

Upotreba Leeb testa tvrdoće za ispitivanje stijenskog materijala

Use of Leeb hardness test in the characterization of rock material

dr. sc. Zlatko Briševac, docent
Rudarsko-geološko-naftni fakultet
zlatko.brisevac@rgn.unizg.hr

Ana Horvat
Rudarsko-geološko-naftni fakultet
ana.horvat@rgn.unizg.hr



Ključne riječi: tvrdoća po Leebru, stijenski materijal, TM12 metoda, Istarski žuti, Giallo d'Istria.

Key words: Leeb hardness, rock material, TM12 method, Istrian Yellow, Giallo d'Istria.

Sažetak

Tvrdoća materijala se uobičajeno definira kao otpor prodiranju alata ili otpor trajnom udubljenju u uzorku. Izuzetno je važno naglasiti empirijski karakter ovog ispitivanja koje zato nije jednoznačno svojstvo stijene te postoji puno načina i metoda određivanja tvrdoće. Jedan od njih je postupak koji se zove tvrdoća po Leebru koja se može koristiti u različitim inženjerskim djelatnostima. Metoda je prvotno primijenjena na uzorcima od metala, ali korištena je i za utvrđivanje tvrdoće stijenskog materijala. U ovom radu prikazana su ispitivanja stijenskog materijala uzetog iz eksploatacijskog polja Kanfanar gdje se eksploatira poznati arhitektonsko-građevni kamen zvan „Istarski žuti“ ili „Giallo d'Istria“. Međutim ispitivanja tvrdoće po Leebru na plaštu uzorka u obliku jezgre mogu se obavljati i kod istraživanja nafte i plina pa time ovaj rad daje doprinos široj primjeni jednostavnijih ispitivanja na stijenskom materijalu, uz zadržavanje iste učinkovitosti.

Abstract

Material hardness is usually defined as resistance to penetration by tools or resistance to permanent indentation in a specimen. It is extremely important to emphasize the empirical nature of this test, so it is not a unambiguously property of the rock. There are many ways and methods to determine hardness. One of them is a method called Leeb hardness, which can be used in a variety of engineering activities. The method was originally applied to metal samples, but has also been used to determine the hardness of rock material. This paper presents tests on rock material from the Kanfanar mining area, where the well-known architectural building stone „Istrian Yellow“ or „Giallo d'Istria“ is mined. However, Leeb hardness tests on the mantle of the sample can also be performed in oil and gas exploration, so this work contributes to a wider application of simpler tests on rock material, while maintaining the same efficiency.

1. Uvod

Tvrdoća je bitan čimbenik u ispitivanju stijenskog materijala koji je po naravi sačinjen od različitih minerala, a količina minerala s niskom ili visokom

vrijednošću tvrdoće određuje vrijednost tvrdoće stijenskog materijala (Čelik i Čobanoğlu, 2019). Tvrdoća se u najširem smislu definira kao otpornost minerala ili stijena na prodiranje alata ili trajno udubljenje, ali je pri tome važno naglasiti kako je mjerenje tvrdoće empirijsko ispitivanje i stoga nije jednoznačno svojstvo stijene. Jednostavnije rečeno, primjenjuju se različite metode za određivanje tvrdoće, a iznosi i mjere tvrdoće ovise o metodi ispitivanja. Prema uvjetima primjene i teoretskoj podlozi mjerenja tvrdoće stijenskog materijala mogu se razvrstati u tri klase. Prvu klasu predstavlja Mohosova tvrdoća koja se provodi na bazi usporedbe s Mohsovom ljestvicom tvrdoće. Drugu klasu predstavljaju postupci koji su razvijeni za ispitivanja u laboratoriju i tu se ubrajaju postupci prema Brinellu, Rockwellu, Vickersu, Shoreu i Knoopu. U treću klasu spadaju postupci koji su osmišljeni i najviše se koriste za terensko određivanje tvrdoće. Tu prvenstveno spada Schmidtov postupak, ali i drugi dinamički postupci koji koriste na terenu prikladan uređaj (Hoseinie i dr., 2012; Horvat, 2021).

Tvrdoća se u inženjerskoj praksi koristi kao ulazni parametar pri izradi različitih modela za procjenu (Briševac i dr., 2014; Briševac i dr. 2017), zatim za karakterizaciju sedimentnih stijena (Yari i Bagherpour, 2018), kod određivanja performansi za rezanje dijamantnom žicom (Rasti i dr., 2021), kod ocjene rezivosti stijena s lančanom sjekačicom (Mikaeil i dr., 2021). Pored toga tvrdoća ima utjecaj na usitnjavanje hidrauličnim čekićem i na drobljenje u čeljusnoj drobilici (Kujundžić i dr., 2008).

Ovaj stručni rad nastao je kao nastavak ispitivanja po temi završnog rada (Horvat, 2021) gdje je opisan dinamički način određivanja tvrdoće po Leebu. On se provodi pomoću uređaja koji se može koristiti u laboratoriju, ali je pogodan i za terenska istraživanja. Test tvrdoće po Leebu (engl. Leeb Hardness Test, LHT) provodi se pomoću prenosivog uređaja koji je 1975. godine predstavio Dietmar Leeb (Leeb, 1979) i originalno je razvijen za mjerenje tvrdoće metalnih materijala. On se ponekad naziva samo Equotip, prikladan je za terensku primjenu zbog svoje isplativosti, jednostavnosti, vrlo lake prenosivosti i zadovoljavajuće procjene (Corkum, i dr., 2018). Postoje mnogi standardi za određivanje Leeb tvrdoće pa i Američko društvo za testiranje i materijale (engl. American Society for Testing and Materials, ASTM) ima standard za metodologiju ispitivanja na metalnim proizvodima. Međutim, ti standardi nisu primjenjivi za ispitivanje stijenskog materijala, stoga ni Međunarodno društvo za mehaniku stijena (engl. International So-

ciety for Rock Mechanics, ISRM) još nema predloženu metodu za LHT jer je tek naknadno postupak Leeb tvrdoće počeo biti korišten prvenstveno u svrhu procjene jednoosne tlačne čvrstoće (σ_c) intaktnog stijenskog materijala (Kompatscher, 2004). U međuvremenu su mnogi autori proučavali upotrebu LHT-a na stijenskom materijalu i neki su sugerirali testiranje metoda i korelacijskih jednadžbi između Leeb tvrdoće i jednoosne tlačne čvrstoće (Asef, 1995; Meulenkamp, 1997; Verwaal i Mulder, 1993; Aoki i Matsukara, 2008; Lee i dr., 2014; Yilmaz, 2013; Viles i dr., 2011; Briševac i dr., 2016). Najvećim dijelom korelacije su sadržavale ograničenja u smislu ispitivanja na specifičnom stijenskom materijalu ili su bile bazirane na malom broju rezultata ispitivanja. To je osnovni razlog zašto još uvijek ne postoji dobro uspostavljena procedura za korištenje LHT-a i njegovu uporabu za procjenu σ_c stijene. Treba naglasiti kako metodologija testiranja LHT-a koristi D-tip sonde Leeb uređaja jer se ona općenito smatra standardnom za korištenje kod ispitivanja stijenskog materijala. Relativno niska energija udara ovaj uređaj čini primjenjivim na trošnije, ali i na svježije uzorke. LHT je primjenjiv na stijene koje imaju jednoosnu tlačnu čvrstoću u rasponu od 5 do 280 MPa pa se stoga smatra pogodnim za primjenu u širem rasponu tvrdoće stijena od Schmidtovog čekića. Važno je naglasiti primjenu LHT uređaja za procjenu stijenske čvrstoće, procjenu vremenskih utjecaja na propadanje stijenskih površina (Corkum i dr., 2018; Horvat, 2021), ali i u istraživanjima vezanim uz naftu i plin (Ghanizadeh i dr., 2014; Sonnenfeld i dr., 2015; Morrell i dr., 2017; Liu i dr., 2020).

Glavni cilj ovog rada je prikazati metodologiju ispitivanja tvrdoće po Leebu na plaštu uzoraka u obliku jezgre koja se može primijeniti i u istraživanju nafte i plina npr. kod interpretacije jezgri istražnih bušotina. Tako dobiveni rezultati su uspoređivani s rezultatima ispitivanja tvrdoće na bazama uzorka (Horvat, 2021) kako bi se utvrdile moguće razlike u rezultatima.

2. Metodologija ispitivanja stijenskog materijala

2.1. Potreban broj udaraca i TM12 metoda

Leeb test je osjetljiv na površinske uvjete uzorka. Zbog toga se mora koristiti prikladna metoda testiranja koja bi prevladala lokalne varijacije. Okawa (1999) je sa suradnicima koristio dva proračunska postupka. Prvi se temeljio na statističkoj teoriji povezanoj s veličinom uzorka (n) i pouzdanom intervalu udaraca (CI), dok

je drugi pristup bio za razvijanje grafičkog sredstva za vizualizaciju prosječnog broja udaraca (nL) kod rezultata ispitivanja i usklađenost veličine uzorka. Ispitivanje se obavilo na tri uzorka stijenskog materijala od pješčenjaka, škriljevca i granita čiji je promjer bio 54 mm i duljine jezgre 120 mm. Na tim uzorcima izmjereno je ukupno 100 LHT očitavanja na različitim mjestima na površini svakog uzorka. Izračunata je vrijednost dopuštene pogreške (engl. The Margin of error, ME) te je ona korištena za određivanje razlike između promatrane srednje vrijednosti broja udaraca (\bar{x}) i srednje vrijednosti skupa podataka (μ). ME je izračunana za ispitivanje kod kojeg se pod istim uvjetima ispitivanja ponavlja postupak za različite veličine uzorka. Ti manji brojevi uzorka slučajno su odabrani pod-skupovi od ukupno 100 očitavanja udaraca. Sve to daje procjenu koliko je udaraca potrebno da se temeljem \bar{x} osigura zadovoljavajuća μ , na temelju ukupnog broja udaraca s procjenom točnosti od 95 %. Odnosi između \bar{x} , μ i vrijednosti ME dane su u jednadžbama (1) i (2). Rezultati pokazuju kako veličina ME značajno opada između $nL=10$ i $nL=20$, a neznatno između $nL=20$ i $nL=30$ za sve ispitivane vrste stijena (Okawa i dr., 1999; Corkum i dr., 2018; Horvat, 2021).

$$\mu = \bar{x} \pm 1,96 \left(\frac{\sigma}{\sqrt{n}} \right), \quad (1)$$

$$ME = 1,96 \left(\frac{\sigma}{\sqrt{n}} \right), \quad (2)$$

Drugi se pristup temeljio na izravnoj usporedbi točnosti i pogrešaka Leeb tvrdoće na različitom broju udaraca (nL). Zbog toga se iz seta od ukupno 100 udaraca napravljenih na svakom uzorku, nasumično odabrani pod-skupovi očitavanja udaraca su u rasponu od $nL=1$ do $nL=100$ (npr. 9, 33, 75 udaraca) te je izračunana prosječna testna vrijednosti Leeb tvrdoće sa srednjom vrijednošću za svaki nL . Ovo je ispitivanje bilo napravljeno desetak puta sa skupovima podataka za svaki od tri uzorka stijene. Ova metoda grafički prikazuje trend pri kojem se aritmetička sredina nekog broja udaraca (nL) približava srednjoj vrijednosti koja se dobije s 100 udaraca, odnosno srednjoj vrijednosti skupa podataka. Na temelju ovih dviju metoda može se zaključiti da je konvergencija Leeb tvrdoće prikladna između 10 i 20 udaraca po ispitivanju. Općenito postoje minimalni dobici pri dodatnim udarcima iznad $nL=20$. Osim toga, nema stvarnog značajnog poboljšanja do $nL=50$ ili više te daljnja ispitivanja ne daju znatno poboljšanu točnost, pogotovo za procjenu σ_c s obzirom na inherentnu varijabilnosti σ_c i ograničenja u korelaciji između Leeb tvrdoće i jednoosne tlačne

čvrstoće (Okawa i dr., 1999; Corkum i dr., 2018; Horvat, 2021).

S obzirom na varijabilnost površinskih uvjeta na uzorku, podaci koji odstupaju od realnih vrijednosti su česti. To se može riješiti odbacivanjem najviših i najnižih očitavanja, a preostala očitavanja ulaze u prosjek. Corkum i dr. (2018) svojim su istraživanjem otkrili kako je dovoljno napraviti 12 udaraca ispitnim uređajem, odbaciti krajnje vrijednosti i time dobiti zadovoljavajuće točnu srednju vrijednost te su predložili metodu nazvanu TM12 kao prikladnu ravnotežu između napora na ispitivanju i točnosti koja uzima u obzir iznimke. Također, ti autori preporučuju raspršenje udaraca na površini uzorka promjera od 25 do 50 mm. To područje dovoljno je veliko kako bi obuhvatilo promjene površine na uzorku, a dovoljno je malo da se testu može pripisati određeno mjesto. Također, smanjuje vjerojatnost ponavljanja ispitivanja na lokaliziranoj točki zbog pojedinačnog tvrdog zrna ili mikro-pukotina (Corkum i dr., 2018; Horvat, 2021).

2.2. Utjecaj veličine i razmjera uzoraka na rezultate ispitivanja Leeb tvrdoće

Dobro je poznato kako veličina uzorka utječe na svojstva stijena kao što su čvrstoća i krutost. Hoek i Brown (1980) dokazuju da u odnosu na promjer jezgre stijene i σ_c , opada čvrstoća s povećanom veličinom uzorka zbog povećane prisutnosti mikro-defekata unutar ispitivanog volumena. Iako manji primjerci uzorka pokazuju veću čvrstoću i krutost, oni također pokazuju i veću varijabilnost jer nepovoljno orijentirani mikro-defekti mogu imati veći utjecaj na ukupni rezultat ispitivanja kod uzoraka manjeg volumenu. Drugi dio problema razmjera uzorka je energija povezana s ispitivanjem udara u odnosu na masu uzorka. LHT koristi malu veličinu energije u odnosu na Schmidov čekić, ali ta energija i njezino rasipanje utječu na brzinu povratka, a time i na izmjerenu Leeb tvrdoću. Zbog tih dvaju razloga očekuje se kako će veličina uzorka utjecati na ispitivanja. Tim problemom bavili su se autori Aoki i Matsukara (2008) te Lee i dr. (2014) koji su provođenjem ispitivanja na uzorcima kocke i jezgre procjenjivali utjecaj veličine uzorka na Leeb tvrdoću. Takva ispitivanja izvedena su samo na relativno ujednačenim uzorcima pješčenjaka, stoga imaju ograničenje u smislu primjene na svim vrstama stijena. Svi uzorci jezgre pripremljeni su s istim promjerom od 54 mm i osam različitih duljina u rasponu od 9 do 190 mm. Također su pripremljena četiri uzorka kocke duljine od 25,4 do 203,2 mm. LHT ispitivanja provedena su na svakom uzorku na

području promjera 25 mm (Aoki i Matsukara, 2008; Lee i dr., 2014; Corkum i dr., 2018; Horvat, 2021).

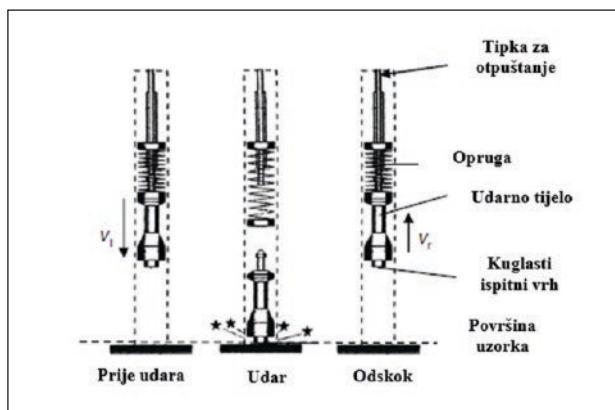
Rezultati tih ispitivanja pokazali su izrazito nelinearan trend povećanja Leeb tvrdoće kod uzorka koji imaju volumen manji od 90 cm³ ili imaju manji odnos duljina/promjer od 0,4 kada se radi o jezgrama. Također, rezultati Leeb tvrdoće postaju približno konstantni kod volumena od 90 cm³ pa više, a isti je slučaj kod jezgri koje imaju odnos duljina/promjer od 0,4 pa na više. Ispitivanja imaju ograničenja u smislu broja ispitivanja jer je trebalo ispitati više uzoraka u obliku kocke, a također je za svaku veličinu uzorka proveden samo jedan LHT. Pored toga, zbog homogenosti pješčenjaka rezultati vjerojatno pružaju dobar prikaz ponašanja tvrdoće za tu vrstu materijala, a slična ispitivanja trebala bi se provesti na drugim vrstama stijenskog materijala s većom varijabilnošću i anizotropijom. Međutim, umjesto toga autori (Aoki i Matsukara, 2008, Lee i dr., 2014) nisu takvo detaljiziranje smatrali bitnim za praksu u mehanici stijena, već više pažnje posvećuju drugim uvjetima provođenja ispitivanja te generalno preporučuju provođenje ispitivanja na uzorcima koji imaju volumen veći od 90 cm³ (Corkum i dr., 2018; Horvat, 2021).

2.3. Osnovni princip ispitivanja

Osnovni princip rada uređaja je da udarno tijelo određene mase udara pod određenom ispitnom silom na ispitnu površinu odnosno uzorak. Izmjeri se udarna brzina i brzina odbijanja udarnog tijela kada se nalazi 1 mm iznad ispitne površine te se preko formule (3) izračunava tvrdoća.

$$HV = 1000 \cdot \frac{v_B}{v_A^2} \quad (3)$$

Uređaj za ispitivanje Leeb tvrdoće može koristiti nekoliko udarnih sondi. Energija udara standardnog



Slika 1. Shematski prikaz rada Leeb uređaja (Anan, 1977; Horvat, 2021)

tipa (tip-D) je 11 Nmm. Dostupni su i udarni uređaji s energijama udara od 3 Nmm (tip-C) i 90 Nmm (tip-G), ali za ispitivanje na stijenskom materijalu je najpogodniji D-tip sonde. Shematski prikaz rada Leeb uređaja prikazan je na slici 1, a mogućnost izvođenja mjerenja odskoka čak i na slabijim stijenama čini LHT uređaj vrlo korisnim za ispitivanje uzoraka u obliku valjka koji se poslije koriste za ispitivanje jednoosne tlačne čvrstoće. Pri ispitivanju jezgre od stijenskog materijala potrebno je učvrstiti uzorke na čelični držač jezgre koji se naziva i „blok kolijevka“ kako bi se uklonio utjecaj vibracija pozadine tijekom ispitivanja. U praksi se najviše koriste držači jezgre u obliku „luka“ ili obliku slova „V“ (Yilmaz i Goktan, 2018; Horvat, 2021).

3. Opis provedenih laboratorijskih ispitivanja

3.1. Opis uređaja

Uređaj koji je korišten za provođenje ispitivanja bio je tipa Time 5100. To je elektronički uređaj s oprugom koji koristi baterije kao izvor energije i prikazan je slikom 2.

Uređaj je lagan, masa mu iznosi približno 166 g, a dimenzije su mu određene dužinom od 155 mm, širinom 55 mm i debljinom 25 mm. Područje mjerenja koje obuhvaća uređaj je od 170 do 960 HLD, a smjer mjerenja je 360° te se zahvaljujući kompenzaciji smjera mjerenja može koristiti na terenu ili u laboratoriju. Ljestvice tvrdoće koje može mjeriti su HL, HB, HRC, HRA, HV i HS. Uređaj ima vlastitu memoriju koja može sadržavati 270 prosječnih podataka u 9 datoteka koje se kasnije mogu preko USB komunikacijskog kabela prenijeti na računalo. Neprekinuto radno vrijeme uređaja je oko 150 sati bez pozadinskog osvjetljenja. Temperatura prostora u kojem se radi ispitivanje trebala bi biti između 0° C i 40° C, a relativna vlažnost zraka ≤ 90 %, te u okolnom okruženju ne smije biti



Slika 2. LHT uređaj Time 5100

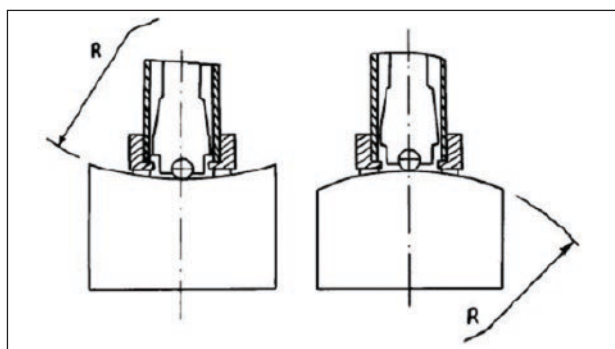
vibracija, jakog magnetskog polja, korozivnog medija i jake prašine (TIME Ltd, 2020; Horvat, 2021).

3.2. Ispitivani uzorci

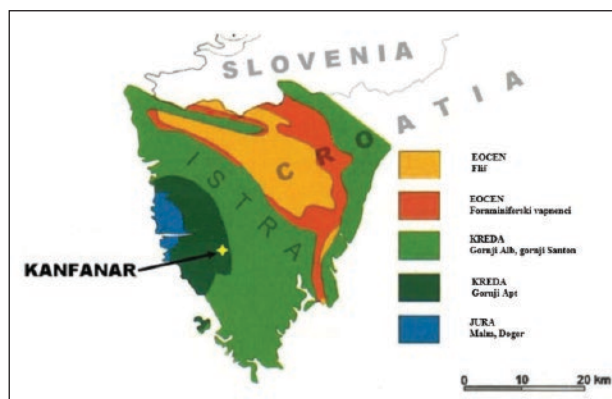
Budući da je korišten uređaj koji je prvenstveno namijenjen za ispitivanje metala, a ne mogu se na stijenskom materijalu postići uvjeti koji se traže za obradu uzoraka od metala, pri ispitivanjima koja su provedena sa svrhom izrade ovog rada ispunjeni su zahtjevi obradivosti koji se traže za plašt uzorka u obliku jezgre koji se koristi pri određivanju jednoosne tlačne čvrstoće prema preporuci ISRM-a (Franklin, 1979; Hrženjak i Briševac, 2009). Dakle plašt uzorka mora biti gladak, bez nepravilnosti većih od 0,3 mm po cijeloj duljini uzorka. Uporaba materijala za čepljenje i poravnavanje neravnina nije dozvoljena kao ni nestrojna obrada površine uzorka. Kad je radijus zakrivljenosti površine R koja se ispituje manji od 30 mm (slika 3), treba odabrati mali potporni prsten ili oblikovane potporne prstenove (TIME Ltd, 2020).

Ispitan je materijal koji je bio dostupan i oblikovan u jezgre, a pripada eksploatacijskim slojevima eksploatacijskog polja Kanfanar (slika 4), a ima karakteristike materijala koji se popularno naziva „Istarski žuti“ ili „Giallo d'Istria“. Ispitani su eksploatacijski slojevi koji se označavaju rimskim brojevima II, IV i VI (Briševac, 2012; Briševac i dr., 2017).

- Uzorak iz sloja II litološki pripada vapnencima sa strukturom floutstona. U tom sloju su općenito prisutni defekti u obliku kalcitičnih žilica stilolitnog tipa, a neki dijelovi sloja imali su defekte u obliku mreže prslina s mjestimično limonitiziranim prevlakama.
- Uzorak iz sloja IV litološki pripada vapnencima sa strukturom floutstona, a na njima su prsline stilolitnog tipa s ispunom od limonita.
- Uzorak iz sloja VI litološki pripada vapnencima sa strukturom floutstona, a općenito u ovom sloju mogu se uočiti defekti u obliku kal-



Slika 3. Radijus zakrivljenosti površine R koja se ispituje (prema TIME Ltd, 2020)



Slika 4. Lokacija EP Kanfanar (prema Briševac i dr. 2017)



Slika 5. Ispitni uzorci

citičnih mreža djelomično stilolitiziranih prslina također neki dijelovi ima defekte u obliku djelomično stilolitiziranih žilica s limonitnim prevlakama.

Svi uzorci su bili u obliku jezgre tj. valjka (slika 5). Svakom od njih izmjerene su dimenzije pomičnim mjerilom te im je određena masa, volumen i gustoća, a tako dobiveni podatci prikazani su u tablici 1.

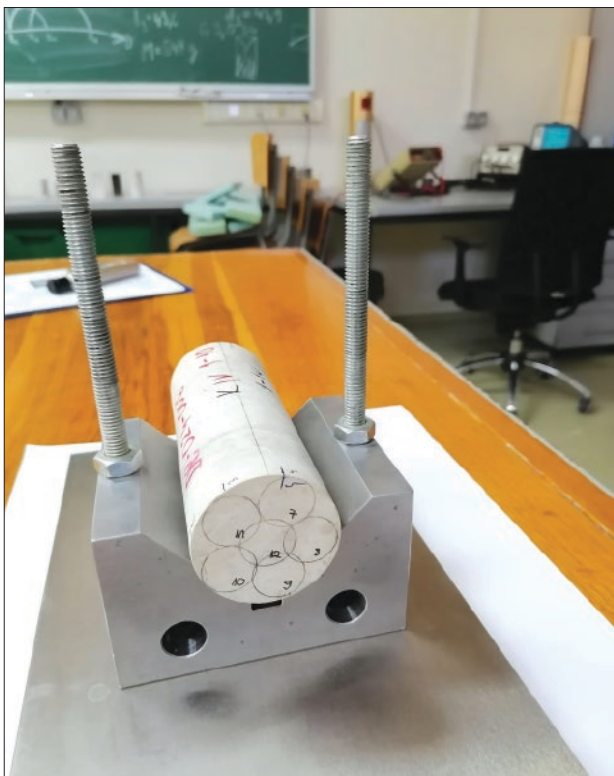
Tablica 1. Karakteristike uzoraka

Oznaka uzorka	Visina/Promjer	Masa (kg)	Volumen (cm ³)	Gustoća (kg/m ³)
KII 1-10	2,63	0,87999	330,69	2661,00
KIV 1-10	2,73	0,92176	344,07	2678,99
KVI 1-7	2,72	0,89137	342,10	2605,55

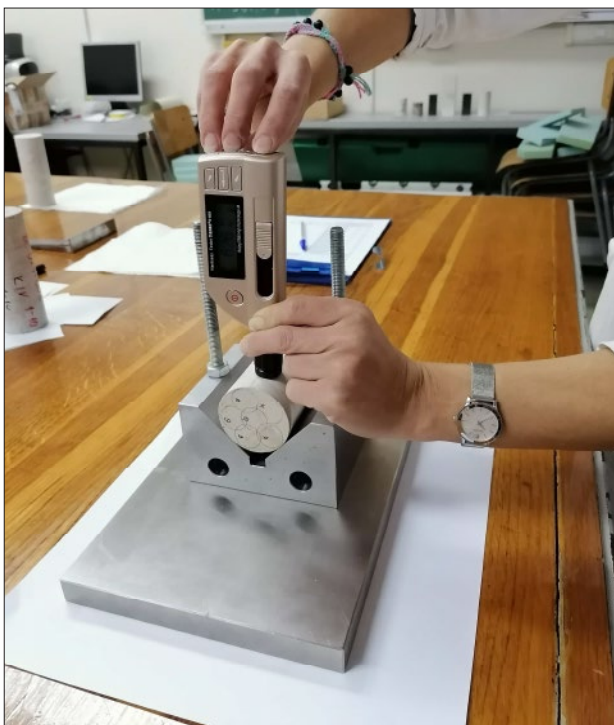
Prema tablici 1. sličan volumen i odnos promjer/visina imaju uzorci iz KIV i KVI sloja, a prema gustoći slični su uzorci iz slojeva KII i KIV, dok uzorak iz sloja KVI ima najmanju gustoću.

3.3. Postupak ispitivanja

Ispitivanje je obavljeno tako da je svaki uzorak položen u V držač jezgre (slika 6) i tako je bilo moguće pomoću uređaja Time 5100 ispitati Leeb tvrdoću po plaštu uzorka.



Slika 6. Uzorak smješten u V držač jezgre



Slika 7. Ispitivanje pomoću uređaja Time 5100

Ispitni uređaj se zatim čvrsto i okomito postavi na plašt uzorka (slika 7), napne se opruga na uređaju te se potom lagano, bez micanja uređaja, pritisne okidač kako bi došlo do udarca udarnog tijela uređaja na plašt uzorka. Nakon što je došlo do udarca, na Leeb uređaju očitana je vrijednost na zaslonu i zapisana u

ispitni obrazac. Taj se postupak ponavljao te je na taj način dobiveno 12 očitavanja po svakom uzorku. Broj od 12 očitavanja je ciljano odabran jer se za izračun srednje vrijednosti koristila metoda TM12 koja to zahtijeva.

3.4. Rezultati ispitivanja

Nakon ispitivanja bilo je potrebno odrediti srednju vrijednost zadovoljavajuće točnosti i zbog toga je primijenjena takozvana TM12 metoda izračuna (Corkum i dr., 2018) koja je u biti srednja vrijednost nakon odbacivanja najveće i najmanje vrijednosti od izmjerenih 12 udaraca, prema formuli 4. Tako dobivene srednje vrijednosti prikazane su u tablici 2.

$$\bar{x}_{TM12} = \frac{\sum x_i - x_{max} - x_{min}}{10} \quad (4)$$

Tablica 2. Srednje vrijednosti tvrdoće po Leebru prema TM12 metodi

Oznaka uzorka	Tvrdoća po Leebru
KII 1-10	643,3
KIV 1-10	648,4
KVI 1-7	567,4

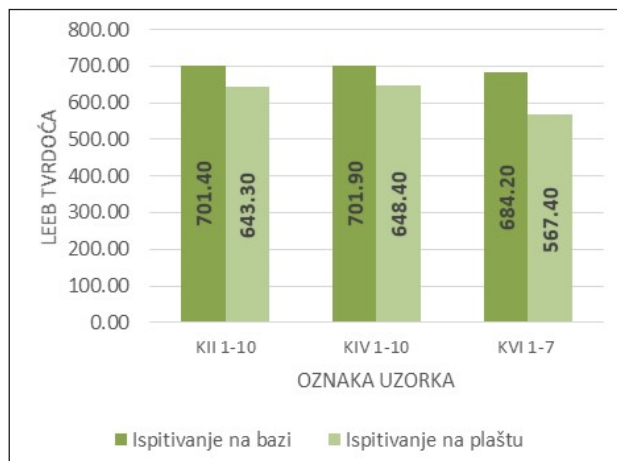
Najveću tvrdoću po Leebru imao je uzorak iz sloja KIV, a sličnu njemu postigao je i uzorak KII, dok uzorak iz sloja KVI ima najmanju utvrđenu tvrdoću.

4. Analiza rezultata i zaključak

Kao nastavak započetih ispitivanja (Horvat, 2021) napravljena su ispitivanja istog stijenskog materijala, ali je ovaj put primijenjen uobičajeni način ispitivanja koji koristi držač uzorka u obliku V izreza (slika 6 i 7) te su mjesta ispitivanja bila po plaštu valjkastih uzoraka s promjerom od 54 mm. Tako dobiveni rezultati uspoređeni su s rezultatima koji su prije dobiveni kada su mjesta ispitivanja bila na bazama uzorka (Horvat, 2021) te je sve prikazano u tablici 3 i dijagramski na slici 8.

Tablica 3. Usporedba ispitivanja po bazi i plaštu uzorka

Oznaka uzorka	Tvrdoća po Leebru na bazi	Tvrdoća po Leebru na plaštu	Razlika	%
KII 1-10	701,4	643,3	58,1	8,3 %
KIV 1-10	701,9	648,4	53,5	7,6 %
KVI 1-7	684,2	567,4	116,8	17,1 %



Slika 8. Usporedba rezultata ispitivanja

Analizom rezultata koji su prikazani u tablici 3, vidljivo je da su vrijednosti tvrdoće za iste uzorke veće kod ispitivanja na bazama od onih na plaštovima uzoraka. Razlika se kreće od 7,6 % za uzorak iz sloja KIV do 17,1 % za uzorak iz sloja KVI. Razlog za to

je velika osjetljivost ispitnog uređaja Time 5100 na obradivost površine koja se ispituje. Baze su bile bolje obrađene bez nepravilnosti većih od 0,02 mm, dok je plašt bio bez nepravilnosti većih od 0,3 mm.

Na temelju provedenih ispitivanja i analiza rezultata može se potvrditi kako je postupak određivanja tvrdoće po Leebu pogodan za laboratorijska ispitivanja tvrdoće na uzorcima stijenskog materijala u obliku jezgre tj. valjka.

Iako još ne postoji potpuno prihvaćen postupak za ispitivanje stijenskog materijala ipak se ispitivanja mogu uspješno obavljati prema uputama koje su dali istraživači u dosad objavljenim radovima. Uobičajeno se ispituje po plaštu uzorka koji je smješten u V držač, a računanje srednje vrijednosti obavlja se po metodi TM12.

Provedena ispitivanja potvrđuju da se uređaj Time 5100 kojim se određuje tvrdoća po Leebu može koristiti za ispitivanje stijenskog materijala, a slični su uređaji već korišteni za tu svrhu kod istraživanja nafte i plina.

Literatura

- ANAN, S.: Application of rebound hardness tester to rock material: an attempt to material classification by Equotip hardness testing. In: Proceeding conference on the Japan Society of Engineering Geology, Chugoku-Shikoku Dist., 1997, 15–18.
- AOKI H., MATSUKARA Y.: Estimating the unconfined compressive strength of intact rocks from Equotip hardness. Bull. Eng. Geol. Environ., 2008, 67(1), 23–29. <https://doi.org/10.1007/s10064-007-0116-z>
- ASEF M. R.: Equotip as an index test for rock strength properties. Desertation. ITC Delft, 1995.
- Beijing TIME High Technology Ltd. Integrated Hardness Tester Time 5100. Instruction Manual V20120517, 2020.
- BRIŠEVAC Z.: Model međuovisnosti fizikalno-mehaničkih značajki karbonatnih stijena. Doktorska disertacija, Rudarsko-geološko-naftni fakultet, Zagreb, 2012, 172.
- BRIŠEVAC, Z., KUJUNDŽIĆ, T., JUTRIŠA, B.: Utjecaj saturiranosti na jednoosnu tlačnu čvrstoću vapnenca iz istražnog prostora Crnoglav kod Neuma. Rudarsko-geološko-naftni zbornik, 2014, 29, 29–37. <https://hrcak.srce.hr/134976>
- BRIŠEVAC, Z., HRŽENJAK, P., BULJAN, R.: Modeli za procjenu jednoosne tlačne čvrstoće i modula elastičnosti, Građevinar, 2016, 68 (1), 19–28. <https://doi.org/10.14256/JCE.1431.2015>
- BRIŠEVAC, Z., HRŽENJAK, P., COTMAN, I.: Estimate of Uniaxial Compressive Strength and Young's Modulus of the Elasticity of Natural Stone Giallo d'Istria. ur. Konicek, P., Soucek, K., Konecny, P. Procedia Engineering, vol. 191. Ostrava, Češka, Elsevier B. V., 2017, 434–441. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.05.201>
- ČELIK, S. B., ČOBANOĞLU, İ.: Comparative investigation of Shore, Schmidt, and Leeb hardness tests in the characterization of rock materials. Environ. Earth Sci., 2019, 78, 554. <https://doi.org/10.1007/s12665-019-8567-7>
- CORKUM A. G., ASIRI Y., EL NAGGAR G., KINAKIN D.: The Leeb Hardness Test for Rock: An Updated Methodology and UCS Correlation, Rock Mechanics and Rocks Engineering, 2018, 5, 665–675. <https://doi.org/10.1007/s00603-017-1372-2>
- FRANKLIN, J. A.: Suggest Methods for Determining Water Content, Porosity, Density, Absorption and Related Properties and Swelling and Slake-Durability Indeks Properties. International Journal of Rock Mechanics and Mining Science & Geomechanics Abstracts, 1979, 16, 141–156
- GHANIZADEH, A., AQUINO, S., CLARKSON, C. R., HAERI-ARDAKANI, O., SANEI, H.: Petrophysical and Geomechanical Characteristics of Canadian Tight Oil and Liquid-Rich Gas Reservoirs. SPE/CSUR Unconventional Resources Conference – Canada, Calgary, Alberta, Canada, September 2014. <https://doi.org/10.2118/171633-MS>
- HOEK E., BROWN E. T.: Underground excavations in rock. London: The Institution of Mining and Metallurgy, 1980.

14. HORVAT, A.: Leeb test tvrdoće za stijenski materijal. Završni rad, Rudarsko-geološko-naftni fakultet, Zagreb, 2021.
15. HOSEINIE, S. H., ATAEI, M., MIKAEIL, R.: Comparison of Some Rock Hardness Scales Applied in Drillability Studies. *Arab J Sci Eng*, 2012, 37, 1451–1458. <https://doi.org/0.1007/s13369-012-0247-9>
16. HRŽENJAK P., BRIŠEVAC Z.: Upute i predlošci za laboratorijske Vježbe i programe iz mehanike stijena. Zagreb: Rudarsko-geološko-naftni fakultet, 2009.
17. KOMPATSCHER M.: Equotip-rebound hardness testing after D. Leeb. In: Conference on hardness measurements theory and application in laboratories and industries. *Hardmeko*, 2004, 66–72.
18. KUJUNDŽIĆ, T., BEDEKOVIĆ, G., KUHINEK, D., KORMAN, T.: Impact of rock hardness on fragmentation by hydraulic hammer and crushing in jaw crusher. *Rudarsko-geološko-naftni zbornik*, 2008, 20 (1), 83-90. <https://hrcak.srce.hr/30485>
19. LEE J. S., SMALLWOOD L., MORGAN E.: New application of rebound hardness numbers to generate logging of unconfined compressive strength in laminated shale formations. In: 48th US rock mechanics/geomechanics symposium, 2014, 2, 972-978.
20. LEEB D.: New dynamic method for hardness testing of metallic materials. *Revista de Metalurgia*, 1979, 15(1), 57–63.
21. LIU, B., SCHIEBER, J., MASTALERZ, M., TENG, J.: Variability of rock mechanical properties in the sequence stratigraphic context of the Upper Devonian New Albany Shale, Illinois Basin. *Marine and Petroleum Geology*, 2020, 112, 104068. <https://doi.org/10.1016/j.marpetgeo.2019.104068>.
22. MEULENKAMP F.: Improving the prediction of the UCS by Equotip reading using statistical and neural network models. *Mem Centre Eng Geol Neth*, 1997, 162(127), 85-101.
23. MIKAEIL, R., ESMAILZADEH, A., AGHAEI, S., SHAFFIEE HAGHSHENAS, S., JAFARPOUR, A., MOHAMMADI, J., ATAEI, M.: Evaluating the Sawability of Rocks by Chain-Saw Machines Using the PROMETHEE Technique. *Rudarsko-geološko-naftni zbornik*, 2021, 36. <https://doi.org/10.17794/rgn.2021.1.3>
24. MORRELL, A., NARASIMHAN, S., ROWE, H., MAINALI, P.: Characterization of Sub-Log Scale Variability in Mudstones and the Effects of Variable Sampling Scales on High Resolution Models; Examples From Bone Spring Formation, West Texas. Paper presented at the SPE/AAPG/SEG Unconventional Resources Technology Conference, Austin, Texas, USA, July 2017. <https://doi.org/10.15530/URTEC-2017-2695114>
25. OKAWA S., OHOKA M., FUNATO A.: Application of hardness tester to rock specimens. In: Proceedings of the 29th symposium of rock mechanics, 1999, 256-260.
26. RASTI, A., RANJKESH ADARMANABADI, H., SAHLABADI, M. R.: Effects of Controllable and Uncontrollable Parameters on Diamond Wire Cutting Performance Using Statistical Analysis: A Case Study. *Rudarsko-geološko-naftni zbornik*, 2021, 36. <https://doi.org/10.17794/rgn.2021.4.3>
27. SONNENFELD, M. D., OHLSON, C., ZAHM, C., ODEGARD, M. E.: The Impact of Multiple, Thin Bentonites on Proppant Placement and Effective Fracture Continuity Within the Niobrara Formation, Weld County, Colorado. Unconventional Resources Technology Conference, San Antonio, Texas, USA, 20-22 July 2015. <https://doi.org/10.15530/URTEC-2015-2171548>
28. VERWAAL W., MULDER A.: Estimating rock strength with the Equotip hardness tester. *Int J Rock Mech Min Sci Geomech Abstr*, 1993, 30(6), 659-662.
29. VILES H., GOUDIE A., GRAB S., LALLEY J.: The use of the Schmidt Hammer and Equotip for rock hardness assessment in geomorphology and heritage science: a comparative analysis. *Earth Surf Proc Land*, 2011, 36(3), 320-333.
30. YARI, M., BAGHERPOUR, R.: Investigating an Innovative Model for Dimensional Sedimentary Rocks Characterization Using Acoustic Frequencies Analysis During Drilling. *Rudarsko-geološko-naftni zbornik*, 2018, 33, 17-25. <https://doi.org/10.17794/rgn.2018.2.2>
31. YILMAZ N.: The influence of testing procedures on uniaxial compressive strength prediction of carbonate rocks from Equotip hardness tester (EHT) and proposal of a new testing methodology: Hybrid dynamic hardness (HDH). *Rock Mech Eng*, 2013, 46(1), 95-106.
32. YILMAZ N. G., GOKTAN R. M.: Analysis of the Leeb Hardness Test Data Obtained by Using Two Different Rock Core Holders. *Journal of Natural and Applied Sciences*, 2018, 2, 24-31. <https://doi.org/10.19113/sdufbed.28343>