

DETERMINATION DE L'INDICE DE REFRACTION
DES MINERAUX TRANSPARENTS. A PARTIR DE LA MESURE
DE LEUR POUVOIR REFLECTEUR

par

René GAYE
B.R.G.M. - FRANCE

et

Dr. Karl MEDENBACH
Société LEITZ - ALLEMAGNE Fédérale.

L'étude des fonctions de Fresnel (Cf. publication du Dr. KORNER), montre l'importance de l'erreur couramment commise lorsque, employant un microscope polarisant à réflexion, équipé d'un illuminateur à prisme, on néglige de tenir compte de l'angle d'incidence. En fait, on doit considérer que cette erreur n'est pas une erreur de mesure à proprement parler, mais plutôt, une erreur d'interprétation, puisqu'on applique, pour des flux réfléchis sous une incidence oblique, des formules relatives à l'incidence normale.

On peut se demander pourquoi cette erreur, bien connue par les travaux de Berch en 1934 et de Capdecorme en 1937, reste toujours négligée ?

Il y a plusieurs raisons ; on doit, tout d'abord remarquer, qu'il y a 40 ans, le manque de sensibilité et de fidélité des photomètres, autorisait les expérimentateurs à négliger de nombreuses causes d'erreurs et celle-ci plus que toutes les autres, car le microscope classique était alors équipé d'un illuminateur à lame, pour lequel, à condition que l'ouverture numérique du faisceau incident ne soit pas trop grande ($< 0,65$), on avait toujours une incidence moyenne, assimilable à l'incidence normale. Depuis cette époque, on utilise généralement des illuminateurs à prisme, mais l'habitude de cette assimilation a été conservée.

Ensuite, il faut reconnaître, que les formules relatives à l'incidence normale sont beaucoup plus faciles à appliquer que les formules relatives à l'incidence oblique, et, par exemple, le calcul de n et X_i pour les minéraux opaques, à partir de 2 mesures, dans l'air et dans l'huile, rebuiterait bien des chercheurs, si l'on devait tenir compte d'un angle d'incidence différent de zéro degré.

Pour ces raisons, les valeurs obtenues, avec un microscope équipé d'un illuminateur à prisme, sont souvent entachées d'une certaine erreur, d'autant plus importante que l'ouverture numérique de l'objectif utilisé est élevée.

EMPLOI DE L'ILLUMINATEUR A PRISME.

Pour obtenir des valeurs de pouvoirs réflecteurs, sous l'incidence normale, lorsqu'on utilise un tel illuminateur, il faut envisager deux possibilités :

1°) L'importance de l'angle d'incidence peut-être réduite, en déplaçant verticalement le diaphragme d'ouverture de l'illuminateur, de manière à ce que le faisceau incident forme avec la normale à la préparation un angle voisin de zéro degré. Mais cet angle ne peut jamais être nul, surtout pour les grossissements élevés et cette approximation n'est plus valable lorsque le pouvoir réflecteur des échantillons mesurés est très éloigné de celui de l'étalon. (C'est le cas des métaux, mesurés à partir de l'étalon international Si C).

Photos I et II. Diaphragme d'ouverture placé le plus près possible de l'axe vertical du microscope. Bien que faible (27°), l'angle que forme le rayon moyen du faisceau incident, avec la normale à la préparation, n'est pas nul.

Photo III. A partir de 0° , R_{\perp} et R_{\parallel} divergent; leur moyenne arithmétique reste égale à $R_i = 0^\circ$, si $i < 25^\circ$

$$R_i = 0^\circ = \frac{R_{\perp} + R_{\parallel}}{2}$$



Objektiv 44/0,65
 Aperturblende:
 $\sin i : 0,05 - 0,25$
 $i : 3^\circ - 15^\circ$

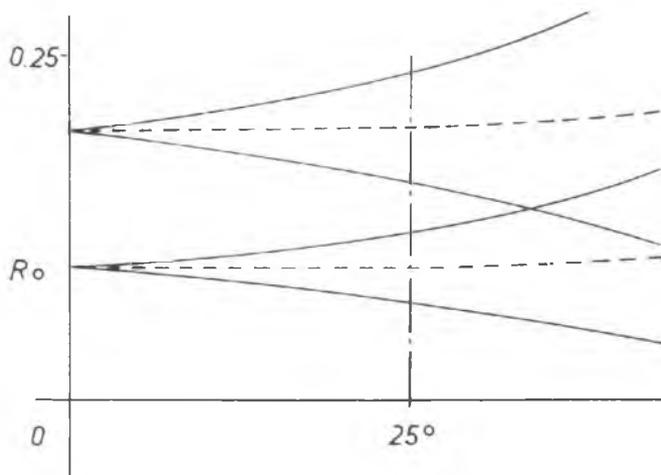


Photo I

Photo II

Photo III

2°) La valeur du pouvoir réflecteur sous l'incidence normale, peut être déterminée par le calcul, à partir des 2 mesures R_{\perp} et R_{\parallel} .

En effet, l'étude des fonctions de Fresnel montre que, jusqu'à des incidences voisines de 25°, la moyenne des 2 fonctions principales est égale à la valeur du pouvoir réflecteur sous l'incidence normale. (photo III).

Cette seconde solution est agréable, car elle écarte toute ambiguïté quant à la valeur de l'angle d'incidence. Elle a pour seul inconvénient de multiplier par 2 le nombre de mesures. Toutefois, nous l'appliquons et la préconisons pour l'étude des minéraux opaques.

APPLICATION AUX MINÉRAUX TRANSPARENTS.

Si on compulse les données de la littérature depuis 40 ans, on se rend compte que les travaux portant sur l'étude par réflexion des minéraux transparents sont rares et que les quelques résultats qui ont été publiés, relativement à cette catégorie de minéraux étaient parfois, tellement aberrants qu'ils ont donné lieu à de vives critiques, dont l'effet a été de discréditer, pendant un certain temps, et notamment dans l'esprit des pétrographes, la méthode de mesure des pouvoirs réflecteurs.

Pourtant, les cas où elle aurait rendu service sont nombreux, car on sait que la connaissance de l'indice de réfraction des minéraux transparents est une donnée importante, dont on doit souvent se priver quand les méthodes classiques ne sont pas applicables. La méthode du liseré de Becke ou même du contraste de phase exigent toujours que le grain ou les grains à étudier soient extraits de leur support, et cette extraction est généralement impossible, lorsque ces grains sont de dimensions inférieures à 50 microns.

En outre, ces méthodes sont inapplicables pour des indices supérieurs à 2 et les données que l'on possède sur ces minéraux ont été établies par la méthode du prisme, c'est-à-dire sur des cristaux de très grandes dimensions.

C'est pourquoi nous avons pensé que la mesure des pouvoirs réflecteurs ne devait pas rester l'instrument d'étude exclusif des minéraux opaques et nous avons recherché les conditions d'application de la microréflexométrie, permettant d'accéder à l'étude particulière des minéraux transparents.

La première cause d'erreur qui apparaît, est due aux réflexions sur la face inférieure du cristal transparent. En réalité, cette réflexion est parfois incomplète, selon l'état de rugosité de la face inférieure, mais, quelle que soit son importance, on doit rechercher les conditions pour lesquelles on ne la mesure pas.

En lame mince, cette réflexion existe toujours, pour des rayons atteignant la préparation sous l'incidence normale.

En section polie, et toujours sous l'incidence normale, elle dépend de l'épaisseur du cristal mesuré et du profil de sa face inférieure; elle peut être plus ou moins importante, exceptionnellement nulle, mais la mesure du flux réfléchi, dans ces conditions, reste toujours aléatoire.

De ces observations, on peut conclure que l'illuminateur à lame, dont la principale caractéristique consiste à envoyer son faisceau perpendiculairement à la préparation est inutilisable pour la mesure du pouvoir réflecteur des minéraux transparents.

Lorsqu'on emploie un illuminateur à prisme, le faisceau incident ne peut pas être perpendiculaire à la préparation. L'angle d'incidence est plus ou moins grand, selon le réglage vertical du diaphragme d'ouverture et selon l'ouverture numérique des objectifs.

Nous avons recherché expérimentalement, quelle doit être la valeur minimale de cet angle, pour que, sous l'épaisseur pétrographique de 30 microns, on n'ait aucune chance de mesurer tout en partie, du flux réfléchi par la seconde face, lorsque la mise au point étant faite sur la face supérieure de la préparation, on délimite, par le diaphragme de champ de l'illuminateur, une surface de mesure, de 10 microns de diamètre : L'expérience montre et le calcul confirme, qu'il n'est pas possible d'éviter la réflexion due à la seconde face, lorsque l'angle d'incidence est inférieur à 20°.

Cette limite inférieure de 20°, permet de déterminer le choix des objectifs et le réglage du diaphragme d'ouverture de l'illuminateur.

Il est évident que la lame mince ne doit pas être munie d'un couvre-objet, et qu'elle doit être polie. Cette opération est souvent délicate, et toutes les fois où cela est possible, il est préférable de travailler sur sections polies.

Il est intéressant de remarquer que cet angle de 20° peut être facilement obtenu, sur un microscope classique, en employant un objectif 44/0,65, qui permet, sans qu'il soit besoin de faire usage d'un grossissement intermédiaire élevé, de délimiter des plages de mesures, d'un diamètre voisin de 10 microns.

La valeur de l'angle d'incidence varie avec le microscope et doit être mesurée une fois pour toutes, pour chaque objectif; la position du diaphragme d'ouverture doit être repérée avec soin et son dérèglement éventuel nécessite une nouvelle mesure de l'angle d'incidence.

Pour mesurer cet angle, on peut, soit faire usage d'un apertomètre, soit mesurer sur une photographie, l'image du faisceau se propageant dans un prisme opale diffusant. Dans ce dernier cas on mesure l'angle de réfraction, pour un objectif à sec, ou l'angle d'incidence, pour un objectif à immersion, à condition que l'indice de l'huile soit égal à l'indice du prisme.

On peut également mesurer le déplacement latéral de l'impact du faisceau incident sur une feuille de papier disposée sur la platine du microscope, lorsqu'on déplace verticalement cette dernière. Un simple calcul trigonométrique permet alors de calculer l'angle d'incidence.

Lorsque cet angle est connu, il n'est plus nécessaire, pour déterminer l'indice de réfraction d'un minéral transparent à partir de la mesure de son pouvoir réflecteur, de faire, comme pour les minéraux opaques, la moyenne de 2 mesures pour les 2 orientations principales du polariseur.

En effet, les relations combinées de Fresnel et de Descartes, nous permettent de déterminer \bar{n} , directement, lorsqu'on connaît i d'une part et l'orientation du plan de vibration par rapport au plan d'incidence, d'autre part.

$$R = \left\{ - \frac{n \cos r - \cos i}{n \cos r + \cos i} \right\}^2 \quad \text{et} \quad \bar{r} = \left\{ - \frac{n \cos i - \cos r}{n \cos i + \cos r} \right\}^2$$

Il suffit de tracer graphiquement, pour i donné, les 2 fonctions $R = f(n)$ et $\bar{r} = f(n)$, pour déterminer rapidement, moyennant une échelle convenable, l'indice de réfraction, avec une précision graphique de 1 unité de la 3^e décimale, à partir de l'une ou l'autre, des valeurs R_1 ou \bar{r} .

Toutefois, le raisonnement précédent s'appuie sur l'hypothèse d'un faisceau incident assimilé à un rayon théorique. Pratiquement, le faisceau incident est un cône, dont l'angle au sommet est fonction du diamètre du diaphragme d'ouverture. Il est bien évident que les formules de Fresnel seront d'autant mieux appliquées que l'angle de ce cône sera petit ce qui implique que le diaphragme d'ouverture ait le plus petit diamètre possible.

D'autre part, et notamment lors de comparaisons dans l'huile et dans l'air, il faut, pour rester rigoureux, que l'angle des faisceaux issus de différents objectifs soit identique, malgré les ouvertures numériques différentes des objectifs utilisés.

On doit donc mesurer et apparier l'angle d'ouverture des faisceaux à l'aide de l'apertomètre (photo I et IV).

Photos IV et V. Le diaphragme de mesure a été écarté de l'axe vertical du microscope. L'angle que forme le rayon moyen avec la normale à la préparation est voisin de 30° , c'est-à-dire plus grand que la limite inférieure définie ci-dessus.



Objektiv 44/0,65

Aperturblende :

$\sin i : 0,4 - 0,6$

$i : 24^\circ - 37^\circ$

Photo IV



Photo V

TABLEAU I

	R mesuré en %	n calculé Na	n publié Na	R calculé	A n absolu
Fluorine	3,84	1,430	1,430	3,84	0
Quartz no	5,63	1,541	1,544	5,68	- 0,003
Calcite no	7,27	1,660	1,658	7,32	+ 0,002
Enlytite	13,16	2,02	2,05	13,64	- 0,03
Sanarwantite	13,89	2,065	2,085	14,22	- 0,02
Blende	18,36	2,35	2,37	18,66	- 0,02
Rutile no	22,04	2,597	2,609	22,22	- 0,012
Honorite	23,25	2,68	2,69	23,40	- 0,01
Alabandine	23,84	2,72	2,70	23,56	+ 0,02
Cuprite	25,86	2,87	2,85	25,60	+ 0,02

Valeurs de n, calculées pour quelques minéraux à partir de la mesure de $R_1 = 22^\circ$ (objectif 44/0,65).

RESULTATS.

Le tableau ci-dessus présente les résultats obtenus, tout d'abord, sur une série de minéraux dont l'indice, relativement peu élevé, aurait pu être déterminé par la méthode classique du liseré de Becke. On voit que pour ces minéraux d'indice moyen, l'imprécision n'affecte que la 3^e. décimale, alors que pour fixer les idées, l'erreur faite sur la fluorine (n = 1,430), en ne tenant pas compte de l'angle d'incidence, serait, selon l'orientation

du plan de polarisation, de l'ordre de 7 unités de la 2^e. décimale, si l'on ne tenait pas compte de l'angle d'incidence égal à 22°, que nous avons choisi.

En ce qui concerne les minéraux d'indice supérieur à 2, l'imprécision est de ± 2 unités de la 2^e. décimale, par rapport aux données de la littérature.

Ces divergences peuvent s'expliquer par le fait que la composition chimique des espèces, dont les valeurs publiées ont été déterminées par la méthode du prisme, peut ne pas être rigoureusement identique à celle des échantillons que nous avons mesurés. On peut ainsi envisager une erreur due à l'état de Surface, parfois imparfait, surtout dans le cas des minéraux tendres, et aussi une certaine imprécision due notamment à l'électronique qui limite encore partiellement la précision des mesures photométriques.

CONCLUSIONS.

Pour relativement imprécis qu'ils puissent paraître, encore que notre précision soit généralement suffisante pour les déterminations pétrographiques courantes, il nous a semblé intéressant de mentionner ces résultats.

Grâce aux pouvoirs réflecteurs, nous pouvons aujourd'hui, déterminer l'indice de réfraction d'un minéral transparent, isolé ou disséminé dans un agrégat de roche ou de minéral, lorsque ses dimensions sont trop faibles pour qu'on puisse l'extraire en vue d'appliquer la méthode classique du liseré de Becke. La méthode est, en outre applicable, quelle que soit la valeur de l'indice, ce qui nous permet d'affronter l'étude des minéraux d'indice supérieur à 2.

Ainsi, la microréflectométrie, par l'application rigoureuse des formules de Fresnel, nous permet de fournir une donnée supplémentaire pour l'identification des constituants des roches et des minerais.