

# Kristallographisch-optische Untersuchungen.

## I. Bemerkungen über das kristallographische Mikroskop.

Die häufigsten kristallographisch optischen Untersuchungen werden mit Hilfe eines Mikroskops ausgeführt. Optischer Typus: Schematisch gedacht, besteht ein Mikroskop aus zwei Linsensystemen (Fig. 309); 1. einem Projektionssystem  $OO$  (dem Objektiv), welches vom Objekt  $ab$  ein reelles Bild  $AB$  entwirft; 2. einem Lupensystem  $O'O'$  (dem Okular), welches das Bild  $AB$  zu  $A'B'$  vergrößert. Gegenüber dem Objekt  $ab$  liegen  $AB$  und  $A'B'$  umgekehrt.

**Beleuchtung. Lichtsorte.** Zu vermeiden ist beim üblichen Mikroskopieren unmittelbare Sonnenbeleuchtung, die man eventuell durch Pappschirme oder Vorhänge abblenden muß. Das beste Tageslicht liefern weiße Wolken. Eine gute künstliche Beleuchtung erhält man durch kleine Auerbrenner bzw. Glühlichter, beide mit Milchglaskuppeln oder mit vorgestellten Mattscheiben versehen. Sehr empfehlenswert sind die Zeißschen Mikroskopier-Nernstlampen und die Mikroskopier-Bogenlampen.

Oft wird bei Kristalluntersuchungen monochromatisches (einfarbiges) Licht gebraucht. Gelegentlich genügen in der Hinsicht farbige Gläser (rot, grün, blau), die man passend quadratisch schneidet und als Lichtfilter auf das Mikroskopokular legt. Bei der Auswahl prüft man sie mittelst

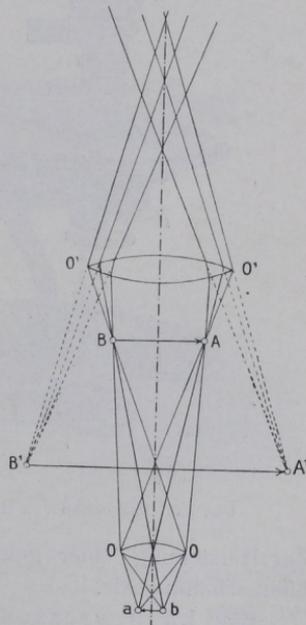


Fig. 309. Schema eines Mikroskops.

eines geradsichtigen Handspektroskops auf die Art des von ihnen durchgelassenen Lichtes<sup>1)</sup>.

Eine monochromatische gelbe Flamme erhält man mit Hilfe von Natriumsalzen (Chlorid, Bromid, Karbonat), die man in eine Platinspirale einschmilzt bzw. in ein durchlöcheres Platinschiffchen bringt oder durch Asbestpappe bzw. eine Bimssteinplatte aufsaugen läßt. Spirale oder Schiffchen werden mit einem angesetzten Platindraht, der zur Verlängerung nach hinten in ein Glasrohr eingeschmolzen sein kann, der durchtränkte Asbest oder Bimsstein in einer platten Klammer in die farblose Flamme des Bunsenbrenners getaucht. Eine breite Flamme (durch Schlitzbrenner zu erzielen) ist oft erwünscht. Ausgezeichnet gleichmäßiges, sehr kräftiges gelbes Licht liefern Beckmannsche elektrolytische Verstäubungs-Intensivbrenner, deren Na-Flamme durch Zufuhr von Sauerstoff zum Gas oder durch Anwendung von Wasserstoff und Sauerstoff gespeist wird. Lithiumsalze liefern rotes Licht.

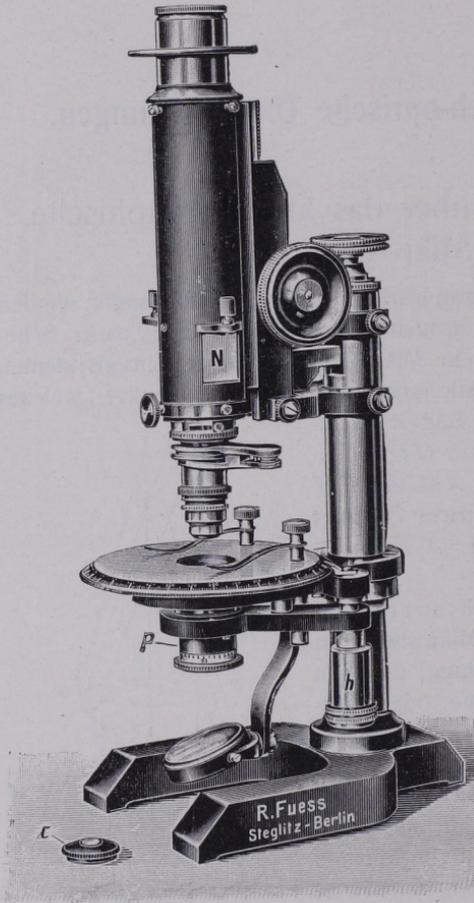


Fig. 310. Mikroskop von R. Fuess, Steglitz.

Zur Herstellung einer gelegentlich zu benutzenden grünen Flamme dient Thalliumsalz.

Eine Laspeyressche Lampe (Fig. 311) stellt eine bequeme Wechsellvorrichtung der Lichtsorte dar.

<sup>1)</sup> Bezugsquelle für Quecksilber-Mikroskopierlampen mit A. Köhlerschen Farbfiltern: Zeiß, Jena.

Sehr vollkommen wirken hinsichtlich der Erzeugung von Licht bestimmter Schwingungszahl die sogenannten Monochromatoren. Der Wülfingsche Monochromator ist in Fig. 312 in Verbindung mit einem Mikroskop abgebildet. Durch ihn wird das starke, mittelst eines Heliostaten gerichtete Licht der Sonne oder das Licht einer elektrischen Bogen- oder auch einer kräftigen Nernstlampe, event. einer Quecksilberlampe, spektral zerlegt. Eine Spaltvorrichtung gliedert die gewünschte Farbe aus dem Spektrum zur Benutzung heraus. Man eicht den Apparat unter Verwendung der Fraunhoferschen Linien oder eines Heliumspektrums und trägt die Daten über Wellenlänge und Trommelteilung des Instrumentes in einer Kurve auf. Bei neueren Konstruktionen hat man auf der Trommel eine

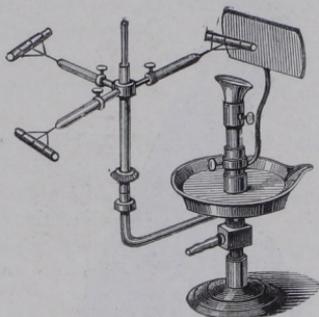


Fig. 311. Laspeyressche Lampe.

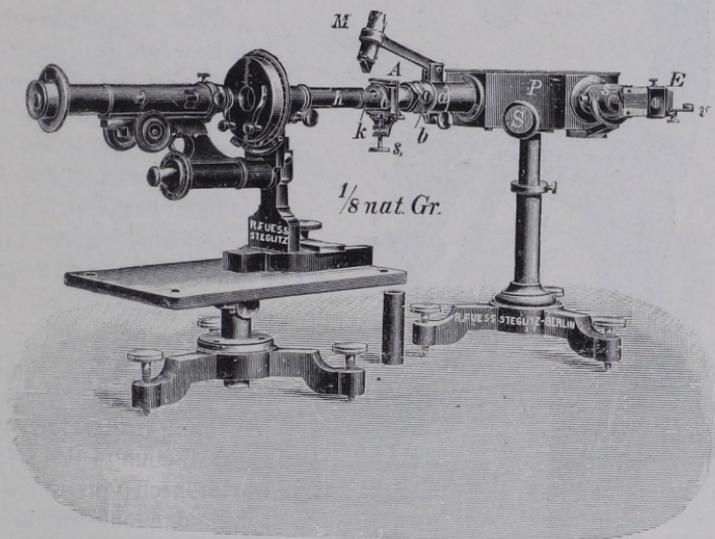


Fig. 312. Mikroskop und Monochromator. *E* Eintrittspalt, *P* Behälter der Prismen, *S* Schraube für Prismenstellung, *A* Austrittspalt, *s*<sub>1</sub> Regulierschraube für Spaltbreite, *M* Einstellmikroskop, *h* Rohr mit Linse, um die austretenden Strahlen parallel oder konvergent verlaufen zu lassen.

Markierung der Wellenlängen angebracht. Nachprüfung vor jeder Benutzungsreihe ist nötig.

Spiegel. Es wird am Mikroskop zweckmäßig ein doppelter

(plankonkaver) Spiegel angebracht. Man überzeuge sich von der verschiedenen Wirkung der Spiegelflächen bei wechselnder Vergrößerung, verschiedenen Kondensoren und wechselnder Entfernung und Gestalt

der Lichtquelle. Der Spiegel muß nicht nur drehbar, sondern auch nach links und rechts, am besten gleichfalls noch vertikal verschiebbar sein.

Beleuchtungslinsen (Kondensoren). Sie dienen zur Konzentration des vom Spiegel des Mikroskops reflektierten Lichtes auf das Objekt. Bei starken Objektiven muß man auch einen starken Kondensor benutzen.

Eine ausgiebige vertikale Beweglichkeit des Kondensors ist zu empfehlen, da man dann durch verschiedene Stellung des Apparates sehr nützliche Änderungen in der Belichtung des Objektes erzielen kann. So läßt sich durch Senken der Kondensoren die Abbildung der schief einfallenden äußeren Strahlen des Beleuchtungskegels herbeiführen (sie werden bei tiefer Stellung der Kondensorenlinsen von der Fassung aufgenommen, in der man den Kondensor ver-

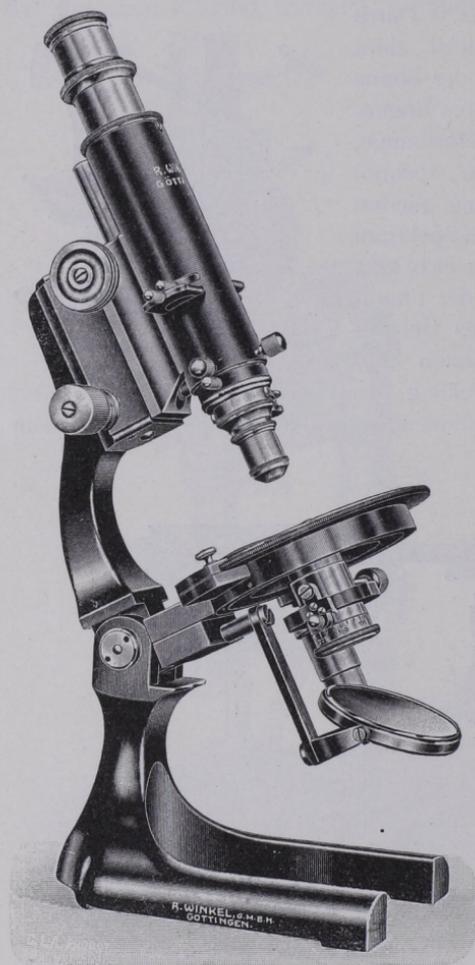


Fig. 313. Mikroskop von R. Winkel, Göttingen.

senkt, Fig. 314 a u. b). Man hat es dann nur mit den mittleren, weniger konvergenten Lichtstrahlen zu tun. Im übrigen kann man eine Einengung des Lichtkegels auf seinen inneren Teil, also die Herstellung von fast parallelem Licht, durch Blenden erreichen, am besten durch eine Irisblende (deren Öffnung beliebig verstellbar ist).

**Dunkelfeldbeleuchtung und Ultramikroskopie.** Um Objekte hell auf dunklem Untergrunde der mikroskopischen Gesichtsfelder erscheinen zu lassen, sorgt man dafür, daß die Beleuchtungsstrahlen nicht ins Objektiv dringen, vielmehr das Objekt von sehr schrägen Lichtstrahlen durchsetzt wird. Zu dem Zwecke blendet man die zentralen Strahlen des Beleuchtungsapparates ab und schickt durch passende Spiegelung (Paraboloidkondensator, Fig. 315, Kardioidkondensator u. a.) seitliche Strahlen in das Präparat. Auch läßt sich der nämliche Effekt erreichen, wenn starkes Licht auf das Objekt im Sinne der Fig. 316 konzentriert wird.

Auf diesen Vorrichtungen beruht auch die Ultramikroskopie, das sind Einrichtungen zur Wahrnehmung von Teilchen, die sich wegen sehr geringer Größe der gewöhnlichen mikroskopischen Erkennung entziehen. Das Auflösungsvermögen

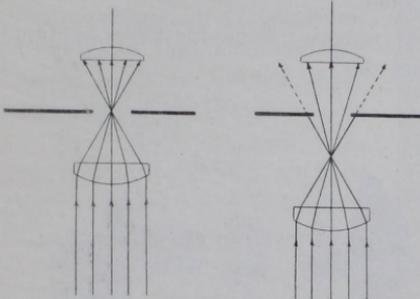


Fig. 314 a.

Fig. 314 b.

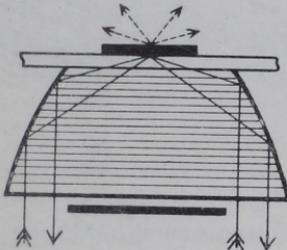


Fig. 315. Paraboloidkondensator.

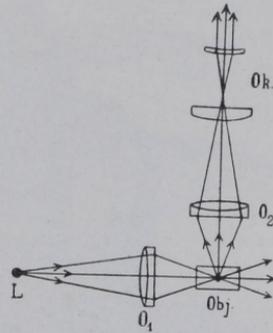


Fig. 316. Ultramikroskopisches Schema.

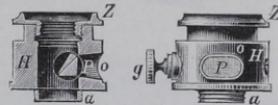


Fig. 317. Illuminator. o Beleuchtungsöffnung, P Prisma, g Prismenbewegung.

des Mikroskops läßt sich ja über ein gewisses Maß hinaus nicht steigern (vgl. Anm. 2 S. 86). Mit dem Ultramikroskop kann man noch kleinere Teilchen wahrnehmen, indes nicht ihre Gestalt, sondern lediglich ihr Vorhandensein; sie werden gewissermaßen durch Beugung intensiven Lichtes nach allen Richtungen selbstleuchtend, wenn man wie oben angegeben verfährt und das Objekt von oben mikroskopisch betrachtet. Von Zsigmondy und Siedentopf konstruierte Ultramikroskope lassen die Gegenwart von Teilchen unter  $5 \mu \mu$  noch erkennen.

**Illuminator.** Er dient zur Beleuchtung undurchsichtiger Präparate (z. B. Metalle, Erze) von oben und besteht aus einem drehbaren Glasblättchen oder einem Prisma in einer Fassung, die dicht über dem Objektiv eingeschaltet wird (Fig. 317). Starkes Licht (am

besten, um Gleichmäßigkeit der Beleuchtung zu gewährleisten, das einer 100kerzigen mattierten Glühlampe) fällt seitlich durch eine Öffnung ein, nach der Reflexion und dem Passieren des Objektivs (das als Kondensator wirkt) auf das Präparat und wieder in das Objektiv zurück. Da das Prisma des Illuminators von der Seite her nur bis zur Tubusachse reicht, also eine Hälfte des Tubusquerschnitts frei läßt, so kann man das Präparat beobachten.

Natürlich wirkt jetzt nur die halbe Apertur. Dem entgeht man durch Verwendung eines durchsichtigen reflektierenden Glasscheibchens an Stelle des Prismas. Bei schwachen Vergrößerungen ist aber letzteres wegen dabei erzielter größerer Helligkeit vorzuziehen.

Fig. 318 stellt eine praktische optische Bank für Untersuchungen in auffallendem Lichte (Episkopie) dar.

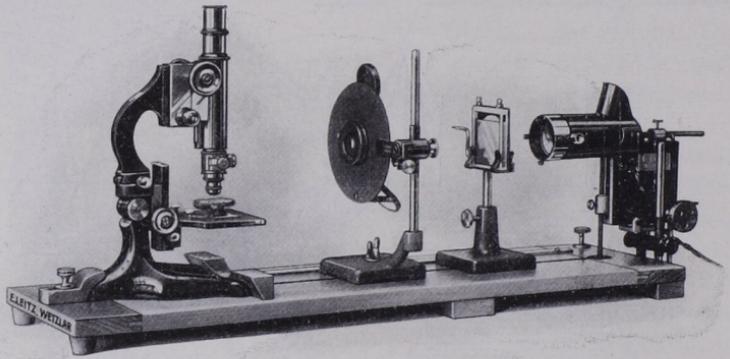


Fig. 318. Episkopisches Mikroskop nach E. Leitz, Wetzlar, mit Kondensator, Lichtfilter und Bogenlampe.

Die Objekte dürfen bei Illuminatorbetrachtung nicht mit Deckglas versehen sein, da das von diesem zurückgeworfene Licht das Bild verschleiert. Natürlich kann man auch durchsichtige Gegenstände mit dem Illuminator studieren. Man legt sie dann auf schwarzen Sammet.

Zur Not läßt sich, falls nur schwache Vergrößerung in Betracht kommt, das gewöhnliche Mikroskop benutzen; plattige Präparate legt man ein wenig schräg in ein Sandkästchen. Eventuell konzentriert man das Licht durch eine Linse. Hier sei für schwächere Vergrößerung noch das binokulare Mikroskop empfohlen (Fig. 319), das einen stereoskopischen Anblick liefert.

Vom Objektisch ist zu wünschen, daß er ausgiebig genug sei, auch größeren Nebenapparaten, z. B. Erhitzungsvorrichtungen, als

Standfläche zu dienen. Um in der Hinsicht Raum zu gewinnen, ist es empfehlenswert, das Stativ des Mikroskops in der Höhe des Objektisches weitbogig zu gestalten.

Unerlässlich beim kristallographischen Mikroskop ist, daß der Objektisch in seiner Ebene drehbar und mit einer Gradteilung versehen ist, die an einer festen einfachen Strichmarke oder an einem Nonius beim Tischdrehen vorbeigleitet, damit Stand und Drehung des Tisches in Winkelgraden abgelesen werden können.

Zum Festlegen von Präparaten und Apparaten auf dem Tische dienen *Klammern*. Es sind federnde Metallstreifen, an einem Ende mit kurzem Stifansatz versehen, der in ein Loch des Objektisches gedrückt wird.

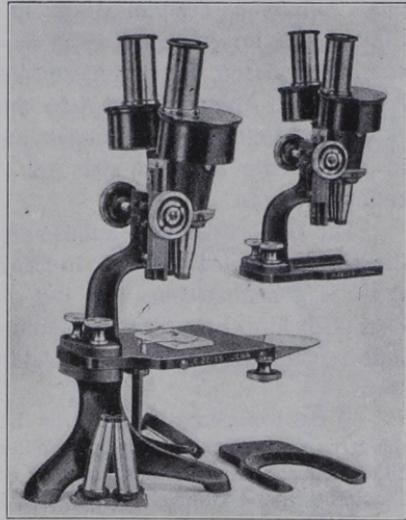


Fig. 319. Greenoughsches binokulares Mikroskop.

Zwecks systematischer Bewegung, z. B. eines Präparates im Gesichtsfelde, benützt man bei vervollkommenen Mikroskopen *Kreuzschlitten* (Fig. 320); sie gestatten Bewegungen senkrecht aufeinander in der Tischebene. Sind an den Schlitten Teilungen, und ist für das Objekt etwa durch Schienen eine feste Lage vorgesehen, so kann man zwecks späteren Wiederfindens eines Punktes im Präparat bestimmte Stellungen durch Ablesen der Koordinaten kennzeichnen. Einfacher ist in der Hinsicht die Bezeichnung von Objektstellen durch auf oder dicht bei ihnen angebrachte farbige Punkte beziehungsweise durch eine umrahmende Linie.

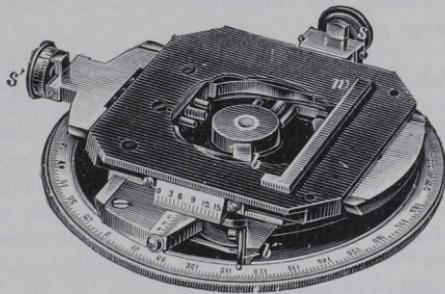


Fig. 320. Kreuzschlittentisch. *s* Mikrometerschraube, *s'* größere Schraube, *w* Winkelleiste für Objektträger.

*Objektive.* Die Leistungsfähigkeit des Mikroskops hängt wesentlich von der Güte der Objektive ab, die, mit den Kondensoren

und den Okularen zusammenwirkend, möglichst lichtstarke, wenig gewölbte und nicht verzerrte, sowie nicht mit farbigen Rändern versehene Bilder liefern sollen. Zur Abschätzung der Wölbung beobachtet man eine Abbesche Testplatte mit in Silberbelag eingerissenen feinen Linien, die im ganzen Gesichtsfelde scharf und nicht gekrümmt erscheinen müssen, ferner feinste Staubteile; sie sollen keine Farbränder haben. Die Aplanate und Achromate sind dementsprechend korrigiert. Besonders gute Wirkung erzielt man bei sogenannten Apochromaten in Verbindung mit den stets mit ihnen zu verwendenden Kompensationsokularen<sup>1)</sup>.

Die Lichtstärke und auflösende Kraft der Objektive hängt ab von ihrer sogenannten numerischen Apertur  $A$ , die durch  $A = n \sin \alpha$  gekennzeichnet ist, wo  $n$  den Brechungsquotienten des vor dem Objektiv befindlichen Mediums (bei Luft  $n = 1$ ) und  $\alpha$  den halben Öffnungswinkel des Objektivs bezeichnet<sup>2)</sup>. Die Helligkeit ist

<sup>1)</sup> Bei Kompensationsokularen ist das rote Bild größer als das blaue; dadurch wird der umgekehrte Fehler der Objektive ausgeglichen. Beim Blicken durch ein solches Okular ist das Sehfeld orangerot umrandet; beim Huygensschen Okular sieht man den Rand blau.

<sup>2)</sup> Eine Länge  $l$  wird bei gerader Beleuchtung noch erkannt, wenn  $l \lesssim \lambda/A$ , wo  $\lambda$  die Wellenlänge des angewandten Lichtes in Luft und  $A$  die numerische Apertur ist. Violette bzw. ultraviolette Licht (Photographie) löst also infolge kleiner Wellenlänge am besten auf. In der auf etwa  $2/3$  verkleinerten Wellenlänge des Lichtes in Öl usw. liegt auch ein wesentlicher Vorteil der Immersionsobjektive. Bei schräger Beleuchtung gilt  $l = 1/2 \lambda/A$ . Für das Auflösungsvermögen wirkt also die z. T. schräge Beleuchtung des Präparates durch den eingeschalteten Kondensor des Mikroskops günstig.

Der Grund für diese Verhältnisse liegt in den durch die Struktur des Präparates bedingten Beugungserscheinungen, welche für die naturgetreue Abbildung maßgebend sind. Ein mikroskopisches Bild kann, im Falle man einzelne Teile der Beugungsfiguren abblendet, sehr untreu und dabei doch scharf sein. Zur naturgetreuen Abbildung ist es nötig, daß vom Objektiv außer dem ungebeugten Licht auch das gebeugte Licht weitgreifend aufgenommen wird. In Fig. 322 ist  $L$  das ungebeugte,  $G$  um  $\alpha^\circ$  gebeugtes Licht,  $K$  die Gitterkonstante,  $\lambda$  die Wellenlänge des angewandten Lichtes;  $\sin \alpha = \lambda/K$ . Man erkennt, daß die Leistung des Objektivs vom  $\sin$  des halben Öffnungswinkels abhängt. In Fig. 323 ist dargestellt, wie dasselbe Objekt (quadratische Netzteilung) sehr verschieden erscheint, je nach der wechselnden Abblendung von Beugungsbildern.

Die Apertur eines Objektivs wird am einfachsten mit Hilfe einer Aperturscheibe (Fig. 324) gemessen (zu beziehen von Leppin & Masche, Berlin), die man zentrisch auf den Objektisch legt. Zunächst bringt man über sie ein 25 mm hohes Klögchen, stellt auf dessen Oberfläche ein, entfernt es wieder und auch das Okular. Schaut man nun mit dicht über den

$A^2$ , die Auflösung  $A$  direkt proportional. Um die numerische Apertur recht groß zu machen, benützt man in besonderen Fällen Medien wie Öl, Bromnaphthalin, die im Vergleich zu Luft einen wesentlich höheren Brechungsquotienten haben ( $n$  bei Zedernholzöl für  $D$ -Licht = 1,52, bei Bromnaphthalin 1,66, bei Methylenjodid 1,74). In diese Flüssigkeiten tauchen die Objektive (Immersionssysteme oder Tauchsyste-  
me im Gegensatz zu den Trockensystemen). Man bringt einen Tropfen der Flüssigkeit zwischen Kondensator und Präparat und

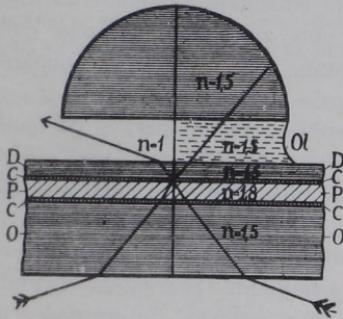
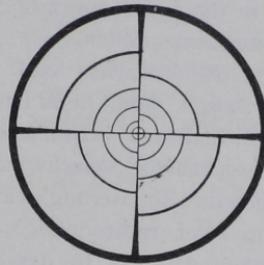


Fig. 321. Vergleich des Strahlenganges bei Trocken- und Eintauchsystemen. O Objektträger, C Canadabalsam, P Präparat, D Deckglas. Links Luft, rechts Öl.



Für 324. Aperturscheibe. (Für den Gebrauch auf 10,5 cm Durchmesser zu bringen.)

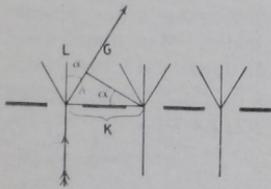


Fig. 322. Gitterbeugung.

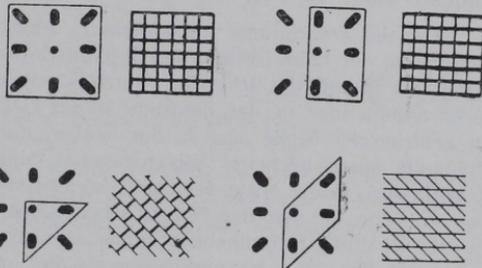


Fig. 323. Treue Abbildung und untreue Bilder. Nach Volkmann.

gleichfalls einen Tropfen zwischen Objekt und Objektiv, schaltet also die Luft aus. Man hat »homogene Immersion«, wenn die Brechung der Flüssigkeit mit der vom Glase des Präparates und der Frontlinie des Objektivs übereinstimmt.

Im gehaltenem Auge in das Mikroskop, so erscheinen die Ringe der Aperturscheibe mit gleichem Abstände und gleich dick. Man zählt die sichtbaren ab und hat so ein Maß für die Öffnung, insofern die Ringe jeweils 0,1, 0,2 ... bis 0,9 Apertur besagen.

Immersionssysteme gestatten eine starke Vergrößerung bei guter Helligkeit und Bildtreue (Probeobjekte: Diatomeen mit feinsten Struktur; z. B. *Pleurosigma angulatum*, *Surirella gemma*). Auch bei episkopischen Untersuchungen sind sie sehr nützlich.

Das Ansetzen der Objektive an das untere Tubusende des Mikroskops geschieht durch Anschrauben oder bequemer mittels einer Objektivzange oder eines Schlittens. Auch versieht man wohl Mikroskope mit einem Objektivrevolver, einer Scheibe, welche die Objektive meist gleich im Abstände ungefähr richtiger Einstellung trägt und durch Drehung bis zum Einschnappen einer Feder in die Lage gebracht werden kann, daß Tubus- und Objektivachse zusammenfallen.

Die Objektivachse muß genau auf den Mittelpunkt des Objektisches weisen, damit beim Drehen des Mikroskoptisches die im Zentrum des Gesichtsfeldes befindlichen Objekte nicht wandern oder gar aus dem Gesichtsfelde verschwinden. Besonders beim Winkelmessen ist eine genaue Zentrierung wichtig. Zum Zwecke des Zentrierens werden zwei rechtwinklig aufeinanderstehende Schrauben benutzt; sie wirken auf ein in den unteren Tubus gesetztes Einsatzstück, an welchem die Objektive befestigt werden. Nicht zu empfehlen ist es, die Zentrierschrauben am Objektische anzubringen, also diesen zur Objektivachse zu verschieben.

Um die Zentrierung vorzunehmen, ermittelt man den Punkt  $a$  im Gesichtsfelde, der beim Drehen des Objektisches an seiner Stelle verbleibt, und bringt ihn mittels der Schrauben durch Koordinatenbewegung  $\alpha$  und  $\beta$  senkrecht aufeinander in das Zentrum  $M$  des Gesichtsfeldes. Man findet diese zu zentrierende Stelle auch in der Weise, daß man durch Verschieben des Präparats einen leicht zu beobachtenden Punkt (z. B. ein Stäubchen, eine Kristallecke), in die Mitte des Gesichtsfeldes stellt und den Kreis beobachtet, den er beim Drehen des Objektisches beschreibt. Der Mittelpunkt dieses Kreises ist durch Schraubenbewegung zu zentrieren. Eine Vorrichtung entsprechend Fig. 325 a ist praktischer als die von Fig. 325 b, welche diagonal wirkt. Bei Leißschen Mikroskopen zentriert man das Objektiv ein für allemal; es kommt durch Schliß und Stift stets wieder in dieselbe Lage am Tubus.

Im Okular soll ein Fadenkreuz ausgespannt sein, das mühe-los und ohne Parallaxe (d. h. beim Verschieben des Auges feststehend) mit dem Bilde des Objektes gesehen werden muß. Zur genauen Einstellung der Fäden für das Auge macht man oft die obere Linse des Okulars verschiebbar. Die Fäden laufen links-rechts und vorn-hinten (Fig. 325 a und b); diese Stellung wird durch eine Nutenföhrung des Okulars gewährleistet.

Die Stärke der Vergrößerung hängt von der Objektiv-

Okularkombination sowie von der Tubuslänge (160—200 mm) ab. Bei den Ermittlungen der Vergrößerung und bei einschlägigen späteren Messungen muß der gleiche Abstand innegehalten werden.

Man mißt die Vergrößerung durch ein Objektmikrometer, d. h. eine auf Glas angebrachte Teilung etwa eines Millimeters in 100 Teile.

Bei gegebener Objektiv-Okularvereinigung und Tubuslänge stellt man auf die Teilung ein. Neben das Mikroskop hält man in Entfernung des deutlichen Sehens (25 cm) von der Augenlinse des Okulars einen Millimetermaßstab. Bei gleichzeitigem Betrachten des Objektmikrometers mit einem und des Maßstabes mit dem andern Auge bringt man beide Objekte zur Deckung, und so kann man die Vergrößerung ablesen. Fallen z. B. 10 mm des Maßstabes mit 5 Teilen = 0,05 mm des Mikrometers zusammen, so ist die Vergrößerung  $10/0,05 = 200$  fach linear. Auch kann man einen Zeichenapparat (S. 93/94) zur Messung der Vergrößerung benutzen, indem man die Mikrometereinteilung auf einem Blatt Papier nachzeichnet, das man in die

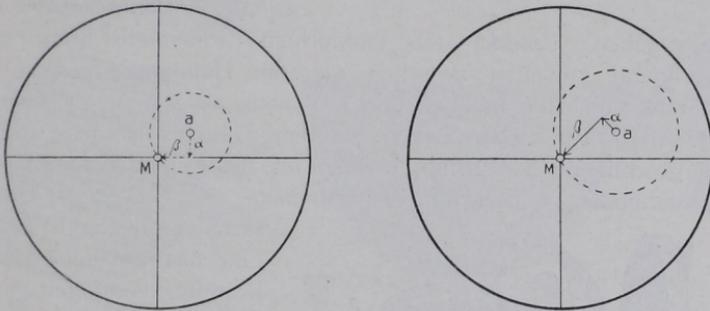


Fig. 325 a und b. Zentrieren des Objektivs.

Entfernung deutlichen Sehens (25 cm) gebracht hat. Dabei hat man diese 25 cm auf dem ganzen gebrochenen Wege des Lichtes vom Papier bis ins Auge abzumessen. Die Vergrößerung ist aus der Zeichnung leicht mittels Maßstabes zu ermitteln.

Im allgemeinen suche man mit schwacher Vergrößerung auszukommen.

## II. Hilfsapparate zum Mikroskop.

Außer den bereits beim Kapitel Beleuchtung erwähnten Einrichtungen kommen noch folgende Apparaturen in Betracht.

Drehapparate. Häufig ist es erwünscht, Kristalle unter dem Mikroskop in verschiedener Richtung zu betrachten. Zu dem Zwecke wälzt man sie mit feinen Holzstäbchen in andere Lage, läßt sie auch wohl in Einbettungsflüssigkeiten durch Röhren rollen, besser aber man dreht sie mit Hilfe besonderer Apparate. Zum Beispiel kann man