



Applikationsinformation

Mikroskopie

Polarisations- und Interferenzmikroskopie zur
Identifizierung von Festkörpern

Verfasser: Dr. Peter Moritz, Ing. Joachim Bergner
VEB Carl Zeiss JENA

VEB Carl Zeiss JENA · DDR

Polarisations- und Interferenzmikroskopie zur Identifizierung von Festkörpern

Qualitativer und quantitativer Phasenbestand heterogener Stoffgemenge können mit chemischen Methoden nicht immer sicher bestimmt werden, vor allem, wenn eine oder mehrere Phasen nur in Spuren auftreten oder Isomerie bzw. Polymorphie vorliegt. Hier können erfolgreich physikalische Methoden eingesetzt werden, unter denen mikroskopische Verfahren wegen der Meßmöglichkeit von Korn zu Korn eine immer stärkere Bedeutung bekommen.

Von den optischen Kennzahlen einer Substanz, die mit dem Mikroskop bestimmt werden können, ist besonders der Brechungsindex substanzspezifisch. Seine genaue Messung ist daher von größter Wichtigkeit.

Die Brechungsindizes von Festkörpern können kontrastmikroskopisch bestimmt werden, wobei durch Anwendung von Variationsmethoden (Variation der Temperatur oder bzw. und der Wellenlänge des verwendeten Lichtes) eine Verfeinerung des Meßverfahrens möglich ist. Erfordert jedoch das Objekt eine zusätzliche Einengung der Prüfbedingungen, z. B. durch Beschränken des Temperaturbereichs auf ein kleines Intervall, innerhalb dessen die Probe nur haltbar ist, so führen die Variationsmethoden nicht zum Ziel.

Hier ist es zweckmäßiger, mit dem Interferenzmikroskop zu arbeiten, soweit dieses nicht nur zur Kontrastierung, sondern auch zur Vermessung der zwischen einem Strukturelement und seiner Umgebung auftretenden Phasendifferenz (bzw. Gangunterschied) eingerichtet ist. Hierzu wird der Strahlengang im Mikroskop an geeigneter Stelle in zwei Strahlengänge aufgespalten, die zwei Teilbilder des Objekts liefern. Diese beiden Teilbilder werden so wieder vereinigt, daß zwei seitlich verschobene Bilder des gleichen Objekts entstehen, die miteinander interferieren und an denen genaue Gangunterschiedsmessungen durchgeführt werden können. Die seitliche Verschiebung der Teilbilder kann bei diesem sogenannten Shearing-Verfahren größer als die

laterale Ausdehnung des Objekts sein (totale Bildaufspaltung). Mit einem geeichten phasenverschiebenden Kompensator werden die beiden Teilbilder nacheinander so beeinflusst, daß sie zur Intensität Null interferieren bzw. in der gleichen empfindlichen Interferenzfarbe (z. B. Rotviolett) erscheinen. Der Betrag, um den der effektive Gangunterschied des Kompensators hierzu verändert werden mußte, kann an einer Meßteilung abgelesen werden. Er entspricht bei dem beschriebenen Verfahren dem doppelten Gangunterschied des Objekts. Bei bekannter Dicke des Objekts kann man aus der Beziehung

$$R = d \cdot \Delta n \quad (1)$$

die Brechzahl des Objekts bestimmen; Δn ist die Differenz zwischen dem Brechungsindex der Probe und ihrer Umgebung. Befindet sich also die Probe in einer Immersionsflüssigkeit mit der bekannten Brechzahl n_F , so ergibt sich die Brechzahl n_P der Probe aus

$$n_P = n_F - \frac{R}{d} \quad (2)$$

unter Berücksichtigung des am Gerät bestimmbaren Vorzeichens von R . Dieses Verfahren erfordert also die genaue Messung der Probendicke, was mit dem Mikroskop oft auf Schwierigkeiten stößt. Diese Größe kann eliminiert werden, wenn die gleiche Probe nochmals in eine zweite Flüssigkeit eingebettet wird, deren Brechzahl n_{F2} bekannt ist. Dann ist

$$n_P = \frac{n_{F2} \cdot R_1 - n_{F1} \cdot R_2}{R_1 - R_2} \quad (3)$$

wenn R_1 der Gangunterschied der Probe gegen die Flüssigkeit mit der Brechzahl n_{F1} , R_2 der Gangunterschied gegen die Flüssigkeit mit der Brechzahl n_{F2} ist.

Von großem Vorteil bei der Durchführung dieser und weiterer Messungen ist bei den Jenaer Interferenzmikroskopen die umfangreiche Variabilität der Meß- und Kontrastierungsver-

fahren.

Die beim Shearing-Verfahren erforderliche Bildaufspaltung kann kontinuierlich zwischen 0 und 3,5 mm verändert und damit den Objektmessungen optimal angepaßt werden, wodurch sich auch jeweils optimale Meßbedingungen ergeben. Eine weitere Steigerung der Meßgenauigkeit ist bei Messungen im monochromatischen Licht möglich, wenn dem Bild des Objekts eine Halbschattenplatte überlagert wird. Diese Halbschattenplatte besteht aus einem Glasträger, der zur Hälfte mit einer phasenverzögernden Schicht belegt ist. Die Trennkante zwischen belegtem und unbelegtem Teil der Trägerplatte wird im Mikroskop so gelegt, daß sie das zu messende Objektdetail etwa in der Mitte teilt. Der Meßkompensator wird bei der Halbschattenmethode so lange betätigt, bis diese beiden Hälften in der gleichen Intensität erscheinen. Die gleiche Einstellung wird anschließend für das objektfreie Umfeld vorgenommen. Da das menschliche Auge fähig ist, Intensitäten empfindlicher zu vergleichen als ihre Extremwerte festzustellen, resultiert bei diesem Verfahren eine geringere Streuung der Meßwerte als bei dem oben beschriebenen Abgleich auf Intensität 0. Für die Brechzahlbestimmung ergibt sich daraus eine Meßgenauigkeit besser 10^{-4} .

Neben den Messungen im Shearing-Verfahren mit homogenem Umfeld ist bei den INTERPHAKO-Mikroskopen auch die Interferenzstreifenmethode anwendbar, bei der das Bildfeld von äquidistanten Interferenzstreifen überlagert ist, die durch phasenändernde Objekte eine seitliche Auslenkung proportional zum Gangunterschied erhalten. Aus der Größe der Auslenkung kann daher der Gangunterschied und daraus der Brechungsindex gemessen werden. Die Methode eignet sich besonders für großflächigere und dickere Objekte. Sie wird ebenfalls angewandt, wenn die Interferenzmikroskope PERAVAL interphako oder AMPLIVAL pol.interphako mit der Zusatzausrüstung für mikroskopische Refraktometrie ausgerüstet werden. Mit Hilfe dieses Mikroskoprefraktometers können die Brechungsindizes der für die oben beschriebene Meßmethode benötigten Immersionsflüssigkeiten gemessen werden. Hierzu sind nur

kleinste Flüssigkeitsmengen ($2 \dots 5 \cdot 10^{-8}$ g) notwendig, mit denen eine trapezförmige Nut bekannter Tiefe in einem Objektträger mit bekanntem Brechungsindex gefüllt wird. Aus der Messung der Interferenzstreifenverschiebung mit Hilfe des Meßkompensators kann der Brechungsindex der Flüssigkeit mit einer Genauigkeit besser als 0,0002 bestimmt werden. Die Genauigkeit kann bei Temperierung der Refraktometereinrichtung weiter verbessert werden. Für die hierzu notwendige Temperaturmessung wird zum Jenaer Heiz- und Kühltisch ein Mikroskoprefraktometer angeboten, das mit einem Meßobjektträger kombiniert ist, in dem sich die Meßstelle eines Eisen-Konstantan-Thermoelements befindet. Schließlich kann das Mikroskoprefraktometer auch als Objektträger für Körner- oder Faserpräparate dienen, so daß ohne Objektwechsel die Brechungsindizes der Immersionsflüssigkeit und der Probe unmittelbar hintereinander gemessen werden können.

Bei der Messung von Objekten mit geringer lateraler Ausdehnung (kleiner ca. $10 \mu\text{m}$) ist die Interferenzstreifenmethode gar nicht, die Shearingmethode mit homogenem Umfeld nur mit Einschränkungen anwendbar. Für diesen Anwendungsfall können die Jenaer Interferenzmikroskope zur Durchführung einer weiteren Meßmethode umgerüstet werden, welches wegen der Ähnlichkeit mit dem Phasenkontrastverfahren die Bezeichnung INTERPHAKO^R erhalten hat.

Gegenüber dem Shearingverfahren zeichnet es sich auf Grund der größeren Beleuchtungsapertur vor allem durch die bessere Bildqualität aus.

Daß mit den INTERPHAKO-Mikroskopen auch eine vielfältige Kontrastierung von Phasenobjekten mit differentiellen Interferenzkontrast, positivem und negativem Phasenkontrast sowie im Dunkelfeld möglich ist, sei zusätzlich bemerkt. Die Vielseitigkeit dieser Mikroskope drückt sich auch darin aus, daß mit ihnen eine hochpräzise Korngrößenmessung speziell an kleinen Objekten durchgeführt werden kann. Bei einer Bildaufspaltung nach der Shearingmethode mit einem unendlichen großen Interferenzstreifenabstand in der Bild-

ebene (homogenes Umfeld) erscheinen in der Austrittspupille des Mikroskopobjektivs Interferenzstreifen, deren Abstand der gewählten Bildaufspaltung umgekehrt proportional ist und mit einem Meßschraubenokular sehr genau gemessen werden kann. Zur Messung einer lateralen Größe a wird die Bildaufspaltung dieser Größe gleichgemacht, die beiden Teilbilder berühren sich gerade. Ist b der Abstand von n Interferenzstreifen in der Pupille und K die einmalig ermittelte Gerätekonstante, so wird

$$a = K \cdot \frac{n}{b} \quad (4)$$

Dieses Verfahren übertrifft in der Meßgenauigkeit konventionelle Methoden um mehr als das Dreifache und erlaubt zusätzlich eine genaue Größenmessung auch an bewegten Objekten.

Die Polarisationsmikroskopie wird bei der Bestimmung solcher Substanzen eingesetzt, die auf Grund ihrer Struktur eine optische Anisotropie aufweisen; die optischen Kenngrößen sind richtungsabhängig. Hieraus ergibt sich gegenüber den isotropen Stoffen, die durch die Messung eines Brechungsindex hinreichend bestimmt sind, die Notwendigkeit, unterschiedliche Brechungsindizes in definierten, durch das Objekt vorgegebenen Richtungen zu messen. Substanzspezifisch sind die in den 3 Achsenrichtungen eines kartesischen Raumkoordinatensystems gemessenen Hauptbrechungsindizes n_x , n_y und n_z . Je nach der Schnittlage der untersuchten Probe werden in dieser die von den Extremwerten abweichenden Brechungsindizes n_x' und n_z' wirksam, die in der Probe der Dicke d einen Gangunterschied R zwischen den beiden von ihr auf Grund der Doppelbrechung erzeugten Wellen hervorrufen.

$$R = d \cdot (n_z' - n_x') \quad (5)$$

Unser Auge ist ohne technische Hilfsmittel nicht in der Lage, Gangunterschiede wahrzunehmen. Ein solches technisches Hilfsmittel stellt das Polarisationsmikroskop dar. Das Ob-

jekt wird zwischen zwei Linearpolarisatoren beobachtet, deren Lichtdurchlaß- oder Schwingungsrichtungen einen rechten Winkel miteinander bilden ("gekreuzte Polare"). Das Bildfeld des so eingerichteten Polarisationsmikroskops erscheint dunkel. Doppelbrechende Substanzen werden in diesem Feld auf Grund von Interferenzerscheinungen hell und farbig dargestellt, wobei die Farbe bereits ein relatives Maß für den Gangunterschied ist, den die Probe hervorgerufen hat. Optisch isotrope Stoffe rufen keine solche Interferenzerscheinung hervor; sie lassen sich damit in einem Gemenge bereits qualitativ von den anisotropen unterscheiden. Diese Untersuchung hat z. B. Bedeutung bei der Analyse von Stäuben, wie sie im Bergbau sowie in stark industrialisierten Gebieten als schädliche Abfallprodukte auftreten. Neben der interferenzmikroskopischen Messung der in Gl. (5) angegebenen richtungsabhängigen Brechungsindizes n_z' und n_x' ermöglicht das Polarisationsmikroskop die direkte Messung des Gangunterschieds und damit der Doppelbrechung nach dem Kompensationsprinzip.

Die Probe wird mit einer doppelbrechenden Kristallplatte überlagert, deren Gangunterschied kontinuierlich und meßbar so lange verändert wird, bis er den der Probe gerade aufhebt. In diesem Fall sind beide Gangunterschiede gleich, die Intensität im Bildfeld ist wieder gleich 0. Über Formeln, Eichkurven oder Tabellen kann aus der gemessenen Kompensatorumdrehung der Gangunterschied ermittelt und bei bekannter Dicke die materialtypische Doppelbrechung nach Gl. (1) berechnet werden. In dieser Weise wird z. B. bei der optischen Prüfung von Chemiefasern verfahren, an denen man gleichzeitig den Gangunterschied und den Durchmesser (= Dicke) mißt. Die hieraus berechnete Doppelbrechung gibt in diesem Beispiel nicht eine materialtypische Kenngröße (denn das Material ist bekannt), sondern ein Maß für die Fertigungstechnologie und die hieraus entstandenen Festigkeitseigenschaften.

Oft interessiert nur die relative Veränderung des Gangunterschieds in Abhängigkeit vom Ort, der Zeit oder der Temperatur. Hier können kontinuierliche Gangunterschieds-

messungen z. B. zur Kontrolle der Dicke gereckter Folien oder ihres Streckungsverhältnisses angewandt werden. Der in den geschilderten Beispielen zu treibende meßtechnische Aufwand ist ein sehr geringer, da für diese Zwecke lediglich ein einfaches Durchlicht-Polarisationsmikroskop mit einem Meßkompensator benötigt wird. Ein solches Mikroskop stellt unser LABOVAL pol·d dar, zu dem ein Meßkompensator mit einem Meßbereich von $0 \dots 6 \lambda$ für Standardarbeiten ausreicht. Gangunterschiede größer als 6λ können von diesem Meßkompensator nicht mehr kompensiert werden. Für solche Fälle bieten wir den Meßkompensator $0 \dots 130 \lambda$ an. Beide Kompensatoren sind nach dem Prinzip von Ehringhaus aufgebaut und unterscheiden sich nur im optisch wirksamen Material. Gangunterschiedsmessungen können auch zur quantitativen Charakterisierung von Mikrospannungen z. B. in erhärteten Epoxidharzverbindungen eingesetzt werden. Hier treten oftmals so kleine Spannungen auf, daß die Empfindlichkeit der beschriebenen Kompensatoren nicht ausreicht. In diesem Fall werden Kompensatoren mit kleinerem Meßbereich eingesetzt, die aus JENA mit der Bezeichnung "Meßkompensator mit azimuthaler Drehung" mit den Meßbereichen $\lambda/8$, $\lambda/16$ und $\lambda/32$ geliefert werden. Ein auf dem gleichen mechanischen Prinzip aufgebauter Meßkompensator $\lambda/4$ dient für Gangunterschiedsmessungen zwischen 0 und λ nach der Methode von Senarmont. Am AMPLIVAL pol aus JENA wird die Analysatordrehung β , aus der nach

$$R = \left(\frac{\beta}{\pi} + k \right) \lambda \quad (6)$$

der Gangunterschied R berechnet wird ($k = 0, 1, 2 \dots$) mit der hohen Genauigkeit von $3' = 0,15 \text{ nm}$ Gangunterschied abgelesen, womit der mittlere Fehler der Meßwerte sehr niedrig gehalten werden kann.

Die Doppelbrechung ist eine richtungsabhängige Größe. Ihr Wert schwankt zwischen einem materialtypischen Maximum und Null. In der Richtung, in der die Doppelbrechung auf Null zurückgeht, verhält sich der Stoff folglich wie ein isotropes Medium. Diese Richtung wird als optische Achse bezeichnet. Je nach der kristallinen Symmetrie des Stoffes

gibt es in ihm eine oder zwei optische Achsen, der Stoff wird entsprechend als optisch einachsig oder zweiachsig bezeichnet. Die mit dem Polarisationsmikroskop mögliche Unterscheidung nach diesem Kriterium bietet eine weitere qualitative Aussage zur Stoff- und Strukturanalyse.

Schließlich ist der Winkel zwischen den beiden optischen Achsen bei optisch zweiachsigen Stoffen meßbar. Mit dieser quantitativen Bestimmung ist es z. B. gelungen, chemisch sehr ähnliche Phasen wie die Mischglieder von Paraffin-Olefin-Mischkristallen oder unterschiedliche Hydratstufen anorganischer Stoffe zu identifizieren.

Für diese Beobachtungen bzw. Messungen ist jedes Polarisationsmikroskop mit einer Hilfsvorrichtung ausgerüstet, die es ermöglicht, ein in der hinteren Brennebene des Mikroskopobjektivs entstehendes, durch den optischen Charakter des untersuchten Einkristall vorgegebenes Interferenzbild, das sogenannte Achsenbild, zu beobachten, die Bertrand-Linse. Bei dieser sogenannten konoskopischen Beobachtung ist es wichtig, daß nur das Bild eines einzelnen Kristalls erfaßt wird. Bei Körner- oder Schliffpräparaten müssen daher benachbarte Kristalle anderer optischer Orientierung mit einer Blende von der Abbildung ausgeschlossen werden. Durch seine besondere Strahlenführung weist das Jenaer AMPLIVAL pol hier einen wichtigen Vorteil gegenüber anderen Fabrikaten auf, da ohne weitere Hilfsmittel der untersuchte Kristall und die Blende gleichzeitig und binokular scharf gesehen werden. Diese Anordnung wird durch den patentierten Winkel-tubus realisiert, der darüber hinaus so gestaltet ist, daß eine anatomisch richtige entspannte Haltung beim Mikroskopieren gegeben ist. Zur Achsenwinkelmessung wird die Bertrand-Linse mit einem Meßokular kombiniert, das zuvor mit einem Abbe'schen Apertometer in Winkelgraden geeicht oder dessen Gerätekonstante bestimmt wurde.

Bei der Messung relativer Veränderung der Doppelbrechung spielt die Richtungsabhängigkeit des ermittelten Gangunterschieds keine entscheidende Rolle. Wird jedoch der absolute Wert der Doppelbrechung benötigt oder bietet sich für eine

Messung des Achsenwinkels kein Korn mit geeigneter Schnittlage an, so muß das Korn bzw. der Schliff in seiner räumlichen Lage zu den Koordinaten des Polarisationsmikroskops so lang verändert werden, bis die Extremwerte der Doppelbrechung meßbar werden bzw. ein ausmeßbares Achsenbild erhalten wird. Hierzu wird der Universaldrehtisch nach Fedorow verwendet. Bei dem U-Tisch aus JENA kann das Korn um vier verschiedene Achsen in jede beliebige Raumlage gedreht werden. Die Einrichtung zeichnet sich der Jenaer Tradition entsprechend durch hohen Bedienungskomfort aus, bietet sie doch als einzige auf dem Markt die Benutzung eines Objektivrevolvers mit dem U-Tisch und einen Kondensor mit extrem langer Schnittweite für das Köhlersche Beleuchtungsprinzip, der kein Ein- oder Ausschrauben schwer zugänglicher Hilfslinsen für die notwendige Aperturänderung erfordert. Bei der Phasenanalyse unbekannter Stoffe wird mit dieser Meßmethode die einwandfreie Bestimmung der optischen Größen ermöglicht, aus denen über Tabellenwerke (z. B. Winchell) die chemische Zusammensetzung ermittelt werden kann.