

AUFLICHTOPTISCHE UNTERSUCHUNGEN AN AUROSTIBIT (AuSb<sub>2</sub>)

von

Waltraud Buchinger <sup>+)</sup>

(eingelangt am 28.5.1990)

Einleitung

Das Ziel der vorliegenden Untersuchung war es, das Reflexionsvermögen von synthetischem Aurostibit in Luft und in Immersionsöl (DIN 58884,  $n_{598nm} = 1,518$ ) im Bereich von 400 bis 760 nm mit linear polarisiertem Licht zu bestimmen, und die optischen Konstanten  $\kappa$ ,  $n$  und  $k$  mittels der Zwei-Medienmethode zu ermitteln.

In der Literatur finden sich ausschließlich Angaben über in Luft gemessene Reflexionswerte von natürlich vorkommenden Aurostibiten (PICOT und JOHAN, 1982 sowie VJASLOV, 1973 für natürlichen Aurostibit aus Krasna Hora, CSFR; NAZ'MOVA et al., 1975, für natürlichen Aurostibit der Lagerstätte Bestyube, Nord-Kasachstan, UdSSR).

Experimentelles

Für die Herstellung von Aurostibit (AuSb<sub>2</sub>) wurden reinstes Goldpulver (m3N5; 00767, Ventron) von der Korngröße 1,8 - 2,3  $\mu\text{m}$  und Antimon (m6N5; 00016, Ventron) in stöchiometrischem Mischungsverhältnis (Au:Sb = 1:2) feinst verrieben und gepreßt. Der Preßling wurde in einem verschlossenen Graphittiegel im Muffelofen bei 900 °C 35 Minuten geschmolzen und nach einer Abkühlungsdauer von ca. fünf Stunden bei ca. 350 °C aus dem Ofen genommen.

Die Identifizierung des synthetischen Materials erfolgte mittels Röntgendiffraktometrie (Cu K $\alpha$ -Strahlung).

Bruchstücke des Syntheseproduktes wurden in Kunstharz eingebettet, mit Araldit imprägniert und mit SiC (Körnung 600) auf Glas und mit 15  $\mu\text{m}$  Diamantpaste auf Nylontuch (Buehler Ltd.) händisch geschliffen. Die Politur erfolgte mit 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  und 1  $\mu\text{m}$  Diamantpasten auf Nylontuch und mit 0,25  $\mu\text{m}$  Diamantpaste auf Filztuch (Microcloth; Buehler Ltd.).

Die Reflexionsmessungen erfolgte mit einem Leitz Auflichtmikroskop Orthoplan-Pol und einem Mikroskopphotometer MPV 2 (Photoverfälfacher S 20, EMI 9558) unter

---

+) Anschrift des Verfassers  
Mag. Waltraud Buchinger  
Institut für Mineralogie und Kristallographie der Universität Wien  
Dr. Karl Lueger-Ring 1, A-1010 Wien

Verwendung des Objektivs 20x/0,40, effektive N.A. 0,20 und eines Leitz Gittermonochromators ( $\delta\lambda = 7 \text{ nm}$ ). Der Durchmesser des kreisförmigen Meßfeldes betrug 0,06 mm. Als Reflexionsstandard diente (W,Ti)C im Bereich von 400 bis 700 nm und SiC im Bereich von 700 bis 760 nm.

Die Messungen wurden von 400 bis 760 nm in Schritten von 20 nm durchgeführt (Tab. 1). Die Werte für die Standardwellenlängen (IMA/COM) wurden dann rechnerisch durch Interpolation ermittelt. Für jede Wellenlänge wurde 5 mal gegen den Reflexionsstandard gemessen, wobei jeweils ein Mittelwert aus 25 Stichproben gebildet wurde.

Aus den für Luft und Öl erhaltenen Reflexionswerten wurden nach den Gleichungen von KOENIGSBERGER (1914) die optischen Konstanten errechnet und Dispersionskurven für die Reflexion in Luft und Öl ( $R$  und  ${}^mR$ ), die Absorptionskonstante ( $\kappa$ ), den Brechungsindex ( $n$ ) und den Absorptionskoeffizienten ( $k$ ) dargestellt. Die Glättung der Kurven erfolgte durch geringfügige Änderungen der Reflexionswerte, die innerhalb der Reproduzierbarkeit der Messungen lagen.

Tab. 1: Reflexionswerte in Luft ( $R$ ) und Reflexionswerte für Öl ( ${}^mR$ ) von synthetischem Aurostibit ( $\text{AuSb}_2$ ). Die Hundertstel-Stelle folgt aus der Rückrechnung der geglätteten  $n$ - und  $k$ -Kurven.

[nm]	R[%]	${}^mR$ [%]	[nm]	R[%]	${}^mR$ [%]
470	63,60	52,41	540	64,53	52,75
546	64,66	52,86	560	64,95	53,12
589	65,63	53,81	580	65,42	53,40
650	66,38	54,52	600	65,88	54,07
			620	66,28	54,48
400	63,03	53,42	640	66,45	54,63
420	63,37	53,20	660	66,30	54,41
440	63,44	52,81	680	65,98	54,03
460	63,53	52,51	700	65,54	53,56
480	63,67	52,31	720	65,04	53,04
500	63,88	52,29	740	64,50	52,53
520	64,17	52,45	760	63,93	52,00

## Diskussion

Die Reflexionsspektren für  $\text{AuSb}_2$  (Abb. 1) zeigen eine relativ hohe Reflexion (über 60%) und eine sehr geringe Dispersion mit einem sehr flachen Maximum bei etwa 640 nm. Auffällig ist der in Luft und Öl etwas unterschiedliche Kurvenverlauf im kurzwelligem Spektralbereich. Während die Reflexion in Öl ein Minimum bei 500 nm aufweist, erfolgt in Luft ein kontinuierlicher Anstieg bis zum Reflexionsmaximum.

Die relativ hohen Werte der Absorptionskante (Abb. 2a) im kurzwelligem Spektralbereich sowie deren starke normale Dispersion bestimmen den Verlauf der Reflexion in Öl von 400 nm bis 500 nm. Bei 600 nm weist die  $\kappa$ -Kurve ein Minimum auf.

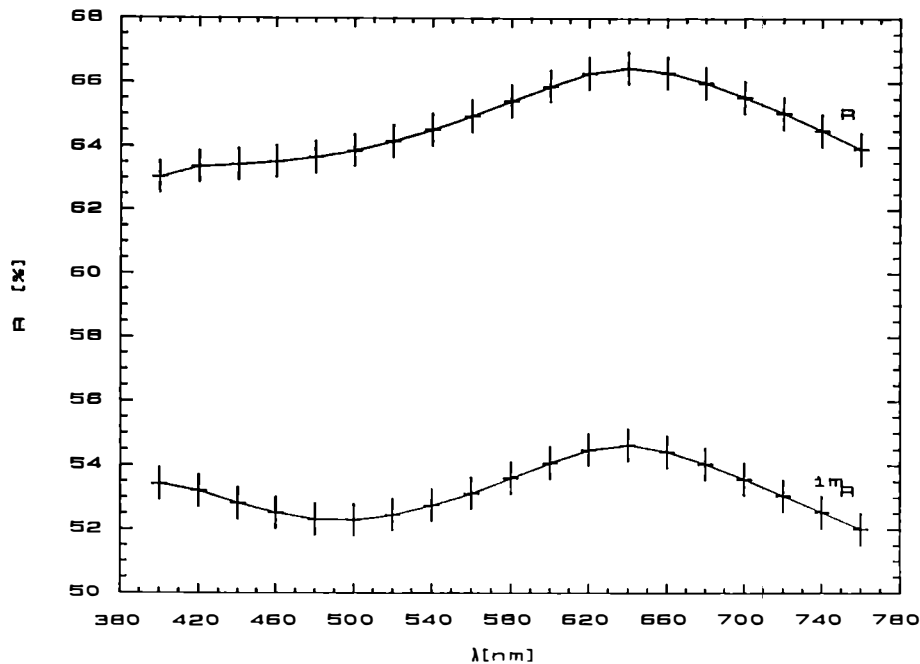


Abb. 1: Reflexionskurven in Luft (R) und in Öl ( $1mR$ ) von synthetischem Aurostibit. +... Der vertikale Balken entspricht dem statistischen Meßfehler, der horizontale Balken dem  $\Delta\lambda$ -Bereich (7 nm).

Im mittleren und langwelligen Spektralbereich wird der Verlauf der Reflexionskurven von den  $n$ -Werten dominiert. Sowohl der Brechungsindex (Abb. 2b) als auch der Absorptionskoeffizient (Abb. 2c) sind relativ hoch und zeigen eine normale Dispersion bis zu ihrem Maximum bei 680 nm für  $n$  und bei 660 nm für  $k$ .

Unter identen Bedingungen durchgeführte Vergleichsmessungen an natürlichen Aurostibit aus Krásná Hora ergaben bei den Standardwellenlängen eine um etwa 2% (R) geringere Reflexion. Auch die in der Literatur angegebenen Reflexionswerte sind generell niedriger als die für synthetischen Aurostibit bestimmten Werte (vgl. Abb. 3). Eine mögliche Ursache für die geringere Reflexion von natürlichem Aurostibit ist die Beimengung anderer Elemente wie z.B. Fe, Cu und As (NAZ'MOVA et al., 1975; SOBOTKA, 1953).

Die Reproduzierbarkeit der Messung beträgt  $\pm 0,8$  % (relativ), was nach PILLER & GEHLEN (1964) noch eine sinnvolle Basis für die Berechnung der optischen Konstanten darstellt. Ab 700 nm sind aufgrund von stärkeren Geräteschwankungen und der Verwendung des niedriger reflektierenden Standards die größten Fehler zu erwarten. Für die im  $n/k$ -Diagramm nach EMBREY & CRIDDLE (1978) durch den Schnitt der Isoreflexionskurven in Luft und Öl festgelegten Schnittwinkel ergeben sich für Aurostibit aufgrund der hohen  $n$ - und  $k$ -Werte flache Schnittwinkel, was relativ hohe Fehler für die berechneten optischen Konstanten bedeuten kann. Die Größen der Winkel reichen von  $5^\circ$  im kurzwelligen bis  $2^\circ$  im langwelligen Spektralbereich. Somit sind vor allem die Werte für die optischen Konstanten im langwelligen Bereich äußerst kritisch zu betrachten und können Fehler von  $\pm 0,5$  aufweisen.

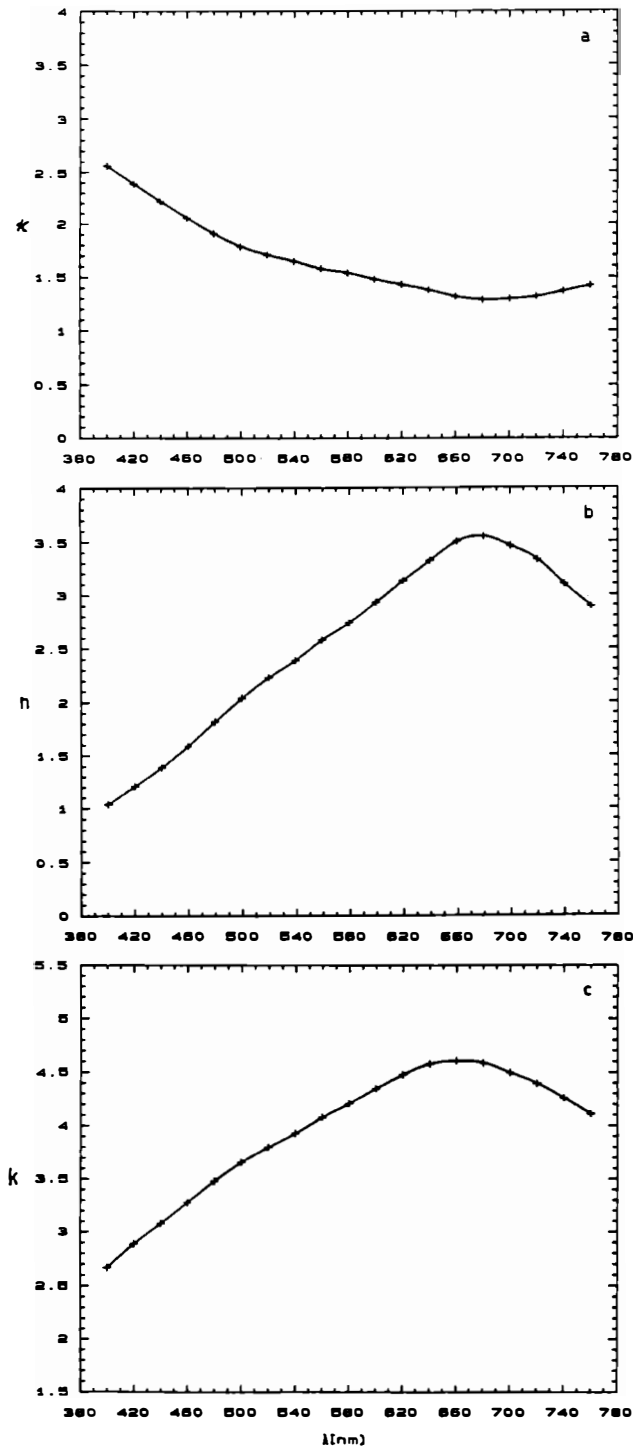


Abb. 2: Graphische Darstellung a) der Absorptionskonstanten, b) der Brechungsindizes und c) der Absorptionskoeffizienten von synthetischem Aurostibit.

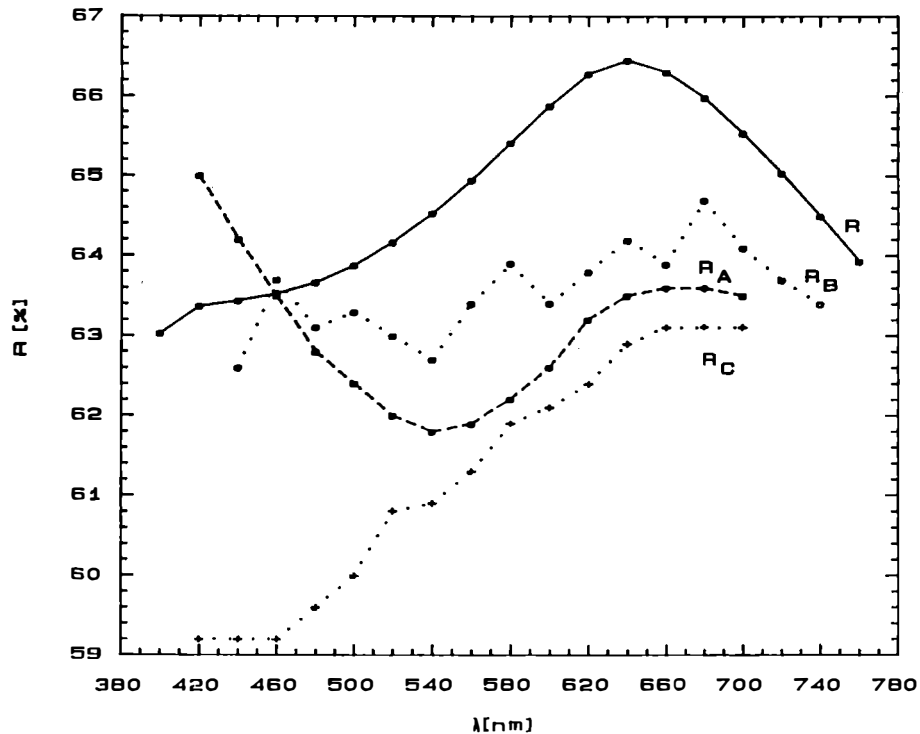


Abb. 3: Graphische Darstellung der bisher bekannten Reflexionskurven in Luft im Vergleich mit den für synthetischen Aurostibit bestimmten Daten: Reflexionskurve für synthetischen Aurostibit, eigene Messung (R), Reflexionskurve nach PICOT und JOHAN (1982) (R<sub>A</sub>), Reflexionskurve nach VJALSOV (1973) (R<sub>B</sub>) und Reflexionskurve nach NAZ'MOVA et al. (1975) (R<sub>C</sub>).

### Danksagung

Ich danke Herrn Prof. Dr. J. ZEMANN für sein Interesse an dieser Arbeit, Herrn Prof. Dr. A. BERAN möchte ich für die Unterstützung bei diesen Untersuchungen danken. Herrn Prof. Dr. F. CECH stellte freundlicherweise das natürliche Probenmaterial zur Verfügung. Der Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung (Projekt Nr. 4530) stellte die für die Auflichtmessungen benötigten Geräte zur Verfügung.

### Literatur

- EMBREY, P.G., CRIDDLE, A.J. (1978): Error problems in the two media method of deriving the optical constants  $n$  and  $k$  from measured reflectances. - Amer. Mineral., **63**, 853 - 862.
- KOENIGSBERGER, J. (1914): Über Messung des Reflexionsvermögens und Bestimmung der optischen Konstanten. - Ann. Phys., **43**, 1205 - 1222.

- NAZ'MOVA, G.N., SPIRIDONOV, E.M., SHALAYEV, Y.u.S. (1975): Aurostibite from Bestyube deposit, northern Kazakhstan. Doklady Akad. Nauk. SSSR, 222, 141 - 143.
- PICOT, P., JOHAN, Z. (1982): Atlas of ore minerals. - Orleans: B.R.G.M., Amsterdam: Elsevier.
- PILLER, H., von GEHLEN, K. (1964): On errors of reflectivity measurements and of calculation of refractive index  $n$  and absorption coefficient  $k$ . - Amer. Mineral., 49, 867 - 882.
- SOBOTKA, J. (1954): Aurostibite  $\text{AuSb}_2$  in the ore veins of Krásná Hora and Milesov, first macroscopical occurrence. - Rozpravy Ceskoslov. Akad. Véd, 64, 43 - 60.
- VJALSOV, L.N. (1973): Reflexionsspektren von Erzmineralen (in Russ.). - Moskau: Akad. Nauk. SSSR.