

## ESTUDI DE LES CONSTANTS ÒPTIQUES DEL CARBUR DE SILICI, ENTRE 400 I 1.100 nm \*

Joaquim-Maria Nogués-Carulla,\*\* Màrius Vendrell-Saz \*\*  
i Manuel Font-Altava \*\*

Rebut: febrer 1977

### SUMMARY

**Study of the optical constants of silicon carbide, from 400 to 1.100 nm.**

The silicon carbide has a capital importance as oficial standard for photometric measurements. For this reason, the correct calibration of its optical constants is very important in the quantitative microscopy field.

The experimental dispersion curves of the reflectance in air and oil by direct method are obtained. The  $n$  and  $k$  optical constants from 400 to 1.100 nm are also calculated.

### INTRODUCCIÓ

El carbur de silici ha tingut importància en el camp de la microscòpia quantitativa de reflexió a partir de l'any 1966, en què la COM (Commision on Ore Microscopy) de la IMA (International Mineralogical Association) el va adoptar com a patró per a les mesures de reflectància.

Aquest i altres materials que més endavant es puguin fer servir com a patrons han de tenir una sèrie de condicions, com, per exemple, duresa elevada, inalterabilitat, isotropia òptica, etc.

El carbur de silici cristallitza en el sistema hexagonal, amb desenvolupament notable de la cara (0001). Aquest material s'obté artificialment, per la qual cosa és possible d'escollir cristalls ben formats

per tal de poder fer les mesures. Per tal d'utilitzar correctament aquests patrons, s'ha de fer abans el calibrat per a saber de la manera més correcta possible el valor real de la reflectància en cadascuna de les longituds d'ona.

Aquest calibratge s'ha fet amb el mètode directe, en comparar el feix de llum reflectida per la mostra amb el feix de llum que incideix directament sobre el fotomultiplicador (NOGUÉS-CARULLA, 1974). Els valors de reflectància del carbur de silici en immersió d'oli s'obtenen a partir dels valors experimentals de reflectància en l'aire, utilitzant les fórmules de Fresnel per als materials isòtrops transparents, i, per tant, es considera nul el coeficient d'absorció.

En aquest treball s'ha fet un calibratge

\* Aquest treball és dedicat a la memòria del Dr. Candel i Vila.

\*\* Departament de Cristal·lografia i Mineralogia. Facultat de Geologia. Universitat de Barcelona. Gran Via, 585. Barcelona-7.

TAULA I

nm	$n_{\text{oli}}$	$n_{\text{aire}}$	$n_{\text{oli}}$	n	k
400	1.53200	.2288 (41)	.0889 (29)	2.83	.00
410	1.53080	.2265 (25)	.0874 (25)	2.81	.00
420	1.52970	.2245 (17)	.0861 (26)	2.80	.01
430	1.52860	.2225 (15)	.0849 (15)	2.78	.01
440	1.52750	.2209 (12)	.0840 (13)	2.77	.06
450	1.52645	.2192 (10)	.0829 (14)	2.76	.02
460	1.52540	.2175 (9)	.0819 (11)	2.74	.04
470	1.52440	.2157 (7)	.0808 (5)	2.73	.05
480	1.52350	.2141 (6)	.0800 (6)	2.71	.15
490	1.52260	.2129 (7)	.0792 (7)	2.70	.12
500	1.52170	.2119 (9)	.0787 (4)	2.69	.14
510	1.52080	.2110 (4)	.0783 (5)	2.68	.17
520	1.51990	.2102 (4)	.0780 (3)	2.67	.19
530	1.51900	.2094 (4)	.0776 (4)	2.66	.20
540	1.51810	.2087 (4)	.0773 (4)	2.66	.21
550	1.51730	.2080 (5)	.0771 (2)	2.65	.24
560	1.51660	.2073 (3)	.0769 (4)	2.63	.26
570	1.51590	.2068 (3)	.0766 (2)	2.63	.25
580	1.51525	.2062 (2)	.0764 (3)	2.62	.27
590	1.51460	.2056 (3)	.0762 (3)	2.62	.29
600	1.51410	.2051 (3)	.0761 (4)	2.61	.31
610	1.51360	.2045 (4)	.0759 (3)	2.60	.33
620	1.51310	.2040 (4)	.0758 (4)	2.59	.35
630	1.51260	.2035 (3)	.0757 (3)	2.58	.36
640	1.51210	.2031 (3)	.0755 (3)	2.57	.36
650	1.51160	.2026 (3)	.0754 (2)	2.57	.38
660	1.51120	.2021 (4)	.0752 (2)	2.56	.39
670	1.51080	.2017 (6)	.0751 (4)	2.55	.40
680	1.51040	.2013 (4)	.0749 (5)	2.55	.40
690	1.51000	.2010 (4)	.0748 (1)	2.54	.40
700	1.50960	.2007 (5)	.0747 (4)	2.54	.40
710	1.50920	.2004 (4)	.0745 (3)	2.54	.40
720	1.50890	.2001 (8)	.0744 (4)	2.54	.40
730	1.50860	.1998 (11)	.0743 (11)	2.53	.41
740	1.50830	.1995 (10)	.0742 (12)	2.53	.41
750	1.50800	.1993 (12)	.0741 (10)	2.52	.42
760	1.50770	.1991 (16)	.0741 (10)	2.52	.42
770	1.50740	.1989 (12)	.0741 (15)	2.52	.43
780	1.50710	.1988 (15)	.0740 (12)	2.52	.42
790	1.50690	.1986 (17)	.0740 (11)	2.51	.43
800	1.50670	.1984 (14)	.0739 (13)	2.51	.43
810	1.50650	.1983 (16)	.0739 (14)	2.51	.43
820	1.50630	.1981 (14)	.0738 (12)	2.51	.44
830	1.50610	.1979 (10)	.0738 (14)	2.50	.44
840	1.50590	.1977 (12)	.0737 (5)	2.50	.45
850	1.50570	.1976 (11)	.0737 (7)	2.50	.44
860	1.50550	.1974 (10)	.0736 (9)	2.50	.45
870	1.50530	.1972 (16)	.0736 (9)	2.49	.45
880	1.50510	.1971 (14)	.0735 (9)	2.49	.45
890	1.50495	.1970 (13)	.0735 (7)	2.49	.45
900	1.50480	.1969 (16)	.0734 (10)	2.49	.45
910	1.50465	.1968 (15)	.0734 (12)	2.49	.45
920	1.50450	.1966 (16)	.0734 (15)	2.49	.46
930	1.50435	.1965 (17)	.0733 (11)	2.49	.45
940	1.50420	.1964 (18)	.0733 (14)	2.49	.46
950	1.50405	.1963 (16)	.0732 (15)	2.49	.45
960	1.50390	.1962 (13)	.0731 (14)	2.49	.45
970	1.50375	.1961 (16)	.0731 (16)	2.48	.45
980	1.50360	.1960 (17)	.0731 (14)	2.48	.45
990	1.50350	.1958 (13)	.0730 (15)	2.48	.46
1000	1.50340	.1957 (15)	.0730 (15)	2.48	.46
1010	1.50330	.1956 (16)	.0729 (17)	2.48	.46
1020	1.50320	.1955 (15)	.0729 (13)	2.48	.46
1030	1.50310	.1954 (17)	.0729 (15)	2.47	.46
1040	1.50300	.1953 (19)	.0729 (17)	2.47	.46
1050	1.50290	.1953 (17)	.0729 (19)	2.47	.46
1060	1.50280	.1953 (20)	.0729 (20)	2.47	.46
1070	1.50270	.1952 (22)	.0729 (18)	2.47	.46
1080	1.50260	.1952 (27)	.0729 (22)	2.47	.46
1090	1.50250	.1952 (26)	.0729 (28)	2.47	.46
1100	1.50240	.1951 (29)	.0729 (30)	2.47	.47

en l'aire i en l'oli per via experimental en ambdós casos. Per al cas de l'oli, s'ha fet servir un tapaobjectes situat damunt la mostra, que aguanta per capillaritat una pel·lícula uniforme d'oli (NOGUÉS-CARULLA, 1975). Si es fa servir aquest vidre, s'ha de fer una correcció dels valors experimentals, per tal d'eliminar l'error sistemàtic que es produeix amb la reflexió addicional que provoca aquest.

## MÈTODE DE TREBALL

La mostra utilitzada correspon a la cara (0001) de creixement d'un cristall de carbur de silici (varietat negra) subministrat per la casa Carl Zeiss, amb la referència Sika núm. 133, calibrat per aquesta casa als seus laboratoris de Göttingen.

Les mesures en immersió d'oli s'han fet amb l'equip del «mètode directe» del laboratori de Cristal·lografia i Mineralogia de la Universitat de Barcelona, el qual, essencialment, consta de:

— Sistema d'il·luminació amb làmpada d'halogen HBO 12V 100W, estabilitzada, i modulador de la llum.

— Monocromador de prisma de vidre M4QII, de la casa Carl Zeiss.

— Fotomultiplicadors R-213 i R-196 per a la regió visible i la de l'infraroig proper a l'espectre, respectivament.

A fi de fer les mesures de la reflectància en immersió d'oli s'ha utilitzat la tècnica descrita anteriorment per aquests mateixos autors (NOGUÉS-CARULLA, 1975).

Les mesures experimentals s'han efectuat a intervals de 10 nm, des de 400 a 1.100 nm, on s'inclouen la regió visible i la de l'infraroig proper a l'espectre. L'oli d'immersió emprat és el que subministra Carl Zeiss, amb  $n_D = 1.515$  (23 °C), referència DIN 58884.

## RESULTATS EXPERIMENTALS

A la Taula I es poden veure els resultats experimentals obtinguts per a cadascuna de les longituds d'ona en les quals s'han fet mesures.

La figura 1 presenta les corbes de dispersió de les reflectàncies en l'aire i en l'oli d'immersió.

A la figura 2 es poden observar les cor-

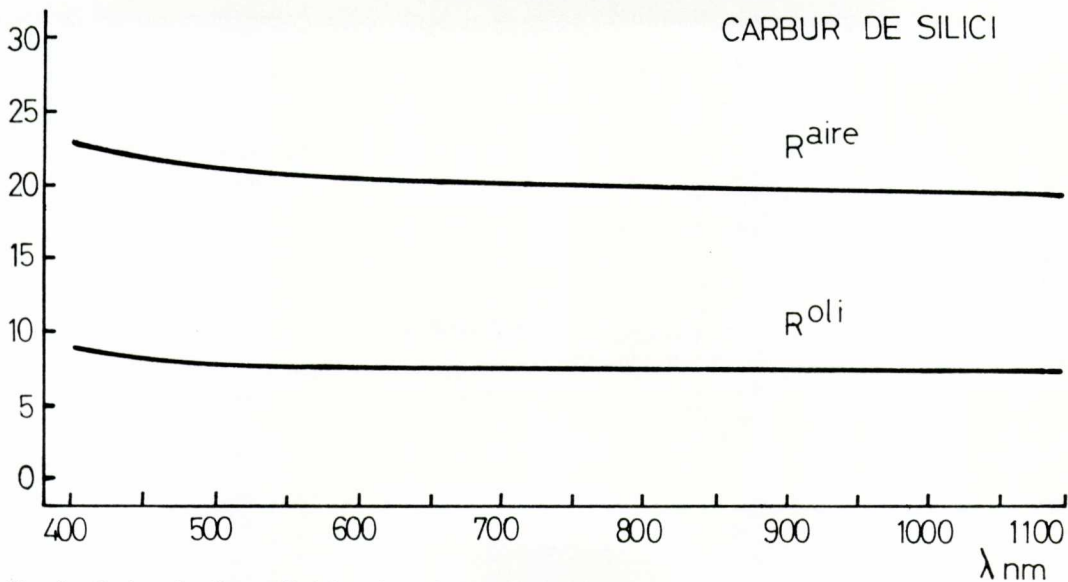


FIG. 1. Corbes de dispersió dels valors de la reflectància en l'aire i en l'oli.  
Dispersion curves of reflectance values in air and immersion oil.

bes de dispersió corresponents a l'índex de refracció ( $n$ ) i al coeficient d'absorció ( $k$ ).

### CONCLUSIONS

Els valors que hem obtingut per la reflectància en l'aire corresponen exactament als dels fulls de calibració de Carl

Zeiss, cosa lògica, si tenim en compte que s'han utilitzat mètodes similars.

Al contrari, els valors de reflectància en immersió d'oli presenten alguna diferència amb el calibrat de Zeiss. En efecte, les dues corbes de dispersió (la nostra i la de Zeiss) són idèntiques des de 400 fins a 500 nm; però des d'aquesta longitud d'ona fins a l'infraroig hi ha diferències entre els valors de l'una i l'altra corba.

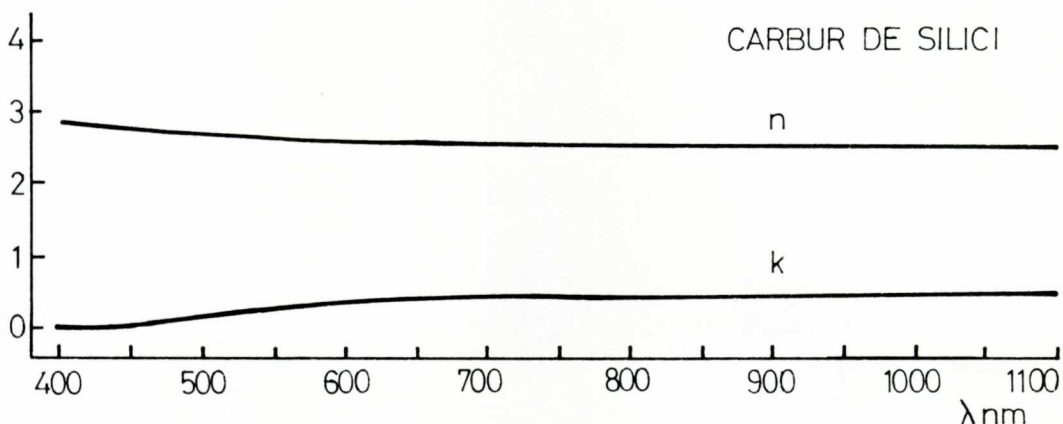


FIG. 2. Corbes de dispersió de les constants òptiques  $n$  (índex de refracció) i  $k$  (coeficient d'absorció).  
Dispersion curves of optical constants  $n$  (refractive index), and  $k$  (absorption coefficient).

La interpretació d'aquesta diferència es pot basar en el fet que, segons els nostres resultats, des de 400 a 500 nm el valor del coeficient d'absorció és zero; però, en canvi, a partir de 500 nm, la  $k$  té un cert valor positiu, que fa que els valors de la reflectància en l'oli siguin una mica més alts.

Els resultats que es donen en aquest treball han estat obtinguts experimentalment, i és la primera vegada que es fa una cosa així amb un patró de carbur de silici. En canvi, els valors donats per Carl Zeiss han estat calculats a partir de la reflectància experimental en l'aire mitjançant les fórmules de Fresnel per a material no absorbent, per a les quals es considera  $K=0$ .

$$R_{\text{aire}} = \frac{(n-1)^2}{(n+1)^2} \quad R_{\text{oli}} = \frac{(n-N)^2}{(n+N)^2}$$

Malgrat ésser molt petita la diferència entre ambdós calibrats, creiem que és d'una gran importància la calibració dels patrons amb el mètode que s'ha descrit, és a dir, obtenint els resultats de reflectància tant en l'aire com en l'oli per via experimental.

Cal tenir en compte que un error sistemàtic en les mesures d'oli d'un material qualsevol es multiplica per una sèrie de factors quan amb aquests resultats es pretén calcular l'índex de refracció i el coeficient d'absorció d'aquest material, i més encara si aquestes dues constants s'utilitzen per a calcular-ne d'altres, com és ara conductivitat, constant dielèctrica, etcètera.

## BIBLIOGRAFIA

- GALOPIN, R. & HENRY, NFM. 1972. *Microscopic study of opaque minerals*. W. Heffer and Sons LTD. Cambridge.
- NOGUÉS-CARULLA, J.; LÓPEZ-SOLER, A.; BOSCH-FIGUEROA, J., & FONT-ALTABA, M. 1974. Optical Study of Minerals by Direct Method. *IMA Meeting 74. Ninth General Meeting. Collected Abstracts*. Berlin. Regensburg. September.
- NOGUÉS-CARULLA, J.; VENDRELL-SAZ, M., & FONT-ALTABA, M. 1975. Medida de reflectancias en inmersión en aceite y cálculo de  $n$  y  $k$  desde 400 a 1100 nm. *Act. Geol. Hisp.*, XI (4): 96-100.
- PILLER, H. & GEHLEN, V. K. 1964. On errors of Reflectivity Measurements and of Calculation on Refractive Indices  $n$  and Absorption Coefficient  $k$ . *Amer. Miner.* 49, 867.
- PILLER, H. 1967: Measurements of the Reflectivity Against Oil. *II International Summer School on Quantitative Methods in Reflected Light Microscopy*. Bensheim. August.