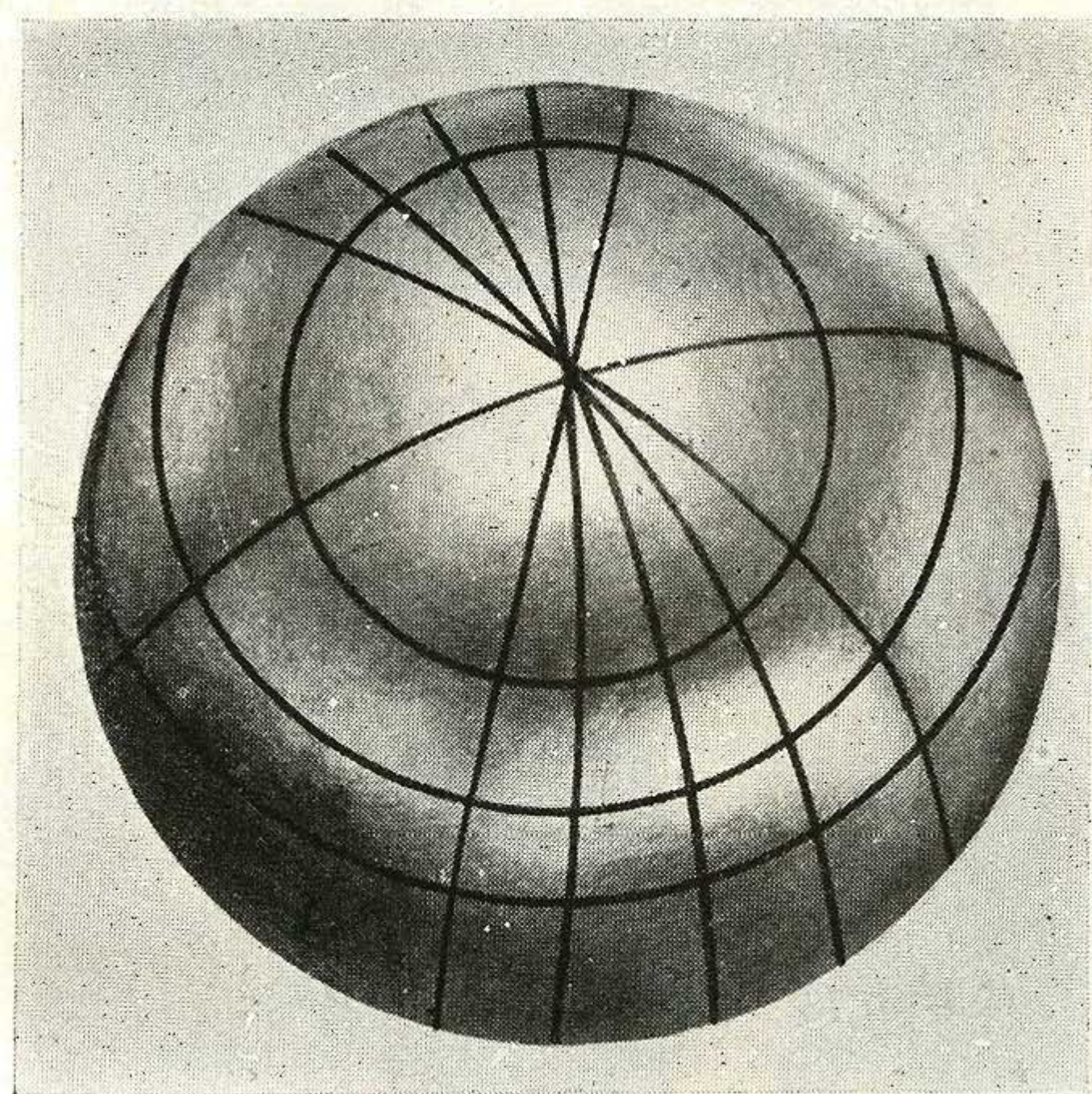
Fot. 2.



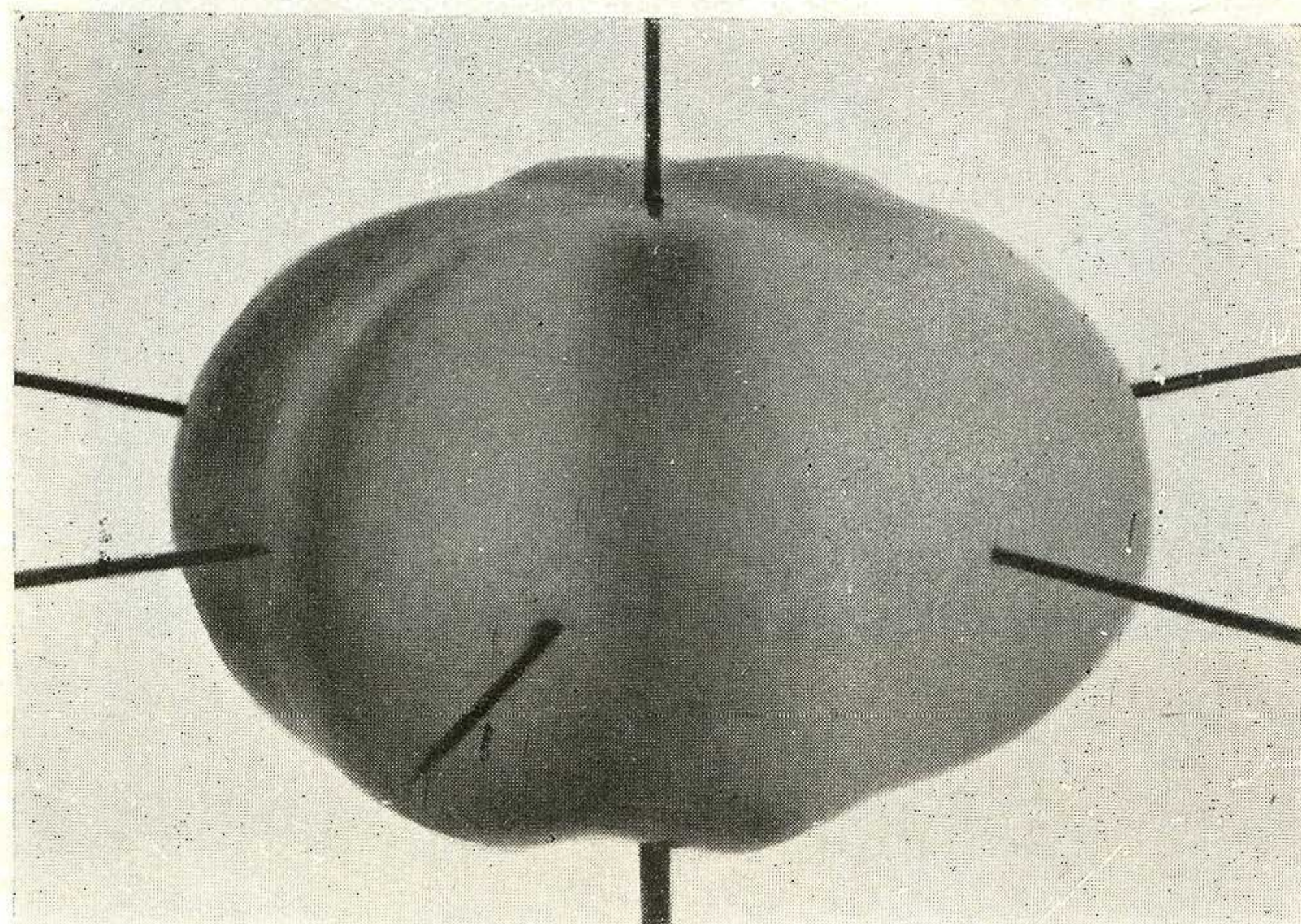
Fot. 3.



Fot. 4.



Fot. 5.



Fot. 6.

- Fot. 1. Próbkę cylindryczną składającą się z kilku kryształów. Trawiona kolejno stężonym kwasem azotowym i solnym ( $\times 0,75$ ).
- Fot. 2. Pojedynczy kryształ cylindryczny. Trawiony j. w. ( $\times 0,66$ ).
- Fot. 3. Próbkę składającą się z dużej liczby kryształów. Trawiona j. w. (wielkość naturalna).
- Fot. 4. Próbkę monokrystaliczną, z której wykonano kryształ kulisty ( $\times 1,25$ ).
- Fot. 5. Pojedynczy kryształ kulisty. Trawiony j. w. ( $\times 1,7$ ). Refleksy i ciemne smugi uwydatnione przez retuszowanie. Równoleżniki i południki, na przecięciu których wykonano odciski twardości, są wykreślone na fotografii tuszem.
- Fot. 6. Radjowektor twardości *Brinell'a* pojedynczego kryształu cynku.