

Descripción de los equipos microfotométricos de reflexión con incidencia normal

por A. LÓPEZ-SOLER y J. M. BOSCH-FIGUEROA *

RESUMEN

Se establecen las condiciones que deben cumplir los equipos utilizados en la microscopía cuantitativa de reflexión y se describen las principales características comunes de los equipos microfotométricos de las marcas de más prestigio mundial.

SUMMARY

We establish the necessary working conditions for the equipments used in the quantitative methods of reflected light microscopy. The principal characteristics common to all the microphotometric equipments of the most prestige in the world are described.

La complejidad teórica del comportamiento de la luz al incidir sobre una sustancia no transparente ha motivado que esta técnica no haya alcanzado hasta muy recientemente un desarrollo semejante al de la microscopía por transparencia. Actualmente nuevos tipos de aparatos han sido lanzados al mercado por las firmas comerciales de más prestigio y en la actualidad se pueden efectuar medidas cuantitativas ópticas en materiales absorbentes.

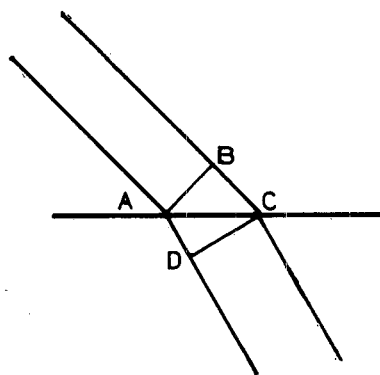
La base teórica fue planteada por DRUDE en 1887 y propuso un método para la medición de n y k en este tipo de sustancias (1).

Cuando los materiales no son perfectamente transparentes la intensidad de un haz de luz monocromática disminuye exponencialmente a medida que el frente de onda atraviesa la sustancia, esta magnitud se denomina coeficiente de absorción (k) y viene definido por la disminución de la amplitud E de la onda electromagnética en su progresión a través del cuerpo opaco,

$$E = E_0 e^{-(2\pi k/\lambda)Z}$$

en donde Z es la magnitud de la penetración en la dirección de propagación, E_0 la amplitud para $Z = 0$, λ la longitud de onda en el vacío.

La definición de índice de refracción es la misma que se utiliza en los materiales dieléctricos imponiendo únicamente la condición de que se mantenga constante la amplitud a lo largo del frente de onda. Esta condición impuesta se cumple únicamente en los casos en que la incidencia es normal ya que si se supone una onda plana de intensidad uniforme que viaja en el vacío y llega oblicuamente a la superficie de un cuerpo opaco, la amplitud varía a lo largo del frente de onda tal como se indica en la figura adjunta.



En la que AB representa un frente de onda homogéneo moviéndose en el vacío (aire) hasta incidir en la superficie del cuerpo opaco en el punto A ; CD es el mismo frente de onda después del tiempo necesario para que B llegue a la superficie del cuerpo en el punto C . El frente de onda en C no ha disminuido en su amplitud mientras que el punto D se ha trasladado por el interior la distancia AD , y, por lo tanto, se ha reducido en su amplitud. Por consiguiente, la amplitud disminuye exponencialmente desde C a D a lo largo del segmento CD en el que yace el frente de onda. Los planos de amplitud constante son ahora paralelos a la superficie del cuerpo

* Sección de Cristalografía del Instituto "Jaime Almera", C.S.I.C., Egiptiacas, 15, Barcelona.

opaco y no paralelos al frente de onda. Si la incidencia se efectúa sobre una superficie anisótropa, estas diferencias de amplitud nos provocan un giro de la componente de reflexión resultante con respecto a la dirección de vibración del polarizador, como además el material anisótropo hemos admitido que es absorbente el coeficiente de absorción provoca que las dos vibraciones en que queda dividido el rayo incidente salgan en distinta fase y, por consiguiente, la componente de reflexión será elíptica además de girada.

Estos dos fenómenos son muy difíciles de medir experimentalmente y quedan subsanados si la incidencia es normal y se trabaja, en el caso de materiales anisótropos, con secciones orientadas paralelamente a las direcciones principales de vibración.

Las primeras mediciones efectuadas en minerales opacos las realizó ORCEL (2) (3) utilizando una célula de potasio-plata para medir la intensidad de la luz reflejada por una superficie pulida; otros investigadores como CAPDECOMME (4) siguen la línea trazada por ORCEL. En 1958, BOWIE y TAYLOR (5) sugieren la clasificación de los minerales opacos, según los valores de la reflectancia y la microdureza, y proponen la medida de estas propiedades físicas como un método adecuado de identificación. Siguiendo este criterio observan que ordenados en tablas de doble entrada, esta clase de minerales, quedan agrupados según su naturaleza en: metales, sulfuros, sulfuros de Ni, Co y Fe, sulfosales y óxidos.

A partir de 1964 PILLER (6) (7) publica una serie de trabajos en los que demuestra la trascendencia de efectuar las mediciones de reflectancia con luz monocromática y calcula el límite de error permitido en las mediciones del poder reflector, cuando se pretende efectuar el cálculo de las constantes físicas n , k , de los cristales absorbentes. La tolerancia del límite de error demuestra que debe seguirse una norma muy estricta en el sistema de iluminación.

CONDICIONES EXPERIMENTALES

A) Fuente de iluminación

La misma naturaleza del método, en el que se efectúan medidas de la superficie problema y un standard de reflectancia conocida, exige que el flujo luminoso sea constante, para lo cual es imprescindible que la corriente de alimentación de la lámpara de iluminación sea estabilizada; en la actualidad existen estabilizadores transistorizados especialmente diseñados para este fin que pueden absorber variaciones de hasta el 10 % de la tensión de alimentación. Las lámparas utilizadas son de gran intensidad, las más corrientes son 12 V, 60 o 100 W.

B) Condiciones de iluminación

Para obtener una lectura correcta es imprescindible que el sistema esté correctamente iluminado, según el principio de Köhler para lo cual son necesarios sistemas de centrado de lámpara y diafragmas.

Se utilizan dos clases de reflectores: el de espejo y el de prisma. El de espejo presenta la considerable ventaja de que los rayos inciden totalmente normales sobre la superficie del ejemplar, no obstante, parte de la luz reflejada por ésta, sufre una nueva reflexión en el espejo, efecto que se conoce con el nombre de "primary glare", lo cual se traduce en un aumento de la intensidad detectada por el aparato medidor. Experimentalmente se observa al aparecer una segunda imagen de menor intensidad en el campo visual, este efecto puede ser corregido en parte mediante un diafragma colocado a la entrada del aparato medidor. Si el standard y el problema medidos presentan una diferencia considerable en su poder de reflexión, ello introduce un error en la medida, error que debe ser corregido para poder utilizar los datos experimentales. Esta corrección se efectúa mediante un substandard que posea un valor de reflectancia tal, que la reflectancia del problema quede comprendida entre la del standard y la del substandard.

Para evitar el efecto de "primary glare" se utiliza el reflector de prisma, especialmente el denominado prisma de Berek, en el que la luz sufre tres reflexiones antes de incidir sobre la superficie del ejemplar. Con ello queda compensada la rotación de 30° que sufre el plano de polarización de la luz en cada reflexión. En este caso la luz no incide perfectamente normal sobre la superficie de la muestra y la reflexión procedente del ejemplar no puede atravesar de nuevo el prisma. El ángulo de incidencia no debe exceder de un determinado valor que depende de la apertura numérica del objetivo. Este ángulo puede ser calibrado mediante el diafragma de apertura.

Los objetivos van provistos de una capa antirreflejante para evitar que la luz procedente del ejemplar sea reflejada por la lente frontal del objetivo.

Como antes hemos descrito el comportamiento de una sustancia absorbente depende de la radiación incidente, por tanto es necesario que la radiación sea monocromática. Esto se consigue mediante la intercalación de filtros o empleando un monocromador graduado de interferencia o de prisma

C) Equipos microfotométricos

En la actualidad existen tres firmas comerciales de prestigio, Leitz, Vickers y Zeiss, que fabrican los equipos completos que se conocen con la denomina-

ción de *microscopio fotométrico*, a los que les son comunes las siguientes características:

- a) Emisión prácticamente constante de la fuente de luz mediante estabilización transistorizada.
- b) Sistema para la obtención de radiación monocromática: filtros interferenciales individuales, filtro degradado de interferencia y monocromador de prisma de vidrio.
- c) Dispositivo denominado cabezal del fotómetro que permite acoplar fotomultiplicador al cabezal del estativo del microscopio.
- d) Dispositivo auxiliar del tubo del microscopio que a voluntad desvía el flujo luminoso al tubo ocular del microscopio, para observación del campo que se va a fotometrar o enviar aquella radiación directamente a excitar la superficie del fotomultiplicador.
- e) Aparato de medida que contiene una unidad de alta tensión para alimentar el fotomultiplicador, un amplificador de corriente fotoeléctrica y un galvanómetro de alta sensibilidad de indicación luminosa o digital como instrumento de medida. Todo el equipo está estabilizado electrónicamente.
- f) Los microscopios fotométricos van siempre equipados con diafragmas circulares de diámetros fijos escalonados que pueden ser intercalados por un revólver al que están acoplados, o individualmente. Estos diafragmas se denominan de campo luminoso, van acoplados al condensador y llevan un dispositivo que permite centrarlos exactamente; son los que limitan la porción de campo microscópico que se va a fotometrar.
- g) El equipo de iluminación va equipado con un diafragma iris de apertura, el único que limita la radiación de la fuente de luz, que se regula exactamente de acuerdo con el diafragma fijo del campo luminoso escogido. Con ello se cumplen estrictamente las condiciones de iluminación según el principio de Köhler, que en las determinaciones fotométricas tienen lugar cuando el diámetro del campo luminoso es de 1,5 a 2 veces mayor que el campo de medición.
- h) Cerca de la superficie sensible del receptor fotométrico existen unos diafragmas circulares en diámetros fijos denominados diafragmas paso, que limitan la entrada de posible luz difusa producida en la superficie del ejemplar, la magnitud adecuada se escoge de acuerdo con la del dia-

fragma fijo (tamaño de campo) que se ha seleccionado en el condensador. El centrado perfecto de todos los diafragmas referido al eje óptico del microscopio, la coordinación total entre las respectivas aberturas de los mismos con relación a la apertura del objetivo empleado, permite la obtención de datos experimentales correctos.

D) *Platinas*

Es condición que las superficies a fotometrar estén colocadas perfectamente normales al eje óptico del microscopio, para lograr que toda la luz reflejada por dichas superficies sea recogida por el equipo óptico. Para ello a la platina se le acopla un accesorio consistente en una cabeza gonométrica que posee los movimientos necesarios para la colocación correcta del ejemplar (8).

Existe otro tipo de platina soldada a una base plana sobre la que se coloca la sección pulida que por presión de un resorte queda apoyada sobre una placa cuya parte superior es circular con un orificio central. Este tipo de platinas (Leitz y Zeiss) permiten ser desplazadas en sentido horizontal para poder elegir el campo microscópico deseado. Existe la posibilidad de colocar los standards en soportes especiales consistentes en un anillo imantado que queda sujeto a otro anillo colocado a rosca en la montura del objetivo.

Otro tipo de platina (Vickers) conocida con la denominación de "Laham Stage" consiste en un soporte especial doble destinado a contener juntos el problema y el standard. En el fondo de cada receptáculo hay un pequeño resorte que ejerce presión sobre la sección pulida y queda apoyada en las cabezas de tres tornillos que permiten la nivelación del ejemplar. Un movimiento de desplazamiento lateral hace posible efectuar medidas alternativamente de las reflectancias del standard y del problema.

BIBLIOGRAFÍA

1. DRUDE, P. (1887): *Ann. Phys.* (3), 32, 584.
2. ORCEL, J. (1925): *Bull. Soc. fr. Min.*, 48, 272.
3. ORCEL, J. (1935): *Archiv. du Museum d'Histoire Naturelle*, Paris 6th ser., 12, 171.
4. CAPDECOMME, L. (1941): *Révue d'Optique théorique et instrumentale*, 20, 47, 50, 74.
5. BOWIE, S. H. U. (1957): *Min. Mag.*, 99, nov., 265-77; dic., 337-45.
6. PILLER, H., y GEHLEN, K. von (1964): *Amer. Min.*, 49, 867-882.
7. PILLER, H. (1967): *Min. Mag.*, 36, 242.
8. LÓPEZ-SOLER, A., y BOSCH-FIGUEROA, J. M. (1970): *Bull. Soc. fr. Mineral. Cristallogr.*, 93, 83-88.