

Applikationsinformation

Mikroskopie

VELOMETinterphako®

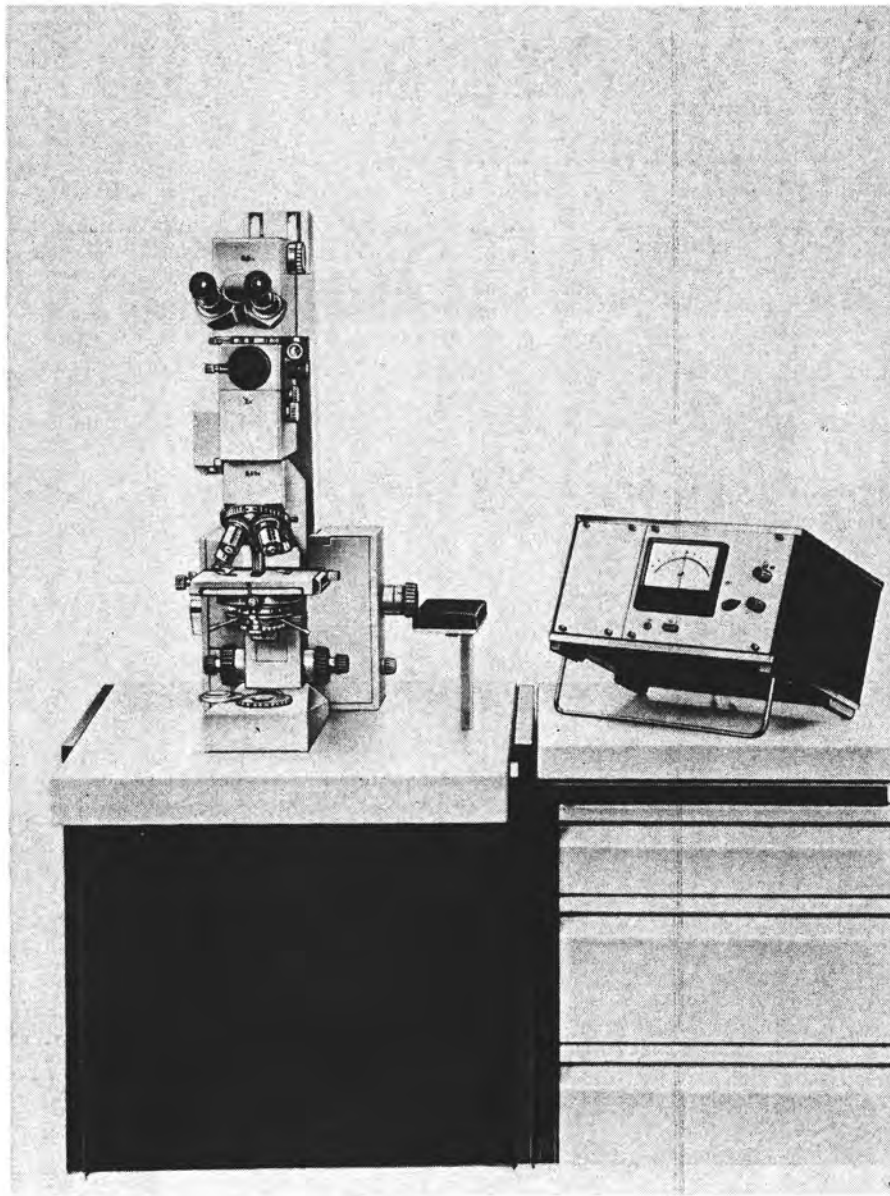
**Interferenzmikroskop
für objektive
Gangunterschiedsmessungen**

JENOPTIK JENA GmbH · DDR

Deutsche Demokratische Republik

Fernsprecher: Jena 83 0 · Fernschreiber: Jena 058 86122

Druckschriften Nr. 30 - A 315 - 1



Inhaltsverzeichnis

	Seite
1. Beschreibung des Gerätes	3
2. Verfahren	7
3. Applikationstabellen	11
4. Applikationsbeispiele	19
5. Weiterführende Literatur	40

1. Beschreibung des Gerätes

VELOMET interphako.a und VELOMET interphako.d sind Interferenzmikroskope die die objektive Messung von Gangunterschieden an Phasenobjekten ermöglichen.

Außerdem können photometrische Messungen transparenter bzw. regulär reflektierender Objekte durchgeführt werden.

Das VELOMET interphako.d ist das Mikroskop für objektive Gangunterschiedsmessungen im Durchlicht und enthält als Grundgerät das PERAVAL interphako.

Das VELOMET interphako.a ist das Mikroskop für objektive Gangunterschiedsmessungen im Auflicht und enthält als Grundgerät das EPIVAL interphako.

Die bisher bei interferometrischen Untersuchungen erreichten Reproduzierbarkeiten der Meßergebnisse werden mit dem VELOMET interphako bei wesentlich kürzeren Meßzeiten entscheidend erhöht.

Manche interferometrischen Meßaufgaben konnten mit Interphakomikroskopen z.B. wegen zu starker Streuung der Meßwerte an Objekten geringster Schichtdicke oder starker Strukturierung oder zu langer Meßzeiten an zeitlich schnell veränderlichen lebenden Objekten nicht gelöst werden.

Mit dem VELOMET interphako ist eine sichere Bewältigung dieser Probleme möglich.

Dank der objektiven Anzeige des Interferenzzustandes hängt die Reproduzierbarkeit der Meßergebnisse nicht mehr von der Übung oder dem Ermüdungszustand des Beobachters ab. Als Indikator dient bei der Messung der Zeigerausschlag eines elektrischen Meßinstrumentes.

Aus den genannten Vorteilen resultiert eine starke physische und psychische Entlastung des Beobachters und die Möglichkeit der Auslastung des Gerätes über den vollen Arbeitstag.

Unter günstigen Bedingungen ist mit dem VELOMET interphako eine Reproduzierbarkeit der Gangunterschiedsmeßwerte auf 0,5 nm möglich (homogenes Objekt mit $\Delta \leq 45$ nm, kleine Bild-

aufspaltung). Im allgemeinen entspricht die Standardabweichung der Einzelmessung s mit dem VELOMET interphako der des Standardfehlers des Mittelwertes s_m einer visuell ausgeführten Meßreihe von 10 Einzelmessungen.

Als Grundgerät für das VELOMET interphako kann auch das mit der Ergänzungseinheit Interphako ausgerüstete AMPLIVAL pol eingesetzt werden, so daß interferometrische Probleme der Polarisationsmikroskopie am gleichen Gerät vorteilhaft gelöst werden können.

An das VELOMET interphako läßt sich der Heiztisch $-20^{\circ} \dots +80^{\circ} \text{ C}$ und die Heizkammer 400° C ansetzen.

Damit lassen sich Brechzahlverläufe in Abhängigkeit von der Temperatur bestimmen.

Arbeitstisch

Auf einem Arbeitstisch mit schwingungsgedämpft gelagerter Tischplatte ist beim VELOMET interphako.a das EPIVAL interphako, beim VELOMET interphako.d das PERAVAL interphako durch Schraubverbindung befestigt.

Zur bequemen Bedienung der Meßtrommel des Interferometers ist eine einstellbare Armstütze auf dem Arbeitstisch angebracht.

Der reproduzierbaren Beleuchtung der Objekte dient eine auf dem Tisch montierte umschaltbare Beleuchtungseinrichtung.

An dieser ist rückwärtig eine werkzentrierte Halogenleuchte 6V 20W angesetzt, die aus einem im Tisch eingebauten elektrischen Versorgungsgerät gespeist wird.

Zwei Schalter dienen zum Einschalten der halben oder vollen Lichtstärke der Leuchte.

Seitlich an der Beleuchtungseinrichtung lassen sich mittels Bajonett Hochleistungsleuchten ansetzen.

Das Licht jeder dieser Leuchten kann durch Betätigen eines Umschalters in den Auf- oder Durchlichtstrahlengang gelenkt werden. Außerdem ist gleichzeitig Durchlichtbeleuchtung mit der Halogenleuchte 6V 20W und Auflichtbeleuchtung mit einer angesetzten Hochleistungsleuchte möglich.

Die Grundgeräte der MIKROVAL-Reihe, das EPIVAL und PERAVAL, sind mit Hilfe eines Zwischenabbildungssystems und Interferometers nach Mach-Zehnder in die Interferenzmikroskope EPIVAL interphako und PERAVAL interphako wandelbar.

Beide Mikroskope arbeiten mit auf unendliche Bildweite korrigierten Planachromaten mit den Vergrößerungen und Aperturen 6,3x/0,12; 12,5x/0,25; 25x/0,50; 50x/0,80 ⁺⁾ ; HI 100x/1,30.
⁺⁾ bei Durchlicht anstelle 50x/0,80; 63x/0,80.

Die Objektive sind in einen Revolver mit 5 einzelnen zentrierbaren Objektivanschlüssen eingeschraubt.

Zur Objektbeleuchtung dient im Durchlicht ein apl.achr. Kondensor 0,8, bei dem in die beleuchtungsseitige Brennebene wahlweise eine verstellbare Spaltblende, spezielle Gitterblenden oder Ringblenden eingesetzt werden können.

Für die Auflichtbeleuchtung ist im Träger EPIVAL ein besonders geformtes Prisma eingebaut, das störende Reflexe beseitigt.

Zur Objekthalterung und -bewegung dient bei beiden Mikroskopen ein drehbarer Kreutztisch E 2.

Die Beobachtung der mikroskopischen Bilder erfolgt im Normalfall mit einem binokularen geraden Tubus, der die vorgesehenen Okulare PK 12,5x (16) oder PK 8x (18) aufnimmt.

Zur Objektivierung der Interferenzmessungen werden die Mikroskope durch eine optische Anpassung, einen Modulator, einen SEV-Meßkopf und ein elektronisches Vorschaltgerät ergänzt.

Die optische Anpassung wird auf den oberen Ausgang des Grundkörpers In/Ph gesetzt und dient zur Trennung des Lichtes der gemessenen Objektstelle von dem des übrigen Bildes.

Zu diesem Zwecke kann eine der 3 kleinen quadratischen Meßfeldblenden in den Strahlengang eingeschaltet werden.

Die Kantenlängen a der Blenden sind jeweils um den Faktor 2 abgestuft und haben, auf die Objektebene bezogen, die Größe:

$$a_n = \frac{b_n}{\Gamma'_{Ob}}$$

mit $b_1 = 70,7 \mu\text{m}$, $b_2 = 100 \mu\text{m}$, $b_3 = 141,4 \mu\text{m}$ und Γ'_{Ob} = Objektvergrößerung.

Dadurch ergibt sich als Minimalwert der Kantenlänge des Meßfeldes $0,7 \mu\text{m}$, als Maximalwert $22,5 \mu\text{m}$ bei einem Tubusfaktor des Gesamtgerätes mit der optischen Anpassung von 1x.

Am Schnellwechsler der optischen Anpassung ist ein binokularer Tubus ansetzbar. Die eingeschaltete Meßfeldblende erscheint im Sehfeld der Okulare als kleines schwarzes Quadrat. Das Licht gelangt auf den im Meßkopf eingebauten 10-stufigen SEV und wird in ein elektrisches Signal umgewandelt.

Der Meßkopf ist an seiner Säule befestigt, die auf der Beleuchtungseinrichtung angeschraubt ist.

Der Modulator enthält eine Halbschattenplatte mit der als Quadrant ausgebildeten Phasenstufe. Durch einen elektrodynamischen Antrieb führt die in der Zwischenbildebene des Grundkörpers eingeschobene Halbschattenplatte Schwingungen senkrecht zur optischen Achse aus.

Das elektronische Vorschaltgerät versorgt den SEV mit stabilisierter Hochspannung, die zwecks Empfindlichkeitsänderung von 700V auf 950V umschaltbar ist. Sie liefert weiterhin die Antriebsspannung des Modulators und verstärkt die vom SEV kommenden Signale.

Das verstärkte Signal wird phasenabhängig gleichgerichtet und mittels Meßinstrument angezeigt.

Es besteht weiterhin die Möglichkeit, das Signal mittels Kompensationsbandschreiber zu registrieren, oder mittels Kopfhörer die Abgleichstellung des Interferometers zu beurteilen.

2. Verfahren

Das VELOMET interphako dient vor allem zum rationellen Messen von Gangunterschieden mikroskopischer Objekte im Durch- und Auflicht.

Weiterhin dient es zur

Bearbeitung einfacher photometrischer Probleme im Durch- und Auflicht.

Darüber hinaus bleiben alle visuellen mikroskopischen Möglichkeiten, die die Interferenzmikroskopie bietet, voll erhalten.

Das VELOMET interphako•a gestattet die Durchführung folgender Untersuchungsverfahren im Auflicht:

- Auflicht Hellfeld
- Shearingverfahren mit differentieller Bildaufspaltung (Interferenzkontrast) vorwiegend als Kontrastverfahren
- Shearingverfahren mit totaler Bildaufspaltung, vorwiegend als Meßverfahren
- mit Interferenzstreifen und
- im homogenen streifenfreien Feld
- Interphakoverfahren als Kontrast- und Meßverfahren

Die Beleuchtung kann mit weißem und monochromatischem (Interferenzfilter) Licht erfolgen.

Bei monochromatischer Beleuchtung ist das Arbeiten mit einem Beleuchtungsgitter möglich und zu empfehlen.

Es können folgende subjektive Meßverfahren durchgeführt werden:

- Shearingverfahren, totale Bildaufspaltung, Interferenzstreifen
- Shearingverfahren, totale Bildaufspaltung, streifenfreies Feld
- Interphakoverfahren
alle bei

- Beleuchtung mit weißem oder
- monochromatischem Licht.
- Es ist die
- Messung von Umgebung zu einem Teilbild
oder in vielen Fällen
- Messung von einem zum anderen Teilbild möglich.

Im monochromatischen Licht kann man außerdem

- die Quasi-Halbschattenmethode (Abgleich der Helligkeit des ersten Teilbildes mit der Umgebung, danach Abgleich der Helligkeit des zweiten Teilbildes mit der Umgebung) und
- die Halbschattenmethode anwenden.

Die objektiven Meßverfahren stellen eine Modifikation der Halbschattenmethode dar.

Dabei wird im

- Shearingverfahren mit totaler Bildaufspaltung und Interferenzstreifen, im
- Shearingverfahren mit totaler Bildaufspaltung im homogenen Feld sowohl im
- weißen Licht als auch im
- monochromatischen Licht gearbeitet.
- Es kann von der
- Umgebung zu einem Teilbild
oder in vielen Fällen
- von einem Teilbild zum anderen gemessen werden.

Die Messungen werden nach der

- Abgleichmethode - elektrische Anzeige des Helligkeitsabgleichs der beiden Halbschattenplattenbereiche durch Nullausschlag
- oder der

- Ausschlagmethode - Ausschlag des Zeigerinstrumentes ist bei kleinen Gangunterschieden ($\pm 45 \text{ nm}$) dem Gangunterschied direkt proportional

durchgeführt.

Mit dem VELOMET interphako können die für VELOMET interphako genannten Untersuchungs- und Meßverfahren durchgeführt werden. Zusätzlich ist mit Hilfe des sogenannten Einsatzes Ph die Durchführung von

- positivem Phasenkontrast
 - negativem Phasenkontrast mit verstärkter Kontrastwirkung und
 - zentralem Dunkelfeld
- möglich.

Durch Messung der Aufspaltungsgröße des Bildes ist mit beiden Geräten auch die Bestimmung kleiner lateraler Größen möglich. Dabei spielen Ort und Bewegungszustand des zu messenden Objektes nur eine untergeordnete Rolle, so daß auch bewegte Objekte gemessen werden können.

Durch eine kleine Veränderung der Justierung sind ebenfalls mit beiden Geräten photometrische Messungen möglich.

Das Meßprinzip der objektiven Messung ist von der Halbschattenmethode abgeleitet. Bei visueller Messung wird die Helligkeit zweier nebeneinanderliegender, durch die Kante der Phasenstufe einer Halbschattenplatte getrennter Bezirke des zu messenden Objektdetails zueinander abgeglichen.

Beim VELOMET interphako ist die Phasenstufe der Halbschattenplatte in der Form eines Quadranten mit einem Gangunterschied von $\approx \lambda/2$ ausgebildet. Die Halbschattenplatte wird in der Zwischenbildebene des Grundkörpers In/Ph angeordnet und erscheint gleichzeitig mit dem Objekt scharf.

Ein elektrodynamischer Antrieb versetzt die Halbschatten-

platte in Schwingungen. Dabei überdeckt ihr wirksamer Bereich mit der Frequenz von 330 Hz einen Teil des Bildes und gibt ihn wieder frei. Diesen Bereich bildet die nachfolgende Optik des Grundkörpers in die Meßfeldblende der optischen Anpassung ab.

Ist zwischen beiden Gebieten der Halbschattenplatte ein Helligkeitsunterschied vorhanden, so wird die Meßfeldblende von einem pulsierenden Lichtstrom durchsetzt und dieser vom SEV in ein elektrisches Wechselsignal verwandelt.

Das Vorschaltgerät verstärkt den Wechselanteil des Signals und richtet ihn phasenabhängig gleich. An einem elektrischen Meßinstrument gelangt er zur Anzeige. Dabei ist der Zeigerausschlag um so größer, je größer der Helligkeitsunterschied beider Halbschattenplattenbereiche ist.

Verstellt man die Meßschraube des Interferometers in die entsprechende Richtung, so wird der hellere Teil der Halbschattenplatte dunkler, der dunklere heller. Bei einer bestimmten Einstellung haben beide Halbschattenplattenbereiche gleiche Helligkeit. In diesem Falle fehlt der Wechselanteil des Signales und das Meßinstrument zeigt den Ausschlag "0" (Abgleich der Halbschattenplatte).

Bei weiterem Drehen der Meßschraube kehrt sich der Zeigerausschlag um.

Bei Messung nach der Abgleichmethode wird der Abgleich sowohl für die Nachbarschaft des Objektes, als auch für die interessierende Objektstelle durchgeführt und die beiden zugehörigen Meßschraubenstellungen abgelesen. Die Differenz beider Einstellungen ist dem gemessenen Gangunterschied proportional. Die jeweiligen Objektstellen bringt man dabei mit Hilfe des Kreutztisches an den Ort der Meßfeldblende. Bei sonst gleicher Einstellung des Mikroskops ist jedem Gangunterschied ein bestimmter Zeigerausschlag zugeordnet.

Bis zu Gangunterschieden von $\approx \pm 45$ nm ist die Zuordnung nahezu linear, so daß der Gangunterschied dem Zeigeraus-

schlag direkt proportional ist. Die daraus abgeleitete Meßmethode wird Ausschlagmethode genannt. Sollen Gangunterschiede $> \lambda/2$ gemessen werden, so ist eine Beobachtung des Objektes zur Bestimmung der Interferenzordnung erforderlich. Dabei würde der ständige Wechsel zwischen Objektbeobachtung und Instrumentenablesung stören.

In diesem Fall kann man mit einem Kopfhörer, der zusätzlich bezogen werden kann, das Verschwinden des Wechselanteils des Signales in der Abgleichstellung durch Einstellen des Tonminimums mit nahezu derselben Empfindlichkeit wie mit dem Meßinstrument beurteilt werden.

Zeitlich sich ändernde Gangunterschiede - z.B. in sich entwickelnden Zellen - können mit Hilfe eines Kompensationsbandschreibers direkt registriert werden, wenn die Änderung etwa 90 nm nicht übersteigt und das Gerät entsprechend temperiert ist. Für größere Gangunterschiede ist eine Zuordnung über entsprechende Eichkurven möglich, wenn man einen überschaubaren Verlauf in den Gangunterschieden voraussetzt (Periodizität in λ). Siehe dazu Meßbeispiel 7.

Bei photometrischen Messungen wird anstelle des durch die Halbschattenplatte induzierten interferometrischen Helligkeitsunterschiedes eine kleine Maske auf der Halbschattenplatte angeordnet und hierdurch ein konstanter Helligkeitsunterschied vorgegeben; damit wird der Zeigerausschlag von der Intensität in der Hellphase des Modulationsvorganges abhängig.

3. Applikationstabellen

Nachstehende Tabellen stellen einige Anwendungsmöglichkeiten des VELOMET interphako•a und d zusammen.

Dabei sind die Möglichkeiten der Gangunterschiedsmessung und Kontrastierung berücksichtigt. Die photometrischen Möglichkeiten sind nicht in den Tabellen enthalten.

VELOMET interphako.a

Objektart	Aussage über	Methode	Anwendungsgebiet
polierte Glas- oberflächen	• Gestalt und Größe von Ätzgruben als Hinweis auf Strukturänderungen beim Polieren	• differentielle Bild- aufspaltung	Glasindustrie
Beugungsgitter Fresnellinsen	• Prüfung der Gleich- mäßigkeit der Gitter- teilung bei Gittern mit $\leq 1500 \text{ lin/mm}$ bei Gittern mit $\leq 500 \text{ lin/mm}$ Erkennen von Gestalt- unterschieden der Furchen	• laterale Bildaufspal- tung um eine oder mehrere Gitterkonstan- ten • differentielle und totale Bildaufspaltung	optische Industrie
Foto- und Lack- schichten	• Dicke der Schicht • Mikrorelief der Ober- fläche (Kantensauberkeit und -überhöhungen)	• totale Bildaufspaltung • <u>Abgleichmethode</u> • totale und differen- tielle Bildaufspaltung	Dünnschichttechnik Fotolithographie Mikroelektronik
opake und trans- parente Aufdampf- schichten auf Glas- (teilweise Untersuchungen im Durchlicht erfor- derlich) Metall-, Halbleiter- und anderen polierten bzw. anderen glatten Ober- flächen	• Messung der Schicht- dicke	• totale Bildaufspaltung • Abgleichmethode bei Schichten $< 20 \text{ nm}$ • Ausschlagmethode • häufig besondere Prä- paration erforderlich	Dünnschichttechnik Mikroelektronik

Objektart	Aussage über	Methode	Anwendungsgebiet
Siliziumein- kristallschei- ben u.ä. Materialien	• Wachstumsstörungen • Gitterstapelfehler	differentielle und totale Bildaufspaltung	Herstellung und Bearbeitung von Siliziumeinkri- stallen und -scheiben
	Neigung der Flächen- elemente von Ätzgru- ben und Stapelfehlern • Mikrogüte der Oberflä- che, wie Kratzer und Narbigkeit	• differentielle Bild- spaltung und Messung • kleiner lateraler Größen • differentielle bis totale Bildaufspaltung • differentielle, vor- wiegend totale Bildauf- spaltung • Abgleichmethode, bei ge- ringen Tiefen und Aus- schlagmethode ev. Registrierung mit Kom- pensionsbandschreiber	Mikroelektronik
reflektierende glatte Metall- oberfläche	• Ätzverhalten (chemi- sches und thermisches) • Korrosionsverhalten • Geometrie von Ätzfi- guren	• totale differentielle Bildaufspaltung • Längenmessungen mit Okularmeßplatte	Metallographie Chemie
	• Oberflächenrelief, be- sonders bei Materialien mit unterschiedlich har- ten Bestandteilen	• differentielle Bildauf- spaltung • Interphako (qualitative Kontrastverfahren)	Metallographie
	• Abtragungsmechanismus bei Oberflächenfeinbearbei- tung (z.B. Läppen) durch Richtungs- und Tiefenver- teilung von Bearbeitungs- spuren	differentielle Bildauf- spaltung, höchste Vergrößerungen	Technologie

Objektart	Aussage über	Methode	Anwendungsgebiet
polierte Kera- mikoberflächen	Strukturen der Oberfläche	• differentielle Bild- aufspaltung • spezielle Präparations- verfahren	Keramische Industrie
Schallplatten Videoaufzeich- nungen	• Sauberkeit der Furchen • Deformationen am Furchen- rand • Modulationstiefe • Übersprecheffekte bei Stereoaufzeichnungen • Abnutzungsspuren, ver- ursacht vom Schneid- werkzeug	• totale, sorgfältig auf das Objekt abgestimmte • besondere Objekthalte- rung (mit Kippmöglich- keit) • unter Umständen beson- dere Präparation	Schall- und Video- plattentechnologie und -kontrolle
<u>VELOMET interphako.d</u>			
Histologische Präparate	• Dicke • Brechzahl • Trockenmasse	• Totale Bildaufspaltung, u.U. besondere Präpa- ration erforderlich • <u>Abgleichmethode</u> • u.U. Interphako (ohne objekt. Anzeige)	Biologie, Medizin
	• Struktur	• differentielle Bildauf- spaltung (Interferenz- kontrast) - Interphako, Phasenkon- trast pos. und neg.	
Zytologische Präparate (fixiert)	• Dicke • Brechzahl • Trockenmasse	• totale Bildaufspaltung • teilweise besondere Prä- paration erforderlich • <u>Abgleichmethode</u>	Biologie, Medizin

Objektart	Aussage über	Methode	Anwendungsgebiet
		• bei geeigneter Einbettung und kleinen Gangunterschieden auch <u>Ausblägmethode</u> • u.U. Interphako (ohne objekt. Anzeige)	
	• Struktur	• differentielle Bildaufspaltung (Interferenzkontrast) Interphako, Phasenkontrast pos. und neg.	
Zytologische Präparate (lebend)	• (Dicke) • Brechzahl • Brechzahländerungen zur Bestimmung von Stoffwechselvorgängen • Trockenmasse und deren Veränderung	• totale Bildaufspaltung • teilweise besondere Präparation erforderlich • u.U. Interphako (ohne objekt. Anzeige) • <u>Abgleichmethode</u> bei Einbettungsmittel mit dem Objekt angepaßter Brechzahl • <u>Ausschlagsmethode</u> und Registrierung der zeitlichen Gangunterschiedsänderung	Biologie, Medizin
	• Struktur	differentielle Bildaufspaltung Interphako Phasenkontrast pos. und neg.	

Objektart	Aussage über	Methode	Einsatzgebiet
Elektronen- mikroskopische Trägerfolien	Dicke der Folie	totale Bildaufspaltung <u>Abgleichmethode</u> oder <u>Ausschlagmethode</u>	Biologie Medizin
Ultradünn- schnitte	Dicke der Schnitte zur räumlichen Rekonstruk- tion des Objektes	totale Bildaufspaltung <u>Abgleichmethode</u> oder <u>Ausschlagmethode</u>	Biologie Medizin
Flüssigkeiten (ml) $2 \cdot 10^{-4}$ sind noch ausrei- chend	• Brechzahl • Dispersion	• Einrichtung für mikro- skopische Refraktometrie • totale Bildaufspaltung, Gitterbeleuchtung • <u>Abgleichmethode</u>	Chemie Mineralogie Biologie Medizin
Transparente Aufdampfungs- schichten	• Dicke • Brechzahl	• totale Bildaufspaltung • <u>Abgleichmethode</u> • bei Schichten mit Gang- unterschied 45 nm Ausschlagmethode	Dünnschichttechnik optische Industrie Mikroelektronik
Transparente Lackschichten	• Dicke • Brechzahl	• totale Bildaufspaltung • <u>Abgleichmethode</u> (überwiegend)	Dünnschichttechnik optische Industrie Mikroelektronik
Fotoemulsionen	Gelatinerelief	totale und differen- tielle Bildaufspaltung	Chemie Mikroelektronik

Objektart	Aussage über	Methode	Einsatzgebiet
Glas- und Mineralstaub	• Brechzahl (bedingt auch Doppelbrechung) • Dispersion	• totale Bildaufspaltung • Einrichtung für mikroskopische Refraktometrie • Heiz- und Kühltisch • (Polarisationsfilter als Polarisator)	Glasindustrie Keramische Industrie Kriminalistik Mineralogie
Mineralstaubgemische	• Klassifizierung des Gehaltes an verschiedenen Bestandteilen • Reinheitsuntersuchungen	• neg. Phasenkontrast • pos. Phasenkontrast • zentrales Dunkelfeld • u.U. Polarisationsfilter als Polarisator • Farbinmersionemethode	Mineralogie Keramische Industrie Kriminalistik (Bodenproben)
Glas- und Kunststofffasern	• (Durchmesser) • Brechzahl (bedingt auch Doppelbrechung)	• totale Bildaufspaltung • teilweise Polarisationsfilter • <u>Abgleichmethode</u> • teilweise Messung kleiner lateraler Größen	Faserindustrie optische Industrie Glasindustrie
optische Speichermedien	• Gangunterschiedsänderungen durch • Informations-speicherung	• totale Bildaufspaltung • vorwiegend <u>Ausschlag-</u> auch • <u>Abgleichmethode</u>	Grundlagenforschung

Objektart	Aussage über	Methode	Einsatzgebiet
Glas	• Brechzahlgradienten • Feinschlierigkeit • Schlierenuntersuchungen	• vorwiegend differen- tielle auch • totale Bildaufspaltung • u.U. <u>Ausschlagmethode</u> • häufig sehr spezielle Präparation erforder- lich	Glasindustrie optische Industrie
Kunststoffe	• Brechzahlgradienten durch Diffusionsvor- gänge verursacht	wie oben	Chemie Kunststoff- industrie
Kristalle	• Wachstumsvorgänge • Lösungsvorgänge • Ätzverhalten • Neigungswinkel von Flächenelementen	• differentielle und totale Bildaufspaltung eventuell • modifizierte <u>Ausschlagmethode</u> • mit Registrierung • diff. Bildaufspaltung • Messung kleiner latera- ler Größen	Chemie Kristall- lographie
bewegte und ruhende Objekte	• die Größe und Größen- verteilung unabhängig von der Lage des Objek- tes im Feld	• Messung kleiner lateraler Größen	Biologie

4. Applikationsbeispiele

In den folgenden Beispielen sind einige Anwendungsfälle für verschiedene, mit dem VELOMET interphako durchführbare Verfahren und die wichtigsten Meßbedingungen beschrieben. Bei einigen Beispielen sind die objektiv gewonnene Werte den visuell gewonnenen gegenübergestellt.

Die Messungen wurden von mehreren, normal geübten Beobachtern durchgeführt.

1. Beispiel

Messung des Gangunterschiedes einer Magnesiumfluorid-Stufe in Kanadabalsam

Ziel der Messung: Es ist zu prüfen, wie genau der geforderte Gangunterschied von $\lambda/4$ für die Wellenlänge $\lambda = 550 \text{ nm}$ ($137,5 \text{ nm}$) eingehalten ist.

Durchführung: Mit Shearingverfahren. Es werden verschiedene Methoden (z.B. mit Interferenzstreifen und im homogenen Feld, beides subjektiv und objektiv) hinsichtlich Meßwerte und Standardabweichung miteinander verglichen.

Meßbedingungen: Gerät: VELOMET interphako•d

Objektiv: Planachromat 12,5x/0,25 oo/0,17

Interferenzverfahren: Shearing-Verfahren mit totaler Bildaufspaltung

Spaltblende

1. homogenes Feld

2. Interferenzstreifen im Feld

Meßfeldblende (für objektive Messung): mittlere Größe

($\approx 8 \mu\text{m}$ Kantenlänge im Objekt)

Einstellung des Vorschaltgerätes: 700 V, $\approx \pm 40$ Skt Ausschlag bei Verstellung der Meßtrommel um eine Wellenlänge

Messung in der 1. Ordnung

Skalenkonstante K der Meßtrommel: 5,15 nm/Skt

Bei der Messung wurde exakt an derselben Objektstelle gemessen.

1.1. Messung im homogenen Feld

Umrechnung Skt. in nm:

$$\Delta \text{ (nm)} = K \cdot \Delta \text{ (Skt)}$$

1.1.1. visuell

Messung	Stellung d.	Meß- trommel	$\Delta \text{ (Skt)}$	$\Delta \text{ (nm)}$	$\delta \Delta$	$(\delta \Delta)^2$
1	a	b				
1	30,5	57,0	26,5	136,5	-0,5	0,25
2	31,5	58,5	27,0	139,1	+2,1	4,41
3	33,0	59,5	26,5	136,5	-0,5	0,25
4	35,0	63,0	28,0	144,2	+7,2	51,84
5	37,0	63,0	26,0	133,9	-3,1	9,61
6	37,5	63,5	26,0	133,9	-3,1	9,61
7	37,5	63,5	26,0	133,9	-3,1	9,61
8	37,0	64,0	27,0	139,1	+2,1	4,41
9	38,0	64,5	26,5	136,5	-0,5	0,25
10	37,5	64,0	26,5	136,5	-0,5	0,25
				$\bar{\Delta} = 137,0$	$\Sigma(\delta \Delta)^2 = 90,49$	

Standardabweichung der Einzelmessung Δ

$$S = \pm \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\delta \Delta)_i^2}{n-1}} = \pm \sqrt{\frac{90,49 \text{ nm}^2}{9}} = \pm 3,2 \text{ nm}$$

Standardfehler des Mittelwertes $\bar{\Delta}$

$$S_m = \frac{S}{\sqrt{n}} = 1,0 \text{ nm}$$

$$\bar{\Delta} = (137,0 \pm 0,9) \text{ nm}$$

1.1.2. objektiv

Messung	Stellung	Meß-	Δ (Skt)	Δ (nm)	$\delta\Delta$	$(\delta\Delta)^2$
i	a	der trommel b				
1	44,5	71,0	26,5	136,5	0	
2	45,0	71,5	26,5	136,5	0	
3	46,0	73,0	27,0	139,6	+ 2,6	6,76
4	47,5	74,0	26,5	136,5	0	
5	48,5	75,0	26,5	136,5	0	
6	49,0	75,5	26,5	136,5	0	
7	49,5	76,0	26,5	136,5	0	
8	50,0	76,5	26,5	136,5	0	
9	51,5	77,5	26,0	133,9	- 2,6	6,76
10	51,5	78,0	26,5	136,5	0	
			$\bar{\Delta} = 136,5$	$\Sigma(\delta\Delta)^2 = 13,52$		

Standardabweichung der Einzelmessung Δ

$$S = \pm \sqrt{\frac{13,52}{9}} = \pm 1,2 \text{ nm}$$

Standardfehler des Mittelwertes $\bar{\Delta}$

$$S_m = \frac{S}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{13,52}{90}} = 0,4 \text{ nm}$$

$$\bar{\Delta} = (136,5 \pm 0,4) \text{ nm}$$

1.2. Messungen mit Interferenzstreifen

1.2.1. visuell

Messung	Stellung der	Meß- trommel	Δ (Skt)	Δ (nm)	$\delta \Delta$	$(\delta \Delta)^2$
i	a	b				
1	33,5	59,0	25,5	131,3	- 6,0	36,00
2	33,5	61,0	27,5	141,6	+ 4,3	18,49
3	33,0	59,5	26,5	136,5	- 0,8	0,64
4	33,5	60,0	26,5	136,5	- 0,8	0,64
5	34,5	61,5	27,0	139,1	+ 1,8	3,24
6	34,0	60,5	26,5	136,5	- 0,8	0,64
7	34,0	61,0	27,0	139,1	+ 1,8	3,24
8	35,0	61,5	26,5	136,5	- 0,8	0,64
9	34,0	61,5	27,5	141,6	+ 4,3	18,49
10	33,0	59,0	26,0	133,9	- 3,4	11,56
			$\bar{\Delta} = 137,3$		$\sum (\delta \Delta)^2 = 93,58$	

Standardabweichung der Einzelmessung

$$s = \pm \sqrt{\frac{93,58}{9}} = \pm 3,2 \text{ nm}$$

Standardfehler des Mittelwertes

$$s_m = \sqrt{\frac{93,58}{90}} = 1,0 \text{ nm}$$

$$\underline{\bar{\Delta} = (137,3 \pm 1) \text{ nm}}$$

1.2.2. objektiv

Messung	Stellung der	Meß- trommel	Δ (Skt)	Δ (nm)	$\delta \Delta$	$(\delta \Delta)^2$
i	a	b				
1	83,5	110,0	26,5	136,5	- 0,3	0,09
2	83,0	109,5	26,5	136,5	- 0,3	0,09
3	82,5	109,0	26,5	136,5	- 0,3	0,09
4	82,0	108,5	26,5	136,5	- 0,3	0,09
5	82,5	109,0	26,5	136,5	- 0,3	0,09
6	82,0	109,0	27,0	139,1	+ 2,3	5,29
7	82,5	109,0	26,5	136,5	- 0,3	0,09
8	82,0	109,5	26,5	136,5	- 0,3	0,09
9	83,0	109,5	26,5	136,5	- 0,3	0,09
10	84,0	110,5	26,5	136,5	- 0,3	0,09
			$\bar{\Delta} = 136,8$		$\Sigma(\delta \Delta)^2 = 6,10$	

Standardabweichung der Einzelmessung Δ

$$s = \pm \sqrt{\frac{6,1}{9}} = \pm 0,8 \text{ nm}$$

Standardfehler des Mittelwertes $\bar{\Delta}$

$$s_m = \sqrt{\frac{5,625}{90}} = 0,26 \text{ nm}$$

$$\underline{\bar{\Delta} = (136,8 \pm 0,26) \text{ nm}}$$

Bei dieser Messung wurde jeweils nur auf 0,5 Intervalle der Trommelteile abgelesen. Das Ergebnis zeigt, daß die mit allen Methoden gewonnenen Meßwerte im Rahmen der Standardabweichung übereinstimmen. Der Gangunterschied weicht um etwa - 1 nm vom geforderten Wert ab. Es ist zu erkennen, daß die Standardabweichung s der objektiv gewonnenen Einzelmessung mit

Standardfehler des Mittelwerts einer aus 10 Einzelmessungen bestehenden Meßreihe etwa übereinstimmt.

2. Beispiel

Bestimmung der Brechzahl an sehr kleinen Ölfractionen

Es handelte sich um eine extrahierte Ölfraction, die in intrazellulären Tropfen-Konglomeraten bei *Lophozia ventricosa* (Lebermoos) vorkommt.

Die nähere Bestimmung des Öls, z.B. seine Brechzahl, ist von taxonomischen Interesse.

Etwa $4 \cdot 10^{-4}$ ml Öl standen dabei zur Verfügung, zu wenig, um in einem herkömmlichen Refraktometer (z.B. Abbe-Refraktometer) Brechzahlmessungen durchführen zu können.

Mit dem Mikroskop-Refraktometer ist es möglich, solch kleine Mengen quantitativ auszuwerten.

Ziel der Messung: Brechzahlbestimmung der Ölfraction

Meßbedingungen:

Gerät: VELOMET interphako.d

Objektiv: PA 12,5x/0,25 ∞ /0,17

Interferenzbedingungen: totale Bildaufspaltung, Gitter-
blende 63, Interferenzfilter SIF 589

Skalenkonstante der Meßtrommel: 5,18 nm/Skt

Temperatur: 25° C

Daten der Einrichtung für mikroskopische Refraktometrie lt.

Prüfprotokoll, das jedem Gerät beiliegt:

Tiefe der Nut: $d = 17,368 \mu\text{m} \pm 5 \text{ nm}$

Brechzahl des Trägerglases: $n_D = 1,52160 \pm 0,00004$

Einstellung des Vorschaltgerätes: 700 V (SEV-Spannung)
 Ausschlag des Meßinstrumentes ± 40 Skt bei Verstellung der
 Meßtrommel um eine Wellenlänge.

Meßwerte: Visuell

$$\Delta = (126,4 \pm 0,7) \text{ nm}$$

Objektiv:

$$\Delta = (126,9 \pm 0,2) \text{ nm}$$

Brechzahl:

$$n_{01} = n_{D_{\text{Glas}}} + \frac{\Delta}{d}$$

$$\text{visuell: } n_{01} = 1,52160 + \frac{0,1264 \frac{\mu\text{m}}{17,368 \frac{\mu\text{m}}{\mu\text{m}}}}{\mu\text{m}} = 1,52888 \pm 0,00004$$

$$\text{objektiv: } n_{01} = 1,52160 + \frac{0,1269 \frac{\mu\text{m}}{17,368 \frac{\mu\text{m}}{\mu\text{m}}}}{\mu\text{m}} = 1,52891 \pm 0,00001$$

Durch die Unsicherheit von $n_{D_{\text{Glas}}}$ von $\pm 0,00004$ und d von
 $\pm 5 \text{ nm}$ ergibt sich bei der visuellen Messung:

$$n_{D_{01}} = 1,52888 \pm 0,00008$$

bei der objektiven Messung:

$$n_{D_{01}} = 1,52891 \pm 0,00005$$

Bei der objektiv durchgeführten Meßreihe liegen alle Meß-
 werte innerhalb einer Streubreite von $\pm 0,00001$ um den
 Mittelwert (Maximalwert 1,52899). Damit ist ein auf
 $\pm 0,00002$ sicherer Wert bei objektiven Messungen am einge-
 laufenden Gerät bereits mit einer Einzelmessung realisierbar,
 3. Messungen liefern bereits eine sichere Aussage.

3. Beispiel

Gang der Trockenmasse von Bakteriensporen während der Keimung

Ziel der Messung: Die zeitliche Änderung des Gangunterschiedes zwischen Sporen und umgebenden Kulturmedium war zu verfolgen. Den Gangunterschieden sind nach der LORENTZ-LORENZ-Beziehung Trockenmassen zugeordnet. Es gibt z.B. kein anderes Verfahren, die Dynamik der Hydratur lebender Bakterienzellen quantitative und zuverlässig zu erfassen [1] .

Meßbedingungen:

Objektiv: *Bacillus cereus* var. *mycoides*

Präparation: siehe [2] . Beginn der Keimung etwa 20 min nach dem Impfen und vorzugsweise in der Nähe der Luftblase.

Objektiv: PA HI 100x/1,30 oo/0,17

Interferenzverfahren: Shearingverfahren, Abgleichverfahren, Aperturblende voll geöffnet, Spaltblende, weißes Licht, Leuchtfeldblende so eingestellt, daß 16 mm in der Zwischenbildebene der optischen Anpassung ausgeleuchtet sind.

Meßfeldblende: kleinste Blende (Kantenlänge $\hat{=}$ 0,7 μ m im Objekt)

Einstellung des Vorschaltgerätes: SEV-Spannung 700 V,
Instrumentenausschlag $\pm$ 30 - 50 Skt
bei Verstellung der Meßtrommel um eine Wellenlänge.

Die Breite der (zylinderförmigen) Sporen wurde ihrer Dicke gleichgesetzt und mit dem Meßschraubenokular vermessen.

Messung und Auswertung:

Nach dem Impfen wurde jeweils eine Spore in möglichst kleinen Zeitintervallen hinsichtlich des Gangunterschiedes und der Dicke d vermessen.

Aus der LORENTZ-LORENZ-Beziehung [3] ist aus Δ und d die Brechzahl der keimenden Spore in Abhängigkeit von der Zeit t und die Konzentration C $\left[\frac{\text{Trockenmasse}}{\text{cm}^3} \right]$ zu ermitteln.

Aus C ergibt sich die prozentuale Trockenmasse, wenn man als spezifisches Gewicht der Bakterien-Biomasse $\rho = 1,35 \text{ g/cm}^3$ annimmt [2] .

Es ergaben sich folgende Werte als arithmetische Mittel einiger Meßreihen, die in Bild 1 dargestellt sind:

($t_0 \cong 22$ min nach der Impfung)

t	(min)	t_0	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5
	(nm)	163	159	151	95	63	52	47	44	43	42	42
d	(μm)	0,83	0,85	0,92	1,18	1,51	1,64	1,70	1,72	1,73	1,73	1,73
n		1,543	1,534	1,151	1,428	1,389	1,379	1,375	1,373	1,372	1,371	1,371
C	(g/cm^3)	1,14	1,12	0,99	0,53	0,31	0,25	0,24	0,23	0,22	0,21	0,21
TM	(%)	85	83	73,5	39	23	18,5	18	17	16	15,5	15,5

In den ersten 3 Spalten ist die Diagonale der Meßfeldblende etwas kleiner als der Sporendurchmesser, sodaß die gemessenen Gangunterschiede mit systematischen Fehlern behaftet sind.

Da jedoch der Gang der Trockenmasse hauptsächlich interessiert, und nicht der Absolutwert, sind diese Fehler vernachlässigt worden.

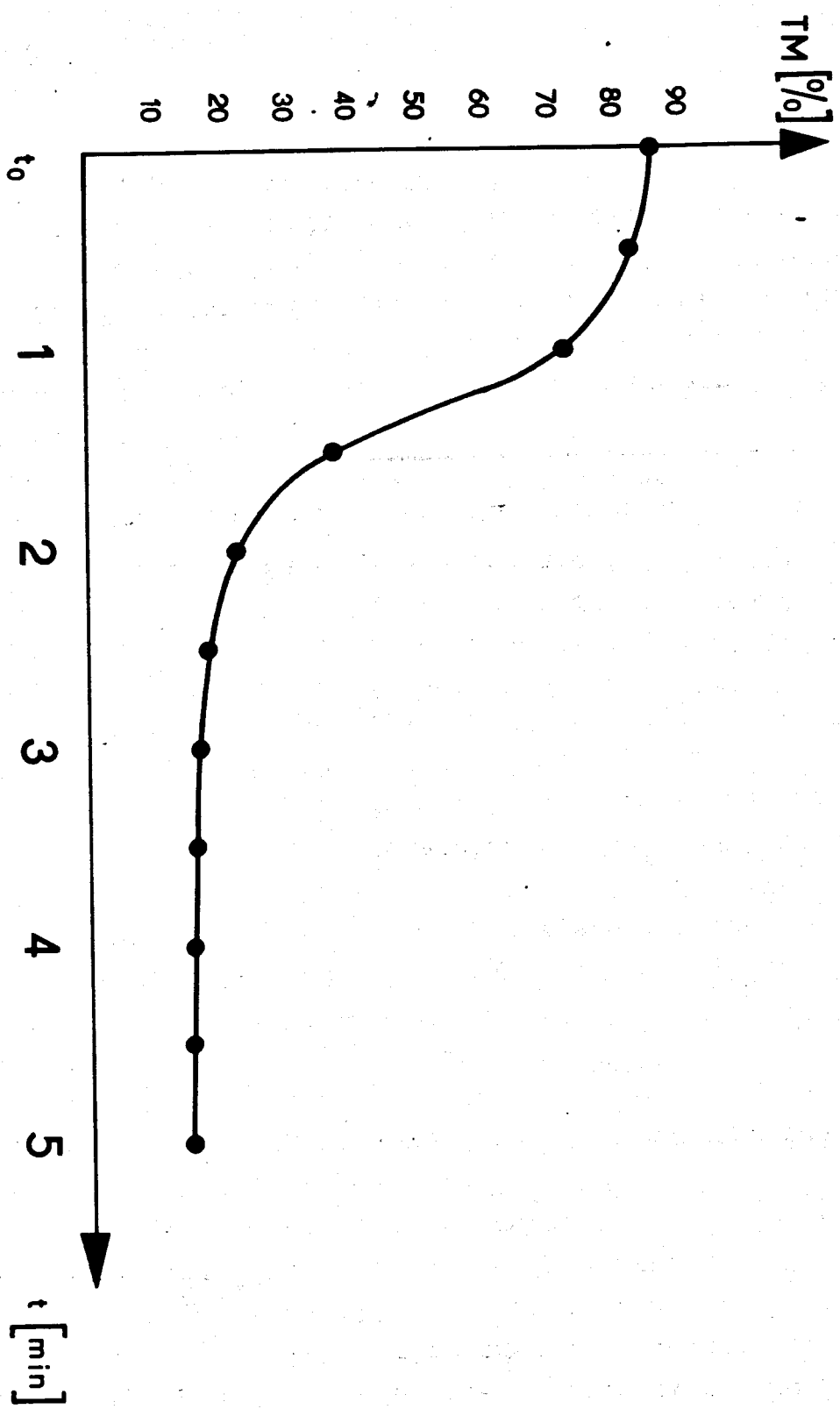


Bild 1

- [1] Gould, G.W., und
A. Hurst: The Bacterial Spore.
Academic Press, New York 1969

- [2] Leman, A.: Interferenzmikroskopische Be-
stimmung der Trockensubstanz von
Bakterien während der Sporenkei-
mung und Sporulation.
Jenaer Rundschau 5 (1973) 263-270

- [3] Barer, R.: Interference Microscopy and Mass
Determination. Nature 169 (1952)
366-67

- [4] Vöhringer, A., und
W. Maurer: Messung der spezifischen optischen
Streifenverschiebung bei interfe-
rometrischen Massenbestimmungen
von fixiertem Eiweiß und Nukle-
oprotein. Histochemie 25 (1971)
234-246

4. Beispiel

Bestimmung der Brechzahl einer sehr dünnen Magnesium- fluoridschicht

Die in den einschlägigen Tafelwerken angegebenen Brechzah-
len transparenter Medien beziehen sich stets auf kompaktes
Material. Für dünne Aufdampfschichten können sich davon ab-
weichende Werte ergeben, deren nähere Bestimmung dem Studium
der optischen Eigenschaften von Schichtmaterialien dient.

Durchführung: Zur Ermittlung der Brechzahl ist die Messung der Schichtdicke im Auflicht und des Gangunterschiedes im Durchlicht erforderlich. Um störende Einflüsse durch Interferenzen in der Schicht oder Phasensprünge an Grenzschichten auszuschalten, ist eine teilweise Überdampfung mit einem reflektierenden Metallbelag erforderlich.

Dadurch entstehen optimale Meßbedingungen.

Der Gangunterschied im Durchlicht war so klein, daß die Stufe nur mit Mühe lokalisiert werden konnte. Eine visuelle Messung ist unter diesen Bedingungen nicht mehr sinnvoll.

Hier kommen die Vorteile der Ausschlagmethode des VELOMET interphako und die Möglichkeit der Erweiterung des Auflichtinterferenzmikroskopes für Durchlichtuntersuchungen voll zur Geltung.

Meßbedingungen: Gerät: VELOMET interphako•a mit Zusatzeinrichtung für Durchlicht

Objektiv: Planachromat 12,5x/0,25 oc. 17

Interferenzbedingungen: totale Bildaufspaltung, 0,25 mm in der Zwischenbildebene der optischen Anpassung, weißes Licht, homogenes Feld

Auflicht: Spalt 64, Aperturblendenstellung 9, Leuchtfeldblende auf 16 mm in der Zwischenbildebene der optischen Anpassung geöffnet ($\approx$ Sehfeld des Okulares PK 12,5x)

Durchlicht: Spaltbreite 0,25 mm in der Zwischenbildebene der optischen Anpassung, Aperturblende 10, Leuchtfeldblende wie bei Auflicht

Skalenkonstante: 5,18 nm/Skt

Meßfeldblende: mittlere Blende ($\approx$ 8 μ m in der Objektebene)

Einstellung des Vorschaltgerätes (Eichung): SEV-Spannung 700 V. Beim Verstellen der Meßtrommel des Interferometers im Uhrzeigersinn um $\delta = 5$ Skt (mit Nonius und Luße ablesen) muß eine Änderung des

Zeigerausschlag um $V = 51,8$ Skt
(von -25 bis $+26,8$ Skt) erfolgen (Einstellung
mit Empfindlichkeitsregler des Vorschaltgerätes
zum VELOMET interphako).

Gangunterschiedsänderung:

$$\Delta = k \cdot \delta = 5,18 \frac{\text{nm}}{\text{Skt}} \cdot 5 \text{ Skt} = 25,9 \text{ nm}$$

Ausschlagsänderung:

$$V = 26,8 - (-25) \text{ Skt} = 51,8 \text{ Skt}$$

Empfindlichkeit:

$$K = \frac{\Delta}{V} = \frac{25,9}{51,8} = 0,5 \text{ nm/Skt}$$

Meßwerte: Hierbei wurden nacheinander durch Bewegen des Objektisches die Bilder je einer unmittelbar neben der Grenzlinie zwischen unbeschichtetem und beschichtetem Bereich liegende Objektstelle in die Meßfeldblende gelegt.

Auflicht - Messung der Dicke d

$$\Delta = (11,40 \pm 0,13) \text{ nm}$$

$$d = \frac{\Delta}{2} = \frac{(11,40 \pm 0,13) \text{ nm}}{2} = (5,70 \pm 0,07) \text{ nm}$$

Durchlicht - Messung des Gangunterschiedes

$$\underline{\Delta = (1,85 \pm 0,06) \text{ nm}}$$

Berechnung der Brechzahl

$$n = n_0 + \frac{\Delta}{d}$$

$$n_0 = 1,00 \text{ (Luft)}$$

$$n = 1,00 + \frac{1,85}{570}$$

$$\underline{n = 1,325 \pm 0,02}$$

Das Ergebnis zeigt, daß die Brechzahl der Substanz deutlich niedriger liegt als die des kompakten Materials (1,37). Beachtenwert ist, daß es mit dem VELOMET interphako durchaus noch sinnvoll ist, die Brechzahl derartiger dünner Schichten zu messen.

5. BeispielMessung von Gruben sehr geringer Tiefen auf geläpften Siliziumeinkristallscheiben

Die Gruben wurden durch Abätzen einer SiO_2 -Schicht erzeugt, die zuvor an einer rechteckig begrenzten Stelle von $16 \mu\text{m} \times 45 \mu\text{m}$ der Probe aufoxidiert wurden. Die Gruben sind beim Bewegen der Probe visuell noch sichtbar.

Ziel der Messung: Ermitteln der Grubentiefe

Durchführung: Wegen der sehr geringen Grubentiefe ist die Ausschlagsmethode anzuwenden.

Außerdem erfordert der geringe Gangunterschied das Arbeiten im streifenfreien, homogenen Feld. Die laterale Größe der Gruben erlaubt eine totale Bildaufspaltung, wobei wegen der guten Ebnung der Objektoberfläche von einem Teilbild zum anderen gemessen werden kann.

Meßbedingungen: Gerät: VELOMET interphako•a

Objektiv: Planachromat 12,5x/0,25 ∞/0

Interferenzverfahren: totale Bildaufspaltung, Spalt 64,
weißes Licht

Skalenkonstante: 5,15 nm/Skt

Meßfeldblende: mittlere Größe (8 µm im Objekt)

Einstellung des Vorschaltgerätes (Eichung):

Beim Verstellen der Meßtrommel im Uhrzeigersinn
um genau $\delta = 10$ Skt (mit Nonius und Lupe ablesen)
muß eine Änderung des Zeigerausschlages von - 25 bis
+ 26,5 Skt erfolgen (Einstellung mit dem Empfindlich-
keitsregler des Vorschaltgerätes zum VELOMET interphako)

Gangunterschiedsänderung:

$$\Delta = k \cdot \delta = 5,15 \text{ nm} \cdot 10 \text{ Skt} = 51,5 \text{ nm}$$

Ausschlagsänderung:

$$V = /26,5 - (-25)/ \text{ Skt} = 51,5 \text{ Skt}$$

Empfindlichkeit

$$K = \frac{\Delta}{V} = \frac{51,5 \text{ nm}}{51,5 \text{ Skt}} = 1 \text{ nm/Skt}$$

Meßwerte: Der Wert für die Umgebung wurde immer sorgfältig
auf "0" abgeglichen. Bei der Messung wurde das Objekt mittels
Objekttisch so verschoben, daß wechselweise eine bestimmte
Stelle der Umgebung und eine bestimmte Stelle des Objektes
in die Meßfeldblende abgebildet wurde.

Der Gangunterschied bei Messung von einem zum anderen Teil-
bild beträgt

$$\Delta = \frac{\Delta_{\text{Mess}}}{2}$$

die Dicke (Tiefe) d im Auflicht bei Reflexion an gleichem
Material .

$$d = \frac{\Delta}{2} \quad \downarrow \quad d = \frac{\Delta_{\text{Mess}}}{4}$$

Damit beträgt die Tiefe d der 2 gemessenen Gruben:

$$\text{Grube 1: } d_1 = \frac{\Delta_{\text{Mess}}}{4} = \frac{(9,20 + 0,422) \text{ nm}}{4} = (2,30 \pm 0,11) \text{ nm}$$

$$\text{Grube 2: } d_2 = \frac{(9,35 + 0,412) \text{ nm}}{4} = \underline{(2,34 \pm 0,10) \text{ nm}}$$

Dieses Beispiel demonstriert sehr eindrucksvoll die Leistungsfähigkeit des VELOMET interphako.

6. Beispiel

Bestimmung der Brechzahl von Mineralbestandteilen im Anschliff durch Messung des Reflexionsvermögens

Ziel der Messung: Bestimmung der Brechzahl der drei Hauptbestandteile und ihre Identifizierung in Norit (Bamble/Norwegen)

Durchführung: Zur Bestimmung des Bezugswertes wurde eine Probe bekannter Brechzahl (Filterglas N 345/1 mit $n_G = 1,5358$) verwendet.

Um bei der Auswertung mit der Fresnelschen Formel für senkrechten Lichteinfall rechnen zu können, konnte nur mit relativ kleiner Beleuchtungsapertur gearbeitet werden. Außerdem mußte die Leuchtefeldblende so weit wie möglich geschlossen werden, um den Einfluß des Schwarzschild-Villiger-Effektes zu verringern.

Zur Minderung von Störeinflüssen durch die Netzspannung wurde dem Gerät ein Spannungskonstanthalter vorgeschaltet.

Das Vorschaltgerät wurde so eingestellt, daß beim "Hellsten" Bestandteil des Anschliffes das Meßinstrument etwas weniger als Vollausschlag angezeigt hat. Die endgültige Einstellung ist zweckmäßig nach etwa 30 min Einlaufzeit vorzunehmen.

Meßbedingungen: Gerät: VELOMET interphako•a

Objektiv: Planachromat 12,5x/0,25 ∞/0

Beobachtungsverfahren: Auflicht-Hellfeld

Beleuchtung: Halogenleuchte 6V 20W, weißes Licht (durch die spektrale Charakteristik des Gerätes gelten die Meßwerte für $\lambda \approx 540 \text{ nm}$),

Aperturblende: 3,5,

ohne Spalt-, Gitter- oder Ringblende

Leuchtfeldblende bis Anschlag geschlossen

Meßfeldblende: mittlere Größe ($\hat{=}$ 8 μm Kantenlänge im Objekt)

Einstellen des Vorschaltgerätes: SEV-Spannung 700V, Empfindlichkeitsregler so eingestellt, daß das Meßinstrument beim "hellsten" Bestandteil einen Ausschlag von ≈ 50 Skt anzeigt.

Meßwerte: Vergleichsprobe:

N 345/1 mit $n_G = 1,5358$

Der Vergleich erfolgte mehrmals im Meßablauf

Ausschlag: 33,5 33,0 33,5 32,5 32,5 $\emptyset$ 33,0

Untersuchungsobjekt:

	$\emptyset A$ (Skt)					
1. Bestandteil	51,0	52,0	51,5	51,5	51,0	51,40
2. Bestandteil	46,5	45,5	45,5	46,0	46,0	45,90
3. Bestandteil	34,3	34,0	34,5	34,5	34,0	34,26

Auswertung:

1. Berechnung des Reflexionsgrades des Normal:

$$\rho = \left(\frac{n-1}{n+1} \right)^2$$

$$n_{\text{Normal}} = 1,5358$$

$$\rho_{\text{Normal}} = \left(\frac{1,5358-1}{1,5358+1} \right)^2 = 0,04464$$

2. Berechnung des Skalenwertes der Anzeige:

$$C^* = \frac{g_{\text{Normal}}}{A_{\text{Normal}}} = \frac{0,04464}{33,0 \text{ Skt}} = 1,3527 \cdot 10^{-3} \text{ Skt}^{-1}$$

3. Berechnung des Reflexionsgrades g_n der Mineralbestandteile:

$$g = A_n \cdot C^* \quad (8a)$$

$$g_1 = 51,40 \text{ Skt} \cdot 1,3527 \cdot 10^{-3} \text{ Skt}^{-1} = 0,06953 \pm 0,00025$$

$$g_2 = 45,90 \text{ Skt} \cdot 1,3527 \cdot 10^{-3} \text{ Skt}^{-1} = 0,06209 \pm 0,00025$$

$$g_3 = 34,26 \text{ Skt} \cdot 1,3527 \cdot 10^{-3} \text{ Skt}^{-1} = 0,04634 \pm 0,00015$$

4. Berechnung der Bezugswerte der Mineralbestandteile:

Für die Wellenlänge von $\lambda \approx 540 \text{ nm}$ ergeben sich aus den Meßwerten die Brechzahlen

$$n_{en} = \frac{1 + \sqrt{g_n}}{1 - \sqrt{g_n}}$$

$$n_{e1} = \frac{1 + \sqrt{0,06953}}{1 - \sqrt{0,06953}} = 1,71662 \quad (1)$$

$$n_{e2} = \frac{1 + \sqrt{0,06209}}{1 - \sqrt{0,06209}} = 1,6637$$

$$n_{e3} = \frac{1 + \sqrt{0,04634}}{1 - \sqrt{0,04634}} = 1,5486$$

5. Fehlerabschätzung:

Durch Differenzieren von (1) erhält man für die Fehlerrechnung

$$dn = \left| \frac{1}{\sqrt{g} (1 - \sqrt{g})^2} \right| dg$$

Daraus läßt sich leicht erkennen, daß bei einem Reflexionsgrad von 0,06 der Einfluß der Unsicherheit des Reflexionsgrades sich um den Faktor 7 vergrößert auf die Brechzahl auswirkt.

Will man die Brechzahl bis zur 3. Stelle nach dem Komma sicher ermitteln, ist die Messung des Reflexionsgrades bis zur 4. Stelle erforderlich.

Mit den im Beispiel gemessenen Werten ergeben sich bei Berücksichtigung der Fehler folgende Werte:

$$n_{e1} = 1,716 \pm 0,002$$

$$n_{e2} = 1,664 \pm 0,002$$

$$n_{e3} = 1,549 \pm 0,001$$

Interpretation der Meßergebnisse:

Der Bestandteil mit der Brechzahl $n_e = 1,716$ ist ein Hypersthen aus der Gruppe der Orthopyroxene (n_d zwischen 1,69 und 1,73). Der zweite Bestandteil mit $n_e = 1,664$ ist ein Forsterit, der am Anfang der Mischungsreihe der Olivin-Gruppe steht (n_d zwischen 1,64 und 1,69).

Der 3. Hauptbestandteil des Objektes mit $n_e = 1,549$ ist ein Feldspat aus der Plagioklasreihe und kann als Andesin bzw. Labradorit eingeordnet werden (n_d zwischen 1,545 und 1,575).

7. Beispiel

Registrierung intrakristalliner Transportvorgänge in NaCa-A-Zeolithen

Im vorliegenden Beispiel wird über eine neue Möglichkeit der direkten Beobachtung intrakristalliner Transportvorgänge in NaCa-A-Zeolithen berichtet, die als Molekularsiebe und Katalysatoren in der chemischen Großindustrie eine breite Anwendung gefunden haben.

Ziel der Messung: Mit den konventionellen Methoden der indirekten Beobachtung intrakristalliner Transportvorgänge (z.B. NMR-Selbstdiffusionsmessungen) wurde festgestellt, daß die Teilchendiffusion eines sorbierbaren Mediums gegenüber dem sorptionslimitierenden Vorgang (Molekülantransport zum Kristallit, der Moleküleintritt in den Kristall, d.h. das Überwinden von Oberflächenbarrieren) sehr schnell ist und somit zu einer gleichmäßigen Sorbatverteilung über den gesamten Kristallit führt [5]. Mit Hilfe der objektiven Interferenzmikroskopie kann dieser Sachverhalt vorzüglich nachgewiesen werden, weil die Aufnahme von Konzentrations-Zeit-Verläufen exakt erfolgen kann [6].

Meßbedingungen:

VELOMET interphako.d, Objektiv 12,5x/0,25 ∞ //, 17, Kompensationsbandschreiber, Shearing-Verfahren total.

Durchführung

Es wurde die Wasseraufnahme eines 5A-Zeolithen aus atmosphärischer Luft beobachtet.

Das auf den Objektträger aufgebrachte Zeolith-Pulver wurde bei etwa 300° C ausgeheizt und das Konzentrationsprofil über einem Zeolith-Kristall, d.h. die örtlich-zeitliche

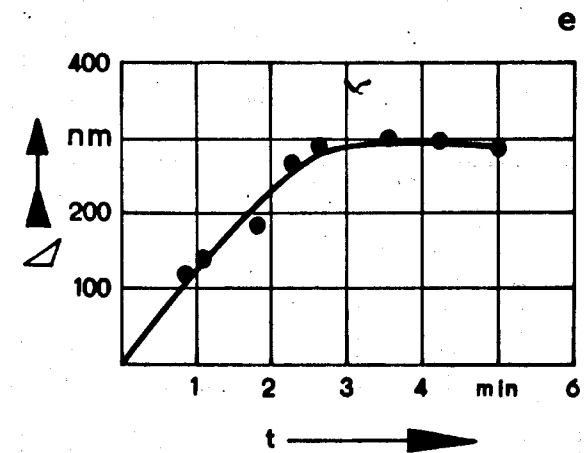
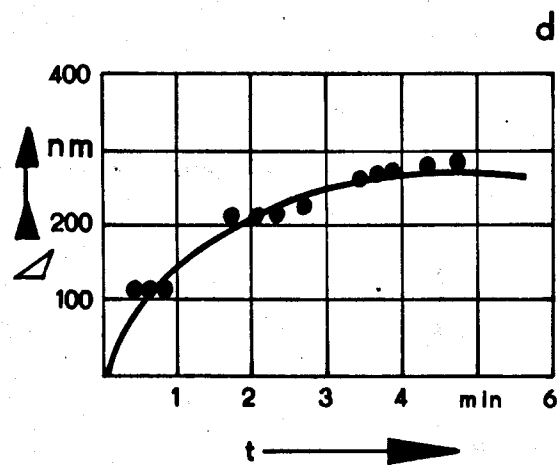
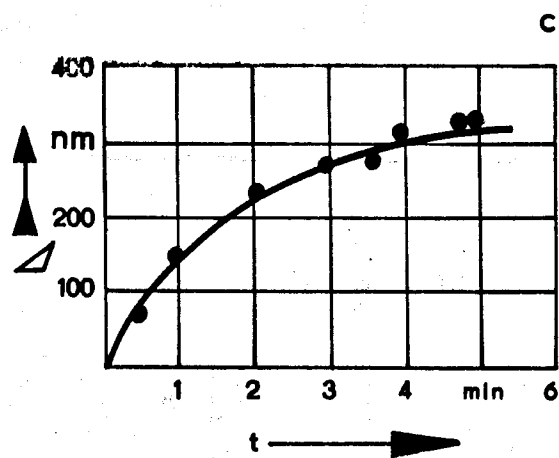
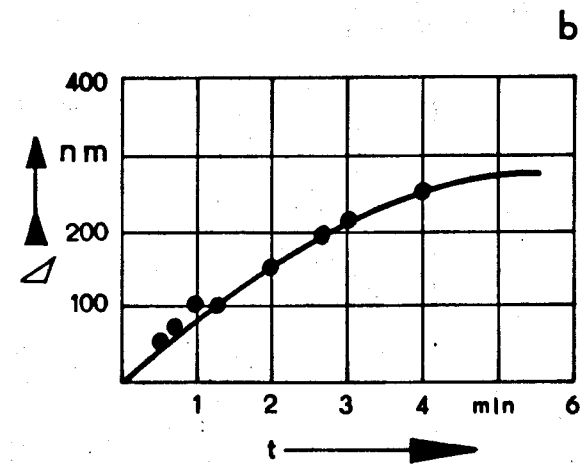
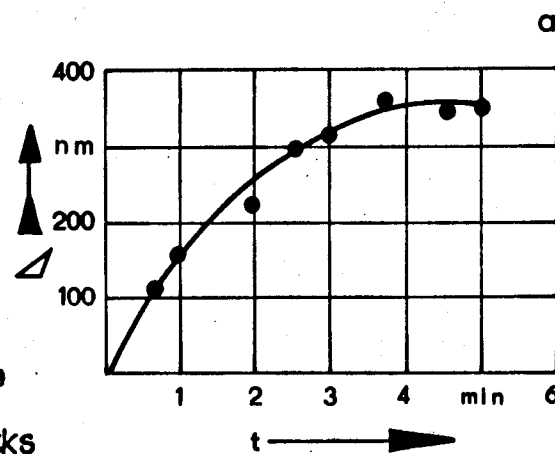
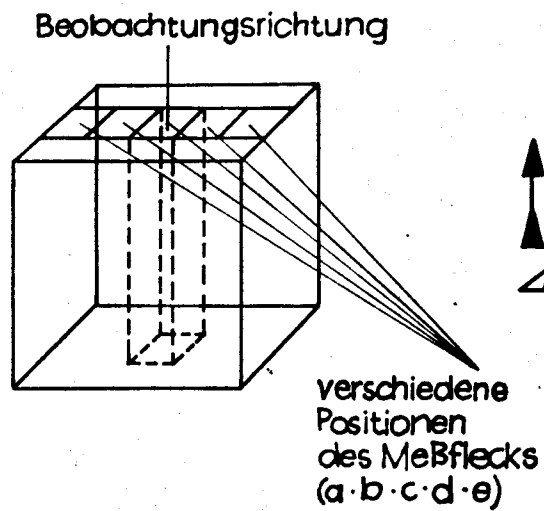


Bild 2

Änderung des Gangunterschiedes mit Hilfe des Kompensationsbandschreibers aufgenommen.

Die Meßergebnisse sind im Bild 2 festgehalten.

Die 5 verschiedenen Beobachtungspunkte sind schematisch über der Würfelfläche und die zugehörigen Gangunterschiedswerte während der Wasseraufnahme dargestellt.

Die Diagramme beweisen die gleichmäßige Zunahme der optischen Dichte im gesamten Kristallit.

- [5] Kärger, J., R. Danz Anwendung der Interferenzmikroskopie bei der Beobachtung intrakristalliner Transportvorgänge. Feingerätetechnik 27. Jg. 12/78
und J. Caro:

- [6] Schöppe, G.: Das Interferenzmikroskop VELOMET interphako zur objektiven Gangunterschiedsmessung.
Jenaer Rundschau 6 (1977) 277-280

Weiterführende Literatur

- Beyer, H.: Handbuch der Mikroskopie.
VEB Verlag Technik Berlin. (1977)
2. Auflage
- Beyer, H.: Theorie und Praxis der Interferenz-
mikroskopie.
Geest & Portig KG, Leipzig (1974)
- Krug, W.,
Rienitz, J.,
und Schulz, G.: Beiträge zur Interferenzmikroskopie
Akademie - Verlag,
Berlin (1961)
- Martin, L.C.: The Theory of the Microscope
Blackie, London und Glasgow (1966)
- Ross, K.F.A.: Phase Contrast and Interference
Microscopy for Cell Biologists.
Edward Arnold Ltd. London (1967).
- Tolansky, S.: Interference Microscopy for the
Biologist. Charles C. Thomas,
Springfield, Jllinois, USA (1968)

JENOPTIK JENA GmbH · DDR

Fernsprecher: Jena 83 0 Fernschreiber: Jena 058 86122

Druckschriften Nr. 30-A315-1

Printed in GDR