

Die Bestimmung optischer Konstanten durch Mikroreflexionsmessungen
mit Hilfe des Interferenzschichten-Verfahrens

von Hans-Eugen Bühler
in Duisburg-Hamborn

(Mitteilung aus der Forschung
der August Thyssen-Hütte AG)

Das optische Verhalten eines Werkstoffes gegenüber einer einfallenden Lichtwelle wird durch dessen optische Konstanten, die Brechzahl n und den Absorptionskoeffizienten k charakterisiert.

Zur Bestimmung von n und k wurden bisher verschiedene Verfahren angewendet¹⁻¹⁰⁾. Ziel der folgenden Arbeit soll es sein, die Möglichkeiten des Interferenzschichten-Verfahrens nach Pepperhoff⁹⁾ zur Bestimmung der optischen Konstanten zu beschreiben.

Grundlagen und Versuchsdurchführung

Beim Bestrahlen einer Probe, die mit einer interferenzfähigen Schicht bedampft wurde, mit weißem Licht wird dieses teilweise an der Grenzfläche Luft/Schicht, zum anderen an der Grenzfläche Schicht/Metall reflektiert.

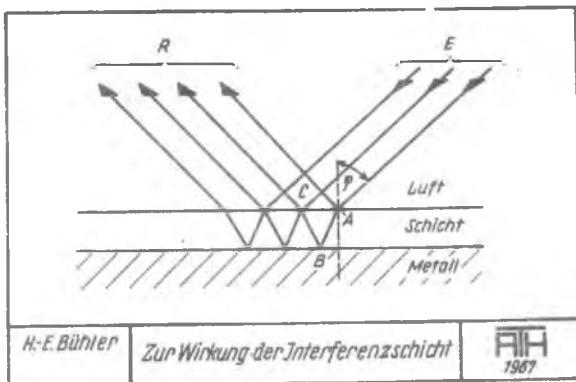


Bild 1

Bild 1 zeigt, daß sich im reflektierten Lichtbündel R die von der oberen Grenzfläche Schicht/Metall gespiegelten Anteile des einfallenden Lichtes E überlagern. Aus dem polychromatischen Lichtbündel E wird dabei ein Wellenlängenbereich durch Interferenz besonders geschwächt, wobei maximale Auslöschung bei der Wellenlänge λ_{\min} auftritt. Bei λ_{\min} besteht zwischen den sich überlagernden Wellenzügen ein Gangunterschied von $\frac{\lambda}{2}$ oder 180 grad. Die Wellenlänge maximaler Interferenz läßt sich unter der Voraussetzung der Verwendung absorptionsfreier Schichtwerkstoffe durch Gleichung (1) rechnerisch erfassen:

$$\lambda_{\min} = 4 \cdot n_s \left(s + \frac{\sigma_r}{2} \right) \quad (1)$$

Danach wird die spektrale Lage der Auslöschung einer Phase bestimmt durch die Brechzahl n_s der Schicht, die Dicke s der aufgedampften Schicht sowie durch die Größe des Phasensprunges σ_r , den das Licht an der Grenzfläche Schicht/Metall erfährt.

Die Größe von σ_r ist nach Gleichung (2) abhängig von den optischen Konstanten n_p und k_p der zu untersuchenden Phasen:

$$\tan \sigma_r = \frac{-2n_s \cdot k_p}{(n_p^2 + k_p^2) - n_s^2} \quad (2)$$

Wird die spektrale Lage der Interferenzwellenlängen λ_{\min} weitgehend von der Größe des Phasensprunges bestimmt, so muß zur vollständigen Auslöschung durch Interferenz zusätzlich die Amplitudenbedingung erfüllt sein. Die Brechzahl der Schicht, die theoretisch zur Auslöschung des Lichtes einer Wellenlänge führt, ist durch Gleichung (3) gegeben:

$$n_s = \sqrt{n_p + \frac{k_p^2}{n_p - 1}} \quad (3)$$

Während für Objekte mit geringeren Reflexionsvermögen die Amplitudenbedingung mit den in Bild 2 aufgeführten Schicht-

| Stoff | Brechzahl ($\lambda = 550\text{nm}$) | Schmelz- punkt [°C] | Verdampfungs- temperaturbereich [°C] | Verdampfungs- quelle | Bemerkungen |
|-------------------------|---|---------------------------|--|-----------------------------|---|
| Ag_2S | 1,25 | 1000 | 300 - 1000 | H ₂ | gut geeignet |
| Hg_2F_2 | 1,38 | 1220 | 1200 - 1600 | $\text{Te, Al}_2\text{O}_3$ | Verdampf aus der Schmelze |
| SiO_2 | 1,5 - 1,8 | | 1200 - 1600 | H ₂ | starker Einfluß des Druckes u der Verdampfungsbedingungen |
| In_2S_3 | 1,52 | | | Al_2O_3 | gut geeignet |
| LaF_3 | 1,5 | | 1300 - 1600 | Al_2O_3 | Verdampf aus der Schmelze |
| CaF_2 | 1,5 | 1325 | 1200 - 1600 | Al_2O_3 | Verdampf aus der Schmelze |
| PbF_2 | 1,75 | 820 | 800 - 1100 | Al_2O_3 | Verdampf aus der Schmelze, gut geeignet |
| SnS_2 | 2,3 - 2,4 | 330 | 300 - 400 | Al_2O_3 | für $\lambda < 1000$ nm stärkere Absorption, sonst gut geeignet |
| ZnS | 2,4 | 1750 | 800 - 1000 | H ₂ | gut geeignet |
| CuS | 2,4 | 1780 | 800 - 1000 | Al_2O_3 | Reinigt schlecht auf der Schmelzoberfläche |
| ZnSe | 2,65 | 1000 | 500 - 600 | Al_2O_3 | sehr gut geeignet |
| TiO_2 | 2,7 | | | | hohe strahlige TiO_2 -Emission |
| TiO | | 1700 | 1700 - 2000 | H ₂ | TiO bzw Ti bei 10^{-3} Torr |
| GaP | 2,9 - 3,5 | | ≈ 800 | Al_2O_3 | hohe Konzentration in aktiverem Spektralbereich |
| ZnTe | 3,25 | 1240 | 800 - 1000 | Al_2O_3 | gut geeignet |
| CuTe | 3,3 | 975 | 800 - 1000 | Al_2O_3 | hohe Zerstrahlung möglich |
| InP | 3,4 - 3,5 | | | H ₂ | Verdampf aus der Schmelze |

Bühler
Jackel
Thiemann

Zusammenstellung der gebräuchlichsten Schicht-
werkstoffe



Bild 2

werkstoffen voll befriedigt werden kann, erfordert die völlige Auslöschung bei höher reflektierenden Oberflächen sehr hohe Brechzahlen. So werden im Falle der Übergangsmetalle und deren Legierungen häufig Brechzahlen von etwa 4 und für Edelmetalle oder Aluminium sogar noch höhere Brechzahlen benötigt. Diese Forderung kann aber mit den zur Verfügung stehenden Schichtsubstanzen (Bild 2) nicht erfüllt werden.

Die Betrachtung der Optik nichtabsorbierender Aufdampfschichten zeigt, daß aus der Kenntnis des Reflexionsvermögens R_{Min} bei der Wellenlänge λ_{min} und dem Reflexionsvermögen R in unbedampften Zustand eine geschlossene mathematische Darstellung der optischen Eigenschaften n_p und k_p eines Objektes möglich ist.

die) Faßt man zur Bestimmung von n_p und k_p notwendigen Rechenoperationen zusammen, so zeigt Bild 3, daß sich der Gesamtrechen-

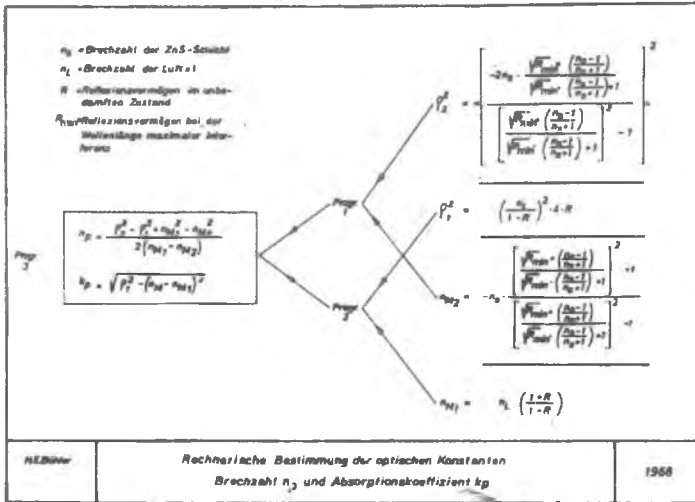


Bild 3

gang in übersichtlicher Weise in mehrere Einzelschritte zerlegen läßt, die zur schnellen Datenverarbeitung in der vorliegenden Form in eine elektronische Tischrechenmaschine eingegeben wurden¹¹⁾. Bild 3 zeigt ferner, daß zur Ermittlung der Zwischengrößen R , R_{Min} , n_{M1} und n_{M2} nur die gemessenen Werte von R , k_{Min} sowie die Brechzahlen n_S und n_L ($n_{\text{Luft}} = 1$) bekannt sein müssen.

Zur Bestimmung der Größen R und R_{Min} müssen eine Reihe von versuchstechnischen Voraussetzungen erfüllt sein.

Die zu untersuchenden ungeätzten, polierten Anschlüsse werden in einem Vakuum bedampft, das besser als 10^{-5} Torr sein sollte. Von den Interferenzfähigen Schichten wird gefordert, daß sie

Spektralbereich

absorptionsfrei sind und im sichtbaren, keine oder nur sehr geringe Dispersion aufweisen. Von den in Bild 2 aufgeführten Schichtwerkstoffen werden diese Bedingungen am besten von Zinksulfid erfüllt, das bei Absorptionsfreiheit folgende Brechzahlen aufweist¹¹⁾:

| | | | | |
|------------------|--------|--------|--------|--------|
| λ (nm) | 0,45 | 0,50 | 0,60 | 0,70 |
| n_{ZnS} | 2,4109 | 2,4208 | 2,3640 | 2,3330 |

Die Schichten lassen sich in reproduzierbarer Dicke bei Verwendung optischer Schichtdickenmeßsysteme aufdampfen, jedoch hat die Erfahrung gezeigt, daß die visuelle Einstellung einer gewünschten Schichtdicke bei sorgfältiger Bedampfung mit einer Genauigkeit von ± 5 nm erfolgen kann¹²⁾.

Die Bedampfung sollte so erfolgen, daß infolge der schärfer ausgeprägten Interferenzbanden die Beschichtung in der 1. Ordnung erfolgt.

Die Schichthaltbarkeit läßt sich durch Messen der Proben in einem klimatisierten Raum ($21 - 22^{\circ}$ C Raumtemperatur, < 30 % relative Feuchte) entsprechend verbessern. Langzeitmessungen an mit ZnS bedampften Eisenanschliffen zeigten Konstanz der Meßwerte bis zu einer Dauer von etwa 30 Minuten¹³⁾

Bei der Betrachtung der bei der Messung möglichen Fehler sollte unterschieden werden zwischen der gerätemäßig bedingten und der vom Oberflächenzustand der Proben abhängigen Reproduzierbarkeit. Beide Einflußgrößen wurden in einer Reihe von Arbeiten untersucht. So wird von S. Demirsoy¹⁴⁾, H. Piller und K.v. Gehlen¹⁵⁾ sowie von R. Mitsche und H. Scheidl¹⁶⁾ als Fehler bei der Mikroreflexionsmessung von der Geräteseite etwa 1 % (relativ) genannt. Den Einfluß des Polierverfahrens beschreibt H. Knosp¹⁷⁾. Polierkratzer sowie durch Oberflächenverformung hervorgerufene Deck- und Adsorptionsschichten gehen als Fehler in die Bestimmung der Konstanten ein.

n_2 = Brechzahl der ZnS-Schicht
 n_1 = Brechzahl der Luft (= 1)
 R = Reflexionsvermögen im bestimmten Zustand
 R_{max} = Reflexionsvermögen bei der Wellenlänge maximaler Interferenz

$$n_D = \frac{p_2^2 - p_1^2 + n_{M1}^2 - n_{M2}^2}{2(n_{M1} - n_{M2})}$$

$$k_D = \sqrt{p_1^2 - (n_{M1} - n_{M2})^2}$$

Prog_1
 Prog_2

$R_2^2 = \left[\frac{-2n_2 \frac{\sqrt{R_{\text{max}}} \left(\frac{n_2-1}{n_2+1}\right)}{\sqrt{R_{\text{max}}} \left(\frac{n_2-1}{n_2+1}\right) + 1}}{\frac{\sqrt{R_{\text{max}}} \left(\frac{n_2-1}{n_2+1}\right)}{\sqrt{R_{\text{max}}} \left(\frac{n_2-1}{n_2+1}\right) + 1}} \right]^2$

$R_1^2 = \left(\frac{n_1}{1-R}\right)^2 + R$

$n_{M2} = -n_2 \frac{\frac{\sqrt{R_{\text{max}}} \left(\frac{n_2-1}{n_2+1}\right)}{\sqrt{R_{\text{max}}} \left(\frac{n_2-1}{n_2+1}\right) + 1}}{\frac{\sqrt{R_{\text{max}}} \left(\frac{n_2-1}{n_2+1}\right)}{\sqrt{R_{\text{max}}} \left(\frac{n_2-1}{n_2+1}\right) + 1}}$

$n_{M1} = n_2 \left(\frac{1+R}{1-R}\right)$

Bild 3

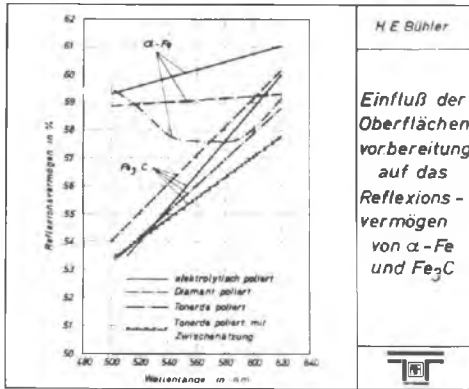


Bild 4

Die Ergebnisse von H. Knosp konnten durch eigene Versuche bestätigt werden.

So zeigt Bild 4 den Einfluß der Schliffvorbehandlung – Politur mit Tonerde, Diamant oder auf elektrochemischem Wege –

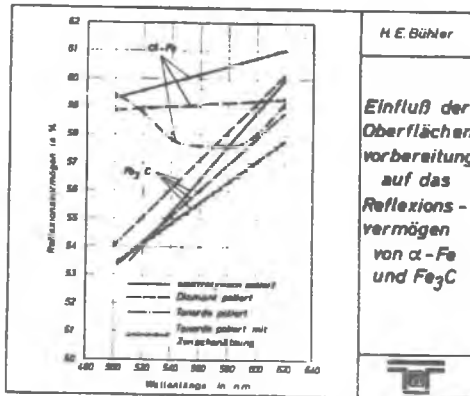


Bild 4

auf das Reflexionsvermögen von α -Eisen und Fe_3C . Die Darstellung zeigt, daß die besten Ergebnisse durch elektrolytisches Polieren gewonnen werden, während die mit einer mechanischen Vorbehandlung der Proben verbundene Verfahren niedrige Reflexionswerte liefern.

Die Beziehungen zwischen dem Reflexionsvermögen im Interferenzminimum R_{Kin} und den optischen Konstanten sind in Bild 5 für eine ZnS-Interferenzschicht im grünen Spektralbereich dargestellt (gestrichelte Kreisbogen).

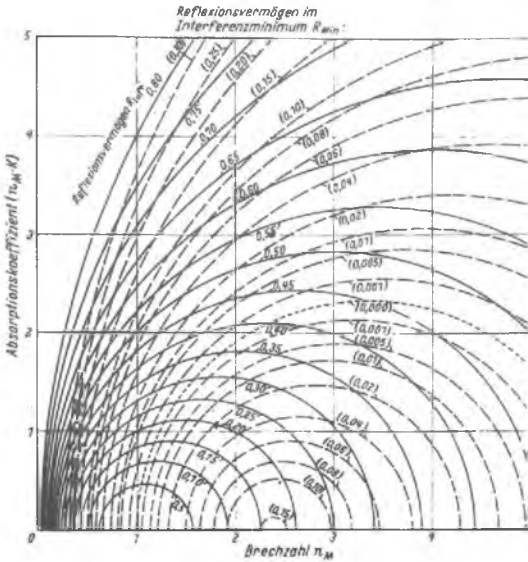
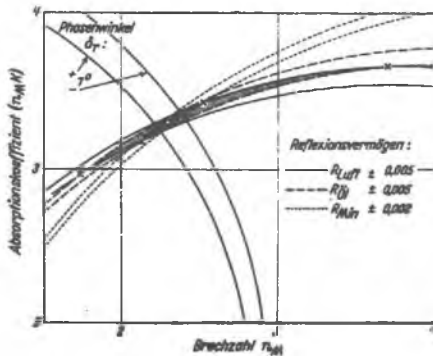


Bild 5

Durch gleichzeitiges Eintragen der Kreise für das Reflexionsvermögen an Luft läßt sich die Verstärkung von Amplitudenunterschieden unmittelbar ablesen⁹⁾.

W. Pepperhoff⁹⁾ hat versucht, den bei der Bestimmung der optischen Konstanten möglichen Fehler abzuschätzen. Hierzu sei auf Bild 6 verwiesen.



Für eine Probenoberfläche mit den Konstanten $n_p = 2,3$ und $k_p = 3,3$ ergibt sich aus den Schnittpunkten der Kreisbogen für $R_{\text{Luft}} \pm 0,005$ (ausgezogene Linien) und $R_{J_1} \pm 0,005$ (gestrichelte Linien) ein Fehler für

$$n_p = 2,3 \pm \begin{matrix} 60 \% \\ 30 \% \end{matrix} \quad (4a)$$

und für

$$k_p = 3,3 \pm 10 \% \quad (4b)$$

Dieser Fehlerbereich ist in Bild 6 durch die einfach schraffierte Fläche gekennzeichnet. Der Vergleich mit dem Interferenzschichten-Verfahren liefert unter Zugrundelegung von $R_{\text{Min}} \pm 0,002$ und $R_{\text{Luft}} \pm 0,005$ den durch die doppelt schraffierte Fläche ausgedrückten Fehler von

$$n_p = 2,3 \pm 10 \% \quad (4c)$$

und

$$k_p = 3,3 \pm 4 \% \quad (4d)$$

Diese Verbesserung der Genauigkeit kann durch die Möglichkeit noch verstärkt werden, Phasenwinkelunterschiede in der Größenordnung von $\pm 1^\circ$ zwischen zwei Phasen genau zu bestimmen. Dadurch verringert sich der Fehler bei der Bestimmung optischer Konstanten auf

$$n_p = 2,3 \pm < 5 \% \quad (4e)$$

und

$$k_p = 3,3 \pm < 2 \% \quad (4f)$$

Für niedrig reflektierende und schwach absorbierende Objekte (z. B. oxidische Phasen) scheint der durch das Interferenzschichten-Verfahren bedingte Fehler nach Bild 5 größer zu werden, da durch geringe Veränderungen des Reflexionsvermögens im unbedampften Zustand und im Interferenzminimum größere Fehler bei der graphischen Bestimmung des Absorptionskoeffizienten k_p auftreten können.

Man wird die Verwendung des Interferenzschichten-Verfahrens in folgedessen bei der Untersuchung solcher Objekte auf Schichtwerkstoffe einstellen müssen, die der Erfüllung der Amplitudenbedingung in Gleichung (3) näher kommen als Zinksulfid.

Dies bedeutet, daß anstelle der Kreisbögen für $R_{\text{Min-ZnS}}$ die graphische Auswertung für solche Schichtwerkstoffe durchgeführt werden mußte, deren Brechzahlen zwischen 1,5 und 2,0 liegen.

Versuchsergebnisse

Wie Bild 7 in Spalte 8 zeigt, werden zur Erfüllung der Amplitudenbedingung für die verschiedenen Phasen je nach Größe der optischen Konstanten n_p und k_p (Spalten 5 und 6) unterschiedliche

| Phase | Chem. Zus. | R | R_{min} | n_p | k_p | Δn_m | n_s | Ampl. Werkstoff |
|----------------------------------|------------------|--------|------------------|-------|-------|--------------|-------|-------------------------------------|
| (1) | (2) | (3) | (4) | (5) | (6) | (7) | (8) | (9) |
| a-Fe | 1% C, 0,6% Mn | 0,570 | 0,055 | 2,00 | 3,20 | 500 | 1,60 | ZnSe, ZnTe |
| " | " | 0,581 | 0,056 | 2,00 | 3,20 | 550 | 1,50 | " |
| " | " | 0,184 | 0,048 | 2,00 | 3,20 | 475 | 1,60 | " |
| b-Fe | Fe - 12,3% B | 0,117 | 0,077 | 2,00 | 3,20 | 500 | 1,60 | ZnSe, ZnTe |
| " | z 20Cr-Ni-Si 254 | 0,612 | 0,085 | 2,05 | 3,75 | 550 | 1,55 | " |
| " | " | 0,637 | 0,075 | 2,00 | 3,00 | 570 | 1,65 | " |
| c-Fe | 1% C, 0,8% Mn | 0,619 | 0,082 | 2,10 | 3,85 | 550 | 1,70 | ZnSe, ZnTe |
| " | " | 0,622 | 0,088 | 2,00 | 3,50 | 575 | 1,75 | " |
| d-Fe | z 12% Ni | 0,459 | 0,075 | 1,85 | 3,25 | 515 | 1,55 | ZnSe, ZnTe |
| " | z 20Cr-Ni-Si 254 | 0,635 | 0,083 | 2,00 | 3,25 | 500 | 1,50 | " |
| " | " | 0,675 | 0,098 | 2,00 | 3,35 | 550 | 1,60 | " |
| " | " | 0,655 | 0,10 | 2,00 | 3,45 | 575 | 1,60 | " |
| Fe ₃ AlC ₂ | (x-0,8) | 0,456 | 0,078 | 1,85 | 3,25 | 515 | 1,55 | ZnSe |
| " | " | 0,46 | 0,075 | 1,85 | 3,25 | 555 | 1,55 | " |
| FeAl ₅ | " | 0,497 | 0,074 | 2,05 | 3,40 | 500 | 1,50 | ZnSe |
| " | " | 0,480 | 0,064 | 1,95 | 3,15 | 505 | 1,55 | " |
| FeAl ₂ | " | 0,446 | 0,073 | 1,80 | 3,15 | 505 | 1,55 | ZnSe |
| " | " | 0,487 | 0,065 | 1,75 | 3,15 | 515 | 1,50 | " |
| W-Fe ₂ O ₃ | " | 0,29 | 0,054 | 3,00 | 0,85 | 535 | 1,85 | PbF ₂ , LaF ₃ |
| " | " | 0,29 | 0,098 | 3,00 | 0,80 | 510 / 515 | 1,85 | " |
| " | " | 0,29 | 0,182 | 3,00 | 0,85 | 535 | 1,85 | " |
| " | " | 0,29 | 0,025 | 3,00 | 0,85 | 525 | 1,85 | " |
| " | " | 0,29 | 0,007 | 3,00 | 0,85 | 500 | 1,85 | " |
| Fe ₃ O ₄ | " | 0,28 | 0,040 | 2,30 | 0,70 | 475 / 580 | 1,65 | LaF ₃ , PbF ₂ |
| " | " | 0,28 | 0,098 | 2,25 | 0,70 | 555 / 560 | 1,65 | " |
| " | " | 0,19 | 0,155 | 2,60 | 0,30 | 590 | 1,80 | " |
| " | " | 0,19 | 0,005 | 2,70 | 0,75 | 540 | 1,85 | " |
| " | " | 0,19 | 0,02 | 2,70 | 0,75 | 520 | 1,80 | " |
| Kalziumdihärit | " | 0,176 | 0,116 | 2,20 | 1,30 | 505 | 1,50 | LaF ₃ |
| " | " | 0,149 | 0,071 | 2,20 | 1,30 | 515 | 1,50 | " |
| " | " | 0,1625 | 0,115 | 2,2 | 1,3 | 545 | 1,50 | " |

Bücher
Jackel
Thiemann

Tabelle zur quantitativen Metallographie mit aufgedampften Interferenzschichten (Einschichtsystem)



Bild 7

Brechzahlen benötigt. Diese Aufstellung soll als Beispiel für die Konstantenbestimmung einer Vielzahl bisher untersuchter Phasen dienen¹⁸⁾. Sie läßt erkennen, daß die Erfüllung der Amplitudenbedingung für die im Rahmen dieser Arbeit besonders interessierenden nichtmetallischen Phasen, z. B. α - Fe_2O_3 , Fe_3O_4 oder Kalziumdiferrit Brechzahlen zwischen 1,5 und 1,85 erfordert. Ein Vergleich mit Bild 2 lehrt, daß hierzu als Schichtwerkstoffe mit gutem Erfolg die niedrig brechenden Fluoride der Seltenen Erdmetalle oder des Bleis herangezogen werden können. Die Oxide α - Fe_2O_3 und Fe_3O_4 in Bild 7 wurden in der Reihenfolge mit ZnS , ZnSe , ZnTe , ThF_4 und PbF_2 beschichtet. Die in Spalte (4) des Bildes 7 gemessenen Werte für R_{Min} zeigen z. B. für Fe_3O_4 weitgehende Erfüllung der Amplitudenbedingung im grüngelben Spektralbereich bei Verwendung von PbF_2 als Schichtwerkstoff ($n_g \sim 1,75$). Bild 7 läßt ferner erkennen, daß für metallische Phasen zur Erfüllung der Amplitudenbedingung höhere Brechzahlen benötigt werden, für die eine Reihe von Schichtwerkstoffen zur Verfügung stehen. Die Konstanten für die metallischen Objekte des Bildes 7 wurden nach Bedampfen mit ZnS (α - und γ - Fe) bzw. ZnSe (Fe_2Al_5 , FeAl_2 und Fe_3AlC_x) bestimmt. In Spalte (9) schließlich ist der Schichtwerkstoff angegeben, dessen Brechzahl der Erfüllung der Amplitudenbedingung am nächsten kommt.

Unter der nicht ganz zulässigen Vereinfachung fast gleichbleibender optischer Konstanten für Fe_3O_4 und Fe_2O_3 im sichtbaren Spektralbereich wurden die Werte für R_{Min} in Bild 8 zusammengestellt. Sie zeigen, in Übereinstimmung mit den Angaben in Bild 7, daß durch Verwendung verschiedener Schichtwerkstoffe, deren Absorption gering ist, die Brechzahl zur Erfüllung der Amplitudenbedingung ($R_{\text{Min}} = 0$) für α - Fe_2O_3 und Fe_3O_4 mit guter Genauigkeit auch graphisch qualitativ extrapoliert werden kann.

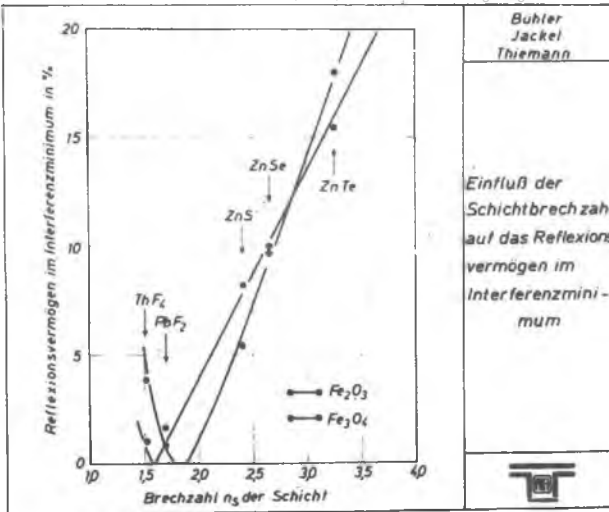


Bild 8

Optische Konstanten mit Hilfe des Interferenzschichten-Verfahrens wurden bisher von W. Pepperhoff⁹⁾, H.-E. Bühler und Mitarbeitern¹⁷⁾ sowie von H. Knosp¹⁰⁾ bestimmt.

Der Schwerpunkt der Untersuchungen lag dabei auf der Bestimmung der Konstanten metallischer Systeme. Beispiele hierfür zeigen die Bilder 9 und 10⁹⁾¹³⁾, in denen Ergebnisse an den

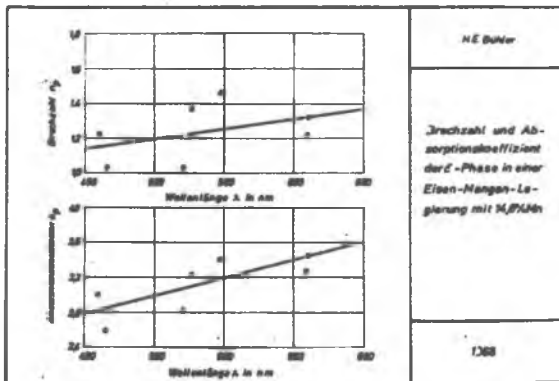
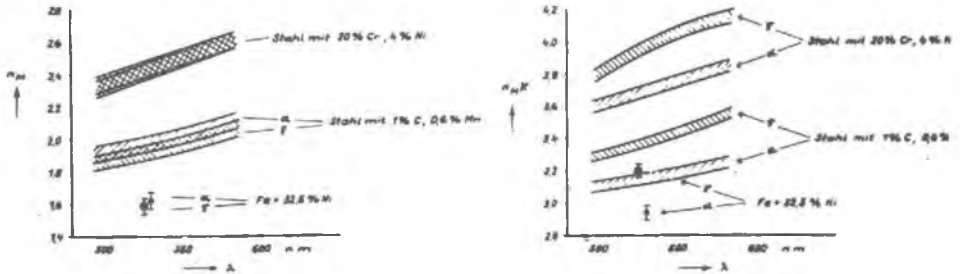


Bild 9



Optische Konstanten der α - und γ -Phase von Eisenlegierungen
(nach W. Pepperhoff)

Bild 10

drei allotropen Modifikationen des Eisens, dem kubisch raumzentrierten α -Fe, dem flächenzentrierten γ -Fe sowie dem hexagonalen ϵ -Fe mitgeteilt werden.

H. Knosp¹⁰⁾ hat in umfangreichen Untersuchungen das optische Verhalten der Hartstoffsysteme ZrC - ZrN und TiN - TiC beschrieben.

Ferner wurden in mehreren Arbeiten^{13,18)} die optischen Eigenschaften von Phasen der binären und ternären Systeme Eisen-Aluminium, Eisen-Aluminium-Kohlenstoff, Eisen-Mangan, Eisen-Nickel, Eisen-Sauerstoff und Eisen-Kalzium-Sauerstoff untersucht.

Die Bestimmung der optischen Konstanten n_p und k_p verschiedener Phasen wird von uns mit dem Ziel der praktischen Nutzung des Interferenzschichten-Verfahrens durchgeführt.

Nach Gleichung (3) und Bild 7 besteht die Möglichkeit, die zur Erfüllung der Amplitudenbedingung notwendige Brechzahl n_g zu errechnen. Hieraus läßt sich in der praktischen Handhabung der Schichtwerkstoff auswählen, der zur weitgehenden Auslöschung einer Phase durch Interferenz führt und somit ihre Hell-Dunkel-Kontrastierung in der Schwarz-Weiß-Wiedergabe verbessert. Dies sei anhand zweier Beispiele an Phasen der Systeme Eisen-Sauerstoff und Eisen-Sauerstoff-Kalzium-Silizium erläutert.

Bild 11 zeigt den Einfluß der Schichtbrechzahl auf den Helligkeitskontrast zwischen Fe_2O_3 und Fe_3O_4 . Gewählt wurden drei

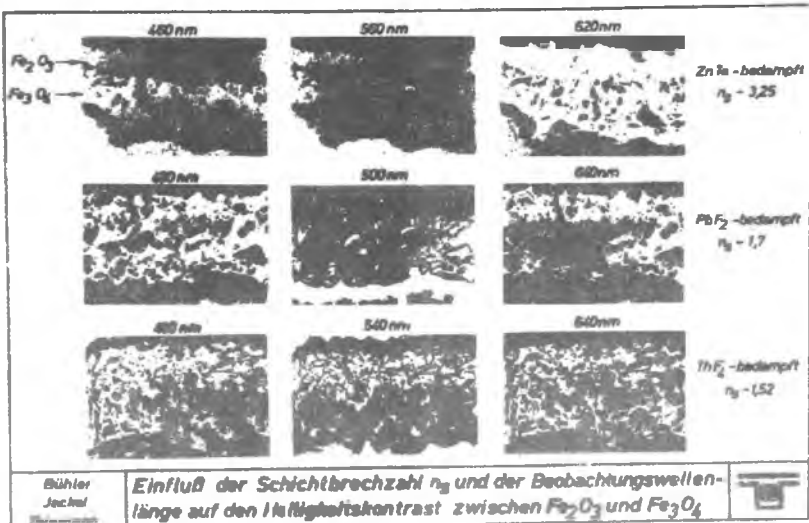


Bild 11

Schichtwerkstoffe - $ZnTe$, PbF_2 und ThF_4 - von denen die Brechzahlen der beiden letztgenannten der Erfüllung der Amplitudenbedingung der beiden Oxide nahekommen. Entsprechend sind die Hell-Dunkel-Kontraste in der fotografischen Wiedergabe wesent-

lich stärker als bei Verwendung von ZnTe. Die Proben wurden in der 1. Ordnung bedampft, die Vergrößerung im Originalbild betrug 500 : 1.

In Bild 12 wurde eine Gefügestelle einer sauren Sinter-

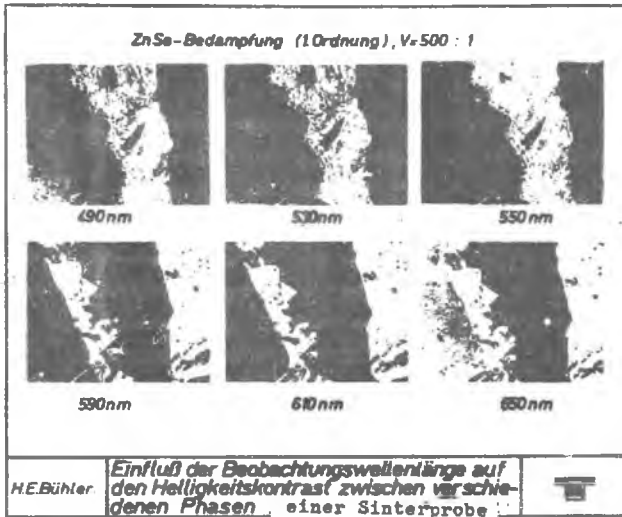
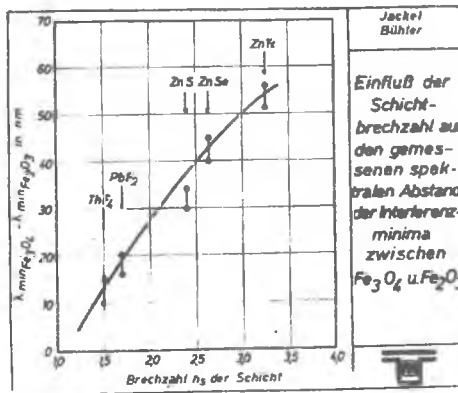


Bild 12

probe bedampft, in der neben Magnetit und Hämatit (in der linken Bildhälfte) eine silikatreiche Glasphase und Kalziumdiferrit nebeneinander vorliegen. Dabei erscheint in der bei 490 nm betrachteten Probe Kalziumdiferrit in der Bildmitte in einem dunkleren Grauton gegenüber der Glasphase. Die beiden Bilder 11 und 12 zeigen somit, daß die Kenntnis der optischen Konstanten neben der Möglichkeit der Identifizierung von Phasen auch deren kontrastreiche Wiedergabe erlaubt. Das gilt nicht nur für die fotografische Technik, vielmehr folgt aus Gleichung (2), daß durch die Änderung der Schicht-

brechzahl n_s , auch die Größe des Phasenwinkels σ_r variiert werden kann. Die damit verbundene Verschiebung der Wellenlängen maximaler Interferenz kann in gleicher Weise zur Identifizierung von Gefügebestandteilen beitragen.

Als Beispiel seien ebenfalls die beiden Oxide α - Fe_2O_3 und Fe_3O_4 betrachtet. In Bild 13 ist der spektrale Abstand des Interferenzminimums beider Phasen in Abhängigkeit von der



Jackel
Bühler

Einfluß der Schichtbrechzahl auf den gemessenen spektralen Abstand der Interferenzminima zwischen $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ u. Fe_3O_4

Bild 13

Schichtbrechzahl aufgetragen. Man erkennt, daß mit steigender Brechzahl der Abstand $\Delta \lambda_{\min}$ größer wird. Wird beispielsweise ein Schliff, in dem beide Phasen nebeneinander vorliegen so bedampft, daß bei ZnTe -Beschichtung das Interferenzminimum für α - Fe_2O_3 im grünen Spektralbereich liegt, so wird der Magnetit eine blaue Interferenzfarbe aufweisen. Weniger deutliche Farbdifferenzierungen werden dagegen z. B. mit ThF_4 oder PbF_2 erreicht, zwei Schichtwerkstoffe, die für das beschriebene System jedoch hohe Hell-Dunkel-Kontraste erbringen.

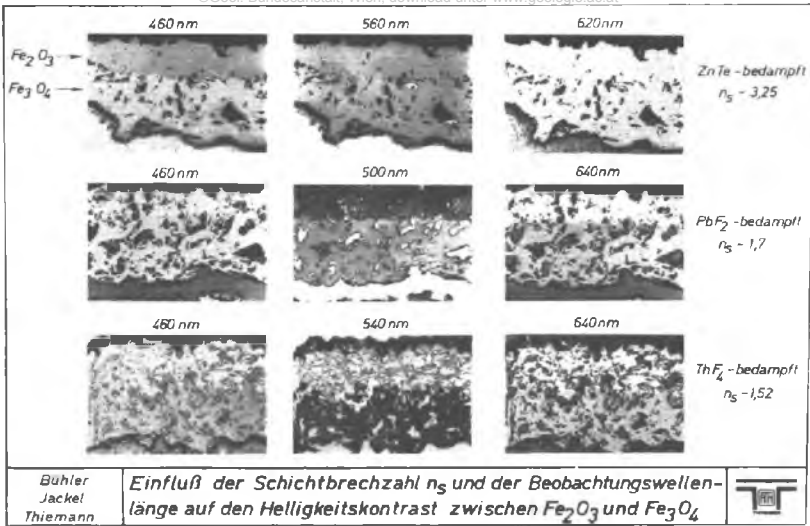


Bild 11

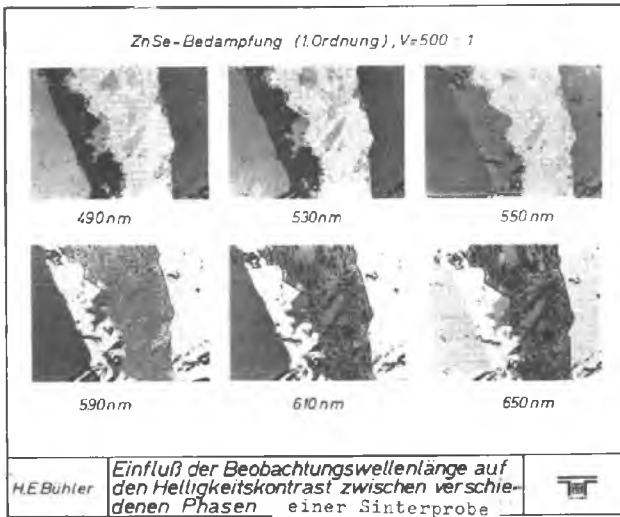


Bild 12

Daß nicht nur die unterschiedlichsten Phasen mit Hilfe des Interferenzschichten-Verfahrens differenziert werden können, sondern auch Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung von Mischkristallen sichtbar gemacht werden können, wurde ebenfalls in mehreren Arbeiten beschrieben^{10,19)}

Im System Eisen-Aluminium wird eine Löslichkeit des Aluminiums im α -Eisen bis zu 33 % gemessen.

In Bild 14 wurde das spektrale Reflexionsvermögen in einer

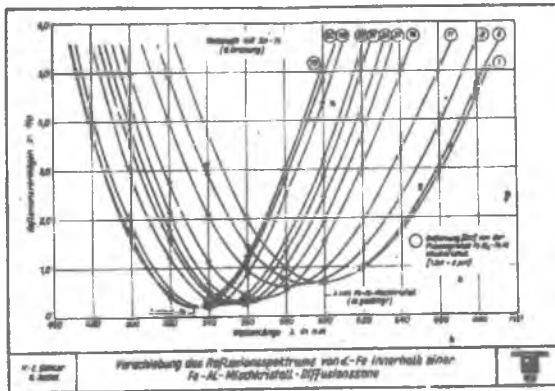


Bild 14

Diffusionszone aus Stahl und Aluminium bestimmt, in der der Aluminiumgehalt vom reinen α -Fe auf die Sättigungskonzentration ansteigt. Man erkennt, daß mit steigendem Aluminiumgehalt die Wellenlänge maximaler Interferenz in den langwelligen Bereich verschoben wird. In diesem System lassen sich Konzentrationsunterschiede von + 1,5 % Al sicher angeben.

Die Bestimmung der optischen Konstanten, die zur Aufstellung von Tabellen mit Angaben der Werte für \bar{R} , R_{\min} , n_p , k_p und n_s führen kann (Bild 7), wird deshalb in der Auflichtmikroskopie nicht nur metallischer Phasen mit hohem Reflexionsvermögen zur Phasenidentifizierung und -kontrastierung mit Erfolg eingesetzt werden können.

In der vorstehenden Betrachtung wurden bewußt die Schwierigkeiten nicht behandelt, die sich z. B. bei der Bestimmung der optischen Konstanten bei anisotropen Phasen ergeben. In Bild 7 wurden für die Objekte Fe_2Al_3 , FeAl_2 , ∞ $\text{-Fe}_2\text{O}_3$ und Kalziumdiferrit Mittelwerte für n_p und k_p angegeben. Auf die Möglichkeiten der Bestimmung der Anisotropieparameter mit Hilfe des Interferenzschichten-Verfahrens sei auf die Arbeit von H.H. Ettwig und W. Pepperhoff hingewiesen²⁰⁾.

In jüngster Zeit zeichnen sich weitere Entwicklungsrichtungen des Interferenzschichten-Verfahrens ab, die zum Schluß kurz erwähnt werden sollen.

Neben der Möglichkeit, die Amplitudenbedingung durch Aufdampfen eines Einschichtensystems weitgehend zu erreichen, bietet die Anwendung von Mehrschichten aus alternierend aufgetragenen Werkstoffen bessere Bedingungen der Kontraststeigerung zwischen verschiedenen Phasen²¹⁾.

Ferner ist bei Verwendung absorbierender Schichtwerkstoffe in vielen Fällen die Erfüllung der Amplitudenbedingung besser zu erreichen. Als Schichtwerkstoffe sollten in diesem Falle die in Bild 2 aufgeführten Substanzen GaP, InP, CdS und auch reines Silizium näher untersucht werden²¹⁾.

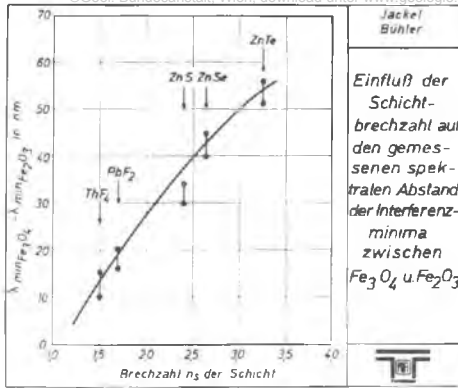


Bild 13

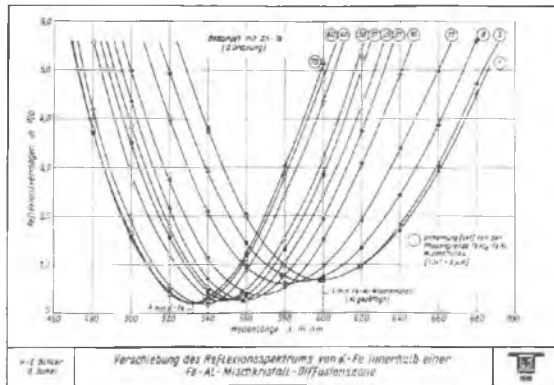


Bild 14

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit beschreibt die Möglichkeiten des Interferenzschichten-Verfahrens nach Pepperhoff zur Bestimmung der optischen Konstanten Brechzahl und Absorptionskoeffizient. Neben der mathematischen Behandlung der Optik des Verfahrens wird versucht, die Frage nach der Reproduzierbarkeit der Meßwerte von der apparativen und der präparativen Seite zu stellen.

Es zeigt sich, daß der Einfluß der Oberflächenbeschaffenheit die Hauptfehlerquelle bei den Mikroreflexionsmessungen, insbesondere an metallischen Systemen, darstellt.

Die bisher mit Hilfe des Verfahrens ermittelten optischen Konstanten der verschiedenen metallischen und nichtmetallischen Mehrstoffsysteme werden mitgeteilt.

Ferner wird gezeigt, welche Möglichkeiten bestehen, aus der Kenntnis der optischen Konstanten das Interferenzschichten-Verfahren in der Praxis der Auflichtmikroskopie zur Phasenidentifizierung zu benutzen. Hierbei bietet sich durch geeignete Wahl der Schichtwerkstoffe die Möglichkeit an, den Hell-Dunkel-Kontrast zwischen verschiedenen Phasen beliebig zu verändern. Zusätzlich kann durch die Veränderung der Brechzahl der aufgedampften Schicht der Phasenwinkel und somit die Interferenzfarbe der einzelnen Phasenobjekte gewählt werden.

Die im Brechzahlbereich zwischen 1,3 und 3,5 zur Verfügung stehenden Schichtwerkstoffe werden angegeben.

S c h r i f t t u m

- 1) Drude, P.: Wied. Ann. 39 (1890) 481; 64 (1898) 159
- 2) Goos, F.: Z. Physik 100 (1936) 95
- 3) Joos G. und A. Klopfer: Z. Physik 138 (1954) 251
- 4) Grivens M. P. in: F. Seitz und D. Turnbull (Ed.), Solid State Physics, Vol. 6, N.Y. (1958)
- 5) Schulz, L.G.: J. Opt. Soc. Am. 44 (1954) 357
- 6) Schopper, H.: Z. Physik 130 (1951) 427 und 565
131 (1952) 215
- 7) Rimmer, M. P. und D. L. Dexter: J. Appl. Physics 31 (1960), 775
- 8) Ehrenreich, H., H. R. Philip und B. Segall: Phys. Rev. 132 (1963), 1918
- 9) Pepperhoff, W.: Archiv Eisenhüttenwesen 36 (1965) 941
- 10) Knosp, H.: Dissertation TU Stuttgart 1968
- 11) Bond, W. L.: J. appl. Phys. 36 (1965), 1674
- 12) Bühler, H.-E., G. Jackel und E. Thiemann: Archiv Eisenhüttenwesen, demnächst
- 13) Bühler, H.-E., G. Jackel, E. Thiemann und S. Baumgartl: Praktische Metallographie Bd 6 (1969), 279
- 14) Demirsoy, S.: Zeiss-Mitteilungen 4 (1967), 254
- 15) Piller, H. und K.v.Gehlen: The American Mineralogist 49 (1964), 867

- 16) Nitsche, H. und K. Scheidl: Berg- und Hüttenmänn. Mh.
109 (1964), 82
- 17) Knosp, H.: Vortrag auf der Metallographie-
Tagung Gießen 1968
- 18) Bühler, H.-E. und G. Jackel: Archiv Eisenhüttenwesen,
demnächst
- 19) Bühler, H.-E. und L. Meyer: Zeiss-Informationen 66 (1967), 118
- 20) Ettwig, H. H. und Radex-Rundschau, Heft 3/4 (1967),
W. Pepperhoff: 667
- 21) Ettwig, H.H. und Z. Metallkunde 59 (1969), 277
W. Pepperhoff:
- 22) Ettwig, H.H. und H.-E.Bühler: Archiv Eisenhüttenwesen,
demnächst

Zusammenstellung der Bildunterschriften:

- Bild 1 Zur Wirkung der Interferenzschicht
- Bild 2 Zusammenstellung der gebräuchlichsten Schichtwerkstoffe
- Bild 3 Rechnerische Bestimmung der optischen konstanten Brechzahl n_p und Absorptionskoeffizient k_p
- Bild 4 Einfluß der Oberflächenvorbereitung auf das Reflexionsvermögen von α -Fe und Fe_3O_4
- Bild 5 Zusammenhang zwischen dem Reflexionsvermögen R_{Luft} und R_{Min} und den optischen Konstanten
- Bild 6 Zur Genauigkeit der Konstantenbestimmung
- Bild 7 Tabellen zur quantitativen Metallographie mit aufgedampften Interferenzschichten (Einschichtsystem)
- Bild 8 Einfluß der Schichtbrechzahl auf das Reflexionsvermögen im Interferenzminimum
- Bild 9 Brechzahl und Absorptionskoeffizient der ϵ -Phase in einer Eisen-Mangan-Legierung mit 13,8 % Mn
- Bild 10 Optische Konstanten der α - und ϵ -Phase von Eisenlegierungen (nach W. Pepperhoff⁹⁾).
- Bild 11 Einfluß der Schichtbrechzahl n_s und der Beobachtungswellenlänge auf den Helligkeitskontrast zwischen Fe_2O_3 und Fe_3O_4
- Bild 12 Einfluß der Beobachtungswellenlänge auf den Helligkeitskontrast zwischen Phasen einer Sinterprobe
- Bild 13 Einfluß der Schichtbrechzahl auf den gemessenen spektralen Abstand der Interferenzminima zwischen Fe_3O_4 und Fe_2O_3
- Bild 14 Verschiebung des Reflexionsspektrums von α -Fe innerhalb einer Fe-Al-Mischkristall-Diffusionszone

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Archiv für Lagerstättenforschung in den Ostalpen](#)

Jahr/Year: 1970

Band/Volume: [10](#)

Autor(en)/Author(s): Bühler Hans-Eugen

Artikel/Article: [Die Bestimmung Optischer Konstanten durch Mikroreflexionsmessungen mit Hilfe des Interferenzschichten-Verfahrens 39-60](#)