

Über den Einfluß des Strahlenteilers auf mikro-  
photometrische Reflexionsmessungen

von

Fr. Kornder

---

Das Reflexionsvermögen  $R$  ist bekanntlich als das Verhältnis der Intensität des reflektierten Lichtes  $I$  zu der des einfallenden Lichtes  $E$  definiert :

$$R = \frac{I}{E}$$

Da nun die Intensität des reflektierten Lichtes sowohl vom Einfallswinkel  $\alpha$  als auch von der Schwingungsrichtung  $\sigma$  abhängt, muß also auch das Reflexionsvermögen eine Funktion des Einfallswinkel und der Schwingungsrichtung sein :

$$R(\alpha, \sigma) = \frac{I(\alpha, \sigma)}{E} \quad (1)$$

Das Reflexionsvermögen wird im allgemeinen unter dem Azimut  $\sigma = 0^\circ$  und  $\sigma = 90^\circ$  gemessen, also für parallel oder senkrecht zur Einfallsebene polarisiertes Licht, da bei anderen Azimuten eine elliptische Polarisation oder zumindest eine Verdrehung der Schwingungsrichtung auftritt.

Die Messung des Reflexionsvermögens in Abhängigkeit vom Einfallswinkel erfolgt auf einem Goniometer. Man erhält den in Abb. 1 gezeigten Verlauf des Reflexionsvermögens. Kurvenpaar a) zeigt eine nicht absorbierende Sub -

stanz, Kurvenpaar b) eine absorbierende Substanz. Voraussetzung für derartige Messungen ist, daß die geometrische Abmessung der Probe hinreichend groß ist. Diese Voraussetzung ist natürlich bei der Untersuchung der Erze, Gesteine oder dergleichen nicht gegeben. Wir sind gezwungen, das zu untersuchende Objektdetail vergrößert abzubilden, um es aus seiner Umgebung optisch zu isolieren. Infolge des geringen Arbeitsabstandes der Mikroskopobjektive ist eine vollständige Vermessung des Reflexionsvermögens als Funktion des Einfallswinkels nur schwer möglich. Man beschränkt sich daher darauf, das Reflexionsvermögen für senkrechten Lichteinfall  $\alpha=0$  zu bestimmen. Dieser Parameter ist unabhängig von der Schwingungsrichtung des Lichtes, sodaß Beziehung (1) geschrieben werden kann :

$$R(\alpha) = \frac{I(\alpha)}{E} \quad (2a)$$

Diese Definition läßt sich jedoch nicht unmittelbar auf die mikroskopische Meßanordnung übertragen. Da die Intensität des einfallenden und des reflektierten Lichtes nicht direkt gemessen werden kann, sondern dieses Objektiv, Strahlenteiler usw. durchsetzt, bevor es auf die Photozelle fällt, ist eine Eichmessung mit einer Substanz von bekanntem Reflexionsvermögen  $R_s$  notwendig :

$$R_s(\alpha) = \frac{I_s(\alpha)}{E} \quad (2b)$$

Durch eliminieren von  $E$  ergibt sich dann aus (2a) und (2b) der bekannte Ausdruck für das Reflexionsvermögen :

$$R(0) = \frac{I(0)}{I_s(0)} \cdot R_s(0) \quad (2)$$

Hierbei wurde jedoch implizit die Voraussetzung getroffen, daß das von Probe und Eichsubstanz reflektierte Licht von den genannten optischen Elementen, wie Objektiv, Strahlenteiler usw. in gleichem Maße beeinflußt wird, daß also keine Abhängigkeit von der Intensität, dem Schwingungszustand oder anderen Parametern besteht. Diese Voraussetzung ist jedoch nicht in jedem Falle erfüllt. Piller und von Gehlen zeigten, daß wegen der intensitätsabhängigen Reflexionsverluste an den Objektiven die genannte Forderung nur erfüllt ist, wenn das Reflexionsvermögen der Probe gleich oder zumindest nahezu gleich dem der Eichsubstanz ist.

Eine weitere Fehlerquelle, auf die bereits von Berek hingewiesen wurde, soll in den folgenden Ausführungen näher diskutiert werden, nämlich der Einfluß des Strahlenteilers auf die mikrophotometrische Reflexionsmessung. Das Ziel einer derartigen Messung ist, wie bereits eingangs erwähnt, die möglichst exakte Bestimmung von  $R(0)$ . Der hierfür notwendige senkrechte Lichteinfall ist jedoch bei den üblichen erzmikroskopischen Anordnungen im allgemeinen nur annähernd verifiziert. Am nächsten kommt dieser Forderung der in der Metallmikroskopie übliche physikalische Strahlenteiler (Abb. 2) und eine möglichst weit geschlossene Aperturblende. Für die Erzmikroskopie entstehen hierbei jedoch erhebliche Nachteile :

- a) die Lichtverluste durch einen derartigen Strahlenteiler betragen minimal 75%, was bei den in der Erzmikroskopie häufig auftretenden geringen Reflexionsvermögen nicht tragbar ist (Abb. 2a)

- b) Das an den Flächen der Objektive reflektierte Licht überlagert sich dem von der Probe reflektierten Licht und kann bei Objekten mit geringem Reflexionsvermögen zu Fehlmessungen führen. (Abb. 2b)
- c) Die Messungen von Anisotropieeffekten wie z.B. die Bireflexion, verlangen ein weitgehend homogen polarisiertes Feld, was mittels des physikalischen Strahlenteilers nur mangelhaft zu erreichen ist.

Diese Nachteile entfallen bei der Verwendung eines geometrischen Strahlenteilers wie z.B. von Berek vorgeschlagen wurde (Abb. 2c, 2d). Jedoch bringt diese Art der Strahlenteilung eine erhebliche Schwierigkeit: Wir erhalten schiefe Beleuchtung, d.h. der Achsenstrahl fällt unter einem Winkel  $\alpha \neq 0$  auf die Probe. Die Intensität des reflektierten Lichtes ist somit von der Schwingungsrichtung und der Einfallrichtung des Lichtes abhängig. Es muß also nun unterschieden werden zwischen den Intensitätsverhältnissen:

$$\frac{I^{\perp}(\alpha)}{I_s^{\perp}(\alpha)} \quad \text{und} \quad \frac{I^{\parallel}(\alpha)}{I_s^{\parallel}(\alpha)}$$

und somit auch zwischen den gemessenen Reflexionsvermögen:

$$R_g^{\perp} = \frac{I^{\perp}(\alpha)}{I_s^{\perp}(\alpha)} \cdot R_s(0) \quad \text{und} \quad R_g^{\parallel} = \frac{I^{\parallel}(\alpha)}{I_s^{\parallel}(\alpha)} \cdot R_s(0) \quad (3)$$

Diese Werte  $R_g^{\perp/\parallel}$  sind von dem Reflexionsvermögen  $R(0)$  verschieden, Berek hat darauf hingewiesen, daß dieser

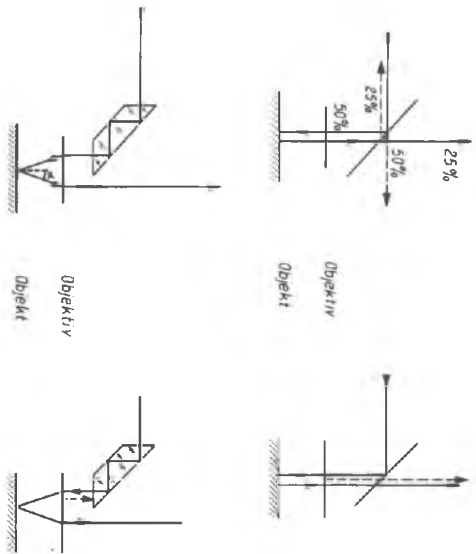


Abb. 2

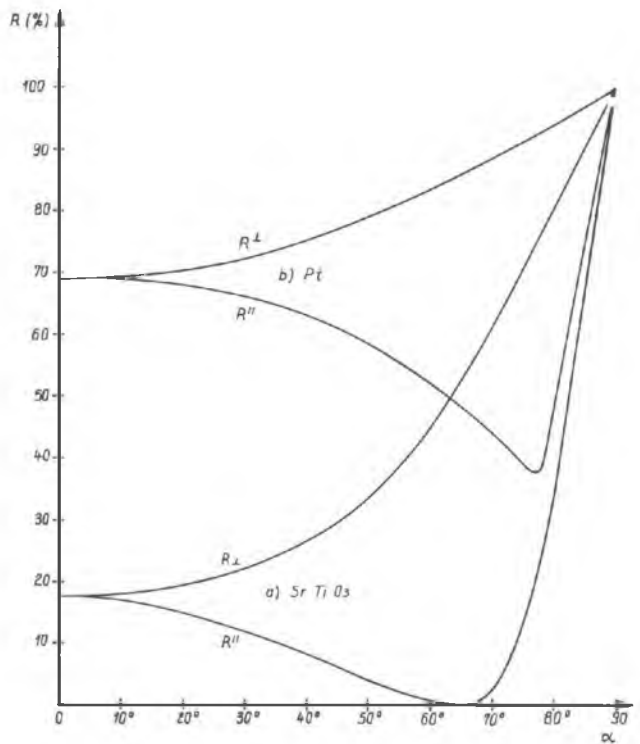


Abb. 1

Fehler mit dem Unterschied zwischen den Reflexionsvermögen von Objekt und Eichsubstanz wächst. Er hat die Existenz dieses Fehlers am Beispiel der Messung von Platin gegen Quarz experimentell bestätigt.

Es soll nun versucht werden, diese auf Berek zurückgehenden Überlegungen in eine mathematisch einfache Form zu bringen, um hieraus Aussagen über die zu erwartenden Fehler zu finden.

Die Intensitäten  $I^{\perp/\parallel}$  lassen sich aus den reflektierten Amplituden wie sie durch die Fresnel'schen Formeln gegeben sind, berechnen.

$$\frac{r^{\perp}}{e^{\perp}} = \frac{\sin(\alpha - \beta)}{\sin(\alpha + \beta)} \quad \text{und} \quad \frac{r^{\parallel}}{e^{\parallel}} = \frac{\text{tg}(\alpha - \beta)}{\text{tg}(\alpha + \beta)}$$

Für den allgemeinen Fall der absorbierenden Medien wird der Berechnungswinkel  $\beta$  und damit auch die reflektierte Amplitude komplex. Es ist jedoch möglich, den komplexen Brechungswinkel mittels des Brechungsgesetzes

$$\frac{\sin \alpha}{\sin \beta} = n$$

zu eliminieren. Hierbei ist  $n = n(1 - ik)$ , wobei  $n$  der Brechungsindex und  $k$  der Absorptionsindex sein soll. Wir erhalten so die Amplituden als eine Funktion des komplexen Brechungsindex  $n$  und des reellen Einfallswinkels  $\alpha$  :

$$-\frac{r^{\perp}}{e^{\perp}} = \frac{\{\sqrt{n^2 - \sin^2 \alpha} - \cos \alpha\}^2}{n^2 - 1} ; \quad \frac{r^{\parallel}}{e^{\parallel}} = \frac{n^2 \cos \alpha - \sqrt{n^2 - \sin^2 \alpha}}{n^2 \cos \alpha + \sqrt{n^2 - \sin^2 \alpha}} \quad (4)$$

Die Intensitäten  $I^{\perp||}$  lassen sich hieraus durch Multiplikation mit den jeweiligen konjugiert komplexen Ausdrücken bzw. bei nicht absorbierenden Medien durch Quadrierung erhalten. Die Einführung dieser Fresnelschen Ausdrücke in (2) führt zu relativ unübersichtlichen Gleichungen. Für die uns in der Praxis interessierenden Fälle können wir die Voraussetzung machen, daß der Einfallswinkel  $\alpha$  klein ist sodaß die obigen Gleichungen (3) in einer Reihe, nach  $\alpha$  entwickelt werden können, bei der wir die Glieder mit  $\alpha^n$  ( $n > 3$ ) vernachlässigen. Wir erhalten somit für die Amplituden :

$$\frac{r^{\perp||}}{e^{\perp||}} = \frac{n-1}{n+1} \left\{ 1 \pm \frac{\alpha^2}{n} \right\}$$

Hieraus ergeben sich dann die Intensitäten wie bereits erwähnt durch Multiplikation mit den entsprechenden konjugiert komplexen Ausdrücken :

$$\frac{I^{\perp||}}{E^{\perp||}} = \frac{(n-1)^2 + n^2 k^2}{(n+1)^2 + n^2 k^2} \left\{ 1 \pm \frac{2\alpha^2 n}{n^2 + n^2 k^2} \right\}$$

In dem vor der Klammer stehenden Ausdruck erkennen wir die Beer'sche Formel für das Reflexionsvermögen  $R(0)$ . Setzen wir diesen Ausdruck in (3) ein, so erhalten wir:

$$R_g^{\perp||} = \frac{R(0) \left\{ 1 \pm \frac{2\alpha^2 n}{n^2 + n^2 k^2} \right\}}{R(0) \left\{ 1 \pm \frac{2\alpha^2 n_s}{n_s^2 + n_s^2 k_s^2} \right\}} \cdot R_s(0)$$

$R_s(0)$  und  $n_s, k_s$  sind das Reflexionsvermögen und die optischen Konstanten der Eichsubstanz. Entwickeln wir diesen Ausdruck wiederum in einer Reihe, so erhalten wir

für das gemessene Reflexionsvermögen  $R_g^{\perp//}$  :

$$R_g^{\perp//} = R(0) \left\{ 1 \pm 2\alpha^2 \left( \frac{n}{n^2 + n^2 k^2} - \frac{n_s}{n_s^2 + n_s^2 k_s^2} \right) \right\}$$

Somit bekommen wir für den relativen Fehler :

$$\Delta R^{\perp//} = \frac{R_g^{\perp//} - R(0)}{R(0)} = \pm 2\alpha^2 \left( \frac{n}{n^2 + n^2 k^2} - \frac{n_s}{n_s^2 + n_s^2 k_s^2} \right)$$

Hieraus ist zu entnehmen, daß der relative Fehler  $\Delta R$  wird, wenn

$$\frac{n}{n_s} = \frac{n + n^2 k^2}{n_s^2 + n_s^2 k^2}$$

Die so abgeleitete Folgerung ist für nicht absorbierende Objekte mit der Forderung Berreks identisch, der für  $\Delta R = 0$  Gleichheit der Reflexionsvermögen von Objekt und Eichsubstanz fordert. Im Falle absorbierender Substanzen können deren Reflexionsvermögen durchaus identisch sein, was jedoch nicht die Gleichheit der optischen Konstanten  $n$  und  $k$  zur Folge haben muß, sodaß der relative Fehler beim Vergleich von zwei derartigen Medien von 0 verschieden sein kann.

In der folgenden graphischen Darstellung (3) ist der relative Fehler für den Vergleich zweier nichtabsorbierender Medien als Funktion des Einfallswinkels  $\alpha$  aufgetragen. Es wurde eine Eichsubstanz im Brechungsindex  $n = 2,5$  vorausgesetzt, was einem Reflexionsvermögen von ca. 18,5% entspricht; das Reflexionsvermögen der Eichsubstanz liegt also in der Größenordnung von  $\text{SiC}$  und  $\text{SrTiO}_3$ . Die Brechwerte der zu messenden Proben wurden mit  $n = 2.25; 2.0; 1.75; 1.5$  angenommen, was den Reflexionsvermögen von 15; 11; 7,5; 4(%) entspricht. Die am Erzmikroskop auftretenden Einfallswin-



kel sind abhängig von den jeweils verwendeten Objektivten und betragen bei schwächerem System ca  $5^{\circ}$  bis  $10^{\circ}$ , bei stärkerem Trockensystem etwa  $10^{\circ}$  -  $18^{\circ}$ . Es ist aus den Kurven zu entnehmen, daß der relative Fehler bis zu 6% ansteigen kann. Die in der graphischen Darstellung eingezeichneten Punkte sind experimentell ermittelte Werte, die eine recht gute Übereinstimmung mit den theoretisch gerechneten Werten ergeben.

Die folgende Abbildung (4) zeigt den Verlauf des Fehlers beim Vergleich zweier absorbierender Substanzen bzw. einer absorbierenden Substanz mit einer nicht absorbierenden. Die Kurven wurden gerechnet für die Beispiele Aluminium-Platin, Quecksilber-Strontiumtitanat und Platin-Strontiumtitanat. Bei diesen Beispielen ist zu erkennen, daß der relative Fehler bis zu 6% ansteigen kann, was für exakte Messungen nicht mehr tragbar ist. Besonders bei Verwendung der modernen hoch empfindlichen und genau arbeitenden photoelektrischen Meßeinrichtung ist es also angebracht, falls die optischen Konstanten von Eichsubstanz und Objekt voneinander abweichen, das Reflexionsvermögen  $R(0)$  aus dem Mittelwert der beiden Messungen  $R_1^{\perp}$  und  $R_1^{\parallel}$  zu bestimmen.

#### Zusammenfassung :

Die senkrechte Inzidenz des Lichtes ist am Erzmikroskop infolge der hier meist benutzten geometrischen Strahlenteilung nicht gewährleistet. Damit ist das mikroskopisch bestimmte Reflexionsvermögen sowohl vom Einfallswinkel als auch von der Schwingungsrichtung des einfallenden Lichtes abhängig und von dem Beer'schen Reflexionsvermögen, das genau senkrechte

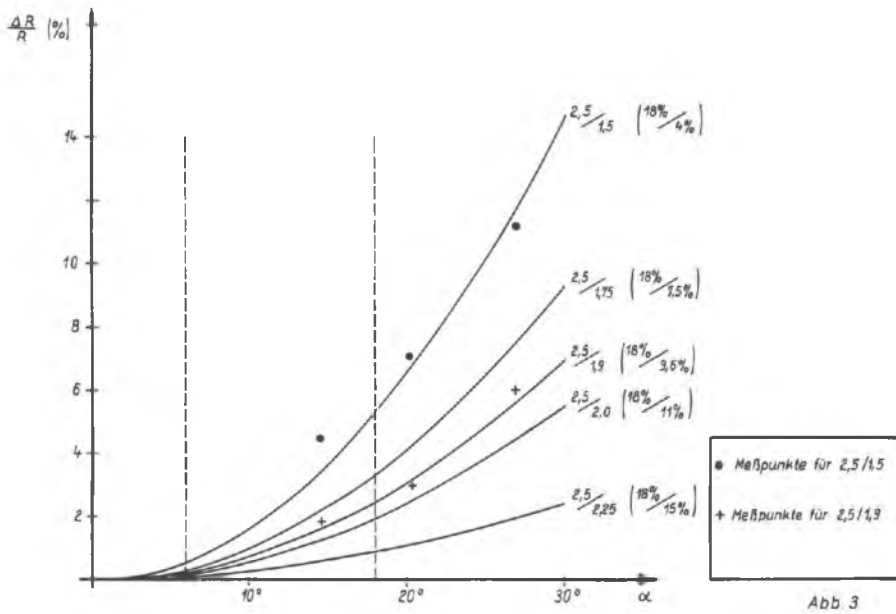


Abb 3

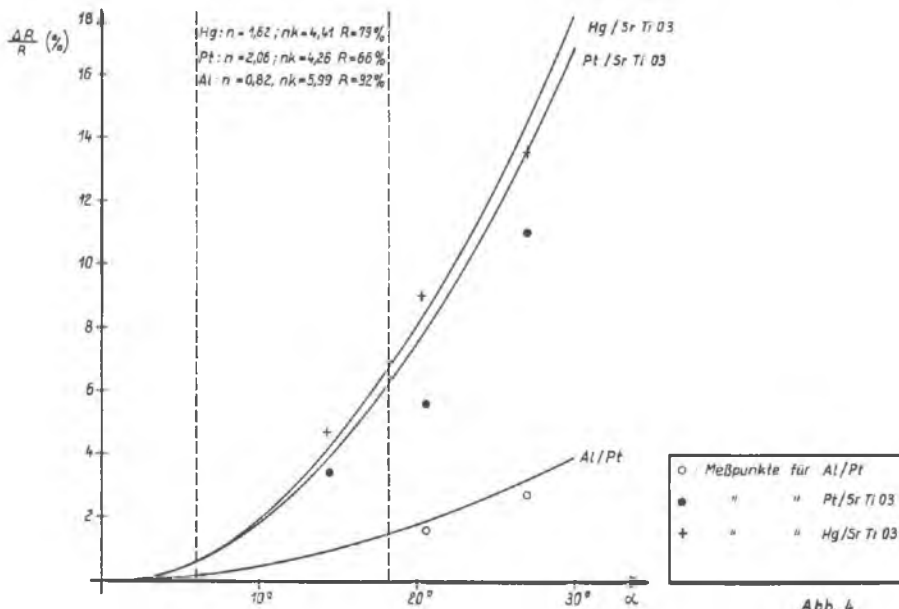


Abb 4

Inzidenz des Lichtes voraussetzt, verschieden. Berek hat vorgeschlagen, das Reflexionsvermögen auch isotroper Objekte generell im polarisierten Licht zu bestimmen und die Reflexionsvermögen des parallel und senkrecht zur Einfallsebene schwingenden Lichtes zu messen. Das gesuchte Beer'sche Reflexionsvermögen ergibt sich dann als der arithmetische Mittelwert der beiden Messungen, was Berek durch Meßreihen am Platin-Quarz experimentell bestätigt hat.

Dieser Sachverhalt läßt sich sowohl für nicht absorbierende als auch für absorbierende Objekte mittels der Fresnel'schen Formeln exakt beschreiben. Die Anwendung der Fresnel'schen Formel auf die in der Mikrophotometrie üblichen Vergleichsmessungen führt jedoch, insbesondere bei absorbierenden Objekten und Eichsubstanzen zu wenig übersichtlichen mathematischen Formen. Zur Diskussion der durch den Schrägeinfall des Lichtes am Mikroskop bedingten Abweichungen der Messungen von dem tatsächlichen Reflexionsvermögen wird daher eine Näherung benutzt, die auf einer Reihenentwicklung der Fresnel'schen Formel beruht. Es ergibt sich ein einfacher funktioneller Zusammenhang des relativen Fehlers mit dem Einfallswinkel und den optischen Konstanten des Objektes und der Eichsubstanz, derart, daß der relative Fehler mit dem Einfallswinkel und dem Unterschied der optischen Konstanten von Objekt und Eichsubstanz wächst. Die Fehlerkurven zeigen, daß die relativen Fehler in der Praxis zwischen 1% und 6% liegen. Die theoretisch erhaltenen Fehlerkurven wurden durch Messungen an Objekten mit bekannten optischen Konstanten experimentell bestätigt.