

FRANCO TONANI

## DETERMINAZIONE RAPIDA DEGLI INDICI DI RIFRAZIONE COL METODO DELL'IMMERSIONE

Usò di un prisma cavo di forma particolare

Negli ultimi anni il metodo di misura degli indici di rifrazione dei liquidi da immersione mediante un prisma cavo è andato acquistando sempre maggiore diffusione; insieme la tecnica relativa si è sviluppata per ottenere una maggiore rapidità di operazioni e di calcolo.

Uno dei vantaggi del metodo è che una porzione di liquido relativamente al riparo dall'evaporazione è disponibile per una misura praticamente continua dell'indice di rifrazione. Questo vantaggio si riflette assai favorevolmente sull'andamento generale della misura di indice di solidi per confronto con quello di liquidi, col metodo d'immersione; infatti una serie di numerose misure degli indici di rifrazione del liquido (fatto successivamente variare) è qui assai più spedita e precisa che con i totalrifrattometri da liquidi. Per di più è facile fare assumere al liquido un indice assegnato senza procedere per tentativi.

Questo vantaggio nella procedura complessiva (confronto per immersione e misura separata dell'indice del liquido) si accentua se il prisma è costruito in modo: 1) da poter servire esso stesso da porta oggetti; 2) da poter venir trasportato dal microscopio al goniometro e viceversa, senza che si debba per questo ripetere ogni volta l'aggiustamento del prisma stesso sullo spettrometro.

L'esperienza fatta ha mostrato che effettivamente questo tipo di tecnica è possibile e in diversi casi vantaggioso da usarsi; è difficile precisare la misura della sua utilità, poichè essa dipende da molte disparate circostanze. Perciò ritengo opportuno riferire su un tipo di prisma che mi è sembrato conveniente allo scopo, sulla tecnica sperimentale che la pratica ha dimostrato necessaria e sulla possibilità di rendere più rapidi i calcoli nel corso delle operazioni di determinazione degli indici di rifrazione dei minerali.

### 1) Caratteristiche del prisma.

La prima condizione essenziale è che il prisma stesso possa funzionare da portaoggetti, e ciò, naturalmente, in luce parallela. Perciò la faccia inferiore del fondo del prisma deve essere piana e lavorata otticamente. Pure lavorata otticamente, ma eventualmente con minore finezza, sarà una bassa depressione sferica ricavata nella faccia superiore del fondo, destinata a favorire la tendenza dei cristalli a raccogliersi al centro del prisma sotto l'azione del peso.

Per molti casi pratici è sufficiente che oltre a ciò il prisma sia abbastanza largo e basso. Il prisma deve essere largo, in modo che l'obbiettivo del microscopio possa esplorare tutta o gran parte della depressione centrale, anche quando la distanza focale è inferiore all'altezza delle pareti del prisma. Inoltre se il prisma sarà per quanto possibile basso, si potranno fare osservazioni al microscopio con il prisma coperto, almeno con piccolo ingrandimento.

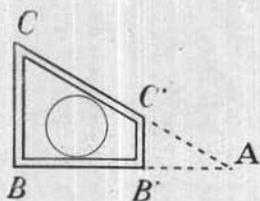


Fig. 1

Una volta soddisfatte queste condizioni si può scegliere la forma migliore della sezione normale del prisma. Io ho scelta quella illustrata in figura 1, che riduce l'ingombro ed il dispendio di liquido. Sono stati usati sia l'angolo rifrangente in A (la luce percorre allora il lato BC), che l'angolo rifrangente in C, senza inconvenienti che, tutto som-

mato, suggerissero di preferire una forma diversa. Comunque si tratta di una scelta fatta a priori, e l'esperienza fatta finora ha suggerito semmai che quando si usa l'angolo in A, può convenire troncare il prisma più vicino al vertice, ciò che consente di lavorare allo spettrometro con meno liquido, inclinando leggermente il goniometro.

La seconda condizione è che l'aggiustamento del prisma sullo spettrometro sia facile. Ciò richiede che le facce dell'angolo rifrangente siano ben perpendicolari alla faccia inferiore del prisma, affinché lo spigolo rifrangente resti perpendicolare al piano ottico dello spettrometro per ogni posizione del prisma su di un piatto piano, parallelo al piano ottico stesso.

A questo scopo ho ritenuto che convenisse costruire il fondo di spessore considerevole in modo da facilitare l'aggiustamento delle

facce laterali. L'insieme del prisma è mostrato dalla fotografia di figura 2.

## 2) Osservazioni sull'uso del prisma per la misura dell'indice del liquido.

Il prisma è da impiegarsi preferibilmente in posizione di incidenza normale, specialmente se si tratta di preparare un miscuglio liquido con indice assegnato. Il prisma deve essere posto su una piattaforma munita di due piccoli arresti, e aggiustato in posizione di incidenza normale, da questo momento per ogni operazione successiva è sufficiente disporre la faccia del prisma contro i due arresti, perchè lo spettrometro sia pronto alla misura.

Per la stessa esigenza della forma larga e bassa del prisma, precedentemente illustrata, e per ridurre la quantità di liquido, si è costretti a lavorare con uno spessore ridotto del liquido d'immersione. Ridurre lo spessore dello strato liquido d'immersione significa poi ridurre l'altezza del prisma liquido impiegato per la misura d'indice. In linea di principio la bontà delle misure dipende dall'apertura misurata nel piano degli assi ottici dello

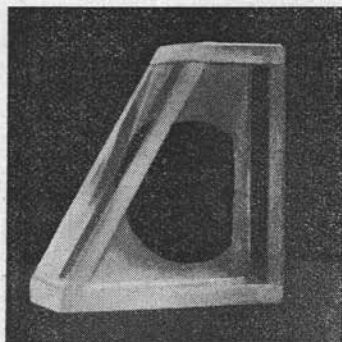


Fig. 2

spettrometro, cioè dalla base del prisma, e non dalla sua altezza. In pratica una eccessiva riduzione dell'altezza del prisma liquido è impossibile a causa del menisco, poichè aumenta in modo proibitivo la luce parassita.

Questo inconveniente si può ridurre anzitutto lavorando con il piano degli assi ottici dello spettrometro inclinato in modo che il liquido si raccolga con maggiore spessore dalla parte dell'angolo rifrangente. Inoltre è conveniente usare un obbiettivo condensatore, posto tra la lampada (o un opportuno schermo) e la fenditura.

Questo obbiettivo forma l'immagine della sorgente o del diaframma nel piano mediano del prisma. In questo modo anche con un prisma liquido molto basso e nonostante il menisco si può avere un'immagine luminosa, e poca luce parassita.

### 3) Osservazioni sull'uso del prisma in rapporto al metodo dell'immersione.

Sono stati illustrati i problemi pratici principali connessi alla vera e propria misura dell'indice di rifrazione del liquido, in un prisma cavo di foggia tale da poter servire esso stesso come portaogetti per l'esame in immersione. Vi sono altri problemi comuni non solo con la tecnica dell'uso del prisma cavo come tale, ma anche con la tecnica d'immersione, che esaminò qui sotto.

In un recipiente relativamente ampio la formazione di strati liquidi a diverso indice di rifrazione disturba molto la possibilità di misurare gli indici stessi, e può verificarsi con relativa facilità durante l'aggiunta di liquido nel prisma, sotto il microscopio, compromettendo l'attendibilità del confronto d'indice tra liquido e cristalli. Io mi sono servito di un agitatore di filo di NiCr di 0,1 mm di diametro, avvolto a spirale, che è risultato sufficiente allo scopo.

Una volta che si sia eliminata la necessità di preparare successive immersioni separate (grazie all'immersione in un ampio recipiente e ciò, si capisce, nel caso che il materiale lo consenta) e si sia ottenuto del liquido ad indice assegnato in un'unica operazione anzichè per tentativi, allora una frazione molto importante del lavoro occorrente per eseguire determinazioni di indice di rifrazione dipende oramai dall'osservazione al microscopio della differenza d'indice tra liquido e cristalli.

Questo argomento per sè stesso uscirebbe dai limiti di questi appunti sull'uso di una particolare forma di prisma cavo. Progressi tecnici fondamentali si sono avuti recentemente nell'apprezzamento della differenza d'indice tra un liquido ed un solido immersovi, ciò che elimina la parte finale e più fastidiosa dell'aggiustamento dell'indice del liquido a quello del cristallo, e dell'osservazione dell'ultima lieve differenza (vedi interferometro di Françon (2)).

Escluso il caso di attrezzatura speciale è però qui luogo di ricordare un tipo di accorgimento legato in modo speciale all'uso del prisma cavo.

È noto il metodo della dispersione del Merwin per la misura degli indici di rifrazione, metodo che appunto mira ad evitare l'aggiustamento finale dell'indice di un liquido a quello dei cristalli, fatto per tentativi. Il numero dei tentativi sarebbe ridotto con il metodo del prisma cavo, ed anche ciascun tentativo reso più rapido col metodo qui descritto. Ma se si ha l'accortezza

di usare la medesima sorgente luminosa e per l'osservazione microscopica e per l'illuminazione dello spettrometro, si può approfittare del principio del metodo della dispersione. Nel suo aspetto più immediato ed elementare la cosa può essere presentata così: quando gli indici del liquido e del cristallo coincidono per la posizione mediana (giallo-verde) dello spettro, si hanno differenze d'indice di segno opposto per gli estremi lembi dello spettro. La linea di Becke mancherà per la porzione mediana dello spettro, ed avrà comportamento opposto per i lembi rosso e verde-azzurro dello spettro stesso (ad es. di una lampada ad incandescenza).

Allo spettrometro potremo puntare le parti di spettro corrispondenti agli aloni colorati visibili al microscopio ed ottenere l'indice di rifrazione approssimativo per la parte intermedia, gialla, dello spettro. Questo è il più accurato risultato che potrà ottenersi prima di passare all'impiego di una sorgente monocromatica.

In realtà interviene qui anche un altro fatto, e cioè che lo spostamento della linea di Becke cresce con la differenza d'indice. Questo fatto ha una parte importante nella procedura sopra spiegata perchè se i due aloni colorati hanno comportamento simmetrico, l'indice per la lunghezza d'onda intermedia è davvero praticamente uguale alla media dei due indici, misurabili allo spettrometro per i corrispondenti lembi di spettro.

Come si è detto è allora importante che la composizione spettrale della luce usata nell'esame in immersione e quella della luce usata allo spettrometro siano strettamente simili.

Una precisione molto maggiore dovrebbe potersi ottenere mediante l'uso di una sorgente bianca a poche righe, come ad es. una lampada a mercurio. Sebbene non abbia eseguito prove rivolte a controllare le massima precisione così raggiungibile, pure posso riferire alcune osservazioni che mi sembrano utili.

Con tale tipo di sorgente non mi risultano praticamente apprezzabili gli aloni colorati, probabilmente per conseguenza della differente intensità delle righe e per l'ambiguità delle variazioni della sensazione cromatica generata da poche righe, quando muta l'intensità relativa di una sola di queste.

Questo inconveniente si elimina completamente eseguendo le osservazioni in campo oscuro <sup>(1)</sup>. Ciò facilita comunque l'osserva-

<sup>(1)</sup> Un modo semplice per lavorare in campo oscuro senza speciali attrezzature è il seguente: Si aggiusta la sorgente con cura sull'asse ottico del micro-

zione degli aloni, che, nel caso particolare della lampada a mercurio, appaiono nitidamente separati nelle loro componenti monocromatiche.

#### 4) Utilizzazione delle letture fatte con lo spettrometro.

Qui si considera il solo metodo dell'incidenza normale, dato che esso è il più spedito e quello per cui è stata specialmente concepita l'attrezzatura fin qui descritta. In pratica i prismi cavi di vetro vengono costruiti con un angolo rifrangente prossimo a  $30^\circ$  o  $60^\circ$  (questi valori sono ambedue utilizzabili nel caso descritto). Volendo, i costruttori possono avvicinarsi molto al valore desiderato per l'angolo rifrangente; senza aumentare affatto il costo del prisma, si può contare almeno sul  $\frac{1}{2}$  grado. Non conviene, allora, trascinarsi dietro l'ingombro di un metodo di calcolo fatto per un intervallo di valori dell'angolo rifrangente eccessivamente grande.

Per il metodo dell'incidenza normale, se l'angolo rifrangente è

$$\alpha = \pi/6 + \varepsilon^{(1)}$$

avremo:

$$n = \frac{\text{sen}(\pi/6 + \varepsilon + \delta)}{\text{sen}(\pi/6 + \varepsilon)} \quad [1]$$

Trascurando termini in  $\varepsilon^2$  (corrispondenti al più ad una cifra sulla quarta decimale per uno scarto di  $\frac{1}{2}^\circ$ )

$$n = 2 \text{sen}(\pi/6 + \varepsilon + \delta) \cdot (1 - \varepsilon \cotg 30^\circ) \quad [2]$$

L'errore dell'indice di rifrazione può vedersi dunque decomposto in due parti: la prima (numeratore dell'espressione [1]) dipende da  $\varepsilon$

---

scopio ed a dimensioni limitate (stringendo l'iride del diaframma inferiore), come si richiede per le osservazioni in luce parallela. Con un adatto supporto, ad esempio utilizzando come tale una delle lamine compensatrici, si introduce nel fuoco dell'obbiettivo un piccolo schermo (piccolo disco di carta) che elimina tutta la luce esclusa quella diffratta. Le dimensioni dello schermo dovranno consentire naturalmente la visione dei dettagli di frequenza eguale o superiore a quella corrispondente alla forma dei cristalli studiati e soprattutto alla differenza di indice residua.

(<sup>1</sup>) Nel seguito per comodità di scrittura dovrà intendersi: il valore in radianti quando scritto semplicemente  $\varepsilon$ , il valore in gradi e primi sessagesimali quando è scritto  $\varepsilon^\circ$ .

in modo tale che è del tutto indifferente che l'errore sia commesso su  $\alpha$  nella costruzione del prisma, o su  $\delta$  nella misura: la seconda si presenta come una differenza relativa approssimativamente costante tra il valore vero dell'indice ed il valore letto sulla tavola.

Il primo contributo si può correggere direttamente nel modo qui sotto descritto tenendo conto del vero valore dell'angolo del prisma nell'espressione  $(\alpha + \delta)$ . Comunque, poichè è più rapido leggere il valore di  $\delta$  sul disco graduato, si potrà procedere nel modo seguente. Se l'angolo rifrangente è esattamente  $30^\circ$ , è opportuno disporre il lembo graduato in modo che marchi 0 quando il cannocchiale punta direttamente l'immagine della fenditura: infatti evidentemente sul lembo graduato si leggono allora direttamente i valori di  $\delta$ , quando si punta l'immagine della fenditura vista attraverso il prisma.

Se l'angolo rifrangente è un po' diverso da  $30^\circ$ , conviene introdurre un uguale scostamento nella posizione del disco graduato allorchè il cannocchiale è puntato direttamente sulla fenditura: allora potremo ancora leggere direttamente sul lembo graduato il valore di  $\delta$  da introdurre, nel numeratore della (1), o nella (2). Il valore di  $\delta$  permette allora di entrare in una tabella di valori di  $n$  (vedi Tab. 1) costruita in base alla formula classica  $n = 2 \operatorname{sen} (30 + \delta)$ . Il valore di  $n$  potrà venir corretto facilmente in base alla [2], che è determinata una volta determinato l'angolo rifrangente  $(30 + \varepsilon^\circ)$  del prisma.

Cioè riassumendo: se l'angolo rifrangente si scosta da  $30^\circ$  meno di un mezzo grado, si può calcolare dalla formula classica un valore di  $n$  (vedi tabella numerica). Lo scostamento di questo valore dal valore vero è una frazione costante del valore letto, per qualunque valore di  $n$  e quindi di  $\delta$ . Tale frazione è fissa per un dato valore dell'angolo rifrangente. Questo vale naturalmente purchè la lettura di  $\delta$  risulti corretta direttamente sul lembo graduato nel modo descritto.

Adottando la (2), per realizzare la correzione del valore di  $n$  letto sulla tavola mediante una semplice differenza percentuale costante si commette un errore dell'ordine di  $\varepsilon^2$ , cioè di 0,0001 se  $\varepsilon^\circ$  è di poco più di mezzo grado.

Ci si può fare un'idea della correzione da apportare mediante la [2] dal prospetto seguente, calcolato tenendo presente che  $\Delta$ ,

differenza relativa percentuale tra valore vero e valore letto sulla tavola è dato da  $\varepsilon \cotg 30^\circ$ ; si ha cioè  $\Delta \% = 173,2 \cdot \varepsilon$ .

Si ha allora:

$\Delta \%$	2 %	0,2 %	0,1 %
$\varepsilon^\circ$	30'	3'	1' $\frac{1}{2}$

Le correzioni percentuali sono perciò piccole, e di facile applicazione.

*Firenze, Istituto di mineralogia, petrografia e geochimica dell'Università.  
Centro di studio per la geochimica del C.N.R. - 1954.*

#### BIBLIOGRAFIA

- (1) WINCHELL H., *Am. Min.*, XXXVI (1951), p. 287.
- (2) FRANÇON M., *Le microscope a contraste de phase et le microscope interférentiel*. Paris 1954.



*Valori di  $2 \operatorname{sen} (30^\circ + \delta)$*

<sup>o</sup> Gradi	0'	3'	6'	9'	12'	15'	18'	21'	24'	27'
10	1.286	287	288	290	291	292	294	295	296	298
11	1.312	313	315	316	317	319	320	321	323	324
12	1.338	340	341	342	343	345	346	347	349	350
13	1.364	365	367	368	369	370	372	373	374	375
14	1.389	391	392	393	394	396	397	398	399	401
15	1.414	415	417	418	419	420	422	423	424	425
16	1.439	440	441	442	444	445	446	447	448	450
17	1.463	464	465	466	467	469	470	471	472	473
18	1.486	487	489	490	491	492	493	494	496	497
19	1.509	511	512	513	514	515	516	517	518	520
20	1.532	533	534	535	537	538	539	540	541	542
21	1.554	555	556	558	559	560	561	562	563	564
22	1.576	577	578	579	580	581	582	584	585	586
23	1.597	598	599	600	601	603	604	605	606	607
24	1.618	619	620	621	622	623	624	625	626	627
25	1.638	639	640	641	642	643	644	645	646	647
26	1.658	659	660	661	662	663	664	665	666	667
27	1.677	678	679	680	681	682	683	684	685	686
28	1.696	697	698	699	700	701	702	703	703	704
29	1.714	715	716	717	718	719	720	721	721	722

Valori di  $2 \operatorname{sen} (30^\circ + \delta)$

° Gradi	30'	33'	36'	39'	42'	45'	48'	51'	54'	57'
10	299	300	302	303	304	306	307	308	309	311
11	325	327	328	329	330	332	333	334	336	337
12	351	352	354	355	356	358	359	360	361	363
13	377	378	379	381	382	383	384	386	387	388
14	402	403	404	406	407	408	409	410	412	413
15	427	428	429	430	431	433	434	435	436	437
16	451	452	453	454	456	457	458	459	460	461
17	475	476	477	478	479	480	482	483	484	485
18	498	499	500	501	503	504	505	506	507	508
19	521	522	523	524	525	526	528	529	530	531
20	543	544	545	547	548	549	550	551	552	553
21	565	566	567	568	570	571	572	573	574	575
22	587	588	589	590	591	592	593	594	595	596
23	608	609	610	611	612	613	614	615	616	617
24	628	629	630	631	632	633	634	635	636	637
25	648	649	650	651	652	653	654	655	656	657
26	668	669	670	671	672	673	674	674	675	676
27	687	688	689	690	691	691	692	693	694	695
28	705	706	707	708	709	710	711	712	713	713
29	723	724	725	726	727	728	728	729	730	731

