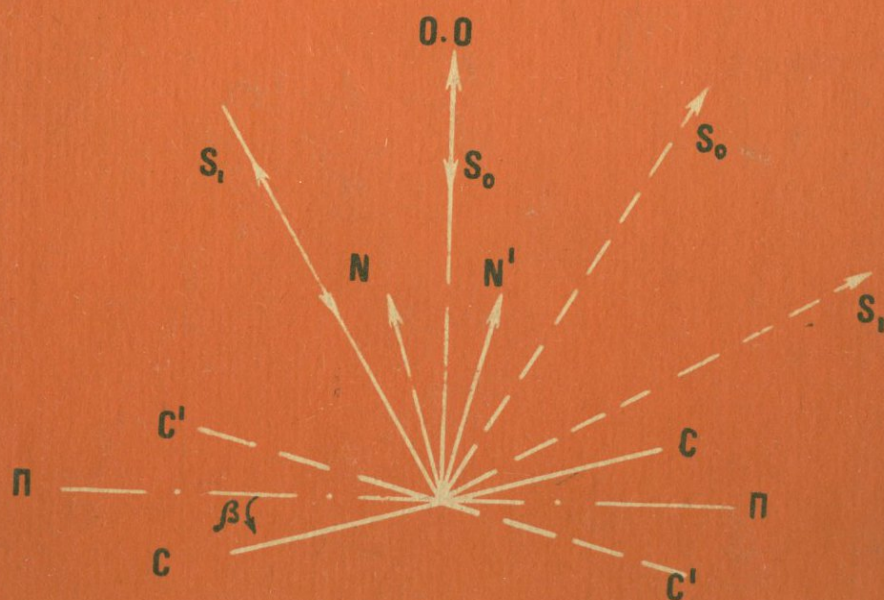


А. Н. Вяльсов

ОПТИЧЕСКИЕ
МЕТОДЫ ДИАГНОСТИКИ
РУДНЫХ МИНЕРАЛОВ



Л. Н. Вьяльсов

ОПТИЧЕСКИЕ
МЕТОДЫ ДИАГНОСТИКИ
РУДНЫХ МИНЕРАЛОВ



МОСКВА, НЕДРА, 1976

1791



Вяльсов Л. Н. Оптические методы диагностики рудных минералов. М., «Недра», 1976, 202 с.

Рассмотрены основы кристаллооптики отраженного света применительно к целям и задачам рудной микроскопии. Впервые дан вывод формул, позволяющих вычислить параметры анизотропии для анизотропных минералов. Показано, что цветные эффекты анизотропии характеризуются разницей между значениями R , измеренными в диагональном положении при одном николе и параллельных николях.

Детально описаны различные схемы приборов, используемых при прямых и сравнительных измерениях отражения. Предложены новые оптические системы для прецизионных измерений коэффициента отражения в воздухе и иммерсии.

Особое внимание уделено анализу точностных характеристик аппаратуры, применяемой при измерениях R . Подробно рассмотрены вопросы повышения точности измерений и исключения некоторых систематических ошибок.

Описаны методические приемы исследования оптических свойств изотропных и анизотропных рудных минералов в воздухе и иммерсии, определения их осности и оптического знака.

Книга предназначена для минералогов, петрографов, геохимиков, занимающихся изучением вещественного состава руд.

Табл. 11, ил. 69, список лит.— 119 назв.

20805—243 34—76
В 043(01)—76

© Издательство «Недра», 1976

Леонид Николаевич Вяльсов

ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ДИАГНОСТИКИ РУДНЫХ МИНЕРАЛОВ

Переплет художника В. В. Кошмина

Художественный редактор В. В. Евдокимов

Редактор издательства Л. С. Цаплина

Технические редакторы В. В. Соколова, В. Л. Прозоровская

Корректор Т. М. Столярова

Сдано в набор 9/XII 1975 г. Подписано в печать 7/IV 1976 г. Т. 06484. Формат 60×90^{1/16}.
Бумага № 2. Печ. л. 12,5. Уч.-изд. л. 13,31. Тираж 2900 экз. Цена 1 р. 44 коп.
Заказ 5-2867/6052—14.

Издательство «Недра», 103633, Москва, К-12, Третьяковский проезд, д. 1/19
Харьковская книжная фабрика «Коммунист» республиканского производственного объединения «Полиграфкинга» Госкомиздата УССР. Харьков, ул. Энгельса, 11.

ПРЕДИСЛОВИЕ

Оптические методы диагностики рудных минералов, основанные на измерении интенсивности светового потока, отраженного от полированной поверхности, приобрели в настоящее время весьма важное значение. Это объясняется, во-первых, необходимостью более углубленного изучения вещественного состава руд, концентратов и продуктов переработки с целью комплексного использования минерального сырья. Во-вторых, поиски новых, скрытых рудных месторождений требуют знания основных закономерностей и условий их формирования, а это, в свою очередь, связано с детальным изучением парагенезисов основных компонентов руд, форм вхождения примесей, особенностей твердых растворов и продуктов их распада на уже известных месторождениях, поэтому необходима точная диагностика рудных минералов даже в мельчайших выделениях. И оптическим методам отводится особая роль.

В многочисленных работах Ж. Орсея, М. Берека, П. Рамдора, С. Бауи и К. Тейлора, И. С. Волынского, С. А. Юшко, С. А. Вахромеева и других исследователей показано насколько эффективно использование информации об оптических свойствах рудных минералов для решения задач диагностики. Но до недавнего времени развитие количественных методов оценки оптических констант шло сравнительно медленно. И только прогресс в области оптического приборостроения, приведший к выпуску специальных микрофотометрических насадок, позволил перейти к систематическому и углубленному изучению оптических свойств рудных минералов. Появились монографии и сводки, в которых приводятся более точные данные о величинах отражения в видимой области. Однако руководств, где разбирались бы вопросы, связанные с методическими приемами измерения отражения и других оптических свойств, не так уж много. Кроме того, в этих трудах не учитываются известные достижения в области рудной микроскопии последних лет.

В связи с этим возникла необходимость ознакомить широкий круг специалистов, занимающихся изучением вещественного состава руд, с современным состоянием методов исследования оптических свойств рудных минералов. Важно это и потому, что

в практику все больше будут внедряться специальные микро-спектрофотометры — приборы, позволяющие получить данные об оптических свойствах минералов в полированном шлифе за считанные минуты. Это и определило подход к построению книги.

В первой главе кратко рассматриваются основы кристаллооптики отраженного света применительно к решению основных задач рудной микроскопии. Во второй главе основное внимание уделено истории развития микрофотометрических устройств от окуляра Орсея и микрофотометра Берека до современных микро-спектрофотометров. Разбираются как достоинства, так и недостатки существующих приборов. Предлагаются наиболее перспективные оптические схемы как для аттестации эталонов в воздухе и иммерсии, так и для локальных измерений отражения. В третьей главе рассматриваются вопросы точности измерений отражения. Проводится детальный разбор источников систематических ошибок аппаратуры, используемой при измерениях отражения. Даются рекомендации по способам исключения этих ошибок и намечаются пути стандартизации измерений.

В четвертой главе разбираются современные приемы и методы исследования оптических свойств минералов. Приводится список минералов, меняющих оптический знак, и рассматриваются причины возникновения этого явления. Детально рассматривается метод измерения отражения в иммерсии под покровным стеклом, который, возможно, получит весьма широкое распространение из-за простоты и доступности. Описывается метод исследования внутренних рефлексов с целью получения данных о ширине запрещенной зоны.

Автор глубоко признателен и благодарен за ценные советы и критические замечания академику Ф. И. Федорову, А. М. Гончаренко, В. В. Соболеву, А. С. Марфунину, В. А. Кизелю, С. А. Юшко, В. Е. Клейнбоку.

В период работы над книгой автору неоднократно приходилось обращаться за консультацией и помощью к сотрудникам ЦКБ Ленинградского оптико-механического объединения, Государственного оптического института и других предприятий, у которых он неизменно встречал поддержку и внимание. Не имея возможности указать их поименно, автор выражает всем этим сотрудникам свою благодарность.

Автор выражает благодарность Т. Н. Шадлун, А. Д. Генкину, А. А. Филимоновой, Т. Л. Евстигнеевой, Д. Б. Королеву и другим сотрудникам лаборатории минераграфии и оптического кабинета ИГЕМ АН СССР.

ЭЛЕМЕНТАРНЫЕ ОСНОВЫ КРИСТАЛЛООПТИКИ РУДНЫХ МИНЕРАЛОВ

Кристаллооптика — один из разделов физической оптики, в котором рассматриваются и изучаются вопросы взаимодействия электромагнитного излучения (света) с кристаллической решеткой твердого тела. Несмотря на то что самые общие законы взаимодействия света с веществом были известны еще в глубокой древности, основы кристаллооптики были заложены, по существу, лишь в начале XIX столетия выдающимся французским физиком Френелем (1788—1827 гг.). Соединив принцип волновых движений Гюйгенса (1629—1695) с теорией интерференции Томаса Юнга (1773—1828), Френель разработал математическую теорию дифракции, явившуюся основой волновой теории света.

С позиций волновой теории были объяснены такие явления, как прямолинейное распространение света, законы преломления и отражения; получены соотношения между амплитудами падающей, отраженной и преломленной волн. Высказав предположение о поперечности световых волн, Френель смог найти простое и четкое объяснение всем явлениям поляризации, предсказав в то же время и ряд новых эффектов, которые позднее подтвердились экспериментально. Единственным парадоксальным допущением Френеля было, что свет распространяется в виде поперечных волн в упруго-твердом светоносном эфире, исходя из которого нельзя было объяснить многие вопросы излучения и поглощения света.

Дальнейший вклад в развитие волновой теории света внес английский физик Максвелл (1831—1879 гг.), который предположил, что свет представляет электромагнитные волны очень короткой длины. Электромагнитная теория света, разработанная Максвеллом в 1865 г., описывала не только совокупность оптических явлений, но и целую гамму электрических и магнитных явлений, известных в то время.

Однако как волновая, так и электромагнитная теория света столкнулись с принципиальными и непреодолимыми трудностями при объяснении природы дисперсии света. Одним из выводов теории Максвелла является следующее соотношение:

$$n = \sqrt{\epsilon\mu}, \quad (1)$$

где n — показатель преломления световой волны; ϵ — диэлектрическая постоянная; μ — магнитная проницаемость вещества. Последние две величины могут быть измерены при исследовании вещества в статистических полях (электрических и магнитных), т. е. их можно рассматривать как постоянные, но в то же время из опытных данных было известно, что n зависит от длины волны.

В связи с этим необходимо было рассматривать процессы взаимодействия света с веществом на основе более детальных знаний о микрохарактеристиках вещества. В 1896 г. Лорентц, используя предположение об электронах, создал электронную теорию света. При этом допускалось, что электроны, как составная часть атомов, могут колебаться с определенным периодом. В этом случае удавалось описать процессы излучения и поглощения света веществом, а также разрешить одно из противоречий теории Максвелла (1), полагая, что диэлектрическая постоянная ϵ зависит от частоты электромагнитного поля. Лорентц получил из уравнений Максвелла формулы отражения и преломления света на границе двух сред, полностью идентичные формулам Френеля при условии, что в качестве светового вектора выбирается вектор электрической напряженности.

Параллельно с развитием электронной теории в работах Друде (1863—1906) и Фойгта (1850—1919) рассматриваются некоторые вопросы распространения и поляризации света в поглощающих кристаллах, исследуются теоретически поверхности рефракции и абсорбции. В конце XIX—начале XX столетия создаются основы кристаллооптики поглощающих сред на базе феноменологической электродинамики Максвелла и электронной теории Лорентца.

Комплекс явлений, наблюдаемых в отраженном свете под микроскопом, исследовался в работах Орсея (Orsel, 1927; 1930), Сэмпсона (Sampson, 1923), Шнейдерхена (Schneiderhöhn, 1922), Райта (Wright, 1919) и других исследователей.

Наиболее полный теоретический анализ оптических свойств поглощающих кристаллов содержится в работе Берека (Berek, 1937). Основные результаты этой работы вошли в руководства (Волинский, 1966), (Юшко, 1971), (Вахромеев, 1956).

Друде, Фойгт и Бerek использовали в своих теоретических построениях координатный метод, т. е. выбирали определенную систему координатных осей. Это обстоятельство, как показал Ф. И. Федоров (1958), привело их к известным математическим трудностям и многие особенности оптических свойств оказались невыясненными. Ф. И. Федоров, отказавшись от какой-либо системы координатных осей, разработал инвариантный метод, на основе которого были решены одни из самых сложных проблем оптики — поглощающих анизотропных сред. А. М. Гончаренко (1960), развивая инвариантный метод, рассмотрел оптические

свойства применительно к кристаллам низшей сингонии и получил ряд весьма интересных теоретических выводов.

Из числа современных работ, в которых рассматриваются теоретические вопросы оптики отраженного света применительно к исследованию оптических свойств рудных минералов, следует отметить руководства Кэмерона (1966), П. Борде (Bordet, 1968), А. Беньи (Beugnies, 1969), Р. Галопина и Н. Генри (Galopin, Henry, 1972). Современная феноменологическая и микроскопическая теория отражения света различными средами изложена в монографии (Кизель, 1973).

В настоящей книге основное внимание уделяется методам исследования оптических свойств рудных минералов при условиях падения света близких к нормальному, с этой целью рассматриваются и основные положения из теоретической кристаллооптики. Поскольку дать полный анализ явлений, наблюдаемых под микроскопом не представляется возможным, то автор счел необходимым привести лишь те сведения, без которых понимание последующих глав было бы затруднено.

ОПТИЧЕСКИЕ ПОСТОЯННЫЕ РУДНЫХ МИНЕРАЛОВ

Фундаментальными оптическими константами рудных минералов являются коэффициент отражения R , показатель преломления n и коэффициент поглощения K .

Коэффициент отражения R (отражательная способность и коэффициент отражения — синонимы) — это величина, характеризующая отношение интенсивности отраженного света (I_r) к интенсивности падающего света (I_0), т. е.

$$R = \frac{I_r}{I_0}. \quad (2)$$

Здесь и далее мы будем рассматривать только случай зеркального отражения, полагая, что диффузная составляющая равна нулю или пренебрежимо мала.

Показатель преломления n — оптическая постоянная, которая показывает, во сколько раз фазовая скорость (C) распространения электромагнитной волны в вакууме больше фазовой скорости (C_n) распространения волны в веществе. Численно показатель преломления равен отношению синуса угла падения (φ) к синусу угла преломления (φ').

$$n = \frac{C}{C_n} = \frac{\sin \varphi}{\sin \varphi'}. \quad (3)$$

Углы φ и φ' действительны для диэлектриков, в случае металлов и полупроводников действительным углом является только угол падения φ ; угол преломления φ' оказывается комплексным, за исключением случая нормального падения света, т. е. когда $\varphi = 0$.

Коэффициент поглощения K . Если световая волна взаимодействует с веществом, обладающим хорошей электропроводностью, то интенсивность (I_0) света убывает по мере проникновения волны в глубь проводника по закону Бугера:

$$I = I_0 \cdot e^{-Kd}, \quad (4)$$

где d — толщина слоя, а I_0 — интенсивность падающей световой волны. Коэффициент поглощения K показывает, что на глубине поглощающего слоя L , где

$$L = \frac{1}{K}, \quad (5)$$

первоначальная интенсивность света (I_0) падает в $1/e$ раз, т. е. примерно до 37% начального значения. Величина L называется средней глубиной проникновения. Очень часто вместо коэффициента поглощения K используют другую величину — показатель абсорбции или экстинкции κ , который связан с K следующим соотношением:

$$K = \frac{4\pi}{\lambda} \kappa, \quad (6)$$

где λ — длина световой волны в веществе. Если принять показатель преломления вещества равный n , то длина волны (λ_0) в вакууме будет

$$\lambda_0 = n\lambda, \quad (7)$$

отсюда

$$K = \frac{4\pi}{\lambda_0} n\kappa. \quad (8)$$

Произведение $n\kappa$ называют показателем поглощения* k

$$k = n\kappa \quad (9)$$

или

$$K = \frac{4\pi}{\lambda_0} k. \quad (10)$$

Если $k = 1$, то в слое, толщина которого равна λ_0 , интенсивность света уменьшается в $e^{4\pi}$, т. е. почти в 10^5 раз. Принято считать, что к слабопоглощающим веществам можно отнести те, у которых $k < 0,1$, а к сильнопоглощающим те, у которых $k > 0,1$. В случае сильно поглощающих веществ световая волна не может войти в вещество, так как значительная часть света

* Существует разночтение в обозначениях κ и k , особенно при сравнении ранних работ по кристаллооптике. Автором приняты те обозначения, которые используются в современных руководствах по оптике полупроводников.

отражается. Средняя глубина проникновения света в вещество L при этом меньше λ_0 т. е.

$$L = \frac{1}{K} < \lambda_0. \quad (11)$$

На таком коротком пути поглотится мало энергии, следовательно, термин «сильнопоглощающие» имеет несколько иной смысл.

ОСНОВНЫЕ СООТНОШЕНИЯ МЕЖДУ ОПТИЧЕСКИМИ ПОСТОЯННЫМИ

Слабопоглощающие минералы. Рассмотрим оптические явления, возникающие при отражении плоской световой волны от зеркальной поверхности слабопоглощающего диэлектрика. Пусть световая волна падает на границу раздела двух сред с диэлектрическими постоянными ϵ_1 и ϵ_2 под углом φ (рис. 1). Если свет неполяризован, то ориентировка двух взаимноперпендикулярных векторов (электрический и магнитный) непрерывно меняется со временем. Разложим каждый из векторов на две компоненты, лежащие в плоскости падения света и перпендикулярные к ней. Известно, что оптические характеристики любого вещества можно определить через соотношения компонент электрического вектора, для которых приводятся следующие обозначения: амплитуда электрического вектора падающей волны E , отраженной \vec{R} , проходящей D . Компоненты, параллельные плоскости падения, обозначаются индексом p , а перпендикулярные к ней индексом s ; p -составляющие изображены знаком \rightarrow , s -составляющие — знаком \oplus .

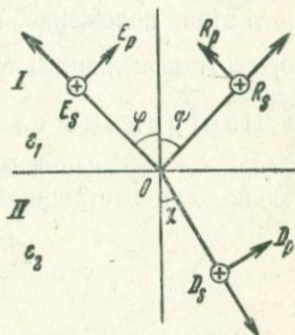


Рис. 1. Компоненты E_s , E_p электрического вектора для падающего R_s , R_p отраженного и D_s , D_p преломленного лучей при падении света на границу раздела двух сред (I и II) с диэлектрическими постоянными ϵ_1 и ϵ_2

Френель вывел следующие формулы для амплитуд отраженной и преломленной волны:

$$\left. \begin{aligned} \frac{\vec{R}_p}{E_p} &= \frac{\operatorname{tg}(\varphi - \alpha)}{\operatorname{tg}(\varphi + \alpha)} \\ \frac{\vec{R}_s}{E_s} &= -\frac{\sin(\varphi - \alpha)}{\sin(\varphi + \alpha)} \\ \frac{D_p}{E_p} &= \frac{2 \sin \alpha \cos \varphi}{\sin(\varphi + \alpha) \cos(\varphi - \alpha)} \\ \frac{D_s}{E_s} &= \frac{2 \sin \alpha \cos \varphi}{\sin(\varphi + \alpha)} \end{aligned} \right\} \cdot \quad (12)$$

Интенсивность света (I) пропорциональна квадрату амплитуды световой волны, поэтому для интенсивностей падающего света (I_0), отраженного (I_r) и преломленного (I_n) получатся следующие соотношения:

$$\left. \begin{aligned} I_0 &= E_s^2 + E_p^2 \\ I_r &= \vec{R}_s^2 + \vec{R}_p^2 \\ I_n &= D_s^2 + D_p^2 \end{aligned} \right\}. \quad (13)$$

Наиболее важным для целей и задач рудной микроскопии является случай нормального падения света, т. е. угол $\varphi = 0$. При этом положение плоскости падения неопределенно, т. е. абсолютные величины \vec{R}_s и \vec{R}_p , E_s и E_p , D_s и D_p должны быть равны.

Изотропные слабопоглощающие кристаллы. Коэффициент отражения R равен квадрату амплитуды \vec{R} , следовательно, для изотропных кристаллов

$$R = \vec{R}_s^2 = \vec{R}_p^2 = \left(\frac{n-1}{n+1} \right)^2 \quad (14)$$

и

$$n = \frac{1 + \sqrt{R}}{1 - \sqrt{R}}. \quad (15)$$

Выражения (14) и (15) позволяют вычислять значения n из измерений показателя отражения R и обратно, когда исследуемое вещество граничит с воздухом, показатель преломления которого принимается равным 1. Если показатель преломления граничащей с веществом среды (n_u) отличается от 1, то расчеты следует вести по формулам:

$$R_u = \left(\frac{n - n_u}{n + n_u} \right)^2; \quad (16)$$

$$n = n_u \left(\frac{1 + \sqrt{R_u}}{1 - \sqrt{R_u}} \right). \quad (17)$$

Из формул (16) и (17) следует, что при стремлении n к n_u показатель отражения стремится к нулю. Если известны значения R , то значения R_u можно вычислить, пользуясь следующей формулой:

$$R_u = \left[\frac{1 + \sqrt{R} - n_u(1 - \sqrt{R})}{1 + \sqrt{R} + n_u(1 - \sqrt{R})} \right]^2. \quad (18)$$

В случае наклонного падения абсолютные величины R_s и R_p не равны. Анализ уравнений Френеля показывает, что наиболее

сложная зависимость наблюдается для R_p -компоненты, лежащей в плоскости падения света. Для слабопоглощающих минералов характерен некоторый угол, при котором коэффициент отражения R_p стремится к нулю (рис. 2). Этот угол называется углом Брюстера. При падении неполяризованного света на отражающую поверхность минерала под углом Брюстера происходит отражение преимущественно R_s -компоненты, поэтому отраженный свет линейно поляризован. Кроме того, имеет место закон Брюстера,

$$\operatorname{tg} \varphi = n. \quad (19)$$

Приведенное соотношение позволяет найти n , если известен угол Брюстера. Такого рода измерения можно выполнить, используя гониометрические методы определения интенсивности R_p -компоненты.

Анизотропные слабопоглощающие кристаллы. Для слабопоглощающих одноосных кристаллов показатели отражения зависят соответственно от показателей преломления n_o и n_e .

$$\left. \begin{aligned} R_o &= \left(\frac{n_o - n_u}{n_o + n_u} \right)^2 \\ R_e &= \left(\frac{n_e - n_u}{n_e + n_u} \right)^2 \end{aligned} \right\} \quad (20)$$

У двусосных кристаллов выделяются три главных показателя преломления: n_g , n_m и n_p , которые функционально связаны с R_g , R_m и R_p аналогичными (20) уравнениями.

Если угол падения света $\varphi \neq 0$, то приведенные уравнения усложняются. Детальный анализ их содержится в работах (Федорова, 1958; Кизеля, 1973).

Изотропные поглощающие кристаллы. В тех случаях, когда $k > 0,1$, характер оптических свойств и явлений в отраженном свете значительно более сложный. Действительный показатель преломления заменяется комплексной величиной, которая называется комплексным показателем преломления \bar{n} . Эта величина равна:

$$\bar{n} = n - ik. \quad (21)$$

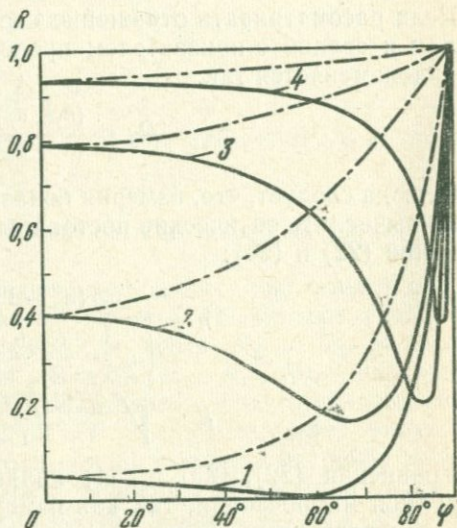


Рис. 2. Зависимость измерения коэффициентов отражения компонент- R_s (штрихпунктирная линия) и R_p (сплошная линия) от угла падения света для изотропных кристаллов с различными значениями n и k :

1 — прозрачный диэлектрик; 2 — полупроводник; 3 и 4 — металлы;

Таким образом, \bar{n} зависит как от n , так и от k , т. е. введение \bar{n} позволяет учесть влияние показателя поглощения на оптические свойства. Преобразуя уравнение (14), получим формулу Бера для случая нормального падения света на поверхность изотропного минерала, которая граничит с воздухом.

$$R = \frac{(n-1)^2 + k^2}{(n+1)^2 + k^2}. \quad (22)$$

Если рассматривать отражение света на границе между минералом и средой с показателем преломления n_u , то формула Бера видоизменяется так:

$$R_u = \frac{(n-n_u)^2 + k^2}{(n+n_u)^2 + k^2}. \quad (23)$$

Отсюда следует, что, измеряя показатели отражения R и R_u , можно вычислить оптические постоянные n и k из системы двух уравнений (22) и (23):

$$\left. \begin{aligned} n &= \frac{0,5(n_u^2 - 1)}{\left(n_u \frac{1+R}{1-R_u} - \frac{1+R}{1-R} \right)} \\ k &= \sqrt{\frac{(n+1)^2 \cdot R - (n-1)^2}{1-R}} \end{aligned} \right\}. \quad (24)$$

Уравнения (22), (23) и (24) являются фундаментальными для рудной микроскопии, так как измерения R в двух средах с разными показателями преломления дают возможность определить n и k тех рудных минералов, размеры выделений которых достигают нескольких микрон.

Анизотропные поглощающие кристаллы. Используя представление о комплексном показателе преломления у одноосных поглощающих кристаллов, можно написать для главных показателей отражения R_o и R_e следующие уравнения:

$$\left. \begin{aligned} R_o &= \frac{(n_o - n_u)^2 + k_o^2}{(n_o + n_u)^2 + k_o^2} \\ R_e &= \frac{(n_e - n_u)^2 + k_e^2}{(n_e - n_u)^2 + k_e^2} \end{aligned} \right\}. \quad (25)$$

Величина $|R_o - R_e|$ называется двуотражением ΔR

$$\Delta R = |R_o - R_e|. \quad (26)$$

Знак ΔR всегда положителен. Если $R_o > R_e$, то по аналогии с прозрачными кристаллами оптический знак минерала отрицательный. Если $R_o < R_e$, то оптический знак положительный.

Следует иметь в виду, что у поглощающих минералов величины n и k экспериментально не определяются и оптический знак

кристалла более удобно определять из измерений коэффициентов отражения. Оптический знак анизотропных поглощающих кристаллов, определенный из измерений R , может не совпасть с оптическим знаком, вычисленным по данным n , поскольку экстремальные значения R , n и k в анизотропных поглощающих кристаллах могут не совпадать. Поэтому в дальнейшем условимся оптический знак поглощающего кристалла определять, используя лишь данные о коэффициентах отражения.

В соответствии с этим двуосный минерал будет иметь отрицательный знак, если

$$(R_3 - R_2) < (R_2 - R_1).$$

Положительный знак характерен для тех минералов, у которых

$$(R_3 - R_2) > (R_2 - R_1).$$

Если $(R_3 - R_2) = (R_2 - R_1)$, то оптический знак становится нейтральным.

Рассмотрим принцип обозначения главных показателей отражения двуосных кристаллов. В работах И. Орсея (1930) и М. Берека (1937) они обозначаются через R_1 и R_2 . В более поздних работах встречаются символы R_g , R_m , R_p . Однако по мере накопления экспериментальных данных стал очевидным тот факт, что вследствие дисперсии оптических констант спектры отражения минерала в определенном диапазоне длин волн могут пересекаться (ковеллин, умангит, миллерит, арсенопирит и др.). Следовательно, для таких минералов символы R_g , R_m и R_p не могут быть употреблены. Для любого двуосного кристалла вне зависимости от сингонии можно выделить три главных показателя отражения: больший R_3 , меньший R_1 и показатель, отвечающий круговому сечению, R_2 . Если минерал имеет пересекающиеся спектры отражения, то условимся присваивать указанные символы начиная с области длин волн, расположенной в более коротковолновом диапазоне от точки пересечения спектров.

Для двуосных минералов оптические константы связаны следующими зависимостями:

$$\left. \begin{aligned} R_1 &= \frac{(n_1 - n_u)^2 + k_1^2}{(n_1 + n_u)^2 + k_1^2} \\ R_2 &= \frac{(n_2 - n_u)^2 + k_2^2}{(n_2 + n_u)^2 + k_2^2} \\ R_3 &= \frac{(n_3 - n_u)^2 + k_3^2}{(n_3 + n_u)^2 + k_3^2} \end{aligned} \right\} \quad (27)$$

Если спектры отражения не пересекаются, то $R_3 > R_2 > R_1$ во всем диапазоне длин волн. В большинстве случаев $n_3 > n_2 > n_1$ и $k_3 > k_2 > k_1$, но иногда поверхности n и k расположены

относительно друг друга таким образом, что $n_3 > n_1$, а $k_3 < k_1$. Возможен и обратный вариант, т. е. $k_3 > k_1$, а $n_3 < n_1$.

Величину $(R_3 - R_1)$ назовем максимальным двуотражением двусосного кристалла

$$\Delta R_{3,1} = R_3 - R_1. \quad (28)$$

Индексы при $\Delta R_{3,1}$ обозначают соответствующее сечение. Следовательно, в двусосном кристалле для главных сечений можно определять три значения ΔR , а именно $\Delta R_{3,1}$; $\Delta R_{2,1}$; $\Delta R_{3,2}$. Наибольшее диагностическое значение имеет величина $\Delta R_{3,1}$ — максимальное двуотражение.

Так как главные показатели отражения определяются лишь при наличии строго ориентированных сечений или путем статистических измерений R для большого числа разноориентированных сечений, то больший и меньший показатели любых сечений, кроме главных, условимся обозначать через $R_{\bar{3}}$ и R_T . Двуотражение этих сечений будем обозначать через $\Delta R_{\bar{3},1}$.

Двуотражение одноосных и двусосных кристаллов можно охарактеризовать и относительной величиной, вычисленной по формуле, предложенной И. С. Волинским (1966),

$$\Delta R_{\text{отн}} = \left(1 - \frac{R_1}{R_3}\right) \cdot 100\%. \quad (29)$$

Эта величина важна при визуальной оценке эффектов оптического контраста, так как в уравнение (29) вместо R_1 и R_3 можно подставить соответствующие показатели отражения двух минералов, зерна которых имеют общую границу. Физиологическая чувствительность глаза в желто-зеленой области спектра такова, что при благоприятных условиях микроскопических наблюдений в отраженном свете удастся зафиксировать $\Delta R_{\text{отн}}$ в пределах 3 ÷ 5%.

В кристаллооптике поглощающих сред часто используется величина ρ , равная:

$$\rho = \frac{R_3}{R_1}.$$

В монографии Галопина и Генри вводится понятие о коэффициенте анизотропии A , где

$$A = \sqrt{\rho} = \sqrt{\frac{R_3}{R_1}}.$$

Величины A и ρ используются, как будет показано ниже, для вычисления углов вращения плоскости поляризации падающего света.

Величины n и k анизотропных поглощающих минералов вычисляются из измерений R в воздухе и иммерсии по формулам, аналогичным (24). При этом в промежуточные расчеты входят

такие выражения, как $\frac{1+R}{1-R}$. Можно показать, что вычисленный отсюда коэффициент зависит главным образом от величины n , т. е.

$$\left. \begin{aligned} \frac{1+R}{1-R} &= \frac{1}{2} \left(n + \frac{1}{n} + \frac{k^2}{n} \right) \\ \frac{1+R_u}{1-R_u} &= \frac{1}{2N} \left(n + \frac{N^2}{n} + \frac{k^2}{n} \right) \end{aligned} \right\} \quad (30)$$

При нормальном падении света на отражающую поверхность формулы для расчета n и k сравнительно просты, в случае же наклонного падения задача определения n и k из измерений R является достаточно сложной. Законы Снеллиуса (3) и Брюстера (19) становятся неприменимыми. Это связано с комплексностью показателя преломления отражающей среды. Существует угол падения, называемый главным, при котором наблюдается минимум для R_p -компоненты, однако последняя не обращается в нуль (см. рис. 2), как это имело место для слабопоглощающих веществ. Линейно поляризованный свет, падающий на отражающую поверхность под углом φ , при отражении превращается в эллиптически поляризованный. На этом явлении основаны эллипсометрические методы измерения оптических констант (Горшков, 1974). Более детально основные закономерности отражения света от поглощающих веществ, а также ряд методов измерения оптических констант применительно к наклонному падению рассматриваются в работе (Пришивалко, 1963). Он приводит формулы для расчета главных* показателей n и k из известных значений коэффициентов отражения R_s и R_p -компонент при произвольном угле падения света на изотропный поглощающий кристалл. В случае анизотропных поглощающих кристаллов расчетные формулы существенно усложняются. Очевидно, в связи со сложностью математических расчетов уравнения, связывающие R_s , R_p , n , k и φ для анизотропных поглощающих кристаллов, в явном виде до сих пор не получены.

РАСПРОСТРАНЕНИЕ И ПОЛЯРИЗАЦИЯ СВЕТА ПРИ ОТРАЖЕНИИ

Прозрачные кристаллы. Характер поляризации света, прошедшего через прозрачный анизотропный кристалл, зависит от направления распространения лучей. В зависимости от направления меняются и оптические свойства кристаллов. При описании особенностей распространения и поляризации света в прозрачных кристаллах широко используют понятие об оптиче-

* Для поглощающих веществ n и k не являются постоянными, а зависят от угла падения света. Поэтому принято называть n и k , измеренные при нормальном падении, главными показателями.

ской индикатрисе или эллипсоиде, полуоси которого пропорциональны главным показателям преломления n_g, n_m и $n_p (n_3, n_2, n_1)$.

Уравнение индикатрисы в полярных координатах будет

$$\frac{c_1^2}{n_1^2} + \frac{c_2^2}{n_2^2} + \frac{c_3^2}{n_3^2} = \frac{1}{r^2}, \quad (31)$$

где r есть радиус-вектор, проведенный из начала координат к какой-либо точке поверхности; c_1, c_2, c_3 — направляющие косинусы, т. е. косинусы углов, образованных радиусом-вектором r с осями прямоугольной системы координат (рис. 3). Между c_1, c_2, c_3 существует простое соотношение:

$$c_1^2 + c_2^2 + c_3^2 = 1. \quad (32)$$

Поэтому из четырех переменных в уравнении (31) независимыми являются только три.

Коэффициент отражения, подобно коэффициенту поглощения, можно считать симметричным полярным тензором, так как для каждого определенного направления АВ в кристалле существует только один коэффициент отражения, а не два: один для направления от А к В и другой от В к А. Поэтому для коэффициента отражения, так же как

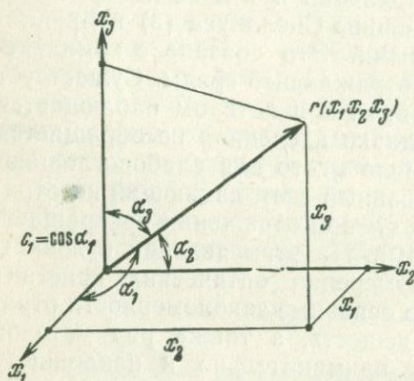


Рис. 3. Соотношение между декартовыми координатами x_1, x_2, x_3 конца радиуса-вектора r и полярными координатами

и для коэффициента поглощения (Шубников, 1950), справедливо допущение, что он в первом приближении описывается квадратичной функцией направляющих косинусов. Для определенной, специально выбранной главной системы координат она имеет следующий вид:

$$R_a = R_1 c_1^2 + R_2 c_2^2 + R_3 c_3^2. \quad (33)$$

По своей форме поверхность R не является эллипсоидом и больше напоминает оваллоид, отличаясь от него искривленностью.

У изотропных кристаллов $R_1 = R_2 = R_3$, поэтому поверхность коэффициента отражения является сферой. Симметрия поверхности $\infty/\infty.m$. Совокупность поверхностей R для разных длин волн есть совокупность концентрических сфер.

Для одноосных кристаллов поверхность коэффициентов отражения представляет собою оваллоидообразную поверхность вращения, уравнение которой можно записать так:

$$R_a = R_e \cos^2 \alpha + R_o \cdot \sin^2 \alpha. \quad (34)$$

Поверхность сплюснута или вытянута вдоль оси x_3 (см. рис. 3) в зависимости от того, какой из коэффициентов R_e или R_o больше. Симметрия поверхности $m \cdot \infty : m$. Оптическая ось всегда совпадает с кристаллографической осью L_3, L_4 или L_6 . В зависимости от длины волны изменяется соотношение между R_o и R_e . Кристаллы могут менять оптический знак, т. е. при определенной длине волны они становятся псевдоизотропными. Однако это явление нуждается в тщательном экспериментальном исследовании.

У двусосных кристаллов поверхность коэффициентов отражения описывается общим уравнением (33) и обладает симметрией трехосного эллипсоида — $m \cdot 2 : m$. Для главного сечения поверхности можно написать уравнение, аналогичное (34):

$$R_\alpha = R_3 \cdot \cos^2 \alpha + R_1 \cdot \sin^2 \alpha. \quad (35)$$

Поверхности оптической индикатрисы и коэффициентов отражения отличаются по форме, но элементы симметрии их, а также направления оптических осей должны совпадать. Однако анализ уравнений (31) и (33) показывает, что в действительности характер наблюдаемых явлений более сложный. На рис. 4 изображено главное сечение положительного двусосного кристалла. Полуось N_g является острой биссектрисой эллипсоида. С полуосью N_g совпадает полуось R_g , с полуосью N_p соответственно полуось R_p . Если величины N_m и R_m известны, то из уравнений (31) и (35) легко найти угол α между N_g и N_m , а также угол V , поскольку $(V + \alpha) = 90^\circ$. Точная формула для расчета угла V , выводимая из уравнения индикатрисы (31), имеет следующий вид:

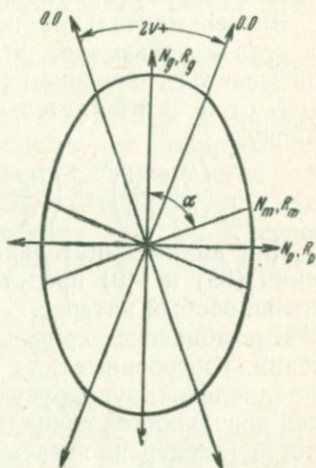


Рис. 4. Главное сечение индикатрисы двусосного положительного кристалла

$$\sin V = \frac{N_g}{N_m} \sqrt{\frac{N_m^2 - N_p^2}{N_g^2 - N_p^2}}. \quad (36)$$

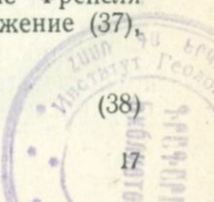
Формула для расчета $\sin V$ из уравнения (35) соответственно будет

$$\sin V = \sqrt{\frac{R_m - R_p}{R_g - R_p}}. \quad (37)$$

Так как величины R и n связаны через уравнение Френеля (14), то преобразовав соответствующим образом выражение (37), получим

$$\sin V = \sqrt{\frac{(N_g + 1)^2 (N_m - N_p) (N_m N_p - 1)}{(N_m + 1)^2 (N_g - N_p) (N_g N_p - 1)}}. \quad (38)$$

1971



Угол $2V$ для ромбической серы (Ларсен, 1965), вычисленный по формуле (36), составит 69° и $63^\circ 46'$, если воспользоваться уравнением (38). Приближенная формула Малляра

$$\sin V = \sqrt{\frac{N_m - N_p}{N_g - N_p}} \quad (39)$$

дает для серы $2V \approx 63^\circ 36'$. Это значение весьма близко к рассчитанному по формуле (38).

Экспериментальное исследование зависимости изменения R от угла α показывает, что она в пределах точности измерений описывается уравнением (35). Следовательно, изменение величины N от α в действительности происходит по более сложному закону

$$\left(\frac{N_\alpha - 1}{N_\alpha + 1}\right)^2 = \left(\frac{N_g - 1}{N_g + 1}\right)^2 \cdot \cos^2 \alpha + \left(\frac{N_p - 1}{N_p + 1}\right)^2 \cdot \sin^2 \alpha. \quad (40)$$

Как видим, тщательная экспериментальная проверка уравнений (35) и (40) представляет для теоретической кристаллооптики особый интерес.

В ромбических кристаллах поверхности коэффициентов отражения, построенные для различных длин волн, располагаются параллельно друг другу осями симметрии. Центры симметрии всех поверхностей совпадают. Дисперсия осей симметрии поверхностей (дисперсия погасания) отсутствует. Значительная дисперсия R_g, R_m, R_p приводит к дисперсии оптических осей, а иногда и к смене знака. Если спектры отражения не пересекаются, то для минералов, меняющих знак, в определенном диапазоне длин волн оптический знак становится нейтральным согласно принятому выше определению. При пересечении спектров отражения для строго определенной длины волны минерал является псевдоодноосным. Теоретически возможен случай, когда спектры R_g, R_m и R_p пересекаются в одной точке, т. е. при этой частоте кристалл оказывается псевдоизотропным.

В моноклинных кристаллах только одна из плоскостей симметрии поверхностей R и соответственно одна перпендикулярная ей ось симметрии фиксированы в пространстве. Поэтому совокупность поверхностей для разных длин волн обладает симметрией $2 : m$, т. е. наблюдается дисперсия только двух осей симметрии поверхностей. Вследствие этого в моноклинных кристаллах может наблюдаться кроме дисперсии оптических осей и дисперсия погасания.

Существуют три варианта дисперсии биссектрис оптической индикатрисы: горизонтальная, наклонная и перекрещенная. Эти варианты можно рассматривать и для поверхностей коэффициентов отражения.

В триклинных кристаллах ни одна из плоскостей симметрии и соответственно ни одна из осей симметрии поверхностей в пространстве не фиксированы.

Совпадает только центр симметрии. Следовательно, совокупность поверхностей для разных длин волн обладает симметрией $\bar{2}$. В минералах триклинной сингонии диспергируют как оптические оси, так и биссектрисы. Такого рода дисперсия носит название асимметрической. Это понятие можно применить и при описании дисперсии поверхностей R .

Смена оптического знака в моноклинных и триклинных кристаллах происходит так же, как и в кристаллах ромбической сингонии.

Рассмотрим состояние поляризации линейно поляризованного света при отражении от прозрачных кристаллов.

Изотропные прозрачные кристаллы. Поляризационные характеристики света, отраженного от полированной поверхности прозрачного изотропного кристалла, зависят от угла падения света (φ), угла между плоскостью колебаний и плоскостью падения, а также от угла преломления (χ). Ю. Кэмерон (1966) приводит следующее уравнение для расчета этих зависимостей:

$$\operatorname{tg}\psi_R = -\operatorname{tg}\psi_E \frac{\cos(\varphi + \chi)}{\cos(\varphi - \chi)}, \quad (41)$$

где ψ_R — азимут отраженного колебания \vec{R}_s -компоненты; ψ_E — азимут колебания падающего света относительно E_s -компоненты. Когда φ и $\chi = 0$ (нормальное падение света), то $\operatorname{tg}\psi_R = -\operatorname{tg}\psi_E$. Знак минус указывает на изменение фазы (180°) при отражении, но плоскости колебаний падающего и отраженного лучей совпадают, т. е. вращение плоскости колебаний не происходит. Этот вывод справедлив лишь для тех лучей, угол падения которых равен или близок к нулю. При микроскопических наблюдениях наличие объектива приводит к искривлению лучей — конвергенции. На минерал падает сходящийся пучок света. Степень конвергенции равна нулю для луча, идущего через центр оптической системы объектива, и максимальна для краевых лучей, угол падения которых определяет апертуру объектива. С увеличением апертуры степень конвергенции усиливается, поэтому при отражении сходящегося пучка света от изотропного прозрачного кристалла часть лучей испытывает вращение плоскости колебаний, которое будет рассмотрено в следующем разделе при описании явлений, наблюдаемых под микроскопом.

Анизотропные прозрачные кристаллы. Состояние поляризации света, отраженного от поверхности анизотропного прозрачного кристалла, зависит не только от углов φ и χ , но и от кристаллографической ориентировки, от угла между плоскостью падения и плоскостью колебания, а также от направления колебаний в кристалле. Если сечение кристалла перпендикулярно к оптической оси, то при $\varphi = 0$ отраженный свет линейно поляризован и вращения плоскости колебаний не происходит. Такое сечение по своим свойствам подобно изотропному кристаллу.

Когда сечение не перпендикулярно оптической оси, то характер поляризации отраженного света зависит от азимута соответствующего сечения поверхности R относительно направления колебаний поляризатора. Если направления колебаний в кристалле совпадают с направлением колебаний поляризатора, то азимут поляризации при $\varphi = 0$ сохраняется. При иной ориентации сечения каждый падающий луч распадается на две компоненты, равные по амплитуде и параллельные двум направлениям колебаний в кристалле. Результирующая этих двух компонент будет линейным колебанием, но с иным направлением колебаний.

В этом случае даже при нормальном падении света в результате отражения имеет место вращение плоскости колебаний падающего света. Более подробно это явление также будет рассмотрено ниже.

Поглощающие кристаллы. Если показатель поглощения k невелик ($k < 0,1$), то оптические свойства таких кристаллов в отраженном свете будут сходны со свойствами прозрачных. Когда k заметно увеличивается, описание явлений распространения и поляризации света на основе представлений об оптической индикатрисе не является достаточно строгим, поскольку радиус-вектор индикатрисы представляет комплексный показатель преломления (уравнение 21). Такая поверхность не может быть наглядно представлена, а выводы, касающиеся оптических явлений, должны быть получены путем вычислений, особенно для кристаллов низших сингоний. С целью наглядности Берек представлял поверхность комплексного показателя преломления в виде совокупности двух поверхностей, одна из которых отражает распределение действительного показателя преломления для различных сечений, другая — распределение показателя поглощения. Эти поверхности уже не являются эллипсоидами. Однако понятие о поверхности коэффициентов отражения может быть применено и по отношению к поглощающим кристаллам, поскольку коэффициент отражения является действительной величиной.

Изотропные поглощающие кристаллы. Для поглощающих кристаллов кубической сингонии поверхность R является сферой. При нормальном падении линейно поляризованного света отраженный свет остается также линейно поляризованным. Сохраняется и азимут поляризации. В этом смысле оптические свойства изотропных прозрачных и поглощающих кристаллов сходны. Но уже для наклонных световых пучков характер явлений усложняется. Наклонные пучки разлагаются на компоненты, перпендикулярные и параллельные плоскостям падения. Отраженные компоненты приобретают разность фаз, которая возрастает с увеличением k , поэтому свет эллиптически поляризуется и не может быть погашен анализатором. Особенно возрастает доля эллиптически поляризованного света для

самородных металлов: золота, серебра, меди, висмута, которые обладают очень высокими значениями k .

Одноосные поглощающие кристаллы. У кристаллов средних сингоний правила симметрии требуют, чтобы поверхность коэффициента отражения была поверхностью вращения относительно одной оптической оси. Однако уравнение поверхности может быть более сложным, чем выражение (34). В работе А. М. Гончаренко и Ф. И. Федорова (1958) приводятся уравнения поверхностей рефракции и абсорбции одноосных кристаллов. Это уравнения кривых восьмого порядка. Одним из наиболее важных выводов их работы является положение о возможности существования экстремальных значений n и k помимо направлений, параллельных и перпендикулярных оптической оси. Однако, чтобы и для R выполнялась такая возможность, необходимо совпадение тех углов, при которых существуют экстремальные значения n и k . Анализ полученных соотношений показывает, что в промежутке углов от 0 до 90° для сечения, параллельного оптической оси может быть только одно экстремальное направление, по которому совпадают экстремальные значения n и k , но вероятность такого одновременного совпадения слишком мала, поэтому форма поверхности R и похожа на «овалонд».

Экспериментальные данные по исследованию зависимости R от α для одноосных поглощающих кристаллов отсутствуют, но можно ожидать, что если значения R не очень высоки ($R < 50\%$), то такая зависимость будет близка к рассчитанной по формуле (34).

На рис. 5 условно показаны сечения поверхностей R , k и n для среза одноосного поглощающего кристалла, параллельного оптической оси. Так как с оптической осью совпадает больший коэффициент отражения, то оптический знак положительный. Пунктирной линией показано сечение индикатрисы для одноосного прозрачного кристалла, имеющего такие же главные показатели преломления. Как видно из рис. 5 экстремальные значения n и R не совпадают, поэтому прозрачный кристалл имел бы отрицательный знак. Смена знака у одноосных поглощающих кристаллов происходит чаще, чем у прозрачных, что обусловлено различными типами дисперсии n и k . В области точки пересечения спектров отражения могут наблюдаться своеобразные оптические аномалии, заключающиеся в том, что одноосный кристалл, например ковеллин, становится псевдодвуосным.

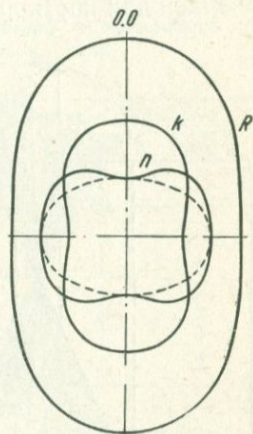


Рис. 5. Сечения поверхностей n , k и R (по М. Береку) для среза одноосного поглощающего кристалла, параллельного оптической оси

Исследования такого рода эффектов в этой области длин волн требуют сверхчувствительной аппаратуры. В противном случае кристалл кажется псевдоизотропным.

При нормальном падении линейно поляризованного света на сечение одноосного поглощающего кристалла, перпендикулярное оптической оси, отраженный свет поляризован линейно с тем же азимутом. При отражении наклонных световых пучков возникает эллиптическая поляризация. Если сечение не перпендикулярно оптической оси, то отраженный свет будет линейно поляризован для нормальных положений сечения. В этом случае одна

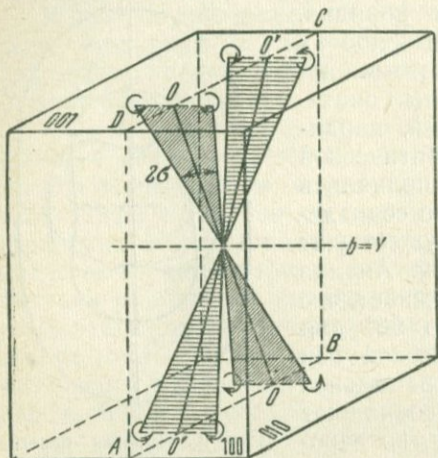


Рис. 6. Круговые оси в ромбическом поглощающем кристалле (по Ю. Кэмерону)

из осей симметрии сечения параллельна направлению колебаний поляризатора. При повороте сечения относительно нормали падающий луч, так же как и в прозрачных кристаллах, распадается на две компоненты, параллельные собственным направлениям колебаний в кристалле. Эти компоненты, во-первых, неодинаково отражаются, а во-вторых, приобретают разность фаз, поэтому результирующая двух компонент представляет собой эллиптическое колебание.

Максимальная величина эллиптичности будет наблюдаться для сечения, параллельного оптической оси.

Поглощающие кристаллы низших сингоний. При переходе от прозрачных одноосных кристаллов к поглощающим характер распространения и поляризации света усложняется, но для многих явлений имеет какую-то аналогию. Иначе обстоит дело с кристаллами низших сингоний. В работах Друде и Берека было показано, что с возрастанием поглощения каждая оптическая ось распадается на две круговых оси, вдоль которых могут распространяться циркулярно поляризованные волны. Эти оси принято называть круговыми или осями вращения. Для ромбических кристаллов было установлено наличие четырех круговых осей, расположенных вне плоскостей симметрии (рис. 6). В случае же кристаллов моноклинной и триклинной сингонии задача определения количества оптических осей осталась нерешенной.

Впервые полную классификацию поглощающих кристаллов по числу и характеру оптических осей составил Ф. И. Федоров (1958), используя инвариантные методы.

Ф. И. Федоров установил, что для ромбических кристаллов могут быть выделены две группы:

- 1) две изотропные * оптические оси;
- 2) четыре круговые оптические оси.

У моноклинных и триклинных кристаллов выделяются шесть групп. Наименование осей и распределение их по группам показано в табл. 1.

Таблица 1

Классификация поглощающих кристаллов моноклинной и триклинной сингонии по числу и характеру оптических осей (по Ф. И. Федорову)

Номер группы	Моноклинные кристаллы		Триклинные кристаллы	
	изотропные оси	круговые оси	изотропные оси	круговые оси
1	—	1	1	—
2	1	1	1	1
3	—	2	—	2
4	1	2	1	2
5	—	3	—	3
6	—	4	—	4

В случае ромбических кристаллов все комплексные показатели преломления вдоль особых направлений совпадают. Моноклинные кристаллы отличаются определенными зависимостями между ориентациями осей и совпадением комплексных показателей преломления вдоль некоторых из них, у триклинных же кристаллов такие связи отсутствуют. Поэтому при одинаковом характере и числе оптических осей оптические свойства кристаллов низших сингоний будут различными. Поверхности рефракции и абсорбции моноклинных и триклинных кристаллов описываются уравнениями еще более высокого порядка по сравнению с кристаллами средних сингоний.

Наличие экстремальных значений n и k вне направлений, параллельных и перпендикулярных оптическим осям, делает более вероятным и появление экстремальных значений для R , т. е. форма поверхности R может значительно отличаться от овалоида. Однако явных уравнений для описания формы поверхности R поглощающих кристаллов низших сингоний в литературе пока не приводится. Изучение формы поверхности R для антимонита (Cissarz, 1931), показало, что последняя, несмотря на сравнительно большие значения k , мало отличается от формы

* Изотропные оптические оси — свойства света вдоль этих направлений в отношении поляризации такие же, как и в изотропных средах. Круговые оптические оси — вдоль этих осей наблюдается определенная (левая или правая) круговая поляризация волны.

поверхности R для прозрачных двуосных кристаллов. Ф. И. Федоров указывает, что наиболее распространенными поглощающими кристаллами низших сингоний будут те, которые обладают четырьмя круговыми осями, так как в этом случае на параметры кристалла не накладывается никаких дополнительных условий, кроме обусловленных симметрией. Поскольку термин «двуосные» применим не для всех поглощающих кристаллов низших сингоний, условимся относить кристаллы моноклинной и триклинной сингонии, а также кристаллы ромбической сингонии с четырьмя круговыми осями к группе «квазидвуосных».

У поглощающих кристаллов низших сингоний также можно выделить три главных коэффициента отражения: максимальный — $R_3=R_g$, минимальный — $R_1=R_p$, и средний — $R_2=R_m$, отвечающий круговому сечению. Зная значения этих коэффициентов, можно определить оптический знак, а также угол $2V$ — угол, который имел бы прозрачный анизотропный кристалл с соответствующими оптическими свойствами. В ряде случаев эта условность оправдана, так как угол 2σ между сопряженными парами круговых осей (см. рис. 6) весьма мал. Явление смены знака в кристаллах низших сингоний наблюдается достаточно часто (энаргит, арсенопирит, лёллингит и другие минералы).

В области пересечения спектров отражения минералы могут становиться псевдоодноосными, реже псевдоизотропными. По характеру дисперсии оптических осей и биссектрис условимся выделять те же типы, что и для анизотропных прозрачных кристаллов низших сингоний.

На рис. 7 приведена общая классификация прозрачных и поглощающих кристаллов различных сингоний по характеру анизотропии и осности с учетом явления смены оптического знака. Возможные связи для прозрачных минералов показаны пунктиром, для поглощающих — сплошными линиями. Как видно из рис. 7, наиболее разнообразны оптические свойства для кристаллов низших сингоний.

В ромбических кристаллах поляризация отраженного света зависит главным образом от ориентировки среза. Для трех главных сечений, параллельных кристаллографическим плоскостям симметрии и соответственно оптическим плоскостям симметрии, в нормальных положениях отраженные лучи линейно поляризуются. При другом положении такого сечения, а также для срезов произвольной ориентировки свет поляризуется эллиптически. Когда срезы перпендикулярны круговым осям, свет поляризуется циркулярно.

В моноклинных кристаллах линейная поляризация наблюдается для нормальных положений сечения, параллельного кристаллографической плоскости симметрии, которая перпендикулярна к оси второго порядка. Для других сечений и направлений свет поляризуется эллиптически. Линейная и круговая поляриза-

ция может наблюдаться для сечений, перпендикулярных к изотропным или круговым осям (см. табл. 1).

В триклинных кристаллах линейная поляризация возможна вдоль особых направлений, а также для сечений, перпендикулярных изотропным осям. В общем случае отраженный свет будет поляризован эллиптически. При наличии круговых осей для сечений, к ним перпендикулярных, наблюдается циркулярная поляризация.

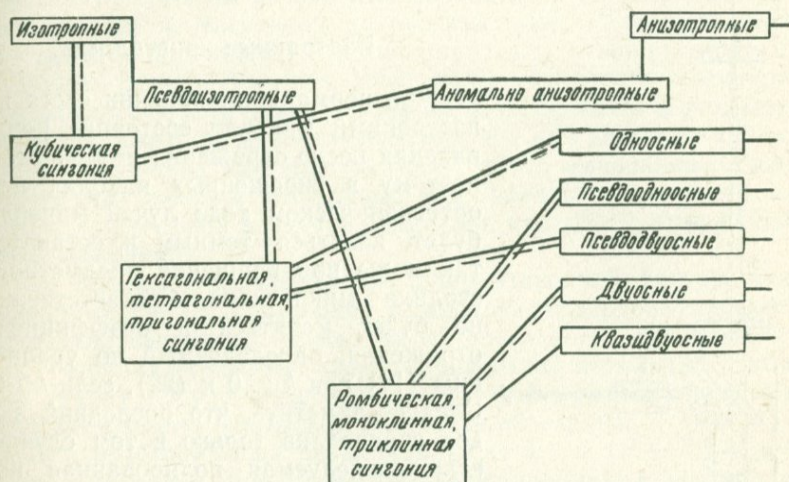


Рис. 7. Классификация прозрачных и поглощающих кристаллов различных сингоний по характеру анизотропии и осности

Зная основные закономерности отражения и распространения света в кристаллах, перейдем к рассмотрению оптических явлений, наблюдаемых под микроскопом.

ОПТИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ В ОТРАЖЕННОМ СВЕТЕ, НАБЛЮДАЕМЫЕ ПОД МИКРОСКОПОМ

На рис. 8 приведена упрощенная оптическая схема рудного поляризационного микроскопа. Пучок света от источника (S) проходит через поляризатор — (П) и направляется светоделительным элементом (призмой или пластинкой) opak-иллюминатора — (ОИ) в объектив (Об) и далее на полированный шлиф (Ш). Отраженный от поверхности шлифа световой поток проходит объектив, анализатор (А), который может удаляться из хода лучей, и затем через окуляр (Ок) попадает в глаз наблюдателя или в тубус фотометрической насадки. Приведенная схема соответствует наблюдениям в ортоскопическом ходе лучей. Для коноскопических наблюдений между окуляром и объективом при введенном анализаторе помещается линза Бертрана.

В этом случае в поле зрения окуляра проектируется изображение выходного зрачка объектива.

Как мы уже видели из предыдущего раздела, характер распространения и поляризации отраженного света существенно зависит от анизотропии кристалла, поэтому мы рассмотрим вначале совокупность оптических явлений, наблюдаемых при исследовании изотропных минералов, а затем и анизотропных.

Изотропные кристаллы

При нормальном падении света на изотропный минерал состояние поляризации после отражения не меняется, поэтому в скрещенных николях при ортоскопическом ходе лучей минерал будет казаться темным и останется таким же при вращении предметного столика микроскопа. Соответственно не будет меняться и коэффициент отражения, определяемый по уравнению (14) при $k \approx 0$ и (22), если $k > 0$. Следует заметить, что последний вывод справедлив только в том случае, если исследуемая полированная поверхность строго перпендикулярна оптической оси микроскопа. В противном случае при наличии чувствительной фотометрической аппаратуры удастся зафиксировать изменение коэффициента отражения и для изотропного минерала при повороте предметного столика. Значения R меняются от определенного максимума до минимума, причем угол поворота столика от одного положения (максимум R) к другому (минимум R) составляет

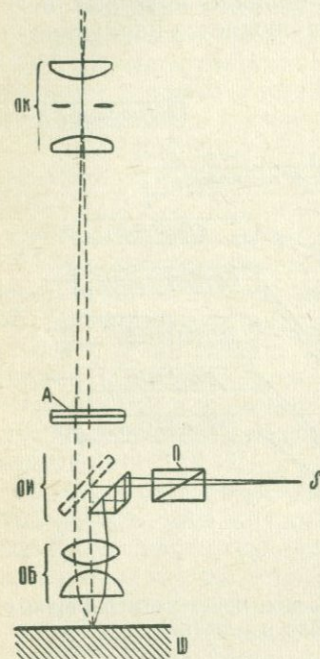


Рис. 8. Принципиальная оптическая схема рудного поляризационного микроскопа: S — источник света; П — поляризатор; ОИ — опак-иллюминатор со светоделительными элементами; ОБ — объектив; Ш — шлиф; А — анализатор; Ок — окуляр

обычно 180° . Этот эффект существенно осложняет точные измерения R как изотропных, так и анизотропных минералов, но с помощью специальных приспособлений для выравнивания плоскости шлифа его можно значительно ослабить.

Характер оптических явлений, наблюдаемых при коноскопическом ходе лучей, зависит главным образом от апертуры используемого объектива. Если применяются объективы с апертурой $0,1 \div 0,2$, то при удаленном окуляре или введенной линзе Бертрана изображение задней фокальной плоскости объектива представляет черный крест с широкими балками. С увеличением

апертуры ширина балок уменьшается и наблюдается характерный черный крест на светлом поле — поляризационная фигура изотропного минерала, показанная на рис. 9.

Поляризационные фигуры, возникающие при отражении сходящегося пучка поляризованного света, были описаны Г. Нейербургом (Neuerburg, 1947). Позднее Ю. Кэмерон дал физическое объяснение причинам, обуславливающим возникновение поляризационных фигур у изотропных и анизотропных минералов. Полученные им результаты обобщены в широко известной монографии, переведенной на русский язык (Кэмерон, 1966). Математический анализ рассматриваемых явлений приведен в работах Беньи (Beugnies, 1958; 1969). Мы ограничимся кратким описанием оптических эффектов, наблюдаемых в сходящемся свете, учитывая то обстоятельство, что они не имеют существенного значения для диагностики рудных минералов. Однако знание этих явлений необходимо для правильного решения вопроса о критической апертуре пучка при измерении коэффициентов отражения.

По Кэмерону возникновение поляризационной фигуры, показанной на рис. 9, происходит вследствие вращения плоскости колебаний света при отражении от поверхности минерала. На рис. 9 стрелки указывают азимуты колебаний падающих (сплошные линии) и отраженных (пунктир) лучей в разных точках изотропной задней фокальной плоскости объектива.

Для ортогональных диаметров ($A - A'$) и ($P - P'$) азимут колебаний лучей при отражении не изменяется и они гасятся анализатором. Остальные лучи сходящегося пучка испытывают небольшой поворот плоскостей колебания после преломления в линзах объектива. Величина отклонения от первоначального направления усиливается по направлению от центра креста и от ортогональных диаметров. При обратном ходе лучей через объектив они испытывают аналогичное вращение, но с обратным знаком, поэтому освещение части квадрантов обусловлено нескомпенсированным вращением плоскости колебаний при отражении. Это вращение, как видно из рис. 10, обусловлено тем, что компоненты колебания, параллельные (R_p) и перпендикулярные (R_s) плоскости падения (OX), отражаются с различными амплитудами (см. рис. 2). Чем больше угол падения луча, тем эта разница больше, поэтому максимальное вращение наблюдается в крайних точках, лежащих на биссектрисах квадрантов. Направления вращений одинаковы в противоположных квадрантах и симметричны относительно ортогональных диаметров. В целом имеет место сложное распределение освещенности внутри каждого квадранта.

При повороте анализатора крест распадается на две изогирь, которые расходятся вдоль одного из диагональных направлений поля зрения. Каждая изогиря представляет геометрическое место точек, в которых направления колебаний отраженных лучей

перпендикулярны новому направлению колебаний анализатора. Так как разность R_s и R_p может меняться с длиной волны, то, следовательно, меняется и угол вращения отражения, поэтому в белом свете изогри часто окрашены. Указанное явление Кэмерон называет дисперсией вращения отражения. С увеличением k компоненты R_s и R_p приобретают разность фаз и отраженный свет становится эллиптически поляризованным, что сказывается на четкости поляризационных фигур. При очень

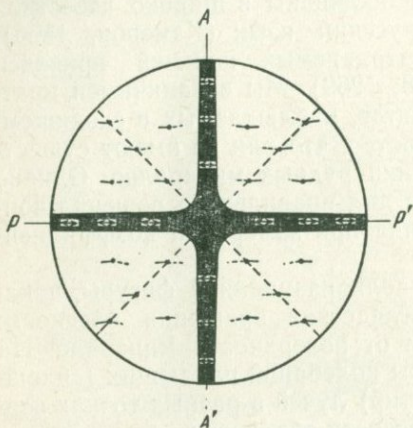


Рис. 9. Поляризационная фигура изотропного минерала в монохроматическом свете (по Ю. Кэмерону):

$P - P'$ — направление колебаний поляризатора, $A - A'$ — соответственно для анализатора. Обоюдоострые стрелки на ортогональных диаметрах показывают азимуты колебаний падающих и отраженных лучей. В квадрантах между балками креста направления колебаний падающих лучей обозначены сплошными линиями, а отраженных лучей — пунктирными

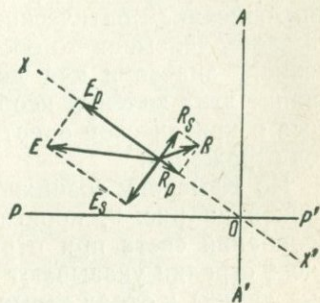


Рис. 10. Соотношение между компонентами E_s и E_p падающего луча (E — азимут колебаний) и компонентами R_s и R_p отраженного луча (R — азимут колебаний) для северо-западного квадранта поля зрения (по Ю. Кэмерону)

высоких значениях k средние части изогри размыты, так как эллиптически поляризованные лучи не могут быть полностью погашены анализатором. Окраска изогри в этом случае зависит от дисперсии разности фаз. При незначительной дисперсии средние части изогри становятся серыми. Аналогичные фигуры наблюдаются у одноосных и двуосных минералов для сечений, перпендикулярных оптическим осям. Описания же фигур для сечений, перпендикулярных к круговым осям квазидвуосных минералов, пока не сделано.

Анизотропные кристаллы

Явления, наблюдаемые при одном никеле. В ортоскопическом ходе лучей при выключенном анализаторе для всех сечений анизотропных минералов, кроме сечений, пер-

пендикулярных оптическим осям, характерно чередование максимальных и минимальных значений R при вращении предметного столика микроскопа на 360° .

Теоретически измеренные величины R должны совпадать через 180° , поскольку оптическую ось микроскопа можно рассматривать как ось симметрии второго порядка. На практике измеренные значения R для положений сечения, отстоящих на 180° , не совпадают, что обусловлено наклоном поверхности, дефектами полировки и другими причинами. Мы будем рассматривать идеальный случай, пренебрегая влиянием указанных факторов.

В анизотропных прозрачных кристаллах и поглощающих одноосных кристаллах изменение величины R описывается уравнением (35). Это же выражение применимо, как считает Берек, для двусных и квазидвусных кристаллов, если эллиптичность колебаний V_u обеих волн, проникающих в кристалл, достаточно мала. В общем случае Берек приводит следующую формулу, описывающую зависимость изменения R при повороте сечения:

$$R_\alpha = \frac{1 + \cos 2\psi_u \cos 2V_u}{\cos^2 2V_u} \cdot \frac{N_1^2 + K_1^2}{2} + \frac{1 - \cos 2\psi_u \cos 2V_u}{\cos^2 2V_u} \cdot \frac{N_2^2 + K_2^2}{2} - \\ - \operatorname{tg}^2 2V_u (N_1 N_2 + K_1 K_2) + \sin 2\psi_u \operatorname{tg} 2V_u (N_1 K_2 - N_2 K_1), \quad (42)$$

где ψ_u является азимутом большой полуоси эллипса колебания; V_u — эллиптичность волн, проникающих в кристалл, а N_1, N_2 и K_1, K_2 суть сложные функции оптических постоянных n и k , введенные Береком.

$$\left. \begin{aligned} N_1 &= \frac{n_1^2 - n_u^2 + k_1^2}{(n_1 + n_u)^2 + k_1^2} \\ N_2 &= \frac{n_2^2 - n_u^2 + k_2^2}{(n_2 + n_u)^2 + k_2^2} \\ K_1 &= \frac{2n_u k_1}{(n_1 + n_u)^2 + k_1^2} \\ K_2 &= \frac{2n_u k_2}{(n_2 + n_u)^2 + k_2^2} \\ R_1 &= N_1^2 + K_1^2 \\ R_2 &= N_2^2 + K_2^2 \end{aligned} \right\} \cdot \quad (43)$$

Если $V_u \approx 0$, то уравнение (42) переходит в выражение (35). Когда $V_u > 0$, задача определения показателей отражения с высокой точностью становится весьма затруднительной.

Явления, наблюдаемые при параллельных николях. При параллельных николях коэффициент отражения

$R_{(\parallel)}$ следующим образом зависит от величин ψ_u , V_u , N_1 , N_2 и K_1 , K_2 :

$$R_{(\parallel)} = \left(\frac{1 + \cos 2\psi_u \cos 2V_u}{\cos 2V_u} \right)^2 \cdot \frac{N_1^2 + K_1^2}{4} + \left(\frac{1 - \cos 2\psi_u \cos 2V_u}{\cos 2V_u} \right)^2 \times \quad (44)$$

$$\times \frac{N_2^2 + K_2^2}{4} + (\sin^2 2\psi_u - \operatorname{tg}^2 2V_u) \frac{N_1 N_2 + K_1 K_2}{2} +$$

$$+ \sin 2\psi_u \operatorname{tg} 2V_u (N_1 K_2 - N_2 K_1).$$

Для одноосных кристаллов и для тех разрезов квазидвуосных кристаллов, у которых $V_u = 0$, уравнение (44) упрощается. При этом $\psi \equiv \alpha$, т. е. азимуту результирующего колебания, а величина $R_{(\parallel)}$ равна:

$$R_{(\parallel) V_u=0} = \cos^4 \alpha (N_1^2 + K_1^2) + \sin^4 \alpha (N_2^2 + K_2^2) + \quad (45)$$

$$+ 2 \sin^2 \alpha \cos^2 \alpha (N_1 N_2 + K_1 K_2).$$

Когда $\alpha = 0$, $R_{(\parallel)} = R_1$. Если $\alpha = 90^\circ$, то $R_{(\parallel)} = R_2$. Обозначим коэффициент отражения при параллельных николях для $\alpha = 45^\circ$ через $\bar{R}_{(\parallel)}$. Из формулы (45) находим, что $\bar{R}_{(\parallel)}$

$$\bar{R}_{(\parallel)} = \frac{N_1^2 + K_1^2 + N_2^2 + K_2^2}{4} + \frac{N_1 N_2 + K_1 K_2}{2} = \frac{R_1 + R_2}{4} + \quad (46)$$

$$+ \frac{N_1 N_2 + K_1 K_2}{2} = \frac{\bar{R} + (N_1 N_2 + K_1 K_2)}{2},$$

где \bar{R} обозначает средний коэффициент отражения, измеряемый в диагональном положении сечения без анализатора. При $V_u = 0$ из (35) следует, что

$$\bar{R} = \frac{R_1 + R_2}{2}.$$

Уравнение (46) дает возможность определить величину $(N_1 N_2 + K_1 K_2)$, которую мы обозначим через C^*

$$C = (N_1 N_2 + K_1 K_2) = 2\bar{R}_{(\parallel)} - \bar{R}. \quad (47)$$

Величина C является важнейшей характеристикой анизотропных рудных минералов наряду с главными показателями отражения. Как будет показано ниже, экспериментальное определение величин R_1 , R_2 , $\bar{R}_{(\parallel)}$ и C дает возможность вычислить все параметры анизотропии, введенные Берекком.

При полном обороте аншлифа интенсивность отраженного света при параллельных николях в соответствии с формулами (44) и (45) изменяется четыре раза попеременно между макси-

* В работе автора (Вяльсов, 1975) выражение $(N_1 N_2 + K_1 K_2)$ обозначалось символом i , который часто используется для обозначения комплексных величин, поэтому в данной работе выбран символ C .

мумом и минимумом. Влияние более сильной эллиптичности V_u в кристаллах низших сингоний проявляется в том, что при вращении аншлифа различия в яркости для разных положений сглаживаются все больше и больше.

Явления, наблюдаемые при скрещенных николях. Более сложный комплекс явлений наблюдается у анизотропных минералов при скрещенных николях, поскольку первоначальное направление колебаний падающего света после отражения претерпевает вращение (Orcel, 1930). Обратимся к рис. 11.

Амплитуда падающего луча характеризуется вектором OP , который можно разложить на две составляющие OA и OB , соответствующие амплитудам колебаний по главным осям сечения индикатрисы. По этим направлениям* показатели преломления минерала равны n_2 и n_1 . Через α обозначим угол, образуемый OP и направлением одной из полуосей сечения n_1 . Показатель поглощения k считаем равным 0. Так как величины R будут различны по направлениям OA и OB ($R_2 > R_1$), то после отражения возникнут составляющие OA' и OB' с соответствующими амплитудами. Согласно правилу знаков они будут повернуты на 180° относительно составляющих OA и OB . Сложение амплитуд OA' и OB' дает вектор OP' , соответствующий по направлению и величине амплитуде колебаний отраженного света. Обозначим через β угол, который образует вектор OP' с направлением n_1 ; нетрудно заметить, что направление колебаний падающего луча повернулось после отражения на угол $(\beta - \alpha)$. Выразим коэффициенты отражения R_1 и R_2 через квадраты амплитуд:

$$R_2 = \left(\frac{OA'}{OA}\right)^2 \quad \text{и} \quad R_1 = \left(\frac{OB'}{OB}\right)^2.$$

Отсюда для $\text{tg } \alpha$ и $\text{tg } \beta$ имеем следующее соотношение:

$$\text{tg } \beta = \text{tg } \alpha \sqrt{\frac{R_2}{R_1}}. \quad (48)$$

* Положение, при котором одно из главных направлений сечения индикатрисы R устанавливается параллельно направлению колебаний падающего света, будем называть нормальным, а соответствующие этому положению значения R — основными показателями отражения для данного сечения, или унитарными, по Берку.

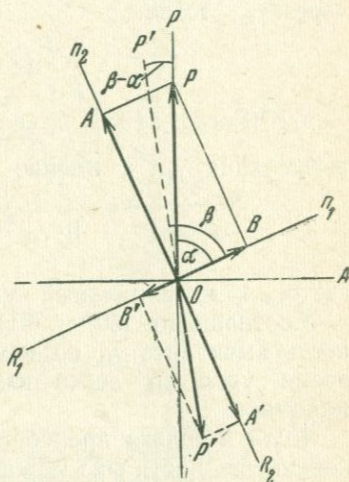


Рис. 11. Вращение направления колебаний падающего света после отражения от анизотропного кристалла (по Ж. Орселю).

Из этого уравнения следует, что вращение плоскости поляризации падающего света не происходит при $\alpha = 0^\circ$ и $\alpha = 90^\circ$, т. е. при нормальных положениях кристалла.

Если $\alpha = 45^\circ$, то

$$\operatorname{tg} \beta = \sqrt{\frac{R_2}{R_1}} = \sqrt{V_{\rho}^-} \quad (49)$$

Обозначим угол вращения плоскости колебаний через γ , т. е. $\gamma = (\beta - \alpha)$. При $\alpha = 45^\circ$ угол $(\beta - 45^\circ)$ соответственно обозначим через γ_{45} , тогда

$$\operatorname{tg} \gamma_{45} = \frac{\sqrt{V_{\rho}^-} - 1}{\sqrt{V_{\rho}^-} + 1} \quad (50)$$

Борде (Bordet, 1968) приводит несколько иное соотношение для вычисления γ_{45} , а именно при $\rho' = \frac{R_p}{R_g}$

$$\operatorname{tg} \gamma_{45} = \frac{1 - \sqrt{V_{\rho'}}}{1 + \sqrt{V_{\rho'}}} = \sin \gamma_m, \quad (51)$$

где γ_m — максимальный угол вращения плоскости колебаний.

Соотношения (50) и (51) интересны тем, что имеется возможность вычислить γ_{45} по измеренному отношению R_g/R_p , в то же время угол γ_{45} легко измеряется визуально при скрещенных николях.

Если k нельзя пренебречь, то приходится учитывать возникновение разности фаз между отдельными составляющими падающей и отраженной волн, причем вследствие неравенства $k_g \neq k_p$ разность фаз неодинакова для каждой из них. Для получения характеристик отраженного света при повороте сечения необходимо сложить два колебания, между которыми имеется разность фаз и разность амплитуд, результирующее колебание получается эллиптическим. Это явление поясняет рис. 12. Пусть на анизотропный кристалл, находящийся в диагональном (45°) положении, падает линейно поляризованный свет, OP — направление колебаний, пропускаемых поляризатором, OE — амплитуда падающего линейного колебания, OE_1 и OE_2 — компоненты OE , параллельные направлениям колебаний в кристалле, OR_1 и OR_2 — отраженные компоненты, различающиеся по фазе на 45° . Результирующее колебание описывается эллипсом с полуосями a и b . Вокруг эллипса колебания можно описать бесчисленное множество прямоугольников различной ориентировки. Половины сторон прямоугольников дадут направления колебаний компонентов, на которые может распадаться эллипс. Например, стороны прямоугольника $LMNP'$, описанного вокруг эллипса, параллельны направлениям OR_1 и OR_2 , а половина диагонали прямоугольника OP' дает направление и амплитуду того результирующего линейного колебания, которое возникло бы, если компоненты OR_1 и OR_2 были одинаковы по фазе или разность

Из (53) следует, что при $N_1 = N_2$ и $K_1 = K_2$ (R_+) = 0, т. е. кристалл при скрещенных николях оказывается темным, что характерно для изотропных минералов и соответствующих сечений анизотропных. Максимальная интенсивность $(R_+)_{\max}$ проявляется при $\psi_u = \pm 45^\circ$, когда

$$(R_+)_{\max} = \frac{(N_1 - N_2)^2 + (K_1 - K_2)^2}{4 \cos^2 2V_u}. \quad (54)$$

Минимальные интенсивности $(R_+)_{\min}$ проявляются при азимутах $\psi_u = 0^\circ$ или $\psi_u = 90^\circ$, т. е. в нормальных положениях сечения, и имеют значения

$$(R_+)_{\min} = \frac{(N_1 - N_2)^2 + (K_1 - K_2)^2}{4} \cdot \operatorname{tg}^2 2V_u. \quad (55)$$

Из уравнений (54) и (55) следует, что

$$\sin^2 2V_u = \frac{(R_+)_{\min}}{(R_+)_{\max}}. \quad (56)$$

Следовательно, измерения $(R_+)_{\min}$ и $(R_+)_{\max}$ дают возможность определить V_u — эллиптичность волн, проникающих в кристалл. Полное затухание в нормальных положениях обнаруживается только тогда, когда волны, проникающие в кристалл, линейно поляризованы и $V_u \approx 0$. Для этого случая выражение (54) преобразуется следующим образом:

$$\begin{aligned} (R_+)_{\max} &= \frac{(N_1^2 + K_1^2) + (N_2^2 + K_2^2) - 2(N_1 N_2 + K_1 K_2)}{4} = \\ &= \frac{R_1 + R_2 - 2C}{4} = \frac{\bar{R} - C}{2}. \end{aligned} \quad (57)$$

Так как величину C можно определить из формулы (47), то окончательно имеем

$$(R_+)_{\max} = \bar{R} - \bar{R}_{(\parallel)}. \quad (58)$$

Как видим, величина $(R_+)_{\max}$ при $V_u \approx 0$ определяется достаточно просто. При $V_u \neq 0$ величина C рассчитывается по следующему уравнению:

$$C = \bar{R} - 2 \cos^2 2V_u [\bar{R}_{\text{изм}} - \bar{R}_{(\parallel)}]. \quad (59)$$

Здесь $\bar{R} = \frac{R_1 + R_2}{2}$, а $\bar{R}_{\text{изм}}$ — коэффициент отражения, измеренный без анализатора при диагональном положении сечения. Тогда $(R_+)_{\max}^{V_u \neq 0}$ вычисляется по формуле:

$$(R_+)_{\max}^{V_u \neq 0} = \bar{R}_{\text{изм}} - \bar{R}_{(\parallel)}. \quad (60)$$

В поглощающих кристаллах дисперсия величин n и k сказывается соответственно и на дисперсии R_1 и R_2 , поэтому величина $(R_+)_{\max}$ также диспергирует. В зависимости от длины волны

меняются значения ρ и V_{II} . Все эти факторы, вместе взятые, обуславливают сложную природу цветных эффектов анизотропии, которые наблюдаются в скрещенных николях при использовании белого света.

Однако, используя выражение (60), мы можем вычислить величины $(R_+)_{\max}$ для разных длин волн, т. е. объективно оценить цветные эффекты анизотропии. Субъективное же восприятие цветных эффектов анизотропии будет зависеть не только от дисперсии $(R_+)_{\max}$, но и от других факторов: используемого фильтра, пропускания поляризатора, оптической системы микроскопа, источника освещения, физиологических особенностей зрения. Поэтому для диагностики анизотропных минералов необходимо перейти от субъективной оценки цветных эффектов анизотропии к объективной, измеряя величины \bar{R} и $\bar{R}_{(\parallel)}$ для каждого из главных сечений.

ОПТИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ, НАБЛЮДАЕМЫЕ В СХОДЯЩЕМСЯ СВЕТЕ

При коноскопических наблюдениях анизотропных минералов следует учитывать как вращение плоскости колебаний, возникающее при отражении, так и вращение, обусловленное анизотропией минерала. Когда сечение анизотропного минерала находится в одном из нормальных положений, то вращение плоскости колебаний, связанное с анизотропией, отсутствует. Поэтому в задней фокальной плоскости объектива виден черный крест, распадающийся на две изогриы при повороте анализатора. Возникновение такой поляризационной фигуры обусловлено только вращением плоскости колебаний, возникающим при отражении, т. е. в этом случае наблюдаются те же явления, что и для изотропных минералов. Однако для минералов моноклинной и триклинной сингонии в некоторых разрезах возможно проявление дисперсии погасания. В этом случае четкий черный крест наблюдается только в монохроматическом свете.

При повороте сечения от положения угасания начинается проявляться вращение плоскости колебаний, обусловленное анизотропией. Оно действует и вдоль ортогональных диаметров в отличие от вращающегося отражения, поэтому темнота по этим направлениям отсутствует (рис. 13). В пределах квадрантов поля зрения имеет место суммарный эффект вращения. Направление вращения вследствие анизотропии постоянно для всех точек, а направление вращения отражения в двух парах противоположных квадрантов различно. В одной паре квадрантов оба вращения складываются и эти квадранты ярко освещены. В другой паре квадрантов оба вращения имеют противоположные направления и вычитаются. При этом в некоторых точках оба вращения взаимно компенсируются, и отраженный свет гасится анализатором.

Следовательно, наблюдаемые две изогирь (см. рис. 13) являются геометрическим местом точек, в которых произошла компенсация и сохранилось первоначальное направление колебаний PP' . В диагональных положениях сечения, т. е. под углом 45° к нормальному положению, расхождение изогирь максимально.

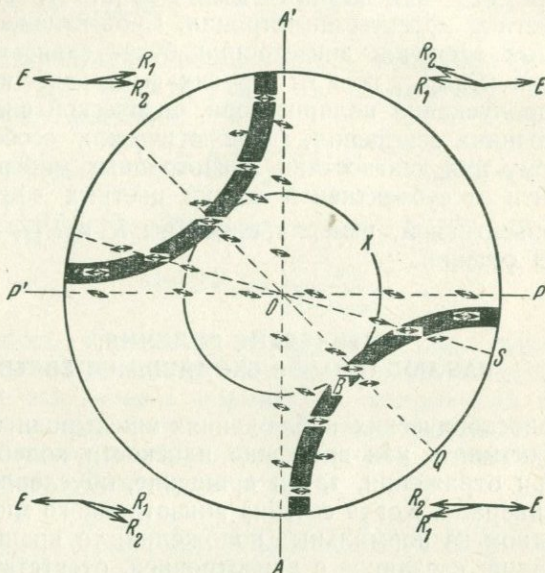


Рис. 13. Поляризационная фигура анизотропного минерала при диагональной установке (по Ю. Кэмерону).

Обоюдоострые стрелки указывают направления колебаний лучей, отраженных от различных точек поля зрения. Малые диаграммы иллюстрируют соотношения, которые наблюдаются в точках, расположенных на пересечении окружности X с диагоналями квадрантов. E — азимут колебания падающего луча; R_1 — азимут колебания отраженного луча с учетом вращения отражения; R_2 — азимут колебания отраженного луча с учетом вращения отражения и вращения, обусловленного анизотропией

При дальнейшем вращении сечения изогирь сближаются вплоть до полного восстановления креста, что соответствует положению погасания.

Ориентируя анизотропный минерал под углом 45° к его нормальному положению, можно восстановить крест путем соответствующего поворота анализатора из положения скрещивания. Угол поворота анализатора и будет характеризовать вращение, обусловленное анизотропией. У сильно поглощающих минералов необходимо учитывать влияние эллиптичности, т. е. измеренный таким способом угол вращения не является истинным значением угла вращения плоскости колебания. Поэтому Ю. Кэме-

рон предложил называть этот угол видимым углом вращения — $A_r \approx \gamma_{45}$. Из уравнения (51) следует, что

$$A = \sqrt{\rho'} = \sqrt{\frac{R_1}{R_2}} = \frac{1 - \operatorname{tg} \gamma_{45}}{1 + \operatorname{tg} \gamma_{45}}. \quad (61)$$

Коэффициент анизотропии A является, таким образом, одной из основных констант анизотропных рудных минералов. При этом имеется в виду, что значения A определены для главных сечений минералов. Весьма важно, что видимый угол вращения может быть определен визуально по методике, предложенной Кэмероном, и рассчитан на основе измеренных показателей отражения, т. е. имеется возможность контроля получаемых значений R .

Вследствие дисперсии показателей отражения видимый угол вращения также испытывает дисперсию, из-за которой изогиры имеют цветные каймы. Однако цветные эффекты зависят не только от дисперсии угла вращения, вызываемого анизотропией минерала, но и от дисперсии вращения отражения. В общем случае необходимо также учитывать дисперсию эллиптичности и дисперсию погасания. Последняя проявляется только для триклинных и моноклинных (за исключением некоторых срезов) минералов. Как видим, интерпретация наблюдаемых цветных эффектов оказывается достаточно сложной.

У поглощающих анизотропных минералов с высокими значениями k эллиптичность отраженного света сказывается и при конскопических исследованиях. Например, крест, восстановленный поворотом анализатора при диагональном положении сечения, в центральной части просветлен, причем степень просветления пропорциональна величине поглощения и разности фаз эллиптического отраженного колебания. Существуют прямые методы определения разности фаз (Δ) эллиптического колебания, предложенные М. Береком (Berek, 1937) и А. Хэллимондом (Hallimond, 1957) применительно к рассматриваемым явлениям. Детально эти методы описаны в монографии Ю. Кэмерона. Однако разность фаз может быть вычислена и косвенно из измеренных показателей отражения, как будет показано в следующем разделе.

Когда угол между направлениями колебаний, пропускаемых анализатором и поляризатором, отличается от 90° , то при вращении сечения кристалла выявляются четыре минимума интенсивности, однако интервалы между этими положениями не равны точно 90° , а бывают попеременно либо больше 90° , либо меньше. При этом величина отклонения от 90° сохраняется неизменной. С увеличением ошибки в установке николей угол отклонения от 90° прогрессивно возрастает, и при полном повороте анизотропного кристалла могут наблюдаться два положения погасания, разделенные интервалом в 180° . Иногда положение не вполне скрещенных николей используют для выявления

слабых эффектов анизотропии. Интерпретация цветных эффектов анизотропии, наблюдаемых при этом, очень сложна, так как необходимо учитывать много факторов, поэтому эти эффекты нельзя использовать для диагностики минералов.

При практических исследованиях чаще возникает необходимость точной установки анализатора в скрещенное положение. Для этого достаточно установить на столик микроскопа изотропный кристалл и в конוסкопическом ходе лучей исследовать поляризационную фигуру. Вращая анализатор, находят такое положение, когда в поле зрения виден четкий черный крест. Установка анализатора в ортоскопическом ходе лучей без использования специальных методов производится менее точно.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ АНИЗОТРОПИИ РУДНЫХ МИНЕРАЛОВ ПРИ НОРМАЛЬНОМ ПАДЕНИИ СВЕТА

Существует много методов анализа эллиптических колебаний отраженного света, но все они включают, во-первых, разложение эллиптического колебания на два линейных колебания, различающихся по фазе, и во-вторых, введение слюдяного компенсатора (или иного приспособления), который компенсирует разность фаз между двумя компонентами. Все эти методы требуют специальных принадлежностей к рудному микроскопу. Измерение спектров отражения является пока основным методом исследования оптических свойств рудных минералов, наиболее простым и относительно точным.

В основополагающей работе М. Берека (Bersek, 1937) приведены весьма важные соотношения, связывающие параметры анизотропии с оптическими константами n и k . Анализ теоретических расчетов Берека показывает, что по измеренным параметрам анизотропии удастся рассчитать лишь величину отношения $\frac{R_p}{R_g}$, которую можно затем сопоставить с результатами прямых измерений R_p и R_g . Следовательно, знание параметров анизотропии не дает возможности вычислить главные показатели отражения. Однако можно решить обратную задачу: зная показатели отражения, измеренные в поляризованном свете, определить все параметры анизотропии. Это утверждение справедливо при выполнении лишь одного условия, а именно: величина V_u , т. е. эллиптичность волн*, проникающих в кристалл, должна быть мала. Проверить выполнение этого условия несложно. Из формулы (56) следует, что если $V_u \approx 0$, то величина

* Следует отличать эллиптичность (V_u) волн, проникающих в кристалл, от эллиптичности (V) отраженных волн. При $V_u \approx 0$ величина V может значительно отличаться от нуля.

$(R_+)_{\min}$ при скрещенных николях также равна нулю, т. е. в нормальных положениях сечения наблюдается полное угасание. Практически это условие выполняется для большинства рудных минералов. Исключение составляют лишь некоторые самородные металлы и интерметаллические соединения, обладающие высокими значениями k .

Приведем совокупность полученных М. Береком уравнений, которые описывают зависимость между параметрами анизотропии и коэффициентами N и K , функционально связанными с оптическими константами n и k (43).

Коэффициент поляризации ε :

$$\varepsilon = \frac{(N_1^2 + K_1^2) - (N_2^2 + K_2^2)}{(N_1 + N_2)^2 + (K_1 + K_2)^2}. \quad (62)$$

Коэффициент фаз δ :

$$\delta = \frac{2(N_1K_2 - N_2K_1)}{(N_1 + N_2)^2 + (K_1 + K_2)^2}. \quad (63)$$

Относительная анизотропия ν :

$$\nu = \sqrt{\frac{(N_1 - N_2)^2 + (K_1 - K_2)^2}{(N_1 + N_2)^2 + (K_1 + K_2)^2}} = \sqrt{\varepsilon^2 + \delta^2}. \quad (64)$$

Характеристический угол τ :

$$\operatorname{tg} \tau = \frac{\delta}{\varepsilon} = \frac{2(N_1K_2 - N_2K_1)}{(N_1^2 + K_1^2) - (N_2^2 + K_2^2)}. \quad (65)$$

Азимут оси эллипса колебания:

$$\operatorname{tg} 2\psi = \frac{2\varepsilon}{1 - \nu^2} = \frac{(N_1^2 + K_1^2) - (N_2^2 + K_2^2)}{2(N_1N_2 + K_1K_2)}. \quad (66)$$

Осевое отношение эллипса колебания $\operatorname{tg} V_r = \frac{b}{a}$:

$$\sin 2V_r = \frac{2\delta}{1 + \nu^2} = \frac{2(N_1K_2 - N_2K_1)}{(N_1^2 + K_1^2) + (N_2^2 + K_2^2)}. \quad (67)$$

Отношение унирадиальных показателей отражения $\frac{R_2}{R_1}$:

$$\frac{R_2}{R_1} = \frac{1 - 2\varepsilon + \nu^2}{1 + 2\varepsilon + \nu^2} = \frac{N_2^2 + K_2^2}{N_1^2 + K_1^2}. \quad (68)$$

Разность фаз унирадиальных компонентов $\operatorname{tg} \Delta$:

$$\operatorname{tg} \Delta = -\frac{2\delta}{1 - \nu^2} = -\frac{N_1K_2 - N_2K_1}{N_1N_2 + K_1K_2}. \quad (69)$$

Степень поляризации P :

$$P = \frac{|2\varepsilon|}{1 + \nu^2} = \frac{(N_1^2 + K_1^2) - (N_2^2 + K_2^2)}{(N_1^2 + K_1^2) + (N_2^2 + K_2^2)}. \quad (70)$$

Выполним соответствующие преобразования этих уравнений путем подстановки коэффициента C , который определяется из выражения (47). Тогда параметры анизотропии рассчитываются из измеренных величин $R_g, R_p, \bar{R}_{(\parallel)}$ по следующим формулам:

$$\begin{aligned}
 \epsilon &= \frac{R_g - R_p}{R_g + R_p + 2C} = \frac{\Delta R}{4\bar{R}_{(\parallel)}} \\
 \delta &= \frac{2\sqrt{R_g R_p - C^2}}{R_g + R_p + 2C} = \frac{\sqrt{R_g R_p - C^2}}{2\bar{R}_{(\parallel)}} \\
 \nu &= \sqrt{\frac{R_g + R_p - 2C}{R_g + R_p + 2C}} = \sqrt{\frac{(R_+)_{\max}}{\bar{R}_{(\parallel)}}} = \sqrt{\frac{\bar{R} - \bar{R}_{(\parallel)}}{\bar{R}_{(\parallel)}}} \\
 \operatorname{tg} \tau &= \frac{2\sqrt{R_g R_p - C^2}}{R_g - R_p} = \frac{2\sqrt{R_g R_p - C^2}}{\Delta R} \\
 \operatorname{tg} 2\psi &= \frac{R_g - R_p}{2C} = \frac{\Delta R}{2C} = \frac{\Delta R}{4\bar{R}_{(\parallel)} - (R_g + R_p)} \\
 \sin 2\psi &= \sqrt{\frac{(R_g - R_p)^2}{(R_g - R_p)^2 + 4C^2}} = \sqrt{\frac{\Delta R^2}{\Delta R^2 + 4C^2}} \\
 \cos 2\psi &= \sqrt{\frac{4C^2}{(R_g - R_p)^2 + 4C^2}} \\
 \operatorname{tg} 2V_r &= 2\sqrt{\frac{R_g R_p - C^2}{(R_g - R_p)^2 + 4C^2}} \\
 \sin 2V_r &= \frac{2\sqrt{R_g R_p - C^2}}{R_g + R_p} = \frac{\sqrt{R_g R_p - C^2}}{\bar{R}} \\
 \cos 2V_r &= \sqrt{\frac{(R_g - R_p)^2 + 4C^2}{(R_g + R_p)^2}} = \sqrt{\frac{\Delta R^2 + 4C^2}{(R_g + R_p)^2}} \\
 \sin 2\psi \cdot \cos 2V_r &= \frac{R_g - R_p}{R_g + R_p} = P \\
 \operatorname{tg} \Delta &= -\frac{\sqrt{R_g R_p - C^2}}{C} \\
 N_1 K_2 - N_2 K_1 &= \sqrt{R_g R_p - C^2}
 \end{aligned} \tag{71}$$

Если $V_u > 0$, то C вычисляется по формуле (59), которую можно представить в более удобном для расчета виде:

$$C^* = \bar{R} - 2[\bar{R}_{\text{изм}} - \bar{R}_{(\parallel)} - (R_+)_{\min}]. \tag{72}$$

Для определения параметров анизотропии в этом случае в систему уравнений (71) вместо C подставляется величина C^* . Анализ выражения (72) показывает, что величина

$$[\bar{R}_{\text{изм}} - \bar{R}_{(\parallel)}] \gg (R_+)_{\min}.$$

Обычно коэффициент $(R_+)_{\min}$ составляет тысячные и сотые доли процента, т. е. сопоставим с ошибкой измерений $\bar{R}_{\text{изм}}$ и $\bar{R}_{(\parallel)}$, поэтому величиной $(R_+)_{\min}$ можно пренебречь, тогда

$$C^* \approx \bar{R} - 2[\bar{R}_{\text{изм}} - \bar{R}_{(\parallel)}]. \quad (73)$$

Для оценки влияния эллиптичности V_u вычислим разницу между C и C^* , которая составит:

$$C^* - C = 2[\bar{R} - \bar{R}_{\text{изм}} + (R_+)_{\min}] \approx 2(\bar{R} - \bar{R}_{\text{изм}}). \quad (74)$$

Если \bar{R} и $\bar{R}_{\text{изм}}$ отличаются мало или в пределах точности измерений, то коэффициент C вычисляются по формуле (47). Когда \bar{R} и $\bar{R}_{\text{изм}}$ различны, C^* рассчитывается по приближенной формуле (73). Учет $(R_+)_{\min}$ мало сказывается на результатах измерений, поскольку с увеличением значений k прогрессивно возрастают и значения \bar{R} .

Таким образом, сечение анизотропного минерала в общем случае характеризуют пять коэффициентов, измеряемых в отраженном свете, это $-R_g$, R_p , $\bar{R}_{\text{изм}}$, $\bar{R}_{(\parallel)}$ и $(R_+)_{\min}$.

Указанные коэффициенты могут иметь разные значения в воздухе и иммерсии, поэтому общее число измерений увеличивается до десяти. Поскольку для большинства минералов величина $(R_+)_{\min}$ мала, то можно учитывать лишь восемь коэффициентов.

Следовательно, одноосные минералы, имеющие одно главное сечение, характеризуются 8 параметрами. У двуосных и квазидвуосных минералов имеется три главных сечения, поэтому необходимо измерять 18 коэффициентов. Разумеется, что величина C может быть рассчитана из вычисленных главных показателей n и k , т. е. число измерений уменьшается в три раза, но точность определения C по n и k много меньше, чем определение по $\bar{R}_{(\parallel)}$ и $\bar{R}_{\text{изм}}$. Это обусловлено тем, что величина C сложным образом зависит от оптических постоянных n и k , а точность расчета последних по данным R_b и R_u относительно невелика. Поэтому измерения коэффициентов отражения, выполненные в поляризованном свете при одном николе и в параллельных николях, дают возможность более точно вычислить все параметры анизотропии исследуемого кристалла.

Анализ основных закономерностей отражения и распространения света в поглощающих кристаллах позволяет сделать ряд выводов, которые нужно учитывать при постановке экспериментальных методических работ.

1. Наиболее важной оптической характеристикой поглощающих минералов, доступной непосредственному количественному измерению, является коэффициент отражения.

2. Соотношения между оптическими постоянными n , k и R упрощаются для кристаллов любой сингонии только при нормальном падении света.

3. Все измерения R следует вести при линейной поляризации света, падающего на минерал.

4. Для определения n и k рудных минералов необходимо измерять коэффициенты отражения в воздухе и иммерсии при нормальном падении света с большой точностью.

5. Исследование зависимости изменения R при вращении отражающей поверхности относительно нормали дает возможность определить осьность, а иногда и вид сингонии минерала.

6. Для получения наиболее полной информации об оптических свойствах анизотропных рудных минералов необходимо измерять коэффициенты отражения при одном никеле и параллельных николях для нормальных и диагональных положений в воздухе и иммерсии.

7. Основные и независимые оптические параметры любого поглощающего кристалла будут получены лишь в том случае, если измерения R проведены на ориентированных сечениях кристалла.

Нетрудно убедиться в том, что эти выводы предопределяют некоторые общие требования к аппаратуре для исследования оптических свойств рудных минералов.

АППАРАТУРА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СПЕКТРОВ ОТРАЖЕНИЯ РУДНЫХ МИНЕРАЛОВ

Коэффициент отражения R , как уже указывалось, есть физическая величина, характеризующая отношение интенсивности отраженного света к интенсивности падающего, т. е. для определения R необходимо и достаточно провести два измерения. Методы определения R , в основе которых лежит этот принцип, называются прямыми, а значения R , получаемые при использовании прямых методов, принято называть абсолютными. Однако коэффициент отражения минерала можно определить иначе, используя, например, образец-эталон, для которого тем или иным путем установлены абсолютные значения R . Тогда достаточно измерить интенсивность света, отраженного от эталона $I_{\text{эт}}$, и интенсивность света, отраженного от минерала $I_{\text{м}}$. Расчет R минерала ведется по формуле, которую следует считать идеальной

$$R_{\text{мин}} = \frac{I_{\text{м}} \cdot R_{\text{эт}}}{I_{\text{эт}}} \quad (75)$$

Такого рода измерения принято называть сравнительными. Сравнительные методы также позволяют найти абсолютные значения R . Это следует из уравнения (75), если интенсивность света, отраженного от эталона или минерала, может быть представлена в виде следующих функций:

$$\left. \begin{aligned} I_{\text{м}} &= R_{\text{м}} \cdot \alpha_1 \\ I_{\text{эт}} &= R_{\text{эт}} \cdot \alpha_2 \end{aligned} \right\} \quad (76)$$

где α_1 и α_2 — константы измерительного прибора, причем $\alpha_1 = \alpha_2$. Когда интенсивность света отраженного от минерала, сравнивается с интенсивностью света, отраженного от образца, для которого неизвестны абсолютные значения R , то коэффициент отражения последнего условно принимают за 100%. В этом случае получают относительные значения коэффициента отражения минерала, а измерения R называют относительными.

Интенсивности отраженного света $I_{\text{м}}$ или $I_{\text{эт}}$ могут быть оценены либо в процессе визуальных наблюдений — субъективные методы оценки, либо в процессе измерений, выполняемых посредством фотоприемников, которые преобразуют световую

энергию в электрическую — объективные методы регистрации. Субъективные методы в отличие от объективных не позволяют определить порознь значения I_m и $I_{от}$, что является одним из существенных их недостатков. В рудной микроскопии получили широкое распространение оба метода оценки интенсивностей; по способу определения R до настоящего времени использовались только сравнительные методы.

ИСТОРИЧЕСКОЕ РАЗВИТИЕ МЕТОДОВ ИЗМЕРЕНИЯ R

Начало систематическому исследованию оптических свойств рудных минералов было положено работами Кенигсбергера (Koenigsberger) в 1901—1914 гг. В 1902—1903 гг. он предложил сравнительный метод измерения R с помощью эталонов, а в 1908 г. показал возможность определения оптических свойств анизотропных рудных минералов в отраженном свете с помощью полярископа Савара.

Основные результаты методических и теоретических исследований оптических свойств рудных минералов изложены им в более поздней работе (Koenigsberger, 1914), где он обратил внимание на возможность определения n и k по измерениям R в двух средах с последующими математическими расчетами. Количественные методы измерения R получили дальнейшее развитие благодаря работам Орсея (1927—1935 гг.), Шнейдерхена (1928) и Берека (1931—1937 гг.).

Орсель, создав фотоэлектрический окуляр, разработал тем самым объективный сравнительный метод исследования оптических свойств и получил для некоторых минералов значения R в видимой области спектра, определил их осность и оптический знак (Orsel, 1930). В качестве фотоприемника Орсель использовал фотоэлемент типа SCAD со светочувствительным слоем водородистого калия. Максимум чувствительности этого фотоэлемента приходится на 465—470 нм. В синей и красной частях спектра чувствительность фотокатода снижается более чем на порядок. Из-за низкой чувствительности фотоэлемента автору пришлось использовать мощный источник света (лампа накаливания — 15в, 50а), который достаточно трудно стабилизировать, и усилитель фототока, чтобы иметь возможность проводить измерения в монохроматическом свете. Окуляр Орсея мог быть использован при любом способе освещения полированного шлифа, т. е. с помощью призмы Наше или пластинки Бека. Система Орсея относится к типу однолучевых приборов. Последнее означает, что свет, отраженный от образца, а затем от эталона, проходит одну и ту же оптическую систему и регистрируется одним и тем же фотоприемником. Следовательно, оптическая длина пути остается неизменной при замене образца эталоном и наоборот.

Иной тип микрофотометра был создан Береком. Схематический разрез микрофотометра Берека показан на рис. 14. Световой поток делится на две части светоделительным кубиком W_1 . Одна часть света проходит кубик W_1 , поляризатор P отклоняется светоделительным элементом опак-иллюминатора и направляется через объектив Об на полированный шлиф А. Другая часть света отклоняется светоделительным слоем кубика W_1 , проходит призму R и два николя N_1 и N_2 . N_1 является поляризатором, а N_2 может вращаться относительно оптической оси и выполняет функции анализатора. Угол поворота анализатора N_2 фиксируется по лимбу с точностью $\pm 0,1^\circ$. Таким образом, пара николей N_1 и N_2 используется в качестве оптического аттенуатора с определенным законом ослабления света. Интенсивность света, выходящего из системы $N_1 - N_2$, пропорциональна $\sin^2 \varphi$, где φ — угол поворота N_2 относительно N_1 . Свет, отраженный от объекта А, проходит второй светоделительный кубик W_2 , который отклоняет в окуляр и часть потока, вышедшего из системы $N_1 - N_2$. Интенсивности обоих световых потоков сравниваются в поле зрения окуляра. При наблюдении поверхности шлифа кубик W_2 может выводиться из хода лучей.

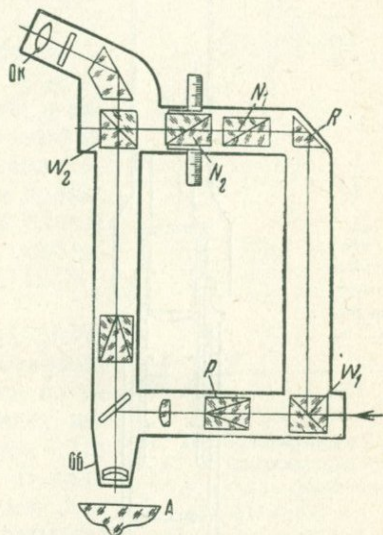


Рис. 14. Оптическая схема микрофотометра Берека:

W_1 и W_2 — светоделительные кубики; Об — объектив; Ок — окуляр; А — объект; P — поляризатор; N_1 и N_2 — николи; R — призма

Микрофотометр Берека относится к двухлучевым приборам, т. е. свет идет по двум каналам. Однако оптические характеристики обоих каналов резко различны, поэтому микрофотометр предназначен для сравнительных измерений. Вначале сравнивают интенсивность света $I_{эт}$, отраженного от эталона с известной величиной R , с интенсивностью света — I_0 , вышедшего из системы $N_1 - N_2$. Вращая николю N_2 , можно добиться равенства интенсивностей обоих потоков путем визуальной оценки — при этом по лимбу определяется угол φ_1 . Затем такая же операция повторяется для образца с неизвестным значением R и определяется угол φ_2 . Зная эти углы, можно определить величину R исследуемого образца. Нетрудно отметить одно принципиальное отличие между окуляром Орсея и микрофотометром Берека. С помощью первого прибора интенсивности световых потоков измеряются поочередно, в то время как второй прибор дает

возможность измерить отношение двух потоков. Здесь второй поток света является как бы опорным, т. е. выполняет роль внутреннего стандарта. Поэтому при условии хорошей юстировки и жесткости всей системы на результатах измерений, выполненных с помощью микрофотометра Берека, в меньшей степени сказываются нестабильность источника света и влияние полировки.

Основным недостатком этого прибора является субъективная оценка равенства интенсивностей, что препятствует получению точных результатов.

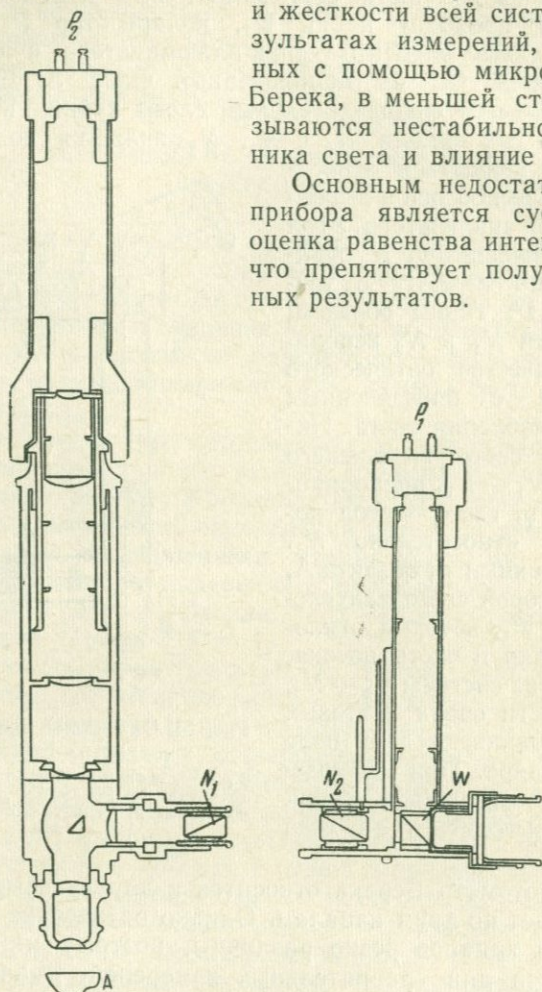


Рис. 15. Установка Мальмквиста для объективных измерений R :

W — светоделительный кубик; N_1 и N_2 — николи; P_1 и P_2 — фотоэлементы; A — исследуемый образец

В 1937 г. Д. Мальмквист несколько модернизировал микрофотометр Берека, приспособив его для объективных измерений (Malmqvist, 1937). Схема его установки показана на рис. 15. В отличие от окуляра Орсея он поставил два фотоэлемента P_1 и P_2 . При этом используется один светоделительный кубик W .

Часть светового потока, отраженная кубиком W , попадает на фотозаэлемент P — это опорный световой поток. Другая часть потока проходит кубик W и систему из двух николей N_2 и N_1 . Фотозаэлементы P_1 и P_2 включены так, что при равенстве обоих потоков фототок в регистрирующей системе отсутствует, так называемый нулевой метод измерений. Вращающийся николь N_2 предназначен для уравнивания интенсивностей. Прибор Мальмквиста также является двухлучевым, но с двумя фотоприемниками.

До 50-х годов описанные приборы не претерпевают сколько-нибудь существенных конструктивных изменений, а затем начинается новый этап в развитии методов и аппаратуры для измерения R , продолжающийся и по настоящее время. Число публикаций, посвященных описанию различных типов установок, особенно резко возрастает в период 1958—1962 гг.

На рис. 16 показана оптическая система микрофотометра Франсона (Franson, 1953) для измерения пропускания, но ее можно использовать, как указывает автор, для измерения отражения. По сравнению с микрофотометром Берека этот прибор обладает некоторыми особенностями. Вместо светоделительного кубика установлена полупрозрачная пластинка m . Призма полного внутреннего отражения в канале сравнения отсутствует, вместо нее используется гибкий светопровод G . Система николей заменена фотометрическими клиньями C . Конструкция прибора стала более простой, но появилась необходимость в градуировке прибора, так как закон ослабления света в канале сравнения, зависящий от ряда факторов, неизвестен. Может быть по этой причине микрофотометр Франсона не получил распространения.

Оригинально решена задача выделения фотометрируемого участка в окуляре Е. Хансена и Л. Эйнарсона (Hansen, Einarson, 1956), показанном на рис. 17. В плоскости промежуточного изображения здесь установлен кубик (W), составленный из двух призм полного внутреннего отражения. На гипотенузную грань одной из призм нанесено отражающее покрытие (показано штрихами), причем в центральной части имеется маленький участок без него — зеркальная диафрагма. Свет, отраженный от образца, проходит этот участок, а затем попадает на фотоприемник (P), перед которым установлена отрицательная линза (L) для более

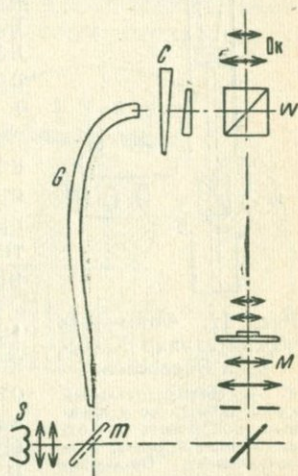


Рис. 16. Оптическая система микрофотометра Франсона для измерения пропускания:

S — источник света; m — светоделительная пластинка; G — светопровод; C — фотометрический клин; W — светоделительный кубик; Ok — окуляр; M — кондeнсор

равномерного освещения светочувствительного слоя. При наблюдении в окуляр (Ок) в поле зрения виден маленький черный кружочек, диаметр и положение которого соответствуют измеряемому участку. В процессе измерений все оптические узлы неподвижны, что повышает точность измерений за счет устранения люфтов, неизбежных при механических перемещениях. Такая система весьма удобна и тем, что позволяет быстро оценить, пригоден ли данный участок для измерений R или нет.

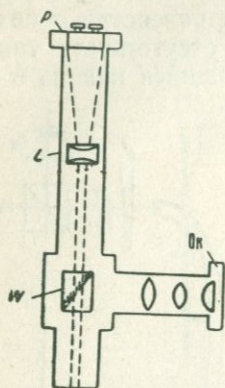


Рис. 17. Фотометрический окуляр Хансена и Эйнарсона:

W — светоделительный кубик с частично удаленным покрытием; Z — отрицательная линза; P — фотозлемент; Ок — окуляр

Окуляр Хансена и Эйнарсона с зеркальной диафрагмой, установленной в плоскости промежуточного изображения, послужил прототипом для создания промышленных типов фотометрических насадок, выпущенных впоследствии многими фирмами.

В 1957 г. А. Хэллимонт (Hallimond, 1957) предложил новый тип фотометрического окуляра для визуальных измерений, отличающийся от микрофотометра Берека наличием дополнительного источника света. Схема его окуляра показана на рис. 18. В плоскости промежуточного изображения А. Хэллимонт установил маленькую приз-

мочку M , одна грань которой наклонена под 45° к оптической оси микроскопа и окуляра ОК. На эту грань нанесено отражающее покрытие. Под углом 90° к оси окуляра расположена дополнительная осветительная система, состоящая из источника S , конденсора Cd и трех поляроидов P_1, P_2 и P_3 . Поляриод P_2 может вращаться, угол поворота его фиксируется по лимбу с нониусом. Такая система ослабляет свет, падающий на скошенную грань M , пропорционально $\sin^4 \varphi$. В поле зрения исследователь видит маленький прямоугольник, освещенность которого меняется в зависимости от угла поворота P_2 . Границей раздела служит острое ребро призмы M . Вращая P_2 , находят такое его положение, когда участок исследуемого минерала и отражающая грань призмы одинаково освещены.

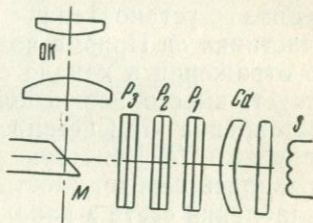


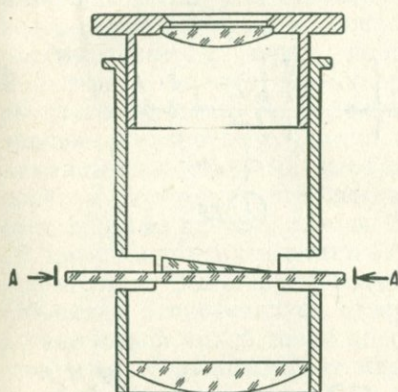
Рис. 18. Фотометрический окуляр Хэллимонта для визуальной оценки R :

S — источник света; Cd — конденсор; P_1, P_2, P_3 — поляриоды; M — отражающая призмочка; Ок — окуляр

Наиболее простым устройством, доступным широкому кругу исследователей, является фотометрический визуальный окуляр ОКФ-1, разработанный в СССР И. С. Волинским (Волинский, 1963). Общий принцип этого прибора был предложен им еще

в 1949 г., но только в 1962 г. ОКФ-1 начал выпускаться промышленностью. Принципиальная схема окуляра И. С. Волинского показана на рис. 19. В фокальной плоскости окуляра помещена стеклянная пластинка А—А с напыленным слоем платины (фотометрический клин) и градуировочной шкалой. Пластинка плавно перемещается по направлению стрелок.

Принцип измерения ясен из рис. 20. Если в поле зрения имеется сросток двух минералов с коэффициентами отражения R_1



Разрез по А-А

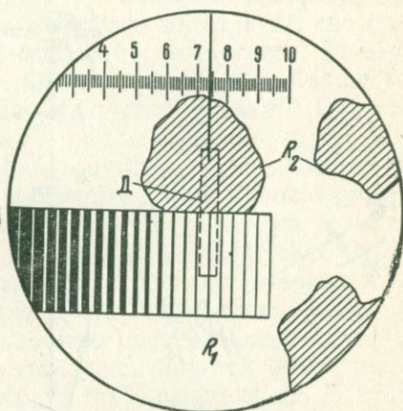
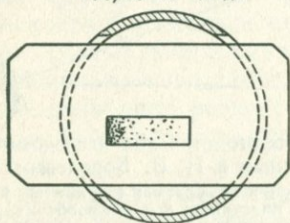


Рис. 19. Принципиальная схема фотометрического окуляра И. С. Волинского:

А—А — стеклянная пластинка с напыленным слоем платины и градуировочной шкалой

Рис. 20. Измерение коэффициентов отражения R_1 и R_2 минералов с помощью фотометрического окуляра Волинского:

Д — диафрагма окуляра

и R_2 , то располагают фотометрический клин так, чтобы его верхний край совпал с границей раздела, а сам клин оказался наложенным на изображение минерала с более высоким R ($R_1 > R_2$). Ограничив поле зрения шторкой с диафрагмой Д, передвигают клин и добиваются равенства освещенностей обоих участков, тогда справедливо равенство $T = \frac{R_2}{R_1}$, где T — пропускание участка клина, соответствующего найденному положению компенсации. Зная абсолютные значения R одного из минералов, можно определить и абсолютные значения R другого. Основным недостатком окуляра заключается в необходимости определения точных значений T при градуировке прибора в условиях измерений, максимально приближенных к рабочим. Только в этом случае систематическая ошибка при определении T близка к нулю. Кроме того, необходимо знать абсолютные значения R

для одного из минералов. При этом обычно используют справочные данные, следовательно, нужно учитывать систематическую ошибку, обусловленную тем, что реальные абсолютные значения R могут отличаться от расчетных.

Существуют и другие типы отечественных микрофотометров для визуального определения R , созданные на базе сравнительной камеры Иностранцева. Описание таких установок можно найти в обзоре С. А. Вахромеева (1948), статье С. М. Смирнова

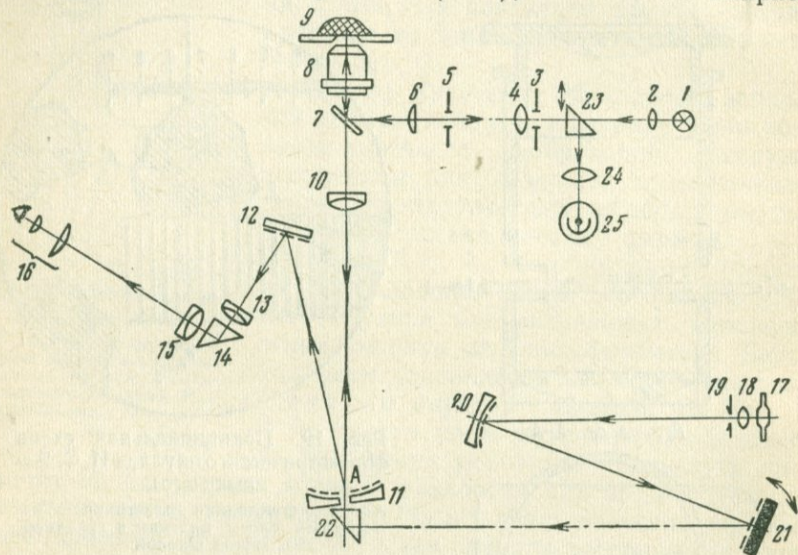


Рис. 21. Оптическая схема микроскопа спектрофотометра для исследования R минералов, разработанная Л. С. Агроскиным и Н. В. Королевым:

1 — лампа накаливания; 2 — коллектор; 3 — апертурная диафрагма; 4 — линза; 5 — левая диафрагма; 6 — линза; 7 — светоделительная пластинка; 8 — микрообъектив; 9 — исследуемый минерал; 10 — тубусная линза; 11 — вогнутое зеркало с удаленным покрытием (А) в центре; 12 — плоское зеркало; 13, 14, 15 — оптическая система визирной трубки; 16 — окуляр; 17 — ртутная лампа; 18 — коллектор; 19 — входная щель монохроматора; 20 — вогнутое зеркало; 21 — дифракционная решетка; 22 — призма; 23 — откидная призма; 24 — линза; 25 — фотоумножитель

(1954), известном руководстве С. А. Юшко (1971) и ряде других работ. Эти приборы не имеют заметных преимуществ (в смысле точности измерений) по сравнению с описанными, в конструктивном же отношении они более сложны.

Появление высокочувствительных фотоприемников-фотоумножителей способствовало интенсивному развитию аппаратуры для объективных измерений R в конце 50-х и начале 60-х годов. Здесь необходимо отметить создание Л. С. Агроскиным и Н. В. Королевым более эффективной оптической системы по сравнению с окуляром Хансена, которая легла в основу фотометрических насадок, выпускаемых отечественной промышленностью. Сходные системы используются и за рубежом. Наряду с принципиальными схемами микроскопов — спектрофотометров

(Агроскин, Королев, 1959) авторы описали устройство микро-спектрофотометра для изучения спектров отражения рудных минералов (Королев, Агроскин, 1959). Оптическая схема прибора показана на рис. 21. Свет от лампы накаливания 1 направляется системой линз 2, 4 и 6 на полупрозрачную пластинку 7. Часть светового потока, отраженная от пластинки, проходит объектив 8 и освещает образец 9. Отраженный от образца свет проходит тот же объектив 8, пластинку 7 и тубусную линзу 10. Микрообъектив 8 и тубусная линза 10 создают изображение поверхности шлифа 9 в плоскости вогнутого зеркала 11, где оно рассматривается через дополнительный микроскоп 13—16. В центре вогнутого алюминированного зеркала с небольшого круглого участка А отражающее покрытие удалено. В поле зрения окуляра этот участок имеет вид «черного» кружочка, накладывающегося на изображение шлифа. Для измерения спектра отражения используют дополнительный монохроматор, состоящий из ртутной лампы 17, вогнутого сферического зеркала 20, дифракционной решетки 21 и призмы 22. Изображение входной щели 19 фокусируется зеркалом 20 в плоскость отверстия А. Объектив 8 проецирует отверстие А на поверхность шлифа 9 в виде малой яркой точки определенного цвета. Монохроматический свет, отраженный от минерала, проецируется объективом и системой линз 6, 4 и 24 на катод фотоумножителя 25. В этом случае призма 23 вводится в ход лучей. Линза 24 изображает в плоскости фотокатода выходной зрачок микрообъектива с тем, чтобы исключить влияние расфокусировки на результаты измерений. Использование такого способа освещения (метод светового зонда) позволяет резко снизить количество рассеянного света, помимо того, что вся система в целом становится более компактной.

Микроспектрофотометр Н. В. Королева и Л. С. Агроскина относится к однолучевым приборам для сравнительных измерений. Измерение R ведется по «точкам», т. е. при определенной длине волны измеряется интенсивность света, отраженного от образца, затем от эталона и т. д. для всех длин волн. Поскольку фотоумножитель обладает различной чувствительностью по спектру, то приходится часто заменять образец эталоном, чтобы уравнение (76) оставалось справедливым. Операция смены образца эталоном в случае измерений R на малых площадках неизменно понижает их точность, помимо непроизводительной траты времени. С этих позиций рассматриваемый прибор не отличается от ранних установок и имеет те же недостатки.

Те же авторы попытались решить задачу, связанную с определением абсолютных значений R эталонов. С этой целью они разработали конструкцию специальной насадки, которая могла устанавливаться в тот же прибор вместо объектива. Схема насадки показана на рис. 22. Тубусная линза направляет монохроматический пучок света на эталон 1, размеры которого должны

быть не менее 4 мм². Эталон укреплен на подвижной рамке и может выводиться из хода лучей. Отраженный от эталона свет падает на неподвижное плоское зеркало 2, отражается от него, затем от эталона 1 и направляется осветительной системой опак-иллюминатора на катод фотоумножителя ФЭУ. Угол падения света на эталон составляет $\approx 15^\circ$. Когда эталон выведен из хода лучей, свет падает на другое зеркало 3. Пластина 4 служит для измерений R в иммерсии, т. е. корпус насадки может быть герметически закрыт. Как видно из схемы, свет дважды отражается от эталона. Расчет ведется по формуле

$$R_{\text{эт}} = \sqrt{\frac{N_1}{N_0}}, \quad (77)$$

где N_0 — величина сигнала при выведенном эталоне, а N_1 — величина сигнала в другом случае. Выражение (77) выполняется лишь при условии равенства оптических характеристик обоих зеркал 2 и 3, кроме того, углы падения света на зеркала 2 и 3 не равны. Все это обуславливает появление систематической ошибки. Сопоставление результатов измерений R , полученных авторами для галенита, с литературными показывает, что первые сильно занижены, особенно в коротковолновой части спектра. Расхождение достигает от 8 до 20% отн.

В 1962 г. Джонс (Jones, 1962) предложил прибор двухлучевого типа на основе микрофотометра Берека. После источ-

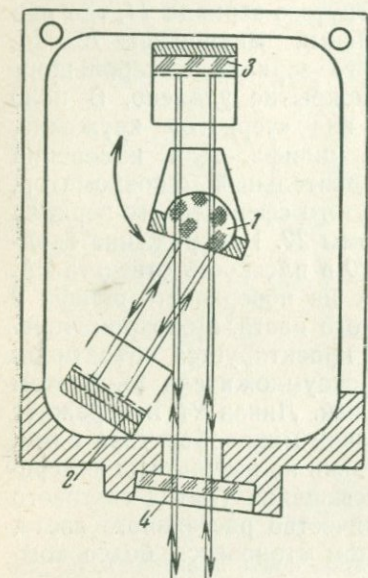


Рис. 22. Схема насадки для измерения абсолютных коэффициентов отражения:

1 — эталон; 2 и 3 — плоские зеркала;
4 — стеклянная пластина для измерения R в иммерсии

ника света он установил поляризатор, вращающийся со скоростью 3000 об/мин. Далее следовал неподвижный поляризатор со сквозным отверстием в центре. Свет, проходящий через это сквозное отверстие, попадал в опак-иллюминатор. Вместо кубика W_1 (см. рис. 14) было установлено плоское зеркало, которое отражало часть светового потока, выходящего из кольцевого поляризатора, в канал сравнения. При вращении общего поляризатора осуществляется синусоидальная модуляция обоих потоков по интенсивности. Направляя оба потока на ФЭУ с помощью кубика W_1 , можно найти такое положение оптического attenuатора, когда переменная составляющая сигнала равна нулю. С этой целью ФЭУ подключают к осциллографу. Появление на экране

электронно-лучевой трубки прямой линии свидетельствует о моменте компенсации, т. е. абсолютные интенсивности световых потоков в обоих каналах равны. Такая система обладает большой чувствительностью и помехоустойчивостью, однако использованные поляризаторы и системы микрофотометра Берека приводит к большим потерям света.

Фундаментальные исследования по изучению и созданию двухлучевых систем были выполнены Роблином. В его работе (Roblin, 1963) разбирается ряд вопросов, связанных с учетом дифракции и рассеянного света, найдены оптимальные соотношения между фотометрируемым участком и размерами зерна, исследовано влияние апертуры объектива на измерение среднего показателя отражения. Роблин рассмотрел также некоторые способы раздвоения пучков света и предложил несколько оптических схем двухлучевых микрофотометров, отличающихся от микрофотометра Берека, хотя классический принцип сравнения освещенностей двух световых полей им был сохранен. Но использование этого принципа затрудняет достижение высокой локальности и обуславливает большие энергетические потери, которые связаны с применением поляризаторов для модулирования световых потоков.

Простейшая система с внутренним стандартом для измерения коэффициентов зеркального отражения при нормальном падении света была разработана советским изобретателем В. Б. Знаменским (авт. свид. № 135256). Она показана на рис. 23. Источник света S установлен в фокальной плоскости линзы L . Параллельный пучок света падает нормально на отражающую поверхность образца. При этом свет проходит полупрозрачную пластинку Π , установленную под углом 45° к оси пучка. Отраженный от образца свет падает на пластинку, которая занимает положение A . Часть света отражается от пластинки и попадает на фотоприемник Φ_1 . При таком положении пластинки регистрируется сигнал, пропорциональный коэффициенту отражения образца. Пластинка Π может вращаться на 90° вокруг оси, перпендикулярной плоскости рисунка, занимая положение B . Тогда на приемник Φ_1 падает часть потока от источника света.

Имея два уравнения

$$\left. \begin{aligned} N_A &= I_0 \cdot I_A \cdot R \\ N_B &= I_0 \cdot I_B \end{aligned} \right\}, \quad (78)$$

можно найти R , если известно отношение $\frac{I_B}{I_A}$, где I_A, I_B — параметры, зависящие от оптической длины пути и оптических характеристик пластинки Π .

$$R = \frac{N_A \cdot I_B}{N_B \cdot I_A}. \quad (79)$$

Это отношение может быть рассчитано и теоретически, но с определенной погрешностью. Более точно его определяют, измеряя в тех же условиях R эталона. Описываемое устройство дает возможность непосредственного измерения отношения интенсивностей двух потоков с помощью двух фотоприемников. Фотоприемник Φ_2 устанавливается симметрично Φ_1 . Тогда в уравнение (79) необходимо ввести дополнительное отношение $\frac{T_1}{T_2}$ (пластинка в положении А), учитывая различие характеристик фотоприемника. Это отношение легко исключается если

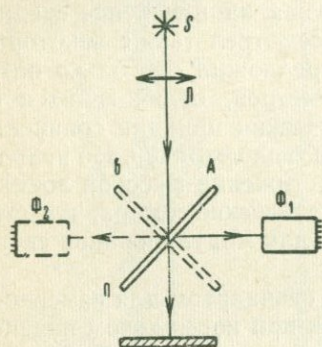


Рис. 23. Устройство В. Б. Знаменского для измерения коэффициентов отражения:

S — источник света; L — линза; P — полупрозрачная пластинка, занимающая положение А или Б (показано пунктиром); Φ_1 и Φ_2 — фотоприемники

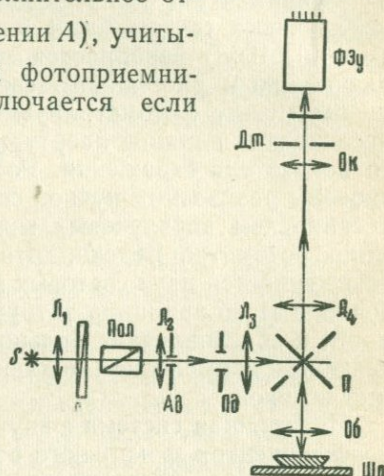


Рис. 24. Принципиальная схема прибора «Яшма» (ВИМС):

S — источник света; L_1, L_2, L_3 — линзы, входящие в оптическую систему опак-иллюминатора; S — фотометрический клин; Pol — поляризатор; Ad — апертурная диафрагма; Pd — полевая диафрагма; Ob — объектив; Shl — полированный шлиф; Ok — окуляр; Dp — точечная диафрагма; $\Phi Э У$ — фотоумножитель

измерения производятся при двух положениях светоделительной пластинки. Такую систему следует отнести к группе приборов двухлучевого типа с двумя фотоприемниками. Она является более простой, чем система Мальмквиста, но, к сожалению, непригодна для локальных измерений R .

Схема В. Б. Знаменского была реализована в приборе «Яшма», созданном в ВИМСе А. Л. Якубовичем и А. А. Ширявцевым на базе рудного микроскопа (рис. 24). Световой поток, отраженный от пластинки P опак-иллюминатора микроскопа, в одном случае проходит через объектив Ob , отражается от поверхности шлифа Shl и попадает на катод $\Phi Э У$; в другом случае пластинка поворачивается на 90° (показано пунктиром), и световой поток, выходящий из осветительной части опак-иллюминатора, минуя объектив, также попадает на $\Phi Э У$. Вследствие энергетической разницы между обоими потоками необходимо вводить синхронно с поворотом пластинки светоослабляющее устройство.

Тогда отношение $\frac{I_B}{I_A}$ будет близким к 1. Обработка полученных измерений становится наиболее простой, если коэффициенты α_1 и α_2 в выражении (76) равны 1. С этой целью в приборе «Яшма» в плоскости апертурной диафрагмы (либо перед поляризатором) установлен светоослабляющий клин С, с помощью которого можно изменять интенсивность светового потока, падающего на образец, в довольно широких пределах. Градуировка прибора производится следующим образом. Вместо образца монтируют эталон с известным значением R . Вращая ослабитель С, добиваются таких показаний N регистрирующего прибора, когда $N_1 = R_{эт}$. Затем поворачивают пластинку и записывают показания отсчетного прибора. Условно можно считать, что мы имеем как бы внутренний стандарт, абсолютные значения R которого равны показаниям прибора

$$\left. \begin{aligned} N_1 &= R_{эт} \\ N_2 &= R_{вн. ст} \end{aligned} \right\} \quad (80)$$

Указанные операции производятся для всех длин волн. В процессе измерений R минерала выполняется обратная операция, т. е. если $N_2 = R_{вн. ст}$, то $N_1 = R$ минерала. При этом необходимо постоянство всех характеристик системы. Между тем пластинка Бека, как следует из принципа работы прибора, является элементом, который неоднократно приходится переключать, а малейшие люфты при ее перемещении могут приводить к значительным колебаниям интенсивности светового потока. В реальных условиях измерений приходится учитывать и ряд других неблагоприятных факторов: утомляемость ФЭУ, дрейф нуля усилителя и т. д., которые отрицательно сказываются на точности получаемых результатов. Эти источники ошибок можно учесть лишь при периодической градуировке прибора по эталону. Однако ряд ошибок, возникающих из-за частой смены образца эталоном, такая система позволяет исключить.

Мы рассмотрели только ряд устройств, предназначенных для объективных методов определения R , обладающих оригинальными оптическими системами и наиболее интересных в конструктивном отношении. Другие установки не имеют принципиально новых решений и отличаются лишь в деталях. К тому же ссылки на работы, где описано подавляющее большинство приборов такого рода, имеются в обзоре автора (Вяльсов, 1969).

Сопоставление приведенных оптических схем позволяет выявить две тенденции в развитии аппаратуры для количественных измерений R . С одной стороны, исследователи стремятся улучшить конструкцию собственно фотометрической насадки, чтобы обеспечить максимальную жесткость всей системы в целом при быстром переходе от визуальных наблюдений к процессу измерений, а для этого положение фотоприемника и изме-

рительной диафрагмы должно быть фиксировано. С другой стороны, дальнейшее усовершенствование ведется по линии создания приборов двухлучевого типа и установок с внутренним стандартом, которые обладают большей помехоустойчивостью по сравнению с однолучевыми. Здесь идут поиски наиболее простых и надежных схем, некоторые из них будут описаны ниже. Хотя конструкторы, занимающиеся разработкой микрофотометров, предназначенных для серийного выпуска, предпочитали первое направление, можно полагать, что в ближайшем будущем появятся образцы приборов, сочетающих в себе совокупность положительных признаков, найденных в результате объединения творческих поисков по обоим направлениям.

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ НАСАДКИ К МИКРОСКОПАМ, ВЫПУСКАЕМЫЕ В СССР И ЗА РУБЕЖОМ

В СССР серийно выпускались только два прибора: ФМЭ (фирма ЛОМО, Ленинград) и ПООС (завод «Геологоразведка», Ленинград). Оба прибора относятся к однолучевым фотометрам для сравнительных измерений. Оптическая схема фотометрической насадки ФМЭ (один из первых выпусков) показана на рис. 25.

Осветительные линзы 1 и 2 проектируют изображение объекта, даваемое объективом, на вогнутое зеркало 3. В центральной части этого зеркала имеется маленький участок диаметром 0,5 мм без отражающего покрытия. Сквозь этот участок проходит узкий пучок света, который через отрицательную линзу 7 направляется на катод ФЭУ-8. Поверхность зеркала 3 рассматривается через дополнительный микроскоп, состоящий из объектива 5 и окуляра 6. Между зеркалом 3 и объективом 5 имеется плоское зеркало 4. Для измерения дисперсии R предусмотрен комплект интерференционных фильтров, которые поочередно могут быть установлены между зеркалом 3 и линзой 7 (позиция 9). Ширина пропускания фильтра составляет 10—15 нм. Спектральный диапазон измерений R , зависящий от источника света, чувствительности ФЭУ, линейности и т. д., составляет для ФМЭ 470—640 нм. В регистрирующей системе был применен усилитель постоянного тока с выходом на микроамперметр М-24. Насадка ФМЭ предназначена только для сравнительных измерений. По паспортным данным прибор обеспечивает воспроизводимость измерений $+2\%$ отн., но практически для ФМЭ эту цифру нужно примерно вдвое завясить. Явно не удовлетворяет требованиям исследователей регистрирующая часть ФМЭ. Микроамперметр М-24 является прибором класса 1,5, имеющим грубую шкалу, снимать отсчеты с нее затруднительно и очевидно, что ожидать большой точности измерений не приходится.

В последние годы фирма ЛОМО перешла к выпуску фотометрической насадки ФМЭП. В насадке ФМЭП установлены три

сменные зеркальные диафрагмы, т. е. имеется возможность менять диаметр фотометрируемого участка без смены объектива. Для питания ФЭУ применен улучшенный высоковольтный стабилизатор, с помощью которого можно регулировать напряжение на ФЭУ с большой точностью и в широких пределах. Усиление фототока осуществляется с помощью усилителя постоянного тока с меньшим дрейфом нуля, предусмотрено использование мало-

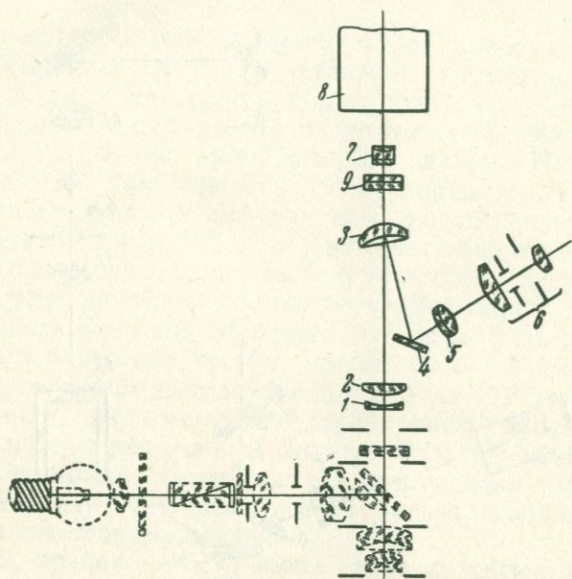


Рис. 25. Оптическая схема насадки ФМЭ:
 1 и 2 — тубусные линзы; 3 — алюминированное зеркало с частично удаленным отражающим слоем (зеркальная диафрагма); 4 — плоское зеркало; 5 — объектив насадки; 6 — окуляр; 7 — рассеивающая линза; 8 — фотоумножитель; 9 — интерференционный светофильтр

габаритного цифрового вольтметра. Значительно расширен набор интерференционных фильтров. Использование интерференционных фильтров для получения монохроматического излучения несомненно упрощает конструкцию насадки, но при этом возникают определенные затруднения при изучении спектров сложной формы. Увеличение же числа фильтров хотя и позволяет расширить спектральный диапазон, но одновременно приводит к необходимости частой замены образца эталоном, что не всегда возможно, особенно при измерениях R в иммерсии.

В 1964 г. во ВСЕГЕИ была разработана микрофотометрическая насадка ПООС-1 (авторы разработки В. Е. Клейнбок и Г. Н. Бурэ) по схеме, предложенной Н. В. Королевым. С 1966 г. насадка ПООС-1 серийно изготавливается ленинградским заводом «Геологоразведка».

Прибор ПООС-1 отличается от ФМЭ наличием малогабаритного монохроматора с дифракционной решеткой. Описание его приведено в работе Г. Н. Бурэ, Клейнбока В. Е. (1965). Оптическая схема ПООС-1 показана на рис. 26. Линзы 1, 2 и 3 проектируют изображение объекта на поверхность вогнутого зеркала 6, играющего роль зеркальной диафрагмы. Таким образом, этот узел идентичен для обоих приборов.

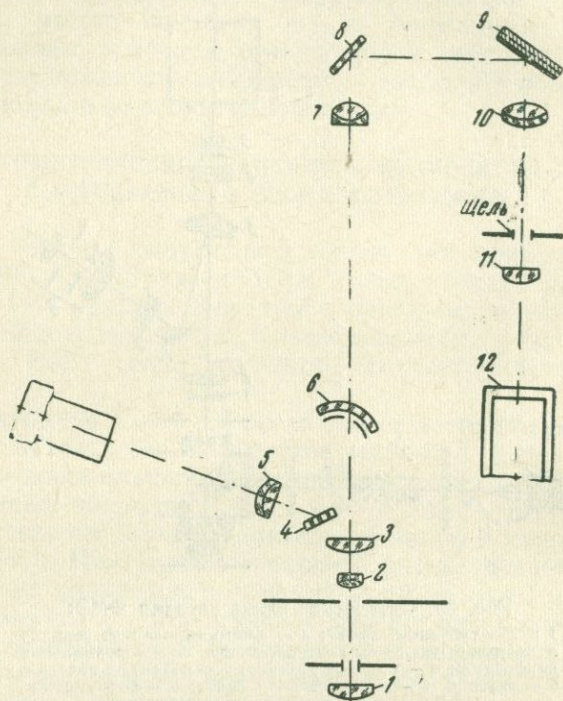


Рис. 26. Оптическая схема насадки ПООС-1:

1, 2 и 3 — линзы микроскопа; 4 — плоское зеркало; 5 — объектив зрительного тубуса; 6 — зеркальная диафрагма; 7 и 10 — объективы монохроматора; 8 — плоское зеркало; 9 — дифракционная решетка; 11 — рассеивающая линза; 12 — фотоумножитель

Свет, прошедший через отверстие зеркальной диафрагмы, при помощи объектива 7 и плоского зеркала 8 направляется на дифракционную решетку 9 и разлагается ею в спектр. Дифрагированный свет объективом 10 собирается в плоскости щели. Выходящий из щели монохроматический свет проходит линзу 11 и попадает на фотокатод ФЭУ-12. При ширине щели 0,3 мм спектральная чистота излучения, падающего на ФЭУ, равна 8 нм. В паспортных данных указывается, что спектральный диапазон измерений составляет 400—700 нм, однако, практически в красной части спектра чувствительность прибора падает. Выход

ФЭУ в приборе ПООС-1 связан непосредственно с зеркальным гальванометром М-17/9. У насадки ПООС-1 стабильность в целом несколько выше, чем у ФМЭ. Предусмотрена возможность менять напряжение на ФЭУ и лампе накаливания. Шкала гальванометра позволяет более точно брать отсчет. Все это делает прибор более мобильным.

В порядке сопоставления рассмотрим приборы, выпускаемые за рубежом.

Фирма «Лейтц» (ФРГ) изготавливает приборы двух типов. Первый — насадка МРЕ представляет усовершенствованный окуляр Хансена и Эйнарсона, т. е. отличается от ФМЭ тем, что вместо зеркальной диафрагмы используется призма со светоделительным покрытием, часть которого удалена. Насадка МРЕ устанавливается на микроскопе «Ортолюкс». В комплекте насадки имеются четыре сменных узла, дающих дополнительное увеличение 1,7; 2,8; 5; 10. Установив на выбор любой из этих узлов и используя объективы, прилагаемые к микроскопу, можно фотометрировать участки зерен диаметром от 3 мк до 400 мк. Однако переход от одного диаметра фотометрируемой поверхности к другому требует смены либо объектива, либо узла насадки, что не всегда удобно. Насадка МРЕ предназначена в основном, для измерения R углей, поэтому в ней смонтирован один интерференционный фильтр. Фильтры можно менять, но для этого нужно каждый раз снимать насадку с микроскопа, поэтому насадку МРЕ практически нельзя использовать для измерения спектров отражения.

Второй прибор — МРV имеет другую оптическую схему (рис. 27).

Сменные оптические системы 2 создают изображение объекта в плоскости измерительной диафрагмы 3. В процессе измерений диафрагма не видна. При выборе нужного участка включается дополнительный осветитель 4 и изображение диафрагмы 3 рассматривается через окуляр 1. С этой целью между диафрагмой и оптической системой 2 установлены полупрозрачная пластинка (под 45° к оси микроскопа) и призма. В качестве измерительной диафрагмы 3 может быть использована круглая диафрагма постоянного размера, присовая диафрагма или щелевая, соотношение сторон которой может меняться. Изображение измерительной диафрагмы слабо освещено, поэтому можно наблюдать строение всего исследуемого участка — это особенно важно, когда фотометрируется достаточно протяженная поверхность. Оптическая система МРV позволяет очень плавно изменять размер и форму фотометрируемой поверхности, что, несомненно, удобно и значительно расширяет возможности исследования.

Диспергирующим элементом в МРV служит непрерывный интерференционный фильтр 5 в виде узкой пластинки, перемещающую, можно плавно изменять длину волны света,

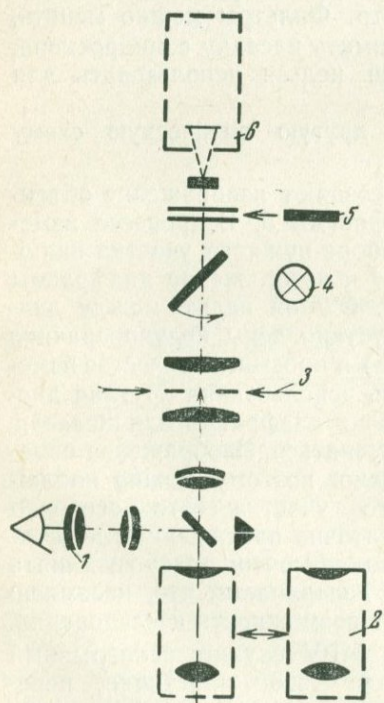
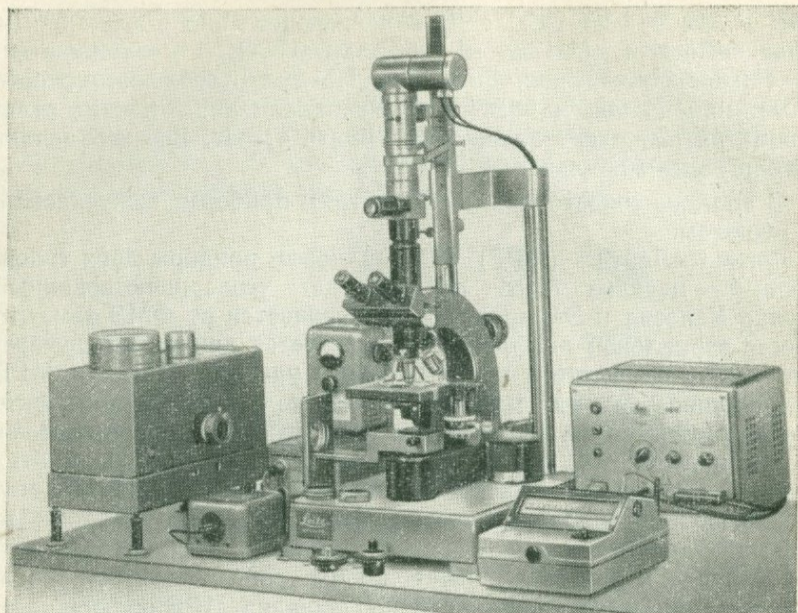


Рис. 27. Внешний вид и оптическая схема насадки МРV (первый выпуск) фирмы «Лейтц» (ФРГ):

1 — окуляр; 2 — сменные оптические системы; 3 — измерительная диафрагма; 4 — дополнительный источник для освещения диафрагмы; 5 — интерференционный полосовой фильтр; 6 — фотоумножитель

падающего на фотокатод ФЭУ-6. Сигнал с ФЭУ усиливается усилителем постоянного тока и регистрируется гальванометром со шкалой на 150 делений. В последних моделях устанавливается регистрирующее устройство с цифровым отсчетом. Спектральный диапазон измерений R : 440—680 нм. Спектральная чистота излучения лежит в пределах от 10 нм до 25 нм. К прибору МРУ может быть также приспособлен серийный монохроматор, выпускаемый той же фирмой.

Фирмой «Рейхерт» (Австрия) выпущена фотометрическая насадка (рис. 28) «микрофотометр Рейхерт», отличающаяся своеобразной оптической системой, показанной на рис. 29. Объектив 1 создает промежуточное изображение объекта P в плоскости P' . Линзы 2 и 3 переносят изображение P' в плоскость M (P'') линзы 4. Плоская поверхность M линзы 4 покрыта слоем алюминия, за исключением ее центральной части. Отразившись от поверхности M , свет проходит линзу 3 и отражается от пластинки 5, установленной под 45° к оси микроскопа. Линзы 4, 3 и 6 переносят изображение P'' в плоскость P''' , где оно наблюдается с помощью окуляра 7. В насадке фирмы «Рейхерт» имеется 9 сменных зеркальных диафрагм. Каждая из этих диафрагм может устанавливаться в позицию M (рис. 29) вблизи плоской поверхности линзы 4, лишенной зеркального напыления. Смена диафрагм происходит при вращении специального маховичка. Наличие сменных диафрагм позволяет в широких пределах менять размеры фотометрируемых участков без смены объектива. После зеркальной диафрагмы установлен непрерывный интерференционный фильтр 15. Система линз 8, 9 и зеркал 10, 11 проектирует изображение выходного зрачка A на фотокатод ФЭУ-12. Выход ФЭУ подключен к усилителю постоянного тока 13. Отсчетное устройство — микроамперметр 14 или цифровой вольтметр. Насадка фирмы «Рейхерт» может быть установлена на микроскопы типа «Zetopan», а также и на микроскоп МЕФ, в комплект которого входит высокотемпературная приставка.

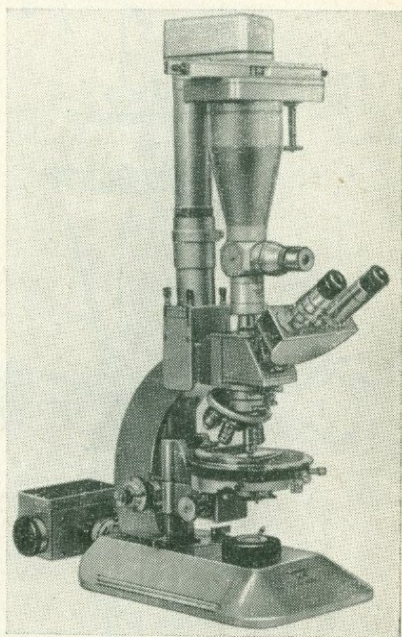


Рис. 28. Внешний вид микрофотометра фирмы «Рейхерт»

Микрофотометр EEL фирмы «Виккерс» (Англия) интересен тем, что выход ФЭУ связан с четырехдекадным цифровым вольтметром. Прибор имеет восемь диапазонов чувствительности со ступенчатым переключением. Усилитель постоянного тока выполнен на твердой интегральной схеме, что обеспечивает продолжи-

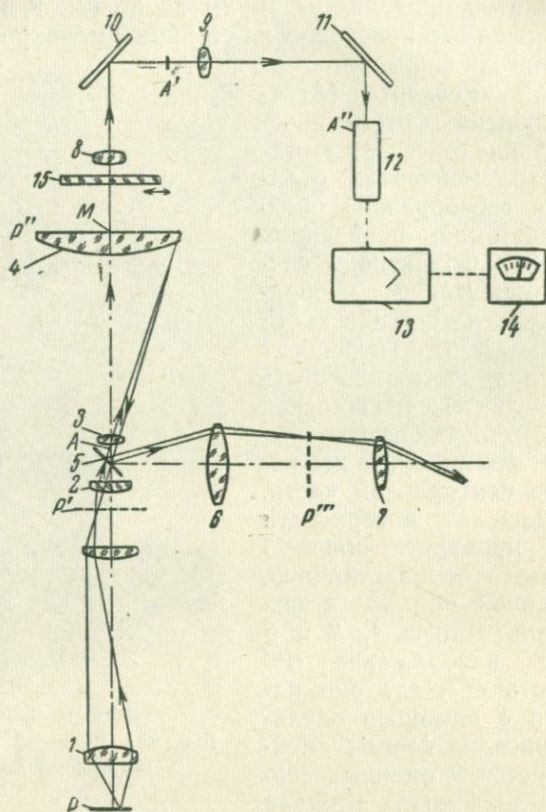


Рис. 29. Оптическая схема микрофотометра, выпускаемого фирмой «Рейхерт» (Австрия):

1 — объектив; 2, 3, 6 и 7 — линзы зрительного тубуса; 4 — плосковыпуклая линза, установленная вблизи зеркальной диафрагмы; М, P', P'', P''' — промежуточные изображения объекта P; 5 — полупрозрачная пластинка; 8 и 9 — линзы; 10 и 11 — плоское зеркало; 12 — фотоумножитель; 13 — усилитель; 14 — регистрирующая система; A, A', A'' — изображения выходного зрачка

тельную стабильность. Прибор EEL помимо сравнительных измерений R позволяет определять и микротвердость рудных минералов.

Одним из наилучших приборов, выпускаемых за рубежом, является микроскоп-фотометр MPM фирмы «Opton» (ФРГ). Условный разрез прибора показан на рис. 30. Свет от лампы накаливания 25 модулируется вращающимся обтюратором 23

с частотой 100 Гц. Вращение обтюратора осуществляется синхронным двигателем 26. Опорный сигнал той же частоты, необходимый для синхронного детектирования, снимается с добавочного фотосопротивления 28, освещаемого миниатюрной лампочкой. Вблизи апертурной диафрагмы 4 установлен непрерывный интерференционный фильтр 5. Монохроматический свет падает

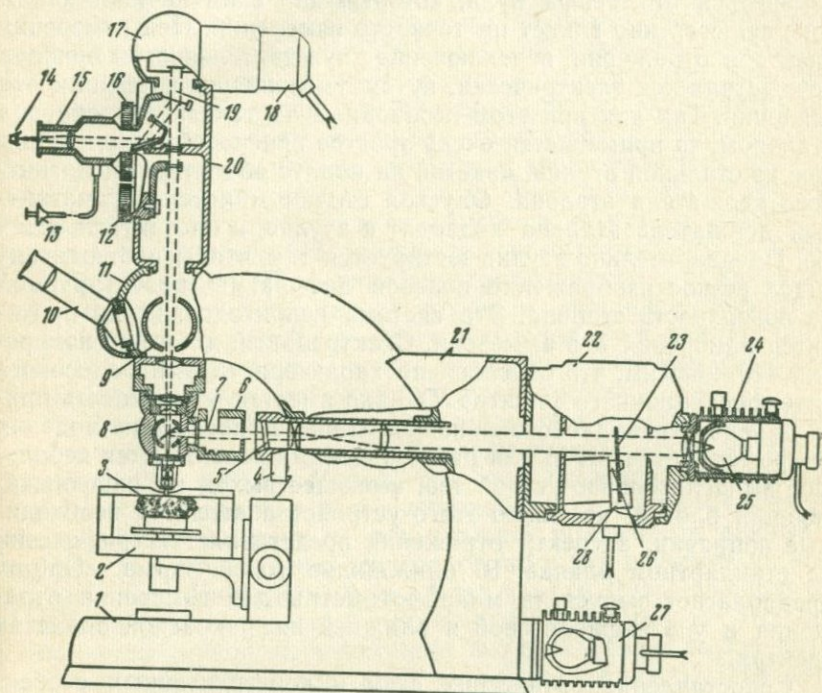


Рис. 30. Оптическая схема микрофотометра МРМ (первый выпуск) фирмы «Оптон» (ФРГ):

1 — корпус микроскопа; 2 — предметный столик; 3 — аншлиф; 4 — апертурная диафрагма; 5 — интерференционный полосовой фильтр; 6 — сменные полевые диафрагмы; 7 — поляризатор; 8 — головка опак-иллюминатора с полупрозрачной пластинкой; 9 — сменная оптическая система; 10 — окуляр; 11 — тубусная головка; 12 — узел сменных проекционных линз; 13 — тросик; 14 — глаз наблюдателя; 15 — окуляр; 16 — узел сменных зеркальных диафрагм; 17 и 18 — фотоумножитель в корпусе; 19 — зеркальная диафрагма; 20 — фотометрическая головка; 21 — осветительный блок; 22 — модулятор; 23 — вращающийся диск с прорезями; 24 — корпус осветителя; 25 — лампа накаливания; 26 — синхронный двигатель; 27 — источник света для работы в проходящем свете; 28 — фотосопротивление для синхронного детектирования

на точечную полевую диафрагму, изображение которой проектируется объективом в плоскость шлифа. В МРМ имеется несколько полевых диафрагм, укрепленных во вращающемся держателе 6. Комбинация сменных проекционных линз 12 и нескольких зеркальных диафрагм 19 дает возможность изменить диаметр фотометрируемого участка без смены объектива. При обычных визуальных наблюдениях используются окуляр 10 и система 9.

Для выбора и установки нужного участка служит окуляр 15 фотометрической головки 20. Свет, выходящий из зеркальной диафрагмы, попадает на катод ФЭУ-17. Сигнал ФЭУ усиливается усилителем переменного тока, выпрямляется и подается на регистрирующий прибор или самописец. Применение модуляции и синхронного детектирования позволяет сравнительно просто избавиться от дрейфа нуля, который для схем на постоянном токе существенно влияет на точность измерений. При измерении спектров отражения переключение чувствительности прибора осуществляется электрически, путем уменьшения коэффициента усиления. Так как при этом необходима частая замена образца эталоном, то применяется очень простое приспособление, состоящее из стальной втулки, надетой на корпус объектива, и магнитного держателя эталона. Опуская столик микроскопа, магнитный держатель эталона подводят к втулке, и он притягивается ею. Предварительно втулка юстируется так, чтобы наблюдатель видел резкое изображение полевой диафрагмы, проектируемой на поверхность эталона. Эта система непригодна, когда проводятся измерения R в иммерсии. Спектральный диапазон измерений 440 ÷ 680 нм, что обусловлено характеристиками полосового интерференционного фильтра. Однако имеется возможность присоединения специального монохроматора. В последних моделях микрофотометра МРМ для расчета данных используется небольшое вычислительное устройство, имеющее выход на цифropечатающий блок. С помощью этого устройства вводятся необходимые поправки, а спектр отражения представляется графически на стандартном бланке. В ближайшие годы фирма «Opton» предполагает выпускать микрофотометры для измерения отражения в ультрафиолетовой и ближней инфракрасной областях спектра.

Сопоставление оптических схем и конструктивных особенностей приборов, перечисленных выше, позволяет выделить у них некоторые общие черты.

1. Все микрофотометры выполнены по однолучевой схеме и предназначены только для сравнительных измерений R при помощи эталонов.

2. Фотометрический узел изготовлен в виде отдельной насадки, которая может быть установлена на различные типы микроскопов.

3. Фотометрируемый участок выделяется при помощи зеркальной, ирисовой или щелевой диафрагмы, установленной в плоскости промежуточного изображения микрообъекта, что позволяет визуально контролировать положение исследуемого зерна без каких-либо перемещений оптических элементов.

4. В качестве диспергирующих элементов используются интерференционные фильтры или малогабаритные монохроматоры, которые в большинстве приборов устанавливаются за измерительными диафрагмами.

5. Для перехода к визуальному наблюдению объекта в белом свете необходима перенастройка приборов, поскольку в микрофотометрах устанавливается один источник света.

Перейдем к рассмотрению отдельных недостатков выпускаемых приборов, которые существенно влияют на производительность и точность измерений R .

1. Как уже указывалось, микрофотометры выполнены по однолучевой схеме, а во всех однолучевых системах предъявляются повышенные требования к ФЭУ и ко всей приемно-усилительной части. Практически у ФЭУ должны отсутствовать заметные флуктуации темного тока и остальных шумов; при длительной работе фотокатод ФЭУ не должен утомляться, а главное, должны быть неизменными его линейные характеристики как при измерении режима питания, так и за время длительной эксплуатации. Однако характеристики меняются не только у ФЭУ, но и у лампы накаливания, усилителя, регистрирующего устройства. Поэтому все современные спектрофотометры для измерения абсорбции основаны на двухлучевом принципе измерения, а в однолучевых приборах широко используются компенсационные методы измерения, чтобы исключить ошибки, связанные с нестабильностью приемно-усилительной части.

2. Все типы микрофотометров позволяют определять R минералов лишь для отдельных длин волн в очень узком интервале спектра 420—680 нм. Между тем надо исследовать оптические свойства минералов в более широком спектральном диапазоне, тогда станет возможным использовать полученные данные не только для диагностики минералов, но и для изучения их электронного строения хотя бы в общих чертах. Разрешающая способность микрофотометров по спектру ($10 \div 20$ нм) для этой цели явно мала (приборы, в комплект которых входит набор интерференционных фильтров, этой задачи не решают). При такой спектральной чистоте излучения слабые максимумы отражения и другие особенности спектров отражения легко могут быть пропущены, не говоря уже об исследовании смещений максимумов в зависимости от поляризации.

Что же препятствует проведению методических исследований на более высоком уровне? Здесь можно указать на несколько причин.

Во-первых, в рудной микроскопии пока не осознана важность постановки методических работ такого рода. Во-вторых, немаловажным обстоятельством является отсутствие эталонов, для которых были бы известны абсолютные значения R за пределами видимой области. Ведь однолучевые микрофотометры предназначены только для сравнительных измерений. Поэтому технические возможности таких приборов реализуются в полной мере лишь в том случае, когда в комплект прибора входит набор аттестованных эталонов. В-третьих, чувствительность ФЭУ, установленных в микрофотометрах, меняется по спектру в десятки раз.

Распределение энергии лампы накаливания по спектру также нелинейно. В зависимости от длины волны меняются коэффициенты пропускания и отражения оптических деталей. Из этого ясно назначение эталонов. Поэтому проведение измерений R при большем числе длин волн неизбежно влечет за собой необходимость столь же частой смены образца эталоном, если оставить оптические схемы и способы регистрации существующих микрофотометров без изменений. Разумеется, что применение магнитного держателя эталона (прибор МРМ) или особого мостика с подвижной планкой (прибор ПООС-1) несколько упрощает операцию смены образца эталоном, но не исключает механического перемещения столика микроскопа, на котором установлен исследуемый образец. Между тем для повышения точности измерений R желательно, чтобы в процессе фотометрирования образец оставался неподвижным. Роль этого фактора особенно возрастает при измерениях R в иммерсии, поэтому в литературе данные по R минералов в иммерсии практически отсутствуют. Процесс измерения R на современных приборах отнимает слишком много времени. Это связано с перенастройкой регистрирующей системы при переходе от одной длины волны к другой, а также с необходимостью замены образца эталоном. В среднем на измерение R одного минерала для десяти длин волн нужно затратить около 20—30 мин, а то и более, в зависимости от типа прибора. Столь низкая производительность, естественно, препятствует получению статистической информации для разноориентированных сечений анизотропных минералов и затрудняет более детальное изучение формы спектров отражения.

Таким образом, со всей очевидностью возникает вопрос о необходимости автоматизации измерений R и разработке регистрирующих микроспектрофотометров. При этом желательно получение таких данных, математическая обработка которых сводилась бы к минимуму. Из этого краткого рассмотрения некоторых недостатков видно, что технические характеристики существующей аппаратуры не обеспечивают получения такой информации об оптических свойствах минералов, уровень которой мог бы быть сопоставлен с возможностями теоретических обобщений.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ВНУТРЕННЕГО СТАНДАРТА ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ R

Сопоставим оптические схемы opak-иллюминаторов рудных микроскопов, показанные на рис. 8, 21, 25. Если в качестве светоделительного элемента opak-иллюминатора в них применяется пластинка Бека, то для всех приборов характерна следующая особенность: эффективно используется лишь та часть светового потока, которая отражается от пластинки. Другая часть потока проходит пластинку и поглощается внутренней стенкой opak-иллюминатора. Вот этот световой поток автор и

решил использовать для создания внутреннего стандарта (Круглов и др., 1967), (Вяльсов, 1969, 1970, 1973).

Рассмотрим рис. 31. Линза L_1 — последняя линза осветительной системы. Световой поток, выходящий из линзы L_1 , падает на полупрозрачную пластинку Π , установленную под 45° к оси микроскопа. Отражаясь от пластинки, свет объективом $Об_1$ направляется на полированный шлиф — Шл. Далее свет, отраженный зеркальной поверхностью минерала, проходит тот же объектив $Об_1$, пластинку Π и линзой L_2 направляется в собственно фотометрическую насадку любой конструкции. Установим дополнительный объектив $Об_2$, идентичный по своим характеристикам объективу $Об_1$, симметрично относительно пластинки Π , т. е. оптическая ось объектива $Об_2$ должна быть перпендикулярна к оси объектива $Об_1$ и совпадать с оптической осью осветительной системы. В фокальной плоскости объектива $Об_2$ (длина тубуса ∞) расположено плоское зеркало $З$. Это может быть стекло, алмаз, алюминированное зеркало или отполированная пластинка кремния, карборунда и т. п. Зеркало укреплено во втулке, которая (на рисунке она не показана) насаживается на корпус объектива и может перемещаться с целью фокусировки. Таким образом, свет, прошедший пластинку Π , попадает в объектив $Об_2$ и направляется последним на зеркало $З$. Отразившись от зеркала $З$, свет проходит объектив $Об_2$, и, отразившись от пластинки Π , линзой L_2 направляется в фотометрическую насадку. Оптическую ветвь, образованную объективом $Об_2$ и зеркалом $З$, будем называть сравнительной ветвью, а ветвь, состоящую из объектива $Об_1$ и шлифа Шл., — рабочей ветвью*. Для того чтобы иметь возможность поочередно сравнить интенсивности световых потоков, выходящих из этих ветвей, установим непрозрачную корытообразную шторку Ш так, чтобы ось вращения ее совпадала с осью вращения пластинки Π , т. е. эта ось перпендикулярна плоскости рисунка. Шторка Ш может занимать два фиксированных положения: $Ш_A$ и $Ш_B$. Если шторка находится в положении А, то она перекрывает световой поток, идущий в ветвь сравнения. Повернув шторку на 90° в положение В

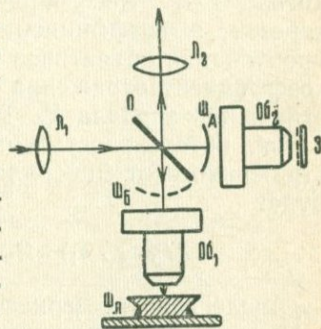


Рис. 31. Устройство опак-иллюминатора рудного микроскопа с внутренним стандартом:

L_1 — линза опак-иллюминатора; Π — полупрозрачная пластинка; $Об_1$ и $Об_2$ — объективы с идентичными оптическими характеристиками; $З$ — зеркало, используемое в качестве внутреннего стандарта; Ш — вращающаяся шторка, устанавливаемая в положение А и В; Шл — полированный шлиф

от зеркала $З$, свет проходит объектив $Об_2$, и, отразившись от пластинки Π , линзой L_2 направляется в фотометрическую насадку. Оптическую ветвь, образованную объективом $Об_2$ и зеркалом $З$, будем называть сравнительной ветвью, а ветвь, состоящую из объектива $Об_1$ и шлифа Шл., — рабочей ветвью*. Для того чтобы иметь возможность поочередно сравнить интенсивности световых потоков, выходящих из этих ветвей, установим непрозрачную корытообразную шторку Ш так, чтобы ось вращения ее совпадала с осью вращения пластинки Π , т. е. эта ось перпендикулярна плоскости рисунка. Шторка Ш может занимать два фиксированных положения: $Ш_A$ и $Ш_B$. Если шторка находится в положении А, то она перекрывает световой поток, идущий в ветвь сравнения. Повернув шторку на 90° в положение В

* В дальнейшем будут использоваться и такие термины, как канал сравнения и рабочий канал.

(показано пунктиром), мы тем самым перекроем световой поток, попадающий в рабочую ветвь.

Сравним оптические характеристики обеих ветвей. Во-первых, отметим, что объективы Об₁ и Об₂ расположены симметрично относительно пластинки П. Следовательно, параметры l_1 и l_2 (78) будут равны для обеих ветвей, если оптические характеристики обоих объективов идентичны, а пластинка П не имеет напыления.

Пусть из линзы Л₁ выходит световой поток, интенсивность которого I_0 . Коэффициент отражения пластинки обозначим через r , а коэффициент пропускания через T . Коэффициенты пропускания объективов Об₁ и Об₂ будут соответственно τ_1 и τ_2 ; коэффициент отражения минерала в шлифе R_M и коэффициент отражения зеркала R_3 . Тогда в рабочей ветви на шлиф падает поток, интенсивность которого равна $I_0 \cdot r \cdot \tau_1$; интенсивность же отраженного от минерала потока после прохождения пластинки будет

$$(I_0 \cdot r \cdot \tau_1) \cdot R_M \cdot \tau_1 \cdot T = I_0 \cdot r \cdot R_M \cdot \tau_1^2 \cdot T. \quad (81)$$

Аналогично на зеркало в сравнительной ветви падает световой поток, интенсивность которого равна $I_0 \cdot T \cdot \tau_2$. При обратном ходе лучей имеем

$$(I_0 \cdot T \cdot \tau_2) \cdot R_3 \cdot \tau_2 \cdot r = I_0 \cdot r \cdot R_3 \cdot \tau_2^2 \cdot T. \quad (82)$$

Будем считать, что если пластинка лишена напыления и отполирована с двух сторон одинаково хорошо, то коэффициенты отражения обеих сторон ее будут равны. Отношение интенсивностей обоих потоков в плоскости перед линзой Л₂ соответствует величине

$$\frac{I_0 \cdot r \cdot R_M \cdot \tau_1^2 \cdot T}{I_0 \cdot r \cdot R_3 \cdot \tau_2^2 \cdot T} = \frac{R_M \cdot \tau_1^2}{R_3 \cdot \tau_2^2}. \quad (83)$$

Предположим, что оптические характеристики минерала и зеркала одинаковы, т. е. $R_M = R_3$. В этом случае отношение (83) зависит лишь от $\left(\frac{\tau_1^2}{\tau_2^2}\right)$, т. е. от идентичности обоих объективов. В том случае, когда используются объективы одного и того же типа $\left(\frac{\tau_1^2}{\tau_2^2}\right)$ будет величиной, наиболее близкой к 1.

Из схемы видно, что оптические параметры осветительной системы и фотометрической насадки будут идентичны для обеих ветвей, поэтому в расчеты их можно не включать.

Так как пластинка без напыления отражает мало света, то предпочитают наносить на одну из сторон пластинки отражаю-

шее покрытие*. Тогда в уравнение (83) необходимо ввести дополнительный коэффициент, учитывающий влияние этого покрытия.

Принцип измерений с этим устройством достаточно прост. Вместо минерала в рабочую ветвь устанавливают эталон с известными значениями R . Шторка находится при этом в положении А (см. рис. 31). Измеряют интенсивность светового потока, отраженного от эталона. Поворачивают шторку в положение Б. Пусть истинный коэффициент отражения зеркала Z равен R_3 , фактически измерения дадут другую величину R'_3 . Нетрудно вывести, что

$$R'_3 = R_3 \cdot \frac{\tau_2^2}{\tau_1^2} \quad (84)$$

Таким образом, мы имеем в приборе внутренний стандарт с эффективным коэффициентом отражения R'_3 . Пластика II в процессе измерений неподвижна. Вращается лишь шторка, но она оптически пассивный элемент и не влияет на точность измерений. Это одно из положительных качеств устройства. Другим является равенство параметров l_1 и l_2 обеих ветвей, геометрия световых пучков в обеих ветвях одна и та же. Кроме того, в системе, показанной на рис. 31, на зеркальную диафрагму фотометрической насадки одинаково резко проектируется изображение полевой диафрагмы вне зависимости от того, с какой ветвью мы работаем; причем диаметр полевой диафрагмы один и тот же, так как оба объектива дают одинаковое увеличение. Поэтому и количество рассеянного света** будет для обеих ветвей постоянным.

Описываемая система позволяет также осуществить принцип измерений R по двухлучевому методу. Рассмотрим несколько вариантов таких схем. Между каждым объективом (4, 8) и пластиной 2 устанавливают поляризаторы 3 и 6, направления колебаний, пропускаемых ими, взаимно перпендикулярны (рис. 32, а). За поляризатором 6 следует поляризатор 7, который может вращаться вокруг оптической оси. Далее за объективом 8 установлено плоское зеркало (внутренний стандарт) 9. В рабочей ветви после объектива 4 установлен шлиф минерала 5. В осветительной части оптика расположена вращающийся поляризатор 1. Система поляризаторов 6—7 является оптическим аттенуатором, а с помощью поляризатора 1 осуществляется модуляция обоих потоков. Как видим, эта система эквивалентна

* Вместо пластины с покрытием можно использовать светоделительный ромб или алюминированную с двух сторон клиновидную пластинку, которая перекрывает половину зрачка объектива. Эти элементы дают возможность избавиться от такого фактора, как двоение изображения полевой диафрагмы, и значительно увеличивают коэффициент использования светового потока.

** Отражение света от поверхности шторки пренебрежимо мало, если она зачернена, т. е. учитывается свет, рассеянный линзами объективов.

микрофотометру Джонса и устройству Роблина, хотя проще в конструктивном отношении. Потери света при этом относительно велики, так как для уменьшения габаритов устройства необходимо использовать поляроиды, а последние имеют более низкий коэффициент пропускания, чем поляризационные призмы. Кроме того, описанная система позволяет проводить измерения R только при параллельных николях, т. е. коэффициент \bar{R} для анизотропных минералов определить нельзя.

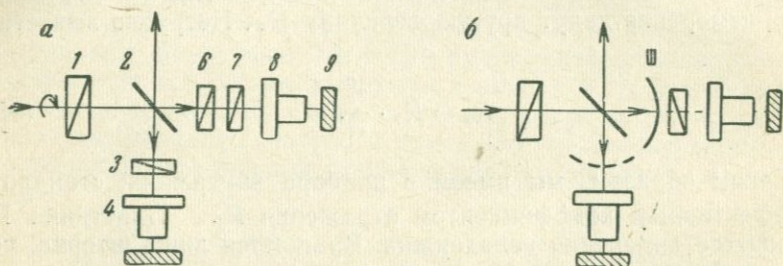


Рис. 32. Устройство опак-иллюминатора с внутренним стандартом, работающее по двухлучевому методу:

а — модуляция потоков осуществляется с помощью вращающегося поляризатора; 1 — вращающийся поляризатор; 2 — полупрозрачная пластинка; 3 — поляризатор; 4 — объектив; 5 — образец; 6 и 7 — поляризаторы; 8 — объектив; 9 — внутренний стандарт; *б* — модуляция потоков осуществляется с помощью колеблющейся шторки Ш при неподвижном поляризаторе

Схема, изображенная на рис. 32, *б*, лишена этого недостатка. Здесь перекрытие световых потоков осуществляется с помощью вращающейся шторки Ш, ось вращения которой лежит в плоскости пластинки 2. Оптический attenuator состоит из неподвижного поляризатора 1, установленного в осветительной части опак и вращающегося поляризатора 6. Зеркало 9 служит внутренним стандартом. Пределы измерений можно значительно расширить, если вместо одного зеркала 9 использовать несколько сменных зеркал с различными значениями R . Вместо поляризатора 6 в ветви сравнения можно установить фотометрический клин для ослабления светового потока, тем самым в значительной степени уменьшаются потери света.

При модуляции световых потоков вращающейся или колеблющейся шторкой темновой ток фотоприемника не модулируется и его постоянная составляющая не усиливается. Так как световые потоки попадают на ФЭУ поочередно, а изменение интенсивности одного из них происходит путем оптической компенсации, то ФЭУ работает в качестве «нуль-индикатора», т. е. с его помощью регистрируется момент равенства интенсивностей обоих потоков. В этом случае стабильность источника света и линейность световой характеристики ФЭУ не существенны.

Неблагоприятным фактором, влияющим на результаты измерений, является тот световой поток, который отражается от первых поверхностей объективов. Он модулируется и его необходимо учитывать путем введения соответствующих поправок. Эта система, как и предыдущая, предназначена для сравнительных измерений, т. е. приборы нужно обязательно градуировать по известным эталонам, определяя для каждого из них закон ослабления света в сравнительной ветви.

Если отказаться от оптической компенсации, то система значительно упрощается. В этом случае перекрытие ветвей осуществляется либо вращающейся конической шторкой, либо колеблющейся шторкой, которая поворачивается на 90° . В первом варианте для вращения шторки применяется синхронный двигатель типа Г-31А, который делает 3000 об/мин, во втором — шторка укрепляется на валу реверсивного малогабаритного шагового двигателя. Подбор идентичных объективов трудностей не вызывает, так как для этой цели может быть использован любой однолучевой микрофотометр, дающий достаточно воспроизводимые результаты. Вначале на микрофотометре измеряется величина R для какого-либо зеркала (абсолютные значения R его в данном случае могут быть и не известны) с одним из подбираемых объективов, затем с другим, третьим и т. д. Отношение результатов измерений для какой-либо одной длины волны будет характеризовать идентичность объективов, т. е. величину $\frac{\tau_1}{\tau_2}$. Из имеющегося комплекта объективов подбирают такие, чтобы $\frac{\tau_1}{\tau_2}$ для всех длин волн было бы постоянным и по возможности близким к 1.

В качестве внутреннего стандарта может быть использовано любое зеркало даже с неизвестными значениями R по спектру, поскольку градуировка прибора осуществляется по одному или нескольким эталонам. Однако, используя внутренний стандарт, спектр отражения которого очень пологий, можно свести к минимуму корректирующие поправки. В этом случае самописец, подключенный к приемно-усилительному блоку, фиксировал бы спектры отражения, незначительно отличающиеся по форме от истинных. Поэтому применение такого внутреннего стандарта весьма заманчиво. К сожалению, веществ, имеющих спектры отражения подобного рода в широком спектральном диапазоне, не так уж много, но для видимой области спектра (400 ÷ 700 нм) их можно подобрать. К числу таких веществ относятся различные стекла, алмаз, фианит, карборунд, магнетит и др. Высокие значения R и пологий характер спектров отражения характерны для зеркал с напыленными или осажденными покрытиями платины, родия, никеля, хрома. При этом механическая стойкость покрытия не играет существенного значения, так как внутренний стандарт в отличие от рабочего эталона защищен более

надежно и меньше подвергается неблагоприятным воздействиям. Рабочая поверхность внутреннего стандарта измеряется единицами микрон, поэтому всегда можно выбрать наилучший участок, свободный от разного рода дефектов. Следовательно, решающее значение при подборе вещества для внутреннего стандарта имеет только форма его спектра отражения.

Существует и иной путь сведения поправок к минимуму, но при этом регистрация данных ведется по «точкам» для отдельных длин волн. В качестве внутреннего стандарта используется кремний или зеркало с высокоотражающим покрытием. К регистрирующему устройству (для этой системы целесообразно применить цифровой вольтметр с цифropечатающей машиной) подключается блок нелинейности, представляющий набор переменных проволочных резисторов. Число резисторов соответствует числу длин волн, при которых проводятся измерения R . Блок нелинейности синхронно связан с механизмом перемещения диспергирующего элемента, т. е. при переходе от одной длины волны к другой к регистрирующему устройству подключается соответствующий резистор. Настройка прибора осуществляется по рабочему эталону, для которого известны абсолютные значения R . Установив рабочую длину волны, вращают движок резистора до тех пор, пока регистрирующая система не покажет паспортных значений R эталона, затем эту же операцию выполняют для следующей длины волны и т. д. Такая система предпочтительна для обычных, рутинных исследований, когда очень точное знание формы спектра отражения не так уж и важно, а гораздо большее значение имеет мобильность прибора, т. е. переход от одного метода исследования к другому, например, переход от измерений R в воздухе к измерениям R в иммерсии, определение величин R при параллельных николях и т. п.

Однако метод электрической компенсации (уравнивание сигналов происходит электрически с помощью электронного потенциометра типа ЭПП-09) требует уверенности в том, что ФЭУ обладает линейной световой характеристикой в широком динамическом диапазоне, под которым понимается диапазон изменения световых потоков в рабочей ветви, когда величина R может меняться от 0 до 100%. Проверка линейности световых характеристик ФЭУ для разных длин волн может быть проведена либо по эталонам, либо с помощью специального устройства, конструкция которого будет описана в последующей главе.

Таким образом, система с внутренним стандартом при любом варианте ее исполнения позволяет полностью исключить операцию замены образца эталоном, повышает производительность исследований и дает возможность автоматизировать процесс измерений R , используя любой тип фотометрической насадки.

ОПТИЧЕСКИЕ СХЕМЫ ДВУХЛУЧЕВЫХ МИКРОСПЕКТРОФОТОМЕТРОВ

Введение в оптическую схему однолучевого микрофотометра со светоделительной пластинкой дополнительной ветви сравнения — это наиболее простой способ улучшения технических характеристик приборов, применяемых для измерения R . Существуют и более сложные оптические схемы двухлучевых микроспектрофотометров, которые дают возможность записать спектры отражения минералов в абсолютных единицах. Одна из таких схем была предложена Л. С. Агроскиным и на ее основе был создан микроспектрорефлектометр «Блеск» (Агроскин и др., 1972). Оптическая схема* этого прибора показана на рис. 33. В качестве источника света 1 используется лампа накаливания с иодным циклом типа КИМ. Коллекторная линза 2 освещает входную щель монохроматора 3—9 с дифракционной решеткой 6. Выходная щель монохроматора 9 выполнена в виде диска с набором круглых диафрагм разного диаметра. Вблизи выходной щели 9, которая играет роль полевой диафрагмы, установлен оптический модулятор 10. Он состоит из двух преломляющих элементов, изготовленных в форме полуколец, знаки кривизны которых различны. Световой пучок, выходящий из диафрагмы 9, отклоняется преломляющим элементом модулятора вверх от оптической оси, проходит тубусную линзу 13 и призмой 14 отклоняется в рабочий объектив 15, в фокальной плоскости которого находится отражающая поверхность шлифа 16.

Тубусная линза 13 и объектив 15 проектируют изображение полевой диафрагмы 9 (световой зонд) на поверхность исследуемого зерна (см. рис. 33, а). Призма 14 занимает половину зрачка объектива 15. Апертура светового пучка, отклоняемого призмой, определяется апертурной диафрагмой 7, имеющей прямоугольную форму. Апертурная диафрагма линзами 8 и 13 проектируется в виде горизонтальной полосы на входную грань призмы 14 (рис. 33, в). Световой поток, отраженный от образца 16, выходит из объектива 15 и с помощью призм 17 и 19 направляется на ФЭУ-20. Линза 18 служит для переноса изображения зрачка объектива 15 на поверхность фотокатода ФЭУ. Ветвь сравнения образована двумя микрообъективами 15' и 15'', которые идентичны объективу 15. Оптическая ось ветви сравнения перпендикулярна оптической оси рабочей ветви как и в opak-иллюминаторе с внутренним стандартом. Однако вместо светоделительной пластинки используется прямоугольная призма. Чтобы оптические характеристики обеих ветвей были идентичны, в ветви сравнения за объективом 15 установлены аналогичные элементы — призма 14', а также призмы 17', 19' и линза 18', с помощью

* Описание оптической схемы «Блеска» приводится по материалам статьи Л. С. Агроскина и др. авторов (1972).

которых световой поток, выходящий из объектива 15'', направляется на катод ФЭУ. При вращении модулятора 10 световой пучок скачкообразно смещается вверх и вниз относительно оптической оси и попеременно попадает в обе ветви.

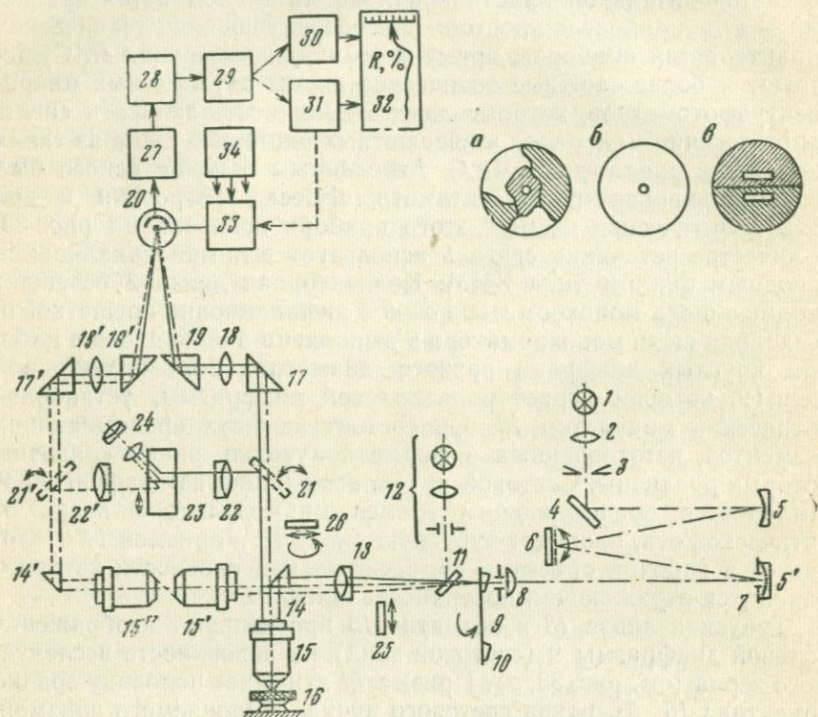


Рис. 33. Оптическая схема микроспектрорефлектометра «Блеск».

1 — лампа накаливания; 2 — коллекторная линза; 3 — входная щель монохроматора; 4 — зеркало; 5 — зеркальный объектив монохроматора; 6 — дифракционная решетка; 7 — апертурная диафрагма; 8 — линза; 9 — выходная щель монохроматора; 10 — модулятор; 11 — полупрозрачная пластинка; 12 — осветитель для наблюдений образца в белом свете; 13 — тубусная линза; 14 — призма; 15 — объектив; 16 — образец; 17 и 19 — призмы; 18 — линза; 20 — фотоумножитель; 21 — откидное зеркало; 22 — тубусная линза; 23 — призмный мостик; 24 — окуляр; 25 — поляризатор; 26 — анализатор; 27 — усилитель переменного тока; 28 — блок фиксации начального уровня; 29 — селектор импульсов; 30 и 31 — фильтры; 32 — схема деления на базе самописца КСП-4; 33 — блок автоматической регулировки усиления; 34 — блок питания; а — вид поля зрения в рабочей ветви; б — вид поля зрения в ветви сравнения; в — картина, наблюдаемая в совмещенном зрачке прибора

Для наблюдения образца и выбора фотометрируемого участка используются дополнительный осветитель 12 с наклонной пластинкой 11 и визуальная система, содержащая откидные зеркала 21 и 21', тубусные линзы 22 и 22', призмный мостик 23 и окуляр 24. Призмный мостик 23 имеет три фиксированных положения, что позволяет наблюдать изображения в обеих ветвях порознь и одновременно (см. рис. 33, а — в). В ход лучей могут быть введены поляризатор 25 и анализатор 26.

Частота модуляции световых пучков системе составляет 30 Гц. Световые пучки, падающие на фотокатод ФЭУ, преобразуются в последовательность электрических импульсов, разделенных темновыми промежутками. Импульсы усиливаются усилителем переменного тока 27 и поступают на схему фиксации начального уровня 28, где происходит восстановление постоянной составляющей сигнала, потерянной в усилителе. Разделение импульсов по каналам осуществляется селектором 29, связанным с модулятором 10. После разделения и сглаживания на фильтрах 30 и 31 оба сигнала поступают на электромеханическую схему деления 32, работающую по принципу электрической компенсации. Схема деления собрана на базе самопишущего потенциометра типа КСП. Уровень сигнала сравнения должен поддерживаться в пределах, обеспечивающих нормальную работу схемы деления. Для этого в приборе имеется блок автоматической регулировки усиления ФЭУ (АРУ) 33, который управляется сигналом сравнения. Высокая помехозащищенность двухлучевой схемы позволяет снизить требования к стабилизации напряжений, питающих лампу накаливания, ФЭУ, усилитель, поэтому блок питания прибора 34 значительно упрощается.

Главным преимуществом описанной схемы является возможность регистрации спектров отражения в абсолютных единицах после настройки по эталону. Система из двух идентичных объективов, установленных соосно так, что их фокальные плоскости сопряжены, эквивалентна эталону, имеющему как бы коэффициент отражения 100% для всех длин волн. Это и позволяет фиксировать спектры отражения минералов, почти не отличающиеся по форме от истинных. Разумеется, что форма регистрируемых спектров отражения будет зависеть от спектральной идентичности обеих ветвей и от точности юстировки всех оптических элементов прибора.

Главный недостаток описанной схемы — ограниченность спектральной области измерений R . Прибор «Блеск» позволяет исследовать спектры отражения в диапазоне 400 ÷ 700 нм. Указанный интервал обусловлен конструкцией оптического модулятора, который должен обеспечить разведение пучков на строго определенное расстояние для всех длин волн. Строго говоря, это условие из-за дисперсии показателя преломления оптического стекла не выполняется, поэтому и приходится ограничивать спектральный диапазон, чтобы влиянием дисперсии n можно было бы практически пренебречь. Кроме того, при малых размерах светового зонда необходимо учитывать дифракционные эффекты, вследствие которых часть света из рабочей ветви попадает в ветвь сравнения, и наоборот. Для устранения этого нежелательного явления требуется обеспечить максимальное разведение пучков (угол клина модулятора должен быть достаточно большим), но в то же время разведение пучков должно сохраняться постоянным для всех длин волн (угол клина должен

быть мал). Указанные факторы и определяют как минимальный размер светового зонда, так и спектральный диапазон измерений R .

Между тем использование ксеноновой лампы в качестве источника света, новых отечественных фотоумножителей (ФЭУ-106) и зеркальных объективов дает возможность создать двухлучевые приборы для исследования спектров отражения в

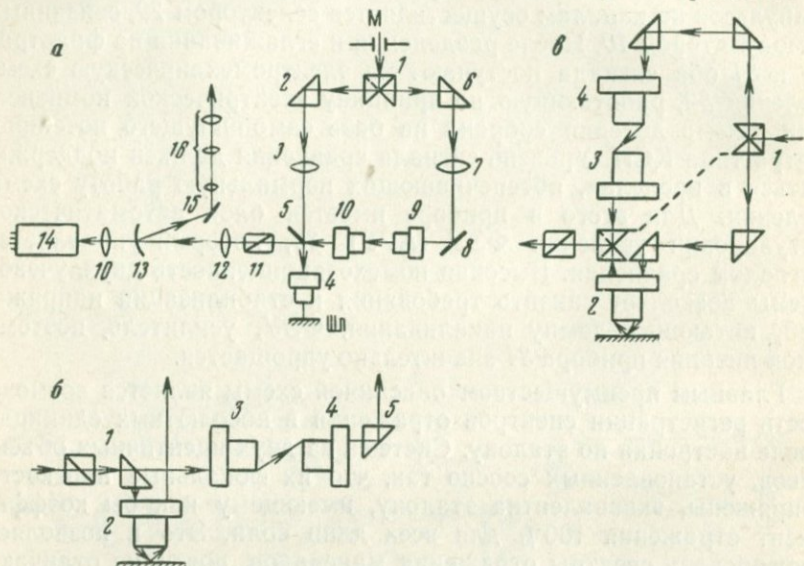


Рис. 34. Оптические схемы двухлучевых микроспектрофотометров:

а — схема с взаимно перпендикулярным расположением рабочей ветви и ветви сравнения: M — выходная щель монохроматора; 1 — призмный модулятор; 2 и 6 — призмы; 3 и 7 — тубусные линзы; 4 — объектив рабочей ветви; 5 — зеркало, перекрывающее половину зрачка; 8 — зеркало в ветви сравнения; 9 и 10 — объективы сравнительной ветви; 11 — поляризатор; 12 — тубусная линза; 13 — зеркало; 14 — фотоумножитель; 15 — плоское зеркало; 16 — окуляр; Шл — шлиф. *б* — двухлучевая система с призмой полного внутреннего отражения в качестве модулятора: 1 — призма-модулятор; 2 — объектив рабочей ветви; 3 и 4 — объективы в ветви сравнения; 5 — призма в ветви сравнения, идентичная призме 1. *в* — двухлучевая система с соосным расположением объективов: 1 — модулятор; 2 — объектив рабочей ветви; 3 и 4 — объективы ветви сравнения

области $240 \div 800$ нм без смены ФЭУ. Принципиальные оптические схемы таких приборов показаны на рис. 34, *а*, *б* и *в*. На рис. 34, *а* изображена оптическая система двухлучевого микроспектрофотометра с взаимно перпендикулярным расположением обеих ветвей. В общих чертах эта схема сходна со схемой «Блеска», но имеются и некоторые отличия. Световой поток, выходящий из точечной диафрагмы монохроматора, модулятором 1 отклоняется либо к призме 2, либо к призме 6. Рабочая ветвь состоит из призмы 2, тубусной линзы 3, объектива 4, зеркала 5. В ветви сравнения установлены аналогичные элементы: призма 6, тубусная линза 7, зеркало 8, объективы 9 и 10. Зеркала 5 и 8 перекрывают половины зрачков объективов 4 и 9.

Вместо зеркал могут быть установлены и призмы полного внутреннего отражения. Световые пучки, выходящие из обеих ветвей, проходят поляризатор 11 и тубусной линзой 12 направляются на зеркальную диафрагму 13, за которой установлен ФЭУ-14. В данной системе могут быть использованы соответствующие узлы с зеркальными и измерительными диафрагмами от насадок типа ФМЭ.

Наиболее существенным элементом в описываемой схеме является модулятор 1. Он состоит из двух идентичных призм полного внутреннего отражения, установленных одна за другой на общем основании и разделенных небольшим светонепроницаемым экраном, который необходим для создания темновых промежутков между импульсами. Гипотенузные грани призм скрещены, поэтому при перемещении модулятора 1 вдоль нормали к плоскости рисунка происходит поворот светового пучка на 180° . Возвратно-поступательное движение модулятора осуществляется либо с помощью кулачкового механизма, либо с помощью реверсивного шагового двигателя, на вал которого насажен небольшой маховичок. К последнему прикреплены тросики, связанные с основанием, на котором установлены призмы. Подобный механизм (без шагового двигателя) используется для перемещения каретки с пишущим узлом в самописцах типа ЭПП-09. Применение шагового двигателя позволяет упростить конструкцию и обеспечивает постоянство перемещения модулятора с заданной частотой в пределах 20 Гц. Размер призм и амплитуда колебаний модулятора зависит от сечения светового пучка и выбранной частоты модуляции, поэтому наиболее целесообразно размещать такой модулятор вблизи полевой диафрагмы, которая сопряжена с выходной щелью монохроматора. Вместо призм можно использовать и зеркала, тогда гипотенузные грани модулятора алюминированы и он соответствующим образом разворачивается. Из кулачковых механизмов наиболее пригоден кулачок Вольфа, который вращается в рамке и обеспечивает ей возвратно-поступательное движение с остановками в крайних положениях. Призмы при этом устанавливаются непосредственно на рамке, тогда частоту модуляции удается повысить до 80 Гц. Если призмы модулятора изготовлены из плавленного кварца, то он может быть успешно использован в области $0,25 \div 2,5 \mu$. Для зеркального модулятора диапазон применения значительно расширяется, главным образом в инфракрасную область.

В схеме, показанной на рис. 34, используется принцип двойного диафрагмирования, что существенно снижает влияние рассеянного света и позволяет уменьшать размер фотометрируемой площадки при постоянной чистоте спектрального излучения, выходящего из монохроматора. Если отказаться от принципа двойного диафрагмирования и использовать схему прибора «Блеск», то расширение спектрального диапазона измерений

может быть осуществлено сравнительно просто, как показано на рис. 34, б. Модулятором здесь является призма 1 (или зеркало), перекрывающая половину зрачка объектива 2. Призма 1 совершает возвратно-поступательное движение перпендикулярно к плоскости рисунка. Световой поток, выходящий из щели монохроматора, проходит поляризатор и попеременно попадает то в рабочую ветвь (отклоняется призмой), то в ветвь сравнения (призма выведена). Затем оба пучка системой призм (на рисунке не показаны) направляются на катод ФЭУ так же, как и в приборе «Блеск». Движение призмы 1 осуществляется с помощью тех же механизмов, которые были описаны выше. В качестве модулятора можно использовать и вращающийся диск, один сектор которого имеет отражающее покрытие, а часть другого сектора удалена. Диск расположен под 45° к оптическим осям обеих ветвей. Вместо призмы 5 в ветви сравнения тогда устанавливается зеркало. При этом необходимо, чтобы спектральные характеристики модулятора и зеркала в ветви сравнения были идентичными, т. е. нанесение и закрепление отражающего покрытия должно происходить в одинаковых условиях.

В схемах, изображенных на рис. 34, а и б, оптические оси обеих ветвей расположены под углом 90° . На рис. 34, в показана схема, где все три объектива расположены соосно, причем объективы 2 и 3 установлены симметрично относительно модулятора 1, который также состоит из двух призм. При соосном расположении объективов появляется возможность использовать принцип двойного диафрагмирования, т. е. объект освещается по методу светового зонда, а окончательное выделение фотометрируемого участка осуществляется с помощью измерительной или зеркальной диафрагмы, установленной в плоскости изображения. В этом случае можно использовать два модулятора, жестко связанных с одной подвижной рамкой, в которой вращается кулачок Вольфа. Подвижная рамка б на рис. 34, в показана пунктиром. Конструкция модулятора при этом усложняется, но такая схема имеет и некоторые преимущества.

Во-первых, можно использовать узлы с зеркальными и измерительными диафрагмами. Во-вторых, часть пути становится общей для обоих каналов, а это дает возможность вести измерения и при параллельных и скрещенных николях, так как в схеме тогда работают один общий поляризатор и анализатор. В приборе «Блеск» для выполнения тех же исследований необходимо подобрать и установить два идентичных поляризационных элемента. В-третьих, в приборе могут быть использованы объективы без тубусных линз, которые увеличивают количество рассеянного света, что особенно становится заметным при измерениях R низкоотражающих объектов в иммерсии. Соосное расположение объективов облегчает их юстировку и позволяет использовать их смену. С этой целью подобранные пары объективов устанавливаются в ветви сравнения во вращающийся

барабан-держатель с фиксатором, а объективы в рабочей ветви заменяются обычным образом с помощью юстируемых оправок.

Во всех opak-иллюминаторах микроспектрофотометров в качестве отклоняющих элементов применяются призмы, что обусловлено стремлением повысить коэффициент использования светового потока. В принципе можно использовать и прозрачные стеклянные или кварцевые пластинки без напыления. В этом случае наиболее удобна система, изображенная на рис. 34, тогда при использовании метода двойного диафрагмирования юстировка обеих ветвей значительно упрощается. Если же выбрать за основу схему освещения и наблюдения, применяемую в приборе «Блеск», но вместо призм установить две пластинки под 45° к оптическим осям объективов, то появляется возможность применить модулятор-шторку, устанавливая ее так же, как и в приборах с внутренним стандартом. В схемах с соосным расположением объективов применять пластинки нецелесообразно, оптическая схема при этом значительно усложняется, не давая никаких особых преимуществ.

Микроспектрофотометры с пластинками в качестве отклоняющих и светоделительных элементов конструктивно более просты и удобны в смысле юстировки, но обладают двумя главными недостатками. Первый, как уже указывалось, — это низкий коэффициент использования светового потока, поскольку применяются пластинки без напыления. Безусловно, если окажется возможным получать пластинки или светоделительные ромбы с идентичными спектральными характеристиками, то они смогут успешно конкурировать с призмами полного внутреннего отражения. Однако остается второй недостаток — двоение полевой диафрагмы, который является следствием отражения светового потока от передней и задней сторон светоделительной пластинки. Этот эффект особенно нежелателен, когда приходится применять малые световые зонды. Более целесообразно использовать светоделительный ромб, однако технологически трудно получить два ромба с одинаковыми коэффициентами отражения и пропускания в широком спектральном диапазоне.

Из рассмотрения и сравнения оптических схем микроспектрофотометров с внутренним стандартом и двухлучевых микроспектрофотометров следует, что наиболее просты приборы с внутренним стандартом. На их основе легко изготовить съемные фотометрические насадки к любому типу рудных микроскопов, если диспергирующий элемент устанавливать за зеркальной диафрагмой (схема ПООС). Наибольшей переделке в этом случае подвергается лишь opak-иллюминатор микроскопа, т. е. процент использования унифицированных узлов очень высок. Спектральный диапазон измерений R зависит лишь от характеристик объективов и других оптических элементов микроскопа. Приборы с внутренним стандартом более мобильны и легко

перестраиваются на любой вид работы. При подборе соответствующего материала для внутреннего стандарта они с одинаковым успехом могут быть применены как для изучения рудных минералов с высокими значениями R , так и в углепетрографии для измерения R низкоотражающих объектов в иммерсии с самыми сильными объективами.

Оптические схемы двухлучевых микроспектрофотометров более сложны. Количество оптических элементов, которые должны быть идентичными, резко возрастает. К этому добавляется и сложность их юстировки. Кроме того, приборы подобного типа рассчитываются, как правило, на один тип объективов и только при удачном их подборе удается записать спектры отражения, близкие к истинным.

В связи с этим кажется более целесообразным наладить выпуск двухлучевых микроспектрофотометров, предназначенных для измерений R в более широкой области спектра от 200 до 1200 нм, с ксеноновой лампой в качестве источника света и двумя сменными фотоумножителями. Некоторые принципиальные схемы подобных приборов были рассмотрены. Основная трудность создания таких микроспектрофотометров заключается в отсутствии зеркально-линзовых объективов для отраженного света, позволяющих вести исследование в указанной области. При этом следует отказаться от подбора идентичных объективов, поскольку настройка прибора все равно осуществляется по эталонам, а изготовить зеркально-линзовые объективы с близкими характеристиками практически очень трудно. В этом случае будет использовано основное преимущество двухлучевых схем, а именно то обстоятельство, что совокупность двух сопряженных объективов эквивалентна эталону, имеющему коэффициент отражения около 100% для всех длин волн. Создать же внутренний стандарт примерно с такими характеристиками невозможно. Поэтому поправочные коэффициенты для двухлучевых приборов будут близки к 1 и примерно постоянны по всему спектру, у приборов с внутренним стандартом они будут зависеть главным образом от характеристик стандарта.

Хотя двухлучевые микроспектрофотометры и приборы с внутренним стандартом в техническом отношении более совершенны, чем однолучевые микроспектрофотометры, они, как и последние, нуждаются в эталонах, для которых известны абсолютные значения R , поэтому дальнейшее развитие фотоэлектрических методов измерения и усовершенствование соответствующей аппаратуры немислимо без решения проблемы аттестации эталонов.

АТТЕСТАЦИЯ ЭТАЛОНОВ И ПРЯМЫЕ МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ R

Полный комплекс аттестации эталонов отражения в СССР и за рубежом отсутствует, хотя список материалов, которые могли бы использоваться в качестве стандартов, достаточно обширен.

Орсель (1930) в качестве эталонов использовал алмаз и сфалерит, значения R которых вычислялись по формулам Френеля. Р. Фоллинсби (1949), С. Бауи и К. Тейлор (1958), А. Д. Ракчеев (1964) предлагали пирит, Б. Леонард (1960) использовал кварц, И. Грей и А. Миллман (1962) — кварц и поверхность металлической ртути под покровным стеклом. Серию из 5 эталонов (алмаз, кремний, вольфрам, никель и алюминий) предложил Г. Янсен (1966), стекла с напыленным металлом — Х. Пиллер (1967). Поэтому не следует удивляться, что даже для таких широко распространенных минералов, как пирит и халькопирит, колебания значений R по данным разных авторов достигают 10—20% отн. для отдельных участков спектра. С целью стандартизации условий измерений оптических свойств рудных минералов в 1962 г. при Международной минералогической ассоциации была создана Международная комиссия по рудной микроскопии (КРМ). Одним из этапов ее деятельности явилось создание единой серии эталонов для измерения R в интервале от 0 до 100% (Bowie, 1965, 1967).

К веществам, которые могут служить эталонами, предъявляется ряд требований. Они должны быть оптически изотропными и однородными, иметь одинаковые оптические характеристики для разных участков поверхности. Поверхность эталона должна быть идеально отполированной, или на подложку напыляется или осаждается металл для того, чтобы свести к минимуму диффузное отражение. Эталоны должны быть химически стойкими, т. е. значения R не должны меняться со временем. КРМ были рекомендованы следующие вещества для изготовления эталонов:

	Диапазон значений R , %
Нейтральное стекло	0—15
Синтетический карборунд	15—25
Кремний*	25—45
Пирит	45—65
Металл, напыленный на стекло	>65

Отражение эталонов по инициативе КРМ должно было измеряться в Национальной физической лаборатории (НФЛ) Англии прямыми методами. Установки подобного рода, в основе которых используется гониометрический метод, были описаны в работах С. Бауи (Bowie, 1967), А. Д. Ракчеева (1964), П. С. Бернштейна и Д. М. Лившица (1970).

Согласно условиям аттестации R эталонов в НФЛ, угол падения света на образец составляет $\sim 7^\circ$, апертурный угол падающего пучка $\sim 4^\circ$, размер измеряемого участка 2 мм. В то же время при измерениях R с помощью микроспектрофотометров

* В последние годы КРМ рекомендует использовать в качестве эталона карбид вольфрама вместо кремния и пирита.

используются участки, имеющие от 5 до 100 мкм. Отношение между двумя площадями колеблется от 400 до 160 000, вот почему к однородности эталона предъявляются столь повышенные требования.

Установка для измерения эталонов в НФЛ является однолучевой и ей свойственны все недостатки, о которых уже упоминалось, включая ошибки, которые проявляются вследствие перемещения фотоприемника. Гониметрический метод хотя и прост, но наименее точен.

В схеме Брэдшоу, Филипса и Смита (Bradshaw, 1966) в центре окружности располагается полупрозрачная светоделительная пластинка или светоделительный кубик. Световой поток отражается от пластинки и падает нормально на аттестуемый образец. Отраженный поток проходит сквозь пластинку и попадает на поверхность фотокатода ФЭУ. ФЭУ перемещается по окружности, занимая при фиксированных положениях через 90° . При этом измеряются отраженный поток, поток, прошедший сквозь пластинку, и поток, который падает на образец. Все эти измерения в конечном итоге дают возможность определить абсолютные значения R образца. Установка позволяет определять и значения R в иммерсии, если между кубиком и образцом поместить слой жидкости. В этом случае расчеты еще более усложняются, а число поправочных коэффициентов резко возрастает. Основной недостаток этой системы, как и предыдущей, заключается в необходимости перемещать фотоприемник, что при точных измерениях R совершенно недопустимо. Рассмотрим другие, более совершенные системы, которые также позволяют получить абсолютные значения R на основе измерений прямыми методами.

В 1950 г. Т. Г. Порохова* предложила установку для измерения коэффициентов отражения при нормальном падении света, схема которой показана на рис. 35. Отражающая поверхность эталона освещается от источника S при помощи осветительной системы, состоящей из линзы L_1 , диафрагмы D , призмы P , линзы L_2 и прозрачной пластинки Π_1 . Призма-ромб P может вращаться на 180° , занимая положение, показанное пунктиром. Тогда свет проходит линзу L_3 , идентичную L_2 , и отражается от пластинки Π_2 , которая должна быть идентична пластинке Π_1 . Световой поток, отраженный от эталона, проходит пластинку Π_1 и попадает в объектив $Об$. Преимущества этой системы в том, что положение источника и приемника строго фиксировано. Единственным активным элементом является призма-ромб. Повернув призму на 180° и удалив эталон, измеряют падающий

* Автор узнал об установке Т. Г. Пороховой лишь в 1968 г., собирая материалы по истории развития методов исследования оптических свойств в отраженном свете. Ссылка на эту установку была ему любезно сообщена Н. В. Королевым.

поток. Так как отражающая пластинка П находится между объективом и эталоном, то в приборе могут быть использованы лишь объективы с большим рабочим расстоянием. К сожалению, в этой установке была применена фотографическая регистрация, которая, как известно, не может обеспечить большой точности измерений. Описание системы не было опубликовано и о ней, по существу, забыли.

В работе Шоу и Блевина (Shaw, 1964) была предложена система, показанная на рис. 36. Свет, выходящий из щели монохроматора, системой плоских зеркал 1, 2 и сферическим зеркалом 8 направляется на объект О. Перед объектом и после него установлены две кварцевые полупрозрачные пластинки 3 и 5.

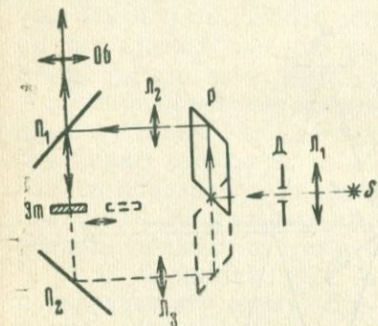


Рис. 35. Установка для прямых измерений отражения, разработанная Т. Г. Пороховой:

S — источник света; L_1 , L_2 и L_3 — линзы; D — диафрагма; P — призма-ромб, вращающаяся на 180° ; P_1 и P_2 — пластинки, установленные под 45° к оптической оси; Об — объектив; Эт — аттестуемый эталон

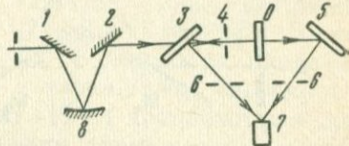


Рис. 36. Система для прямых измерений отражения, предложенная Шоу и Блевинами:

1 и 2 — плоские зеркала; 3 и 5 — кварцевые пластинки; 4 и 6 — затворы; 7 — фотоприемник; 8 — сферическое зеркало; O — объект

Установка предназначена для одновременной регистрации коэффициента отражения и пропускания тонких пленок. Свет, отраженный от объекта и прошедший сквозь него, падает на пластинки 3 и 5 и направляется последними на фотоприемник 7. Положительным качеством системы является отсутствие каких-либо подвижных оптических деталей, а одновременная регистрация отраженного и прошедшего потоков с помощью затворов 6 позволяет исключить погрешности из-за нестабильности источника света и приемника. Если установку использовать только для измерения R , то надо периодически выводить образец их хода лучей. В этом случае появляются ошибки, присущие приборам однолучевого типа.

О. А. Мотовилов в 1968 г. (Мотовилов, 1968) описал установку для измерения R прямым методом, представляющую модифицированный вариант системы Фрея (Frau, 1963). Установка О. А. Мотовилова (рис. 37) позволяет устранить один из источников систематических ошибок. Система зеркал M_1 — M_5 проектирует изображение щели монохроматора на фотокатод прием-

ника Φ . Между фотоприемником Φ и зеркалом M_5 устанавливается образец Эт . В этом случае измеряется отраженный поток света от образца. Для измерения падающего потока необходимо удалить образец и повернуть систему зеркал $M_4 - M_5$ на 180° . Особенностью установки является вращение зеркал M_1, M_2, M_3 вокруг оптической оси $O - O_1$ со скоростью 600 об/мин, которое позволяет устранить ошибку, появляющуюся вследствие неравномерного освещения поверхности фотокатода при зеркальном оборачивании системы $M_4 - M_5$. Однако диаметр измеряемого на этом приборе образца непомерно велик (≈ 20 мм).

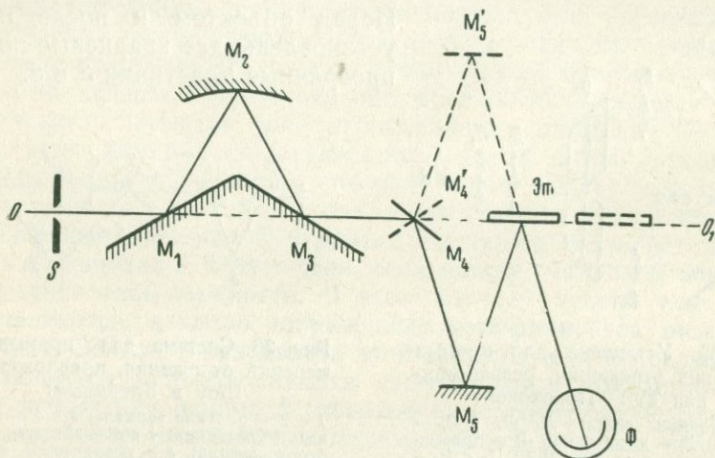


Рис. 37. Оптическая схема установки для аттестации эталонов, предложенная О. А. Мотовиловым:

S — выходная щель монохроматора; M_1, M_3, M_4 и M_5 — плоские зеркала; M_2 — сферическое зеркало; Φ — фотоприемник; Эт — исследуемый образец; $O - O_1$ — оптическая ось

По этой причине трудно использовать и другие типы установок, описанных в обзоре В. П. Дергачева и Л. В. Казанджяна (1967) и статье Т. Н. Крыловой и Р. С. Соколовой (1963), так как оптические схемы большинства из них построены таким образом, что свет должен дважды отразиться от поверхности образца в разных участках. Кроме того, почти все установки для прямых измерений R , известные по литературным данным, предназначены для определения R в воздухе. Но только зная R в воздухе и иммерсии, можно рассчитать n и k рудных минералов. Между тем приборы для аттестации эталонов в иммерсии отсутствуют. Очевидно, что прогресс в области исследования оптических свойств рудных минералов во многом зависит от решения такой задачи, как разработка наиболее эффективной аппаратуры и методов прямых измерений R в воздухе и иммерсии с большей точностью и на сравнительно малых участках. При этом необходимо, чтобы сумма систематических ошибок прибора была бы

минимальной, только тогда мы смогли бы получать сопоставимые данные по R эталонов, а следовательно и по R минералов, независимо от того, где и как выполнены эти измерения.

МЕТОДЫ ПРЯМЫХ ИЗМЕРЕНИЙ R МИКРОСКОПИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ

Рассмотрим некоторые устройства, которые дают возможность измерить абсолютные значения R при нормальном падении на сравнительно малых участках. Одно из таких устройств было показано на рис. 22, но с его помощью не удалось получить, как уже отмечалось, точных абсолютных значений R . Можно указать на два главных недостатка, присущих этой системе. Во-первых, очень трудно изготовить два идентичных зеркала с равными коэффициентами отражения по всему спектру. Во-вторых, зеркала и образец весьма трудно отъюстировать, в особенности это замечание относится к установке образца. Даже ничтожный наклон образца по отношению к установочной плоскости может приводить к значительным ошибкам. В процессе измерений образец приходится устанавливать и перемещать многократно.

П. С. Бернштейн и Д. М. Лившиц (1970) предложили модернизировать эту схему. Для уменьшения ошибок из-за погрешностей, обусловленных юстировкой, можно использовать, по мнению авторов, фотометрический шар. Тогда незначительные смещения освещенного пятна не должны приводить к заметным изменениям фототока ФЭУ. Исключение ошибок вследствие различия в коэффициентах отражения вспомогательных зеркал может быть достигнуто двумя путями:

1) вместо двух различных зеркал используется одно, которое устанавливается в процессе измерений в два фиксированных положения;

2) измерения проводят дважды, меняя вспомогательные зеркала местами.

Если использование фотометрического шара действительно даст возможность уменьшить ряд погрешностей, то остальные способы повышения точности измерений не являются радикальными, так как зеркала являются оптически активными элементами и необходимо учитывать появление ошибок, обусловленных их периодической установкой.

По мнению автора, для измерений R эталонов наиболее пригодна схема, предложенная Т. Г. Пороховой (см. рис. 35). Эту систему легко приспособить для фотоэлектрических измерений, используя современные фотометрические насадки. На рис. 38, а и б показана модернизированная автором система Т. Г. Пороховой с внутренним стандартом. В схему (рис. 38, а) введены внутренний стандарт V_c и колеблющаяся шторка Ш, а вместо двух линз после ромба использована одна линза Л. В этом устройстве нужно лишь один раз повернуть призму-ромб (или

систему зеркал) на 180° , чтобы определить абсолютные значения R внутреннего стандарта. Все дальнейшие измерения R эталонов выполняются путем сравнения с внутренним стандартом. Таким образом, прибор работает по однолучевому методу очень короткое время и именно на этот промежуток должны сохраняться неизменными все параметры приемо-регистрирующих блоков. В конечном итоге это условие и определит точность измерений, поскольку при последующих определениях, выполняемых по двухлучевому принципу, к стабильности питания источника света и фотоумножителя предъявляются менее жесткие требования.

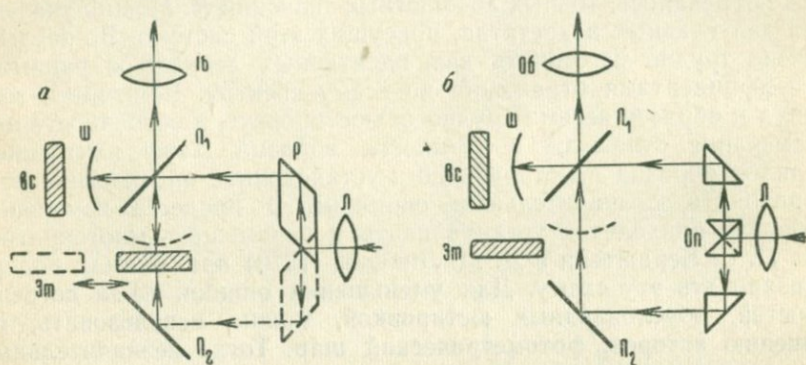


Рис. 38. Оптическая схема установки для прямых измерений с внутренним стандартом:

a — система с призмой-ромбом; *б* — система с оптическим переключателем пучков Оп; Об — объектив, Л — линза; Р — призма-ромб; П₁ и П₂ — полупрозрачные пластинки; Вс — внутренний стандарт; Ш — подвижная шторка; Оп — оптический переключатель; Эт — исследуемый эталон

За счет некоторого усложнения можно построить полностью двухлучевую систему, как показано на рис. 38, б. Здесь вместо призмы-ромба установлены две призмы полного внутреннего отражения, направляющие световые пучки на пластинки. В качестве оптического переключателя Оп используются две другие призмы, установленные одна за другой так, что они при перемещении направляют световой пучок то вверх, то вниз. При этом частота переключения совпадает с частотой колебаний шторки. При калибровке внутреннего стандарта шторка либо выключается совсем, либо колеблется синхронно с оптическим переключателем, открывая нужный канал. В процессе аттестации эталонов оптический переключатель не используется. Главным достоинством описанной системы является использование одного объектива. При этом полностью отсутствуют паразитные блики, обусловленные отражением света от верхних линз объектива, так как светоделительный элемент расположен между образцом и объективом. К сожалению, последнее обстоятельство вынуждает использовать объективы с большим рабочим расстоянием,

Из имеющихся объективов наиболее пригодны длиннофокусные объективы типа ОСФ, которые применяются при исследовании прозрачных шлифов на столике Федорова. С этими объективами можно измерить значения R на участках до 20 μ .

Прямых измерений R в иммерсии с помощью описанного устройства выполнить, очевидно, нельзя, но если использовать метод измерения R в иммерсии под покровным стеклом, описанный ниже, и вводить необходимые поправки, то возможности прибора значительно расширятся, в связи с чем он может быть рекомендован и для серийного изготовления, особенно в совокупности с насадкой типа ПООС. Тогда весь узел, показанный на рис. 38, а, может быть изготовлен в виде единой приставки. Разумеется, что к размерам эталона и его форме будут предъявляться определенные требования, обусловленные миниатюрностью приставки.

Абсолютные измерения R эталонов в иммерсии могут быть выполнены с помощью другого устройства, оптическая схема которого показана на рис. 39. В данной системе идентичные объективы $Об_1$ и $Об_2$ расположены между светоделительными пластинками Π_1 и Π_2 , поэтому можно использовать как сухие

сильные объективы, так и иммерсионные, имеющие малое рабочее расстояние. Введение дополнительного объектива обуславливает появление систематической ошибки за счет неидентичности оптических характеристик объективов, но этот источник погрешностей устраняется, если объективы поменять местами.

Основной особенностью схем, показанных на рис. 38 и рис. 39, является зеркально-симметричное расположение светоделительных элементов относительно отражающей поверхности эталона и оси вращения призмы-ромба. Учитывая эту особенность, будем называть подобные системы зеркально-симметричными. Сформулируем основные преимущества зеркально-симметричных систем.

1. Зеркально-симметричные системы позволяют определить абсолютные значения R эталонов прямыми методами на микроскопически малых участках в воздухе и иммерсии.

2. Положение источника света, фотоприемника и практически всех оптических элементов в процессе измерений строго фиксировано, что повышает точность измерений за счет снижения ошибок, обусловленных механическими перемещениями.

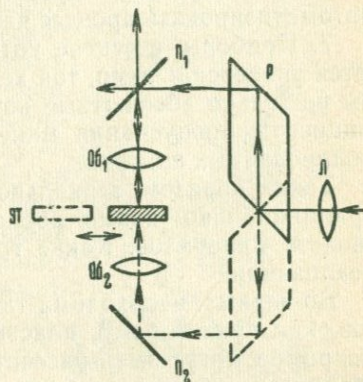


Рис. 39. Система для прямых измерений R с двумя идентичными объективами:

Л — линза; Р — призма-ромб; Π_1 и Π_2 — две идентичные пластинки; $Об_1$ и $Об_2$ — идентичные объективы

3. Наличие внутреннего стандарта позволяет свести к минимуму число перемещений активных смещений оптических элементов в процессе аттестации эталонов и дает возможность проводить измерения R по двухлучевому принципу.

4. Может быть использован либо один объектив с большим рабочим расстоянием, либо два объектива с любыми рабочими расстояниями.

5. Предусмотрена возможность исключения систематических погрешностей путем перестановки объективов.

6. Относительная простота конструкции позволяет легко автоматизировать процесс измерений.

7. Приборы, в основе которых лежат подобные схемы, являются универсальными, так как с их помощью могут быть измерены не только абсолютные коэффициенты отражения, но и коэффициенты пропускания минералов в прозрачных и прозрачно-полированных шлифах.

Таким образом, зеркально-симметричные системы открывают принципиально новые возможности исследования оптических свойств минералов. Какие трудности могут встретиться при их реализации?

Во-первых, необходима тщательная юстировка таких элементов, как призма-ромб, пластинки и объективы. Габариты призмы-ромба могут быть рассчитаны точно только для одного типа объектива, иными словами расстояние между отражающими поверхностями пластинок Π_1 и Π_2 (см. рис. 39) не должно изменяться при переходе от одного типа объектива к другому. Так как в процессе измерений R между объективами $Об_1$ и $Об_2$ находится полированный шлиф, то объектив $Об_2$ и пластинка Π_2 должны синхронно смещаться вниз вдоль оптической оси микроскопа и также синхронно перемещаться вверх до фиксированного положения при необходимости градуировки. Поэтому точность измерений во многом зависит от тщательности изготовления всех узлов и последующей их сборки. Наиболее трудной задачей является изготовление пластинок с нанесенным отражающим покрытием, которые имели бы одинаковые значения r по всему спектру. Практически добиться этого невозможно. В связи с этим предпочтительнее использовать пластинки без напыления. Однако наличие пластинок обуславливает двойное изображение полевой диафрагмы, поэтому приходится увеличивать ее толщину так, чтобы эти изображения не накладывались друг на друга. Если пластинка установлена под 45° к оси микроскопа, а направление колебаний в пучке света перпендикулярно плоскости падения, то от передней поверхности пластинки ($n=1,530$) отражается не более 10% света. Но надо учесть, что измерения R должны проводиться в монохроматическом свете, поэтому интенсивность отраженного света, попадающего на ФЭУ, будет незначительна.

Все эти вопросы требовали экспериментальной проверки возможностей описываемых систем применительно к измерениям.

R на микроскопических выделениях минералов. С этой целью автором была сконструирована установка «ПИОР», (Вяльсов, 1970, 1973), с помощью которой удалось разрешить многие из поставленных выше вопросов.

Оптическая схема установки «ПИОР» (прибор, измеряющий отражение, регистрирующий) показана на рис. 40. Для получения монохроматического излучения применен монохроматор 1 с дифракционной решеткой 600 штр/мм от спектрофотометра СФД-2. Источником излучения 2 служит лампа накаливания ОП-33 мощностью 9 Вт, работающая в режиме перекала. Монохроматический поток, выходящий из щели монохроматора, направляется осветительной системой, состоящей из линз 3, 4, 8, поляризатора 5 и призмы-ромба 10, на пластинку 11, установленную под 45° к оптической оси диафрагмы 9. В качестве полевой диафрагмы 9 используются три сменные точечные диафрагмы, обеспечивающие освещение объекта по принципу светового

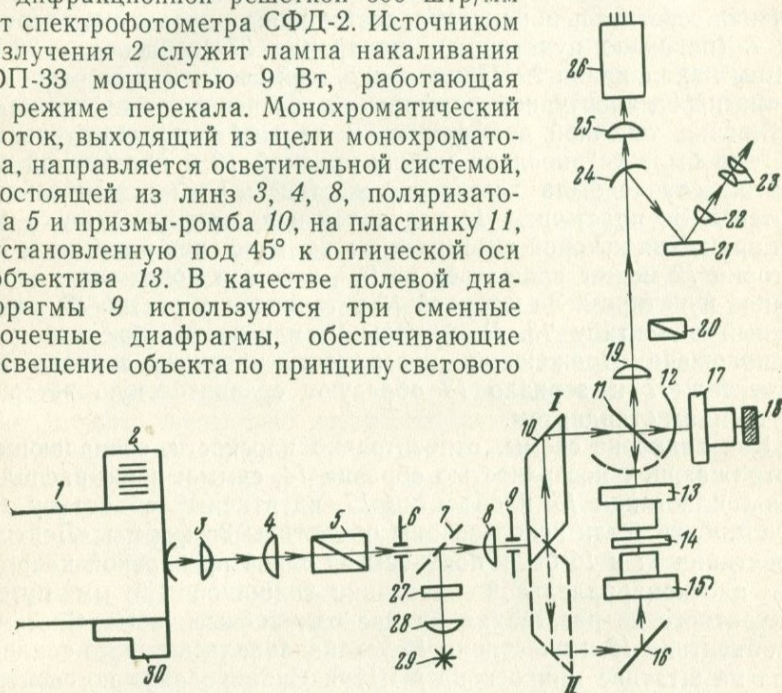


Рис. 40. Оптическая схема установки «ПИОР»:

1 — монохроматор; 2 — осветитель; 3, 4 и 8 — линзы осветительной системы; 5 — поляризатор; 6 — апертурная диафрагма; 7 — подвижное плоское зеркало; 9 — полевая диафрагма; 10 — призма-ромб; 11 и 16 — две идентичные пластинки; 12 — подвижная шторка; 13 — рабочий объектив; 14 — исследуемый эталон; 15 и 17 — объективы ве-вей сравнения; 18 — внутренний стандарт; 19 — тубусная линза; 20 — анализатор; 21 — плоское зеркало; 22 — объектив зрительной трубки; 23 — окуляр; 24 — зеркальная диафрагма; 25 — линза; 26 — фотоумножитель; 27 — поляризатор; 28 — конденсор; 29 — источник света; 30 — редуктор монохроматора

зонда. Апертурная диафрагма 6 регулируется с помощью микрометричного винта. Призма-ромб 10 может вращаться вокруг оптической оси монохроматора 1 на 180°, занимая положение I или II (показано пунктиром). Когда призма находится в положении I, то свет, отраженный от пластинки 11, проходит объектив 13 и падает на образец 14. Отраженный от образца свет вновь проходит объектив 13, пластинку 11, тубусную линзу 19 и падает на поверхность зеркальной диафрагмы 24

от насадки ФМЭ. Далее свет падает на плоское зеркало 21 и проходит объектив 22. Изображение зеркальной диафрагмы 24 рассматривается наблюдателем через окуляр 23. Вдвигной анализатор 20 позволяет вести исследования при параллельных и скрещенных николях. За зеркальной диафрагмой 24 установлена линза 25, проектирующая зрачок объектива 13 в плоскость фотокатода фотоумножителя 26. Для наблюдения образца в белом свете и выбора нужного участка используется дополнительная осветительная система, состоящая из подвижного зеркала 7 (показано пунктиром), поляроида 27, конденсора 28 и лампы накаливания 29. Применение этой системы и ее расположение перед апертурной диафрагмой обеспечивают постоянство юстировки точечной диафрагмы. В дальнейшем осветительная система была установлена между призмой 10 и пластинкой 11. В этом случае была достигнута жесткость всей осветительной системы. За пластинкой 11 находится непрозрачная шторка 12, ось вращения которой совпадает с осью вращения пластинки 11. Шторка 12 может вращаться на 90° , занимая положение, показанное пунктиром. За шторкой 12 установлен объектив 17, идентичный объективу 13. В фокальной плоскости объектива 17 расположена отражающая поверхность плоского зеркала 18. Объектив 17 и зеркало 18 образуют сравнительную ветвь с внутренним стандартом.

Как видно из схемы, относительно плоскости, совпадающей с отражающей поверхностью образца 14, симметрично расположены пластинка 16 и объектив 15, идентичный объективу 13. В установке были использованы объективы 3в фирмы «Лейтц». Пластинки 11 и 16 были получены из одной прозрачной кварцевой плоскопараллельной пластинки толщиной 1,5 мм путем аккуратного ее разрезания на две одинаковые части. Система из объектива 15 и пластинки 16 устанавливалась вместо конденсора на штативе микроскопа МИН-8. Сканирование по спектру осуществлялось посредством мотора с редуктором 30. Запись спектра отражения в области $420 \text{ нм} \div 750 \text{ нм}$ происходит за 2 мин. Ширина щели монохроматора была равна 1 мм и оставалась постоянной в процессе всех последующих измерений. Спектральная чистота излучения при такой ширине щели составляла 32 \AA .

Электрическая схема установки состояла из следующих блоков. На входе всей системы был установлен чешский электронный стабилизатор ST-2000. К нему были подключены высоковольтный блок питания ФЭУ, ВС-22, блок питания лампы накаливания СФД-2, блоки питания ВС-11 и ВС-26 к усилителю постоянного тока. Усилитель был собран на лампах 6Ж1П и 6Н1П по схеме двойного моста. Эта схема отличается высокой стабильностью и линейной зависимостью выходных сигналов от входных в широких пределах. Усиленный сигнал подавался либо

на вход гальванометра* с бегущей шкалой на 1000 делений (фирма «Карл Цейсс»), либо на вход самописца ЭПП-09.

Некоторые затруднения возникли при выборе фотоумножителя (ФЭУ). Было испробовано несколько типов ФЭУ: ФЭУ-27, ФЭУ-32, ФЭУ-51, ФЭУ-69 и ФЭУ-79. Наиболее пригодным для микроспектрофотометрических измерений оказался ФЭУ-79. Фотокатод его обладает высокой чувствительностью от 150 до 250 мкА/лм и значительным анодным усилением (до 1000 А/лм). Область спектральной чувствительности ФЭУ-79 простирается от 390 нм до 830 нм. Двойная стабилизация питания установки обеспечила низкий уровень шумов на выходе регистрирующей системы, что позволило уменьшить диаметр фотометрируемого участка до 10 мк. Диаметр освещаемого участка был выбран равным 30 мк.

На установке «ПИОР» были измерены абсолютные значения трех международных эталонов: кремния, карборунда и нейтрального стекла, аттестованных также и в Национальной физической лаборатории (НФЛ) Англии на установке гониометрического типа. Результаты этих измерений приведены в табл. 2. В графах таблицы, обозначенных «ПИОР», указаны средние значения R из пяти измерений, полученных в разное время, но при одинаковых условиях с одним и тем же напряжением на ФЭУ. Сравнение данных показывает их хорошую сходимости несмотря на то, что измерения были выполнены на совершенно разнотипных приборах. Закономерно, что с уменьшением значений R ошибка измерений возрастает, поскольку разрешающая способность самописца колебалась в пределах $0,3\% \div 0,5\%$ абс. Постоянный знак ошибок свидетельствует о том, что они по своей природе являются систематическими.

В процессе эксплуатации установки «ПИОР» была доказана возможность измерения абсолютных значений R прямым методом под микроскопом на участках диаметром 10 мк. Интенсивность монохроматического потока оказалась достаточно большой даже при использовании толстых прозрачных пластинок без напыления. Применение же внутреннего стандарта значительно повысило производительность измерений. Однако следует отметить, что юстировка оптических элементов доставляет значительные трудности, которые возможно были обусловлены тем, что установка собиралась из отдельных разнотипных узлов. Кроме того, однолучевой метод измерений требует повышенной стабильности всех электрических параметров, что неизбежно усложняет электронную схему и удорожает стоимость прибора, поэтому установки подобного рода должны использоваться только для решения метрологических задач, т. е. для аттестации эталонов.

* В настоящее время вместо гальванометра используется цифровой вольтметр Ф-30.

Абсолютные значения R для нейтрального стекла, карборунда и кремния, полученные в НФЛ (Англия)
и в ИГЕМ (СССР) на установке «ПИОР»

Длина волн, нм	Кремний				Карборунд				Нейтральное стекло			
	НФЛ R_1	«ПИОР» R_2	ΔR , абс. %	ΔR , отн. %	НФЛ R_1	«ПИОР» R_2	ΔR , абс. %	ΔR , отн. %	НФЛ R_1	«ПИОР» R_2	ΔR , абс. %	ΔR , отн. %
440	42,9	43,4	-0,5	-1,17	21,1	22,0	-0,9	-4,25	4,56	4,7	-0,14	-3,07
460	41,2	41,1	+0,1	+0,23	20,9	21,4	-0,5	-2,4	4,54	4,4	+0,14	+3,09
480	39,9	39,5	-0,4	-1,0	20,8	21,0	-0,2	-0,96	4,52	4,0	-0,52	-11,5
500	38,8	38,3	0,5	1,29	20,6	20,6	0,0	0,0	4,50	4,0	0,5	11,1
520	37,9	37,4	0,5	1,32	20,5	20,2	0,3	1,47	4,48	4,0	0,48	10,7
540	37,1	36,7	0,4	1,08	20,4	19,8	0,6	2,94	4,47	4,0	0,47	10,5
560	36,5	36,1	0,4	1,1	20,3	19,8	0,5	2,46	4,45	4,0	0,45	9,9
580	35,9	35,6	0,3	0,84	20,2	19,9	0,3	1,49	4,44	4,0	0,44	9,9
600	35,5	35,1	0,4	1,13	20,1	19,9	0,2	0,99	4,43	4,0	0,43	9,7
620	35,0	34,8	0,2	0,57	20,0	19,8	0,2	1,00	4,42	4,0	0,42	9,5
640	34,7	34,5	0,2	0,58	20,0	19,8	0,2	1,00	4,41	4,0	0,41	9,3
660	34,4	34,4	0,0	0,0	20,0	19,8	0,2	1,00	4,40	3,9	0,50	11,4
680	—	34,2	—	—	—	19,6	—	—	—	3,9	—	—
700	—	33,9	—	—	—	19,6	—	—	—	4,0	—	—
720	—	33,7	—	—	—	19,6	—	—	—	3,9	—	—
740	—	33,5	—	—	—	19,4	—	—	—	3,7	—	—
800	—	33,5	—	—	—	19,0	—	—	—	3,5	—	—

Проведение детального анализа возможных систематических погрешностей приборов типа «ПИОР», построенных по зеркально-симметричной схеме, показало, что имеется один, наиболее существенный источник ошибок, который очень трудно исключить и рассчитать, поскольку он специфичен именно для измерений R под микроскопом. Здесь имеется в виду влияние светового потока, отраженного от фронтальной и других линз объектива в сторону отражающей поверхности образца. Этот поток вторично отражается от образца и вместе с основным потоком попадает на ФЭУ. Более подробно это явление будет рассмотрено в следующей главе, здесь же необходимо отметить то обстоятельство, что для устранения указанной погрешности между фотоприемником и образцом не должно быть никаких отражающих поверхностей, параллельных отражающей плоскости образца, причем и поверхность фотоприемника должна быть наклонена к ней. Во всех системах, которые были рассмотрены выше, это условие не выполняется, т. е. они принципиально непригодны для прецизионных измерений R эталонов, поэтому рассмотрим конструктивные особенности устройств, предназначенных для особо точных измерений R эталонов в воздухе и иммерсии.

СИСТЕМЫ ДЛЯ ПРЕЦИЗИОННОГО ИЗМЕРЕНИЯ АБСОЛЮТНЫХ ЗНАЧЕНИЙ КОЭФФИЦИЕНТОВ ОТРАЖЕНИЯ В ВОЗДУХЕ И ИММЕРСИИ ПРИ НОРМАЛЬНОМ ПАДЕНИИ СВЕТА

Оптическая схема одной из таких систем показана на рис. 41, в основе ее лежит несколько видоизмененная схема Шоу и Блевина (см. рис. 36). Слабосходящийся пучок света объективом $Об_1$ направляется на пластинку $П_1$, установленную под 45° к оси объектива. Часть света отражается от пластинки и падает на исследуемый образец $Эт$. Нормаль к отражающей поверхности образца $Эт$ перпендикулярна к оптической оси объектива $Об_1$, а поверхность его удалена от оптической оси на расстояние O_1M_1 . Пусть коэффициент отражения пластинки $П_1$ равен r_1 . Обозначим реальный коэффициент отражения образца через $R_{ист}$. Измеренный коэффициент отражения обозначим через R_A , если образец находится в положении A . Когда из объектива $Об_1$ выходит световой поток Φ_0 , то на образец падает поток, равный $\Phi_0 \cdot r_1$. Отраженный поток проходит пластинку $П_1$ и зеркалом $З_1$ направляется на поверхность фотокатода ФЭУ. При коэффициенте отражения зеркала $З_1$, равном ρ_1 , на ФЭУ падает поток, равный

$$\Phi_0 \cdot r_1 \cdot R_{ист} (1 - r_1) \rho_1.$$

Сравнительная ветвь образована пластинками $П_1$, $П_2$ и зеркалом $З_2$. Расстояния O_1M_1 , O_1M_3 и M_3O_2 равны. Пластинки $П_1$, $П_2$ идентичны и расположены симметрично относительно точки M_3 , т. е. объектив $Об_1$ проектирует изображение полевой

диафрагмы (не показана) на отражающую поверхность образца в плоскость, проходящую через M_3^* .

Коэффициенты отражения пластинки Π_2 и зеркала Z_2 будут соответственно r_2 и ρ_2 . На ФЭУ падает поток, равный $\Phi_0(1 - r_1)r_2 \cdot \rho_2$. Найдем величину R_A :

$$R_A = \frac{\Phi_0 \cdot r_1 \cdot R_{\text{ист}} (1 - r_1) \rho_1}{\Phi_0 (1 - r_1) r_2 \rho_2} = \frac{R_{\text{ист}} r_1 \rho_1}{r_2 \rho_2}. \quad (85)$$

Из формулы (85) следует, что для определения $R_{\text{ист}}$ надо знать отношение $\frac{r_1 \cdot \rho_1}{r_2 \cdot \rho_2}$. Не нарушая расположения всех оптических

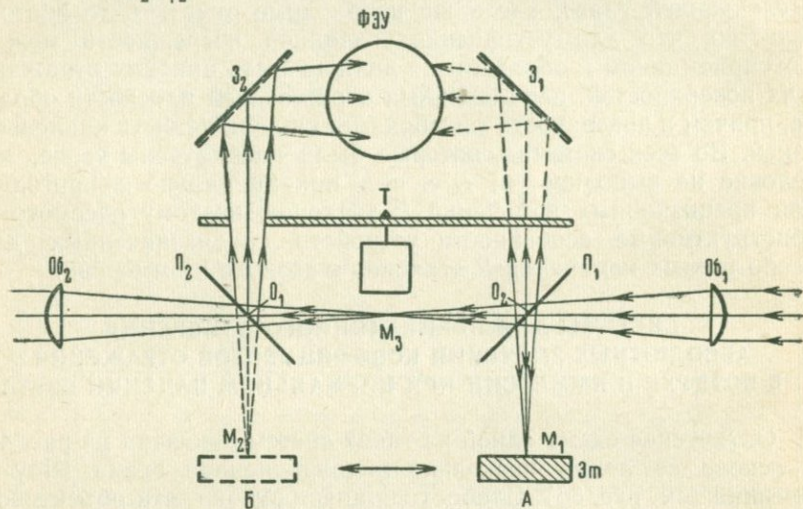


Рис. 41. Оптическая система для прецизионного измерения R в воздухе при нормальном падении света:

Об₁ и Об₂ — идентичные объективы; П₁ и П₂ — идентичные прозрачные пластинки; З₁ и З₂ — плоские зеркала; Эт — исследуемый образец; ФЭУ — фотоумножитель; Т — модулятор

элементов, передвинем образец из положения А в Б. Установим соосно с Об₁ объектив Об₂. Пусть из объектива Об₂ выходит поток Φ'_0 . Тогда для коэффициента отражения образца R_B имеем следующее выражение:

$$R_B = \frac{\Phi'_0 \cdot r_2 \cdot R_{\text{ист}} (1 - r_2) \rho_2}{\Phi'_0 (1 - r_2) \cdot r_1 \cdot \rho_1} = R_{\text{ист}} \cdot \frac{r_2 \cdot \rho_2}{r_1 \cdot \rho_1}. \quad (86)$$

Измеряя R образца в двух положениях (А и Б), мы получаем два значения R_A и R_B , где

$$\left. \begin{aligned} R_A &= \frac{R_{\text{ист}} \cdot r_1 \rho_1}{r_2 \rho_2} \\ R_B &= \frac{R_{\text{ист}} \cdot r_2 \cdot \rho_2}{r_1 \rho_1} \end{aligned} \right\} \quad (87)$$

* Для простоты изложения полагаем, что толщина пластинок очень мала, т. е. двоекном изображении полевой диафрагмы можно пренебречь.

Из совокупности этих уравнений найдем величину $R_{\text{ист}}$

$$R_{\text{ист}} = \sqrt{R_A \cdot R_B}. \quad (88)$$

Следовательно, описанная система позволяет исключить систематические ошибки, связанные с неидентичностью оптических характеристик обеих ветвей.

Величины Φ_0 и Φ'_0 в расчеты не входят, однако желательно, чтобы в Об₁ и Об₂ направлялся один и тот же световой поток. Для этой цели может быть использован коленчатый осветитель, устройство которого показано на рис. 42, а и б. Применение

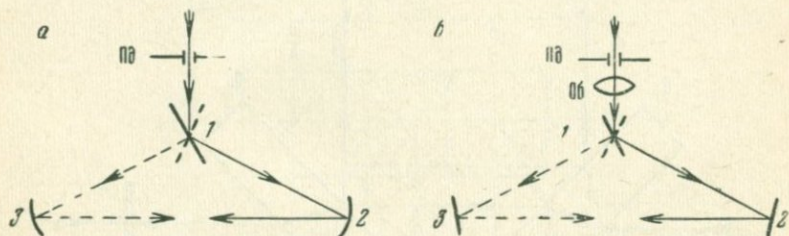


Рис. 42. Оптическая схема двухлучевого коленчатого осветителя:

а — осветитель с вогнутыми сферическими зеркалами 2 и 3 в качестве объективов;
б — осветитель с плоскими зеркалами 2 и 3; Пд — полевая диафрагма; 1 — поворотное плоское зеркало; Об — объектив

вогнутых зеркал в качестве объективов позволяет избавиться от хроматических aberrаций, а так как увеличение близко к 1, то влияние других aberrаций невелико. На рис. 42, б показана другая конструкция осветителя. Между полевой диафрагмой Пд и поворотным зеркалом 1 установлены ахроматический объектив Об, 2 и 3 — плоские зеркала. При работе в различных частях спектра объективы могут меняться. Применение коленчатого осветителя в сочетании с двумя идентичными пластинками позволяет использовать систему для дифференциальных измерений R двух эталонов или образцов. Для этого необходимо лишь автоматически колебать поворотное зеркало 1 (см. рис. 42). При обычных измерениях R используется либо модулятор с прорезями T (см. рис. 41), либо две колеблющиеся шторки. Последняя комбинация предпочтительнее, поскольку шторки перекрывают наиболее узкие световые пучки.

В системе, показанной на рис. 41, 42 имеет место механическое перемещение двух оптических элементов. Во-первых, вращается поворотное зеркало 1 (рис. 42, а). Но оно направляет один и тот же световой поток как в рабочую ветвь, так и в ветвь сравнения, поэтому погрешности, обусловленные его вращением, не будут сказываться на результатах измерений R . Во-вторых, необходимо устанавливать эталон в двух положениях А и Б. В этом случае возникают погрешности, зависящие от степени изменения наклона отражающей плоскости эталона при его

перемещении. Они могут быть сведены к минимуму, если эталон выполнен в виде плоскопараллельной пластинки и перемещается по плоской поверхности. Кроме того, проведение серии измерений при разных углах поворота эталона относительно нормалей O_1M_1 и O_2M_2 позволяет исключить систематическую погрешность за счет наклона.

Рассмотрим более детально явления, возникающие при прохождении света через пластинки Π_1 и Π_2 . Обратимся к рис. 43. Луч S^* после отражения и преломления в пластинке (толщина

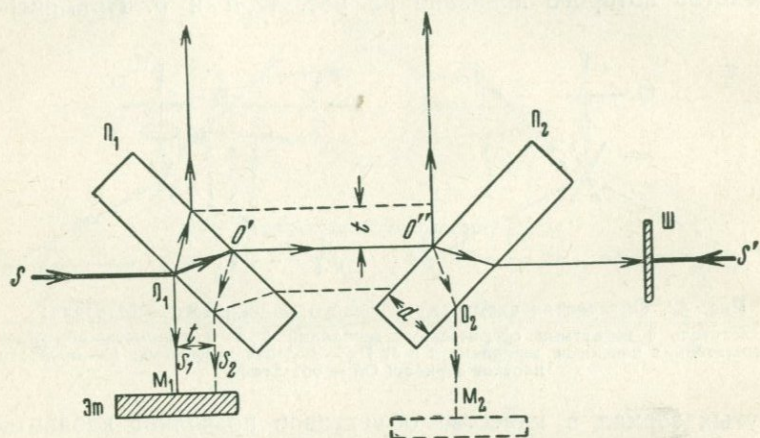


Рис. 43. Отражение света от плоскопараллельной пластинки: Π_1 и Π_2 — полупрозрачные пластинки; $Эт$ — исследуемый эталон; $Ш$ — непрозрачная шторка; S — падающий световой пучок

пластинки d) расщепляется на два: S_1 и S_2 . Если пластинки изготовлены из стекла с $n=1,515$, то расщепление t составит величину порядка $0,75 d$. При $d=0,2$ мм, $t=0,15$ мм. Когда изображение полевой диафрагмы достаточно велико ($>0,5$ мм), то величиной t можно пренебречь, тем более, что на ФЭУ падает весь световой поток, отраженный от образца. Оптические длины путей для лучей S_1, S_2 отличаются на величину t , порядок которой и определяет систематическую погрешность описываемой схемы. При малой толщине пластинок ($d=0,1 \div 0,2$ мм) этой ошибкой можно пренебречь, но при необходимости ее можно учесть и исключить, поскольку все габаритные размеры устройства и дисперсия показателя преломления пластинок всегда могут быть определены с необходимой точностью.

Таким образом, данная система позволяет получить более точные значения R , чем любая другая, поскольку ряд ошибок исключается, а систематическая погрешность самой системы

* С целью упрощения выбран луч, совпадающий с оптической осью объектива.

(происхождение и порядок величины) известна, т. е. проблема аттестации эталонов, диаметр аттестуемой площадки которых составляет величину $\approx 0,5$ мм и более, может считаться решенной. В случае измерений R на участках диаметром $\ll 0,5$ мм величиной t пренебрегать нельзя. Поэтому приходится увеличивать толщину пластинок с тем, чтобы развести лучи S_1 и S_2 на большое расстояние. Используя непрозрачные экраны и светопоглощающие покрытия, луч S_2 устраниют или ослабляют до

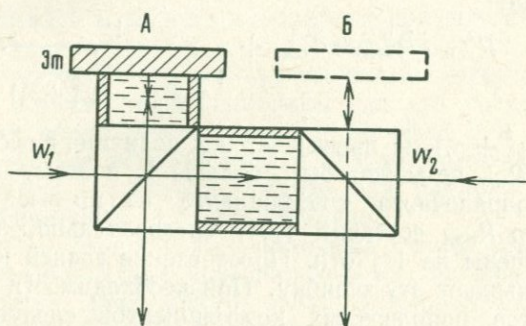


Рис. 44. Оптическая система для прямых измерений R в иммерсии:

W_1 и W_2 — светоделительные кубики; Et — эталон; А и Б — два положения эталона при измерениях R

нужной величины. Расстояние между пластинками уменьшают на величину t или вводят поправочные коэффициенты. Следуя по этому пути и применяя специальные объективы с большим рабочим расстоянием, можно значительно уменьшить диаметр аттестуемой площадки.

Оптическая схема устройства для измерений R в иммерсии показана на рис. 44. Здесь пластинки заменены светоделительными кубиками W_1 и W_2 . Между кубиками имеется слой иммерсионной жидкости, толщина которого вдвое больше толщины слоя жидкости между кубиком и эталоном Et . В этой системе проведение измерений при двух положениях эталона совершенно необходимо, так как коэффициенты пропускания и отражения кубиков сделать одинаковыми практически невозможно. Если в системе использовать кубики без просветления граней, то измеренная величина $R_{изм}$ эталона в иммерсии будет равна (эталон находится в положении А):

$$R_{изм} = \left[R_{ист} \frac{(1 + R_{ист} \tau_1^2 r)}{(1 + R_{ист} \rho_1^2 r)} + \frac{\rho_2^2 \cdot r}{1 + R_{ист} \rho_1^2 \cdot r} \right], \quad (89)$$

где $R_{ист}$ — истинная величина R эталона в иммерсии; τ_1 и ρ_1 — коэффициенты пропускания и отражения первого кубика; ρ_2 — коэффициент отражения второго кубика; r — коэффициент

тражения кубика на границе стекло — воздух. После измерений R при двух положениях эталона имеем следующее выражение:

$$R_{\text{изм}}^A \cdot R_{\text{изм}}^B = R_{\text{ист}}^2 \cdot \underbrace{\frac{1 + R_{\text{ист}} \cdot r (\tau_1^2 + \tau_2^2)}{1 + R_{\text{ист}} \cdot r (\rho_1^2 + \rho_2^2)}}_{(a)} + \frac{R_{\text{ист}} \cdot r (\rho_1^2 + \rho_2^2)}{1 + R_{\text{ист}} \cdot r (\rho_1^2 + \rho_2^2)}. \quad (90)$$

Величина (а) в уравнении (90) близка к 1 и ею можно пренебречь, тогда:

$$R_{\text{изм}}^A \cdot R_{\text{изм}}^B = R_{\text{ист}}^2 + \frac{1}{1 + \frac{1}{R_{\text{ист}} \cdot r (\rho_1^2 + \rho_2^2)}}. \quad (91)$$

Сумма $(\rho_1^2 + \rho_2^2)$ не превышает 0,5, величина r составляет обычно 0,04, а $R_{\text{ист}}$ не может быть больше 1, поэтому максимальная величина поправочного коэффициента не превысит 0,02. Если $R_{\text{ист}} = 1$, то $R_{\text{изм}}$ составит 1,01, следовательно, значения $R_{\text{ист}}$ будут завышены на 1% отн. Просветление граней кубика значительно уменьшают эту ошибку. При необходимости более детальных расчетов поправочных коэффициентов следует учитывать апертуру светового пучка, отражение света на границе стекло — иммерсия, а также дисперсию величин τ , ρ и r . Однако принципиально важен тот факт, что мы не можем измерять R эталонов в иммерсии точнее (или с той же точностью), чем в воздухе, поскольку в расчетные формулы типа (90) входят величины ρ_1 и ρ_2 , которые определяются экспериментально.

Применение светоделительных кубиков значительно повышает коэффициент использования светового потока и устраняет эффект двоения, поэтому можно уменьшить размер фотометрируемой площадки. К сожалению, иммерсионные объективы с большим рабочим расстоянием отсутствуют, а длиннофокусные объективы типа ОСФ не обеспечивают высокого качества изображения, но с их помощью все же возможно определение величины R в иммерсии на площадках диаметром до 50 мкм.

В основе вышеописанного комплекса установок, предназначенных для измерений R в воздухе и иммерсии при нормальном падении света, лежат наиболее простые и надежные оптические схемы с минимальным количеством подвижных оптических элементов. Возможно, что найденные варианты являются оптимальными, т. е. ни одна из других известных систем не может обеспечить более высокой точности измерений, если иметь в виду систематические ошибки, обусловленные именно самой оптической схемой, а не отсчетно-регистрирующими блоками, которые могут быть приспособлены одинаково успешно к любой системе. В связи с этим дальнейшее усовершенствование аппаратуры для микроспектрофотометрических исследований минералов заключается в улучшении параметров фотоприемников и источников света; рациональном выборе отсчетно-регистрирую-

ших систем, которые обеспечивали бы высокую воспроизводимость результатов в большом динамическом диапазоне и широкой спектральной области; применении счетно-решающих устройств для автоматического введения поправок и т. д. Но все эти вопросы требуют специального рассмотрения.

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТОВ ОТРАЖЕНИЯ ПРИ НАКЛОННОМ ПАДЕНИИ СВЕТА

Из измерений R в воздухе и иммерсии при нормальном падении оптические постоянные n и k рассчитываются достаточно просто. Однако представляют несомненный интерес и методы измерения R в воздухе при наклонном падении, поскольку новая величина дает возможность уточнить значения n и k , а в ряде случаев может быть использована и для диагностических целей, так как спектры отражения, снятые при наклонном падении света, специфичны для каждого минерала.

На рис. 45, *а, б* показаны различные схемы устройств для прямых измерений R при угле падения 45° , но они применимы в общем случае для любого угла. В первой системе (см. рис. 45, *а*) световой пучок S частично отражается от пластинки Π_1 , частично проходит сквозь нее. Отраженный пучок падает на поверхность эталона Эт , отражается, проходит сквозь пластинку Π_1 и попадает на поверхность фотоприемника ФЭУ.

Расстояние между пластинкой Π_1 и поверхностью эталона равно l . Параллельно пластинке Π_1 на расстоянии $2l$ установлена пластинка Π_2 , идентичная Π_1 . Световой пучок, прошедший Π_1 , отражается от Π_2 и попадает на катод ФЭУ. Световые пучки перекрываются модулятором либо вблизи ФЭУ, либо колеблющейся шторкой (показаны пунктиром) вблизи пластинки Π_1 , которая разрезается тогда на две части. В этой системе нет ни одного подвижного оптического элемента, что является главным ее преимуществом, но надо учитывать эффекты двоения, вносимые пластинками.

Другая система показана на рис. 45, *б*. Вместо пластинок установлены две идентичные призмы полного внутреннего отражения Π_1 и Π_2 . Призма Π_1 перемещается перпендикулярно плоскости рисунка, тем самым на ФЭУ поочередно направляются световые потоки из рабочей ветви и ветви сравнения. Эффекты двоения в такой схеме отсутствуют, но имеется один подвижный оптический элемент. Вместо призм могут быть использованы зеркала или толстые прозрачные пластинки (отражение от первой грани). Введение призм и зеркал значительно увеличивает коэффициент использования светового потока, а отсутствие эффекта двоения позволяет уменьшить диаметр измеряемой площадки. В конечном итоге точность измерений будет зависеть от качества выполнения оптического переключателя и идентичности оптических характеристик используемых элементов.

В обеих схемах требуются объективы с большим рабочим расстоянием, а апертура падающего пучка должна быть достаточно малой, так как на ФЭУ падает расходящийся пучок. Установка поляризатора при этом обязательна, так как определяется либо R_s -компонента, либо R_p -компонента.

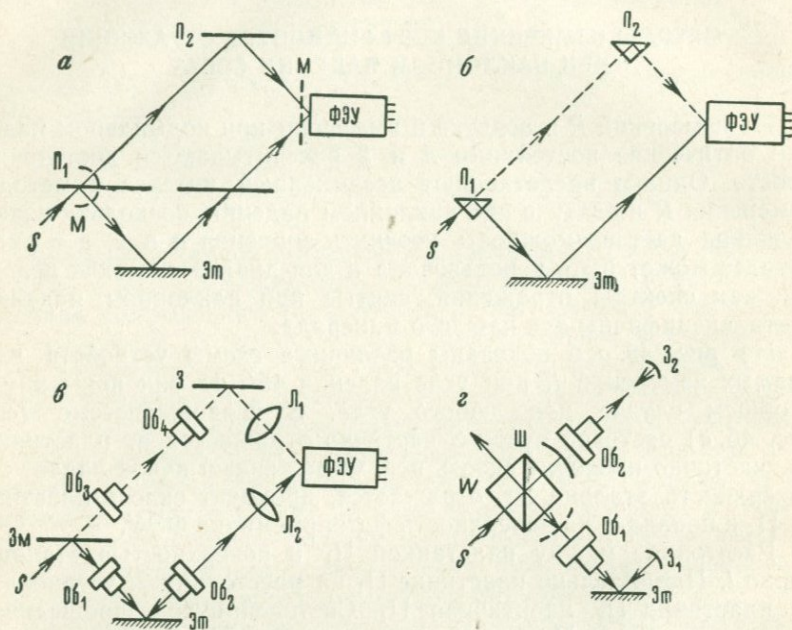


Рис. 45. Оптические системы для прямых измерений R при наклонном падении:

a — система с полупрозрачными пластинками P_1 и P_2 : Эт — эталон; М — модулятор; ФЭУ — фотоумножитель; S — падающий поток; *б* — система с призмами полного внутреннего отражения P_1 и P_2 ; P_1 — призма-модулятор; *в* — система с четырьмя микрообъективами: Ob_1 и Ob_2 — объективы рабочей ветви; Ob_3 и Ob_4 — объективы ветви сравнения; Z — плоское зеркало в ветви сравнения; Z_m — плоское зеркало-модулятор; L_1 и L_2 — тубусные линзы; *г* — система с двумя микрообъективами для измерения R ; Ob_1 — объектив рабочей ветви; Ob_2 — объектив ветви сравнения; Z_1 и Z_2 — вогнутые зеркала; W — светоделительный кубик; Ш — шторка-модулятор

На основе схем для прямых измерений R при наклонном падении могут быть созданы двухлучевые микроспектрофотометры для сравнительных измерений, как показано на рис. 45, *в* и *г*. В первой системе (см. рис. 45, *в*) установлены четыре микрообъектива $Ob_1 \div Ob_4$ (строгой идентичности их оптических характеристик не требуется, так как система предназначена для сравнительных измерений), два зеркала Z и Z_m и две линзы L_1 и L_2 , проектирующие на катод ФЭУ изображения зрачков микрообъективов. Зеркало Z_m является оптическим переключателем.

В системе, изображенной на рис. 45, *г*, имеются только два микрообъектива Ob_1 и Ob_2 , светоделительный кубик W и два

сферических зеркала Z_1 и Z_2 , установленных на двойном фокусном расстоянии от предметной плоскости. Прерывание потоков осуществляется колеблющейся шторкой Ш. Так как в этом устройстве измеряется величина R^2 , то оно предназначено в основном для исследования высокоотражающих объективов.

Схемы, показанные на рис. 45, наиболее просты, так как в них подвижные оптические элементы либо вовсе отсутствуют, либо имеется только один подвижный элемент, играющий роль переключателя световых пучков. Другие схемы в конструктивном отношении более сложные.

ТОЧНОСТЬ ИЗМЕРЕНИЙ КОЭФФИЦИЕНТОВ ОТРАЖЕНИЯ В РУДНОЙ МИКРОСКОПИИ

К настоящему времени накоплен большой фактический материал по оптическим свойствам рудных минералов, в том числе и по спектрам отражения в видимой области. Однако величины R , приводимые разными авторами для одного и того же минерала, часто не совпадают, причем расхождения достигают 15—20% отн., а иногда и более. Противоречивость данных затрудняет их сопоставление, а в ряде случаев дискредитирует и возможности оптических методов, несмотря на появление относительно совершенных приборов. Только сопоставимые результаты имеют наибольшую ценность для рудной микроскопии.

Причины расхождений результатов измерений R , опубликованных в литературе, весьма сложны и обусловлены действием ряда факторов, зависящих от аттестации эталонов, погрешностей используемой аппаратуры, условий измерений, качества полировки образцов и т. п. Поэтому была создана Международная комиссия по рудной микроскопии, по ее инициативе введена единая серия эталонов, приняты решения по стандартизации условий измерений и ряд других предложений, что имеет весьма важное значение для дальнейшего развития фотоэлектрических методов измерения оптических свойств. Стало очевидным, что получение сопоставимых данных зависит от того, насколько детально изучены источники появления ошибок и способы их исключения или учета.

Вопросы оценки точности измерений коэффициента отражения рассматриваются во многих работах. К числу наиболее интересных зарубежных работ следует отнести статьи С. Бауи (Bowie, 1957), Пиллера (Piller, 1964, 1967), С. Демирсоя (Demirsoy, 1968), Роблина (Roblin, 1963), Эренберга (Ehrenberg, 1964), Галопина, Генри, 1975, а также ряд других, ссылки на которые приведены в обзоре автора (Вяльсов, 1969). Должное внимание этим вопросам уделяют и советские исследователи. Здесь необходимо отметить ряд работ П. С. Бернштейна с соавторами, опубликованные в 1969 и 1970 гг., руководство (Шумская, Клейнбок и Александрова, 1971), исследования (Рябева, 1969), (Иванова, 1974).

Учитывая, что вопросы повышения точности измерений имеют в рудной микроскопии первостепенное значение, а результаты исследований изложены во многих работах, автор счел необходимым вновь рассмотреть* и проанализировать то новое, что предложено специалистами за последние годы, а также обратить внимание на задачи, решение которых будет способствовать усовершенствованию количественных методов.

ОСНОВНЫЕ ПОНЯТИЯ МЕТРОЛОГИИ ПРИМЕНИТЕЛЬНО К ОЦЕНКЕ ТОЧНОСТИ ПРИБОРОВ И РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Основной характеристикой любого прибора, предназначенного для проведения каких-либо физических измерений, является его точность. Реальный прибор (в нашем случае микрофотометр) не позволяет абсолютно точно определить измеряемую величину, т. е. выполненные измерения не свободны от ошибок или погрешностей. Именно погрешность измерений и определяет точность получаемой информации об исследуемом свойстве или параметре. В технической литературе пока отсутствует единая терминология по оценке точности приборов и конечных результатов, что затрудняет выбор правильных терминов и единых обозначений. Поэтому в данной работе будут использоваться термины и понятия, получившие наибольшее распространение в метрологии.

Определение величины R , как было показано выше, может быть осуществлено несколькими методами измерений с присущими им ошибками или погрешностями. Поэтому окончательный результат измерения коэффициента отражения $R_{\text{изм}}$ включает в себя истинный коэффициент отражения $R_{\text{ист}}$, сумму систематических ошибок $\Sigma\gamma_m$, присущих выбранному методу измерений и сумму случайных ошибок $\Sigma\alpha_m$, т. е.

$$R_{\text{сум}} = R_{\text{ист}} + \Sigma\gamma_m + \Sigma\alpha_m. \quad (92)$$

Систематические ошибки характеризуются тем, что при унифицированных условиях измерений они входят постоянной величиной в любой результат независимо от места и времени измерений. Некоторая специфика фотометрических измерений позволяет отнести к систематическим ошибкам и такие, величина которых в процессе измерений меняется по определенному закону (например утомляемость фотокатода ФЭУ). Случайные ошибки меняются от измерения к измерению, принимая положительные и отрицательные значения, хотя метод и условия измерений остаются постоянными. Чтобы представлять порядок

* Частично вопросы оценки точности измерений R освещены в работе автора (Вяльсов, 1970), но за последние пять лет были получены новые данные, представляющие несомненный интерес как для начинающих специалистов, так и для более опытных исследователей.

ошибок, необходимо знать величины $\Sigma\gamma_m$ и $\Sigma\alpha_m$. Поэтому при сравнении устройств для измерений R необходимо прежде всего обращать внимание на возможные источники систематических ошибок, поскольку в этом случае $\Sigma\gamma_m$ можно определить (хотя и приближенно) и соответствующим образом исключить.

Таким образом, порядок случайных ошибок определяет воспроизводимость измерений, а совокупность систематических измерений — их достоверность. Под точностью измерений следует понимать как их воспроизводимость, так и достоверность.

Измерения R проводятся с помощью конкретных приборов. Однако приборы не могут быть выполнены абсолютно идентичными. Поэтому при одном и том же методе измерений на однотипных или разнотипных приборах погрешности измерений зависят и от погрешностей приборов, т. е. суммарная погрешность результата будет определяться суммой составляющих погрешностей метода измерений и ошибок того прибора, с помощью которого эти измерения выполняются. Под точностью определения величины R мы будем подразумевать эту суммарную погрешность. При этом погрешность прибора в соответствии с формулой (92) также складывается из систематических ($\Sigma\gamma_n$) и случайных ошибок ($\Sigma\alpha_n$). В общем случае имеем следующее уравнение:

$$R_{\text{изм}} = R_{\text{ист}} + \Sigma\alpha_m + \Sigma\gamma_m + \Sigma\alpha_n + \Sigma\gamma_n. \quad (93)$$

Точность прибора может быть выше точности метода и, наоборот, — прибор не реализует возможностей метода.

Закон сложения частных случайных ошибок описывается выражением

$$\alpha_{\text{сл}} = \sqrt{\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + \dots + \alpha_n^2} = \sqrt{\sum_{i=1}^{i=n} \alpha_i^2}, \quad (94)$$

где $\alpha_1, \alpha_2 \dots \alpha_n$ — частные случайные ошибки, а $\alpha_{\text{сл}}$ — предельная случайная ошибка.

Закон сложения систематических ошибок описывается следующим уравнением:

$$\gamma_{\text{сист}} = \gamma_1 + \gamma_2 + \dots + \gamma_n = \sum_{i=1}^{i=n} \gamma_i. \quad (95)$$

Слагаемые в этом уравнении есть частные систематические ошибки, суммирующиеся алгебраически.

Ошибки могут быть абсолютными или относительными. Абсолютная ошибка $\epsilon_{\text{абс}}$ есть разность между истинным значением величины коэффициента отражения $R_{\text{ист}}$ и измеренным коэффициентом $R_{\text{изм}}$:

$$\epsilon_{\text{абс}} = R_{\text{ист}} - R_{\text{изм}}. \quad (96)$$

Размерность $\epsilon_{\text{абс}}$ такая же, как у величины R .

Относительная ошибка $\epsilon_{\text{отн}}$ есть отношение абсолютной ошибки к значению измеряемого коэффициента отражения:

$$\epsilon_{\text{отн}} = \frac{\epsilon_{\text{абс}}}{R_{\text{ист}}} \approx \frac{\epsilon_{\text{абс}}}{R_{\text{изм}}} \quad (97)$$

Относительная ошибка — величина безразмерная, но ее тоже выражают в процентах, добавляя слово относительные (отн).

Работоспособность микрофотометров будем характеризовать его надежностью. Надежность определяется сохранением всех основных характеристик в процессе эксплуатации прибора. Главным фактором, от которого зависит надежность, является постоянство всех систематических погрешностей. Если $\gamma_{\text{сист}}$ изменяется, то это означает, что измерения ненадежны, хотя воспроизводимость прибора может быть удовлетворительной. В том случае, когда воспроизводимость результатов явно ухудшается по сравнению с паспортными данными, прибор следует считать неисправным. Надежность работы прибора устанавливается при его поверке по эталонам или другими методами испытаний, в процессе которых выявляются реальные значения погрешностей. Так как возможны разные способы проведения поверок, то для оценки их вводится такое понятие, как достоверность метода поверки или его качество. Качество поверки должно быть таким, чтобы оно могло обеспечить требуемую достоверность результатов при исследовании конкретных свойств.

Надежность прибора, воспроизводимость и достоверность результатов — понятия, которые имеют весьма важное значение для последующих сопоставлений данных, полученных разными исследователями. Между тем одни авторы, исследующие оптические свойства рудных минералов, употребляют термин — точность измерений, другие — воспроизводимость, не замечая существенных различий между ними. На наш взгляд, представляется более правильным приводить сведения о воспроизводимости результатов, которые характеризуют случайные ошибки для данной установки, поскольку исследователи, как правило, не знают своих систематических погрешностей. Увеличение числа замеров и другие способы уменьшения влияния случайных ошибок не дают возможности уменьшить ошибки систематические, нахождение которых особенно затруднительно. Поэтому точность измерений зависит от того, насколько детально изучены источники появления систематических ошибок и способы их исключения. В свою очередь, разработка регистрирующих микро-спектрофотометров приводит к необходимости учета нового вида погрешностей как систематических, так и случайных. Источники этих погрешностей могут быть установлены из анализа точностных характеристик двухлучевых спектрофотометров. Это в полной мере относится и к приборам для аттестации эталонов. Однако необходимо составить хотя бы краткое представление

о той совокупности погрешностей (главным образом, систематических), которая возникает при измерениях и обуславливает плохую сходимость результатов.

Как уже отмечалось, к систематическим относят такие ошибки, каждая из которых является постоянной для некоторой серии измерений или изменяется в процессе измерения по определенному закону. В соответствии с этим различают постоянные и переменные систематические ошибки. Систематические ошибки могут возникать случайно, и это обстоятельство надо иметь в виду при оценке достоверности результатов измерений. По происхождению систематические ошибки можно подразделить на несколько групп.

1. Приборные ошибки обусловлены конструктивными особенностями используемой аппаратуры, ее калибровкой и степенью надежности. Источники ошибок этой группы наиболее многочисленны, поэтому теоретический анализ систематических приборных погрешностей позволяет оценить их вклад в суммарную ошибку измерений и дает возможность разработать методические приемы, повышающие достоверность результатов.

2. Ошибки образца возникают вследствие его установки на опорную плоскость прибора. Кроме того, они зависят от способов механической полировки, которая приводит к искажению оптических свойств в тонком слое. Эта разновидность ошибок при фотометрических измерениях является весьма существенной.

3. Ошибки эталонов — также важный источник систематических погрешностей, так как в основе измерений R под микроскопом лежат сравнительные методы.

Достоверность данных эталонов определяет максимальный предел точности измерений оптических констант минералов. Однако основные ошибки, возникающие при аттестации эталонов, входят в перечисленные группы.

4. Личные ошибки зависят от индивидуальных особенностей исследователя, от уровня его квалификации, от комплекса тех методических приемов, которыми он пользуется при измерениях R .

К этой группе следует отнести и личную ошибку, возникающую при визуальных методах оценки R . В случае объективных методов регистрации R роль личной ошибки значительно уменьшается. Кроме того, при сопоставлении результатов измерений, полученных разными авторами, можно полагать, что личная ошибка из разряда систематических перейдет в разряд случайных.

5. Ошибки метода и теоретические ошибки обусловлены недостаточным знанием и неполным учетом всех причин, влияющих на достоверность получаемых результатов. Роль ошибок, входящих в эту группу, будет выясняться лишь в процессе развития общих теоретических представлений микроспектрофотометрии и по мере обобщения полученного экспери-

ментального материала. Однако большинство факторов, влияющих на точность измерений, уже известно, поэтому общий вклад ошибок этой группы в предельную систематическую погрешность будет, по-видимому, достаточно мал.

Каждому результату измерения присуща и своя вполне определенная случайная ошибка. Величина и знак именно этой ошибки обычно не известны, но можно предположить, что случайная ошибка не выходит за некоторые пределы, которые находят, располагая данными, относящимися к серии равноточных измерений, т. е. выполненных на одном приборе в одинаковых условиях и для одного и того же объекта. С увеличением числа измерений роль случайных ошибок уменьшается, поэтому чрезвычайно важно знать соотношение между случайными и систематическими ошибками, чтобы избежать излишне большого количества измерений. Если величина систематической ошибки существенно больше величины случайной ошибки, присущей данному прибору и методу измерений, то достаточно выполнить измерение один раз. В случае обратного соотношения требуется проведение нескольких измерений.

Вопросы обработки экспериментальных данных освещены достаточно полно в руководствах (Пустыльник, 1968), (Уорсинг, Геффнер, 1953) и во многих других монографиях.

АНАЛИЗ ОШИБОК, ОБУСЛОВЛЕННЫХ КОНСТРУКТИВНЫМИ ОСОБЕННОСТЯМИ МИКРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЙ АППАРАТУРЫ, И ПРИЕМЫ ИХ ИСКЛЮЧЕНИЯ

Несмотря на конструктивные отличия в выполнении отдельных микрофотометров и установок, все они состоят из пяти основных блоков:

- 1) источник света со стабилизатором;
- 2) монохроматор;
- 3) микроскоп с опак-иллюминатором и фотометрической головкой — оптическая система для наблюдений образца и измерений R ;
- 4) фотоприемник (ФЭУ) с блоком питания;
- 5) регистрирующая система.

В установках для аттестации эталонов используются те же блоки, только вместо микроскопа применена иная оптическая система. Каждый из перечисленных блоков имеет свои ошибки, которые входят в общую суммарную ошибку прибора. В зависимости от качества выполнения отдельных узлов величины ошибок от прибора к прибору будут меняться, но совокупность их в большинстве случаев сохраняется. Рассмотрим ошибки (случайные и систематические), характерные для перечисленных блоков в отдельности.

Источник света со стабилизатором

Случайные ошибки этого блока зависят главным образом от стабилизации электрических параметров лампы накаливания. Флуктуации напряжения обуславливают и флуктуации светового потока, хотя тепловая инерция лампы несколько сглаживает их. Мощность, выделяемая в нити лампы, приблизительно пропорциональна квадрату приложенного напряжения. Температура нити изменяется пропорционально потребляемой мощности, но интенсивность излучения света пропорциональна четвертой степени температуры и, следовательно, восьмой степени напряжения. Отсюда ясно, сколь высоки требования к стабилизации источника света при измерениях на постоянном токе по однолучевому методу. Флуктуации напряжения обуславливают случайную ошибку измерений. В случае модуляции светового потока роль флуктуаций существенно уменьшается, а погрешности в основном зависят от стабильности частоты модуляции. При измерениях R по двухлучевому методу влияние нестабильности источника света сводится к минимуму. Источником случайных ошибок следует считать также и тело накала лампы (спираль или лента), яркость которого может меняться от участка к участку в процессе измерений. Это приводит к возникновению «структуры» светового потока и периодическому ее изменению. Такая ошибка не поддается ни расчету, ни проверке, поскольку она носит явно случайный характер.

Другая погрешность зависит от потемнения колбы лампы вследствие осаждения на ней микроскопических частиц вольфрама. Потемнение колбы приводит к тому, что при замене образца эталоном условие постоянства измерений нарушается, так как за это время световой поток Φ_0 уменьшается на величину $\Delta \Phi_0$. Особенно сильно проявляется это явление, когда лампа работает в режиме перекала. Отсюда можно сделать следующий вывод. Определяя коэффициент пропускания колбы лампы после определенного срока горения, можно установить, в течение какого времени Φ_0 уменьшается на определенное $\Delta \Phi_0$. Найденное Δt соответствует тому минимальному промежутку времени, после которого необходимо обязательно заменить образец эталоном или провести соответствующую проверку. Для каждого типа лампы это будет, разумеется, свой промежуток времени.

Так как лампа накаливания является составной частью всей оптической системы, то от установки и юстировки ее будет зависеть количество рассеянного света, блики, однородность освещения и т. д., все это создает систематическую ошибку за счет юстировки лампы. Поскольку установленная лампа до выхода ее из строя занимает неизменное положение, то эта систематическая ошибка входит в ту серию измерений, которые удалось с ней выполнить. Оценить эту ошибку, а следовательно, и исключить ее практически невозможно. Однако, измеряя те же объекты

с другой лампой, третьей и т. п., погрешность за счет юстировки можно значительно уменьшить, так как положение тела накала устанавливается случайным образом, хотя и близко к оптимальному. Следовательно, ошибка за счет юстировки источника входит в систематическую погрешность каждого прибора для определенной серии измерений.

Монохроматор

Монохроматор является одним из наиболее ответственных блоков каждого микрофотометра. В зависимости от выбора диспергирующего элемента и от того, в каком месте он расположен, будет меняться и совокупность ошибок. В микрофотометрах используют обычно фильтровые монохроматоры и монохроматоры с дифракционной решеткой. В одних приборах (ПООС) монохроматор установлен перед фотоприемником, в других («Блеск», «ПИОР», «MPV») — перед опак-иллюминатором. Вследствие этого разнотипные приборы имеют разную совокупность погрешностей.

Появление случайных ошибок обусловливается главным образом механическими перемещениями диспергирующего элемента и других деталей. Например, небольшие люфты и наклоны при перемещении клинового фильтра могут привести к изменению величины светового потока в процессе измерений R эталона и образца. Поэтому в большей степени эта ошибка сказывается, когда вначале измеряют R образца для всех длин волн, а потом R эталона для тех же длин волн. Наибольшая величина ошибки имеет место в крайних участках спектра, особенно в коротковолновом диапазоне длин волн, где чувствительность ФЭУ особенно велика. Механические ошибки в значительной мере свойственны и приборам с автоматической регистрацией результатов измерений, особенно при больших скоростях сканирования. Учет этой ошибки возможен только после сравнения результатов многократных равноточных измерений R , полученных при автоматической регистрации кривой и регистрации по «точкам» на одном и том же приборе. Существование механической ошибки следует учитывать и при градуировке монохроматора, особенно если микроспектрофотометр предназначен для исследования спектров отражения со значительной крутизной или тонких особенностей спектров. При достаточно тщательном изготовлении и сборке всех движущихся узлов механические ошибки монохроматора могут быть сведены к минимуму.

Систематические ошибки, вносимые монохроматором, определяются его аппаратной функцией, которая зависит от аппаратной функции диспергирующего элемента, аберраций коллиматоров и искажений, вносимыми входной и выходной диафрагмами. Аппаратная функция монохроматора $A(\lambda - \lambda_0)$ представляет зависимость пропускания последним очень узкого

монохроматического потока от длины волны этого потока. Величина λ_0 соответствует длине волны светового потока, который симметрично фокусируется на выходную щель. Полуширина аппаратной функции соответствует эффективной спектральной ширине щелей монохроматора. Если полуширина аппаратной функции сравнима с полушириной полосы исследуемого спектра, то монохроматор вносит искажения и измеренный спектр отражения будет отличаться от истинного. Сужение щелей монохроматора уменьшает систематические искажения, но одновременно уменьшается интенсивность света, попадающего на ФЭУ, т. е. приходится увеличивать коэффициент усиления и т. д. Поэтому суммарная ошибка для спектра отражения с узкими пиками особенно велика для очень узких и очень широких щелей.

Условия получения максимальной точности измерений в случае исследования спектров поглощения с тонкой структурой детально разобраны в работах (Петраш, 1961), (Тарасов, 1968), поэтому мы ограничимся лишь конечными результатами их исследований.

При оптимальных условиях измерений, как показал Г. Г. Петраш, систематическая ошибка из-за инерции приемно-регистрирующей системы должна быть в 4 раза меньше ошибки, обусловленной аппаратной функцией, причем случайная ошибка должна быть в 1,25 раза меньше общей систематической ошибки. Эти соотношения не зависят ни от свойств прибора, ни от исследуемого спектра; они являются следствием того, что в выражениях для систематических и случайных ошибок ширина щелей монохроматора и постоянная времени регистрирующей системы входят в соответствующих степенях.

В приборах с автоматической регистрацией точность воспроизведения формы спектра отражения зависит от скорости сканирования спектра V , постоянной времени (инерции) приемно-регистрирующей системы τ . Величины V , τ и оптимальная спектральная полуширина щелей $\Delta\lambda_{\text{опт}}$ связаны следующей зависимостью:

$$V \cdot \tau = 0,2\Delta\lambda_{\text{опт}}. \quad (98)$$

Оптимальная ширина щелей $\Delta\lambda_{\text{опт}}$ и минимальная величина суммарной относительной среднеквадратичной ошибки $\delta_{\text{отн}}$ зависят как от свойств прибора, так и от свойств исследуемой полосы. Для получения наилучшего разрешения узких полос оптимальные ширины щелей монохроматора должны быть такими, чтобы величина $\Delta\lambda$ не превышала половину расстояния между максимумами полос.

Так как систематическая погрешность, вносимая монохроматором, зависит от скорости сканирования, то измерения «по точкам» более точны, поэтому аттестация эталонов должна проводиться без сканирования по спектру. Учитывая, что эталоны, как правило, имеют пологий характер спектров, можно при

их аттестации ограничиться спектральной чистотой излучения $\Delta\lambda$ в пределах $20 \div 40 \text{ \AA}$. У рудных минералов ширина максимумов на спектрах отражения достигает величин порядка 10 нм и более, расстояние между центрами максимумов превышает $25 \div 30 \text{ нм}$, т. е. оптимальная ширина щелей монохроматора должна обеспечивать чистоту спектрального излучения в пределах $10 \div 15 \text{ нм}$.

В. Е. Клейнбок (1973) провел экспериментальные исследования по измерению значений R пирита при разной ширине выходной щели монохроматора. С увеличением интервала ($\lambda_1 - \lambda_2$) от 6 нм до 30 нм значения R пирита возрастают примерно на 1,5% отн.

В работе Р. Галопина и Н. Генри (Galopin, Henry, 1972) приведены данные для измерения R ковеллина ($\lambda = 684 \text{ нм}$) при разных величинах $\Delta\lambda$. По мере увеличения $\Delta\lambda$ с 12 нм до 22 нм величина K_0 изменяется от 15,6 до 14,95%. Относительная ошибка достигает почти 4%. Однако ковеллин относится к числу минералов, имеющих большую крутизну спектра отражения (для показателя R_0). Крутизна достигает 7,7% абс. на 20 нм. У большинства рудных минералов крутизна спектра находится в пределах 0,5% абс. на 20 нм. В связи с этим систематические ошибки, обусловленные монохроматором, будут малы даже при чистоте спектрального излучения в пределах $30 \div 40 \text{ нм}$. Поэтому при фотометрировании предельно малых площадок диаметром 0,5—1 мк $\Delta\lambda$ может быть увеличена до указанных пределов без существенного искажения формы спектра. Однако ряд минералов, таких как сульванит, молибденит, риккардит, вулканит, имеет более сложные по форме спектры отражения. Существуют минералы, меняющие оптический знак при определенной длине волны. В этом случае необходимо сужать щели монохроматора, чтобы получить меньшую величину $\Delta\lambda$ и лучшее разрешение спектров.

Другая систематическая погрешность зависит от общего количества рассеянного света в монохроматоре. Помимо излучения с диапазоном $\lambda_1 \div \lambda_2$ из щели монохроматора выходит рассеянный свет всевозможных длин волн. Учет его практически невозможно (имеется в виду та доля рассеянного света, которая отражается от образца вместе с основным потоком), поэтому для повышения фотометрической точности необходимо принять известные меры к устранению рассеянного света, особенно в приборах для аттестации эталонов. Одним из наиболее радикальных средств его устранения является использование двойной монохроматизации. В описанных выше микроспектрофотометрах рассеянный свет в той или иной мере присутствует, следовательно, некоторая часть рассеянного света, общая для всех приборов, обусловит систематическую ошибку, другую часть можно рассматривать как долю общей случайной ошибки. При проведении сравнительных измерений по двум эталонам, имеющим характер

спектров отражения, аналогичный исследуемому образцу, влияние рассеянного света сводится к минимуму. Это обстоятельство необходимо учитывать в тех случаях, когда по условиям измерений приходится значительно увеличивать величину $\Delta\lambda$ и общее количество рассеянного света резко возрастает. В случае исследования минералов, имеющих пологий характер спектров отражения, влиянием рассеянного света, выходящего из щели монохроматора, можно пренебречь.

Заметные ошибки в измерении вносятся неправильной градуировкой светофильтров и монохроматоров. Этот вид ошибок легко определить по появлению крутых изломов на спектрах отражения в определенной области длин. Причем «максимумы» или «минимумы» проявляются для самых разных минералов. Интенсивность их пропорциональна ошибке в определении длины волны и зависит от крутизны спектра эталона и исследуемого минерала. Для устранения таких ошибок, которые являются по своей природе систематическими, необходимо периодически градуировать монохроматор и проводить поверочные испытания интерференционных фильтров, так как их паспортные данные могут отличаться от истинных.

Градуировка монохроматора, используемого в приборе типа ПООС, осуществляется с помощью ртутной лампы, дающей линейчатый спектр. Проверка интерференционных фильтров требует более сложной установки, поэтому прежде необходимо провести анализ результатов, полученных при измерении R нескольких эталонов. Выявление области длин волн, для которой отмечаются значительные расхождения между измеренными и паспортными значениями R эталонов, помогает определить неправильно отградуированный фильтр. Такой контроль должен осуществляться еще в заводских условиях.

Оптическая система микроскопа для наблюдений образца и измерений R

Высокая локальность измерений обеспечивается оптическими системами опак-иллюминатора микроскопа и фотометрической головки, следовательно, ошибки определения R зависят как от выбора той или иной оптической схемы, так и от качества ее выполнения. Источники случайных и систематических погрешностей здесь весьма разнообразны. Х. Пиллер (Piller, 1964) справедливо отмечает, что воспроизводимость измерений существенно зависит от механической жесткости микроскопа, вибраций, люфтов и т. п. К этому надо добавить и такой недостаток, как «брожение оси» предметного столика при его вращении. Этот дефект самым неблагоприятным образом сказывается при исследовании анизотропных минералов, а также при определении R на выделениях порядка $1 \div 10$ мк. Эксцентриситет столика приводит

к тому, что при вращении зерна на 360° фотометрируемый участок непрерывно смещается в пределах $3\text{--}5\ \mu$ в зависимости от типа микроскопа. Самая тщательная центровка объектива не может свести эту ошибку к минимуму. По-видимому, для микрофотометров нужны специальные столики с независимой юстировкой, подобно тому как это сделано в микроскопах типа МЕФ («Рейхерт») или МИМ-8 (ЛОМО). Брожение оси особенно необходимо учитывать при изучении минералов с пониженной твердостью, для которых характерно наличие тончайших царапин даже при весьма удовлетворительной полировке. Изменение положения царапин при вращении зерна может давать случайную ошибку порядка $0,1\text{--}0,3\%$ абс., а иногда и более, если исследуются такие минералы, как самородное золото, серебро и висмут.

Влияние случайных ошибок за счет механических перемещений может быть уменьшено только в том случае, если свести до минимума число тех оптических деталей и узлов, положение которых приходится периодически изменять. Отсюда следует, что при прочих равных условиях микроспектрофотометры с внутренним стандартом и зеркально-симметричные схемы обеспечивают более высокую точность измерений. В двухлучевых микроспектрофотометрах с внутренним стандартом, где основным движущимся элементом является непрозрачная шторка, случайные ошибки, обусловленные ее вращением, будут намного меньше, чем в приборах, где модулятором служит вращающийся клин или призменный переключатель световых пучков, поскольку в процессе движения этих элементов происходит периодическое смещение светового пучка.

Кроме случайных ошибок оптическая система микроскопа обуславливает появление целого ряда систематических погрешностей, которые следует рассматривать не только как ошибки отдельного прибора, но и как метода сравнительных измерений в целом. Величина этих ошибок зависит от следующих факторов:

- 1) рассеянный свет, отраженный от объектива и других оптических деталей микроскопа при отсутствии образца;
- 2) вторичные блики, обусловленные многократным отражением света от образца;
- 3) апертура падающего светового пучка и состояние поляризации;
- 4) явление дефокусировки при переходе от одной длины волны к другой.

Последние два фактора играют при измерениях R особую роль, поэтому они будут рассмотрены в самостоятельных разделах.

Рассеянный свет. Влияние рассеянного света на результаты измерений R наиболее детально рассмотрено в работах Х. Пиллера (Piller, 1967), С. Демирсоя (Demirsoy, 1968), (Вьяльсов, 1970), (Галопин, Генри, 1975). Волюнский И. С. (1963)

исследовал роль рассеянного света (паразитическая освещенность) при визуальном фотометрировании.

Рассеянный оптическими деталями свет обуславливает паразитную засветку фотоприемника при удаленном образце. Его действие аналогично отражению света от объекта с коэффициентом отражения r . Пиллер рекомендует для определения величины r «утопить» объектив в черный бархат и взять отсчет по регистрирующему прибору. Допустим, что этот отсчет оказался равным величине N_c , тогда можно положить

$$N_c = \Phi_0 \cdot r. \quad (99)$$

Если бы не было рассеянного света, обусловленного многократным его отражением от образца, то истинный коэффициент отражения $R_{\text{ист}}$ минерала можно определить из следующего уравнения:

$$R_{\text{ист}} = R_{\text{изм}} - r \left(1 - \frac{R_{\text{изм}}}{R_{\text{эт}}} \right), \quad (100)$$

где $R_{\text{изм}}$ — измеренный коэффициент отражения минерала; $R_{\text{эт}}$ — коэффициент отражения эталона. К сожалению, вследствие указанного выше фактора имеет место более сложная зависимость. Существует следующий прием для исключения величины N_c . Расчет коэффициента отражения минерала R_m выполняется по формуле

$$R_m = \frac{(N_m - N_c)}{(N_{\text{эт}} - N_c)} \cdot R_{\text{эт}}, \quad (101)$$

где N_m — отсчет по регистрирующему прибору для минерала; $N_{\text{эт}}$ — отсчет для эталона.

Величина N_c возрастает по мере перехода к более сильным объективам и по мере увеличения $\Delta\lambda$. Немаловажное значение имеют выбор светоделительного элемента для опак-иллюминатора и степень раскрытия апертурной диафрагмы. Тщательное просветление линз объектива и других оптических деталей, применение двустороннего зеркала вместо призмы в приборах с внутренним стандартом, использование соответствующих покрытий, уменьшение $\Delta\lambda$ — все это значительно снижает величину N_c . В хороших приборах N_c не превышает 0,1 ÷ 0,2% абс.

Помимо рассеянного света, обусловленного оптической системой микроскопа, необходимо учитывать паразитные засветки при работе в освещенном помещении. Их легко учесть, если микроскоп и фотоумножитель закрыть светонепроницаемым экраном или выключить освещение. Паразитные засветки такого рода в большей мере сказываются при измерениях R слабоотражающих объектов и при исследовании эффектов анизотропии в скрещенных николях.

Наиболее значительную роль при микрофотометрических измерениях играет рассеянный свет, обусловленный многократным отражением света от образца (вторичные блики) и его окружения. Например, при измерении R низкоотражающей фазы,

находящейся в окружении фазы с более высокими значениями R , значения R могут завышаться (эффект Шварцшильда — Виллигера). Это явление возникает вследствие того, что часть рассеянного излучения отражается от фазы, окружающей исследуемое зерно, и попадает на фотоприемник. Измерение этого эффекта следует проводить, используя стеклянную пластинку * с нанесенным слоем алюминия (тест-объект). Часть слоя удаляется с помощью микротвердомера ПМТ-3. Ширина царапины должна соответствовать размеру фотометрируемой площадки. В приборе «Блеск» эффект Шварцшильда — Виллигера оказался менее 0,1% абс. (Агроскин и др., 1972), что обусловлено конструктивными особенностями оптической схемы. В микрофотометрах с зеркальными диафрагмами влияние этого эффекта может оказываться в большей степени в зависимости от величины отношения h между диаметрами фотометрируемой и освещаемой площадок.

По данным Демирсоя, наилучшие результаты получаются при значениях $h > 0,6$. Оценка паразитной засветки с помощью описанного тест-объекта показала, что в приборах типа ФМЭ с опак-иллюминатором ОИ-8 ($h \approx 0,3$) она может достигать 0,8% абс. при минимальном раскрытии полевой диафрагмы и полностью открытой апертурной диафрагме (объектив 21 *).

Вторичные блики. Рассмотрим случай, когда диаметр исследуемого зерна превышает диаметр освещаемого участка. Принципиальная схема микрофотометра изображена на рис. 46. Световой поток, отраженный от светоделительного элемента П опак-иллюминатора, обозначим через Φ_0 . Рассеянный свет, попадающий на фотоприемник ФЭУ при удаленном образце Эт, будет учитываться коэффициентом $\Phi_0 \cdot r$, где r — та же величина, что и в уравнении (99). После прохождения света через объектив Об на образец падает световой поток Φ_1 . Отраженный от образца световой поток $\Phi_0 \cdot R_{ист}$ ($R_{ист}$ — истинный коэффициент отражения образца) идет в обратном направлении. Часть этого потока вторично (вторичные блики) отражается от линз объектива и других оптических деталей микроскопа и вновь попадает на образец.

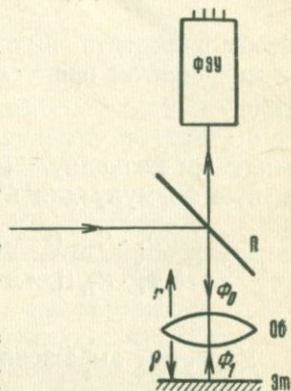


Рис. 46. Принципиальная схема фотозлектрического микрофотометра: Эт — исследуемый образец; П — полупрозрачная пластинка; Об — объектив; ФЭУ — фотоприемник

* В качестве тест-объекта могут быть использованы и природные минералы с дефектами.

Будем считать, что вторично на образец отражается световой поток $\Phi_1 \cdot R_{\text{ист}} \cdot \rho$, где ρ — эффективный коэффициент отражения оптической системы для потока, идущего от образца. Величины r и ρ в общем случае не равны, так как геометрия пучков в обоих случаях различна. На фотоприемник ФЭУ попадает суммарный световой поток, равный

$$\Phi_0 \cdot r + \Phi_1 \cdot R_{\text{ист}}(1 - \rho) + \Phi_1 \cdot R_{\text{ист}}^2 \cdot \rho(1 - \rho) + \dots \\ \dots + \Phi_1 \cdot R_{\text{ист}}^{n+1} \cdot \rho^n(1 - \rho). \quad (102)$$

Чтобы упростить вычисления и не иметь дела с эффективным коэффициентом пропускания объектива τ , так как

$$\Phi_1 = \Phi_0(1 - r) \cdot \tau, \quad (103)$$

исключим величину $\Phi_0 \cdot r$. Окончательно имеем следующую расчетную формулу для измеренного коэффициента отражения $R_{\text{изм}}$:

$$R_{\text{изм}} = \frac{\Phi_1 \cdot R_{\text{ист}}(1 - \rho) [1 + R_{\text{ист}}\rho + R_{\text{ист}}^2\rho^2 + \dots + R_{\text{ист}}^n \cdot \rho^n]}{\Phi_1 \cdot R_{\text{эт}}(1 - \rho) [1 + R_{\text{эт}} \cdot \rho + R_{\text{эт}}^2 \cdot \rho^2 + \dots + R_{\text{эт}}^n \cdot \rho^n]} \cdot R_{\text{эт}}. \quad (104)$$

Упростим выражение (104), заменив геометрическую прогрессию $(1 + \rho R + \rho^2 R^2 + \dots + \rho^n R^n)$ ее суммой, равной $\frac{1}{1 - \rho R}$, тогда

$$R_{\text{изм}} = R_{\text{ист}} \frac{1 - \rho R_{\text{эт}}}{1 - \rho R_{\text{ист}}}. \quad (105)$$

Отсюда

$$\rho = \frac{R_{\text{ист}} - R_{\text{изм}}}{R_{\text{ист}}(R_{\text{эт}} - R_{\text{изм}})} \quad (106)$$

и

$$R_{\text{ист}} = \frac{R_{\text{изм}}}{1 + \rho(R_{\text{изм}} - R_{\text{эт}})}. \quad (107)$$

Проведем измерения R минерала дважды с двумя эталонами, один из которых $R'_{\text{эт}} > R'_{\text{изм}}$, а второй $R''_{\text{эт}} < R''_{\text{изм}}$. Тогда

$$\rho = \frac{R'_{\text{изм}} - R''_{\text{изм}}}{R'_{\text{изм}}R''_{\text{эт}} - R''_{\text{изм}}R'_{\text{эт}}}. \quad (108)$$

Определив по этой формуле ρ и подставив найденное значение в уравнение (107), находим $R_{\text{ист}}$ минерала. Относительная ошибка $\epsilon_{\text{отн}}$ определится из выражения

$$\epsilon_{\text{отн}} = \frac{\rho(R_{\text{эт}} - R_{\text{ист}})}{1 - \rho R_{\text{ист}}}. \quad (109)$$

Величина ρ зависит от очень многих факторов и имеет нелинейный характер распределения по спектру. Теоретический рас-

чет ее крайне сложен и поэтому ρ необходимо определять экспериментально для каждой конкретной оптической системы во всем спектральном диапазоне измерений R . Из уравнения (106) следует, что систематическая ошибка, обусловленная ρ , равна нулю в том случае, когда $R_{\text{эт}} = R_{\text{ист}}$. Если величина ρ известна, а относительная ошибка задана, то максимальная разница между $R_{\text{эт}}$ и $R_{\text{ист}}$ определяется достаточно точно по следующей формуле:

$$R_{\text{эт}} - R_{\text{ист}} \approx \frac{\epsilon}{\rho}. \quad (110)$$

Если ϵ и ρ равны 0,01, то достаточно одного эталона с любой величиной R , чтобы пренебречь систематической ошибкой, обусловленной вторичными бликами. При $\epsilon=0,005$ и $\rho=0,1$ допустимая разница между $R_{\text{ист}}$ и $R_{\text{эт}}$ составит 0,05, т. е. для перекрытия всего диапазона измерений нужно иметь 10—11 эталонов. Разумеется, что в установках для аттестации эталонов факторы, обуславливающие появление рассеянного света и вторичных бликов, должны быть устранены. В зеркально-симметричных схемах объектив расположен вне оси образец — фотоприемник, поэтому роль вторичных бликов уменьшается примерно в 10^3 раз, если даже ρ объектива достигает 0,1.

Более строгий учет вторичных бликов необходим в приборах, предназначенных для аттестации эталонов в иммерсии. Поверхности оптических деталей обязательно должны быть просветленны, особенно поверхности, граничащие с воздухом. Расчет поправочных коэффициентов должен вестись по формулам. При измерениях R в иммерсии под микроскопом величина ρ существенно уменьшается. Это обусловлено тем, что отражение на границе иммерсия — фронтальная линза объектива незначительно. По данным Пиллера, ρ для самых сильных иммерсионных объективов ($100\times$) примерно в 3—5 раз меньше, чем у обычных объективов с увеличением 15—40 крат. Расчеты поправок при измерениях в иммерсии ведутся по тем же формулам (104—109).

Влияние апертуры объектива и поляризации падающего света. Если нужно исследовать оптические свойства зерен больших размеров, то необходимо применять сильные объективы с большой апертурой. Кроме того, интенсивность света, попадающего на фотоприемник, прямо пропорциональна квадрату апертуры отраженного пучка, поэтому использование больших апертур энергетически весьма выгодно, так как увеличивается отношение сигнал/шум, т. е. можно уменьшить ошибки других устройств, сузить щели монохроматора и т. д. Однако в этом случае мы имеем отступление от условий нормального падения света на образец. Следовательно, нужно выяснить влияние апертуры объектива с тем, чтобы иметь возможность определять R на достаточно малых участках с наименьшей

погрешностью и рассчитывать из полученных данных оптические константы n и k . Это одно из условий получения максимального объема полезной информации об оптических свойствах микроскопически малых выделений минералов. В отечественной и зарубежной литературе имеются противоречивые мнения относительно оптимальной апертуры пучка света, падающего на образец, и ориентировки поляризатора, поэтому эти вопросы будут проанализированы наиболее детально.

При нормальном падении света на образец величина R не зависит от состояния поляризации и именно для этого случая верны выражения (14) и (22). Для наклонного падения света на образец нужно учитывать не только угол падения φ , но и ориентировку плоскости колебаний электрического вектора. В рудной микроскопии рассматриваются три основных состояния поляризации света, падающего на образец.

1. Направление колебаний электрического вектора перпендикулярно плоскости падения света (нулевое положение поляризатора).

2. Направление колебаний электрического вектора параллельно плоскости падения (90° положение поляризатора).

3. Направление колебаний ориентировано под углом 45° к плоскости падения (45° — положение поляризатора).

При этом подразумевается, что свет, падающий на образец, линейно поляризован. Однако в более общем случае падающий свет может иметь эллиптическую поляризацию, а в частном случае — и круговую.

В микроспектрофотометрах со светоделительным элементом в виде пластинки Бека свет, выходящий из объектива, падает на исследуемый объект под разными углами в диапазоне от 0° до φ_0 , где φ_0 — предельный угол, зависящий от апертуры объектива. Так как свет падает на образец коническим пучком, то преимущественную плоскость падения выделить нельзя. Это иллюстрирует диаграмма (Кэмерон, 1966), показанная на рис. 9. На ней изображена поляризованная фигура изотропного минерала, наблюдаемая в скрещенных николях (окуляр удален) при использовании сильных объективов с большой апертурой.

Направление $P - P'$ (см. рис. 9) соответствует направлению колебаний, пропускаемых поляризатором, а $A - A'$ — направлению колебаний, пропускаемых анализатором. Для узкой зоны, параллельной $A - A'$, направление колебаний поляризатора перпендикулярно плоскости падения. Для широтного направления мы имеем обратный случай. Узкие пучки, идущие вниз сквозь объектив через все остальные точки поля зрения, имеют плоскости падения, проекции которых на плоскость рисунка являются диаметрами, проходящими через эти точки, но не совпадающими с ортогональными направлениями.

Вследствие наклонного падения и эффектов вращения отраженного света распределение энергии в выходном зрачке объек-

тива носит сложный характер. Вдоль меридиональной зоны, параллельной AA' , отражается R_s -компонента, вдоль широтного направления — R_p -компонента. Для остальных направлений имеем промежуточные значения R . Зависимость изменения коэффициентов отражения R_s и R_p -компонент от угла падения изображена на рис. 2. На рис. 47 эта зависимость показана условно для R_s -компоненты в области углов от 0° до φ_0 . Угол φ_0 — это предельный угол падения наклонных пучков, выходящих из объектива. Углу φ_0 соответствует предельное значение коэффициента отражения R_s . Коэффициент отражения при нормальном падении обозначим через R_0 . Наиболее важен для нас угол $\varphi_{эф}$, так называемый эффективный угол падения, которому соответствует значение коэффициента отражения $R_{эф}$. При углах, меньших $\varphi_{эф}$, значения R уменьшаются, при больших углах они возрастают, для угла $\varphi_{эф}$ и $R_{эф}$ имеет место следующее соотношение:

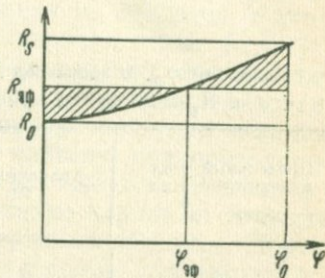


Рис. 47. Влияние апертуры объектива при измерениях R

$$\int_0^{\varphi_{эф}} \frac{R_{эф} - R_0}{R_0} d\varphi = \int_{\varphi_{эф}}^{\varphi_0} \frac{R_s - R_{эф}}{R_{эф}} d\varphi, \quad (111)$$

т. е. заштрихованные площади на рис. 47 будут равны. Если бы зависимость R_s от угла φ была бы линейной, то

$$\left. \begin{aligned} \varphi_{эф} &= \frac{\varphi}{2} \\ R_{эф} &= \frac{R_s - R_0}{2} \end{aligned} \right\}. \quad (112)$$

Однако зависимость R_s от φ является более сложной, поэтому угол $\varphi_{эф} > \frac{\varphi}{2}$. Достаточно точно угол $\varphi_{эф}$ можно найти из выражения

$$\varphi_{эф} \approx \frac{\varphi + 2\varphi'}{4}, \quad (113)$$

где φ' — угол, для которого выполняется соотношение (112).

Таким образом, сходящийся пучок с непрерывным набором углов в диапазоне $0^\circ \div \varphi_0$ по своему действию аналогичен узкому пучку, имеющему ту же энергию и падающему под углом $\varphi_{эф}$. В том и другом случае значения $R_{эф}$ будут одинаково завышены по сравнению с коэффициентом отражения R_0 . Аналогичные рассуждения в отношении R_p -компоненты показывают, что величина $R_{эф}$ для зоны, параллельной направлению $P - P'$, будет

занижена. Эффективные углы для обоих направлений можно считать равными. В табл. 3 приведены значения $\varphi_{\text{эф}}$ для R_s и R_p -компоненты при разных предельных углах падения света на образец, у которого $n=3$, $k=4$. Даже при очень больших апертурах ($A=0,86$) падающего пучка углы отличаются всего на несколько градусов. В связи с этим суммарный световой поток, отраженный от поверхности образца под углами $0 \div \varphi$, будет эквивалентен световому потоку, отраженному нормально.

Т а б л и ц а 3

Значения $\varphi_{\text{эф}}$ в зависимости от апертуры падающего пучка для R_s и R_p -компоненты при оптических постоянных $n=3$ и $k=4$

Предельный угол падения света на образец φ^0	Апертура пучка $\sin \varphi$	Эффективный угол $\varphi_{\text{эф}}^0$	
		R_s -компонента	R_p -компонента
10	0,17	5,2	5,2
20	0,34	12	12
30	0,50	18,3	18,6
40	0,64	24,3	24,7
60	0,86	36,2	38,6

Именно отсутствие преимущественной плоскости падения приводит к столь удивительному эффекту интегрального усреднения коэффициентов отражения даже при апертурах пучка в пределах $0,6 \div 0,8$. Влияние вращения плоскости колебаний приводит лишь к усложнению картины распределения энергии в пучке, но на характере усреднения это не сказывается. Разумеется, что замена отражающей пластинки в opak-иллюминаторе на любой другой светоделительный элемент не меняет существа дела, если на объект будет падать конический пучок света (в пределах половины зрачка) и выделить преимущественную плоскость падения по-прежнему нельзя. Указанный эффект усреднения имеет для микрофотометрических измерений весьма важное значение, поскольку становится возможным работать не только с сильными линзовыми объективами, но и с зеркально-линзовыми объективами, где центральная часть зрачка экранирована.

Поляризационная фигура, изображенная на рис. 9, останется без изменений, если поляризатор и анализатор повернуть синхронно на 90° , поэтому вращение поляризатора на 90° от нулевого положения также не сказывается на получаемых результатах, если сравнение по эталону повторяется при новой ориентировке поляризатора. С энергетической точки зрения более выгодным является такое расположение поляризатора, когда направление пропускаемых им колебаний параллельно удлинению щели монохроматора, поскольку при узких щелях свет, выходящий из монохроматора, оказывается частично поляризо-

ваным. При широких щелях или круглой диафрагме этот эффект уменьшается и выигрыш в энергии становится незначительным.

С другой стороны ориентировка поляризатора зависит от положения светоделительного элемента. Более высокое качество поляризации (в смысле меньшей эллиптичности) наблюдается тогда, когда направление колебаний поляризатора лежит в плоскости, которая проходит через оптическую ось объектива и перпендикулярна оси вращения светоделительной пластинки. При повороте на 90° качество поляризации не меняется, в этом смысле обе установки поляризатора эквивалентны. Если же поляризатор повернуть на $\pm 45^\circ$ от этих позиций, то качество поляризации ухудшится, свет станет эллиптически поляризованным. Степень эллиптичности мала для прозрачной пластинки без напыления, но обычно на пластинку наносят полупрозрачное покрытие, и степень эллиптичности увеличивается. Эллиптическая поляризация, так же как и круговая, не влияет на точность измерений лишь при исследовании изотропных объектов. Поэтому спектры отражения изотропных минералов лучше изучать вообще без поляризатора. Интенсивность потока при этом возрастает и можно фотометрировать более мелкие выделения минералов. Высокие требования к качеству поляризации предъявляются только при изучении анизотропных минералов, так как основные соотношения, характеризующие параметры анизотропии, получены для случая падения на образец линейно-поляризованного света.

Вследствие эффекта усреднения мы имеем случай нормального падения и при вращении столика микроскопа будут последовательно измеряться коэффициенты отражения, зависящие от ориентировки сечения индикатрисы отражения относительно какого-либо преимущественного направления. В разбираемом случае за такое направление принимается направление колебаний поляризатора $P - P'$. Когда на анизотропный минерал падает циркулярно поляризованный свет, происходит усреднение коэффициентов R_1, R_2 и при вращении столика микроскопа двуотражение фиксироваться не будет*. Для разных сечений будут получаться различные средние величины R , равные $\frac{R_1 + R_2}{2}$. Они будут за-

ключены в диапазоне от $R_1^* = \frac{R_1 + R_2}{2}$ до $R_3^* = \frac{R_2 + R_3}{2}$.

Следовательно, если при идеальной линейной поляризации истинная величина максимального двуотражения равна $(R_3 - R_1)$, то при круговой поляризации, исследуя совокупность разноориентированных зерен, получим заниженное значение $\Delta R^* = R_3^* - R_1^*$. При эллиптической поляризации будем иметь промежуточные

* Этот вывод безусловно справедлив для идеального случая. Однако оптическая система микроскопа вносит соответствующие искажения и падающий свет становится эллиптически поляризованным, обуславливая появление слабого двуотражения.

значения двуотражения, зависящие от степени эллиптичности. Использование эллиптической и круговой поляризации с точки зрения расширения методических возможностей никаких особых преимуществ не дает.

Проанализировав влияние апертуры объектива при отсутствии преимущественной плоскости падения, рассмотрим случай, когда такая плоскость имеется или создается преднамеренно. Например, если вблизи выходного зрачка разместить щелевую апертурную диафрагму, удлинение которой параллельно направлению $A-A'$ (см. рис. 9), а ширина соответствует ширине балки креста, то мы получим эффективный коэффициент отражения, определяемый углом $\varphi_{\text{эф}}$. При этом в расчетном уравнении нужно использовать соответствующие этому углу и значения R эталонов. При подстановке коэффициентов отражения эталонов, измеренных для нормального падения, будут получены величины R , большие R_0 образца ($\varphi=0$). Повернув поляризатор на 90° , получим заниженные значения R , меньшие R_0 . Среднее из вычисленных значений эквивалентно коэффициенту отражения образца при нормальном падении света. Повторение тех же измерений, но при повороте диафрагмы на 90° даст аналогичные результаты. Апертурная диафрагма в виде креста приводит к усреднению коэффициентов отражения, причем эффекты вращения в этом случае полностью отсутствуют. Очевидно, что сравнение результатов, полученных при измерениях с разными диафрагмами, дает возможность оценить степень усреднения по отдельным направлениям зрачка.

В приборе «Блеск» установлена щелевая апертурная диафрагма и $\varphi_{\text{эф}}$ составляет примерно $12,5^\circ \div 13^\circ$. Настройка прибора осуществляется по кремнию, при этом используются коэффициенты отражения кремния, измеренные при нормальном падении. Относительная ошибка ϵ при определении R минерала на приборе, где имеется преимущественная плоскость падения, зависит от оптических констант эталона и минерала для эффективного угла падения $\varphi_{\text{эф}}$. Она рассчитывается из следующего уравнения:

$$\epsilon_{\varphi} = 1 - \frac{R_{\text{эф}}^{\text{обп}} \cdot R_0^{\text{эт}}}{R_0^{\text{обп}} \cdot R_{\text{эф}}^{\text{эт}}}, \quad (114)$$

где $R_{\text{эф}}^{\text{обп}}$ и $R_0^{\text{обп}}$ — коэффициенты отражения минерала для эффективного угла падения и нормального падения; $R_{\text{эф}}^{\text{эт}}$ и $R_0^{\text{эт}}$ — коэффициенты отражения эталона. Отношение $\frac{R_{\text{эф}}^{\text{обп}}}{R_0^{\text{обп}}}$ больше 1 для R_s -компоненты и меньше 1 для R_p -компоненты. Так как характер зависимости R от φ для эталона и минерала один и тот же, а в выражение (114) входит величина $\frac{R_0^{\text{эт}}}{R_{\text{эф}}^{\text{эт}}}$, то ошибка значительно

уменьшается. Предположим, что направление колебаний поляризатора перпендикулярно преимущественной плоскости падения. Представим коэффициенты отражения $R_{\text{эф}}^{\text{обр}}$ и $R_{\text{эф}}^{\text{эт}}$ в виде сумм коэффициентов отражения $R_0^{\text{обр}}$ и $R_0^{\text{эт}}$ с поправочными коэффициентами $\delta_{\text{обр}}$ и $\delta_{\text{эт}}$, где

$$\left. \begin{aligned} R_{\text{эф}}^{\text{обр}} &= R_0^{\text{обр}} + \delta_{\text{обр}} \\ R_{\text{эф}}^{\text{эт}} &= R_0^{\text{эт}} + \delta_{\text{эт}} \end{aligned} \right\} \quad (115)$$

Поправочные коэффициенты $\delta_{\text{обр}}$ и $\delta_{\text{эт}}$ для разных сочетаний n и k могут быть точно рассчитаны по таблицам коэффициентов отражения, приведенным в работе А. П. Пришивалко (1963).

Преобразуем выражение (114) с учетом уравнения (115), причем

$$\left. \begin{aligned} \frac{R_0^{\text{обр}} + \delta_{\text{обр}}}{R_0^{\text{обр}}} &= 1 + \epsilon_{\text{обр}} \\ \frac{R_0^{\text{эт}} + \delta_{\text{эт}}}{R_0^{\text{эт}}} &= 1 + \epsilon_{\text{эт}} \end{aligned} \right\} \quad (116)$$

Тогда

$$\epsilon_{\varphi}^s = \frac{|\epsilon_{\text{эт}} - \epsilon_{\text{обр}}|}{1 + \epsilon_{\text{эт}}} \quad (117)$$

Из уравнения (117) следует, что $\epsilon_{\varphi} = 0$, если $\epsilon_{\text{эт}} = \epsilon_{\text{обр}}$. Достаточно точно можно считать, что для угла 10°

$$\epsilon_{\varphi}^s \approx \epsilon_{\text{эт}} - \epsilon_{\text{обр}} \quad (118)$$

для наиболее часто встречающихся сочетаний n и k .

Оценим порядок ϵ_{φ} на примере измерений R сфалерита, у которого $n \approx 2,4$, а $k \approx 0$.

Относительная ошибка, обусловленная наличием преимущественной плоскости падения при $\varphi_{\text{эф}} = 10^\circ$ составит $\approx 2,5\%$. Аналогичная ошибка, но другого знака, будет возникать при измерении R_p -компоненты. Суммарная ошибка, как и следует ожидать, равна нулю. Следовательно, в приборах с щелевой апертурной диафрагмой независимые измерения нужно проводить дважды при двух ориентировках поляризатора.

М. Берек (Berek, 1937), исследуя влияние апертуры и ориентировки поляризатора на объектах кварц и платина, установил, что влияние апертуры сильно сказывается на измерениях R . Однако результаты Берека получены с помощью визуального микрофотометра с щелевой апертурной диафрагмой, причем выходной зрачок в его опытах имел форму узкого прямоугольника, центр которого был смещен относительно оптической оси микроскопа. Таким образом создавалась преимущественная плоскость падения, и при больших апертурах объектива ($A=0,9$) эффективный угол достигал больших значений, т.е. фактически

измерялись R_s и R_p -компоненты, а не R_0 . Например, отношение $\frac{R_{s \text{ платины}}}{R_{s \text{ кварца}}}$ при апертуре объектива 0,9 по данным Берека равно 21,2.

Отношение $\frac{R_p \text{ платины}}{R_p \text{ кварца}}$ составляет 11,3. Усреднение этих величин дает отношение 16,25, которое отличается от измеренного при нормальном падении всего на 0,47, т. е. относительная ошибка равна 3%, что лежит в пределах точности измерений на этом приборе. Поэтому только поворот поляризатора на 45° относительно удлинения щелевой апертурной диафрагмы приводил к нужному эффекту усреднения.

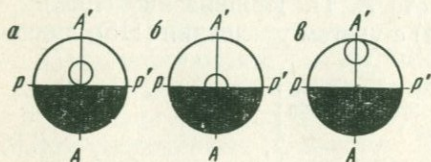


Рис. 48. Различные варианты расположения апертурной диафрагмы относительно центра зрачка объектива в опак-иллюминаторе с призмой:

a — апертурная диафрагма незначительно смещена относительно центра зрачка; *б* — центр апертурной диафрагмы совпадает с центром зрачка объектива; *в* — апертурная диафрагма существенно смещена относительно центра зрачка; $P - P'$ — направление колебаний поляризатора; $A - A'$ — направление колебаний анализатора

В методическом руководстве (Шумская, Клейнбок, Александрова, 1971) указывается, что при использовании в опике микроскопа призмы появляется преимущественная плоскость падения света на объект-плоскость симметрии осветителя, перпендикулярная отражающим граням призмы. Этот вывод не совсем точен. Сама по себе призма никакой преимущественной плоскости падения не обуславливает, поскольку возникновение

последней целиком и полностью зависит от формы действующей апертурной диафрагмы зрачка. Однако в отечественных опак-иллюминаторах типа ОИ-12 возможность юстировки апертурной диафрагмы отсутствует, поэтому диафрагма, закрытая до предела, может быть смещена относительно центра зрачка, как показано на рис. 48, *a*, причем смещение при плохой юстировке достаточно велико (рис. 48, *в*). Поэтому следует всегда совмещать центр диафрагмы с центром выходного зрачка объектива (рис. 48, *б*). В этом случае влиянием эффективного угла можно пренебречь. Но если диафрагмы смещены, то совсем не безразлично, при какой установке поляризатора проводить измерения. В том же руководстве приводятся данные измерений R кремния, полученные с объективом $40 \times 0,65$. Значения R кремния оказались заниженными примерно на 1% абс. Апертурная диафрагма в опыте была закрыта на $1/3$ и центр ее располагался так, как показано на рис. 48, *a*. При апертуре 0,65 и указанном сдвиге центра апертурной диафрагмы эффективный угол падения примерно равен $6-7^\circ$. Значения R_s при таком угле падения должны быть завышены на 0,3% абс., т. е. примерно треть наблюдаемой

разницы обусловлена этим фактором. Поскольку у авторов получились заниженные значения R , то, следовательно, измерялась R_p -компонента и направление колебаний поляризатора соответствовало направлению $A - A'$ (см. рис. 9).

Аналогичные явления наблюдаются и при измерении R анизотропных минералов. Если направление колебаний поляризатора ($P - P'$) перпендикулярно направлению преимущественного падения, то будут измеряться R_s -компоненты главных показателей, а при совпадении направлений — R_p -компоненты. В этом случае поляризатор нельзя устанавливать под 45° , так как из-за эллиптической поляризации получаемые значения R будут стремиться к величине R_m и величина реального двуотражения будет занижена. Поэтому в микроспектрофотометрах следует обязательно предусмотреть возможность проведения измерения при двух положениях поляризатора, отличающихся на 90° .

В связи с вышеизложенным вывод Ю. Н. Кэмерона (Cameron, 1966) относительно того, что унирадиальные (главные) коэффициенты отражения анизотропных минералов не могут быть воспроизведены в разных лабораториях из-за влияния апертуры, ориентировки поляризатора и конвергенции, оказывается верным лишь для того частного случая, когда центр апертурной диафрагмы не совпадает с оптической осью объектива, а поляризатор установлен под $\angle 45^\circ$. Для получения достоверных унирадиальных значений R даже при смещенной диафрагме достаточно провести измерения при двух ориентировках поляризатора (0° и 90°) и усреднить полученные результаты. Это относится как к измерениям R в воздухе, так и к измерениям R в иммерсии.

Обобщая результаты анализа теоретических и экспериментальных исследований, можно сделать следующие выводы:

1. Влияние апертуры падающего пучка вследствие эффекта интегрального усреднения не сказывается на точности измерений коэффициентов отражения для $\varphi = 0$ при отсутствии преимущественной плоскости падения или преимущественного направления падения (для узких пучков) вплоть до углов $\varphi \approx 45^\circ$ ($A = 0,7$). При максимально больших апертурах ($> 0,7$) появляется систематическая ошибка, приводящая обычно к занижению результатов на $0,5 \div 2\%$ отн. для наиболее часто встречающихся сочетаний n и k .

2. Закрытие апертурной диафрагмы до предела приближает условия падения света к нормальному, но при этом необходима тщательная ее центрировка по отношению к центру выходного зрачка объектива.

3. При использовании в качестве светоделительного элемента призмы или зеркала необходимо центр апертурной диафрагмы совмещать с центром зрачка, чтобы устранить совсем или свести к минимуму влияние эффективного угла.

4. При исследовании оптических свойств изотропных минералов измерения можно выполнять при любой ориентировке поляризатора или вообще в неполяризованном свете, лишь при условии отсутствия плоскости (направления) преимущественного падения. Наличие такой плоскости и ее направление определяются формой диафрагмы, установленной в выходном зрачке объектива, и положением ее центра относительно оптической оси объектива. Необходимо иметь в виду, что эффект усреднения имеет место лишь в том случае, если оптическая ось объектива является осью симметрии четвертого порядка (или более высокого четного) по отношению к действующей диафрагме зрачка. Когда это условие не выполняется, необходимо проводить измерения при двух ориентациях поляризатора относительно плоскости симметрии зрачка.

5. В микрофотометрических приборах преимущественная плоскость падения — плоскость симметрии зрачка должна быть либо параллельна плоскости симметрии светоделительного элемента, либо перпендикулярна к ней. Соответственно плоскость колебаний поляризатора должна либо совпадать с плоскостью симметрии зрачка (90°), либо быть перпендикулярной к ней (0°).

6. В микроспектрофотометрах с щелевыми апертурными диафрагмами измерения R обязательно следует проводить дважды при двух ориентациях поляризатора.

7. Установка поляризатора под $\angle 45^\circ$ к плоскости симметрии зрачка целесообразна только при исследовании изотропных минералов. Для анизотропных минералов указанная ориентация приводит к искажению величины R и уменьшению эффекта двуотражения.

8. При отсутствии преимущественной плоскости падения и установке поляризатора в 0° или 90° положение измерения коэффициентов отражения анизотропного минерала при вращении столика микроскопа характеризует истинную форму сечения поверхности отражения в данном срезе, а измеренные главные показатели отвечают унирадиальным коэффициентам отражения исследуемого сечения.

Рассматривая влияние апертуры объектива, мы полагали, что величины r и ρ при этом не меняются. Однако это не так. Поправочные коэффициенты r и ρ существенно зависят от апертуры падающего пучка. Кроме того, при больших апертурах может сказываться и эффект Шварцшильда — Виллигера. Поэтому определение r и ρ должно проводиться при той апертуре пучка, какая используется в процессе измерений. Учитывая, что распределение энергии в падающем пучке и отраженном неоднородно, величины r и ρ надо также определять при двух ориентациях поляризатора и усреднять их. В хорошо просветленных объективах ρ лежит в пределах 0,01—0,002, поэтому при обычных исследованиях, когда особой точности измерений не тре-

буется, можно работать при полностью открытой диафрагме и не вносить никаких поправок.

Если же ставится задача обеспечения максимально возможной точности измерений при полностью открытой апертурной диафрагме ($\varphi \approx 45^\circ$), то эти поправки обязательно надо учитывать, поскольку они вносят систематическую погрешность. При предельно больших апертурах ($\varphi \approx 60^\circ$) нужно учитывать влияние обеих поправок: ρ и $\varepsilon\varphi$. Величины ρ существенно уменьшаются в зеркально-линзовых объективах, поэтому их использование в микроспектрофотометрах является более предпочтительным со всех точек зрения.

В приборах для аттестации эталонов состояние поляризации может быть любым, так как эталоны изотропны. Величина ρ , как указывалось, уменьшается в 10^3 раз и ею можно пренебречь, поэтому апертура пучка может достигать больших значений, вплоть до 0,64 ($\varphi = 40^\circ$). Эффективный угол при такой апертуре равен, например, для алюминия 20° и средняя величина R будет отличаться от коэффициента отражения, измеренного строго при нормальном падении, всего лишь на 0,02% абс. При эффективном угле падения в 10° (апертура 0,34) ошибка практически близка к нулю. Форма зрачка в установках для аттестации эталонов при нормальном падении должна быть круглой, так же как и форма полевой диафрагмы. В приборах, предназначенных для измерения R_s и R_p -компонент при больших углах падения, без щелевой апертурной диафрагмы не обойтись. При этом нормаль к поверхности образца должна лежать в плоскости симметрии щелевой апертурной диафрагмы, которая играет роль преимущественной плоскости падения. Например, при угле наклона оси объектива 60° и апертуре пучка 0,34 измеренные значения R_s для алюминия будут отличаться от истинных всего на 0,04% абс. Менее точно определяются величины R_p , так как зависимость R_p от φ является более сложной.

Из вышесказанного следует, что общепринятое мнение относительно использования пучков с малой апертурой необходимо пересмотреть в сторону более лояльного отношения к сходящимся пучкам, так как систематические ошибки, возникающие при этом, могут быть исключены при соответствующей обработке результатов измерений, если известны хотя бы ориентировочные значения оптических констант n и k .

Влияние дефокусировки оптической системы микроскопа. Одно из главных требований сравнительных методов измерения R — постоянство геометрии светового пучка как для образца, так и для эталона. При наблюдении в микроскоп одновременно резко видны детали поверхности, расположенные не в одной плоскости, а в пространстве, имеющем некоторую протяженность по глубине. Эту протяженность называют глубиной резкого изображения. Максимальная резкость изображения достигается в момент совпадения

отражающей поверхности шлифа с плоскостью, находящейся на определенном расстоянии от фронтальной линзы объектива. В дальнейшем будем называть эту плоскость установочной. Влияние глубины резкости проявляется в том, что изображение объекта кажется резким, если смещать отражающую поверхность вверх или вниз относительно установочной плоскости в некоторых пределах. Изображение полевой диафрагмы проектируется объективом на исследуемый объект и при аккуратной юстировке изображения диафрагмы и шлифа одинаково резки.

Полная глубина резкости T равна по Береку

$$T = \left(\frac{n \cdot 340}{A\Gamma} + \frac{n \cdot \lambda}{2A^2} \right) \text{ мк}, \quad (119)$$

где n — показатель иммерсии; A — апертура объектива и Γ — увеличение микроскопа. В табл. приведены данные, рассчитанные по формуле, для объективов с различной апертурой и увеличением. Из табл. 4 видно, что глубина резкости весьма незначительно меняется в видимом диапазоне, поэтому не имеет значения в каком свете (монокроматическом или белом) производится установка на резкость. При многократных измерениях R одних и тех же объектов в одинаковых условиях, но с предварительной фокусировкой перед каждым измерением получаемые результаты будут близки к какой-то оптимальной величине. Можно считать, что отражающая поверхность шлифа при этом совпадает с установочной плоскостью и максимальные отклонения вверх или вниз от этого положения будут равны значениям глубины резкости, уменьшенным вдвое.

Таблица 4

Изменение глубины резкости (в мкм) в зависимости от длины волны для объективов с различной апертурой и увеличением

Апертура объектива	Общее увеличение микроскопа при окуляре 10^x	Длины волн, нм			
		400	500	600	700
0,11	50	78,7	83,0	87,0	91,2
0,20	90	24,0	25,2	26,5	27,75
0,40	210	5,3	5,61	5,93	6,23
0,65	400	1,78	1,90	2,01	2,13
1,25 (масляная иммерсия)	950	0,57	0,60	0,63	0,66

По результатам С. Демирсоя (Demirsoy, 1968), который исследовал влияние фокусировки на изменение R пирита в зависимости от типа применяемых объективов, и данным, приведенным в табл. 4, вычислена относительная ошибка дефокусировки — ε_f (табл. 5). По своему происхождению ошибка ε_f

носит случайный, а не систематический характер. Она имеет практически один и тот же порядок для разных объективов. Разумеется, что расфокусировка резко меняет энергетические характеристики системы, но если сопоставить результаты измерений R , полученные таким образом, что геометрия пучка сохраняется постоянной для образца и эталона даже при значительной расфокусировке, то окажется, что отклонения не превышают $0,5 \div 1\%$ отн., т. е. сравнимы со случайной ошибкой ϵ_f . Следует только учитывать, что при расфокусировке меняется величина ρ , поэтому ее надо определять для каждого нового положения поверхности шлифа относительно установочной плоскости.

Т а б л и ц а 5
Влияние дефокусировки на точность измерений R
в зависимости от типа объектива

Объектив	Ошибка дефокусировки, отн. %
$5^x/0,11$	0,5
$9^x/0,20$	0,6
$21^x/0,40$	0,5
$40^x/0,65$	0,6

Влияние дефокусировки не вносит систематической ошибки и при автоматической регистрации спектров, так как постоянство геометрии сохраняется как в рабочей ветви, так и в ветви сравнения, что иллюстрирует рис. 49. Предположим, что юстировка системы с внутренним стандартом (рис. 49, а) выполнена в монохроматическом свете для длины волны 589 нм. Изображения полевой диафрагмы, поверхности образца Эт и внутреннего стандарта Вс видны при этом одинаково резко. Вследствие остаточных хроматических аберраций объективов Об₁ и Об₂ при переходе к крайним длинам волн будут возникать явления расфокусировки (рис. 49, б и в). В том и другом случае это приведет к размытию изображения полевой диафрагмы и увеличению диаметра освещаемой площадки. Но в обеих ветвях будет сохраняться постоянство геометрии падающего светового пучка и на результатах измерений влияние расфокусировки не скажется, если диаметр исследуемого зерна превышает максимальный диаметр освещаемой площадки. Когда последнее условие не выполняется, то возможны искажения получаемых значений R за счет паразитной засветки от окружающей фазы, поэтому измерения R для очень мелких зерен следует выполнять «по точкам», осуществляя наводку на резкость для каждой длины волны. Величины ρ и r перед этим должны быть промерены для тех же длин волн. Такая же операция должна проводиться и в регистрирующих микроспектрофотометрах, т. е. наводка на

резкость выполняется для одной длины волны, например, при $\lambda = 589$ нм, а затем, не меняя положения шлифа, измеряют коэффициенты отражения для 2—3 эталонов и рассчитывают величины ρ для отдельных длин волн. Затем замеры повторяют при новой наводке на резкое изображение полевой диафрагмы, чтобы усреднить величины ρ .

В микрофотометрических приборах особенно большое значение имеет жесткость всей системы, чтобы постоянство геометрии светового пучка в процессе автоматической регистрации спектров отражения не нарушалось из-за люфтов механической системы, особенно при фотометрировании предельно малых площадок.

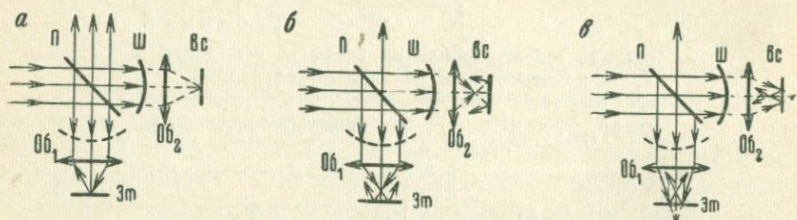


Рис. 49. Влияние расфокусировки вследствие остаточных хроматических aberrаций объективов в системах с внутренним стандартом:
 а — хроматические aberrации отсутствуют; б и в — различные случаи расфокусировки из-за влияния хроматических aberrаций

В этом отношении ветвь сравнения менее подвержена механическим воздействиям, чем рабочая ветвь, где предметный столик под воздействием большого собственного веса может сползать вниз, обуславливая искажение результатов из-за дефокусировки. Поэтому в приборах целесообразно иметь стопорное устройство, которое обеспечивало бы надежную фиксацию столика при совмещении поверхности образца с установочной плоскостью.

В установках для аттестации эталонов явления дефокусировки из-за хроматических aberrаций сказываются на уменьшении локальности измерений, но так как площадь эталона больше фотометрируемой площадки, то паразитная засветка отсутствует. С целью исключения влияния глубины резкости, необходимо так продумать конструкцию держателя эталона, чтобы обеспечить совмещение отражающей поверхности с опорной плоскостью автоматически при установке эталона в прибор. Тогда постоянство геометрии будет сохраняться для всех аттестуемых объектов и влияние хроматических aberrаций оптической системы можно будет свести к минимуму.

Таким образом, систематические погрешности оптической системы микроскопа зависят только от рассеянного света и вторичных бликов, если плоскость преимущественного падения отсутствует. В тех системах, где она имеется (щелевые апертурные диафрагмы, смещение центра апертурной диафрагмы отно-

сительно зрачка), следует учитывать ошибку из-за эффективного угла падения. При соответствующей калибровке микроспектрофотометров по эталонам систематические ошибки могут быть учтены и достоверность получаемых результатов будет целиком и полностью определяться достоверностью эталонов.

Случайные ошибки оптической системы обусловлены влиянием глубины резкости и зависят от качества изготовления движущихся узлов микроскопа. При неблагоприятных условиях случайная ошибка может достигать $0,5 \div 1\%$ отн., поэтому для получения более точных результатов необходимы многократные измерения R и статистическая обработка экспериментальных данных.

Фотоприемник

Фотоприемник — наиболее ответственный элемент любого фотометрического прибора, так как именно с его помощью происходит преобразование энергии лучистого потока в энергию фототока. В настоящее время в микрофотометрах используются фотоумножители, которые обладают целым рядом преимуществ перед фотоэлементами. Однако природа систематических погрешностей у них одна и та же, поэтому полученные выводы и уравнения одинаково пригодны как для ФЭУ, так и для фотоэлементов.

Большая часть ошибок фотоприемника носит случайный характер. Весьма подробный анализ причин их появления дан в монографии (Чечик и др., 1957). Следует отметить, что в однолучевых микрофотометрах к стабилизации напряжения, питающего фотоумножитель, предъявляются столь же повышенные требования, как и к стабилизации источника света. В этом отношении преимущество двухлучевых приборов бесспорно, так как в течение секунды отношение двух сигналов измеряется несколько десятков раз. Более того, в приборах с электрической компенсацией типа «Блеск» напряжение на ФЭУ не остается постоянным, возрастая при уменьшении опорного сигнала (система АРУ), поэтому электрическая схема питания ФЭУ значительно упрощается.

Однако и в двухлучевых приборах точность измерений во многом зависит от шумов фотоприемника. В работе Н. О. Чечика и др. указываются пути уменьшения шумов ФЭУ за счет его охлаждения, тщательной экранировки от магнитных и электрических полей, соответствующей конструкции делителя напряжения и т. п. Обычно же исследователи стараются выбрать фотоумножитель с малым уровнем шумов из большой партии.

Однако даже самый тщательный отбор не гарантирует того, что малошумящий ФЭУ окажется линейным в большом динамическом диапазоне изменения световых потоков, поэтому проблема определения линейности фотометрических характеристик ФЭУ

является первостепенной. Измерения, проведенные рядом исследователей с фотоумножителями различных типов, показали, что отклонение световой характеристики от линейной в диапазоне световых потоков от 10^{-13} до 10^{-4} люмен не превышает 3%, но для отдельных экземпляров отклонение от линейности может достигать 20% и более. Особенно большое значение вопросам линейности ФЭУ должно уделяться при аттестации эталонов. Фактически достоверность эталонов зависит от точности измерений фотометрической характеристики ФЭУ, используемого в установке. Критерием линейности ФЭУ (параметр S) может служить следующее выражение:

$$\frac{N \cdot \Phi_0 - \Phi_0}{I_\Phi - I_{\Phi_0}} = \operatorname{tg} \alpha = S. \quad (120)$$

Здесь Φ_0 соответствует какому-то единичному потоку; число N показывает, во сколько раз увеличивается единичный поток; I_{Φ_0} — фототок, возникающий при освещении фотоприемника единичным потоком — Φ_0 , а I_Φ — фототок при потоке $N\Phi_0$. Если $S=1$, то это означает, что систематическая погрешность ФЭУ отсутствует и фотоумножитель имеет идеальную фотометрическую характеристику.

На рис. 50 показаны различные варианты, возникающие при вычислении $\operatorname{tg} \alpha$ по уравнению (120). Прямая AD ($\operatorname{tg} \alpha > 1$) указывает, что данный экземпляр ФЭУ будет завышать результаты измерений; прямая DC характерна для ФЭУ, занижающего результаты ($\operatorname{tg} \alpha < 1$), и только DB соответствует идеальному случаю, т. е. $\operatorname{tg} \alpha = 1$. Если в качестве единичного потока выбрать точку B (2Φ) и уменьшить поток в два раза (I_Φ), то получим пунктирные прямые BC' и BA' . Изменяя поток Φ в известное число раз и откладывая соответствующие значения I_Φ , мы получаем кривую, характеризующую погрешность ФЭУ для определенного динамического диапазона. При этом зависимость изменения фототока от соответствующего изменения светового потока может быть и линейной, но для нас более важное значение имеет величина S .

При измерениях R минералов световые потоки могут меняться в динамическом диапазоне от 1 до 100, если в качестве единичного потока выбрать поток, идущий от образца с коэффициентом отражения 1% (иммерсия). Допустим, что мы имеем регистрирующий прибор с разрешающей способностью 0,1% абс. Случайными ошибками измерений пренебрежем, а за единичный примем поток, падающий на объект. По оси абсцисс диаграммы (рис. 51) отложим $\lg \Phi/\Phi_0$, который характеризует изменение светового потока по отношению к единичному. По оси ординат будем откладывать показания нашего регистрирующего прибо-

* Условно полагаем, что регистрирующий прибор не вносит никаких искажений в результаты измерений.

ра * N . Нулю шкалы соответствует единичный падающий поток или поток, отраженный от гипотетического эталона с коэффициентом отражения 100%. Для образца с коэффициентом отражения 10% световой поток уменьшается в 10 раз и т. д. Кривая, показанная на рис. 51, имеет отрезок в правой части, соответствующий увеличению светового потока в два раза и изменению R от 100% до 200%.

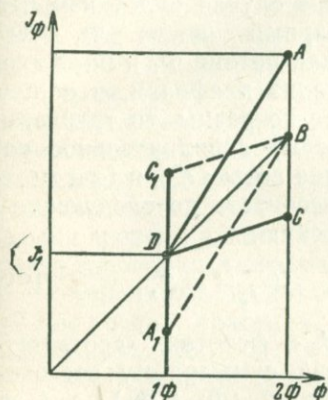


Рис. 50. Влияние нелинейности фотоумножителя на точность измерений R

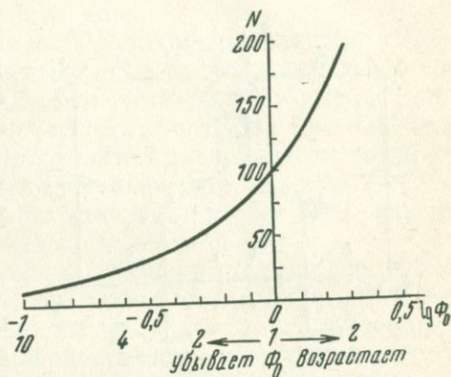


Рис. 51. Изменение показаний (N) регистрирующего прибора в зависимости от светового потока ($\lg \Phi_0$).

В обычных фотометрических измерениях работают с левой ветвью кривой $\lg \Phi/\Phi_0 < 0$, так как световой поток при поглощении всегда уменьшается, поэтому линейность ФЭУ приходится проверять в большом диапазоне изменения световых потоков. Между тем зеркально-симметричные системы позволяют работать и с правой ветвью кривой. В этом случае световой поток меняется всего в два раза, поэтому фотометрические характеристики ФЭУ могут быть определены очень точно, поскольку зависимость R и $\lg \Phi/\Phi_0$ в этом диапазоне близка к прямолинейной.

В двухлучевых микроспектрофотометрах при измерении R низкоотражающих объектов нелинейность ФЭУ может в значительной степени исказить результаты и для выявления систематической погрешности надо провести довольно много измерений, чтобы выявить истинную форму фотометрической характеристики ФЭУ. В зеркально-симметричных системах достаточно провести 2—3 измерения и по уравнению определить S .

Принцип этих измерений ясен из рис. 52. В плоскости выходной щели монохроматора M установлены две диафрагмы D_1 и D_2 . Световые потоки Φ_1 и Φ_2 , выходящие из диафрагм, зеркалами Z_1, Z_2 и Z_3, Z_4 направляются на прозрачные пластинки Π_1 и Π_2 . Далее части потоков отражаются от пластинок и зеркалами Z_5 и Z_6 направляются на катод ФЭУ. Шторки $Ш_1$ и $Ш_2$

могут перекрывать световые потоки, идущие к эталонам А или Б, а также к зеркалам Z_5 и Z_6 (показано пунктиром). Выполним следующие измерения. Перекроем шторкой Π_2 световой поток, отраженный от зеркала Z_4 . Эталоны при этом удалены. Перекрывая шторкой Π_1 поток, отраженный от зеркала Z_2 , устанавливаем на регистрирующем приборе нулевой отсчет. Повернем шторку Π_1 на 90° , тем самым мы измерим поток Φ_2 . Далее повернем и шторку Π_2 на 90° . В этом случае будет измерен суммарный поток $\Phi_1 + \Phi_2$.

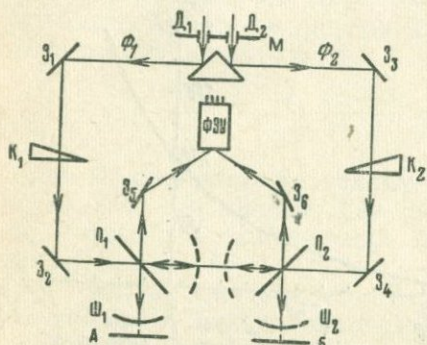


Рис. 52. Проверка линейности фотоприемника в зеркально-симметричных оптических системах:

М — выходная щель монохроматора; D_1 и D_2 — диафрагмы; $Z_1 - Z_6$ — плоские зеркала; K_1 и K_2 — фотометрические клинья; P_1 и P_2 — полупрозрачные пластинки; Π_1 и Π_2 — подвижные шторки; А и Б — эталоны; ФЭУ — фотоумножитель

фотометрическая характеристика ФЭУ близка к идеальной, которая показана на рис. 51.

Если теперь повернуть шторку Π_1 так, чтобы на ФЭУ попал световой поток, отраженный от образца, то в правой ветви фототок будет равен I_1 , а в левой ветви ($I_2 + I_1R$). Отношение фототоков равно:

$$\frac{I_2 + I_1R}{I_1} = \frac{I_2}{I_1} + R. \quad (122)$$

Так как с помощью клиньев K_1 и K_2 отношение $\frac{I_2}{I_1}$ можно сделать равным 1, то при $I = I_2 = 1$ отсчет по регистрирующему прибору будет соответствовать величине R эталона (R измеренное). Истинное значение $R_{ист}$ равно:

$$R_{ист} = \frac{R_{изм}}{S} = R_{изм} \cdot \frac{I_2}{I_3 - I_1}. \quad (123)$$

Следовательно, зеркально-симметричная система позволяет определить фотометрические характеристики фотоумножителя,

не прибегая к помощи каких-либо специальных установок. Разумеется, что к стабилизации питания ФЭУ и источника света предъявляются высокие требования, так как приходится измерять сами потоки, а не их отношения. Однако при двухлучевом методе измерений возникают свои трудности. Чтобы проверить линейность фотоприемника и приемно-усилительной схемы надо также провести три измерения отношений двух потоков. При этом один из потоков должен быть изменен в большую или меньшую сторону в известное число раз.

Наиболее простое решение этой задачи заключается в том, что один из потоков пропускается через систему круглых диафрагм, причем перед диафрагмами установлены клинья для энергетического выравнивания световых потоков. Так как геометрия пучков в обоих ветвях получается различной, приходится оба потока направлять в фотометрический шар. С теоретической точки зрения наивысшая точность измерений может быть достигнута только при однолучевом методе измерений.

Существуют и другие методы проверки линейности ФЭУ. Один из них описан в работе Филлипса и Брэдшоу (Phillips, Bradshaw, 1966). В их системе используется пара поляридов и закон изменения фототока сравнивается с известной зависимостью ослабления светового потока при вращении одного из поляридов. Однако фотокатод ФЭУ чувствителен к состоянию поляризации света, поэтому, чтобы избежать наложения побочных факторов, нужно иметь оптический аттенюатор из трех поляридов. В системе, состоящей из трех поляризаторов, ослабление света пропорционально $\cos^4 \alpha$ (α — угол поворота среднего поляризатора) в идеальном случае, практически же надо учитывать многократные отражения внутри ослабителя, а главное знать точное значение пропускания параллельных и скрещенных пар. Эти коэффициенты определяются опять-таки фотоэлектрическим методом, т. е. получается замкнутый круг.

Таким образом, минимальное число независимых измерений, которые надо выполнить для определения коэффициента отражения, равно пяти. Три измерения нужны для проверки линейности фотоумножителя и два измерения требуются для нахождения величины R . Тогда относительная ошибка определения коэффициента отражения эталона σ_R отн. будет равна

$$\sigma_R \approx \pm \sqrt{4(\sigma_I)^2 + (\sigma_I^R)^2}, \quad (124)$$

где σ_I — относительная ошибка в определении фототока, соответствующего единичному световому потоку, а σ_I^R — относительная ошибка фототока для потока, отраженного от эталона. Под σ_I и σ_I^R условимся понимать средние квадратичные ошибки. В лабораторных условиях при соблюдении известных мер можно добиться точности $0,1 \div 0,05\%$ абс. при измерении единичного

потока, тогда σ_R для зеркал с большими коэффициентами R составит $0,1 \div 0,25\%$ отн.

В микроспектрофотометрах линейность ФЭУ может проверяться только по эталонам, число независимых измерений увеличивается и относительная ошибка возрастает. Чтобы избежать поправок на нелинейность ФЭУ, измерения R должны проводиться по двум эталонам, один из которых имеет коэффициент отражения больше исследуемого минерала $R'_{\text{эт}}$, а другой примерно во столько же раз меньше $R''_{\text{эт}}$. Напишем следующее уравнение для расчета R минерала, считая, что ρ можно пренебречь:

$$\left. \begin{aligned} R'_M &= \frac{I'_M \cdot R'_{\text{эт}} \cdot S_1}{I'_{\text{эт}}} \\ R''_M &= \frac{I''_M \cdot R''_{\text{эт}}}{I''_{\text{эт}} \cdot S_2} \end{aligned} \right\} \cdot \quad (125)$$

Здесь $I'_M, I''_M, I'_{\text{эт}}, I''_{\text{эт}}$ — фототоки для минерала и эталонов с $R'_{\text{эт}}$ и $R''_{\text{эт}}$. Параметр S определяем из отношения большего потока к меньшему, поэтому $S_1 \approx S_2$ и

$$R_M = \sqrt{\frac{I'_M \cdot I''_M \cdot R'_{\text{эт}} \cdot R''_{\text{эт}}}{I'_{\text{эт}} \cdot I''_{\text{эт}}}} = \sqrt{R'_M \cdot R''_M} \quad (126)$$

Относительная ошибка при определении коэффициента отражения минерала σ_R^M будет равна

$$\sigma_R^M = \pm \frac{1}{2} \sqrt{2(\sigma_I^M)^2 + (\sigma_I')^2 + (\sigma_I'')^2 + (\sigma_{\text{эт}}')^2 + (\sigma_{\text{эт}}'')^2}, \quad (127)$$

где $(\sigma_I^M), (\sigma_I'), (\sigma_I'')$ — относительные ошибки при определении фототока для минерала и эталонов, а $(\sigma_{\text{эт}}')$ и $(\sigma_{\text{эт}}'')$ — относительные ошибки эталонов с $R'_{\text{эт}}$ и $R''_{\text{эт}}$.

Предположим, что мы измеряем объект с $R \approx 40\%$, имея эталоны с $R'_{\text{эт}} \approx 80\%$ и $R''_{\text{эт}} \approx 20\%$. Величины $(\sigma_{\text{эт}}')$ и $(\sigma_{\text{эт}}'')$ составляют соответственно 0,003 и 0,01. Пусть абсолютная ошибка измерений равна 0,2% абс., т. е. (σ_I') и (σ_I'') также равны 0,003 и 0,01, а $\sigma_I^M = 0,005$. Отсюда σ_I^M составит 0,85% отн. Если для низкоотражающего эталона, например алмаза, воспользоваться расчетными значениями R , то можно величиной $\sigma_{\text{эт}}''$ пренебречь, и тогда $\sigma_R^M \approx 0,7\%$ отн. При этом величина S может быть значительно больше или меньше 1. Если же рассчитывать R минерала по формуле (125), то точность измерений будет зависеть от систематической погрешности S , обусловленной нелинейностью ФЭУ. Разные экземпляры ФЭУ могут отличаться по величине S , причем она меняется в зависимости от напряжения и спектраль-

ного диапазона измерений, что неизменно отражается на достоверности данных. В предельном случае, когда $R_M \approx R_{Эт}$, можно считать, что $S = 1$ и из формулы (127) находим, что

$$\sigma_R^M \approx \pm 1,75\sigma_R^{Эт}, \quad (128)$$

если измерения выполняются с той же относительной ошибкой, что и при аттестации эталонов. Из (127) и (128) следует, что если нужно измерять R минералов в воздухе и иммерсии с относительной ошибкой 0,5% отн., то точность аттестации эталонов должна быть не хуже 0,25% отн. При исследовании низкоотражающих эталонов, когда $\sigma_R^{Эт} \approx 0$, относительная ошибка при $R_M \approx R_{Эт}$ равна

$$\sigma_R^M \approx \pm 1,4\sigma_I^M. \quad (129)$$

В двухлучевых микроспектрофотометрах измеряется отношение двух сигналов q , причем

$$\left. \begin{aligned} q_1 &= \frac{I_M}{I_{100}} = \frac{R_M}{R_{100}} \cdot S_1 \\ q_2 &= \frac{I_{Эт}}{I_{100}} = \frac{R_{Эт}}{R_{100}} \cdot S_2 \end{aligned} \right\}, \quad (130)$$

отсюда при

$$R_M = \frac{q_1}{q_2} \cdot R_{Эт} \quad (131)$$

и

$$\sigma_R^M = \pm \sqrt{(\sigma_{q_1})^2 + (\sigma_{q_2})^2 + (\sigma_R^{Эт})^2} \quad (132)$$

при условии, что регистрирующая система не вносит никаких систематических погрешностей. Таким образом, градуировка двухлучевого прибора по эталону с известным R позволяет исключить параметр S , если зависимость изменения фототока от изменения светового потока носит линейный характер во всем диапазоне изменения световых потоков ($S_1 \approx S_2$). Из формулы (132) видно, что максимальная точность измерений достигается тогда, когда $R_{Эт}$ близко к 1, поэтому если точность измерений на двухлучевом микроспектрофотометре сравнима с точностью аттестации эталонов, то в предельном случае для высокоотражающих объектов получаем

$$\sigma_R^M \approx \pm 1,75\sigma_R^{Эт}, \quad (133)$$

т. е. аналогично выражению (128). Следовательно, выигрыша в точности (как и следовало ожидать) двухлучевая система не дает.

Однако с экономической точки зрения создание двухлучевого микроспектрофотометра высокого класса точности требует меньших затрат, так как упрощается схема питания ФЭУ и источника света, имеется возможность записывать спектры отражения, почти не отличающиеся по форме от истинных. Производительность

измерений при этом существенно повышается, что имеет немаловажное для исследователей значение. В качестве эталона для настройки двухлучевых приборов пригоден и алмаз, но тогда вряд ли может быть обеспечена точность измерений лучше $0,3 \div 0,6\%$ отн. и то при условии, что разрешающая способность регистрирующей системы находится в пределах $0,1 \div 0,5\%$ абс. Необходима также и уверенность в том, что зависимость фототока ФЭУ носит линейный характер почти в шестикратном диапазоне изменения световых потоков, причем линейность должна сохраняться при самых разных напряжениях на ФЭУ и во всем спектральном диапазоне измерений R . В действительности последнее условие может и не выполняться, поэтому для проверки двухлучевых микроспектрофотометров нужны, как минимум, 2—3 эталона с коэффициентами отражения порядка $50 \div 60\%$ и $85 \div 95\%$ помимо алмаза или высокопреломляющих стекол.

Создание установки «ПИОР», описание которой было приведено выше, позволило выявить еще один тип погрешностей, обусловленных чувствительностью ФЭУ. При этих исследованиях шторка в opak-иллюминаторе прибора «ПИОР» могла устанавливаться в три фиксированных положения. В первом положении шторки на ФЭУ попадал световой поток, отраженный от эталона, во втором положении — поток, отраженный от внутреннего стандарта. В третьем положении шторки на ФЭУ падал суммарный поток, идущий из обеих ветвей. Так как шторка являлась пассивным элементом, то геометрия световых пучков при этих экспериментах полностью сохранялась.

В идеальном случае сумма отсчетов, полученных при первых двух положениях шторки, должна в точности равняться отсчету для ее третьего положения. Однако в действительности при всех напряжениях на ФЭУ и во всем диапазоне длин волн последний отсчет был всегда меньше суммы двух первых. Ошибка достигала от 1 до 3% отн. Независимое изменение величины каждого потока давало возможность построить график, аналогичный рассматриваемому на рис. 50. Анализ полученных данных показал, что имеет место линейная зависимость между изменением светового потока и ответного фототока для используемого экземпляра ФЭУ, однако прямая, характеризующая эту зависимость, смещена относительно начала координат. Наблюдаемое явление становится понятным, если предположить, что ФЭУ начинает реагировать после определенного порога освещенности. Представим, что на ФЭУ падает поток

$$\Phi_1 = \Phi_n + \Phi'_1,$$

где Φ_n — пороговый поток, а Φ'_1 — регистрируемый поток. Тогда

$$\Phi_2 = \Phi_n + \Phi'_1$$

и если

$$\Phi_3 = \Phi'_1 + \Phi'_2 + \Phi_n,$$

$$\Phi_{\Pi} = (\Phi_1 + \Phi_2) - \Phi_3, \quad (134)$$

т. е. смещение прямой линии от начала координат и соответствует пороговому потоку Φ_{Π} .

Обусловленная существованием Φ_{Π} погрешность является систематической и имеет знак (+), т. е. ее надо прибавлять к результатам измерений. Ошибки, зависящие от рассеянного света, имеют знак (—) и их надо вычитать. Поэтому оба вида ошибок частично компенсируют друг друга и знак суммарной погрешности будет зависеть от того, какая из ошибок является преобладающей.

Следовательно, задача исследования линейности световых характеристик ФЭУ с учетом влияния пороговой чувствительности имеет решающее значение как для повышения точности аттестации эталонов, так и при определении эффективной ошибки для сравнительных измерений R под микроскопом.

Регистрирующая система

Регистрирующая система микрофотометра обычно включает усилитель постоянного или переменного тока и отсчетное устройство типа стрелочного электроизмерительного прибора или зеркального гальванометра. В приборах с автоматической регистрацией измерений выход усилителя связан с самопишущим потенциометром. В последнее время появились регистрирующие приборы и с цифровой индикацией — цифровые вольтметры, в которых усилитель и индикатор составляют единое целое. Многие цифровые приборы имеют выход на цифropечатающее устройство и, следовательно, их можно использовать для создания автоматических дискретных регистрирующих устройств.

Предельная относительная погрешность измерительного прибора характеризуется его классом точности. Классы точности обозначаются цифрами 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,5; 4,0. Цифра класса точности показывает величину относительной ошибки в процентах при отклонении стрелки прибора до последнего деления шкалы. Абсолютная ошибка прибора при любом отклонении стрелки одинакова, поэтому при измерениях R лучше указывать абсолютную ошибку в долях процентов. Большинство стрелочных приборов имеют класс точности 1—1,5 и шкалу на 100—150 делений. У самопишущих приборов класс точности выше (0,25 и 0,5), и шкала у потенциометров типа ЭПП-09 достигает 270 мм. У зеркальных гальванометров длина шкалы колеблется от 250 до 1000 делений (устройство типа УФ-206). Класс точности зеркальных гальванометров выше, чем у стрелочных приборов, и сопоставим с классом точности самопишущих потенциометров.

Самый высокий класс точности у приборов с цифровой индикацией. Цифровые вольтметры отечественного производства имеют 3—5 декад и класс точности 0,2—0,01. Японские цифровые вольтметры типа TR-6515 имеют класс точности 0,01—0,02 и 5 декад. Цифровой вольтметр фирмы «Динамко» (Англия) характеризуется классом точности 0,001 и имеет шесть декад при разрешающей способности 10 мкВ (входное сопротивление больше 25 000 мОм).

Из предыдущего раздела было видно, что максимальная точность измерений R , зависящая только от особенностей используемой аппаратуры, достигается лишь в том случае, когда класс точности регистрирующей системы сопоставим с точностью аттестации эталонов. Следовательно, в первую очередь необходимо определить класс точности регистрирующего прибора, который целесообразно использовать в установках для аттестации эталонов. При этом надо исходить из современного уровня развития техники, используя для питания ФЭУ и источника света в однолучевых приборах высококачественные стабилизаторы и применяя наиболее прогрессивные электрические схемы в двухлучевых системах. В этом случае можно надеяться, что суммарная средняя квадратичная ошибка измерения составит 0,2% абс. Систематическая погрешность зеркально-симметричных схем значительно меньше этой величины и поэтому класс точности отсчетного прибора должен быть равен 0,05—0,1, т. е. для регистрации необходимо применять цифровые вольтметры.

Использование приборов указанных классов точности гарантирует, что регистрирующая система при однолучевом методе измерений будет работать линейно во всем диапазоне изменения световых потоков и не обусловит дополнительных систематических погрешностей.

При измерении R низкоотражающих объектов в воздухе и иммерсии также целесообразно применять высокоточные приборы с большой шкалой, если случайная ошибка измерений достаточно мала. В этом случае может быть достигнута относительно высокая точность измерений R , так как при хорошей полировке эталонов можно пренебречь величинами $\sigma_{\text{от}}$. Для прецизионных измерений R , когда ставится задача определения оптических постоянных n и k , также требуются регистрирующие устройства класса точности 0,1 и 0,25. При обычных исследованиях приборы класса 0,5—1,0 вполне обеспечивают необходимую воспроизводимость и достоверность данных, учитывая то обстоятельство, что ошибки, обусловленные качеством полировки образца часто превышают в 2—3 раза суммарную погрешность прибора.

В тех микроспектрофотометрах, где отсчетное устройство используется в совокупности с усилителем постоянного или переменного тока, возникают систематические ошибки, обусловленные нелинейностью самого усилителя. Проверка линейности усилителя обычно не вызывает затруднений, так как, подавая на

его вход сигналы от источника калиброванных напряжений и измеряя выходные сигналы с помощью потенциометра или цифрового вольтметра, можно определить поправочный коэффициент с большой точностью. Однако более правильным представляется способ проверки линейности всей приемно-регистрирующей системы, включая и фотоприемник. Тогда параметр S будет характеризовать линейность прибора в целом. Разнотипность аппаратуры, используемой при исследовании оптических свойств рудных минералов, обуславливает и вариации коэффициентов S , поэтому результаты, получаемые в разных лабораториях для одних и тех же объектов, могут быть недостоверны, несмотря на отличную их воспроизводимость. Для повышения достоверности измерений комплект эталонов должен быть значительно расширен. Только два эталона, один из которых имеет R больше, чем у исследуемого минерала, а другой меньше, позволяют свести к минимуму влияние нелинейности прибора, как это видно из уравнения (126). Те же два эталона позволяют определить и коэффициент ρ , используя выражение (106), поэтому окончательная формула для расчета $R_{\text{ист}}$ минерала с учетом поправок имеет следующий вид:

$$R_{\text{ист}} = \sqrt{\frac{R'_{\text{изм}} R''_{\text{изм}} (R'_{\text{изм}} R''_{\text{эт}} - R''_{\text{изм}} R'_{\text{эт}})}{R'_{\text{изм}} (R'_{\text{изм}} - R'_{\text{эт}}) + R''_{\text{изм}} (R''_{\text{эт}} - R''_{\text{изм}})}}. \quad (135)$$

При этом полагаем, что произведение

$$\rho^2 \cdot (R'_{\text{изм}} - R'_{\text{эт}}) (R''_{\text{изм}} - R''_{\text{эт}})$$

мало и им можно пренебречь. Когда и ρ относительно мало, то

$$R_{\text{ист}} = \sqrt{R'_{\text{изм}} \cdot R''_{\text{изм}}}. \quad (136)$$

В случае больших значений ρ расчеты следует вести по общей формуле (135).

Таким образом, комплект эталонов позволяет исключить все наиболее существенные систематические ошибки, обусловленные используемой аппаратурой. В настоящее время высокоотражающие эталоны ($R > 60\%$) отсутствуют, поэтому проверить линейность микроспектрофотометров в более широком диапазоне изменения световых потоков не представляется возможным, следовательно, данные, относящиеся к высокоотражающим минералам, будут иметь разную степень достоверности.

Заканчивая рассмотрение источников систематических и случайных ошибок, обусловленных конструктивными особенностями используемой аппаратуры, можно сделать следующие выводы:

1. Требования к точности измерений, возникающие при постановке конкретных задач исследования оптических свойств рудных минералов, предопределяют и требования к точности аттестации эталонов, выбору регистрирующей системы и качеству изготовления самого прибора.

2. Точность измерений R эталонов не может быть выше, чем $2,2\sigma$, где σ — средняя квадратичная погрешность единичного измерения*, зависящая от стабильности источника света и случайных ошибок фотоприемника.

3. Основные систематические ошибки микроспектрофотометров, обусловленные влиянием вторичных бликов и линейностью приемно-регистрирующей системы, могут быть исключены в процессе измерений по двум эталонам, один из которых имеет коэффициент отражения больший, чем у исследуемого минерала, а другой примерно во столько же раз меньший.

4. В целях усреднения данных и исключения ошибок, зависящих от формы апертурной диафрагмы и сложного характера распределения энергии в пучке света, падающего на катод фотоприемника, независимые измерения R следует выполнять при двух установках поляризатора, отличающихся на 90° .

5. Тщательное исключение всех систематических ошибок позволяет получать достоверные результаты независимо от апертуры объектива.

ВЛИЯНИЕ ОШИБОК, ОБУСЛОВЛЕННЫХ УСТАНОВКОЙ ИССЛЕДУЕМОГО ОБРАЗЦА НА СТОЛИК МИКРОСКОПА

Если большинство систематических и случайных приборных погрешностей можно учесть и частично исключить, то контроль ошибок, зависящих от образца, достаточно затруднителен. При этом имеются в виду те погрешности, которые обусловлены качеством отражающей поверхности и подготовкой образца перед проведением измерений. Вариации значений R , вызванные непостоянством химического состава, вхождением изоморфных примесей, структурными различиями и т. д., не являются погрешностями с точки зрения метрологии, хотя расхождение результатов в ряде случаев объясняется именно этими причинами. Следовательно, при сопоставлении результатов измерений R , полученных для разных образцов одного и того же минерала, необходимо оценить хотя бы приближенно влияние ошибок, зависящих от образца. Поэтому прежде рассмотрим характер ошибок, возникающих при установке полированного шлифа на предметный столик микроскопа. Тот же вид ошибок будет возникать и при установке эталона на опорную плоскость измерительного прибора.

В идеальном случае оптическая ось микрофотометра должна совпадать с осью вращения предметного столика, которая, в свою

* На данном этапе технического развития фотометрическая точность лучших спектрофотометров, предназначенных для абсорбционных исследований, достигает 0,1—0,2% абс. В лабораторных условиях удается добиться точности 0,05% абс. Указанные цифры позволяют оценить и предельную точность аттестации эталонов зеркального отражения.

очередь, должна быть перпендикулярна плоскости предметного столика. Эти условия не должны нарушаться и при перемещении предметного столика относительно фокальной плоскости объектива. В реальных приборах указанные требования не выполняются, хотя отклонения от идеальных условий сравнительно невелики.

В работе (Иванова, 1974) показано, что если плоскость столика не перпендикулярна оптической оси микроскопа, то происходит занижение значений R . Полагая, что плоскость образца параллельна предметному столику, автор указанной работы считает, что при вращении сечения изотропного минерала значения R меняться не будут, т. е. указанная ошибка не выявляется. Этот вывод справедлив только в идеальном случае, который практически не встречается.

В действительности при расчете ошибок, связанных с установкой шлифа, необходимо учитывать три угла: угол наклона оси вращения столика к оптической оси микроскопа; угол наклона оси вращения столика к плоскости предметного столика; угол наклона поверхности шлифа к плоскости столика микроскопа. В общем случае оси и плоскости сложным образом наклонены друг относительно друга, т. е. надо привязываться к условной системе координат. При этом ось x_3 (см. рис. 3) совпадает с оптической осью, а две другие оси лежат в фокальной плоскости объектива.

Следует учитывать, что если углы наклона достигают заметных значений, то относительно правильную установку шлифа можно выполнить, наблюдая за смещением изображения апертурной диафрагмы (окуляр удален), закрытой до предела. При перекосе шлифа точечное изображение апертурной диафрагмы перемещается по кругу. В этом случае для контроля используют плоскопараллельное зеркало. Отсутствие смещения изображения диафрагмы свидетельствует о правильной юстировке столика и перекосе шлифа обусловлен плохим качеством пресса для монтировки аншлифов.

Однако большой интерес представляет тот случай, когда углы наклона настолько незначительны, что при визуальных коноскопических наблюдениях смещение диафрагмы не улавливается, а фотометрические измерения показывают изменение значений R при вращении среза изотропного минерала (см. рис. 63, б). Общий теоретический расчет погрешностей, обусловленных малыми дефектами юстировки столика и образца, достаточно сложен, поэтому только экспериментальные исследования помогут точно выяснить величину и характер ошибок этого рода. Кроме того, юстировка столика и совмещение оптической оси с осью его вращения осуществляется лишь в заводских условиях. Исследователи, как правило, не имеют возможности исправить дефекты юстировки, т. е. влияние таких ошибок должно выясняться в процессе испытаний прибора, а сами

ошибки входят в общую приборную погрешность. В связи с этим оценим порядок погрешностей обусловленных перекосом шлифа.

На рис. 53 показано отражение лучей S_0 и S_1 от поверхности шлифа $C-C$, наклоненной под углом β к плоскости предметного столика $\Pi-\Pi$. N — нормаль к поверхности $C-C$. Будем считать, что оптическая ось O . O перпендикулярна плоскости $\Pi-\Pi$ и совпадает с осью вращения. Луч S_0 после отражения идет по направлению S_1 . Повернем шлиф на 180° , тогда плоскость шлифа займет положение $C'-C'$. Луч S_0 после отражения пойдет по направлению S'_0 , а луч S_1 по направлению S'_1 .

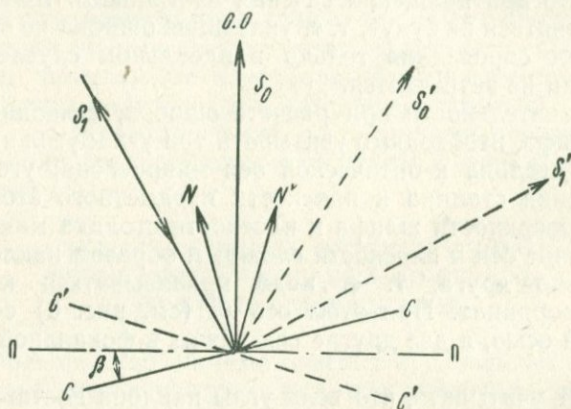


Рис. 53. Влияние наклона отражающей плоскости ($C-C$) при измерениях R :

$O.O$ — оптическая ось; $C'-C'$ — положение отражающей плоскости после поворота на 180° ; N и N_1 — нормали к плоскости ($C-C$) и ($C'-C'$); S_0 и S_1 — падающие лучи; S'_0 и S'_1 — отраженные лучи

Как видим, геометрия пучка изменяется и при определенных углах наклона β часть потока может экранироваться и не попадет на фотоприемник. Если в качестве светоделительного элемента используется призмный отражатель, то при определенном положении шлифа (плоскость $C-C$) часть пучка идет по направлению к призме и экранируется. Использование пластинки в этом отношении имеет свои преимущества, так как влияние наклона сказывается в меньшей степени. Но в том и другом случае значения R при вращении изотропной поверхности на 180° меняются от максимальных до минимальных (см. рис. 63, б).

В статье Эренберга (Ehrenberg, 1964) показано, что при наклоне поверхности аншлифа на $32'$ отсчет по шкале измерительного прибора изменяется примерно на 2%.

Автором были проведены соответствующие исследования для определения вида функции уменьшения R от угла наклона образ-

ца. С этой целью были определены значения R на поверхности пирита, установленной строго перпендикулярно к оптической оси микроскопа. Затем эта же поверхность отклонялась от горизонтального положения на доли градуса с помощью клина, угол которого был известен с точностью до $30''$. На рис. 54 показана экспериментально найденная зависимость уменьшения значений R при малых углах наклона отражающей поверхности. Как видно из диаграммы, достаточно угла наклона порядка $5'$, чтобы значения R уменьшились на $0,5\%$ абс.

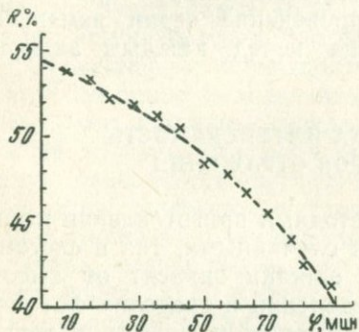


Рис. 54. Изменение значений R в зависимости от угла наклона отражающей поверхности

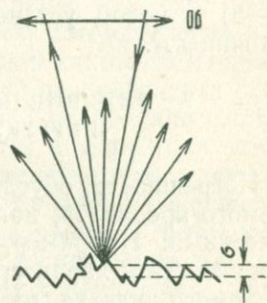


Рис. 55. Влияние неровностей на уменьшение значений R

Столь небольшой наклон может быть обусловлен непараллельностью основания и рабочей план-шайбы прессика, используемого при монтировке шлифа, а также местным рельефом поверхности, возникающим при полировке. Даже при использовании безрельефных методов полировки шлифов плоскости отдельных зерен минералов могут быть сложным образом наклонены в пространстве на небольшие углы. Это приводит к тому, что значения R при повороте столика микроскопа с установленным на нем шлифом не совпадают через 180° .

Полностью исключить ошибки, связанные с наклоном отражающей поверхности, нельзя, но их можно значительно уменьшить, применяя для монтировки шлифа прессики улучшенной конструкции или устанавливая на предметный столик микроскопа специальное устройство* на трех юстируемых опорах (Engelberg, 1964), с помощью которого отражающую поверхность можно выставить строго горизонтально. Контроль установки препарата осуществляется фотометрическим путем. Обычно наклон отражающей плоскости приводит к занижению измеряемых коэффициентов отражения, поэтому при расчетах необходимо

* В настоящее время фирма «Виккерс» (Англия) снабжает микрофотометры специальным столиком для выравнивания плоскости шлифа. Крайне необходимо, чтобы подобные приспособления входили в комплект отечественной аппаратуры.

учитывать только максимальные значения R . Этот же вывод остается и при работе с анизотропными минералами. Величины R_g и R_p также должны совпадать через 180° . Поэтому при отсутствии устройства для выравнивания плоскости зерна также необходимо фиксировать только максимальные значения R_g и R_p . Усреднение данных, измеренных в двух крайних положениях, неизбежно приводит к занижению получаемых результатов.

Таким образом, ошибки, обусловленные наклоном отражающей плоскости, носят в основном случайный характер, поэтому для их уменьшения необходимо проведение серии измерений (3—5) с новой установкой образца перед каждым замером величины R .

ВЛИЯНИЕ ПОЛИРОВКИ НА ИНТЕНСИВНОСТЬ И СТРУКТУРУ СПЕКТРОВ ОТРАЖЕНИЯ

Погрешности, обусловленные методами приготовления исследуемого препарата, могут быть как случайными, так и систематическими. Например, случайные ошибки зависят от высоты неровностей и характера их распределения в пределах фотометрируемого участка, от микроцарапин, трещин, пустот и других дефектов шлифа. При этом дефекты сказываются по-разному, если измерения проводятся в достаточно широком интервале спектра, т. е. следует учитывать соотношение между высотой неровностей и длиной волны света, падающего на образец. Столь же разнообразны и источники систематических погрешностей. Влияние последних сказывается главным образом на искажении структуры поверхностного слоя, а следовательно, и на изменении оптических свойств. По-видимому, можно предположить, что разные методы полирования: механические, химические, электролитические или комбинации их приводят к специфическому изменению поверхностного слоя. В частности, при механической полировке обычны явления наклепа, описанные Бейльби еще в 1903 г.

До сих пор существует лишь единственный способ прямой оценки влияния качества поверхности — это сопоставление данных, полученных при измерении R на сколе кристалла в вакууме и на поверхности того же кристалла, отполированной одним из известных способов. По понятным причинам такой метод к природным минералам неприемлем. Поэтому приходится учитывать каждый фактор в отдельности, используя экспериментальные данные и некоторые теоретические представления.

Прежде всего рассмотрим случайные погрешности, обусловленные микронеровностями шлифа. Пусть диаметр фотометрируемого участка составляет 10 мк. Площадь такого участка соответствует 314 мкм^2 . Предел разрешающей способности объектива d вычисляется приближенно по формуле

$$d \approx \frac{\lambda}{2A}, \quad (137)$$

где A — апертура объектива. При $\lambda = 0,6$ мкм и $A = 0,4$ d составит 0,75 мкм. Следовательно, микроцарапина протяженностью 10 мкм и шириной 0,75 мкм при визуальных наблюдениях фиксируется с трудом. Площадь этой царапины равна 7,5 мкм². Если предположить, что зеркальный коэффициент отражения такого участка около 1%, то легко подсчитать, что при измерении минерала, $R_{\text{ист}}$ которого составляет 50%, будет допущена ошибка порядка 1,2% абс., или 2,4% отн. Отклонение от R истинного составит 0,1% абс., если коэффициент отражения дефектного участка будет равен 46%. Вот каково влияние на результаты измерений даже одной еле заметной царапины.

Отражающая поверхность не является математически плоской. Если провести мысленный разрез вдоль какого-то направления, то мы получим профиль, отражающий распределение неровностей для данной поверхности (рис. 55). При падении света на такую поверхность часть пучка отражается зеркально, а оставшая часть диффузно рассеивается. Соотношение между зеркальной составляющей и диффузной зависит от величины неровностей и длины волны падающего света. Когда размеры неровностей превышают длину волны, то их можно рассматривать как микроскопические зеркала, отражающие свет в различных направлениях. При этом полностью применимы законы геометрической оптики и результирующее распределение интенсивности зависит от углов наклона этих «элементарных» зеркал.

Но если неровности поверхности сравнимы с длиной волны, то главную роль начинают играть явления дифракции, учет которых возможен лишь при условии знания деталей формы поверхности, поэтому в большинстве своем такие задачи точно не решаются.

Беннету (Беннет, 1970) удалось теоретически исследовать случай, когда размер неровностей много меньше длины волны. Он установил, что значения R при нормальном падении могут быть занижены на 1%, если среднеквадратичное значение высоты неровностей (σ) составляет примерно $0,01\sigma$. Когда неровности имеют гауссово распределение по высоте, то занижение может быть описано следующей приближенной формулой:

$$\frac{\Delta R}{R} = \left(\frac{4\pi \cdot \sigma}{\lambda} \right)^2, \quad (138)$$

где σ — среднеквадратичное значение высоты неровностей (в Å), причем $\sigma < \lambda$.

Интересные данные по влиянию полировки на оптические свойства получены С. Демирсом (Demirsoy, 1968). Он исследовал спектры отражения галенита для свежего скола и поверхности, подвергнутой механической полировке. Занижение R для полированной поверхности составляет примерно 4,5% отн. Согласно уравнению (138), это означает, что в результате механической полировки создаются неровности порядка 85 Å. Столь

сильное занижение значений R препятствует проведению последующих вычислений n и k , поскольку даже ошибка в 0,5% отн. может приводить к грубым искажениям (Piller, 1964) этих величин. Более важным, однако, представляется тот факт, что механическая полировка почти не искажает формы спектра. Сопоставление спектров отражения галенита, полученных Демирсом, показывает, что частотная зависимость R от λ меняется в пределах 0,2—0,5% отн., если принять за эталон поверхность скола. Автор с той же целью исследовал естественную зеркально-гладкую поверхность кристалла пирита. При $\lambda = 580$ нм измеренные значения R соответствовали 56,4—56,8%. После механической полировки той же поверхности значения R уменьшились до 54,3—54,7. Относительное уменьшение составляет примерно 3,7% отн. Искажение же формы спектра не превышает 0,5—1% отн. Максимальное искажение отмечается в области 680—740 нм. На основании этих данных можно предположить, что уменьшение значений R , вызываемое механической полировкой, для большинства минералов будет находиться в пределах 3—5% отн., причем для минералов с пониженной твердостью эти пределы, по-видимому, должны быть увеличены до 10—15% отн. (Бернштейн, 1970).

Введение поправки, т. е. увеличение измеренных значений R на определенную величину во всем спектральном диапазоне, позволяет частично уменьшить дефекты, обусловленные механической полировкой, а проведение детальных исследований на сколах монокристаллов синтетических соединений даст возможность в будущем установить для каждого соединения свои пределы поправок при стандартных условиях приготовления образцов. При этом следует учитывать и некоторые неблагоприятные факторы, затрудняющие введение подобных поправок. Известно, что разные срезы одного и того же минерала из-за анизотропии твердости полируются неодинаково (Рамдор, 1962). По данным Хэллимонда и Бауи (Hallimond, Bowie, 1964), разброс значений R для разных граней пирита, отполированных несколькими способами, достигает $\pm 0,5\%$ абс. С. Демирсой (Demirsoy, 1968) исследовал спектры отражения пирита на срезах (111) и (100). Коэффициенты отражения для среза (111) оказались выше на 0,5% абс. практически во всем видимом диапазоне. По-видимому, наибольший разброс значений R будет отмечаться у минералов низших сингоний, имеющих высокие значения коэффициентов (K_n) анизотропии микротвердости (Лебедева, 1963). Следует ожидать, что среднеквадратичное значение высоты неровностей σ сложным образом зависит и от K_n , поэтому истинная форма поверхности отражения может быть искажена из-за занижения коэффициентов отражения для наиболее плохо полируемых сечений. Именно по этой причине оптический знак и осьность у некоторых анизотропных минералов устанавливаются с трудом.

Таким образом, микронеровности, так же как и наклон отражающей поверхности, обуславливают занижение истинных коэффициентов отражения. Однако эти факторы практически не искажают реальной формы спектра отражения в видимом диапазоне длин волн.

Влияние способов обработки на изменение структуры спектров отражения детально изучала группа молдавских исследователей (Спектры отражения халькогенидов..., 1967). На рис. 56

показаны полученные ими спектры отражения для сколов, полированных и травленных поверхностей Sb_2Se_3 . Кривые несколько сдвинуты, чтобы показать изменение некоторых деталей. В области 1 эВ (1 μ) они практически сливаются. Кривая 1 получена для свежесколотой поверхности. Кривая 2 отвечает сколу, пролежавшему в открытой атмосфере более четырех лет. Кривая 3 соответствует полированному образцу, а кривая 4 — полированному образцу после травления. Авторы приходят к выводу, что в области энергий до 3 эВ (до 400 нм) полировка мало влияет на структуру спектров, а травление дает более четкое выявление пиков. При переходе в область больших энергий (ультрафиолетовая область) влияние полировки

существенно сказывается на искажения формы спектров, помимо сильного уменьшения значений R . Такое уменьшение отмечалось и для травленных образцов. Причина указанного явления осталась невыясненной. По мнению автора, этот эффект объясняется тем, что хотя в результате травления относительно крупные неровности сглаживаются и удаляется деформированный слой, но одновременно возникает большое число «ямок» травления, размеры которых сопоставимы с длиной волны $\lambda \approx 2500 \text{ \AA}$. В более длинноволновом диапазоне такой рельеф, по-видимому, не сказывается. В ультрафиолетовой области начинают большую роль играть явления дифракции, обуславливающие резкое уменьшение зеркальной составляющей.

Так как в рудной микроскопии доминирующими являются методы механической полировки, то наибольшего искажения спектров отражения следует ожидать в ультрафиолетовой области. В видимой области и ближней инфракрасной эти искажения,

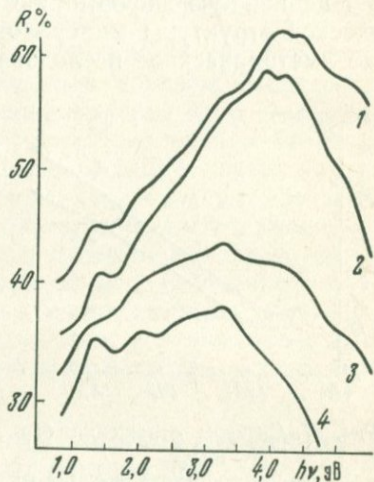


Рис. 56. Влияние способа обработки поверхности на спектры отражения:

1 — свежий скол; 2 — старый скол; 3 — полированный образец; 4 — травленный образец

вероятно, будут невелики для большинства минералов, а кроме того, они должны быть однообразными, так как условия приготовления полированных шлифов в разных лабораториях примерно одни и те же. Следует вывод, что в первую очередь необходимо создавать аппаратуру для исследования оптических свойств в диапазоне 0,4—1 μ , поскольку именно для этой области легче получить воспроизводимые и достоверные результаты. Однако изучение оптических свойств в ультрафиолетовом диапазоне дает ценнейшую информацию об особенностях строения энергетической структуры минералов, поэтому необходимы специальные методические исследования для выяснения характера

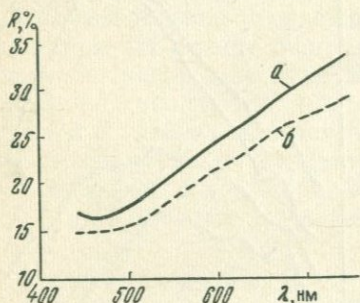


Рис. 57. Спектры отражения борнита:

а — свежееотполированная поверхность;
б — та же поверхность через 6 ч после полировки

искажений спектров отражения, обусловленных механической полировкой. Не исключена возможность, что при унифицированных методах полировки в ультрафиолетовой области также удастся достигнуть приемлемой воспроизводимости результатов. По-прежнему остается малоизученным и такой источник систематических ошибок, как окисные пленки. Толщина подобных пленок может достигать нескольких десятков ангстрем. Какое влияние оказывают пленки на структуру спектров отражения, пока неизвестно. При этом имеются в виду прозрачные пленки, возникающие сразу же после механической полировки и очистки поверхности. Тауц (1967) предполагает, что в области прозрачности пленки оказывают слабое влияние при нормальном падении света, но могут сказываться при наклонном падении и в том диапазоне длин волн, где они непрозрачны. При решении задач диагностики окисными пленками можно пренебречь, если проводить измерения R сразу же после чистки шлифа. Тогда толщина пленок будет незначительна и примерно постоянна, т. е. эта погрешность не должна значительно отражаться на сходимости результатов. Однако существует ряд минералов: борнит, моихукит, талнахит, халькозин, берцелианит и др., которые очень быстро окисляются и покрываются пленками. Значения R в связи с этим резко падают. На рис. 57 показаны спектры отражения одного и того же участка борнита. Верхняя кривая (*а*) соответствует свежееотполированной поверхности борнита, а нижняя кривая (*б*) той же поверхности через 6 ч после полировки. Наиболее заметно уменьшение значений R в красной части спектра, поэтому кривые не совсем параллельны. Такие минералы, как моихукит, талнахит, кубический халькопирит с малой ячейкой, окис-

ляются еще быстрее. Величина R уменьшается на 2—3% абс. в течение нескольких минут. Поэтому достаточно надежные измерения удается выполнить лишь для интервала спектра в 50—100 нм, после чего аншлиф приходится подвергать чистке. Так как способность к окислению проявлена у разных минералов в разной степени, то, выполняя измерения с определенным временным промежутком, вероятно, окажется возможным выявлять минеральные разновидности, незначительно отличающиеся по своему составу. Однако экспериментальных исследований в этой области выполнено очень мало.

Итак, случайные и систематические ошибки, обусловленные механической полировкой, существенным образом сказываются на интенсивности спектров, уменьшая значения R до 3—5% отн. по сравнению со сколами, и в меньшей мере влияют на структуру спектров отражения в видимом и инфракрасном диапазоне длин волн. Вывод следует такой, что основным критерием при сопоставлении оптических свойств минералов должна служить форма спектров отражения. Применение алмазных инструментов, порошков и паст, безрельефные методы полирования — все это улучшит качество полировки, но понадобятся длительные методические исследования по изучению влияния поверхностного слоя и его нарушений на оптические свойства рудных минералов.

О РЕЗУЛЬТАТАХ СОПОСТАВЛЕНИЯ СПЕКТРОВ ОТРАЖЕНИЯ НЕКОТОРЫХ РУДНЫХ МИНЕРАЛОВ

Существование столь многочисленных источников случайных и систематических ошибок приводит к тому, что даже для таких широко распространенных минералов, как пирит, халькопирит, галенит, борнит, пентландит и т. д., значения R , полученные разными исследователями, отличаются на 10—15% отн., а то и более. Если эти вариации результатов обусловлены главным образом влиянием полировки, то модернизация имеющегося оборудования, повышение чувствительности, автоматическая регистрация и т. п. вряд ли улучшат сходимость, так как ошибки носят случайный характер. В этой ситуации наибольшую эффективность дадут такие меры, как соблюдение стандартной технологии приготовления образцов и увеличение числа измерений на разных зернах. Однако расхождение данных может быть вызвано и приборными погрешностями систематического характера, тогда усовершенствование аппаратуры и унификация методов измерений окажутся достаточно действенными.

В табл. 6 приведены коэффициенты отражения пирита, полученные разными исследователями как в СССР, так и за рубежом. Наилучшая сходимость результатов отмечается в средней области длин волн. Так, при $\lambda \approx 540$ нм максимальный разброс R составляет 2,5% отн., несмотря на крайнюю разнотипность установок. Однако в крайних частях спектра сходимость данных

резко ухудшается. Вариация значений R достигает 20% отн. Подобные расхождения, безусловно, обусловлены систематическими приборными погрешностями. Например, данные И. С. Волынского, полученные с помощью фотометрического окуляра ОКФ, недостоверны. Источник погрешностей обусловлен, по всей видимости, конструкцией и способами градуировки фотометрического клина. Весьма характерно занижение значений R , наблюдаемое для данных Орселя и А. Д. Ракчеева. Обычно такое явление связано с резким падением чувствительности фотоприемника в красной части спектра. В этом диапазоне сильнее оказывается нарушение линейности световых характеристик.

Таблица 6

Значения R для пирита по данным зарубежных и отечественных исследователей

Длины волн, нм	Орсель (Orsel, 1930) (1)*	И. С. Волынский, 1963 (2)	А. Д. Ракчеев, 1964 (3)	Бауи (Bowie, 1966) (4)	Демирсой, (Demirsoy, 1968) (5)	Л. Н. Вяльсов, 1970 (6)
440	42,1	48,7	—	43,7	41,3	41,4
460	45,4	49,7	43,1	46,1	44,5	44,4
480	48,4	50,7	45,9	49,0	47,9	47,8
500	51,0	51,8	50,6	51,2	50,3	50,4
520	53,3	53,0	53,0	—	52,2	52,5
540	54,7	54,4	54,6	53,7	53,4	53,5
560	55,5	55,7	55,7	—	54,2	54,2
580	55,5	57,1	55,7	—	54,8	54,6
600	54,8	58,8	55,7	—	55,2	54,9
620	53,9	59,4	55,8	54,8	55,3	55,0
640	52,7	60,5	55,9	—	55,7	55,4
660	51,2	61,4	53,8	54,9	56,2	55,8
680		62,3	51,7	—		56,2
700		62,9	47,9	54,9		56,7
720			44,6			56,8
740			43,2			56,4
800						55,0

* Здесь и далее цифры в скобках обозначают следующее:

- 1 — пирит из месторождения Броссо (Италия). Ориентировка не указана;
- 2 — значения R измерены на ОКФ-1 и рассчитаны по галениту;
- 3 — пирит из Березовского месторождения. Данные получены абсолютным методом для R_s -компоненты;
- 4 — пирит из Березовского месторождения. Сечение параллельно плоскости (111). Данные получены абсолютным методом в НФЛ (Англия);
- 5 — пирит из месторождения Эльба. Сечение параллельно плоскости (111);
- 6 — пирит из Березовского месторождения. Сечение параллельно плоскости (111). Данные получены абсолютным методом с помощью установки «ПИОР» на участке диаметром 10 мкм.

Улучшение параметров фотоприемников несомненно сказалось и на повышении достоверности данных, полученных в последние годы. Максимальный разброс коэффициентов отражения не превышает 3% отн. даже для $\lambda = 700$ нм. В немалой степени этому способствовало и введение единых эталонов по инициативе Международной рудной комиссии. Тем самым один из источников систематических погрешностей был сведен к минимуму. Действительно, результаты, полученные Демирсой и автором для

одних и тех же сечений пиритов из разных месторождений, расходятся в пределах 0,4 абс. для $\lambda=660$ нм. В среднем диапазоне длин волн разброс не превышает 0,1 ÷ 0,3% абс. У пирита относительно простая структура спектра отражения, поэтому его удобно использовать в качестве эталона для оценки достоверности данных и надежности работы микроспектрофотометрических установок. К тому же пирит — один из наиболее широко распространенных минералов, и по измеренным для него коэффициентам отражения можно судить о качестве полировки шлифа. Разумеется, когда пирит находится в ассоциации с относительно мягкими минералами, этот критерий уже неприменим.

В 1967—1969 гг. по инициативе рудной комиссии при Московском отделении Всесоюзного минералогического общества были проведены измерения R для нескольких широко распространенных рудных минералов в лабораториях ИГЕМа, ВИМСа, ЦНИГРИ, ГИНЦветмета, ИМГРЭ и МГУ. Полученные результаты весьма ценны тем, что они отразили уровень методических исследований оптических свойств на определенном этапе, так как в результате сравнения выявились все те факторы, которые отрицательным образом сказываются на точности измерений, т. е. отсутствие унифицированной аппаратуры, недостаточное количество эталонов, влияние методов полировки и т. д. Поскольку каждая лаборатория гарантировала воспроизводимость представленных данных в пределах 1—2% отн., то создавалась благоприятная возможность для анализа их достоверности. С этой же целью для сравнения были использованы значения, полученные ранее Грэм и Миллманом (Gray, Millman, 1962). Сопоставим полученные данные для отдельных минералов.

Борнит. Спектр отражения борнита (рис. 58) характеризуется относительно большой крутизной. Эта особенность подмечена правильно всеми отечественными исследователями. Данные И. Грэя и А. Миллмана для коротковолновой части спектра ясно завышены, т. е. включают крупную систематическую ошибку. Тот же вывод можно сделать и в отношении данных ВИМСа для красной части спектра. Подобное искажение спектра обусловлено, по-видимому, нелинейностью ФЭУ в этом диапазоне. Если считать, что заниженные по всему диапазону длины волн результаты ГИНЦветмета связаны с поверхностными явлениями, то достоверность результатов колеблется в пределах 1,7—2,5% отн. Учитывая, что борнит легко окисляется, такую сходимость надо признать весьма удовлетворительной.

Халькопирит. Спектр отражения тетрагонального халькопирита (рис. 59) отличается еще большей крутизной в диапазоне 400 ÷ 550 нм и имеет широкий максимум в красной части спектра. Результаты измерений ВИМСа существенно занижены. Столь четкого максимума при 620 нм остальные исследователи не отмечают. Это замечание остается справедливым и по отношению к данным ГИНЦветмета. Значения R , приводимые

И. Грэм и А. Миллманом, совершенно недостоверны и даже не увязываются с визуальными наблюдениями. Нижние кривые на рис. 59 соответствуют кубической модификации халькопирита. Обозначение «ИГЕМ (ФМЭ)» относится к старым измерениям, выполненным в ИГЕМ на приборе ФМЭ фирмы ЛОМО.

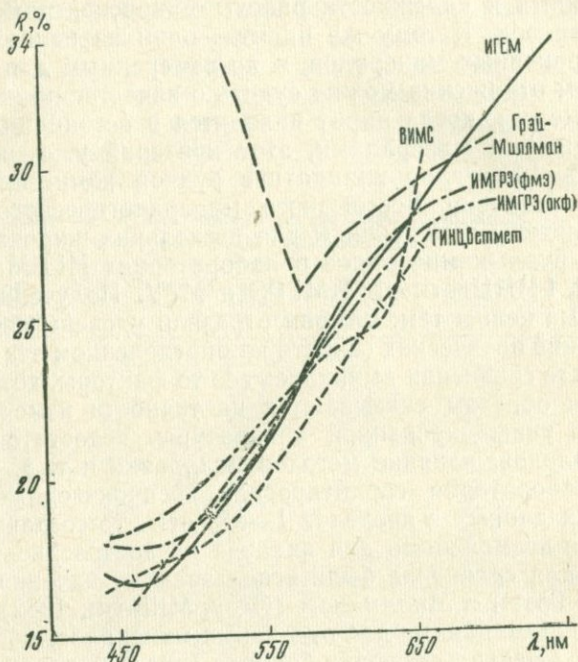


Рис. 58. Спектры отражения борнита по данным различных лабораторий

Различие двух структурных модификаций по R весьма ощутимо и выходит за пределы наблюдаемых отклонений, следовательно, они зависят от других факторов. Расхождение значений R достигает 10 ÷ 15% отн., но общее подобие спектров все же сохраняется.

Обращает на себя внимание тот факт, что данные Грэя и Миллмана не могут быть скорректированы. Если в их результаты вкралась постоянная систематическая ошибка, то она может быть исключена путем соответствующих поправок. Эту поправку легко рассчитать, используя достоверные данные, например, по борниту или другим минералам. Но при проведении соответствующих вычислений оказывается, что для каждого минерала нужна своя поправка. Парадоксальность результатов Грэя и Миллмана можно объяснить только в том случае, если предположить сильное отклонение фотометрических характеристик прибора от линейных. Обнаружить это явление не так-то

просто. В работе указанных авторов не содержится сведений о проверке линейности всей установки. Очевидно, такая проверка вообще не проводилась. Между тем фотоспротивление, которое они использовали, в смысле чувствительности и линей-

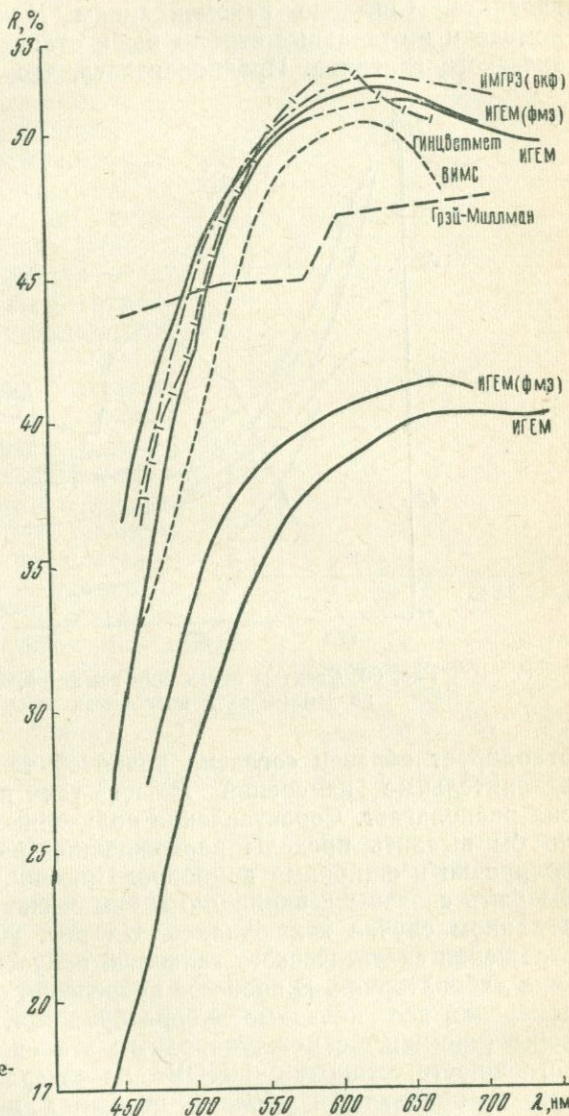


Рис. 59. Спектры отражения халькопирита

ности световых характеристик уступает фотоумножителю, поэтому его применение оправдано лишь в приборах с нулевым отсчетом. Только случайная компенсация ошибок создает видимость их достоверности для отдельных длин волн. В целом

же спектр отражения минерала будет так или иначе искажен. В связи с этим данные Грэя и Миллмана являются ошибочными для всех минералов.

Галенит. Наиболее интересные данные были получены для галенита. Согласно рекомендациям Международной рудной комиссии в отдельные страны были отправлены образцы синтетического галенита. Предполагалось, что каждая лаборатория

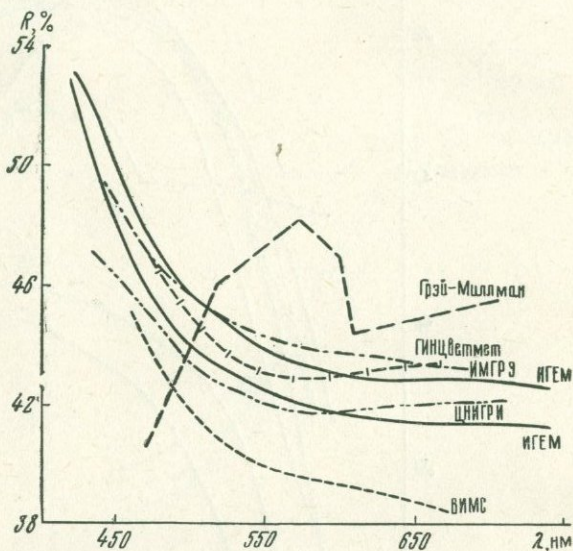


Рис. 60. Спектры отражения синтетического галенита по данным пяти московских лабораторий

отполирует образец согласно принятой технологии и проведет сравнительные измерения R на тех приборах, которыми она располагает. Сопоставление полученных значений R помогло бы выявить пределы расхождений, вызванные качеством полировки и ошибками приборов. Погрешности, которые могли бы быть связаны с вариациями химического состава образцов, в данном случае исключались. На рис. 60 показаны спектры отражения синтетического галенита, полученные в пяти московских лабораториях. В процессе проведения серии сравнительных измерений все указанные лаборатории могли сверить свои эталоны (кремний) с международным эталоном. Систематическая погрешность установки «ПИОР», на которой производилась эта сверка, одинаковым образом отразится на всех результатах, поэтому в расчет ее можно не принимать. Выявленные расхождения, следовательно, будут зависеть от влияния полировки и индивидуальных приборных ошибок. Если отбросить явно заниженные данные ВИМСа, то разброс полученных значений R колеблется в пределах 5—11% отн. На приборе «ПИОР» были

также измерены два образца галенита, отполированные в разных лабораториях. Оба спектра оказались идентичными по форме, а уменьшение значений R за счет качества полировки составило 3,5% отн. почти во всем диапазоне.

Приведенные факты красноречиво свидетельствуют о том, что приборные погрешности могут превышать ошибки, зависящие от состояния поверхности, а общепринятые методы измерений R по одному эталону не позволяют исключить индивидуальные систематические ошибки.

В связи с этим можно сделать вывод, что имеющиеся в литературе данные по коэффициентам отражения рудных минералов, полученные до внедрения международных эталонов, не имеют практической ценности.

Разработка более совершенных приборов с внутренним стандартом («ПИОР») и двухлучевых микроспектрофотометров («Блеск»), использование единого эталона — кремния, учет некоторых погрешностей — все это не могло не сказаться на улучшении сходимости результатов измерений R , полученных в разных лабораториях. Наглядным примером этому может служить сопоставление данных по R для многих минералов, опубликованных в монографии (Определение рудных минералов..., 1973) и работе автора (Вяльсов, 1973).

На рис. 61 показана гистограмма, отражающая зависимость между числом минералов N и величиной расхождения ΔR , выраженной в относительных процентах для длины волны 580 нм. У большого числа минералов ($\approx 80\%$) коэффициенты отражения колеблются в пределах 5% отн. и только для нескольких минералов различие оказывается довольно значительным.

Учитывая, что измерения R выполнялись на разнотипной аппаратуре и, самое главное, на различных образцах, такую сходимость следует признать вполне удовлетворительной. По-видимому, величина $\Delta R = 5\%$ отн. зависит в основном от качества отражающей поверхности аншлифа и выбора сечений, т. е. приборные погрешности в этом случае имеют одинаковый порядок и относительно малы (1–2% отн.). В соответствии с выводами предыдущих разделов точность измерений в крайних

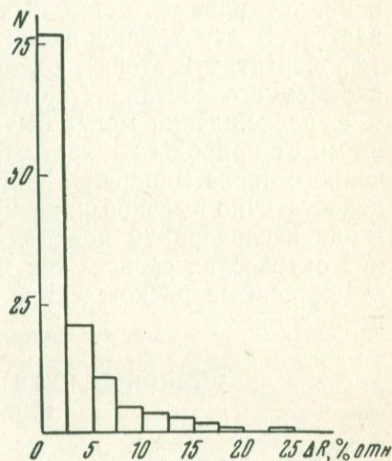


Рис. 61. Гистограмма, отражающая распределение между числом минералов N и величиной расхождения ΔR в отн. % для длины волн 580 нм.

Построена по данным М. С. Безмертной с соавторами (1973) и Л. Н. Вяльсова (1973)

участках спектра должна несколько снижаться, и действительно сравнение данных показывает, что общее число минералов, попадающих в диапазон $\Delta R = 5\%$ отн., уменьшается до 70% как для $\lambda = 460$ нм, так и для $\lambda = 700$ нм.

При анализе минералов, для которых расхождение данных превышает 5% отн., видно, что большинство из них плохо полируется (золото, серебро, графит, жозент, висмут самородный, селен, акантит и др.). Естественно, что влияние полировки для таких минералов сказывается на измерениях R в большей степени, чем влияние остальных погрешностей, и ΔR отн. увеличивается. В эту группу входят минералы относительно редкие (фробергит, тунгстенит, костовит, бетехтинит и др.) и минералы переменного состава (германит, моусонит, герсдорфит и др.), т. е. расхождения могут быть обусловлены факторами, зависящими от природы конкретных образцов. Но только для ограниченного числа минералов обнаружилось ошибки, обусловленные недостаточно высокой надежностью аппаратуры. На следующем этапе исследований предполагается провести повторное изучение оптических свойств тех минералов, для которых выявились существенные расхождения, с тем, чтобы установить причины последних.

ОСНОВНЫЕ ПУТИ ПОВЫШЕНИЯ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ R

Из описания предыдущих разделов следует, что имеющиеся приборы и общепринятые приемы измерений R нуждаются в дальнейшем усовершенствовании. В связи с этим нельзя не согласиться с высказыванием И. С. Волинского — одного из крупнейших советских специалистов в области рудной микроскопии, что все данные об отражательной способности светопоглощающих минералов должны быть заново проверены стандартным и точным методом измерений для условий наблюдения как в воздухе, так и в иммерсии. Для получения достоверных спектров отражения и улучшения сходимости результатов необходимо решить три основные задачи:

- 1) увеличение числа достоверных эталонов;
- 2) повышение надежности микроспектрофотометрических приборов;
- 3) стандартизация измерений R и обработки экспериментальных данных.

Для решения первой задачи в СССР необходимо создать единый центр, в котором были бы сосредоточены все установки для прямых измерений R в воздухе и иммерсии с высокой точностью. Принципиальные схемы подобных установок были описаны выше. Они наиболее просты и обладают по сравнению с установками гониометрического типа наименьшим числом систематических погрешностей. При этом размер аттестуемой

площадки будет уменьшен до $0,25 \div 0,5$ мм, т. е. список веществ, пригодных для изготовления эталонов, можно значительно расширить, включив в него и минералы, имеющие спектры отражения разных типов. При этом только следует условиться относительно некоторых конструктивных параметров установок, предназначенных для аттестации эталонов. К таким параметрам относятся: толщина пластинок и расстояние между ними; расстояние от образца до фотоприемника; предельная апертура светового пучка и размер аттестуемой площадки; спектральная чистота излучения; способы проверки линейности приборов.

Нужна и иная технология приготовления отражающих поверхностей эталонов, чтобы обеспечить строгую плоскопараллельность (лучше $1'$) и избежать употребления пресса для монтировки эталонов. С этой целью заготовки эталонов в виде тонких пластинок следует наклеивать на плоскопараллельные стеклянные подложки, а последующую обработку проводить на автоматических шлифовальных и полировальных станках.

Непременным условием поддержания достоверности эталонов на высоком уровне является периодический их контроль и сверка. С этой целью эталоны должны регулярно доставляться в тот же центр для проведения поверочных испытаний. Надобность в таком контроле может быть установлена и самим исследователем, если оценивать работоспособность прибора по измерению отношения коэффициентов отражения двух эталонов. Когда измеренное отношение отличается от паспортных данных вне допустимых пределов, то в первую очередь должны быть проверены эталоны, поскольку поверка приборов более трудоемка. Таким образом, создание указанного центра и соблюдение некоторых общих требований даст возможность укомплектовать каждый прибор набором достоверных эталонов на весь диапазон измеряемых значений R .

Повышение надежности микроспектрофотометров может быть достигнуто в результате применения более прогрессивных двухлучевых схем или систем с внутренним стандартом. Последние требуют минимального усложнения осветительной части микроскопа, поэтому процент использования унифицированных деталей и узлов получается весьма высоким. Переход к автоматизации процесса измерений позволит существенно уменьшить влияние различных случайных ошибок, а накопление большого статистического материала облегчит получение наиболее достоверных значений R . По-видимому, в самом ближайшем будущем появятся отечественные образцы двухлучевых микроспектрофотометров с улучшенными техническими характеристиками по сравнению с приборами типа ФМЭ или ПООС. Однако надежность аппаратуры зависит не только от выбора конкретной оптической схемы, конструктивных особенностей отдельных узлов и качества их изготовления. Значительная роль при этом опять-таки отводится эталонам, так как только с их помощью

проверяется постоянство эксплуатационных характеристик прибора в течение продолжительного периода работы. Следовательно, успешное решение второй задачи неразрывно связано с вопросами аттестации эталонов и систематического их контроля.

Наиболее существенные приборные ошибки, обуславливающие расхождение получаемых данных, зависят от типа объектива (коэффициент ρ) и специфических особенностей приемно-регистрирующей системы (параметр S). В связи с этим каждому прибору, выпускаемому той или иной фирмой, присуща своя индивидуальная систематическая ошибка, поэтому для радикального улучшения сходимости результатов нужна стандартная методика измерений и единые приемы обработки получаемых данных.

Во-первых, для усреднения результатов и исключения некоторых систематических ошибок измерения R должны выполняться дважды при двух установках поляризатора — 0° и 90° , поэтому в новых образцах микроспектрофотометров соответствующий поворот поляризатора обязательно должен быть предусмотрен. Второе требование относится к правильной установке шлифа относительно оптической оси объектива. С этой целью необходимо улучшить конструкцию прессиков, используемых для монтировки образцов. Однако при значительном рельефе шлифа нужны и дополнительные приспособления для выравнивания отражающей поверхности отдельного зерна типа малогабаритной качающейся платформы с юстируемыми опорами. Контроль установки шлифа требует также наличия центрировки апертурной диафрагмы и возможности ее закрытия до предела. Как видим, стандартизация условий измерений отражается и на соответствующих конструктивных измерениях аппаратуры.

Нуждаются в пересмотре и некоторые методические приемы. Например, объективный контроль за установкой препарата осуществляется по зависимости выходного сигнала отсчетного устройства от угла поворота столика микроскопа. При этом для последующих расчетов необходимо использовать лишь максимальные отсчеты без какого-либо их усреднения. Это относится и к анизотропным двуотражающим минералам. Следует иметь в виду, что существует гораздо больше причин для занижения реальных коэффициентов отражения, чем для их завышения. Наиболее эффективный способ повышения достоверности данных заключается в использовании пары эталонов, коэффициенты отражения которых образуют как бы «вилку» относительно измеряемой величины.

Если последующие расчеты вести по общей формуле (135), то все важнейшие систематические ошибки будут исключены даже при ограниченном числе эталонов, входящих в комплект. В этом случае можно ожидать удовлетворительной сходимости и при исследовании минералов, имеющих спектры отражения

с большой крутизной. Определение величин ρ и S при наличии эталонов, перекрывающих весь диапазон измеряемых значений R , особых трудностей не вызывает и должно входить в обязанности завода-изготовителя. Меняя фотоприемники и объективы в опытных образцах приборов, следует заранее определить пределы вариаций ρ и S . Знание этих параметров позволит установить и оптимальное число эталонов, необходимое для обеспечения соответствующей точности измерений. Тогда комплект эталонов понадобится для периодической проверки постоянства фотометрических характеристик, так как величина R со временем практически не меняется. Число эталонов, прилагаемых к микроспектрофотометру, должно быть достаточно большим, чтобы исследователь при замене фотоприемника смог самостоятельно построить соответствующий график для внесения корректирующих поправок в результаты измерений.

Соблюдение перечисленных рекомендаций позволит свести многие систематические приборные ошибки к минимуму, тогда сходимость результатов будет зависеть в основном от состояния отражающей поверхности образца и, следовательно, дальнейшие усилия исследователей должны быть направлены на создание стандартной методики приготовления полированных шлифов с минимальным рельефом. Следует иметь в виду, что только повышение точности измерений R даст возможность вплотную подойти к систематическому изучению оптических констант n и k рудных минералов. Пока эти константы известны лишь для очень небольшого числа изотропных и анизотропных минералов. Кроме того, нуждаются в экспериментальной проверке и некоторые положения в теоретической кристаллооптике, в частности, совершенно не исследованы формы поверхностей коэффициентов отражения анизотропных поглощающих кристаллов низших сингоний.

Расширение спектрального диапазона измерений, получение достоверных спектров отражений не только в воздухе, но и в иммерсии для предельно малых выделений позволят однозначно идентифицировать большинство рудных минералов, а в ряде случаев выделять и отдельные разновидности, незначительно отличающиеся по составу. В свою очередь, достоверная информация об оптических свойствах, получаемая при анализе спектров отражения, может быть успешно использована не только в целях диагностики, но и при выяснении кристаллохимических и типоморфных особенностей минералов.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ОПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ РУДНЫХ МИНЕРАЛОВ

Измерение спектров отражения рудных минералов является основным методом в рудной микроскопии, с помощью которого удается получить наиболее полную информацию об оптических свойствах. Однако существуют и другие менее известные методики исследования оптических свойств поглощающих минералов, дающие качественно иную информацию, например, информацию об осности и оптическом знаке, ширине запрещенной зоны, форме поверхности коэффициента отражения и т. д. Все эти методы также основаны на оценке интенсивности отраженного света при одном николе или при скрещенных николях, но эталонов с известными абсолютными значениями R в ряде случаев не требуется, а систематическими ошибками аппаратуры можно пренебречь. Поэтому такого рода исследования должны получить более широкое распространение и на них необходимо обратить внимание начинающих исследователей.

В большинстве своем описываемые ниже методики разработаны для изучения анизотропных минералов с выраженным двуотражением, диагностика которых часто затруднительна, так как спектры отражения их сходны по форме, а абсолютные значения R близки. Тогда привлечение дополнительных данных дает возможность прийти к более однозначному решению при идентификации исследуемого минерала.

Способы исследования оптических свойств, основанные на визуальных наблюдениях в сходящемся свете, рассматриваться не будут, так как та же информация может быть получена с большей точностью и с меньшими затратами времени путем обработки измеренных коэффициентов отражения.

Автор надеется, что многие приемы окажутся полезными для тех, кто впервые начинает знакомиться с количественными методами исследования оптических свойств рудных минералов, и для тех, кто имеет опыт работы с фотометрической аппаратурой.

ИЗМЕРЕНИЕ СПЕКТРОВ ОТРАЖЕНИЯ В ВОЗДУХЕ ПРИ НОРМАЛЬНОМ ПАДЕНИИ СВЕТА

Испытание работоспособности прибора. Основные правила работы с микрофотометрической аппаратурой изложены в соответствующих заводских инструкциях и предписаниях, поэтому мы не будем их приводить, считая, что прибор полностью подготовлен к проведению измерений. Однако каждому исследователю следует убедиться в том, что фактические характеристики прибора отвечают паспортным данным. При этом имеется в виду стабильность и воспроизводимость отсчетов, дрейф нуля, утомляемость ФЭУ и т. д. Проверки такого рода абсолютно необходимы как для заводских приборов, так и для установок лабораторного типа, собранных из отдельных узлов и блоков.

Сначала проверяется стабильность показаний отсчетно-регистрирующего устройства и дрейф нуля. Для этого на столик микроскопа устанавливается наиболее высокоотражающий эталон или минерал, например, пирит, галенит, халькопирит. Снимают показания с отсчетного устройства для той длины волны, где отмечается наиболее высокая чувствительность фотоприемника. Снятие отсчетов производят через каждые 5—10 мин, контролируя одновременно и место нуля. При наличии самопишущего потенциометра типа ЭПП-09 или КСП-4 удобно фиксировать изменение отсчетов при относительно малой скорости движения диаграммной ленты. Положение нуля * фиксируется после перекрытия светового потока, попадающего на фотоприемник, с помощью специального затвора или шторки. При этом установка образца и условия измерений должны сохраняться неизменными, чтобы исключить влияние дополнительных погрешностей. Обычно в инструкциях указано время непрерывной работы прибора, поэтому отсчеты снимают в течение этого промежутка.

В процессе указанной поверки может выясниться, что изменение показаний обусловлено дрейфом нуля, т. е. абсолютное число делений сохраняется неизменным в течение всего периода работы прибора. Это свидетельствует о высокой стабильности источника света и всех остальных блоков. На практике чаще бывает, когда показания варьируют в тех или иных пределах. Соответствующая обработка полученных отсчетов позволяет оценить случайную ошибку, обусловленную нестабильностью прибора, и сравнить ее с паспортными данными или намеченными характеристиками. Если отклонения превышают допустимые нормы при повторении такого рода измерений в течение

* В ряде отсчетных устройств дрейф нуля можно измерить, если он происходит по направлению увеличения отсчетов, тогда место нуля преднамеренно сдвигается с тем, чтобы имелась возможность контроля дрейфа нуля и в обратную сторону.

нескольких дней, следовательно, прибор неисправен и необходимо обратиться за консультацией к заводу-изготовителю.

У некоторых приборов при незначительном дрейфе нуля показания постепенно уменьшаются и иногда довольно существенно. Это явление чаще всего связано с утомляемостью фотокатода ФЭУ. Кратковременная засветка ФЭУ интенсивным потоком света позволяет уменьшить этот эффект, но полностью избавиться от него в приборах однолучевого типа не всегда удается. Тогда строят график, по оси абсцисс откладывается время в минутах, а по оси ординат — соответствующие показания прибора. Анализ графика позволяет установить период утомления фотокатода ФЭУ, после которого отсчеты либо совсем не меняются, либо меняются в допустимых пределах. Аналогичные измерения выполняются в коротковолновой и длинноволновой частях спектра.

Большой порядок вариаций показаний свидетельствует* либо о недостаточно высокой стабильности питания лампы накаливания, либо о ненадежности ФЭУ и приемно-регистрирующего блока. В этом случае прежде всего проверяют стабильность источника света, подключая его к другому стабилизатору. При отсутствии стабилизатора в опак-иллюминатор микроскопа следует вставить лампочку накаливания малой мощности, питание которой осуществляется от комплекта низковольтных батарей или аккумуляторов. Медленная разрядка батарей не препятствует выяснению причин кратковременных флуктуаций отсчетов. Появление последних свидетельствует о неисправности именно приемно-регистрирующего блока. Р. Галопин и Н. Генри рекомендуют использовать для проверки стабильности прибора радиоактивный фосфоресцирующий источник, дающий постоянный световой поток.

Если устройство опак-иллюминатора не позволяет использовать маломощную лампу накаливания, а радиоактивный источник света отсутствует, то можно изготовить простейший имитатор стабильного светового потока. С этой целью используют низковольтную лампочку (3,5 В), точечную или ирисовую полевую диафрагму, объектив с тубусом 160 мм, маленькое зеркальце и осветительную линзу. Оптическая ось имитатора располагается перпендикулярно оптической оси микроскопа. Зеркальце устанавливается под 45° к обеим осям. Монтируют его во втулку, которая надевается на корпус объектива имитатора. Размер полевой диафрагмы выбирают в соответствии с диаметром диафрагмы опак-иллюминатора микроскопа. Когда фотометрическая насадка типа ФМЭ или ПООС смонтирована на штативе микроскопа МИН-8, то вместо конденсорной системы устанавливают опак-иллюминатор типа ОИ-8 или ОИ-12, который и используется в качестве имитатора.

* Необходимо учитывать и класс точности отсчетного прибора.

После проверки стабильности показаний прибора необходимо убедиться в том, что линейность характеристик также не меняется со временем. С этой целью снимают показания* для двух эталонов, например для карборунда и пирита. Эталоны устанавливают поочередно, измеряя один и тот же участок. При этом следует удостовериться, что плоскость эталона перпендикулярна оптической оси микроскопа, чтобы избежать погрешностей, обусловленных установкой эталонов. Указанную проверку также выполняют при длительном режиме эксплуатации в течение одного дня. Целесообразно измерять отношение коэффициентов отражения двух эталонов (2—3 раза) и на протяжении более длительного периода. Тогда можно оценить надежность аппаратуры, а также заметить резкие вариации, свидетельствующие либо о неисправности отдельных блоков, либо об изменении характеристик эталонов.

Если отношение отсчетов N_1/N_2 сохраняется неизменным при 5—6 ч работы, то и рабочие измерения можно производить в течение этого периода. Фиксируемые флуктуации должны быть случайными и укладываться в пределы паспортных данных. Если отношение N_1/N_2 медленно уменьшается или увеличивается, это свидетельствует, что систематическая погрешность меняется со временем. В данном случае также строят график, учитывающий изменение N_1 , N_2 в зависимости от времени работы. Интервал, на протяжении которого вариации N_1 , N_2 соответствуют паспортным данным, и определит максимальную продолжительность работы прибора в течение одного дня. Аналогичным образом проверяются приборы с внутренним стандартом и двухлучевые микроспектрофотометры.

Далее проверяется перпендикулярность оптической оси микроскопа к плоскости его предметного столика. Для этого на столик микроскопа устанавливается тщательно изготовленное плоскопараллельное зеркало. Центрируют объектив при помощи юстировочных винтов. Затем прикрывают апертурную диафрагму и при удаленном окуляре наблюдают ее изображение в задней фокальной плоскости объектива. Если изображение диафрагмы сильно смещается и движется по кругу, то существует перекося предметного столика микроскопа. Этот дефект исправляется в заводских условиях. При правильной сборке столика изображение диафрагмы при визуальном наблюдении не смещается, а в процессе фотометрических измерений изменение показаний при вращении предметного столика не происходит. Для проверки прессика используют достаточно большую однородную и хорошо отполированную поверхность кристалла пирита. После монтировки пирита на предметное стекло с пластилином осуществляют те же процедуры. Изменение

* Перед каждым снятием показания обязательно корректируют положение нуля.

показаний прибора свидетельствует о необходимости тщательной подгонки прессики.

После проведения указанных испытаний определяют параметры ρ и S , используя несколько эталонов с различными коэффициентами отражения. Расчеты ведут, используя уравнения (108) и (121). Начинаящим исследователям рекомендуется определить эти параметры для разных типов объективов, при различной степени закрытия полевой и апертурной диафрагм, зависимость их от длины волны и т. д. В приборах типа ФМЭ и ПООС монохроматор установлен перед ФЭУ, поэтому влияние дефокусировки при переходе от одной длины волны к другой изучить нельзя. Эти эффекты исследуются только в тех установках, где можно наблюдать объект в монохроматическом свете.

Измерение спектров отражения изотропных минералов. Перед проведением измерений R конкретных минералов устанавливают количество рассеянного света при удаленном объекте и заданных условиях измерений. Полученный отсчет следует вычесть из показаний прибора, полученных при измерении R минерала и R эталона. Когда уровень рассеянного света невелик, то этой поправкой пренебрегают, так как эта погрешность взаимно компенсируется ошибкой, обусловленной пороговой чувствительностью. Последнюю ошибку следует учитывать и при большом уровне рассеянного света, но фактическая суммарная поправка зависит от конструктивных особенностей прибора. По-видимому, оптимальным решением будет вычитание половины отсчета, характеризующего уровень рассеянного света.

При однолучевом методе измерений главным условием получения относительно точных результатов является постоянство всех параметров при замене образца эталоном и наоборот. Однако при переходе от одной длины волны к другой вследствие влияния многих факторов отсчеты меняются, т. е. чтобы сохранить оптимальный уровень показаний, необходимо менять условия измерений и соответственно чаще производить установку эталона. Радикально эта проблема решается лишь в приборах с внутренним стандартом и двухлучевых микроспектрофотометрах. На практике чаще используют специальные столики (столлик Ланхама, описанный в монографии Галопина и Генри), мостики и другие приспособления. При этом надо учитывать, что при измерении R изотропного минерала и эталона необходимо находить такое положение предметного столика, когда показания прибора отвечают максимальным. Выполнение этого условия хотя и усложняет сохранение постоянства установки исследуемого образца и эталона, но уменьшает ошибку, обусловленную незначительным наклоном препарата.

При отсутствии приспособлений для быстрой замены образца эталоном следует применить блок нелинейности, состоящий из переключателя и набора переменных проволочных резисторов,

число которых соответствует числу длин волн, при которых определяются величины R . Этот блок подключается к отсчетному устройству. Настройка его осуществляется с той длины волны, при которой показания прибора минимальны — это обычно синяя часть спектра. При изменении длины волны отсчеты резко увеличиваются, тогда подгонкой соответствующего резистора устанавливают оптимальный отсчет. Затем переходят к другой длине, повторяя аналогичную процедуру. При смене длины волны подключают нужный резистор с помощью переключателя. Применение блока нелинейности позволяет провести измерения R для всех длин волн для образца, а затем и для эталона. Разумеется, что стабильность показаний должна сохраняться в течение этого периода. Так как при подключении резисторов электрические параметры меняются, то необходимо фиксировать и положение нуля.

Как уже указывалось в предыдущей главе, наиболее точные результаты можно получить, если измеренная величина R минерала находится в «вилке» значений R двух эталонов. Последующая обработка полученных данных ведется с использованием точного уравнения (135), если S и ρ значительны, либо по более простой формуле (136), когда некоторыми членами в уравнении (135) можно пренебречь. С целью упрощения расчетов можно использовать и графический способ определения абсолютных значений R минерала, как показано на рис. 62. По оси ординат откладываются для выбранной длины волны показания N прибора (1 мм на ординате соответствует минимальному показанию), по оси абсцисс — абсолютные значения R эталонов для той же волны. Точка 1 соответствует низкоотражающему эталону, точка 2 — высокоотражающему эталону. Соединяют точки 1 и 2 прямой линией. Ордината точки 3 соответствует показаниям прибора при измерении R минерала. Абсцисса точки 3 и дает искомую величину R минерала в абс. %. Таким же путем определяют значения R минерала и для остальных длин волн. При массовых измерениях использование указанного метода обработки данных экономит достаточно много времени.

Как уже указывалось выше, исследование оптических свойств рудных минералов можно проводить при полностью открытой апертурной диафрагме осветителя. Однако, чтобы избежать погрешностей, обусловленных эффективным углом падения пучка (особенно при использовании призматического рефлектора), необходимо выполнить измерения при двух положениях поляризатора: 0° и 90° . Соответственно для каждого из

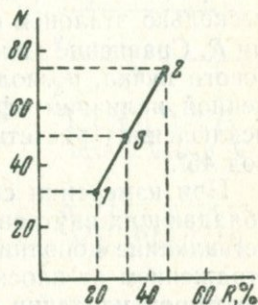


Рис. 62. Определение абсолютных значений R минерала (точка 3) по величинам R двух эталонов (точки 1 и 2)

указанных положений проводят измерения R эталонов. После обработки полученных данных найденные значения R минерала усредняют. Когда результаты измерений отличаются мало (в пределах точности), систематической ошибкой за счет эффективного угла можно пренебречь. В этом случае ограничиваются измерениями R при одном положении поляризатора или устанавливают поляризатор под 45° к плоскости симметрии микроскопа.

Начинающим исследователям целесообразно провести серию измерений при разных установках поляризатора, используя несколько эталонов с максимальной разницей между величинами R . Сравнение данных, полученных при разных апертурах светового пучка, позволит исследовать величину ошибки, обусловленной наличием эффективного угла падения, и степень ее исключения расчетным путем и установкой поляризатора под 45° .

При измерении спектров отражения изотропных минералов, обладающих внутренними рефлексами, нужно принимать в расчет влияние дополнительного светового потока, обусловленного отражением от плоскостей, находящихся в толще кристалла на некотором удалении от полированной поверхности. Если не учитывать внутренние рефлекссы, то значения R могут быть завышены, как показано в работах (Рябева, 1969; Бернштейн, Бочек, 1970). Поскольку наблюдение внутренних рефлекссов осуществляется в белом свете при скрещенных николях, то исследователь в большинстве случаев может выбрать подходящий для измерений участок, который кажется наиболее темным. Когда возможность выбора такого участка отсутствует, необходимо исследовать влияние внутренних рефлекссов и внести соответствующую поправку. С этой целью выполняется следующий комплекс операций.

Вначале измеряется суммарный поток, отраженный от исследуемого минерала. Поляризатор при этом установлен в одном из трех положений. Допустим, что для длины волны 589 нм отсчет по прибору N_c равен 80 делениям шкалы. Переходим к измерениям при параллельных николях, устанавливая в нужное положение анализатор. Все параметры прибора сохраняются при этом неизменными. Второй отсчет прибора $N_{||}$ соответствует 40 делениям, следовательно, коэффициент пропускания анализатора для этой длины волны равен $40 : 80 = 0,5$. Далее измеряем интенсивность потока при точно скрещенных николях. Свет, отраженный от полированной поверхности минерала, через анализатор не пройдет, поэтому показания прибора будут характеризовать интенсивность внутренних рефлекссов* для длины волны 589 нм. Предположим, что отсчет прибора N_+ в этом случае составил 5 делений. Учитывая коэффициент пропускания

* Величина рассеянного света должна определяться заранее.

анализатора 0,5, получаем, что интенсивность внутренних рефлексов составит $5 : 0,5 = 10$ делений и истинный отсчет $N_{\text{ист}}$, характеризующий R минерала, равен 70 делениям. Общая формула для учета влияния внутренних рефлексов соответственно будет:

$$N_{\text{ист}} = N_c \left(1 - \frac{N_{\perp}}{N_{\parallel}} \right). \quad (139)$$

Так как исследовался минерал, R которого 20%, то поправка на внутренние рефлексы составит 14,3% отн. Как видим, если ограничиться измерениями только с одним поляризатором, то абсолютные величины R будут существенно завышены.

Аналогичным образом исследуется интенсивность внутренних рефлексов и для остальных длин волн.

Измерение спектров отражения анизотропных минералов. При исследовании оптических свойств анизотропных минералов особое внимание следует уделить правильной установке шлифа относительно оптической оси микроскопа, так как определение значений R_g и R_p требует вращения предметного столика.

Реальные кривые зависимости изменения R от вращения столика микроскопа изображены на рис. 63. При рассмотрении этих кривых нужно учесть, что они отражают влияние многих причин и зависят не только от монтажа шлифа под прессом, но и от люфта и эксцентриситета предметного столика микроскопа; от перпендикулярности его опорной поверхности к оптической оси микроскопа; от наличия царапин, которые из-за эксцентриситета столика попадают в фотометрируемую область; из-за наклона зерен в самом шлифе; от очень тонких штрихов, образующих своего рода микродифракционную решетку, действующую под определенным углом, а также от кривизны поверхности (т. е. вогнутости или выпуклости) зерна. Совокупность этих факторов и дает сложную картину (кривые «e» и «ж») зависимости R от угла поворота столика. При соблюдении благоприятных условий иногда наблюдаются кривые типа «a» и «в». Прямая «a» характерна для однородного хорошо отполированного изотропного минерала, по виду которой можно судить об отсутствии дефектов прибора (пресса, столика микроскопа и т. д.). Из-за незначи-

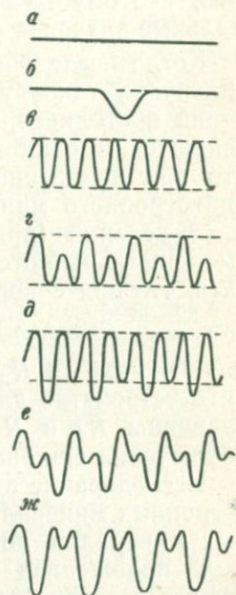


Рис. 63. Кривые, показывающие изменение коэффициентов отражения при вращении столика микроскопа

тельного наклона шлифа для изотропной поверхности фиксируется кривая типа «б» с характерным минимумом. У анизотропных минералов теоретически максимумы и минимумы обязательно совпадают через 180° , поэтому должны регистрироваться кривые типа «в», но в большинстве своем реальные кривые имеют более сложную форму и экстремальные значения не совпадают (кривые «г» и «ж»). При выборе достоверных значений R_g и R_p усреднять получаемые результаты не рекомендуется, так как это приведет к искусственному их занижению, поэтому следует принимать во внимание только максимальные значения основных показателей отражения.

Когда исследователь не имеет возможности произвести правильную установку шлифа, с помощью специальных приспособлений и столиков, то можно рекомендовать следующий прием исключения ошибки, обусловленной наклоном. Предположим, что при измерении основных показателей отражения сечения анизотропного минерала получены отсчеты для R_g 52 деления и 48 делений (при повороте на 180°), а для R_p 38 делений (максимальный отсчет из двух). Тогда приближенно можно считать, что при повороте сечения на 90° занижение данных составит $\frac{52-48}{2} = 2$ дел. Следовательно, более правильный отсчет для показателя R_p будет равен 40 делениям. Если же применить устройство для выравнивания шлифа, то можно измерить величины R_g и R_p с большей точностью и оценить степень исключения ошибки при указанном выше способе.

Исследование интенсивности внутренних рефлексов для анизотропных минералов осуществляется так же, как и для изотропных минералов, но только измерения проводятся при нормальных положениях сечения. Поскольку наличие внутренних рефлексов свидетельствует о незначительном коэффициенте поглощения, то эллиптичность волн, проникающих в кристалл, пренебрежимо мала. Поэтому световой поток, фиксируемый при скрещенных николях для сечения, находящегося в нормальном положении, может быть обусловлен только внутренними рефлексами.

В первой главе было показано, что измерение коэффициентов отражения при одном поляризаторе и в параллельных николях дает возможность определить все параметры анизотропии. Поэтому для получения максимальной информации об оптических свойствах анизотропных минералов необходимо выполнить следующий комплекс операций.

Во-первых, тщательно проверить установку поляризатора и анализатора. Плоскость, в которой лежат оптические оси осветителя и микроскопа, является плоскостью симметрии микроскопа, и направление колебаний поляризатора должно быть либо параллельно этой плоскости (90°), либо перпендикулярно ей (0°). Соответственно должен устанавливаться и анализатор

в два положения. Предварительно на столик микроскопа кладут шлиф с биотитом и наблюдают его в проходящем свете, используя включенный анализатор. Пусть направление вертикальной нити окуляра (С — Ю) совпадает с направлением колебаний, пропускаемых анализатором, и перпендикулярно плоскости симметрии микроскопа. В этом случае кристалл биотита будет казаться темноокрашенным. После этого на столик микроскопа устанавливают шлиф с пиритом, включают поляризатор и поворачивают его до положения полного угасания. Для проверки используют коноскопическую фигуру, наблюдаемую при удаленном окуляре. Появление четкого черного креста свидетельствует о том, что николи скрещены. Для коноскопических наблюдений нужно применять сильные объективы с большой апертурой.

Затем анализатор выключают и измеряют интенсивность потока, отраженного от пирита. Поворачивают поляризатор в одну и другую сторону относительно первого положения на небольшие углы и фиксируют отсчеты прибора. Находят два положения, для которых отсчеты прибора совпадают. Среднее между этими позициями поляризатора будет соответствовать точной его установке в 90° -положение. После фиксации поляризатора проверяют положение анализатора по коноскопической фигуре или путем фотометрических измерений. Для этого также находят такие две позиции, когда показания прибора одинаковы. Среднее между ними отвечает точной установке анализатора в скрещенное положение. Затем, используя шлиф с биотитом, разворачивают крест нитей соответственно найденному положению анализатора.

После установки поляризатора и анализатора переходят к измерениям спектров отражения исследуемых минералов. Вращая столик микроскопа, отмечают соответствие показаний для основных показателей отражения. Если показания через 180° отличаются в пределах точности измерений, то поверхность шлифа установлена правильно. В противном случае фиксируют азимуты столика микроскопа, для которых показания, соответствующие основным показателям отражения, максимальны. Отмечают разницу для показателя R_g между двумя крайними положениями, чтобы внести поправку, как указано выше. Для 45° -положения сечений эта поправка уменьшается вдвое. После измерений значений R в двух нормальных положениях сечение устанавливают под 45° так, чтобы отсчеты прибора были максимальны и для этой позиции. Таким образом, измеряют величину $\bar{R}_{изм}$.

Далее включают анализатор и вращают его на 90° . При параллельных николях фиксируют показания прибора, пропорциональные $\bar{R}_{(1)}$. Обработка полученных данных и внесение нужных поправок производится так же, как и для изотропных минералов. Измеренные коэффициенты R_g , R_p , $\bar{R}_{изм}$ и $\bar{R}_{(1)}$ позволяют вычислить значения $(R_+)_{max}$ и C , а также параметры анизотропии

Для проверки теоретических формул величину $(R_+)_{\max}$ можно измерить прямым методом. С этой целью при максимальной чувствительности прибора в скрещенных николях измеряют интенсивность потока, отраженного от сечения, находящегося в одном из 45° -положений. В качестве эталона используют низкоотражающие стекла, значения R которых рассчитываются из известных показателей преломления. При тех же параметрах аппаратуры снимают показания для эталонов при параллельных николях. Эти отсчеты и используют для расчета коэффициента $(R_+)_{\max}$. Аналогичным образом исследуется и показатель $(R_+)_{\min}$, но тогда измеряют и интенсивность потока, отраженного от изотропного эталона при скрещенных николях, которую приравнивают к нулевой.

Так как внутренние рефлексы могут давать такой же эффект, как и эллиптичность волн, проникающих в кристалл [$(R_+)_{\min} \neq 0$], то для более точного определения $(R_+)_{\min}$ сечение анизотропного минерала, установленное в нормальное положение, несколько смещают, не нарушая его ориентировки. Как правило, интенсивность потока, обусловленного внутренними рефлексам, при перемещении светового зонда сильно колеблется, а величина $(R_+)_{\min}$ практически не меняется.

Другие методы исследования оптических свойств анизотропных минералов будут рассмотрены ниже.

ИЗМЕРЕНИЕ СПЕКТРОВ ОТРАЖЕНИЯ В ИММЕРСИИ

Исследование оптических свойств минералов в иммерсии может быть осуществлено двумя методами:

1. При измерениях R используют иммерсионные объекты и эталоны, абсолютные значения коэффициентов отражения которых определяются прямыми методами.

2. Измерения R в иммерсии выполняют с помощью обычных «сухих» объективов, но на образец помещают каплю иммерсии и накрывают покровным стеклом. Этот метод был предложен Т. Кэмбоном (Campton, 1947), и мы для краткости условимся называть его методом покровного стекла.

В настоящее время аттестация высокоотражающих эталонов в иммерсии еще не проводилась, хотя схемы соответствующих приборов уже разработаны (см. гл. 2). Можно лишь выразить надежду, что в ближайшем будущем проблема калибровки эталонов будет решена и измерение спектров отражения минералов в иммерсии станет доступна каждому исследователю. При этом надо иметь в виду, что, с одной стороны, информация об оптических свойствах минералов в иммерсии может быть успешно использована при их диагностике, а с другой стороны,— и для вычисления оптических констант n и k . Если в первом

случае можно ограничиться точностью измерений в 3—5% отн., то во втором случае такая точность оказывается недостаточной и надо стремиться к максимальному ее повышению. Наличие соответствующих эталонов, как следует из материалов предыдущей главы, имеет при этих исследованиях решающее значение. Поэтому на данном этапе исследований рассматриваемые ниже методы и способы введения поправок дадут возможность получить относительно воспроизводимые результаты, но не более. Использовать величины R , измеренные в иммерсии, для расчетов n и k пока затруднительно, так как некоторые систематические погрешности не поддаются контролю из-за отсутствия высокоотражающего эталона.

Для измерений в иммерсии можно использовать любую жидкость, но необходимо знать точные значения ее показателя преломления во всем исследуемом диапазоне длин волн. Кроме того, жидкость не должна быть слишком летучей и не должна взаимодействовать с исследуемым веществом. Последние два требования и ограничивают в основном список жидкостей, пригодных для исследовательских работ в рудной микроскопии. Определение показателя преломления жидкостей и масел должно производиться с точностью $\pm 0,002$, если информация о величинах R используется только в целях диагностики. При вычислениях n и k показатель преломления жидкости должен определяться с точностью 0,0003—0,0005 и выше. При проведении особо точных измерений необходимо учитывать и влияние температурного коэффициента жидкости. Дисперсия показателя преломления жидкости либо рассчитывается из значений частных дисперсий, либо определяется с помощью специальных установок, включающих монохроматор и однокружный гониометр, либо рефрактометр.

В качестве эталонов в настоящее время можно использовать алмаз, сфалерит и карборунд, как низкоотражающие эталоны с величинами R в диапазоне 5—7,5% абс., и кремний, значения R которого в синей части спектра равны примерно 27%. Абсолютные значения R указанных эталонов в иммерсии рассчитываются по формуле (18), если известны величины R в воздухе, и по уравнению Френеля (16), если есть данные по коэффициенту преломления. У кремния величина k в области длин волн 580—600 нм составляет 0,025 и только в синей части спектра увеличивается до 0,3. Так как в расчетную формулу входит k^2 , то столь малые величины абсорбции не влияют заметным образом на коэффициент отражения в иммерсии. Следовательно, если в распоряжении исследователя есть образец кремния, абсолютные значения R (для воздуха) которого совпадают или очень близки к данным, приводимым в табл. 2, то величины R_u легко рассчитать из уравнения (18). В противном случае необходимо определить точные значения R для воздуха, а затем по ним рассчитать и величины R_u .

При использовании иммерсионных объективов осуществляется тот же комплекс операций, что и при измерениях R в воздухе. Аналогичным образом вводятся и поправки.

Следует указать, что на основе данных измерений спектров отражения в воздухе для исследуемого минерала можно построить кривые, отвечающие значениям R_u при определенных комбинациях n и k . С этой целью из уравнения (18) рассчитывается показатель R_u^I в предположении, что k данного минерала равен нулю. Минерал не может иметь значения $R_u < R_u^I$ и это позволяет исключить грубые ошибки. Вторая кривая R_u^{II} отвечает комбинации:

$$n = \frac{1 + R_B}{1 - R_B} \text{ и } k = \frac{2\sqrt{R_B}}{1 - R_B}.$$

Она рассчитывается по формуле

$$R_u^{II} = \frac{[R_B(N+1) - (N-1)]^2 + 4R_B}{[(N+1) - R_B(N-1)]^2 + 4R_B}. \quad (140)$$

При сравнении R_u^{II} с измеренными значениями R_u можно сразу оценить: имеет ли исследуемый минерал максимально возможные значения коэффициента поглощения при одной длине волны или для всех длин волн.

Третья кривая R_u^{III} характерна при комбинации $n = 1$, а $k^2 = \frac{4R_B}{1 - R_B}$. Ее можно рассчитать из следующего уравнения:

$$R_u^{III} = \frac{(1 - N)^2(1 - R_B) + 4R_B}{(1 + N)^2(1 - R_B) + 4R_B}. \quad (141)$$

Наконец, спектр отражения R_B может рассматриваться как R_u^{IV} , поскольку у некоторых минералов при определенных сочетаниях n и k $R_B \leq R_u$ (например, ковеллин). Поэтому, используя выражения (18), (140) и (141), на график спектра отражения R_B наносят теоретически рассчитанные кривые R_u^I , R_u^{II} , R_u^{III} .

После подсчета абсолютных значений R_u минерала сразу становится ясной примерная величина абсорбции. Опыт показывает, что у большинства рудных минералов истинные величины R_u лежат в диапазоне между R_u^I и R_u^{II} , но ближе к R_u^I .

Метод покровного стекла, предложенный Кэмбоном, получил дальнейшее развитие; в работах Гелена и Пиллера (Gehlen, Piller, 1964; 1965; 1967) приведены общие формулы для введения корректирующих поправок. Аналогичные расчеты, но без указания на предшествующие работы, приведены в статье П. С. Бернштейна и Л. И. Бочек (1969). Однако общая формула, выведенная ими, неточна.

Чтобы определить истинную величину коэффициента отражения минерала в иммерсии, используя метод покровного стекла,

необходимо учесть многократные отражения от границ стекло — воздух, стекло — иммерсия, иммерсия — минерал, а также вторичные блики, возникающие при отражении света от линз объектива. Поэтому детальный вывод точной формулы, позволяющей ввести соответствующие поправки, весьма сложен, особенно если учитывать влияние наклонных световых пучков. Расчеты существенно упрощаются, если рассматривать случай нормального падения и пренебречь величинами типа $r_{ст} \cdot r_u$ (r — коэффициент отражения).

Когда показатели преломления покровного стекла в иммерсионной жидкости совпадают, то истинное значение отражения $R_u^{ист}$ минерала в иммерсии вычисляется по формуле

$$R_u^{ист} = \frac{R_u^{изм} - r_{ст}}{1 - r_{ст}(2 - R_u^{изм})}, \quad (142)$$

где $r_{ст}$ — показатель отражения стекла. При употреблении иммерсии с показателем преломления, отличным от показателя преломления покровного стекла, следует учесть отражение от границы стекло — иммерсия. Обозначая этот показатель через $r_{ст+ж}$, получим, что

$$R_u^{ист} = \frac{R_u^{изм} - (r_{ст} + r_{ст+ж})}{1 - (r_{ст+ж} + r_{ст})(2 - R_u^{изм})}. \quad (143)$$

В табл. 7 приведены расчетные значения $R_{им}^{выч}$ для различных величин отражения покровного стекла. В табл. 8 даны коэффициенты суммарного отражения от границы стекло — иммерсия для различных сред. Анализ данных, помещенных в таблицах, показывает, в каких случаях величинами $r_{ст+ж}$ можно пренебречь и с какой точностью надо определять $r_{ст}$.

При использовании метода покровного стекла необходимо иметь в виду, что формулы (142) и (143) не учитывают явлений, связанных с дефокусировкой оптической системы при наводке на резкость. Фактически на образец, покрытый покровным стеклом, падает ослабленный световой поток. Это легко проверить, если взять вначале отсчет пропорционально отражению от минерала, затем накрыть образец покровным стеклом, провести наводку на резкость и вновь взять отсчет. Отношение двух отсчетов даст коэффициент ослабления светового потока, обусловленного наличием покровного стекла. В зависимости от типа объектива коэффициент ослабления будет меняться, и вычисленные величины могут оказаться заниженными.

Поэтому более достоверные результаты дает следующая процедура измерений. Вначале измеряется коэффициент отражения исследуемого минерала R_v в воздухе без покровного стекла с учетом всех поправок. Затем образец накрывается покровным стеклом, производится наводка на резкость

и вновь берется отсчет (N_1) по регистрирующему прибору. Далее на зерне отыскивается трещинка или выбоина и измеряется уровень рассеянного света (N'_p), попадающего на ФЭУ. Размеры выбоины должны примерно соответствовать измеряемому участку. Затем под стекло вводится капля иммерсии и измеряется коэффициент отражения минерала в иммерсии под покровным стеклом (N''_p). После этой операции вновь измеряется уровень рассеянного света в иммерсии под покровным стеклом (N_2). Расчет коэффициента отражения минерала в иммерсии производится по формуле:

$$R_{изм} = \frac{N_2 - N''_p}{N_1 - N'_p} \cdot R_{в.} \quad (144)$$

Использование в качестве эталонов карборунда и кремния позволяет более точно определить величину поправки с учетом рассеянного света и вторичных бликов при измерениях R в иммерсии по методу покровного стекла. При этом необходимо учитывать и результаты, полученные с помощью иммерсионных объективов. Поэтому отсутствие высокоотражающих эталонов затрудняет и более широкое применение метода покровного стекла.

Таблица 7

Изменение расчетных значений ($R_{н}^{ввч}$) в зависимости от коэффициента отражения покровного стекла ($r_{ст}$) для длины волны 589 нм

$R_{изм}$	$R_1^{ввч}$	$R_2^{ввч}$	$R_3^{ввч}$	Δ_1^*	Δ_2^{**}
	$r_{ст} = 0,0434$	$r_{ст} = 0,043$	$r_{ст} = 0,04$	$r_{ст} = 0,043$	$r_{ст} = 0,04$
0,05	0,0072	0,0076	0,0108	6,5	51,2
0,1	0,0617	0,062	0,064	0,55	3,24
0,2	0,1698	0,1702	0,1724	0,19	1,5
0,3	0,2770	0,2773	0,2790	0,09	0,7
0,4	0,3832	0,3834	0,3846	0,05	0,37
0,5	0,4884	0,4885	0,4894	0,03	0,2
0,6	0,5926	0,5927	0,5932	0,013	0,1
0,7	0,6959	0,6959	0,6962	0,006	0,05
0,8	0,7982	0,7982	0,7983	0,002	0,02
0,9	0,8995	0,8995	0,8996	0,001	0,07

$$* \quad \Delta_1 = \frac{R_2 - R_1}{R_1} \cdot 100\%$$

$$** \quad \Delta_2 = \frac{R_3 - R_1}{R_1} \cdot 100\%$$

Метод покровного стекла хотя и менее точен по сравнению с измерениями R непосредственно в иммерсии, но зато более удобен в обычной исследовательской практике, так как доста-

точно использовать обычные сухие объективы. Кроме того, под покровное стекло можно вводить среды с различными показателями преломления, что позволяет получить серию уменьшающихся значений R_u , зависящих от n и k минерала. Если оптические константы минералов отличаются, но спектры отражения в воздухе близки, то получение спектров отражения для разных иммерсионных сред облегчает диагностику минералов. В этом отношении весьма удобной жидкостью оказывается вода. В табл. 9 указаны показатели преломления воды для видимой области спектра, а также значения R_u карборунда и кремния*. В принципе для диагностики минералов можно ограничиться данными с введением поправки на рассеянный свет. При этом можно условиться, что толщина покровного стекла равна 0,17 мм. Изменение значений R , обусловленных введением воды, достаточно велико и может быть измерено с приемлемой для целей диагностики точностью. Разумеется, что полученные результаты нельзя использовать для расчета n и k , но в данном случае эта цель и не преследуется.

Таблица 8

Значения коэффициента отражения от границы стекло — иммерсия при $r_{ст} = 0,04343$ для длины волны 589 нм

Иммерсия	Коэффициент отражения от границы стекло — иммерсия
Вода $N_D = 1,3345$	0,0045
Глицерин $N_D = 1,4539$	0,00059
Монобромнафталин $N_D = 1,6562$	0,00166
Иод-метилен $N_D = 1,7413$	0,00432
Высокопреломляющая жидкость $N_D = 2,000$	0,01803

В последние годы был разработан новый метод В. Пеперхоф, Х. Кносп (Pepperhoff, 1965; Knosp, 1970) определения оптических постоянных n и k путем измерений R поверхности, покрытой тонким слоем сульфида цинка или SnO_2 . Некоторые детали этой методики и расчетные формулы описаны в монографии Галопина и Генри. Однако из-за технических трудностей

* При использовании данных табл. 9 необходимо убедиться, что абсолютные значения R кремния (для воздуха), находящегося в распоряжении исследователя, близки к величинам R , указанным в табл. 2.

получения надлежащей толщины прозрачного слоя на поверхности малого зерна этот метод, по-видимому, в рудной микроскопии не получит широкого распространения. Более перспективным является использование для тех же целей высокопреломляющих прозрачных сплавов, которые сейчас применяются при иммерсионных методах определения показателей преломления.

Т а б л и ц а 9

Значения показателя преломления (N) воды при 20° С и коэффициентов отражения кремния и карборунда в диапазоне длин волн 440–800 нм

λ , нм	N воды при 20° С	Карборунд, $R_{\text{вод}}$	Кремний, $R_{\text{вод}}$
440	1,3399	0,1142	0,317
460	1,3386	0,1127	0,300
480	1,3374	0,1113	0,287
500	1,3364	0,1101	0,277
520	1,3356	0,1090	0,268
540	1,3348	0,1081	0,260
560	1,3340	0,1074	0,254
580	1,3332	0,1068	0,249
600	1,3326	0,1063	0,245
620	1,3321	0,1059	0,241
640	1,3316	0,1056	0,238
660	1,3311	0,1054	0,235
680	1,3306	0,1052	0,233
700	1,3301	0,1050	0,231
720	1,3297	0,1049	0,229
740	1,3294	0,1048	0,227
760	1,3290	0,1047	0,226
780	1,3286	0,1046	0,225
800	1,3283	0,1046	0,225

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСНОСТИ И ОПТИЧЕСКОГО ЗНАКА

Первые указания относительно способа определения оптического знака одноосных минералов содержатся в работе Орсея (Orsel, 1930). В этой же статье приводятся данные об оптическом знаке некоторых широко распространенных рудных минералов. И. С. Волинский в примечании к переводу работы Орсея обратил внимание на необходимость статистических измерений R в разных сечениях при определении оптического знака как на наиболее многообещающий прием. Однако И. С. Волинский (1966) считал, что если при статистических замерах R переменными являются значения обоих показателей, то кристалл относится к двусосным и определить его знак в случайных сечениях не представляется возможным. Это утверждение, как мы увидим, не совсем верно. Вопросы установления

осности и оптического знака более детально развиты в работах Кэмерона (Cameron, 1963) и автора (Вяльсов, 1969), там же приведены данные об оптическом знаке некоторых двусосных минералов. Необходимо еще раз подчеркнуть, что понятие об оптическом знаке квазидвусосных минералов довольно условное и в соответствии с материалами первой главы оптический знак характеризует только соотношение между $(R_g - R_m)$ и $(R_m - R_p)$.

Оптический знак (в указанном понимании) и осьность анизотропных минералов весьма удобно определять, если результаты измерений R для одной длины волны наносить на диаграмму, показанную на рис. 64. По

оси абсцисс диаграммы откладываются значения $R_g = R_3$, по оси ординат — значения $R_p = R_1$. На прямой, проведенной к оси абсцисс под 45° , откладываются значения $R_m = R_2$. Каждая точка на диаграмме соответствует одному исследуемому сечению. Таким образом, коэффициенты отражения изотропных минералов изображаются на диаграмме (см. рис. 64) точками (M), лежащими на прямой R_m . Одноосные минералы будут представлены отрезками прямых AB или CD . Точка A и C отвечают значениям R_m . Оптически отрицательным минералам будут соответствовать отрезки типа CD , параллельные оси ординат ($R_m > R_p$), а оптически положительным — отрезки AB , параллельные оси абсцисс ($R_g > R_m$). Двусосные и квазидвусосные минералы будут представлены прямоугольникам, одна из вершин которого лежит на прямой R_m . Для оптички отрицательных минералов большая сторона прямоугольника (E) — параллельна оси ординат, для оптички положительных (F) — параллельна оси абсцисс. Если прямоугольник вырождается в квадрат, то оптический знак минерала становится неопределенным (\pm) или нейтральным.

В любых сечениях одноосных минералов один из показателей отражения совпадает с R_m , а другой изменяется от R_m до R_g или R_p по прямой AB или CD . Для сечений двусосных минералов возможны любые значения R_1 и R_3 (помимо постоянного значения R_m), лежащие в пределах площади прямоугольника.

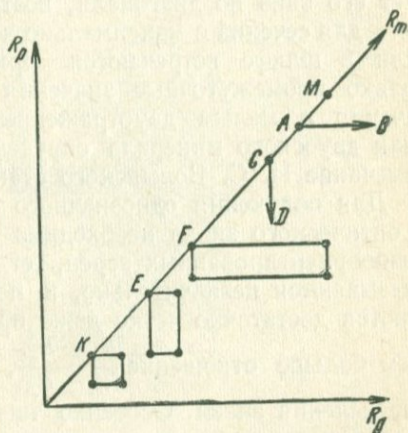


Рис. 64. $R_g - R_p$ — диаграмма для определения оптического знака и осиности анизотропных рудных минералов: M — сечение изотропного минерала; AB — вектор одноосного положительного минерала; CD — вектор одноосного отрицательного минерала; F — фигура для двусосного и квазидвусосного положительного кристалла; E — для отрицательного; K — для нейтрального по знаку кристалла

Если при статистических замерах R минералов низших сингоний данные нанести на предлагаемую $R_g \div R_p$ диаграмму, то получится один из приведенных на рис. 64 прямоугольников. Степень достоверности его формы будет определяться количеством изученных сечений и точностью измерений, зависящей от стабильности установки, совершенства полировки, установки образца и т. д. Плохая воспроизводимость результатов приводит к размытию четкой формы фигуры, следовательно, необходимо увеличить не только число сечений, но и число измерений. Несовершенство полировки, почти не изменяя вида формы прямоугольника, сдвигает его вниз по диагонали, поэтому измерения следует выполнять для сечений с максимально хорошей полировкой. Разумеется, если в шлифе встречаются зерна, для которых фиксируются только промежуточные значения R , а изотропные сечения или сечения с малым двуотражением отсутствуют, то оптический знак двусосного минерала определить нельзя, и указанное выше замечание И. С. Вольнского становится справедливым.

Для получения однозначного решения относительно осности и оптического знака необходимо исследовать как можно больше разноориентированных зерен, тогда случайные ошибки измерений сказываются незначительно, и показатели R_g , R_p и R_m определяются достаточно четко даже при отсутствии главных сечений.

Чем больше отношение $\frac{R_g - R_m}{R_m - R_p}$, тем меньше нужно сечений для определения знака. Особенно тщательный анализ данных требуется при установлении осности минералов, так как число неблагоприятных факторов, искажающих величину ΔR , все же велико, поэтому контроль установки плоскости шлифа нужно проводить по изотропным или слабодвуотражающим минералам, находящимся вблизи исследуемого зерна. Обычно сомнения возникают, когда величина $(R_g - R_m)$ или $(R_m - R_p)$ относительно мала, но если большая часть точек на диаграмме ложится на прямую, то изучаемый минерал скорее всего относится к одноосным. Оптический знак при этом определяется однозначно. Когда двусосность выражена достаточно отчетливо и имеется много разноориентированных сечений, то установить оптический знак также легко.

При исследовании осности и оптического знака на $R_g \div R_p$ диаграмму можно непосредственно наносить отсчеты, снимаемые с регистрирующего прибора, без пересчета на абсолютные значения R , т. е. эталоны для этой цели не требуются. Такой способ во многом упрощает процедуру статистических измерений R и поиск сечений с главными показателями R_g , R_p и R_m , который проводится обычно при одной длине волны. После того как границы прямоугольника или отрезка прямой наметились, нетрудно установить и приближенную ориентировку нового сечения. Если в исследуемом зерне отмечается один из главных показателей, то выполняют измерения для всех длин волн и

затем рассчитывают абсолютные значения R . Далее находят зерно с другим главным показателем и т. д. Таким образом, используя $R_g \div R_p$ диаграмму, определяют осность, оптический знак и находят сечения с главными показателями отражения. Эталоны при этом требуются только для расчета абсолютных значений R . Соотношения типа $\frac{R_g}{R_p}$; $\frac{R_g}{R_m}$; $\frac{R_m}{R_p}$; $\frac{R_g - R_m}{R_m - R_p}$; $\frac{R_g - R_p}{R_g + R_p}$ и т. п. вычисляются для любой длины волны без использования эталонов. В общем случае полезно строить $R_g \div R_p$ диаграммы,

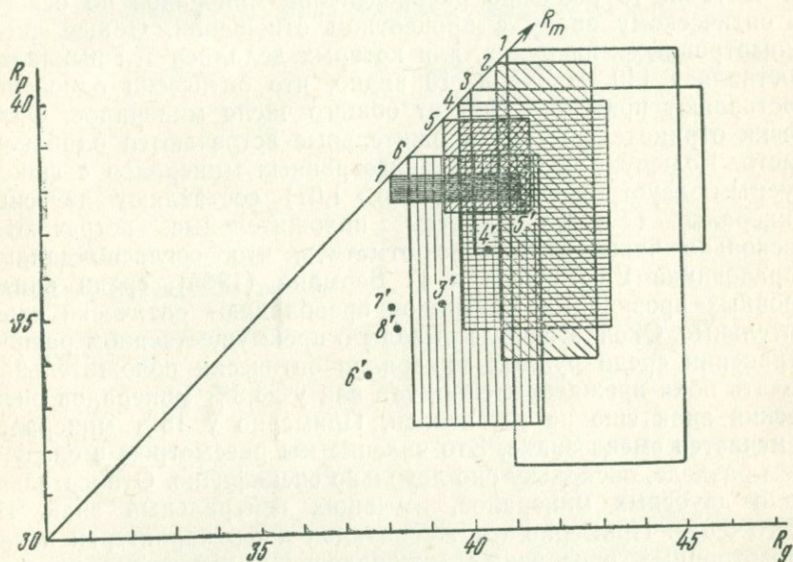


Рис. 65. Фигуры на $R_g - R_p$ диаграмме, характеризующие соотношение между главными показателями отражения для сульфоантимонидов свинца при 580 нм.

Значения R_m : 1 — антимонит, 2 — семсент, 3 — менегенит, 4 — буланжерит, 5 — геокропит, 6 — плагонит, 7 — цинкениит; 3', 4', 5', 6', 7', 8' — соответственно для отдельных сечений тех же минералов по данным Н. Н. Мозговой с соавторами (1968)

охватывая большинство минералов, в том числе и те, у которых главные показатели еще точно не определены. Сравнение фигур позволяет наметить ряд минералов, оптические свойства которых близки исследуемому при одной длине волны. Например, на рис. 65 показаны фигуры, характеризующие соотношения между главными показателями отражения для сульфоантимонидов свинца (Вяльсов, 1969). Там же нанесены данные, полученные Н. Н. Мозговой с соавторами (Мозгова и др., 1968). Указанные авторы не проводили статистических измерений и их результаты относятся к сечениям с произвольной ориентировкой, как это видно из рисунка. Поэтому для двусосных минералов желательн

приводить не только данные о показателях R'_g и R'_p , но и $R_g \div R_p$ диаграмму, из которой легко установить, сколько сечений было промерено и каков вероятный оптический знак минерала. У сульфоантимонидов свинца область перекрытия прямоугольников, относящихся к разным минералам, относительно большая, следовательно, при ограниченном числе сечений диагностика минералов этой группы становится затруднительной. Приходится сопоставлять спектры отражения в воздухе и иммерсии, учитывать нюансы дисперсии двуотражения и т. д.

В табл. 10 показано распределение минералов по осности и оптическому знаку в процентном отношении. Общее число анизотропных минералов, для которых делались эти выкладки, составляет 140. Из табл. 10 видно, что оптически одноосные составляют примерно 20% от общего числа минералов. Оптически отрицательные и положительные встречаются одинаково часто. Большую часть всех анизотропных минералов с фиксируемым двуотражением ($R_g/R_p > 1,01$) составляют двусосные минералы ($\approx 42\%$), причем положительные встречаются несколько чаще. Интересно отметить, что, согласно данным справочника Е. Ларсена и Г. Бермана (1965), среди анизотропных прозрачных минералов преобладают оптически отрицательные. Окончательные выводы о преимущественном распространении среди рудных минералов оптически положительных делать пока преждевременно, так как у 23,5% минералов оптический знак еще не установлен. Примерно у 15% минералов отмечается смена знака. Это явление мы рассмотрим в следующем разделе, поскольку оно довольно специфично. Относительно мало двусосных минералов, имеющих нейтральный знак. Их всего 3,5%. Примерно тот же порядок цифр характерен и для анизотропных прозрачных минералов. Не исключена возможность, что двусосные минералы с нейтральным знаком относятся к группе минералов, меняющих оптический знак без пересечения спектров отражения, но для этого требуется проведение дополнительных исследований. Анализируя данные по оптическому знаку рудных минералов, можно подметить интересную закономерность. Для изоструктурных минералов, близких по химическому составу, оптический знак не меняется, что нетрудно проследить на примере ряда: антимонит — висмутит — айкиннит. Эти минералы, характеризующиеся сходной кристаллической структурой, имеют отрицательный оптический знак. Отрицательный знак характерен для хаммарита, линдстремита и гладита, являющихся промежуточными членами между айкиннитом и висмутином. Аналогичная закономерность выявляется и на примере других изоструктурных соединений. Никелин и брейтгауптит имеют оптический знак (-), ковеллин, вулканит и клокманнит — оптический знак (+), люционит и фаматинит — оптический знак (+), тетрадимит и теллуровисмутит — оптический знак (+) и т. д. У всех рассмотренных

минералов различия по химическому составу обусловлены либо заменой одного катиона, либо изменениями в анионной части. Очевидно, можно предположить, что в этом случае оптические постоянные меняются пропорционально, и знак сохраняется. Накопление фактического материала позволит в дальнейшем уточнить эту закономерность и поможет выяснить те причины, которые ее обуславливают.

Таблица 10

Распределение анизотропных рудных минералов по осности и оптическому знаку для длины волны 580 нм в %

Осность	Оптический знак	Процент к общему числу минералов
Одноосные	—	9,2
То же	+	10,6
Двуосные	—	17
То же	+	21,3
»	±	3,5
Минералы, меняющие оптический знак		14,9
Минералы, у которых осность и знак не определены		23,5

ОСОБЕННОСТИ ИЗУЧЕНИЯ АНИЗОТРОПНЫХ МИНЕРАЛОВ, МЕНЯЮЩИХ ОПТИЧЕСКИЙ ЗНАК

У большинства рудных анизотропных минералов дисперсия двуотражения проявлена незначительно, т. е. спектры отражения R_g , R_m , R_p следуют почти параллельно друг другу во всем видимом диапазоне длин волн. Однако имеется отдельная группа минералов (~ 15% по данным табл. 10), у которых дисперсия двуотражения становится столь существенной, что наблюдается смена оптического знака. Это явление было описано в монографии И. С. Волынского (1966) для идаита. Более поздние исследования С. Леви (Levy, 1968) и автора (Куличихина, Вяльсов, 1970) позволили установить, что столь своеобразные оптические свойства присущи другому минералу — моусониту.

Спектры отражения моусонита показаны на рис. 66. Кривая 1 соответствует показателю R_m , а кривая 2 — второму показателю отражения. В области длин волн короче 520 нм моусонит оптически отрицательный, в области длин волн больших 530 нм он является оптически положительным. Смена знака происходит при 525 ÷ 526 нм, но в зависимости от особенностей химического состава минерала точка пересечения спектров отражения может сдвигаться. Чаще всего сдвиг

происходит по направлению к длинноволновой области спектра. По данным Леви, сдвиг точки пересечения спектров обусловлен сложной формой поверхности коэффициентов отражения, но этот вывод нуждается в экспериментальной проверке на большом количестве разноориентированных сечений. К сожалению, моусонит довольно редкий минерал и провести для него полный комплекс исследований затруднительно.

К. Гелен и Х. Пиллер (Gehlen, Piller, 1964), исследуя оптические свойства ковеллина, обнаружили, что для этого минерала характерна смена знака в иммерсии примерно при 660 нм. Впоследствии автор (Вяльсов, 1970) установил, что смена знака у ковеллина в воздухе происходит при 700 нм, а у ковеллина, который остается голубым в иммерсии, эта точка смещается в инфракрасную область (754 нм). Более поздние исследования Цервелла и Леви (Cervelle, Levi, 1971) подтвердили, что смена знака у обычного ковеллина в воздухе происходит при 700 нм.

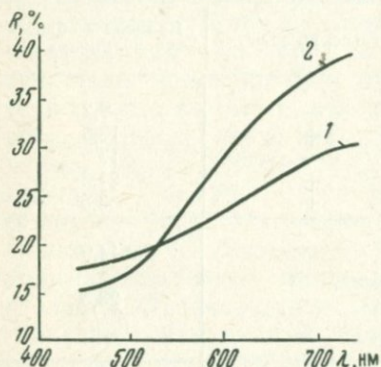


Рис. 66. Спектр отражения моусонита для сечения с произвольной ориентировкой

Смена знака была обнаружена у миллерита (Girand, Picot, 1968), годлевскита (Кулагов и др., 1969), арсенопирита, лёллингита (Veugnies, 1969) и ряда других минералов. Список минералов, меняющих оптический знак, приведен в табл. 11. Там же отмечены длины волн, при которых происходит смена знака в воздухе, в зависимости от химического состава образцов, от ориентировки сечения и т. п. Точка пересечения кривых R_3 и R_1 может смещаться, поэтому для таких минералов указывается либо несколько длин волн, либо предельный участок спектра.

В области длин волн, где происходит смена знака, существуют определенные соотношения между оптическими постоянными n и k , как показано в работе Цервелла с соавторами (Cervelle, 1968). Мы воспользуемся теми же формулами, но несколько иначе их преобразуем, чтобы получить более простые выражения.

Поскольку при смене знака $R_1 = R_3$, то представляя R_3 и R_1 в виде функций n и k , можем написать следующее уравнение:

$$\frac{(n_3 - 1)^2 + k_3^2}{(n_3 + 1)^2 + k_3^2} - \frac{(n_1 - 1)^2 + k_1^2}{(n_1 + 1)^2 + k_1^2} = 0. \quad (145)$$

Для одноосных минералов в уравнение (145) вместо n_3 и k_3 (или n_1 и k_1) должны быть представлены величины n_0 и k_0 . Преобразуя уравнение (145), получим:

$$\frac{n_3^2 + k_3^2 + 1}{n_1^2 + k_1^2 + 1} = \frac{n_3}{n_1}. \quad (146)$$

Когда $n_3 = n_1$, то и $k_3 = k_1$. Если $k_3 = k_1$, но $n_3 \neq n_1$, то

$$n_3 n_1 = k_3^2 + 1. \quad (147)$$

Т а б л и ц а 11
Анизотропные минералы, меняющие оптический знак и имеющие пересекающиеся спектры отражения

Минерал	Длина волны (в м), при которой меняется знак
Валлериит	450÷460
Мелонит	450, 465
Вулканиит	467
Миллерит	460, 470, 486
Лёллингит	500—520
Моусонит	510, 526, 530
Арсенопирит	540÷590
Годлевскит	590
Риккардит	608
Умангит	630
Купростигбит	637
Паоловит	600÷640
Гудмундит	650÷670
Ковеллин	700
Ковеллин, остающийся голубым в иммерсии	754

Таким образом, смена знака имеет место только при соответствующей комбинации значений n_3 и n_1 , а также k_3 и k_1 , если последние не равны. Для определения равенства значений n_3 и n_1 достаточно измерить спектры отражения минерала в иммерсии. Если смена знака в иммерсии происходит при той же длине волны, что и в воздухе, то это означает, что оптические постоянные n_3 , n_1 и k_3 , k_1 равны. Кроме того, при этой же длине волны необходимо исследовать и зависимость изменения от угла поворота сечения. У действительно изотропных сечений величина R в воздухе и иммерсии при вращении, как известно, не меняется.

У большинства минералов, приведенных в табл. 11, смена знака в иммерсии происходит при другой длине волны, обычно сдвинутой в коротковолновую область спектра. Следовательно, ни у одного из перечисленных минералов не наблюдается равенства n_3 и n_1 , т. е. кривые n_3 и n_1 не пересекаются. Нет

пока и достоверных данных, указывающих на пересечение спектров k_3 и k_1 у отдельных минералов именно для той длины волны, где меняется знак.

Анализ соотношений (146) и (147) показывает, что смена знака может происходить только у тех минералов, которые обладают сильной дисперсией двупреломления и поглощения*. Так как $n_3 > n_1$, то из уравнения (146) следует, что

$$\left. \begin{aligned} n_3^2 - n_1^2 &> k_3^2 - k_1^2 \\ \frac{n_3 - n_1}{k_3 - k_1} &> -\frac{k_3 + k_1}{n_3 + n_1} \end{aligned} \right\} \quad (148)$$

Лишь когда величины $(n_3 - n_1)$ и $(k_3 - k_1)$ существенно меняются по спектру, то для определенного диапазона длин волн комбинация оптических постоянных может удовлетворять условию (146), и мы зафиксируем смену знака. Если в формулу (146) вместо значений n_1 и k_1 подставить величины $(n_3 - \Delta n)$ и $(k_3 - \Delta k)$, где Δn — двупреломление, а Δk — разность показателей поглощения, то

$$\frac{n_3^2 - (k_3^2 + 1)}{(\Delta n^2 + \Delta k^2) - 2\Delta k k_3} = \frac{n_3}{\Delta n} \quad (149)$$

Поверхности n и k минерала могут иметь различную ориентировку относительно кристаллографических осей, поэтому показателю n_3 может соответствовать либо больший показатель поглощения k_3 , либо меньший k_1 . Сопоставляя оба варианта, приходим к выводу, что если двуотражение в области длин волн, где происходит смена знака, очень мало, то с n_3 совпадает k_1 . Тогда при повороте сечения вокруг оптической оси микроскопа значения n уменьшаются, а k увеличиваются. Синхронное изменение n и k приводит к тому, что величина числителя и знаменателя в уравнении (146) остается примерно постоянной и ΔR соответственно близко к нулю.

Согласно уравнению (34) при $R_3 = R_1$ мы должны иметь окружность. Однако в действительности окружность будет наблюдаться только в том случае, если оптические постоянные n и k равны для всех направлений. Так как это условие не выполняется, то возникает более сложная зависимость изменения R при повороте сечения. Сложный характер зависимости R от α отмечается, например, для ковеллина (рис. 67). В нижней части рисунка показано, как меняется величина R при повороте главного сечения на 360° в диапазоне длин волн $690 \div 705$ нм с интервалом в 1 нм. В верхней части рисунка та же зависимость, но в ином масштабе, показана для области

* Например, у моусонита оба показателя k близки, но величина Δn достигает при 520 нм 0,25, а значения k увеличиваются с 0,7 при 420 нм до 1,4 при 700 нм, т. е. почти в 2 раза. Дисперсия двупреломления в этом же диапазоне длин волн возрастает более чем втрое.

длин волн $700 \div 716$ нм с интервалом в 2 нм. В диапазоне длин волн меньших 680 нм и больших 710 нм мы имеем зависимость R от α , описываемую уравнением (34). Несовпадение максимумов и минимумов объясняется влиянием побочных факторов, которые начинают сказываться при столь большой чувствительности аппаратуры.

Допустим, что отсчет по лимбу предметного столика равен 0° и в этот момент мы измеряем больший показатель отражения для длины волны 680 нм (нижняя часть рис. 67). С изменением длины волны наибольший показатель отражения отмечается уже не при нулевом отсчете, а при ином азимуте. При 698 нм наибольший показатель отражения фиксируется при азимуте 45° . Наконец, при длине волны 710 нм наибольший показатель наблюдается при 90° -ном положении столика — смена знака произошла. При сравнении кривых, показанных на рис. 67, видно, что расщепленные максимумы не совпадают, т. е. соответствующие этим длинам волн сечения поверхности, вроде бы не симметричны. Накопление статистических данных позволит в дальнейшем более однозначно решить этот весьма важный вопрос. С теоретической точки зрения фигуры должны быть симметричными. Однако у ковеллина в этой области

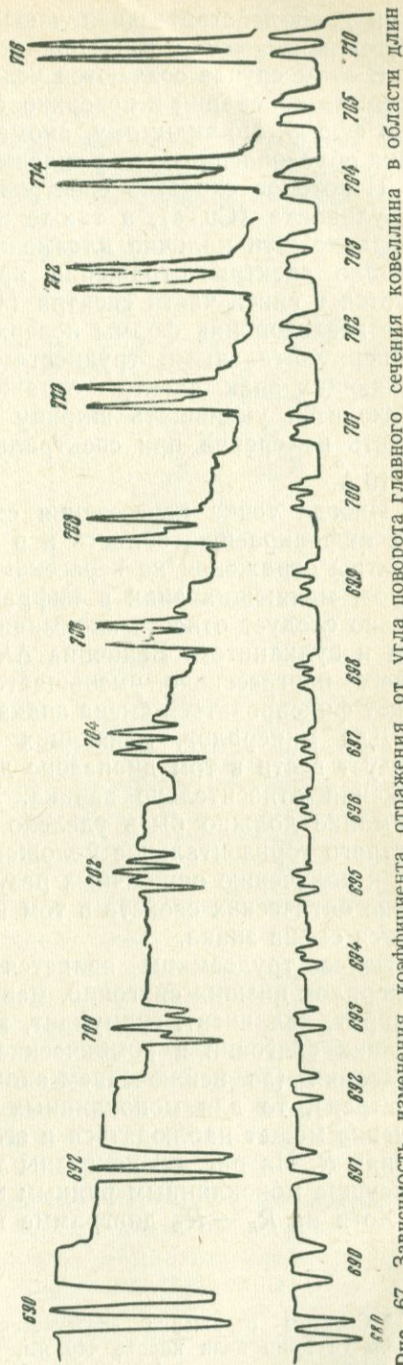


Рис. 67. Зависимость изменения коэффициента отражения от угла поворота главного сечения ковеллина в области длин волн 680—716 нм. Длины волн указаны цифрами

длины волн действительная часть комплексной диэлектрической постоянной $\epsilon_1 = n_2 - \kappa_2$ обращается в нуль, т. е. $n_2 = \kappa_2$.

В этом случае создаются условия для возникновения «плазменных» колебаний и поверхность R может иметь весьма сложную форму. По-видимому, аномалия оптических свойств ковеллина обусловлена именно «плазменным» поглощением.

Некоторое сходство спектров отражения ковеллина (CuS) и вулканита (CuTe), а также их изоструктурность позволяют предположить наличие плазменных колебаний и у вулканита. Однако спектры отражения природного вулканита* пересекаются в синей части спектра (467 нм), поэтому соответствующие исследования формы поверхности R сопряжены с большими экспериментальными трудностями. Кроме того, у минералов, меняющих знак, спектры отражения довольно круты, поэтому приходится уменьшать ширину щелей монохроматора и проводить измерения при спектральной чистоте излучения порядка 10 \AA .

Иногда точка пересечения смещается в ультрафиолетовую или инфракрасную область и в видимом диапазоне длин волн спектры отражения не пересекаются. К числу одноосных минералов, меняющих знак в инфракрасной области, предположительно следует отнести клокманнит, изоструктурный с ковеллином и вулканитом. Величина ΔR в длинноволновом диапазоне у него прогрессивно уменьшается и при 800 нм, возможно, будет фиксироваться смена знака.

Для минералов, меняющих знак, поиск главных сечений следует вести в том диапазоне длин волн, где величина двуотражения относительно велика. При измерениях R особенное внимание должно быть уделено тщательной установке шлифа в строго горизонтальное положение. Малейший перекося приводит к получению ошибочных результатов и затрудняет исследование оптических свойств в том интервале длин волн, где отмечается смена знака.

Более трудоемким является исследование поглощающих минералов низших сингоний, меняющих оптический знак (арсенипирит, лёллингит, гудмундит, энаргит и др.). Если минералы средних сингоний и ромбические не должны иметь дисперсии погасания (за исключением аномалий в области пересечения спектров), то для моноклинных и триклинных минералов это явление может наблюдаться и его следует учитывать при измерениях R . На рис. 68 показаны три типа дисперсии погасания, присущие моноклинным рудным минералам.

Хотя на $R_g - R_p$ диаграмме изображены фигуры оптически

* Спектры отражения синтетического вулканита пересекаются либо в области длин волн короче 440 нм, либо в ближней ультрафиолетовой области.

отрицательных минералов, но характер явлений и совокупность сечений, у которых дисперсия погасания отсутствует, будут аналогичны и для оптически положительных.

Наклонный тип (Н) дисперсии встречается в том случае, если с осью L_2 , перпендикулярной плоскости симметрии, совпадает R_2 . Для совокупности сечений, лежащих на сторонах прямоугольника, образованных двойными линиями, дисперсия погасания отсутствует и, следовательно, измеренные показатели отражения будут наиболее достоверны. Остальные сечения, так же как и круговое (обведено пунктирным кружком), могут обнаруживать дисперсию погасания. В наибольшей мере этот эффект присущ сечениям, указанным стрелками. При перекрещенном типе (П) дисперсии с L_2 совпадает R_1 , а при горизонтальном типе (Г) совпадает с R_2 . Следовательно, для двусных минералов, меняющих оптический знак, прежде всего необходимо изучить явления, связанные с проявлением дисперсии погасания. С этой целью измерения R выполняются для большого количества разноориентированных сечений, причем

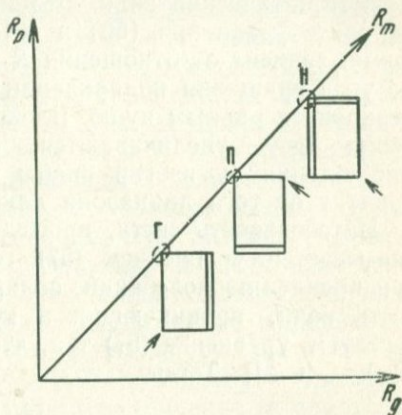


Рис. 68. Три типа дисперсии погасания, характерные для минералов моноклинной сингонии:

Н — наклонная, П — перекрещенная, Г — горизонтальная. Двойными линиями показана совокупность сечений, для которых дисперсия погасания не проявлена. Сечения с максимальной дисперсией погасания указаны стрелками

оптическая ориентировка сечения, т. е. положение направлений R_2 и R_1 , определяется для каждой длины волны. Построение $R_g - R_p$ диаграмм облегчает отнесение минерала при выраженной дисперсии погасания к одному из указанных типов, а также дает возможность отыскать те сечения, для которых дисперсия погасания отсутствует. В триклинных поглощающих кристаллах положение R_1 , R_2 и R_3 не зависит от элементов кристаллографической симметрии и дисперсия погасания может наблюдаться для всех сечений, поэтому оптическую ориентировку следует определять для каждой длины волны.

Смена знака может фиксироваться и у квазидвусных минералов, спектры отражения которых не пересекаются. К числу таких минералов относятся марказит, ильваит, полибазит, вольфрамит, эмплектит, иорданит. Величины $(R_g - R_p)$ и $(R_m - R_p)$ сильно меняются в видимой области и в определенном диапазоне длин волн оптический знак становится нейтральным. Для этих минералов также необходимо учитывать

эффекты, связанные с дисперсией погасания, и определять значения R_2 в сечениях $R_{1,2}$ и $R_{3,2}$.

Для всех минералов, меняющих оптический знак, характерны сильные и яркие цветные эффекты анизотропии. Поэтому при обнаружении минерала, цветные эффекты анизотропии которого очень выразительны, следует предположить наличие существенной дисперсии двуотражения, и минерал, возможно, меняет оптический знак. Это легко объяснить, если проанализировать уравнения (50) и (51). Вращение плоскости поляризации зависит от отношения R_g/R_p . Если минерал меняет знак, то угол вращения поляризации при определенной длине волны становится равным нулю. Влево и вправо от этой области значения $\text{tg } \gamma_{45}$ увеличиваются, поэтому при коноскопических наблюдениях у изогир видны цветные каймы. Окраска кайм зависит от того диапазона длин, где происходит смена знака.

Интенсивность света, прошедшего через скрещенные николи, описывается уравнением (57), если сечение установлено под 45° к направлению колебаний поляризатора. Считаю, что эллиптичность волн, проникающих в кристалл, мала, т. е. $V_u = 0$, преобразуем уравнение (57) так, чтобы выявить взаимосвязь между $(R_+)_\text{max}$ и ΔR . Тогда

$$(R_+)_\text{max} = \frac{\Delta R - 2(C - R_p)}{4}. \quad (150)$$

Как видно из уравнения (150), между $(R_+)_\text{max}$ и ΔR существует зависимость, хотя и сложная. Только когда $C \approx R_p$, окраска цветных эффектов анизотропии целиком зависит от характера дисперсии двуотражения. В реальных условиях наблюдения спектр $(R_+)_\text{max}$ искажен, так как в значительной степени сказывается влияние оптической системы микроскопа. Об этом всегда следует помнить, сопоставляя данные по визуальной оценке силы и оттенков цветных эффектов анизотропии.

Оптические постоянные n и k у минералов, меняющих знак, известны для моусонита (Cervelle, 1968) и ковеллина (Cervelle, 1971), причем данные по k весьма неточны. В связи с этим выявить причины, вызывающие смену знака, пока не представляется возможным. С позиции зонной теории (Филиппс, 1968) смена знака должна наблюдаться в тех случаях, когда происходит смещение максимумов отражения, обусловленных межзонными переходами. Некоторые переходы при одной поляризации света разрешены, а при другой запрещены правилами отбора. Спектры показателей поглощения при этом также должны быть смещены, но пересечение их может наблюдаться при других длинах волн. Имеющиеся данные по k для моусонита и ковеллина свидетельствуют о наличии такого пересечения, поэтому расчеты n и k для остальных рудных минералов, меняющих знак, несомненно дадут весьма ценную информацию для дальнейшей интерпретации спектров отражения.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ШИРИНЫ ЗАПРЕЩЕННОЙ ЗОНЫ ПО ВНУТРЕННИМ РЕФЛЕКСАМ

Ширина запрещенной зоны (E_g) — понятие, широко используемое в зонной теории твердого тела. По существу E_g — это одна из фундаментальных констант твердого тела, которая в принципе, так же как и показатель преломления, может быть найдена и из теоретических расчетов, но проще определяется экспериментальным путем. Зная E_g минерала, можно предсказать такие его физические свойства, как прозрачность, электропроводность и т. д. Между тем для большинства минералов, в том числе и для рудных, значения E_g не определены. По-видимому, это связано с тем, что даже в современных руководствах по минераграфии и рудной микроскопии основные представления зонной теории твердого тела не рассматриваются. Между тем оптические свойства рудных минералов интерпретируются именно с позиций зонной теории. Основные ее положения изложены в многочисленных работах и пособиях по физике твердого тела и физике полупроводников. Специалистам минералагам и геологам автор настоятельно рекомендует ознакомиться с монографией А. С. Марфунина (1974), в которой изложены общие представления зонной теории и применение ее при исследовании спектров отражения рудных минералов. В настоящей книге мы ограничимся лишь элементарными понятиями, необходимыми для понимания существа описываемой ниже методики.

При объединении атомов в кристалл вместо отдельных энергетических уровней атома, соответствующих различным значениям квантового числа, в энергетическом спектре кристалла образуются зоны из близко расположенных уровней энергии. Эти зоны разрешенных значений энергии отделены друг от друга запрещенными интервалами энергии. Частично заполненная электронами зона либо наиболее низко лежащая, не занятая электронами, называется зоной проводимости, а следующая, ниже лежащая заполненная зона — основной или валентной. Между валентной зоной и зоной проводимости расположена запрещенная зона, которой и отвечает величина E_g , измеряемая обычно в электрон-вольтах (эВ).

Если на поверхность кристалла падает излучение, энергия которого достаточна для перехода электрона через запрещенную зону в зону проводимости, то это излучение будет сильно поглощаться. Начало поглощения (край полосы поглощения) соответствует минимальному зазору между потолком валентной зоны и дном зоны проводимости, т. е. величине E_g .

Существует много методов определения ширины запрещенной зоны, но наиболее простыми в экспериментальном отношении являются оптические. Исследуя спектры поглощения или спектры диффузного отражения, можно относительно точно зафиксировать начало края поглощения. Однако для рудных

минералов эти методы часто неприемлемы из-за необходимости изготовления тонких пластинок или из-за отсутствия специальной аппаратуры для измерения спектров диффузного отражения. Поэтому мы опишем новый метод определения E_g минералов в микроучастках непосредственно в полированных шлифах.

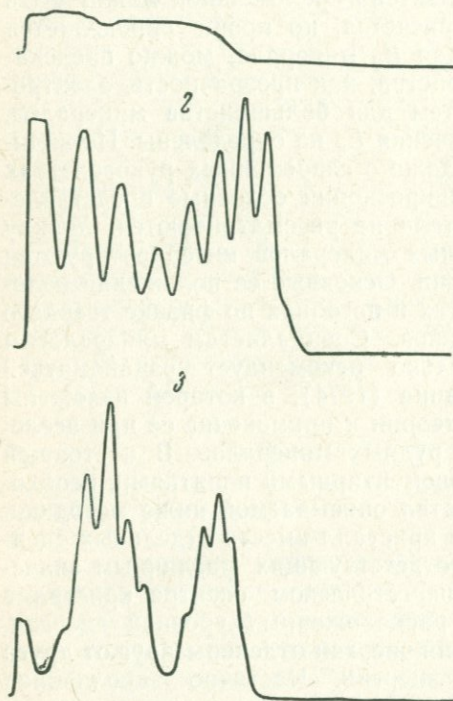


Рис. 69. Формы спектров, получаемые при исследовании внутренних рефлексов: 1 — спектр изотропного минерала; 2 и 3 — спектры анизотропных минералов. Начало резкого возрастания интенсивности сигнала соответствует краю поглощения. Увеличение длин волн происходит по направлению к левой части спектров.

В том случае, если E_g находится в диапазоне $1,88 \div 2,8$ эВ (видимая область), то минералы обладают интенсивными внутренними рефлексами, цвет которых зависит от конкретной величины E_g . Освещая исследуемое зерно минерала монохроматическим поляризованным пучком света по методу светового зонда, гасят анализатором первичный отраженный поток, в этом случае через анализатор проходит лишь вторичный поток света, обусловленный отражением его от границ раздела, трещин и т. д. в глубине образца. При длинах волн, энергия которых больше E_g , свет интенсивно поглощается уже в поверхностном слое; если $E < E_g$, то свет проникает на значительную глубину, т. е. возрастает поток, проходящий через анализатор. Регистрируя интенсивность света, отраженного от минерала при указанных условиях, можно легко определить начало края поглощения.

На рис. 69 (кривые 1 ÷ 3) показаны типичные спектры, регистрируемые прибором при исследовании внутренних рефлексов при скрещенных николях. Наиболее характерна для изотропных минералов кривая 1 (увеличение длин волн происходит по направлению к левой части спектра). Как видно из рис. 69 (кривая 1), в синей части спектра наблюдается сильное поглощение, поэтому фиксируется прямая линия, соответствующая нулевой интенсивности света, прошедшего через анализатор.

Начиная с некоторой длины волны (~ 600 нм) происходит резкое увеличение интенсивности света, прошедшего через анализатор.

Для прозрачных анизотропных минералов, наблюдаемых при скрещенных николях, характерно возникновение интерференционной окраски, зависящей от толщины пластинки, двупреломления и спектральной чистоты излучения. В той области спектра, где анизотропные рудные минералы становятся прозрачными, эти эффекты также должны иметь место. Так как свет дважды проходит пластинку, то для возникновения явлений интерференции достаточно очень тонкого слоя вещества. Легче всего эти эффекты наблюдать для киновари, которая имеет сильное двупреломление, оптически активна, а E_g соответствует ≈ 2 эВ. На рис. 69 показаны спектры, полученные при исследовании внутренних рефлексов киновари (кривые 2 и 3). Появление узких максимумов обусловлено интерференцией монохроматического света в тонком слое. Так как толщина этого слоя и ориентировка сечения могут меняться, то и распределение максимумов может быть любым (сравните кривые 2 и 3).

Метод определения E_g по внутренним рефлексам очень удобен для быстрой предварительной оценки порядка этой величины. Поскольку на спектрах наиболее четко выделяется область, где происходит увеличение интенсивности, то величину E_g предлагается определять именно по этим длинам волн. По спектрам отражения величины E_g , к сожалению, не определяют, так как ход кривой R при малых k обусловлен частотной зависимостью n , которая «сглаживает» спектр отражения. Однако влияние внутренних рефлексов на спектры отражения может быть очень сильным. Например, для прозрачных минералов изломы на спектрах отражения и слабые пики могут быть обусловлены внутренними рефлексам и интерференцией света в тонких слоях. Поэтому для прозрачных и полупрозрачных минералов спектры отражения в области длин волн с энергией $E < E_g$ надо снимать дважды: с одним поляризатором и при скрещенных николях (в положении погасания), после чего вводить соответствующие поправки.

Мы рассмотрели выше основной комплекс методов исследования оптических свойств рудных минералов, который не требует специальной аппаратуры и доступен широкому кругу специалистов, занимающихся изучением вещественного состава руд.

Безусловно, дальнейший прогресс в области приборостроения значительно расширит и пополнит арсенал методов рудной микроскопии. Но уже сейчас можно указать некоторые весьма перспективные направления в области исследования оптических свойств рудных минералов. Например, изучение зависимости изменения величины R при вращении сечения анизотропного минерала дает информацию о форме поверхности показателя

отражения. Подобные исследования требуют проведения прецизионных измерений R в воздухе и иммерсии на строго ориентированных сечениях анизотропных минералов, а в ряде случаев и на сферических полированных поверхностях, которые могут быть изготовлены из достаточно крупных монокристаллов. Разработка методов определения ориентировки отдельных микрозерен в шлифе с помощью специальной рентгеновской аппаратуры позволит исследовать значительную часть анизотропных рудных минералов и даст возможность вплотную подойти к изучению форм поверхностей оптических постоянных при различных длинах волн. Развитие этих методик требует преодоления как экспериментальных трудностей, так и решения чисто теоретических вопросов, в частности, необходимо получить уравнения, описывающие характер изменения оптических свойств в анизотропных кристаллах низких сингоний, в виде, пригодном для расчетов.

Весьма интересные данные могут быть получены в процессе изучения оптических свойств при разных температурах. Спектры отражения, снятые при низких температурах, более информативны в смысле исследований тонкой структуры спектров, обусловленной различными процессами поглощения. Изучение оптических свойств при более высоких температурах открывает широкие возможности для познания фазовых превращений и полиморфных переходов.

В последние годы в физике полупроводников широкое развитие получили модуляционные методики исследования спектров отражения. При этом измеряются величины $\Delta R/R$, где ΔR — параметр, обусловленный внешним динамическим или статическим возмущением, например, электрическим или магнитным полем, сжатием, модуляцией длины волны и т. д. Все эти методы позволяют более точно исследовать зависимость изменения энергетических зазоров в системе твердых растворов, влияние примесей и т. д. Некоторые из этих методов могут быть успешно использованы и в рудной микроскопии.

Долгое время метод травления был чуть ли не единственным методом исследования рудных минералов. Возможность быстрого измерения спектров отражения позволяет по-новому оценить и метод травления. Действительно, исследуя оптические свойства минерала на разных стадиях травления, можно объективно изучать кинетику травления, а при подборе определенного режима получать спектры отражения поверхности, свободной от наклепа, обусловленного механической полировкой.

Таким образом, перед исследователями в области рудной микроскопии открывается широкое поле деятельности.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

Агроскин Л. С., Королев Н. В. Микроскопы-спектрофотометры.— «Оптика и спектроскопия», 1959, № 6, вып. 6, с. 832—833.

Агроскин Л. С., Папаян Г. В., Раутиан Л. П. Абсолютный регистрирующий микроспектрофотометр «Блеск». — «Геология рудных месторождений», 1972, № 3, с. 81—90.

Беннет Х. Е., Беннет Дж. М. Прецизионные измерения в оптике тонких пленок.— В кн.: Физика тонких пленок, т. IV. М., «Мир», 1970, с. 7—122.

Бернштейн П. С. Определение показателей преломления и поглощения микрообъектов в отраженном свете.— «Тр. ЦНИГРИ», 1969, вып. 86, ч. II, с. 61—68.

Бернштейн П. С., Бочек Л. И. Определение показателей преломления и поглощения минералов методом измерения отражательной способности в двух средах.— «Тр. ЦНИГРИ», 1969, вып. 86, ч. II, с. 68—75.

Бернштейн П. С., Поляков В. М. Повышение точности измерений дисперсии отражательной способности минералов с помощью фотометрических насадок.— «Тр. ЦНИГРИ», 1970, вып. 93, с. 5—13.

Бернштейн П. С. Выбор эталонов для измерения отражательной способности рудных минералов.— «Тр. ЦНИГРИ», 1970₁, вып. 93, с. 14—20.

Бернштейн П. С., Лившиц Д. М. Определение отражательной способности эталонов для микроспектрофотометрических установок.— Тр. «ЦНИГРИ», 1970₂, вып. 93, с. 20—29.

Бернштейн П. С., Бочек Л. И. Влияние внутренних рефлексов минералов на метод измерения их отражательной способности.— «Тр. ЦНИГРИ», 1970, вып. 93, с. 29—34.

Бернштейн П. С. Оптические методы диагностики рудных минералов, мало зависящие от качества полировки шлифов.— «Тр. ЦНИГРИ», 1970₃, вып. 93, с. 34—44.

Бурэ Г. Н., Клейнбок В. Е. Прибор для измерения отражательной способности микрообъектов.— «Геофизическая аппаратура», № 29, Л., «Недра», 1965, с. 93—98.

Вахромеев С. А. Отражательная способность рудных минералов и ее измерение с помощью отечественной аппаратуры.— «Тр. Горно-геологического ин-та УФАН СССР», 1948, № 1, вып. 14, с. 48—56.

Вахромеев С. А. Руководство по минераграфии. Иркутск, 1956, 264 с.

Волюнский И. С. О взаимозависимости оптических свойств рудных минералов.— В кн.: Исследование минерального сырья. М., Госгеолтехиздат, 1955, с. 30—45.

Волюнский И. С. Измерение оптических постоянных рудных минералов с помощью фотометрического окуляра ОКФ-1, М., Изд-во АН СССР, 1963, 98 с.

Волюнский И. С. Определение рудных минералов под микроскопом, т. I, М., «Недра», 1966, 348 с.

Вяльсов Л. Н. Автоматический микроспектрофотометр для измерения и записи спектров отражения.— В кн.: Новые методы исследования минералов и горных пород. М., МОИП, 1967, с. 26—27.

Вяльсов Л. Н. Современные методы исследования оптических свойств рудных минералов.— В кн.: Итоги науки. Серия геохимия. Минералогия. Петрография. 1968, М., ВИНТИ, 1969, с. 139—162.

Вяльсов Л. Н. Определение осности и оптического знака рудных минералов из измерений отражательной способности.— «Геология рудных месторождений», 1969, № 1, с. 77—85.

Вяльсов Л. Н. Методы и приборы для измерения отражательной способности рудных минералов. Автореф. дисс. М., ИГЕМ, 1970, 22 с.

Вяльсов Л. Н. Спектры отражения рудных минералов. М., ИГЕМ АН СССР, 1973, 67 с.

Вяльсов Л. Н. Исследование оптических свойств анизотропных рудных минералов в отраженном свете.— «Геология рудных месторождений», 1975, № 1, с. 47—57.

Галопин Р., Генри Н. Исследование непрозрачных минералов под микроскопом. М., «Мир», 1975, 364 с.

Генкин А. Д., Вяльсов Л. Н. О валлерите и макинавите и условиях их нахождения в рудах.— «Геология рудных месторождений», 1967, № 2, с. 94—107.

Гончаренко А. М., Федоров Ф. И. Поверхности рефракции и абсорбции поглощающих кристаллов.— «Кристаллография», 1958, т. 3, вып. 5, с. 587—592.

Гончаренко А. М. Исследование оптических свойств поглощающих кристаллов на основе инвариантного метода. Автореф. дисс., Минск, 1969, 26 с. (Ин-т физики АН СССР).

Гончаренко А. М., Грум-Гржимайло С. В., Федоров Ф. И. Поверхности светопоглощения кристаллов различных сингоний.— «Кристаллография», 1964, т. 9, вып. 4, с. 589—598.

Горшков М. М. Эллипсометрия. М., «Советское радио», 1974, 200 с.

Дергачев В. П., Казанджян Л. В. Методы изучения спектров отражения и пропускания.— «Тр. метрологических ин-тов СССР», 1967, вып. 20(50), с. 101—111.

Знаменский В. Б. Прибор для измерения коэффициентов отражения плоских зеркально-отражающих поверхностей при падении на них света по нормали. Авт. свидетельство № 135256.

Иванова А. В. К вопросу о методике измерения отражательной способности минералов и углей.— «Минер. сб. Львовского геол. о-ва», 1974, № 28, вып. 1, с. 55—59.

Кизель В. А. Отражение света. М., «Наука», 1973, 351 с.

Клейнбок В. Е. О степени монохроматичности света при измерении отражательной способности минералов.— В кн.: Исследования в области рудной минералогии. М., «Наука», 1973, с. 177—180.

Королев Н. В., Агроскин Л. С. Установка для определения отражательной способности минералов.— «Геология рудных месторождений», 1959, № 4, с. 137—140.

Кулагов Э. А., Евстигнеева Т. Л., Юшко-Захарова О. Е. Новый сульфид никеля — годлевскит.— «Геология рудных месторождений», 1969, № 3, с. 115—121.

Куличихина Р. Д., Вяльсов Л. Н. О находке моусонита в СССР.— «Докл. АН СССР», 1970, т. 192, № 2, с. 410—413.

Крылова Т. Н., Соколова Р. С. Насадка к спектрометру ИКС-12 для измерения коэффициента отражения.— «Оптико-механическая промышленность», 1963, № 8, с. 28—32.

Кэмерон Ю. Н. Рудная микроскопия. М., «Мир», 1966, 308 с.

Ларсен Е., Берман Г. Определение прозрачных минералов под микроскопом. М., «Недра», 1965, 464 с.

Лебедева С. И. Определение микротвердости минералов. М., Изд-во АН СССР, 1963, 122 с.

Марфуни А. С. Введение в физику минералов. М., «Недра», 1974, 324 с.

Мотовилов О. А. Об измерении абсолютных значений коэффициентов зеркального отражения.— «Оптико-механическая промышленность», 1968, № 2, с. 19—22.

Определение рудных минералов в полированных шлифах по спектрам отражения и твердости. М., «Недра», 1973, 224 с. Авт.: М. С. Безмертная, Т. Н. Чвилева, Л. С. Агроскин и др.

Петраш Г. Г. Исследование аппаратных искажений и методы их учета в ИК-спектроскопии. Автореф. дисс. М., 1961, 23 с.

Пришивалко А. П. Отражение света от поглощающих сред. Минск, Изд-во АН БССР, 1963, 430 с.

Пустыльник Е. И. Статистические методы анализа и обработки наблюдений. М., «Наука», 1968, 288 с.

Ракчеев А. Д. К методике получения эталонных значений отражательной способности рудных минералов.— «Геология рудных месторождений», 1964, № 1, с. 88—92.

Рамдор П. Рудные минералы и их сростания. М., Изд-во иностр. лит., 1962, 1132 с.

Рябева Е. Г. Измерение отражательной способности прозрачных и полупрозрачных минералов.— «Тр. VII конференции молодых исследователей ВИМСа», секция минералогии. М., 1969, с. 82—90.

Смирнов С. М. Измерение отражательной способности минералов с помощью фотоэлемента и камеры Иностранцева.— «Тр. Моск. геол.-разв. ин-та, 1956, т. 26, с. 204—209.

Спектры отражения халькогенидов сурьмы и висмута.— «Изв. АН МССР, серия физ.-мат. наук», 1967, № 6, с. 14—27. Авт.: С. Д. Шутов, В. В. Соболев, Ю. В. Попов, С. Н. Шестацкий.

Тарасов К. И. Спектральные приборы. Л., «Машиностроение», 1968, 387 с.

Тауц Я. Оптические свойства полупроводников. М., «Мир», 1967, 74 с.
Уорсинг А., Геффнер Дж. Методы обработки экспериментальных данных. М., Изд-во иностр. лит., 1953, 347 с.

Федоров Ф. И. Оптика анизотропных сред. Минск, Изд-во АН БССР, 1958, 380 с.

Филипс Дж. Оптические спектры твердых тел в области собственного поглощения. М., «Мир», 1968, 174 с.

Чечик О. Н., Файнштейн С. М., Лившиц Т. М. Электронные множители. М., Гостехиздат, 1957, 575 с.

Шубников А. В. Оптическая кристаллография. М., Изд-во АН СССР, 1950, 275 с.

Шумская Н. И., Клейнбок В. Е., Александрова Н. П. Изучение отражательной способности рудных минералов. Л., изд-во. ВСЕГЕИ, 1971, 128 с.

Юшко С. А. Методы лабораторного исследования руд. М., «Недра», 1971, 344 с.

Янсен Г. Рабочие эталоны (стандарты) для измерения отражательной способности непрозрачных рудных минералов.— В кн.: Новое в зарубежных исследованиях по рудной микроскопии. М., изд. ИМГРЭ, 1966, 118 с.

Begek M. Die Schnittkurven der complexen Indicatrix absorbierender Kristalle mit ihren reellen Symmetrieebenen.— «Neues Jahrbuch für Mineralogie» 1931, Abh., Beil. Bd. 64, Abt. A. s. 123—136.

Begek M. Das Problem der quantitativen Mikroskopie der Erzminerale und seine Lösung, zugleich ein Beitrag zu den Erscheinungen der Reflexion des Lichtes an anisotropen absorbierenden Kristallen.— «Zs. Kristallogr. Min.» 1931, Bd. 76, s. 396—430; Bd. 77, s. 1—22.

Begek M. Optische Messmethoden im polarisierten Auflicht in Sonderheit zur Bestimmung der Erzminerale mit einer Theorie der Optik absorbierender Kristalle.— «Fortschr. Miner. Kristallogr.» «Petrogr.», 1937, v. 22, s. 1—104.

Beugnies A. Phénomènes d'optique cristalline observables par réflexion convergente de la lumière sur les surfaces polies. Etude théorique et expérimentale.— «Bull. Soc. belge géol.», 1958, N 3, 67, p. 489—519.

Beugnies A. Microscopie des milieux cristallins.— «Presses Académiques Européennes Bruxelles», 1969, p. 190.

Bordet P. Précis d'optique cristalline. Appliqué à l'identification des minéraux.— Paris. «Masson Editeurs», 1968, p. 220.

Bowie S. H. U. The photoelectric measurement of reflectivity. «Mineral Mag.» 1957, 31, p. 476—486.

Bowie S. H. U., Taylor K. A system of ore minerals identification.— «Mineral. Mag.», 1958, 99, p. 265—277, p. 337—345.

Bowie S. H. U. Minutes of meeting of I. M. A. Commission on Ore Microscopy held in New Dehli on 14th Dec. 1964. — «Econ. Geol.», 1965, 60, p. 1326—1329.

Bowie S. H. U. Minutes of I. M. A. Commission on Ore Microscopy. C. O. M. Meetings held in Cambridge on 31st August and 3rd September 1966. — «Econ. Geol.» 1967, 62, p. 278—282.

Bradshaw P. M. D., Phillips R., Smith R. A new method for measurement of reflectivity. — «Mineral. Mag.», 1966, 35, N 274, p. 861—855.

Cambon T. Contribution à l'emploi des méthodes optiques en métallographie microscopique. — «Thesis Faculte des Sciences», Toulouse, 1947, N 87, p. 107.

Cameron E. N. Ore microscopy. — New York, John Wiley and Sons, Inc., 1961.

Cameron E. N. Optical symmetry from reflectivity measurements. — «Amer. Mineralogist», 1963, 48, N 9—10, p. 1070—1079.

Cervelle B., Levy C., Caye R. Sur l'inversion du Signe de la bireflectance de certains mineraux absorbants: cas de la mawsonite. — «Bull. Soc. franc mineral. et cristallogr.», 1968, t. 91, N 5, p. 468—478.

Cervelle B. Contribution a l'etude des proprietes optiques de mineraux fortement absorbats. — «Bull. Bur. Rech. Geol. et Minerale». Sec. 2, 1971, N 5, p. 9—34.

Cervelle B., Levy C. Proprietes optiques de la covelline et de L'enargite dans le visible et dans l'infrarouge proche. — «Bull. Soc franc. mineral. et cristallogr.», 1971, t. 94, N 2, p. 146—155.

Cissarz A. Optische Messungen an Antimonglanz. — «Neues Jahrbuch f. Mineral.», 1931, Beil. Bd. 64, A, p. 137—162.

Cissarz A. Reflexionsmessungen an absorbierenden Kristallen. — «Zeits. Krist.», 1932, Bd. 82, p. 438—450.

Demirsoy S. Die Entwicklung des Mikroskop — Photometers mit besonderer Berücksichtigung der Reflexionsmessungen. — «Zeiss — Mitteilungen», 1967, p. 254—279.

Demirsoy S. Untersuchungen über den Einfluss der chemischen Zusammensetzung auf die spektralen Reflexionsfunktionen und Mikroindruckhärten. — Dissertation. Aachen, 1968, p. 95.

Ehrenberg H. Die Messung der Reflexionsindikator von Erzen mit dem Universaldehntisch. — «Fortschr. Miner.», 1952, 29/30, p. 399.

Ehrenberg H. Reflexionsmessungen in der Erzmikroskopie. — «Z. Wiss. Mikrosk. und mikroskop. Technik», 1964, 66, N1, p. 32—44.

Folinsbee R. E. Determination of reflectivity on the ore minerals. «Econ. Geol.», 1949, 5, v. 44, p. 425—436.

Francon M. «Centre Nat. Rech. Soien». B. F. 1090092, 1953.

Fray S. I., Goodwin A. R., Johnson F. A., Quarrington I. E. An absolute method of determining transmission and reflection coefficients. — «J. sci. instrum.», 1963, v. 40, p. 387—390.

Galopin R. Observations sur la dispersion du plan de polarisation apres reflexion normal sur les mineraux metalliques anisotropes. — «Schw. Min. und Petr. Mitt.», 1947, 27, p. 190—235.

Galopin R., Henry N. F. M. Microscopic Study of Opaque Minerals. — Cambridge, W. Heffer and Sons LTD, 1972, p. 322.

Gehlen K. V., Piller H. Zur Optik von Covellin. — Beitr. Mineral. und Petrogr.», 1964, Bd. 10, H. 1, s. 94—110.

Gehlen K. V., Piller H. Optics of hexagonal pyrrhotine. — «Mineral. Mag.», 1965, v. 35, N 270, p. 335—346.

Giraud R., Picot P., Grammont X., Tollon F. Sur la presence de millerite dans la region de bedre (Hautes — Pyrenees) — «Bull. Soc. franc. mineral. et cristallogr.», 1968, v. 91, N 3, p. 279—283.

Gray I., Millman A. Reflection characteristics of ore minerals. — «Econ. Geol.», 1962, v. 57, N 3, p. 225—349.

Hallimond A. F. Direct measurement of standard reflectances with the microphotometer. — «Mining. Mag.», 1957, v. 31, N 237, p. 487—494.

Hancen E., Einarson L. An apparatus for Cytophotometry.—«Acta Psychiat. Neurol. Scand.», 1956, 108, p. 151—168.

Jones John M. A new microreflectometer.—«Econ. Geol.», 1962, v. 57, N 1, p. 42—49.

Kaemmel T. Die Werte des Brechungsindex und des Absorptionsindex der Erzminerale errechnet aus ihrem Reflexionsvermögen in Luft und Öl.—«Geologie», 1962, 11, N 2, s. 208—214.

Knosp H. Die Anwendung der Mikroreflexionsmessung in der Metallographie.—«Archiv f. Lagerstättenforschung in den Ostalpen», 1970, bd. 10, s. 1—22.

Königsberger J. Über ein Mikrophotometer zur Messung der Absorption des Lichtes.—«Z. für Instrumentenkunde», 1901, Bd. 21, s. 129—133.

Königsberger J. Über einen Apparat zur Erkennung und Messung optischer Anisotropie undurchsichtiger Substanzen und dessen Verwendung.—«Centrallbl. Min.», 1908, s. 565—573, s. 597—605.

Königsberger J. Methoden zur Erkennung und Messung optischer Anisotropie undurchsichtiger Substanzen.—«Centrallbl. Min.», 1909., s. 245—250.

Königsberger J. Über Messung des Reflexionsvermögens und Bestimmung der optischen Konstanten.—«Annalen d. Physik.», 1914, 43, s. 1205—1222.

Leonard B. F. Reflectivity measurements with a Hallimond visual microphotometer.—«Econ. geol.», 1960, v. 55, N 6, p. 1306—1312.

Levy C. Contribution à la mineralogie des sulfures de cuivre, du type Cu_9XS_4 .—«Mém. Bur. Rech. Geol. Minières», 1967, N 54, p. 178.

Malmquist D. Zur Optik des Arsenkieses im sichtbaren Spektrum.—«Bull. Geol. Inst. Univ. Upsala», 1937, 26, s. 1—25.

Neuerburg G. J. Optical figures obtained with the reflecting microscope.—«Amer. Mineralogist», 1947, 32, N 9—10, p. 527—543.

Orcel J. Sur l'emploi de la pile photoélectrique pour la mesure du pouvoir réflecteur des minéraux opaques.—«C. r. hebdom. Séanc. Acad. Sci.», Paris, 1927, 185, p. 1141—1143.

Orcel J. La mesure du pouvoir réflecteur des minéraux opaques à l'aide de la cellule photoélectrique et ses applications.—«Bull. Soc. Franc Min.», 1930, 53, p. 301—349.

Pepperhoff W. Quantitative Auflichtmikroskopie mit Hilfe aufgedampfter Interferenzschichten.—«Archiv. f. d. Eisenhüttenwesen», 1965, 36, s. 941.

Phillips R., Bradshaw P. M. A test of the linearity of a photomultiplier used for reflectivity measurement.—«Mineral. Mag.», 1966, 35, N 273, p. 756—758.

Piller H., Gehlen K. V. On errors of reflectivity measurements and of calculations of refractive index n and absorption coefficient k .—«Amer. Mineralogist», 1964, 49, N 7—8, p. 867—882.

Piller H. Influence of light reflection at the objective in the quantitative measurement of reflectivity with the microscope.—«Miner. Mag.», 1967, 36, N 278, p. 242—259.

Ramdohr P. Remarks on quantitative measurements of reflectivity.—«Econ. Geol.», 1964, 59, N 3, p. 502—509.

Roblin G. Etude et Réalisation d'un Dispositif pour la Mesure des Facteurs de Réflexion des Objets Microscopiques.—«Rev. Optique.», 1963, N 8, p. 401—462.

Sampson E. The determination of anisotropism in metallic minerals.—«Econ. Geol.», 1923, v. 18, p. 775—777.

Shaw J. E., Blevin W. R. Instrument for the Absolute Measurement of Direct Spectral Reflectances at Normal Incidence.—«J. of the optic. soc. of America», 1964, v. 54, N 3, p. 334—336.

Schneiderhohn H. Mikroskopischen Bestimmung und Untersuchung von Erzen. Berlin, 1922, s. 292.

Schneiderhohn H. Ein neues photometerokular zur Messung der Reflexionsvermögens in Erzenschliffen.—«Fort. der Minerabgie, 1929, 13, s. 63.

Wright F. E. Polarised Light in the Study of ores and metals.—«Proceedings of Amer. phil. Soc.», 1919, 58, N 7, p. 401—447.

О Г Л А В Л Е Н И Е

Предисловие	3
Глава I. Элементарные основы кристаллооптики рудных минералов	5
Оптические постоянные рудных минералов	7
Основные соотношения между оптическими постоянными	9
Распространение и поляризация света при отражении	15
Оптические явления в отраженном свете, наблюдаемые под микроскопом	25
Изотропные кристаллы	26
Анизотропные кристаллы	28
Оптические явления, наблюдаемые входящем свете	35
Определение параметров анизотропии рудных минералов при нормальном падении света	38
Глава II. Аппаратура для исследования спектров отражения рудных минералов	43
Историческое развитие методов измерения R	44
Фотометрические насадки к микроскопам, выпускаемые в СССР и за рубежом	56
Использование внутреннего стандарта для повышения точности измерений R	66
Оптические схемы двухлучевых микроспектрофотометров	73
Аттестация эталонов и прямые методы измерения R	80
Методы прямых измерений R микроскопических объектов	85
Системы для прецизионного измерения абсолютных значений коэффициентов отражения в воздухе и иммерсии при нормальном падении света	93
Методы измерения коэффициентов отражения при наклонном падении света	99
Глава III. Точность измерений коэффициентов отражения в рудной микроскопии	102
Основные понятия метрологии применительно к оценке точности приборов и результатов измерений	103
Анализ ошибок, обусловленных конструктивными особенностями микрофотометрической аппаратуры, и приемы их исключения	107
Источник света со стабилизатором	108
Монохроматор	109
Оптическая система микроскопа для наблюдений образца и измерений R	112
Фотоприемник	131
Регистрирующая система	139
Влияние ошибок, обусловленных установкой исследуемого образца на столик микроскопа	142
Влияние полировки на интенсивность и структуру спектров отражения	146
О результатах сопоставления спектров отражения некоторых рудных минералов	151
Основные пути повышения точности измерений R	158
Глава IV. Методы исследования оптических свойств рудных минералов	162
Измерение спектров отражения в воздухе при нормальном падении света	163
Измерение спектров отражения в иммерсии	172
Определение осности и оптического знака	178
Особенности изучения анизотропных минералов, меняющих оптический знак	183
Определение ширины запрещенной зоны по внутренним рефлексам	191
Список литературы	195

НЕДРА

