

GIAN PIERO BERNARDINI, CURZIO CIPRIANI e PIERO MANETTI

METODI DI DETERMINAZIONI MICROSCOPICHE SU LAMINE SOTTILI DI MICHE

RIASSUNTO. — Nel corso di un esame sistematico delle caratteristiche ottiche delle miche dei sedimenti appenninici, si è reso necessario un riesame delle tecniche di determinazione di alcuni parametri ottici, quali gli indici di rifrazione e l'angolo degli assi ottici.

Per ridurre notevolmente gli errori di determinazione ed ottenere valori significativi e riproducibili si è applicato, nella misura degli indici di rifrazione, il metodo della doppia variazione in contrasto di fase e, per l'angolo degli assi ottici, un metodo diretto al tavolino universale con l'uso di un compensatore e considerando le equazioni analitiche delle curve isocromatiche.

Nell'esattezza delle misure, un parametro altamente critico è risultato lo spessore delle lamine che non deve essere inferiore alla decina di μ .

SUMMARY. — A re-examination of the techniques for the determination of the refractive indices and optical axial angle for small flakes of mica, was carried out in order to reduce errors in measurements and to obtain reproducible data.

The double variation method was combined with the phase-contrast for index determination while for the O.A.A., the analytical equations of the isochromatic curves being known, a direct method at the U-stage with the aid of the compensator was used.

The thickness of the mica flakes (which should not be lower than about 10μ) proved to be a very critical parameter.

Introduzione.

Nel corso di un esame sistematico delle caratteristiche ottiche delle miche dei sedimenti appenninici, condotte inizialmente con i metodi classici (linea di Becke per gli indici di rifrazione e misura dell'angolo degli assi ottici al tavolino universale), si era potuto constatare una scarsissima riproducibilità nelle determinazioni degli indici di rifrazione e grosse difficoltà nelle misure al T.U.

La determinazione classica degli indici col metodo dell'immersione, oltre ad essere lunga e noiosa, nel caso specifico dell'esame di sottili lamelle di miche separate dalle arenarie, presentava grossi inconve-

nienti. Quando le lamelle erano molto sottili, il contrasto ottico col liquido di confronto era molto scarso, ciò che si risolveva in forti incertezze nella determinazione degli indici (anche 0,010 unità). Spesso le lamelle si presentavano arricciate ai bordi così da non consentire una esatta individuazione della linea di Becke e da condurre a risultati erronei a causa della diversa orientazione ottica dei bordi stessi.

Anche la determinazione dell'A.A.O. (condotta col metodo diretto al T.U.) risultava spesso difficile in quanto le figure conoscopiche, a causa dell'eseguità degli spessori e quindi dei ritardi, presentavano isogire molto larghe e sfumate così da rendere problematica l'individuazione dei punti di emergenza degli A.O.

L'incertezza delle suddette determinazioni ci convinse dell'opportunità di un riesame dei metodi, soprattutto in vista della loro applicazione su lamine molto sottili (dell'ordine di pochi μ).

Indici di rifrazione.

Il metodo classico per la determinazione degli indici di rifrazione al microscopio è quello dell'immersione che si fonda sulla ben nota « linea di Becke ».

Un'interessante variante di tale metodo è la « doppia variazione », introdotta dall'EMMONS (1928, 1929), che sfrutta la maggiore dispersione degli indici dei liquidi rispetto a quella dei solidi al variare della temperatura e della lunghezza d'onda. Questo metodo presenta, su quello classico, il vantaggio della rapidità, ma è sempre basato sull'apprezzamento della linea di Becke sul bordo esterno dei cristalli.

Un tipo di osservazione indipendente dalla morfologia degli orli è quello in « contrasto di fase ».

Tale metodo di osservazione, ben noto in biologia, è finora poco usato in mineralogia dove si sono avute alcune applicazioni per lo studio della morfologia fine, per l'identificazione di minerali argillosi e per la determinazione degli indici di rifrazione (SMITHSON 1948; PILLER 1952, 1954; CORRENS & PILLER 1955; SCHMIDT & HEIDERMANNS 1958; BERTOLDI 1959; RIBBE & VAN COTT 1962; SCHMIDT 1962; SUNAGAWA 1964; KRAUSE 1965).

Il principio del contrasto di fase consiste nel trasformare differenze di fase in differenze di ampiezza, apprezzabili visivamente me-

dianete l'inserzione di una lamina sfasante di $\pi/2$ nel cammino ottico del microscopio.

Tale principio è spiegato in maniera semplice e chiara dal FRANÇON (1954). Consideriamo un granulo immerso in un liquido ad indice diverso (p. es. $n' < n$) (fig. 1). Se la differenza $n' - n$ è molto piccola il granulo risulta invisibile per mancanza di contrasto. Comunque il raggio 1 è in lieve ritardo sul raggio 2 che attraversa solo il liquido. Questo lieve sfasamento può essere rappresentato graficamente (fig. 2)

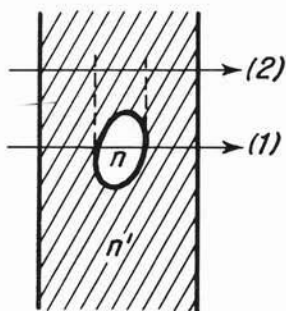


Fig. 1.

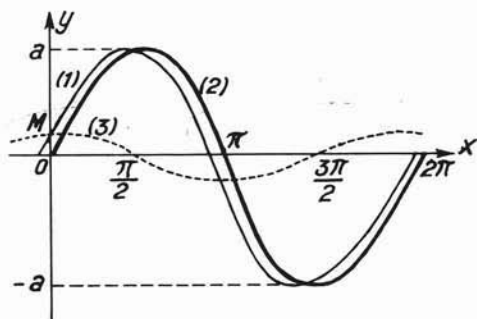


Fig. 2.

Fig. 1. — Schema di un granulo di indice n immerso in un mezzo di indice n' (da Françon).

Fig. 2. — Curve sinusoidali dei raggi 1 e 2 di cui alla fig. 1 (da Françon).

in termini di onde sinusoidali con una curva 1 (spettante al raggio 1) leggermente sfasata sulla curva 2. Entrambe le onde hanno un'uguale ampiezza a in quanto, avendo supposto gli indici pochissimo diversi fra loro, l'intensità luminosa risulta costante in tutto il campo.

La sinusoide 1 può essere considerata come somma di due sinuoidi: la 2 più la 3, sfasata di $\pi/2$ rispetto alla 2 e di ampiezza \overline{OM} . Pertanto, anche l'immagine del granulo deriverà dalla composizione delle due onde. L'intensità I_1 , nell'immagine del granulo, sarà data dalla somma dei quadrati delle ampiezze, cioè: $I_1 = a^2 + \overline{OM}^2$. Il valore di \overline{OM}^2 , se lo sfasamento è piccolo, è praticamente trascurabile per cui $I_1 = a^2$, cioè l'intensità luminosa è costante in tutto il campo.

Se si suppone di poter sfasare la curva 3 di un quarto di periodo, questa verrà a trovarsi, rispetto alla curva 2, o in perfetta concordanza (fig. 3 A) o sfasata di π (fig. 3 B). In ogni caso l'ampiezza complessiva risulterà dalla somma algebrica delle ampiezze, cioè $a \pm \overline{OM}$ e l'intensità luminosa $I = (a \pm \overline{OM})^2 = a^2 \pm 2a\overline{OM}$ in quanto il termine \overline{OM}^2 ,

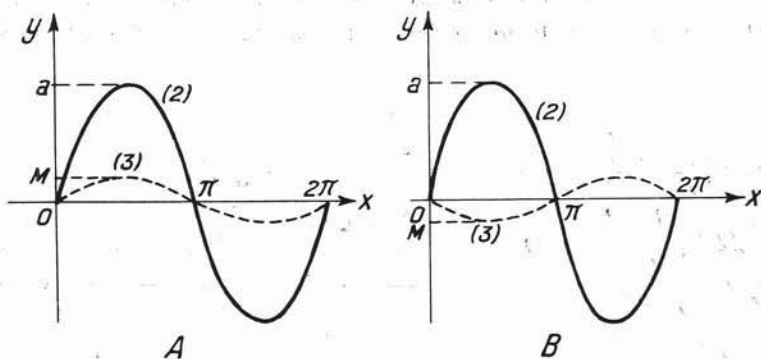


Fig. 3. — Rappresentazione grafica dell'effetto dell'inserzione della lamina sfasante: A) perfetta concordanza; B) opposizione di fase (da Françon).

al solito, si può trascurare. Poichè l'intensità nel rimanente del campo è sempre $I_2 = a^2$ il granulo sarà più o meno luminoso a seconda che $I_1 \leq I_2$ e risulterà comunque chiaramente visibile malgrado le minime differenze di indice, in quanto il contrasto $\gamma = \frac{I_1 - I_2}{I_1}$ è diventato apprezzabile. Ricordando i valori di I_1 e I_2 e che $\overline{OM} \ll a$ potremo anche scrivere $\gamma \sim \frac{2\overline{OM}}{a}$, cioè il contrasto è direttamente proporzionale ad \overline{OM} ed inversamente ad a ; è quindi utile che la lamina sfasante sia anche assorbente così da diminuire il valore di a aumentando ancora il contrasto.

Una esauriente analisi delle possibilità delle osservazioni in contrasto di fase nella misura degli indici di rifrazione è data dal PILLER (1952).

Questo autore considera la precisione delle determinazioni di indice. In particolare egli afferma che l'errore di un'unità sulla terza

decimale, riportato comunemente in letteratura, è dato empiricamente e può ritenersi giusto, ma solo nel caso di granuli spessi. Per oggetti sottili, di pochi μ di spessore, non si possono dare più limiti generali in quanto la precisione della misura è condizionata dal limite di osservabilità dell'oggetto. Tale limite è dato evidentemente da un certo valore del contrasto fra oggetto e campo.

Il Piller fornisce un grafico che mostra la variazione del contrasto in funzione dello sfasamento ⁽¹⁾ per diversi tipi di osservazione (fig. 4).

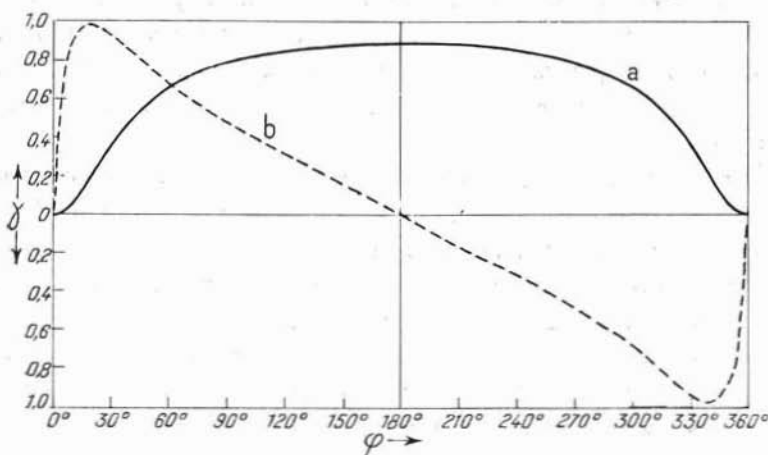


Fig. 4. — Valori del contrasto in funzione dello sfasamento: a) osservazione in campo chiaro; b) osservazione in contrasto di fase con assorbimento pari a $2/3$ (modif. da Piller).

Il diagramma dimostra che nelle osservazioni normali ⁽²⁾ il contrasto, nullo a $\Delta\varphi = 0^\circ$, è massimo per $\Delta\varphi = 180^\circ$, mentre in contrasto di fase il massimo si ha per valori variabili, a seconda dell'assorbimento della lamina sfasante, ma comunque inferiori a 60° .

⁽¹⁾ Lo sfasamento può essere calcolato tramite la relazione:

$$\Delta\varphi = d(n_m - n_0) \frac{360}{\lambda}$$

dove $\Delta\varphi$ è lo sfasamento in gradi, d lo spessore in $m\mu$, n_m ed n_0 gli indici del liquido e del granulo, λ la lunghezza d'onda, sempre in $m\mu$.

⁽²⁾ Per semplicità d'ora in avanti si parlerà di osservazioni normali per intendere le comuni « osservazioni in campo chiaro ».

L'osservazione in contrasto di fase è in grado quindi di mettere in risalto, molto più favorevolmente delle osservazioni normali, piccole differenze di fase, cioè, a parità di spessore, minime differenze di indice o, viceversa, offre la possibilità di misurare indici anche su lamine molto sottili. Ciò si ripercuote nella precisione delle determinazioni di indice ricavabile dal diagramma di fig. 5 dedotto dal Piller sulla base del diagramma precedente e di determinazioni sperimentali condotte su materiali ad indice noto.

L'intervallo di differenza di fase, determinato per il contrasto di fase, si aggira fra $\Delta \varphi = 6^\circ$ e $\Delta \varphi = 11^\circ$ cui corrispondono valori di γ fra 0,45 e 0,65: per tali valori nelle osservazioni normali (p. es. metodo con la linea di Becke) si hanno rispettivamente $\Delta \varphi = 36^\circ$ e $\Delta \varphi = 60^\circ$.

Il diagramma di fig. 5 mostra chiaramente la migliore precisione, a parità di spessore, delle determinazioni in contrasto di fase rispetto alle tecniche normali fondate sulla linea di Becke.

Per riunire i vantaggi della precisione in contrasto di fase alla rapidità presentata dal metodo della doppia variazione, si è proceduto alla determinazione degli indici di rifrazione usando il metodo della doppia variazione in contrasto di fase suggerito da PILLER (1954). Tale tipo di osservazione è stato finora applicato solo per riconoscere rapidamente i costituenti mineralogici di materiali finissimi, tramite la cosiddetta « colorazione ottica » (Schmidt e Heidermanns).

Contrasto di fase in doppia variazione.

L'apparecchiatura usata è illustrata nella fig. 6.

L'apparato di illuminazione è simile a quello descritto dal FRANZINI (1963) e consiste in una lampada di forte potenza (220 V - 300 W), una vaschetta di raffreddamento, una lente divergente ed un filtro interferenziale scorrevole in una direzione perpendicolare al banco ottico sul quale sono montati tutti i suddetti elementi. Il banco ottico può scorrere su due rotaie così da poter servire sia il microscopio che il refrattometro.

Il microscopio, col condensatore per contrasto di fase, è disposto entro una camera termostattizzata di plexiglas di forma pressochè cubica. Il riscaldamento è assicurato da tre piastre scaldanti regolate da un termometro Vertex il cui bulbo sfiora il piatto del microscopio.

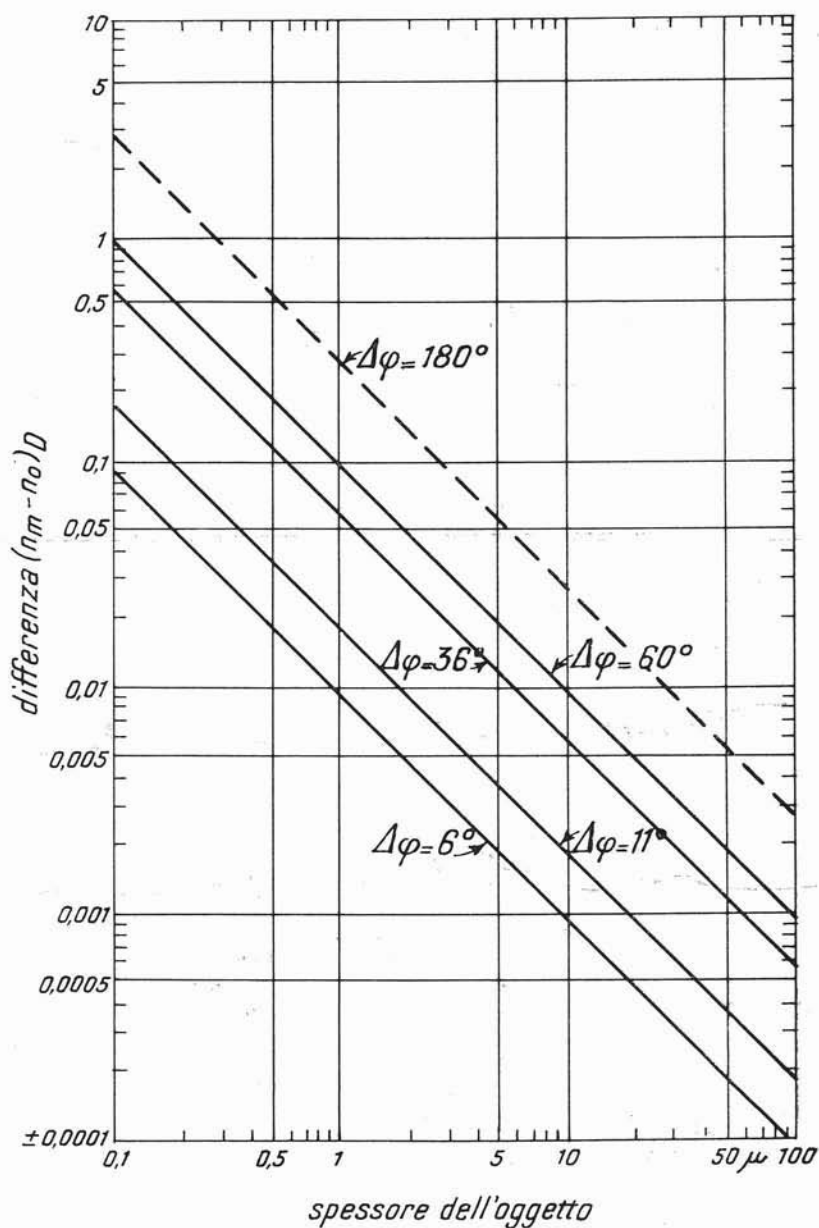


Fig. 5. — Limiti di osservabilità degli oggetti. Relazione fra lo spessore e la differenza di indice fra oggetto e mezzo per alcuni valori critici dello sfasamento (modif. da Piller).

Un ventilatore permette una rapida omogeneizzazione della temperatura che è controllata da un termometro di precisione. Due aperture, protette da manicotti, consentono all'operatore di manovrare sia il microscopio che il filtro interferenziale. Accanto al microscopio è disposto un refrattometro di Abbe. La temperatura è controllata da un termostato a circolazione forzata con possibilità di un circuito limitato al refrat-

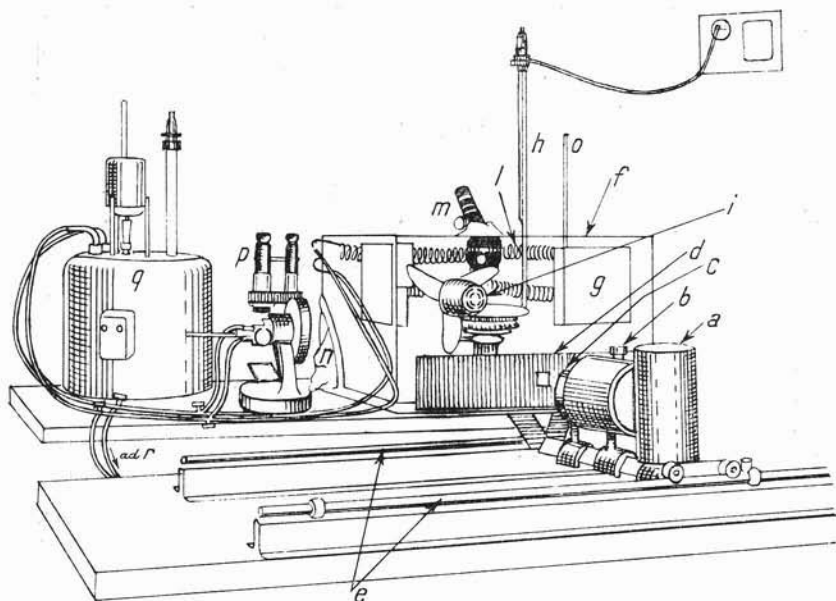


Fig. 6. — Apparecchiatura per la determinazione degli indici di rifrazione in doppia variazione con contrasto di fase: *a*) lampada; *b*) vaschetta di acqua; *c*) lente; *d*) filtro interferenziale; *e*) rotaie di scorrimento; *f*) camera termostattizzata; *g*) piastre scaldanti; *h*) termometro Vertex; *i*) ventilatore; *l*) serpentina di raffreddamento; *m*) microscopio; *n*) manicotti; *o*) termometro di precisione; *p*) refrattometro; *q*) termostato; *r*) frigorifero portatile.

tometro oppure esteso, con miscela frigorifera, anche alla camera del microscopio. Una serpentina a vasta superficie, alimentabile dal termostato, consente un raffreddamento relativamente rapido, mentre vaschette disidratanti assicurano l'eliminazione della condensa.

L'accessorio per contrasto di fase (Zeiss II Z e relativi obiettivi Ph) consiste in un condensatore anulare, che sostituisce il normale condensatore, ed in obiettivi speciali con lamine di fase incorporate.

Il contrasto di fase mette in risalto le eventuali irregolarità morfologiche sulla superficie dell'oggetto in esame e, pertanto, le determinazioni di indice si effettuano sfruttando tali irregolarità; nel caso particolare delle miche sono vantaggiosi i « gradini » provocati dalla facile sfaldatura basale.

Il dispositivo usato implica un « contrasto positivo » ciò che conduce ad osservare più scuro il mezzo ad indice maggiore. In pratica (fig. 7), lavorando su un gradino, il confronto viene fatto fra la parte

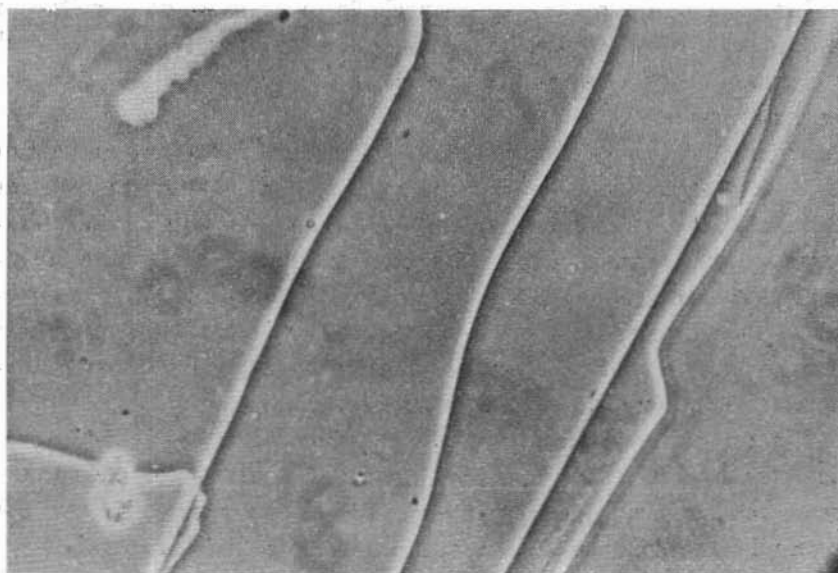


Fig. 7. — Microfotografia di una lamella di mica i cui « gradini » sono messi in risalto dal contrasto di fase; i gradini appaiono più chiari nella parte più sottile (muscovite II $n_{\beta} = 1.5909$ in essenza di lavanda $n = 1.470$; nicel //; obj. 25/0.45 Ph 2, ocul. Pol. 8 X).

superiore, costituita dal minerale, ed il liquido circostante che poggia sulla parte inferiore.

Il procedimento seguito nelle determinazioni di una serie numerosa di miche è il seguente. A temperatura costante si varia la lunghezza d'onda, da λ più alti e da λ più bassi, finchè non si osserva la scomparsa del bordo scuro sul gradino. Si ottengono così due valori di λ (molto prossimi fra loro) cui corrispondono due valori di indice

ricavabili dalle curve di dispersione del liquido. Si ripetono le determinazioni a varie temperature (per le muscoviti è conveniente usare essenza di cannella pura a 30°, 40°, 50°C) e si riportano i valori di indice ottenuti su un diagramma di dispersione per calcolare l'indice a $\lambda_D = 589 \text{ m}\mu$.

L'attrezzatura consente di determinare immediatamente l'indice del liquido al refrattometro, come previsto dal metodo della doppia variazione. Si è potuto constatare, tuttavia, che le curve di dispersione di un liquido puro possono essere tracciate una volta per tutte, salvo un loro controllo periodico. In tal modo la determinazione è molto più rapida richiedendo soltanto il tempo necessario per l'osservazione al microscopio e per l'aggiustamento della temperatura della camera termostattizzata.

L'uso delle curve di dispersione del liquido può essere consentito solo se sono rispettate alcune condizioni. Infatti la perfetta costanza degli indici di un liquido si avrà solo se questo è puro (per evitare evaporazioni differenziali) e non si trasforma chimicamente nelle condizioni di lavoro. L'olio di cannella, usato per le miche, si altera apprezzabilmente solo a temperature dell'ordine di 40°-50°C e dopo un periodo di 3-4 ore e quindi tale alterazione non influenza le nostre determinazioni che non oltrepassano mai le due ore complessive.

In questo intervallo di tempo è possibile effettuare le determinazioni dei due indici n_β ed n_γ su quattro laminette montate su uno stesso vetrino portaoggetti: un totale cioè di otto misure. La rapidità è quindi notevole, come fu sostenuto a suo tempo dall'Emmons.

Come già accennato, la precisione del contrasto di fase è nettamente superiore a quella delle osservazioni normali.

Un confronto è stato da noi eseguito usando, sempre in doppia variazione, sia il contrasto di fase che la linea di Becke. Una serie numerosissima di determinazioni su miche di varia composizione e di differenti spessori ha confermato per il contrasto di fase i limiti di precisione indicati dal Piller ($\Delta\varphi$ 6°-11°, v. fig. 5) scendendo in molti casi ai limiti osservati dall'Oettlè ($\Delta\varphi$ 3°-5°, riportati dal Piller) quando i gradini si presentavano con bordi particolarmente netti. Per la linea di Becke, ancor più che per il contrasto di fase, è la morfologia della lamella ad influenzare fortemente il grado di precisione delle determinazioni. Infatti, mentre il Piller fornisce un intervallo di differenze

di fase compreso fra 36° e 60° , noi abbiamo potuto calcolare valori di $\Delta\varphi$ altissimi, anche sopra 90° per lamelle di elevato spessore e con bordi sfrangiati e, viceversa, valori di $\Delta\varphi$ anche dell'ordine di 15° - 20° per lamelle sottili con bordi molto netti.

Angolo degli assi ottici.

Come noto, i più semplici metodi di determinazione dell'angolo degli assi ottici, fondati sull'osservazione della figura di interferenza in sezione normale alla bisettrice acuta, sono quelli del Mallard e quello diretto al tavolino universale. Quando non sia possibile disporre di sezioni adatte possono essere sfruttati dei metodi indiretti, come quelli proposti dal RITTMANN (1946, 1963) e recentemente riassunti da EL-HINNAWI (1966).

La determinazione dell'A.A.O. nelle miche è facilitata dall'orientazione dell'indicatrice e dalla perfetta sfaldatura basale. Nelle nostre determinazioni è stato usato il metodo diretto al T.U. per il quale vengono riportate precisioni di $0,2^\circ$ (FAIRBAIN & PODOLSKY 1951, MUNRO 1963).

Le determinazioni preliminari sulle miche dei sedimenti appenninici, risultate in parte difficoltose a causa delle cattive immagini conoscopiche, indicavano valori di $2V$ più bassi (fino a circa 30° rispetto alla media di 40°) per le miche granulometricamente più piccole e quindi, in generale, anche più sottili. Questo andamento era già stato constatato dal RISMAITE (1957) ed attribuito ad una maggiore alterazione delle lamine minute. Il fatto però che tali piccoli valori del $2V$ si verificassero per immagini conoscopiche con bassi ritardi e quindi con isogire molto sfumate, ci indusse a condurre determinazioni su una serie di lamelle di diverso spessore ottenute da un grosso cristallo di muscovite pegmatitica. Il risultato di queste misure è riportato nella fig. 9 (curva Muscovite I).

Tale andamento poteva spiegarsi con lo slargamento asimmetrico delle isogire al diminuire del ritardo. Per controllare analiticamente questa asimmetria sono state considerate le equazioni delle curve isocromatiche nelle figure di interferenza dei cristalli biassici in sezione normale alla B.A.

Queste curve sono rappresentabili analiticamente (ROSENBUSCH & WUELFING 1924) dagli « ovali di Cassini » o « Cassinoidi » di equazione generale:

$$(1) \quad (x^2 + y^2 + a^2)^2 - 4a^2x^2 = c^4 \quad \text{con } F \equiv (\pm a, 0)$$

dove i fuochi rappresentano i punti di emergenza degli A.O. e gli assi coordinati la traccia della N.O. (y) e della B.O. (x).

Questa equazione dipendente da due parametri può presentare tre casi a seconda che sia $a \geq c$. Nel primo caso si avranno degli ovali separati simmetricamente disposti rispetto all'asse delle y (fig. 8a), nel terzo si avrà una serie di curve continue che tendono ad un unico ovale (fig. 8c), mentre se i due parametri a e c sono uguali si avrà una lemniscata di Bernoulli (fig. 8b).

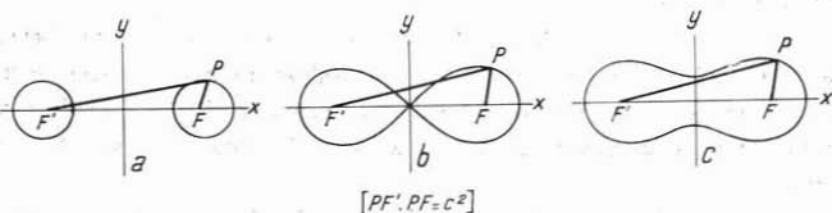


Fig. 8. — Ovali di Cassini.

L'esatta localizzazione degli A.O. quando le isogire sono molto sfumate non può logicamente essere data dalla misura della posizione centrale della banda. Tramite le equazioni delle cassinoidi è possibile il calcolo della vera posizione solo se si può identificare esattamente, entro o ai limiti della banda, due punti aventi la stessa densità di annerimento, oppure, più in generale, due punti di ugual ritardo da parti opposte delle isogire.

Infatti per $y = 0$ si ha:

$$(x^2 + a^2)^2 - 4a^2x^2 = c^4.$$

Per due punti di ugual ritardo $P_1 \equiv (x_1, 0)$ e $P_2 \equiv (x_2, 0)$ si può scrivere il sistema:

$$\begin{cases} (x_1^2 + a^2)^2 - 4a^2x_1^2 = c^4 \\ (x_2^2 + a^2)^2 - 4a^2x_2^2 = c^4 \end{cases}$$

risolvendo rispetto all'incognita a si ottiene:

$$(2) \quad a = \pm \sqrt{\frac{x_1^2 + x_2^2}{2}}.$$

Poiché in generale non è facile individuare esattamente due punti di ugual ritardo è preferibile, spesso, considerare il punto centrale della figura di interferenza e determinare con un compensatore il preciso valore del ritardo. Il compensatore avrà generato sulla lemniscata altri due punti di ordinata nulla che, dopo rotazione di 90° del piatto del microscopio, saranno punti di compenso. In tal caso si può considerare $x_2 = 0$ e la (2) diventa:

$$a = \pm \frac{x_1}{\sqrt{2}}$$

e quindi i due punti di compenso saranno fra loro distanti $2x_1 = 2a\sqrt{2}$. Ricordando che a rappresenta la coordinata del punto di emergenza degli A.O. si potrà in pratica scrivere $2x_1 = 2E\sqrt{2}$.

Quest'ultimo caso particolare si può ottenere più semplicemente considerando l'equazione della lemniscata (II caso delle cassinoidi). Infatti per $a = c$ la (1) diventa:

$$(x^2 + a^2 + y^2)^2 - 4a^2x^2 = a^4$$

da cui risolvendo per $y = 0$ si hanno le soluzioni:

$$x = 0; \quad x = \pm a\sqrt{2}.$$

Misura dell'A.A.O. con l'ausilio del compensatore.

Sulla base delle relazioni sopra riportate la misura dell'A.A.O. può effettuarsi anche tramite la determinazione del ritardo nel punto centrale dell'immagine conoscopica.

Il procedimento adottato è il seguente. Si centra esattamente sul T.U. l'immagine conoscopica della lamella di mica e, dopo rotazione a 45° , si compensa esattamente il ritardo al punto centrale dell'immagine con un opportuno compensatore. A seconda del ritardo conviene usare un compensatore di Ehringhaus a calcite (133λ), uno a quarzo (7λ) o uno di Brace-Koehler ($\lambda/10$). Ruotando il piatto di 90° si produrranno due macchie nere, simili a quelle che si ottengono con la la-

mina di Benford (CRAIG 1961), sempre sulla traccia del piano degli A.O., ma spostati, rispetto alla posizione originaria, così da determinare un angolo apparente di $2E\sqrt{2}$.

Il vantaggio di un tale metodo di determinazione consiste nella più facile traguardabilità di un punto rispetto alle normali isogire e nella maggiore precisione relativa conseguente alla misura di un parametro più grande, particolarmente utile nella determinazione di angoli piccoli come per le biotiti.

Per le miche il metodo si è dimostrato vantaggioso ed anche notevolmente esatto, come risulta dal confronto con i dati ottenuti col normale metodo diretto (tab. I).

TABELLA I

Confronto fra le misure di $2E$ al T.U. col metodo diretto (D) e col compensatore (C).

Muscovite I			Muscovite II			Lepidolite		
d_{μ}	$2E_D$	$2E_C$	d_{μ}	$2E_D$	$2E_C$	d_{μ}	$2E_D$	$2E_C$
26.7	43.7	43.5	37.7	43.9	43.5	35.9	46.2	46.0
16.9	44.6	43.9	14.5	43.7	43.5	20.5	46.3	46.7
8.7	44.1	43.1	8.4	44.1	44.0	7.9	46.1	44.9
6.1	40.7	40.0	7.2	43.9	43.6	4.6	45.0	44.4
3.1	33.5	35.1	4.0	43.5	43.5	3.4	43.2	42.5
1.5	33.9	33.8	1.9	41.1	39.3			
			1.1	32.6	31.7			

Biotite I			Biotite II		
d_{μ}	$2E_D$	$2E_C$	d_{μ}	$2E_D$	$2E_C$
21.0	11.9	12.9	44.8	18.9	19.5
16.3	11.6	12.3	16.0	19.2	18.5
8.3	12.6	12.6	7.7	14.9	14.8
6.5	11.6	11.6	5.6	14.7	14.6
3.8	10.7	11.5	4.1	14.3	14.2
2.0	7.9	7.8	3.1	14.4	14.8
			1.0	13.3	13.9

Determinazioni su lamine sottili.

Per confermare o meno le variazioni sistematiche riscontrate per l'A.A.O. in funzione dello spessore e per controllare la validità della tecnica in contrasto di fase quale metodo rapido e preciso di determinazione di indici di rifrazione su lamine sottili di miche, si è eseguito una serie di misure di A.A.O. e di indici su alcuni tipi di miche tagliate a diversi spessori.

Nella fig. 9 è riportato l'andamento del valore misurato dell'A.A.O. e nella fig. 10 quello degli indici n_{β} ed n_{γ} , in funzione dello spessore.

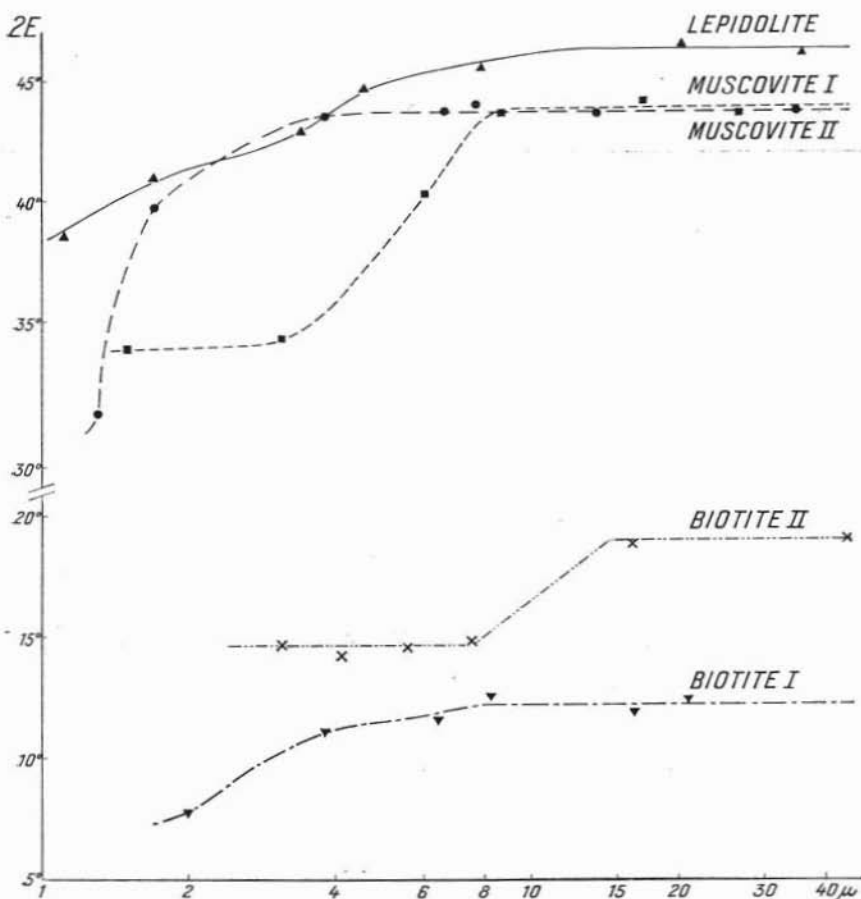


Fig. 9. — Andamento del valore misurato dell'A.A.O. in funzione dello spessore per alcuni tipi di miche.

Per l'A.A.O. si può notare una netta variazione sistematica con lo spessore: in particolare i valori di $2E$ tendono a diminuire, più o meno rapidamente, per spessori inferiori ad un limite, leggermente variabile da campione a campione, ma il cui massimo può essere fissato a circa 10μ .

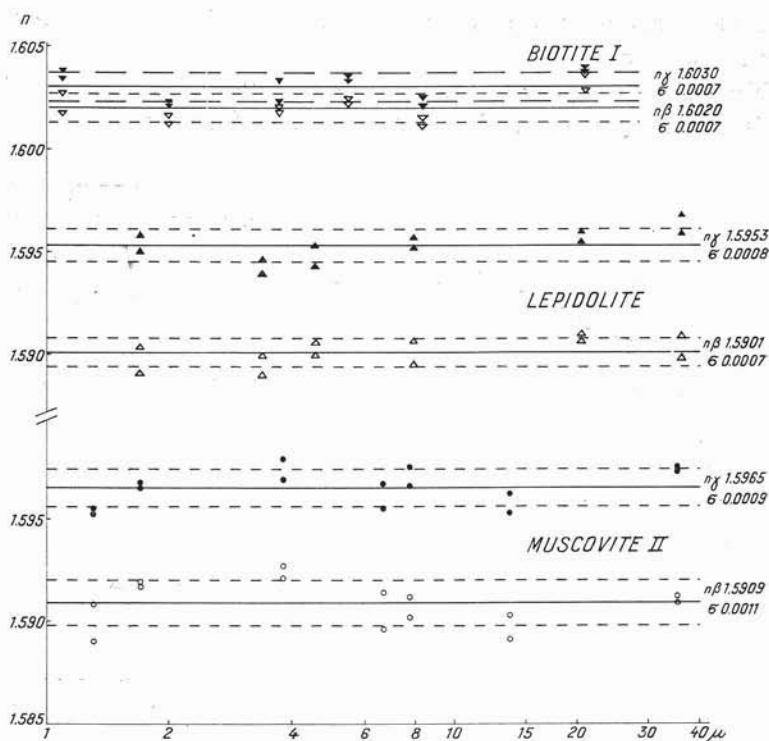


Fig. 10. — Andamento dei valori degli indici n_β ed n_γ in funzione dello spessore per alcuni tipi di miche.

La determinazione degli indici di rifrazione non sembra invece essere influenzata dallo spessore, salvo che nel fatto, dimostrabile teoricamente e sottolineato dal Piller, di una diminuzione della precisione, rilevabile nel diagramma di fig. 10 dal numero dei punti fuori dalla fascia $\bar{n} \pm \sigma$. Il comportamento anomalo della biotite, per la quale si hanno le maggiori deviazioni ad alti spessori, può essere imputato all'intensa colorazione delle lamine più spesse.

La variazione sistematica dell'A.A.O. con lo spessore non può essere attribuita ad errori sperimentali di determinazione, anche se logicamente le lamelle più sottili generano cattive immagini conoscopiche sulle quali le misure sono affette da errore maggiore. Il controllo infatti della misura di $2E$ col compensatore, anche nei casi più sfavorevoli, riduce l'errore ad un massimo di 1° , trascurabile quindi di fronte a variazioni dell'angolo misurato anche dell'ordine di 10° .

Tale variazione può essere attribuita a due ordini di fattori. Il primo è di natura cristallografica, legato cioè alla possibilità che, durante la sfaldatura per ottenere lamelle più sottili, si alteri la disposizione globale o per rotazione di un pacchetto di celle o per variazione dell'eventuale rapporto di politipi diversi entro l'impilamento complessivo. Questi fenomeni possono diventare determinanti quando, essendo lo spessore totale estremamente basso, le possibili variazioni interessano una frazione non trascurabile dell'intera lamella. L'altro ordine di fattori possiamo chiamarlo genericamente « ottico » includendo in questo termine i possibili fenomeni legati al fatto che gli spessori in questione sono di poco superiori alle lunghezze d'onda della luce. Fra questi fattori possiamo considerare la presenza di esilissimi strati di aria entro o sopra le lamelle con conseguenti fenomeni di riflessione e rifrazione multiple, non facilmente prevedibili, ma che comunque risulteranno sensibili solo per gli spessori più bassi.

Il controllo delle due ipotesi potrà avvenire mediante ricerche strutturali su lamine di diverso spessore ed attraverso misure ottiche su materiale previamente trattato sotto vuoto.

Tali prove sono attualmente in corso: in particolare le prime ricerche strutturali, condotte attraverso fotogrammi di precessione, non hanno fornito risultati positivi. Pertanto, anche se non è possibile escludere la prima ipotesi, prende sempre maggiore consistenza la seconda che, purtroppo, sembra di più difficile controllo.

Conclusioni.

Al fine di ottenere dati ottici attendibili e sufficientemente precisi su lamine sottili di miche sono state applicate nuove tecniche per la determinazione degli indici di rifrazione e dell'angolo degli assi ottici.

Gli indici si possono determinare con esattezza e rapidità notevoli accoppiando al metodo della doppia variazione l'osservazione in contrasto di fase.

Per l'A.A.O., accanto al normale metodo diretto al T.U., si propone, al fine di una migliore localizzazione dei punti di emergenza in immagini conoscopiche mediocri, il compenso del punto centrale della figura di interferenza in sezione normale alla B.A. e la misura della distanza angolare degli altri due punti simmetrici di compenso, riconducibile al vero A.A.O. tramite la conoscenza delle equazioni analitiche delle curve isocromatiche (ovali di Cassini).

Misure dell'A.A.O., condotte su lamine di miche di diverso spessore, hanno indicato che l'angolo varia irregolarmente per lamine di spessore inferiore a circa 10μ . Mentre sono in corso prove per stabilire le cause di questo fenomeno, si può fin d'ora concludere che per ottenere valori riproducibili le misure non possono essere condotte su lamine di spessore inferiore a quello critico di 10μ .

Si ringrazia vivamente il Prof. Franco Tonani per aver richiamato la nostra attenzione sulle possibilità del contrasto di fase nella misura di indici di rifrazione, e il Prof. Adriano Barlotti, dell'Istituto Matematico dell'Università di Firenze, e il Sig. Klaus Michel, della Carl Zeiss, per la lettura critica del manoscritto.

Gruppo di Ricerca per la Mineralogia dei Sedimenti del C.N.R.: Sezioni di Firenze e Padova presso i rispettivi Istituti di Mineralogia dell'Università - Ottobre 1966.

BIBLIOGRAFIA

- BERTOLDI G. (1959) - *Phasenkontrast in der Mineralogie als Hilfsmittel bei der Brechzahlbestimmung mittels Immersionmethode*. Neues Jb. Miner. Mh, 10.
- CORRENS C. W. & PILLER H. (1955) - *Mikroskopie der feinkoernigen Silikatminerale*. In Handbuch d. Mikroskopie i.d. Technik; IV, 1, 699. Umschau V. Francoforte.
- CRAIG D. B. (1961) - *The Benford plate*. Am. Miner. 46, 757.
- EL HINNAWI E. (1966) - *Methods in chemical and mineral microscopy*. Elsevier, Amsterdam.
- EMMONS R. C. (1928) - *The double dispersion method of mineral determination*. Am. Miner. 13, 504.
- EMMONS R. C. (1929) - *The double variation method of refractive index determination*. Am. Miner. 14, 414.
- FAIRBAIN H. W. & PODOLSKY T. (1951) - *Notes on precision and accuracy of optic angle determination with U-stage*. Am. Miner. 36, 823.
- FRANÇON M. (1954) - *Le microscope à contraste de phase et le microscope interférentiel*. C.N.R.S. Parigi.
- FRANZINI M. (1963) - *Sulla misura degli indici di rifrazione con il metodo della doppia variazione*. Atti Soc. Tosc. Sci. Nat. 70, 110.

- KRAUSE W. (1965) - *L'application de la méthode du contraste de phase à l'étude des minéraux*. Revue d'Jena 3, 185.
- MUNRO M. (1963) - *Errors in the measurement of $2V$ with universal stage*. Am. Miner. 48, 308.
- PILLER H. (1952) - *Die Phasenkontrastmikroskopie als Hilfsmittel zur Bestimmung feinkörnigen, speziell dünner, transparenter Minerale*. Heidelb. Beitr. Miner. Petr. 3, 307.
- PILLER H. (1954) - *Deux nouvelles méthodes pour l'examen de petits particules minérales au moyen de la microscopie de contraste de phase*. Compt. Rend. Congr. Geol. Int. XIX ses. Algeri, 15, 545.
- RIBBE P. H. & VAN COTT H. C. (1962) - *Unmixing in peristerite plagioclase observed by darkfield and phase-contrast microscopy*. Canad. Miner. 7, 278.
- RIMSAITE J. (1957) - *Ueber die Eigenschaften der Glimmer in der Sanden und Sandsteinen*. Heidelb. Beitr. Miner. Petr. 6, 1.
- RITTMANN A. (1946) - *Metodo del quoziente caratteristico dei ritardi per la determinazione di $2V$* . Rend. Soc. Miner. Ital. 3, 221.
- RITTMANN A. (1963) - *Quantitative Konoskopie*. Schweiz. Miner. Petr. Mitt. 43, 11.
- ROSENBUSCH H. & WUELFING E. A. (1924) - *Mikroskopische Physiographie, v. I.* Schweizerbart, Stoccarda.
- SCHMIDT K. G. (1962) - *Phasenkontrastmikroskopie im Staublaboratorium*. Staub 22, 307 (in Z.B. 1963 I).
- SCHMIDT K. G. & HEIDERMANNS G. (1958) - *Zur Technik der Staubmikroskopie mit Phasenkontrast und Grenzdunkelfeld*. Staub 18, 236.
- SMITHSON F. (1948) - *The application of phase contrast microscopy to mineralogy and petrography*. Miner. Mag. 28, 384.
- SUNAGAWA I. (1964) - *Growth spirals on phlogopite crystals*. Am. Miner. 49, 1427.