

20/1/19



# Universidad Nacional Autónoma de México

---

FACULTAD DE CIENCIAS

HOLOGRAFIA CON ELECTRONES EN  
UN MICROSCOPIO ELECTRONICO DE  
TRANSMISION CONVENCIONAL

T E S I S

Que para obtener el título de

F I S I C O

p r e s e n t a d o

LUCIA G. DIAZ BARRIGA ARCEO  
PATRICIA SANTIAGO JACINTO



MEXICO, D. F.

1988



Universidad Nacional  
Autónoma de México



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

# TESIS CON FALLA DE ORIGEN

## INDICE

cap.	pag.
0. -	Introducción.....1
I. -	Fundamentos de Holografia y Microscopia Electrónica.....7
II. -	Diseño y Construcción de un Biprisma Electrostático.....38
III. -	Condiciones Experimentales.....58
IV. -	Resultados y Discusion.....74
V. -	Conclusiones y Perspectivas.....94
VI. -	Apéndices.....108

## Introducción

Es innegable actualmente, la importancia de la fotografía en todos los ámbitos de la sociedad, dado que es una de las formas más accesibles de obtener información por medio de una imagen.

Una fotografía es la imagen de un objeto visible impresa en una capa de material sensible a la acción de alguna forma de energía radiante.

Un objeto es visible al ojo, al ser iluminado, ya que los átomos de su superficie absorben la energía incidente, excitándose y posteriormente emitiendo su energía sobrante en forma de fotones, de cada punto del mismo. Estos fotones en su conjunto forman una onda esférica de luz con cierta amplitud y fase dada en cada punto del objeto. Al considerar globalmente el objeto, lo que detectamos es la envolvente de todas las ondas esféricas de cada punto del objeto y esta onda resultante llevará en sí misma toda la información del objeto (tamaño, posición, forma, color y hasta temperatura).

Cuando fotografiamos el objeto, solo obtenemos en la placa la impresión de la amplitud como función de la posición de una cierta región de la onda envolvente que emerge del objeto, bajo determinadas condiciones de coherencia de la fuente, esto es, en la emulsión fotográfica, únicamente quedan grabadas las diversas intensidades de luz provenientes del objeto, punto a punto, perdiéndose toda la información concerniente a la fase con que la radiación incide en la placa y, por ende, gran parte de la información contenida en la onda.

La recuperación de esta información era lo que preocupaba al microscopista electrónico Dennis Gabor, el cual comenzó, por el año de 1948, a realizar una serie de experimentos que lo

condujeron a establecer un método que versaba en la reconstrucción tanto en amplitud como en fase de la onda proveniente del objeto. Este innovador procedimiento dió sus primeros pasos cuando Gaber trató de mejorar las tomas fotográficas que el microscopio electrónico realizaba; el enfoque impreciso de las lentes del aparato, provocaba lecturas fotográficas de las muestras con altas aberraciones y otros defectos debidos a bajo contraste, por lo que era necesario idear una manera confiable y exacta de fotografier. Pensó Gaber, que si coordinaba adecuadamente la dirección e intensidad de la luz sobre la placa fotográfica, sin intervención de lentes, no registraría ninguna imagen a menos que el frente de onda fuera interceptado, en la placa, por un segundo grupo de rayos; así al registrarse en la placa todo lo referente al frente de onda se podría reconstruir la imagen tomada, con procedimientos ópticos y luminicos adecuados. Dicho de otra forma, la tesis fundamental del método radicaba en la formación de un patrón de interferencia, que se registra en una emulsión fotográfica y que actúa como una rejilla de difracción muy especial, ya que contiene información codificada del objeto, que nos es revelada al reconstruir el patrón de interferencia, denominado por Gaber holograma.

La reconstrucción se realiza, si a través de la placa fotográfica revelada se hace pasar un haz de luz coherente con el mismo ángulo de incidencia que el anterior, para que emerja de ella, por difracción, una onda de la misma amplitud y fase del frente de onda proveniente del objeto, obteniéndose una imagen tridimensional del objeto.

Cuando en esa época no se contaban con fuentes de luz coherentes, los primeros hologramas se obtenían empleando lámparas de descarga de mercurio relativamente monocromáticas; las cuales eran fuertemente colimadas, a fin de obtener una mayor coherencia espacial, disminuyendo la distancia entre dos puntos que se observan en el plano de interferencia desde la fuente, esto es

para aumentar el grado de interferencia; pero a pesar de todas las cuidados que se guardaban al hacerlos, los hologramas adolecían de un gran número de defectos, tales como que el centro del patrón de interferencia (o línea de mayor intensidad), presentaba perturbaciones debidas al ruido de las regiones que no podían considerarse coherentes; otro de los problemas comunes era el que se obtenían dos imágenes superpuestas del objeto (una real y otra virtual), debido a la limitación de trabajar en la región de coherencia. No fue sino hasta 1960 cuando los científicos Easth H. Leith y Juris Upatnieks, retomaron los descubrimientos de Gabar, usaron los ya conocidos rayos láser, y realizaron un holograma de una calidad muy alta. En el método propuesto por ellos, además de lo ya dicho usaron divisores de frente de onda, para que la interferencia de las ondas se realizara fuera del eje óptico de ambas ondas y así eliminar el problema de la superposición de imágenes.

Dado el carácter del método hoy en día, sabemos que en principio es aplicable a todo tipo de ondas, sean electromagnéticas, acústicas, de electrones, neutrones, rayos X, etc., con la única limitante de que existan fuentes coherentes que las generen.

En microscopía electrónica la holografía no se desarrolló plenamente sino hasta la aparición del microscopio electrónico de emisión de campo, esto es, hasta que se tuvo un microscopio electrónico coherente (Müller 1956), aunque antes de esto, ya se tenían trabajos muy importantes en esta área, tales como el de Hayne y Mulvey (1952), en el que se realizaba holografía en eje usando como objeto, cristales de óxido de zinc, luego podemos encontrar el trabajo de Norton, Siepson y Sedzoth en el que desarrollaron un interferómetro de tres cristales con el que lograron hacer holografía fuera de eje (1954). Posteriormente Høllensted y Dücker (1955) reportan que realizaron holografía fuera de eje empleando un biprisma electrostático que divide,

deflecta y recombina el haz de electrones del microscopio, basándose en el trabajo de C. Fort, el cual proponía que se podía tener un microscopio electrónico de interferencia si a un microscopio convencional se le agregaba una fuente de electrones extra, la cual se encontraría inclinada respecto a la primera, con un ángulo pequeño (1954).

Los trabajos que aparecieron después de esta fructífera época, son básicamente modificaciones de estos, aunque no por ello son menos importantes y destacan entre ellos el de Li (1978) en el que se rediseñó el interferómetro de Marton en forma tal que se puede hacer, no sólo difracción de Fraunhofer sino también de Fresnel; es también muy destacada la labor realizada por Berni y Doll respecto de éste interferómetro al cual reemplazaron los cristales para colocar en su lugar una rejilla de difracción.

Otros trabajos igualmente importantes que pueden mencionarse son el de Wöllensted y Reyh de los biprismas en cascada (1961), los de Stoyanova (1967) y Anaskin (1969) en el cual se emplean instrumentos para generar haces múltiples que interfieran. Por último podemos mencionar los biprismas magnéticos desarrollados por Kriemml y Search (1960), interferómetro además del interferómetro de espejo desarrollado y perfeccionado por Lichte (1972).

El objetivo de la holografía en microscopía electrónica se centró principalmente en la corrección de la aberración esférica y el aumento de resolución del microscopio, como ya lo hablamos mencionado, sin embargo con el tiempo han aumentado sus posibles aplicaciones como lo veremos en la última parte de este trabajo.

El propósito de la presente tesis es el de introducirnos precisamente al área de holografía en microscopía electrónica, creando un dispositivo que nos permitiese esto, en base a la experiencia ya adquirida por otros científicos (y que esta ya



reportada en distintas referencias.

Para comenzar con nuestro trabajo, el primer paso que llevamos a cabo fue el de familiarizarnos con los conceptos básicos del método holográfico y conocer además algunos aspectos de la microscopía electrónica que nos darían los elementos necesarios para desarrollar adecuadamente nuestra tarea, pues nos permitirían plantear adecuadamente nuestro problema. El resultado de ello lo mostramos en el capítulo I.

Posteriormente investigamos algunos de los dispositivos más conocidos y empleados para realizar holografía en un microscopio electrónico, y en base a criterios de economía y simplicidad del aparato a usarse, elegimos el biprisma electrostático (capítulo II).

Luego de realizar la elección del dispositivo holográfico, analizamos algunas de sus propiedades opto-electrónicas, para diseñar y construir nuestro aparato, como veremos en el capítulo III. A continuación, en este mismo capítulo, podremos conocer algunos de los métodos de preparación de las muestras que emplearemos en nuestra investigación.

En el capítulo IV presentamos los resultados y conclusiones obtenidas, luego de estudiar el funcionamiento de nuestro biprisma electrostático, presentando algunas comparaciones entre los datos teóricos y experimentales del problema.

Por último, presentamos algunas posibles aplicaciones de la holografía en microscopía electrónica, con el objeto de dar pie a futuras investigaciones en esta rama de la ciencia y todos los sectores relacionados con ella.

## REFERENCIAS

Para ampliar la información se recomiendan:

I.1 Seroko L. M. *Holography and Coherent Optics*. (1980). Plenum Press. 3-30.

I.2 Magnan Claude. *Traité de Microscopie Electronique*, vol I. (1961). ed Hermann.

I.3 Heidenreich G. F. *Fundamentals of Transmission Electron Microscopy*. H.T.P. & A. vol VIII. ed. Wiley & Sons (1964). cap. V.

I.4 Missiroli G.F. *Electron Interferometry and Interference Electron Microscopy*, J. Phys. E: Sci. Instrum. vol 14. (1981). 649-671.

## CAPITULO I

### CONCEPTOS BASICOS

#### 1.1 Introducción.

Para poder entender los principios fundamentales en que se basa la holografía con haces de electrones, es necesario discutir, en primera instancia, las ideas básicas de la técnica holográfica así como el funcionamiento esquemático del microscopio electrónico a la luz de principios ópticos comunes.

Empecemos por analizar en qué consiste el proceso de formación de una imagen en ausencia de lentes por reconstrucción de frentes de onda.

#### 1.2 Principios Teóricos de la Holografía.

La holografía es una técnica a partir de la cual es posible almacenar y reproducir una imagen por comparación de dos haces capaces de generar un patrón de interferencia estable; en este caso, la emulsión fotográfica (o placa holográfica) funciona como una ventana a través de la cual el objeto puede examinarse desde direcciones diferentes revelando una perspectiva variable. Es necesario aclarar que en el proceso, la formación de la imagen se produce en ausencia de lentes por reconstrucción de frentes de onda.

Los frentes de onda - superficies de fase constante en una onda que se propaga - sufren modificaciones en su amplitud y fase al ser reflejados o dispersados por la superficie de un objeto opaco, o bien cuando son transmitidos a través de un medio transparente. En general, las técnicas de registro convencionales, tales como la fotografía, registran estas variaciones sobre superficies planas sensibles a la intensidad de los haces incidentes, pero la información relativa a las fases de las ondas provenientes de diferentes puntos del objeto se pierde. Esto se debe a que el tiempo de respuesta de cualquier detector es comparablemente mayor al período temporal de una onda, ya sea electromagnética o bien de materia que es el caso que nos ocupa. Por esta razón tal registro no es más que una proyección bidimensional del objeto en el plano de la fotografía

impidiéndonos de esta manera observar lo que ocurre en puntos fuera de ese plano.

Un holograma en cambio, es un patrón de interferencia que, por su naturaleza, contiene tanto la información de amplitud como de fase de las ondas que al incidir sobre un medio perturbativo (pueden ser campos de materia o bien de otro tipo) son dispersadas o reflejadas viendo alteradas sus características iniciales. La imagen se obtiene entonces, iluminando este patrón con un haz y mediante un proceso de difracción que altera sus propiedades es capaz de reconstruir los frentes de onda provenientes del objeto aunque éste ya no se encuentre ahí.

Como podemos notar, en el proceso de formación de un holograma, interviene de forma trascendental el carácter ondulatorio de los haces que inciden sobre el objeto del cual se quiere obtener una imagen. Así, un holograma puede generarse con ondas electromagnéticas, acústicas e incluso, con haces de electrones o de cualquier otro tipo de partículas, siempre que, cada uno de ellos cumpla con un conjunto de características esenciales discutidas a lo largo del presente capítulo. Sin embargo, es importante que no perdamos de vista el origen físico de cada uno de los campos involucrados, ya que mientras las ondas electromagnéticas pueden ser interpretadas en términos de fuerzas clásicas (presión de radiación, etc.), la amplitud asociada con ondas de partículas, se interpreta en términos de una densidad volumétrica de probabilidad.

Dada la familiaridad que existe con la óptica convencional, empezaremos por entender el proceso suponiendo el manejo de ondas electromagnéticas, para extenderlo después, en base a la validez del principio de superposición, al caso de ondas de materia, usando así, los mismos principios matemáticos en ambos casos.

### 1.3 Holografía con Ondas Electromagnéticas.

Como ya mencionamos, la idea fundamental para obtener un registro completo del campo, en este caso electromagnético, dispersado por un objeto cualquiera en el espacio, se basa en el hecho de poder registrar todas las variaciones que en él se

producen como resultado de su interacción con la materia. Sin embargo, no hay material sensible a la luz que pueda, por sí mismo, reaccionar a los cambios de fase de una onda incidente que es, en última instancia, la característica de la onda que nos da información sobre las variaciones del índice de refracción o del espesor del objeto. Esto se debe a que la frecuencia de las ondas luminosas es del orden de  $10^{15}$  Hz, por lo que ningún detector puede responder a variaciones tan extremadamente rápidas. De ésta manera, para registrar la información de fase, debemos convertirla en variaciones de intensidad que sean susceptibles de ser almacenadas en un medio fotosensible.

Uno de los métodos más importantes para registrar las variaciones de fase, se basa en el fenómeno de interferencia que es en esencia el que interviene en el proceso de formación de un holograma.

El fenómeno de interferencia es una consecuencia de la adición vectorial de los campos electromagnéticos de dos o más haces de luz en la región de su intersección. En Holografía, la información acerca de las distancias relativas de distintos puntos en el objeto o bien, acerca de cambios en el índice de refracción del mismo, es registrada en términos del camino que sufren los rayos procedentes de esos puntos. Estas diferencias de camino óptico son registradas por la comparación de dichos rayos con un haz de referencia, respecto al cual, las diferencias de fase se encuentran bien definidas. Esto siempre es posible porque cuando dos haces se superponen, la intensidad en la región de intersección varía de punto a punto, entre máximos que exceden la suma de las intensidades de cada haz y mínimos que llegan a ser cero cuando los campos son iguales en magnitud y opuestos en dirección, generándose de esta manera un sistema complejo de bandas oscuras y claras en el que las variaciones de fase se han convertido en variaciones de intensidad. Tal es la naturaleza que exhibe el fenómeno de interferencia.

En este punto, es conveniente introducir el concepto de coherencia, dado que, aún cuando toda la radiación

electromagnética y en general, todo tipo de onda que satisfaga el principio de superposición<sup>1</sup>, es susceptible de interferir, un patrón de interferencia estable, en el que las diferencias de fase estén bien definidas, solo puede ser generado por ondas coherentes o por lo menos parcialmente coherentes.

Cuando una onda exhibe completa coherencia, en ella es perfectamente predecible la conexión entre la amplitud y la fase de cualquiera dos puntos sobre los frentes de onda que la conforman. Para entender cualitativamente este concepto, supongámonos que tenemos un tren de ondas luminosas cuasimonoenergéticas<sup>2</sup> cuya frecuencia angular es  $\omega = 2\pi\nu$ , de manera tal que el campo eléctrico en un punto  $Q(x, y, z)$  del espacio puede escribirse como:

$$E(x, y, z) = A(x, y, z) \cos(\omega t + \phi(x, y, z))$$

donde  $\phi(x, y, z)$  represente la fase asociada al frente de onda en el punto  $Q$ . Así, una onda es coherente cuando la diferencia de fases puede definirse con precisión para cualesquiera dos frentes de onda del tren.

Es posible distinguir entre dos tipos de coherencia y dado que ambos juegan un papel importante en holografía, nos detendremos a analizar con cierto detalle sus diferencias. Una de ellas es conocida como coherencia transversal o espacial, y se encuentra relacionada con el hecho de que, dados dos puntos  $A$  y  $B$  - como los mostrados en la figura 1 - que posean una separación perpendicular a la dirección de propagación, entre ellos

1 Aún cuando no se cumpla la condición de coherencia, es posible obtener patrones de interferencia con ondas de frecuencia distinta y cuyas fases no estén correlacionadas. Un tratamiento completo de este caso se puede encontrar en el libro de Wolf (ref. 1.4) y en el libro de Borok (ref. 1.2).

2 La propiedad de monoenergicidad de un haz de partículas, está referida a su distribución energética. El tratamiento de este caso se discute con cierto detalle en la sección 1.3.1 del presente capítulo.

persistirá siempre una relación de fase bien definida al transcurrir el tiempo. De esta manera, la diferencia de fase  $\phi_A - \phi_B$  es una cantidad determinada que no fluctúa azarosamente con el tiempo. Notemos sin embargo que la existencia de la coherencia transversal en un haz, no requiere que las fases de A y B estén, por sí mismas, bien definidas.

El otro tipo de coherencia necesaria en holografía es la coherencia longitudinal o temporal. Cuando se tiene coherencia longitudinal, hablamos estrictamente de la existencia de un valor definido para la diferencia de fase entre los puntos B y C, siendo C un punto a lo largo de la dirección de propagación de B.

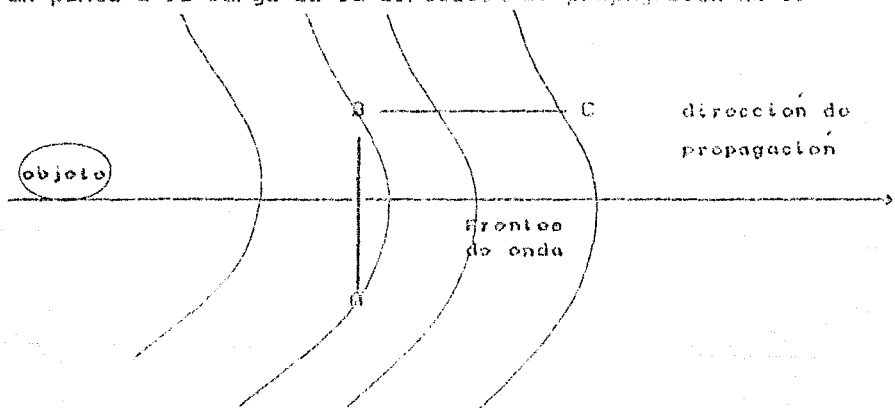


Figura 1. Diagrama respecto al cual se define la diferencia de fase entre los puntos A, B y C.

La coherencia temporal de una fuente luminosa está íntimamente determinada por la pureza espectral de su radiación, es decir, se encuentra definida en términos de su monocromaticidad. Por otro lado, la coherencia espacial está gobernada por el tamaño real de la fuente, ya que, una condición importante es la alta direccionalidad del haz producido por la misma.

Sin embargo, en la naturaleza no existe una fuente estrictamente monocromática, puesto que el tamaño real de la misma es siempre finito, en tanto la longitud de onda está sujeta a variaciones al azar en el tiempo y el espacio, de manera tal que toda fuente emite un cierto espectro de energías.

Así, cuando las variaciones de fase de una onda son al azar, es conveniente describirla a través de la función de mutua coherencia (ref. 1.2 cap. 3), definida en términos de la correlación transversal de las funciones complejas que describen a la onda en dos puntos del espacio a diferentes tiempos. Entonces, si  $U(\vec{x}, t)$  es la función compleja<sup>3</sup> asociada con el campo escalar de la onda, la función de coherencia mutua se define como:

$$\Gamma(\vec{x}_1, \vec{x}_2, \tau) = \Gamma_{12}(\tau) = \langle U(\vec{x}_1, t+\tau) | U(\vec{x}_2, t) \rangle \quad (1)$$

para ondas estacionarias (ver Gathey: Optical information processing (ref 1.3) & Soroko ref 1.2). Los paréntesis se refieren en este caso a un promedio temporal dado por:

$$\Gamma_{12} = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{2} \int_{-T}^T U(\vec{x}_1, t+\tau) U(\vec{x}_2, t) dt \quad (2)$$

Para ilustrar el efecto del grado de coherencia en la formación de franjas de interferencia, fijémosnos en una fuente plana de tamaño  $\sigma$ , a partir de la cual se propagan dos ondas cuya función compleja correspondiente es  $U(\vec{x}, t)$  que parten desde los puntos  $x_1$  y  $x_2$ ; como los campos electromagnéticos satisfacen el

3 Si tenemos una onda cuasimonocromática de frecuencia  $\omega_0$  y ancho de banda  $\Delta\omega$ , es posible escribir la función que describe matemáticamente su propagación como:

$$U(\vec{x}, t) = f(\vec{x}, t) \exp(-i\omega_0 t)$$

donde  $f(\vec{x}, t)$  es una función compleja de la forma:

$$f(\vec{x}, t) = a(\vec{x}, t) \exp(i\phi(\vec{x}, t))$$

conocida también como señal óptica y representa la amplitud compleja de las oscilaciones de la onda. Lo mismo puede hacerse en el caso de ondas de materia por la forma que tiene el hamiltoniano correspondiente.



principio de superposición, el campo resultante de  $x_1$  y  $x_2$  en el punto P donde se intersectan está dado por:

$$U(P,t) = AU(x_1, t-t_1) + BU(x_2, t-t_2) \quad (3)$$

siendo  $t_1$  y  $t_2$  los períodos de tiempo requeridos para que las ondas se propaguen desde  $x_1$  y  $x_2$  a su punto de intersección, esto es:

$$t_i = |\bar{r}_i| / v_i \quad v_i \equiv \text{Velocidad de propagación de la onda } i.$$

$$|\bar{r}_i| \equiv \text{distancia de } x_i \text{ a P.}$$

A y B son factores proporcionales al tamaño de la fuente, al ángulo de incidencia de la onda y a los valores de  $r_1$  y  $r_2$ . Así, la intensidad en cualquier punto del plano de observación es:

$$I(P) = \langle |U(P,t)|^2 \rangle = |A|^2 \langle U_1(t-t_1) | U_1(t-t_1) \rangle$$

$$+ |B|^2 \langle U_2(t-t_2) | U_2(t-t_2) \rangle$$

$$+ AB^* \langle U_1(t-t_1) | U_2(t-t_2) \rangle$$

$$+ A^* B \langle U_2(t-t_2) | U_1(t-t_1) \rangle \quad (4)$$

la cual puede reescribirse para ondas estacionarias como:

$$I(P) = I_1(\bar{r}) + I_2(\bar{r}) + |AB| \langle U_1(t+\tau) | U_2(t) \rangle + |AB| \langle U_2(t) | U_1(t+\tau) \rangle$$

siendo  $\tau = t_1 - t_2$ . Así:

$$I(P) = I_1 + I_2 + 2|AB| \text{Re} \Gamma_{12}(\tau) \quad (5)$$

cuyo argumento es:

$$\alpha_{12}(\tau) - \delta \equiv \arg \Gamma_{12}(\tau)$$

y siendo:

$$\delta = 2(r_2 - r_1) / \lambda$$

con  $\bar{\lambda}$  el valor medio de la longitud de onda.

De esta manera, la intensidad de la onda en el punto de intersección se puede escribir en términos de dicha función armónica:

$$I(P) = I_1 + I_2 + 2|AB| \left| \Gamma_{12}(\tau) \right| \cos(\alpha_{12}(\tau) - \delta) \quad (6)$$

Por otro lado, sabemos que el factor de normalización de la función de coherencia mutua<sup>4</sup> es tal que:

$$\gamma_{12}(\tau) = \left\{ \Gamma_{12}(\tau) \right\} / \left\{ \Gamma_{11}(0) \right\}^{1/2} \left\{ \Gamma_{22}(0) \right\}^{1/2} ; \quad 0 \leq |\gamma_{12}| \leq 1$$

de tal suerte que (6) pueda finalmente expresarse como:

$$I(P) = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} |\gamma_{12}(\tau)| \cos(\alpha_{12}(\tau) - \delta) \quad (7)$$

De esta ecuación podemos notar que, la condición de coherencia total ocurre en el caso en que  $|\gamma_{12}| = 1$ . Si las ondas son mutuamente incoherentes  $|\gamma_{12}| = 0$ , de tal manera que:

$$I(P) = I_1 + I_2$$

indicando que la superposición es sólo la suma de las intensidades como ya se había mencionado. Para valores de  $|\gamma|$  entre cero y uno, los campos son parcialmente coherentes. Por consiguiente, el valor de  $|\gamma|$  determina la visibilidad de las franjas formadas, la cual por su parte, se encuentra definida como:

$$V = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max} + I_{\min}}$$

donde:

$$I_{\max} = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} |\gamma_{12}(\tau)|$$

$$I_{\min} = I_1 + I_2 - 2\sqrt{I_1 I_2} |\gamma_{12}(\tau)|$$

<sup>4</sup> Recordemos que, para normalizar una función pedimica:

$$\int |\overline{v(x)}| dx = 1$$

en el caso de la función de coherencia mutua  $\overline{v(x) v(x')}$   $\Gamma_{12}(0)$ . Para más detalles, ver la referencia 1.2 sección 9.

La localización de los máximos y los mínimos está determinada por los valores de  $\alpha_{12}(\tau)$  y  $\delta$ . Así, la visibilidad de las franjas queda determinada en términos de la función de coherencia mutua como:

$$V = \frac{2\sqrt{I_1} \sqrt{I_2} |\gamma_{12}(\tau)|}{I_1 + I_2}$$

Este resultado es de suma importancia dado que, el grado de coherencia entre los puntos  $x_1$  y  $x_2$  puede obtenerse a partir de la medición de la visibilidad de las franjas formadas.

La calidad de un holograma, concebido como un interferograma microscópico, es entonces función directa del grado de coherencia existente entre las ondas que lo generan. Un bajo grado de coherencia significaría un registro pobre de franjas como lo esquematiza la figura 2, en donde se muestran diversos valores de  $\gamma_{12}$  como función de  $d$  (separación entre  $x_1$  y  $x_2$ ).

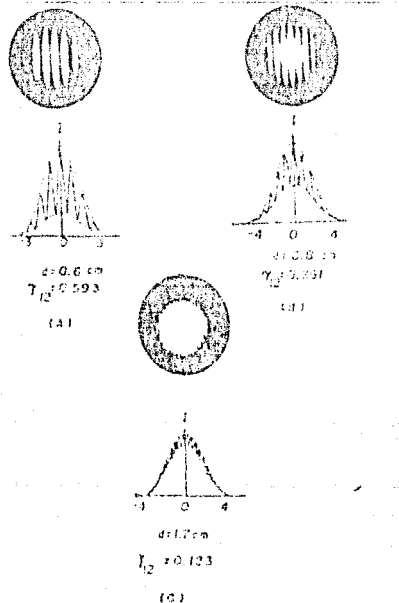


Figura 2. Interferencia entre dos ondas parcialmente coherentes mostrando la variación en la visibilidad al aumentar  $d = x_2 - x_1$ .

Las gráficas muestran una disminución en la visibilidad de las franjas al aumentar la separación entre  $x_1$  y  $x_2$ . De esta manera, la región de mayor separación que aún puede generar un patrón de interferencia bien definido es conocida como área de coherencia.

La discusión anterior nos da una idea bastante clara de la dependencia que existe entre el grado de coherencia y el tamaño de la fuente.

Así, cuando  $r \rightarrow 0$ , esto es  $r_1 = r_2$ , la visibilidad de franjas determina esencialmente el grado de coherencia espacial entre  $x_1$  y  $x_2$ . Para una fuente cuasimonocromática, el grado de coherencia entre los campos eléctricos de estos dos puntos está dado por la expresión:

$$\gamma(P) = \frac{\langle U_1(t) | U_2(t) \rangle}{\{ \langle U_1(t) | U_1(t) \rangle \langle U_2(t) | U_2(t) \rangle \}^{1/2}} \quad (8)$$

Por otro lado, la coherencia temporal de los campos se evidencia cuando la función de mutua coherencia se reduce a la función de autocorrelación  $\Gamma(x_1, x_2, \tau)$ , esto es, cuando  $x_1$  y  $x_2$  coinciden. En tal caso, el grado de coherencia posee sólo una dependencia temporal expresada como:

$$\gamma(\tau) = \frac{\langle U(\tau) | U(t+\tau) \rangle}{\langle U(t) | U(t) \rangle} = \frac{\Gamma(\tau)}{\Gamma(0)}$$

donde se define el tiempo de coherencia por la expresión:

$$(\Delta\tau)^2 = \frac{\int_{-\infty}^{\infty} \tau^2 |\Gamma(\tau)|^2 d\tau}{\int_{-\infty}^{\infty} |\Gamma(\tau)|^2 d\tau}$$

siendo esta una medida de la correlación de una onda a un tiempo  $t$  con otro frente al tiempo  $t+\Delta\tau$ .

Hasta aquí hemos establecido las condiciones bajo las cuales es posible obtener un patrón de interferencia estable que posea, de manera codificada la información de las variaciones en amplitud

y fase de frentes de onda dispersados al interactuar con la materia, sin embargo, estas variaciones están referidas respecto a valores de fase y amplitud sin cambios temporales y espaciales, de manera que exista cierta correlación entre todos los haces dispersados por el objeto y un cierto haz de referencia que permita la formación del interferograma. Este es el primer paso en la formación de una imagen holográfica y consiste únicamente en el registro de la información.

Entendamos formalmente lo que ocurre. Supongamos que una onda coherente es dispersada por un objeto de manera tal que puede escribirse como una función de la forma:

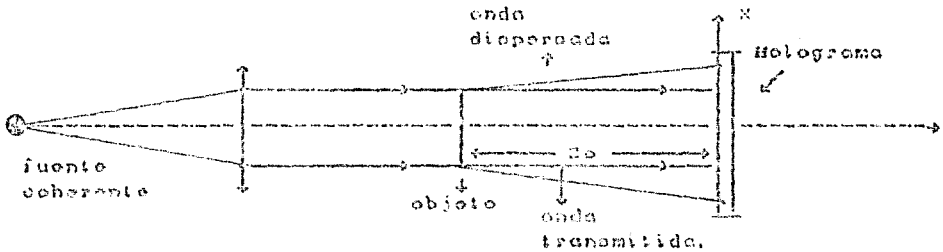
$$U(\vec{r}) = a(\vec{r}) e^{i\varphi(\vec{r})}$$

siendo la distribución de amplitud  $a(\vec{r}) = |U(\vec{r})|$  y su distribución de fase  $\varphi(\vec{r})$ . Tomemos ahora como haz de referencia una onda plana  $r = r_0 \exp(i\varphi_0)$  respecto a la cual quedarán registradas las variaciones de  $a(\vec{r})$  y  $\varphi(\vec{r})$  sobre la placa fotográfica, de esta manera, la intensidad registrada por la placa es, como ya discutimos:

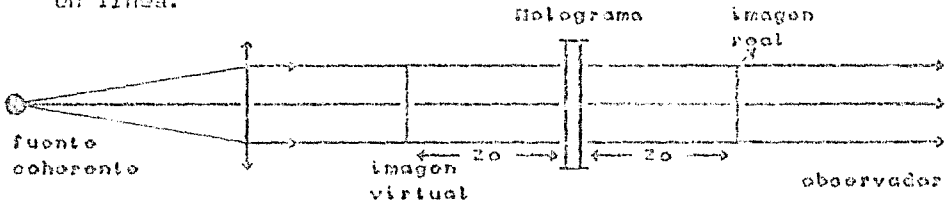
$$I = |a|^2 + |r_0|^2 + rU^* + r^*U, \quad |r_{12}| = 1$$

Ahora bien, consideremos que el ángulo de incidencia de la onda de referencia es  $\theta$  de manera que no coincida con la dirección de incidencia de la onda transmitida por el objeto. Los términos  $rU^*$  y  $r^*U$  que llevan la información de fase son el complejo conjugado uno del otro, por lo que se tiene en un solo patrón de interferencia la codificación de dos imágenes, una real y otra virtual del mismo objeto. En el caso en que estos haces fuesen colineales, al reconstruir el holograma, obtendríamos ambas imágenes simétricamente colocadas alrededor de la placa lo que genera una superposición de las mismas disminuyendo la nitidez del registro (ver ref. 1.3, 1.4: Dennis Gabor.). El proceso anterior, se esquematiza en la figura 3., en este caso, se usa un objeto altamente transparente con el fin de utilizar el haz transmitido como haz de referencia, haciéndolo posteriormente interferir con

la onda dispersada. El paso de la reconstrucción se realiza haciendo incidir luz coherente<sup>5</sup> sobre el holograma observándose claramente las posiciones de las imágenes en un mismo eje.



a) Sistema Óptico a partir del cual puede registrarse un holograma en línea.



b) Sistema para la reconstrucción de un holograma en línea.  
 Note la formación de las dos imágenes y su distribución.

Figura 3.

En cambio, si se garantiza que estos haces no son colineales, en el proceso de reproducción del objeto, ambas imágenes estarán convenientemente separadas, Este es el caso que nos ocupa y fué desarrollado en 1965 por E. Leith y J. Upatnieks (ver ref 1.6).

Para este caso  $\theta \approx 2\pi\theta/\lambda$ . Con este registro se genera una transparencia; sin embargo, ahora el problema es como, a partir de ella podemos reproducir la escena original, para esto, es necesario mencionar en que consiste el fenómeno de Difracción.

<sup>5</sup> Actualmente se han desarrollado técnicas de reconstrucción con luz blanca, esto es, con haces incoherentes. Un análisis muy completo de este caso lo presenta Hariharan en su libro: Optical Holography (ver ref 1.6)

La Difracción ocurre cuando efectos de interferencia se presentan en ondas generadas como resultado de la dispersión de frentes de onda por inhomogeneidades microscópicas y macroscópicas del medio sobre el cual inciden. Esto es el fenómeno que nos va a permitir reconstruir el objeto grabado interferográficamente. Entendámonos primero cualitativamente que es lo que ocurre.

Especemos por el caso más simple, esto es, aquel en que ninguno de los haces que interfieren ven modificadas sus propiedades por interacción con algún objeto en el espacio, esquemáticamente tenemos:

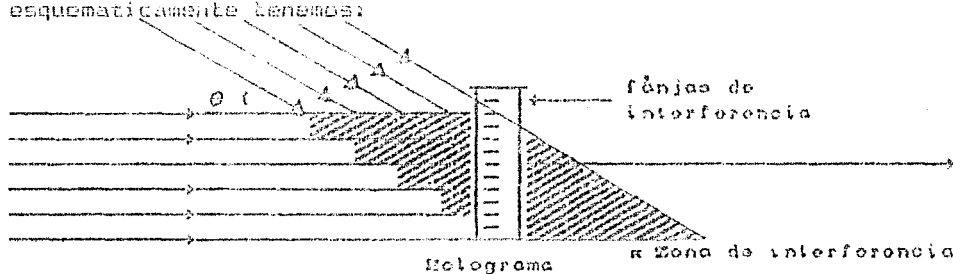


Figura 4. Interferencia de dos haces mutuamente coherentes con un ángulo de inclinación y longitud de onda iguales

El registro que se genera en el plano del holograma, está formado por franjas microscópicas equidistantes separadas por distancias del orden de  $\lambda/\theta^2$ , de manera que el patrón de interferencia tiene la estructura de una rejilla de difracción. Cuando se ilumina esta rejilla con un frente de onda plano, al emerger se produce una separación característica (según la placa holográfica) de los frentes de onda. Esto ocurre porque sólo algunos de los rayos se encuentran con las franjas de máxima densidad siendo reflejados o absorbidos sin que puedan pasar al otro lado de la placa. Esta separación del frente de onda está acompañada por la aparición de un gran número de haces

<sup>6</sup> La deducción de la separación entre franjas se detalla en el capítulo 2, dentro del cual se considera la interferencia generada por el biprisma electrostático. Para mayor detalle ver el Zajac: Optica (ref 2.7).

secundarios. Así, cada franja transparente genera una fuente de ondas secundarias, las cuales se intersectan e interfieren. De esta manera, dos frentes de onda orientados en ángulos  $\theta$  y  $-\theta$  respecto al vector de propagación de la onda incidente forman los haces principales de la reconstrucción. Sin embargo, otro conjunto de haces viajando en ángulos  $\pm 2\theta$ ,  $\pm 3\theta$ , etc, aparecen también, pero sus intensidades caen rápidamente al incrementarse el ángulo. Los dos haces principales generan entonces la imagen real y virtual registradas en el interferograma. El proceso anterior se esquematiza en la figura 5.

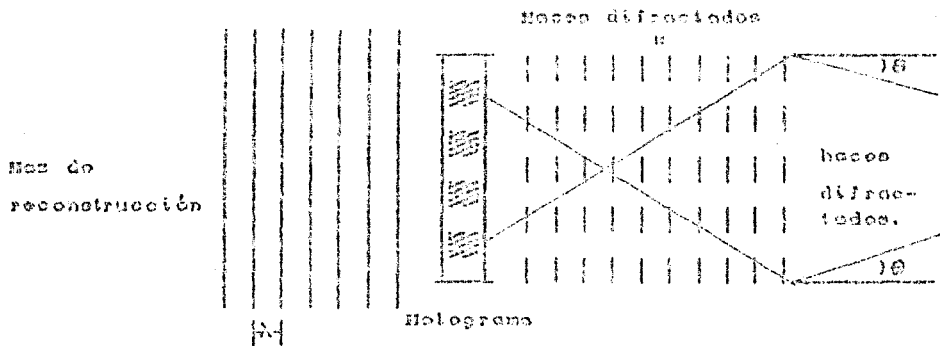


Figura 5. Onda plana incidiendo sobre un holograma periódico. Observarse el comportamiento del holograma como rejilla de difracción. Los haces difractados generan dos haces principales que a su vez forman las imágenes real y virtual del haz "objeto" de la figura 4.

De manera idéntica son formadas las imágenes real y virtual de un objeto cualquiera. En este caso, cada punto del objeto produce su propio sistema de franjas, las cuales tienen diferentes anchos y no son necesariamente equidistantes, generando una compleja rejilla de difracción. Las variaciones de las distancias entre las franjas de máxima densidad resultan en cambios locales en las direcciones de propagación de los haces secundarios producto de la difracción. De esta manera, se generan dos frentes de onda esféricos en el proceso de reconstrucción del objeto original. Uno de ellos es convexo y otro concavo, en el primer



caso se obtiene la imagen virtual, mientras que el segundo corresponde a la imagen real del objeto en cuestión, sin embargo, ambas aparecen simultáneamente y con la misma intensidad (ver figura 4.)

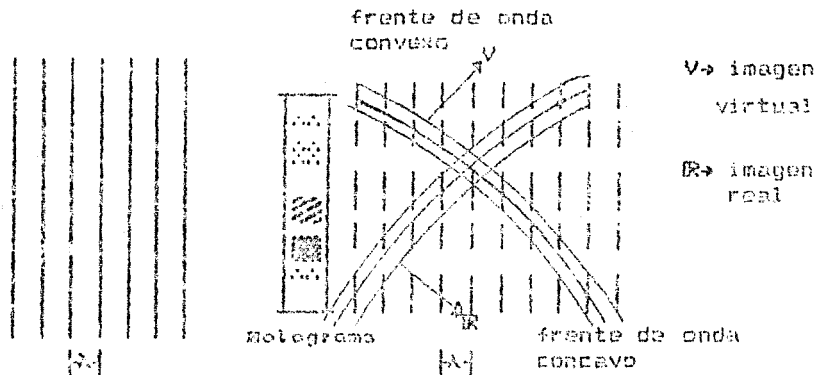


Figura 4. Reconstrucción de una fuente puntual. Puede observarse que el holograma consiste de una distribución no uniforme de franjas claras y oscuras. La imagen virtual de la fuente se genera a partir del frente de onda convexo, mientras que la imagen real se forma a partir del frente de onda concavo. La reconstrucción de un objeto cualquiera, genera la superposición de un gran número de frentes de onda de este tipo.

Veamos formalmente las características de estas imágenes. Supongamos que el tiempo de exposición de la emulsión fotográfica y su revelado, es tal que, el rango de la densidad óptica, no se extiende más allá de la parte lineal de la curva de respuesta de la emulsión<sup>7</sup> (ver apéndice 1). La razón entre la intensidad transmitida y la intensidad de iluminación que llega a la película durante su exposición es conocida como el factor de contraste  $\gamma$ , de manera que, la amplitud de transmitancia de la película, cuando

<sup>7</sup> En el apéndice 1 se discuten con cierto detalle las propiedades de la emulsión fotográfica. Dado que en la presente tesis no nos detendremos demasiado en el problema de la reconstrucción consideramos más adecuado discutir esta parte en un apéndice al final de la misma.

el patrón de interferencia a sido expuesto es:

$$t = 1^{(\gamma/2)} = |U + r|^{(\gamma/2)} \quad (9)$$

el valor óptimo de  $\gamma$  es  $-2$ , en tal caso:  $t = 1$ . Trabajemos por simplicidad en este rango.

Como en todo proceso en el que se involucre la formación de una imagen, ésta puede generarse con una amplificación distinta al tamaño real del objeto original<sup>8</sup>. Utilicemos los siguientes sistemas de referencia para ubicar los planos objeto, holograma e imagen:

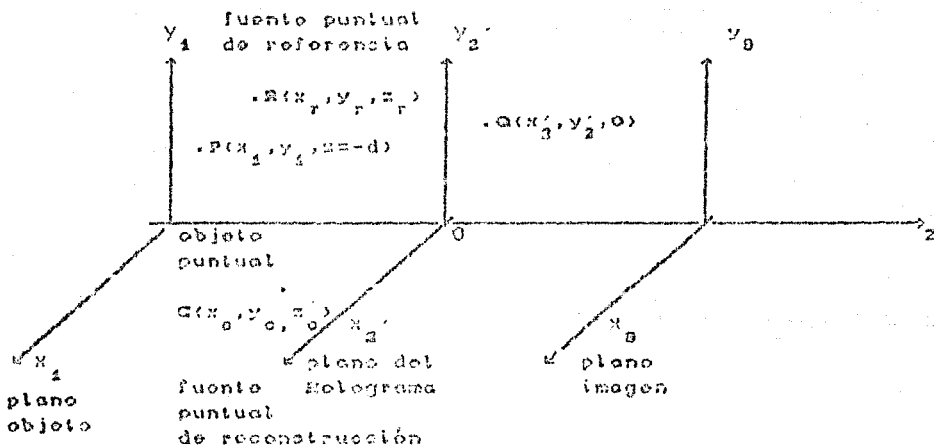


Figura 7. Sistemas de referencia respecto a los cuales se ha calculado la fase de un frente de onda proveniente del objeto, del frente de referencia respecto a un punto Q y de la onda de reconstrucción.

<sup>8</sup> Este análisis es de suma importancia en el desarrollo del presente trabajo por dos razones. La primera tiene que ver con el hecho de que los objetos con los que trabajamos son ya imágenes amplificadas mediante una lente electrónica de muestras microscópicas y segunda, porque la onda de reconstrucción es de un origen completamente distinto al de la onda usada para el registro de longitud de onda de reconstrucción es del orden de  $6328\text{\AA}$ , mientras que la del registro es de  $0.057\text{\AA}$ , lo cual nos permitirá obtener un factor más de amplificación en la imagen final.

Es relativamente sencillo calcular, por consideraciones geométricas<sup>9</sup>, que la fase de la onda objeto en un punto  $\vec{r}$  sobre el plano del holograma es:

$$\phi(\vec{r}) = \frac{2\pi}{\lambda} z_1 \left\{ \left[ 1 + (x_2^2 - x_1^2) + (y_2^2 - y_1^2) \right]^{1/2} - \left[ 1 + (x_1^2 + y_1^2) + z_1^2 \right]^{1/2} \right\}$$

el cual, desarrollado en serie alrededor de  $z_1$  y quedándonos con el término de primer orden, se reduce a:

$$\phi(\vec{r}) = \frac{2\pi}{\lambda} \left\{ \frac{1}{2z_1} \left[ x_2^2 + y_2^2 - 2x_2^2 x_1 - 2y_2^2 y_1 \right] \right\} \quad (9)$$

éste es el término de primer orden en  $1/z_1$  y por simplicidad nos quedaremos solo con ese término de la expansión.

De igual manera,  $\phi_r$  posee la forma:

$$\phi_r = \frac{2\pi}{\lambda} \left\{ \frac{1}{2z_r} \left[ x_2^2 + y_2^2 - 2x_2^2 x_r - 2y_2^2 y_r \right] \right\} \quad (10)$$

Supongamos ahora que la información registrada ha sido amplificado por un factor  $m$ , de manera que las coordenadas en el plano del holograma son:  $x_2 = mx_2^1$ ,  $y_2 = my_2^1$ . Si la onda de reconstrucción posee una estructura del tipo  $O = O_0 \exp(i\phi_0)$ <sup>10</sup> con longitud de onda  $\lambda_0$ , las amplitudes complejas de las ondas difractadas, serán proporcionales a los productos de la amplitud compleja de la onda de iluminación y los términos que conservan la información de fase, esto es:

$$T = O_0 \exp(i\phi_0) t(\vec{r})$$

<sup>9</sup> Para un tratamiento más detallado consultar: Collier, Optical Holography (ref. 1.0). Los pasos fundamentales se esquematizan en el apéndice 2.

<sup>10</sup> Con un procedimiento similar al utilizado para calcular  $\phi$  y  $\phi_r$  se obtiene:

$$\phi_0 = (2\pi/\lambda) (1/2z_0) (x_2^2 + y_2^2 - 2x_2^2 x_0 - 2y_2^2 y_0)$$

de manera que:

$$T = C_0 \exp(i\phi_0) \left\{ |r_0|^2 + |\alpha(\bar{r})|^2 \right\} + CrU^2 + Cr^*U \quad (11)$$

$$T = C_0 \exp(i\phi_0) \left\{ |r_0|^2 + |\alpha(\bar{r})|^2 \right\} + C_0 r_0 \alpha \exp \left[ i(\phi_0 + \phi_r - \phi(\bar{r})) \right] \\ + C_0 r_0^* \alpha \exp \left[ i(\phi_0 - \phi_r + \phi(\bar{r})) \right] \quad (12)$$

Los dos primeros términos de la ecuación (12) corresponden a la onda transmitida. El tercer término es proporcional a la onda dispersada por el objeto, siendo esta la responsable de generar la imagen real, mientras que, el término restante lleva la información de la imagen virtual. Llamemos entonces, por comodidad,  $\phi_{\text{real}}$  a su argumento:

$$\phi_{\text{real}} = \phi_0 + \phi_r - \phi(\bar{r})$$

y análogamente:

$$\phi_{\text{virtual}} = \phi_0 - \phi_r + \phi(\bar{r})$$

Como las longitudes de onda de registro y de reconstrucción no son la misma, introduzcamos el factor  $\mu = \lambda_2 / \lambda_1$ , de manera tal que la fase real queda determinada por la ecuación:

$$\phi_{\text{real}} = \frac{\pi}{\lambda_2} \left\{ x_2^2 + y_2^2 \left[ \frac{1}{z_0} - \frac{\mu}{m^2 z_1} + \frac{\mu}{m^2 z_r} \right] \right. \\ \left. - 2x_2 \left[ \frac{x_0}{z_0} - \frac{\mu x_1}{m z_1} + \frac{\mu x_r}{m z_r} \right] \right. \\ \left. - 2y_2 \left[ \frac{y_0}{z_0} - \frac{\mu y_1}{m z_1} + \frac{\mu y_r}{m z_r} \right] \right\}$$

Como podemos observar,  $\mu$  juega el papel de un factor de amplificación que aparece tanto en la fase como en las coordenadas de la última imagen.

Entonces, si  $\theta_r$ ,  $\theta_0$  y  $\theta_p$  son los ángulos de incidencia de la onda de referencia, de reconstrucción y de aquella generada por un punto P del objeto, respectivamente, el ángulo de difracción correspondiente a la  $\phi_{\text{real}}$  de la onda difractada es:

$$\theta_{\text{real}} = \mu\theta_p + \theta_o - \mu\theta_r$$

de igual manera, el ángulo de la onda difractada que forma la imagen virtual del punto P es:

$$\theta_{\text{virtual}} = \mu\theta_p + \theta_o - \mu\theta_r$$

esquemáticamente tenemos:

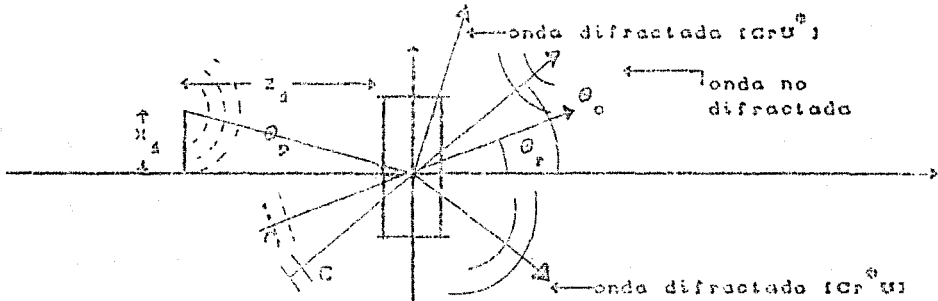


Figura 8. Funcionamiento del holograma como rejilla de difracción. En la figura se muestran los ángulos de incidencia, de los haces de referencia, objeto y de reconstrucción y los correspondientes a los haces de salida después de haber interactuado con la transparencia.

En conclusión, un holograma es un registro, sobre una superficie plana<sup>11</sup>, de un patrón de interferencia producido por la interacción de dos haces, uno conocido como haz de referencia que, en primera aproximación, se propaga a través del espacio sin alteración alguna y otro que sufre un proceso de dispersión al incidir sobre el objeto del cual queremos obtener información. Este registro se produce cuando la combinación de ambos haces se efectúa sobre una película fotográfica sensible a sus variaciones de intensidad. De esta manera, la placa consta de un conjunto de franjas microscópicas que al ser revelada por métodos convencionales adquiere el comportamiento de una compleja rejilla de difracción.

11

Existen también hologramas de volumen, sin embargo para los propósitos de la presente tesis, usaremos emulsiones planas. Para mayor información sobre esta clasificación ver la ref. 1.2.

Resulta sin embargo que el interés del presente trabajo es generar hologramas de objetos microscópicos con un tipo de onda cuya amplitud tiene una naturaleza probabilística, esto es, deseamos hacer el registro con un haz de electrones dentro de un microscopio electrónico. Resulta que lo discutido anteriormente es perfectamente válido para cualquier tipo de onda de materia siempre que cumpla con las condiciones de coherencia impuestas por el método holográfico y es lo que trataremos de argumentar en la siguiente sección.

#### 1.4 Ondas de Electrones.

En 1924 Louis de Broglie propuso, en su trabajo doctoral, la existencia de ondas de materia, tratamiento a partir del cual, un electrón puede ser tratado como el cuanto de una onda de electrones con longitud de onda  $\lambda = h/p$ , siendo  $p$  el momento lineal de la partícula y  $h$  la constante de Planck. En esencia, la teoría de la dualidad onda - partícula de la materia fué confirmada experimentalmente por Davison y Germer (Ver ref.1.10) años después.

Deducida de las ecuaciones de Maxwell, la ecuación de onda para campos electromagnéticos se escribe como:

$$\nabla^2 \Psi = \epsilon \mu \frac{\partial^2 \Psi}{\partial t^2}$$

siendo  $\epsilon$  la constante dieléctrica y  $\mu$  la permitividad magnética del medio de propagación. Cuando se tiene dispersión puramente elástica, es posible asociar una sola frecuencia  $\omega^{12}$  a  $\Psi(\vec{r}, t)$ , por lo que puede suponerse que la función de onda es de la forma:

$$\Psi = \Psi_0 \exp(i\omega t)$$

12 Si tenemos más de una frecuencia, la intensidad puede calcularse para cada longitud de onda separadamente y sumándolas después.

de esta manera, tal ecuación es siempre susceptible de reescribirse como:

$$\nabla^2 \Psi + k^2 \Psi = 0 ; \quad \text{con } k = \sqrt{\epsilon\mu} \omega \quad (13)$$

siendo la función de onda electromagnética, una solución de la ecuación (13) conocida como ecuación de Helmholtz, de tal suerte que su módulo al cuadrado está asociado con fuerzas clásicas.

Para el caso de electrones o de otras partículas en un potencial electrostático, la ecuación de onda correspondiente es la ecuación de Schrödinger, es decir:

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \nabla^2 \Psi + eV(\vec{r}) \Psi = -i \hbar \frac{\partial \Psi}{\partial t} \quad (14)$$

representando ahora  $|\Psi|^2$  la probabilidad de encontrar a un electrón en una unidad de volumen bajo el potencial electrostático  $V(\vec{r})$ . Como podemos notar, en este caso el operador Hamiltoniano no posee dependencia temporal alguna dado que, los operadores  $V(\vec{r})$  y  $p(\vec{r})$  no dependen explícitamente de  $t$ , por lo que la solución general puede expresarse como:

$$\Psi(\vec{r}, t) = \Psi(\vec{r}) T(t)$$

donde la parte temporal es  $T(t) = A \exp [iEt/\hbar]$ , siendo  $E$  la energía total del sistema y  $\Psi(\vec{r})$  satisface la ecuación de valores propios independiente del tiempo:

$$\nabla^2 \Psi(\vec{r}) + \frac{2me}{\hbar^2} \left\{ E + V(\vec{r}) \right\} \Psi(\vec{r}) = 0 \quad (15)$$

Si definimos ahora el número de onda como:

$$k^2 = \frac{2me}{\hbar^2} \left\{ E + V(\vec{r}) \right\}$$

volvemos a obtener una ecuación diferencial tipo Helmholtz:

$$\nabla^2 \Psi(\vec{r}) + k^2 \Psi(\vec{r}) = 0$$

Vemos entonces que, tanto las ondas electromagnéticas como las asociadas a partículas satisfacen una ecuación cuya estructura es idéntica. Una propiedad fundamental de las soluciones a tal ecuación es que la suma de un conjunto cualquiera de soluciones también es solución, en términos más exactos,  $\Psi(\vec{r}, t)$  forma un conjunto completo. Así, el principio de superposición también es válido para ondas de materia, el cual es fundamental en todo proceso de interferencia y difracción.

Basta con estas consideraciones para extender la validez de los principios de la Holografía con luz a los de Holografía con haces de partículas. La idea ahora es conseguir el interferograma a partir de la interferencia de dos haces de electrones, para luego reconstruir la imagen con ondas electromagnéticas altamente coherentes. Para entender como intentamos lograrlo, hagamos una sonera descripción del funcionamiento de un microscopio electrónico de transmisión, deteniéndonos un poco más en el análisis de la coherencia de sus fuentes.

### 1.5 Descripción del Microscopio Electrónico.

El microscopio electrónico con el que trabajamos es un JEOL - 100CX y un diagrama aproximado de lo que contiene se muestra en la figura 9.

Los componentes ópticos del microscopio electrónico, pueden ser divididos en tres grupos de acuerdo a su función. Uno de estos grupos lo forma el sistema de iluminación, compuesto por el cañón de electrones y un arreglo de lentes condensadoras. El otro está formado por el sistema de lentes objetivas, que se encarga de formar la imagen de la muestra en cuestión con una amplificación que oscila entre los 50 y 100 X. Finalmente, se tiene el sistema amplificador, que consiste de un arreglo de lentes proyectores proporcionando así la amplificación final de la imagen. Empecemos por describir a groso modo el sistema de iluminación, siendo éste sistema el encargado de darnos la coherencia necesaria para el registro.



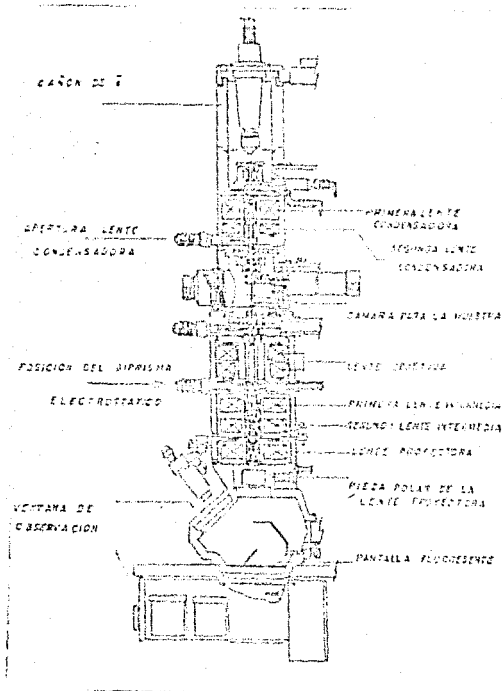


Figura 9. Esquema de un microscopio electrónico. La flecha indica la posición de la apertura limitadora de campo donde nosotros colocaríamos el divisor de haz necesario para hacer Holografía fuera de eje.

### 1.5.1 Sistema de Iluminación.

#### 1) Cóno de electrones.

El cañón es tan sólo un sistema de emisión de electrones dentro de una cámara de vacío en donde son acelerados a través de una diferencia de potencial. Sin embargo, el haz generado debe cumplir una serie de requisitos de tal suerte que sea capaz de iluminar regiones muy pequeñas de una muestra dada, lo más libre de aberraciones cromáticas posible y a su vez muy energético e intenso para poder obtener un alto poder de resolución y buena

visibilidad. Entonces, se requiere un haz con alta brillantez y alta coherencia tanto espacial como temporal.

Discutamos primero la coherencia del sistema. Los electrones que emergen del filamento caliente son emitidos en una gran variedad de estados cuánticos, esto es, poseen un rango de energías diferentes descrito aproximadamente por la distribución de Maxwell, moviéndose a sí mismo en direcciones diferentes y siendo emitidos desde distintos lugares del cátodo.

Ante esto, describamos en primera instancia, la propagación de la función de onda asociada a un electrón a través del espacio libre haciéndolo con mayor detalle respecto al análisis de la sección 1.4. Sea  $\Psi(\vec{r}, t)$  tal función, de manera que satisfaga la ecuación de Schrödinger:

$$H \Psi(\vec{r}, t) = - (\hbar^2/2m) \nabla^2 \Psi(\vec{r}, t) + V(\vec{r}) \Psi(\vec{r}, t) = 0$$

Como ya vimos esta ecuación nos lleva a una ecuación tipo Helmholtz dando el número de onda es  $k^2 = 2mE/\hbar^2$ . Ahora bien, si se supone  $\Psi(\vec{r})$  conocida en un plano  $z=0$  y llamando  $\vec{r}_0$  al radio vector que describe la posición de un punto P cualquiera en este plano, de tal suerte que:

$$\left\{ \Psi(\vec{r}) \right\}_{z=0} = \Psi_0(\vec{r}_0)$$

entonces se obtiene, a partir de la fórmula de Rayleigh - Sommerfeld<sup>13</sup>, la función de onda  $\Psi(\vec{r})$  en  $z > 0$ :

$$\Psi(\vec{r}) = -2 \int_{\sigma} \Psi_0(\vec{r}_s) \frac{\partial}{\partial z} \exp \left[ \frac{ik(|\vec{r} - \vec{r}_s|)}{|\vec{r} - \vec{r}_0|} \right] d^3 \vec{r}_s$$

siendo  $\sigma$  una región en el plano  $z=0$ . En términos físicos,  $\sigma$  es el tamaño de la fuente.

Esta expresión se simplifica ampliamente bajo nuestras condiciones prácticas. Resulta que para un microscópico electrónico cuyo potencial acelerador sea 100 kev, el número de onda de un

<sup>13</sup>

Ver ref. 1. © : J. W. Goodman p. p. 62-67.

electrón es del orden de:

$$K = \frac{2\pi}{\lambda} \quad ; \quad \lambda \cong 0.037 \text{ \AA} \quad , \quad \Rightarrow \quad K \cong 1.678 \times 10^{12} \text{ m}^{-1}$$

de tal suerte que se cumple la condición :  $K|\vec{r} - \vec{r}_0| \gg 1$ . Ahora bien, podemos desarrollar el denominador como :  $|\vec{r} - \vec{r}_0| \cong |\vec{r}| = z$  a partir del teorema del binomio, mientras que para el exponente usamos hasta la aproximación de 2º orden :

$$|\vec{r} - \vec{r}_0| \cong |\vec{r}| - \vec{r}_0 \cdot \frac{\hat{r}}{r} = |\vec{r}| - \vec{r}_0 \cdot \frac{\vec{r}}{z}$$

de donde se obtiene la aproximación :

$$\Psi(\vec{r}) = \frac{-2iK e^{iKz}}{z} \int_{\sigma} \Psi_0(\vec{r}_0) \exp\left(-2\pi i \frac{\vec{r} \cdot \vec{r}_0}{\lambda z}\right) d^2 r_0$$

la cual da la función de onda en un plano  $z \neq 0$ . Normalizando esta función,  $\Psi(\vec{r})$  puede reescribirse como:

$$\Psi(\vec{r}) = \frac{-2iK e^{iKz}}{z} \int_{\sigma} \Psi_0(\vec{r}_0) \exp\left[-2\pi i \vec{r} \cdot \vec{r}_0\right] d^2 r_0 \quad (15)$$

Partiendo de esto, supongamos que los electrones son emitidos desde diferentes lugares del cátodo a diferentes tiempos, de tal suerte que no estén correlacionados. Es decir, los trataremos como si fuesen emitidos por una fuente incoherente, obteniendo así, de manera natural, la condición de coherencia para nuestra fuente de electrones a partir de la función de coherencia mutua discutida anteriormente. Fijemos entonces en un punto sobre la fuente y llamemos de nuevo  $\vec{r}_0$  a su vector de posición.

Denominemos en adelante al conjunto de todas las funciones de onda compatibles y supongamos que  $\Psi(\vec{r}_0, t)$  es su función de onda. Ahora bien, recordemos que las oscilaciones de un par de puntos  $P_1$  y  $P_2$  pertenecientes a la fuente están caracterizadas por la función de coherencia mutua como:

$$\Gamma_{12}(0) = \langle U_1(t) | U_2^*(t) \rangle$$

de manera tal que una medida de la incoherencia de la fuente

puede obtenerse a partir de la expresión<sup>14</sup>:

$$\langle \Psi(\vec{r}_0, t) | \Psi^*(\vec{r}'_0, t') \rangle = I(\vec{r}_0) \delta(\vec{r}_0 - \vec{r}'_0) \delta(t - t') \quad (15)$$

que no es otra cosa que el promedio del ensamble, donde  $I(\vec{r}_0)$  se refiere a la distribución de intensidad a través de la fuente.

Notemos sin embargo que en nuestro caso, la coherencia temporal no juega un papel importante, dado que, en microscopia electrónica, al tomar por ejemplo, un tiempo de observación  $\Delta t = 1 \text{seg}$ , la dispersión  $\Delta E$  de la energía, estimada a partir del principio de incertidumbre es:

$$\Delta E \cong \frac{\hbar}{\Delta t} \cong 6 \times 10^{-16} \text{ eV}$$

lo cual nos indica que podremos observar una interferencia "temporal" dentro de una banda de energía de ancho igual a  $6 \times 10^{-16} \text{ eV}$ , de ahí que nuestro haz sea altamente coherente en términos temporales, así, la ec. (15) se reduce a:

$$\langle \Psi(\vec{r}_0) | \Psi^*(\vec{r}'_0) \rangle = I(\vec{r}_0) \delta(\vec{r}_0 - \vec{r}'_0)$$

que en términos de la función de coherencia mutua se escribe como:

$$\Gamma(\vec{r}_0, \vec{r}'_0) = I(\vec{r}_0) \delta(\vec{r}_0 - \vec{r}'_0)$$

Calculemos  $\Gamma(\vec{r}_0, \vec{r}'_0)$ . De la ec. (15) sabemos cual es el valor de  $\Psi(\vec{r}_0)$ ; por simplicidad, tomemos  $z = 0$  como el plano en que se encuentra la fuente, de manera que, la función de coherencia espacial mutua en un plano  $z = z_0$  en un punto  $\vec{r}_0$  sea:

$$\Gamma_0(\vec{r}_0, \vec{r}'_0) = \langle \Psi_0(\vec{r}_0) | \Psi_0^*(\vec{r}'_0) \rangle =$$

$$4\kappa^2 z_0^2 \int_{\sigma_f} \int_{\sigma_f} \Psi_{12}^2(\vec{r}_0, \vec{r}'_0) \Gamma_{12}(\vec{r}_0, \vec{r}'_0) \exp \left\{ -2\pi i \left\{ \vec{r}_0 \cdot \vec{r}_0 - \vec{r}'_0 \cdot \vec{r}'_0 \right\} \right\}$$

14

Vease un tratamiento detallado en el Collier (ref. 1.0) p.p 102

pero la integral sobre  $r_0$  es  $I(\vec{r}_0)$  :

$$\Gamma_0(\vec{r}_0, \vec{r}_0') = 4k^2 z^2 \int_{\sigma_f} d^2 r_0 I(\vec{r}_0) \exp \left[ -2\pi i \vec{r}_0 \cdot (\vec{r}_0 - \vec{r}_0') \right]$$

Notemos que  $\Gamma_0(\vec{r}_0, \vec{r}_0')$  solo depende de la diferencia  $\vec{r}_0 - \vec{r}_0'$ , esto es, del tamaño de la fuente, por lo tanto, los filamentos usados deben ser lo más "puntuales" posible para obtener una alta coherencia espacial.

Existen fundamentalmente dos tipos de cañones, los tercioónicos y los de emisión de campo. Entre los primeros hay aquellos que consisten de un filamento de tungsteno cuyo diámetro oscila entre 0.1 y 0.2 mm y los de  $\text{LaB}_6$  (hexaboruro de lantano) que consiste de un cristal terminado en punta y requiere de calentamiento indirecto puesto que su resistencia eléctrica es bastante alta para calentarlo directamente; lo interesante de estos cátodos es que su brillantez es alta y su valor de dispersión  $\Delta E$  es del orden de 0.5 a 2 eV mientras que para los de tungsteno es del orden de 1 a 2 eV, siendo por ello los de  $\text{LaB}_6$  más coherentes. La primera serie de fotografías presentadas en el capítulo 4, fueron tomadas con un filamento de tungsteno.

La coherencia de los cañones de emisión de campo es bastante más alta, pero el microscopio utilizado no tiene el aditamento necesario para su montaje.

## ii) Sistema de Lentes Condensadoras.

En un microscopio electrónico de transmisión convencional, el sistema de lentes condensadoras tiene como propósito el proporcionar a los electrones provenientes del cañón las condiciones necesarias para iluminar la muestra. En general se requiere enfoque con alta intensidad, el haz debe ser lo más paralelo posible, etc. Para nuestro caso, las condiciones del sistema de iluminación serán discutidas en la sección de resultados.

### 1.5.2 Lentes Objetivas.

En general, un sistema de lentes objetivas funciona como un conjunto de lentes transformadoras que forman un patrón de Fraunhofer de un objeto en el plano de la transformada o plano focal posterior del sistema. Esto es, las ondas se propagan más allá y llegan al plano imagen, ahí se superponen e interfieren para formar una imagen invertida del objeto.

Sin embargo, dado que el tamaño de toda lente es finito, en nuestro caso, las lentes electromagnéticas no son siempre lo suficientemente grandes para recoger todos los haces de electrones difractados, por lo que la imagen formada no corresponde exactamente al objeto, lo cual origina una pérdida en la nitidez y resolución de la imagen. Esto es, junto con todo el conjunto de aberraciones existente inherentemente en una lente cualquiera, lo que el D. Gabor quería eliminar con su método holográfico, grabando mediante un dispositivo opto - electrónico, capaz de producir imágenes altamente amplificadas, la información codificada del objeto y cuyas aberraciones fueran posteriormente eliminadas con dispositivos propios de la óptica convencional.

En conclusión, una lente objetiva funciona como un filtro pasa bajos que elimina los haces de electrones dispersados que se extienden más allá de la frontera física de la lente y sólo deja pasar los haces cuyos ángulos de dispersión no rebasan dichos límites.

### 1.5.3 Lentes Proyectoras. Sistema Amplificador.

Este sistema de lentes se conoce en general como lentes proyectoras y sirven para dar la amplificación final a la imagen de la muestra formada ya por la lente objetiva.

La amplificación final de la imagen es, igual que en óptica convencional, el producto de las amplificaciones individuales de cada lente, incluyendo la objetiva, esto es :

$$M_{\text{total}} = M_{\text{objetiva}} \times M_{\text{difracción}} \times M_{\text{intermedia}} \times M_{\text{proyectora}}$$

y su funcionamiento es representado en el siguiente diagrama de rayos :

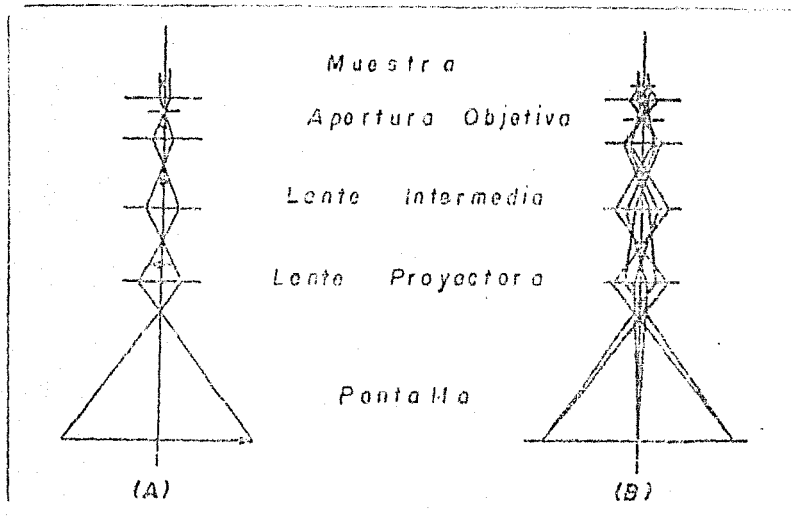


Figura 10. a) Alta amplificación. b) Modo de Difracción.

Nosotros estamos interesados en trabajar a alta amplificación como lo indica la figura 10 (a), solo que el biprisma electrostático estará colocado debajo de la lente objetiva y su funcionamiento será discutido con sumo detalle en el siguiente capítulo.

REFERENCES

- 1.1 Born & Wolf. *Principles of Optics*. Pergamon Press. Sixth Edition.
- 1.2 Sereno. *Holography and Coherent Optics*. Plenum Press. 1980.
- 1.3 Gabor. D. *A New Microscopy Principle*. Introduction to Coherent Optic and Holography. Academic Press. 1966.
- 1.4 Gabor. D. *Microscopy by reconstructed wavefronts*. Proceedings of the Royal Society A, 197, 201 - 214.
- 1.5 Leith & Upatnieks. *Microscopy by wavefronts reconstruction*. Journal of the Optical Society of America, 57, 775 - 80.
- 1.6 Hariharan. *Optical Holography : Principles, Techniques and Applications*. Cambridge Studies in Modern Optics.
- 1.7 Zajac. *Optics Fondo Educativo Interamericano*. 1979.
- 1.8 Collier. & Lin. *Optical Holography*. Academic Press.
- 1.9 Goodman. *Introduction to Fourier Optics*. McGraw - Hill.
- 1.10 Davison & Gomer. *Physics Rev.* 50, (1927), pp. 703.
- 1.11 Cowley. J. *Diffraction Physics*. H.M.S.E. Second Edition.
- 1.12 H. H. Steel. *Interferometry*. Cambridge Studies in Modern Optics 1. Second Edition.
- 1.13 G. Fontaine. *Electron Sources*. Lecture Notes in Physics. Imagining Processes and Coherence in Physics. Vol. 112, pp. 25 - 36.
- 1.14 H. A. Forward. *Coherence of Illumination in Electron Microscopy*. Imagining Processes and Coherence in Physics. Vol. 112, pp. 85 - 98.
- 1.15 R. H. Wade. *Electron Imaging Techniques*. Imagining Processes and Coherence in Physics. Vol. 112, pp. 333 - 364.
- 1.16 Rogers. G. *Electron Holography*. Imagining Processes and Coherence in Physics. Vol. 12, pp. 365 - 375.
- 1.18 Vest. *Holographic Interferometry*. John Wiley & Sons.
- 1.19 Cathey. *Optical Information Processing and Holography*. Wiley - Interscience.
- 1.20 S. Amelick, R. Beyers & J. Van Landuyt. *Diffraction and Imaging Techniques in Material Science*. Vol. 1 : Electron Microscopy.



- 1.21 Ludwig Reimer. *Transmission Electron Microscopy*. Springer Verlag 1964.
- 1.22 HREN, Goldstein & Joy. *Introduction to Analytical Electron Microscopy*. Plenum Press.
- 1.23 G. F. Missiroli, G. Pozzi and U. Valdre. *Electron Interferometry and Interference Electron Microscopy* J. Phys. E: Sci Instrum. Vol. 14 1981.
- 1.24 Akira Tonomura *Applications of Electron Holography*. Review of Modern Physics, Vol. 59, No. 3, Part 1, July 1987.
- 1.25 J. Worster. *The brightness of electron beams*. Appl. Phys (J.Phys.D), 1969, ser. 2, vol. 2.
- 1.26 Junji Endo, Matsuda & Akira Tonomura. *Interference Electron Microscopy by Means of Holography*. Japanese Journal of Applied Physics. Vol. 18, No. 12, December, 1979, pp. 2291-94 .
- 1.27 JIRI Kromka. *Scalar Diffraction Theory in Electron Optics*. Advances in electronics and electron Physics. Vol. 60.
- 1.28 K.-J. Hanszen. *Holography in Electron Microscopy*. Advances in Electronics and electron Physics. Vol. 59.
- 1.29 O. Donati, G. F. Missiroli & G. Pozzi. *An Experiment in Electron Interference*. Applied Journal Physics. Vol. 41, pp. 639.

## Capítulo II

### Diseño y Construcción de un Biprisma Electroestático

Puesto que el propósito del presente trabajo era realizar un holograma con electrones, dadas las características y requerimientos del grabado, fue necesario llevar a cabo una revisión breve de los distintos interferómetros que para este fin, se crearon y se utilizan en microscopía electrónica, con el objeto de elegir el más adecuado a nuestros recursos y necesidades.

Antes de comenzar, estableceremos algunos conceptos sobre la instrumentación empleada:

- Al instrumento empleado para producir dos o más ondas, necesarias para que ocurra interferencia, se le denomina interferómetro.

- El objeto de nuestro estudio son muestras que sólo pueden ser observadas mediante un microscopio electrónico, por lo cual, el interferómetro ha sido diseñado para electrones.

- Un interferómetro para electrones es un aparato, usualmente electro-óptico, capaz de gran flexibilidad mecánica y eléctrica, en cuanto a su manejo y su aplicación según el tipo de muestras que se observan.

- El tipo de muestra que se emplee para observación debe tener una geometría más o menos conocida, puesto que su imagen aparece desenfocada en la pantalla del microscopio debido a la presencia de un aparato interferométrico, el cual hará que varíe el plano de observación del objeto.

- El nombre de Microscopio de Interferencia (de electrones) se refiere al aparato donde es posible obtener un patrón de interferencia por superposición coherente de diferentes regiones de la imagen casi enfocada de la muestra. Este instrumento es

usualmente un microscopio electrónico equipado con un interferómetro de electrones, y que es capaz de formar una imagen de la muestra añadiéndole además un patrón de interferencia. (ref. 2.4).

- Para construir un interferómetro, es necesario disponer de un instrumento, cuyo objetivo sea el de dividir una onda coherente en dos o más ondas coherentes que después de seguir trayectorias distintas, interfieran entre ellas. En óptica, el divisor de onda puede ser de dos tipos:

- i) Divisor de amplitud (como el interferómetro de Michelson)
- ii) Divisor de frente de onda (como el interferómetro de Young, ó como el biprisma de Fresnel). (ref. 2.2)

## 2.1 TIPOS DE INTERFEROMETROS PARA ELECTRONES

Los tipos de interferómetros para electrones pueden clasificarse en dos categorías :divisores de amplitud y divisores de frente de onda. A continuación describimos algunos montajes propuestos de cada categoría y presentaremos brevemente los resultados que con ellos se obtienen y que se citan en la literatura.

### 2.1.1 DIVISORES DE AMPLITUD.

#### i) Interferómetro de Tres Cristales

El primer intento de interferometría con electrones se debió a Marton y a sus colaboradores (1959). El interferómetro por ellos propuesto, consistía básicamente en dos láminas monocristalinas empleadas como divisores de amplitud, que con ayuda de una tercera, cumplían su función interferométrica (Fig.1).

La onda incidente es dividida a través de la lámina monocristalina L<sub>1</sub>, de la cual sale una onda directa y muchas otras

difractadas coherentes que siguen la ley de Bragg. Esas ondas son de nuevo difractadas por  $L_2$  y  $L_3$ . El diafragma  $D_2$  aísla las ondas que siguieron los caminos  $ABC$  y  $AB'C$ . Se forma un patrón de franjas localizado en la región de las láminas cristalinas. Para observar las franjas es necesario un sistema de lentes que las amplifiquen. El sistema de láminas se coloca en el sitio donde va

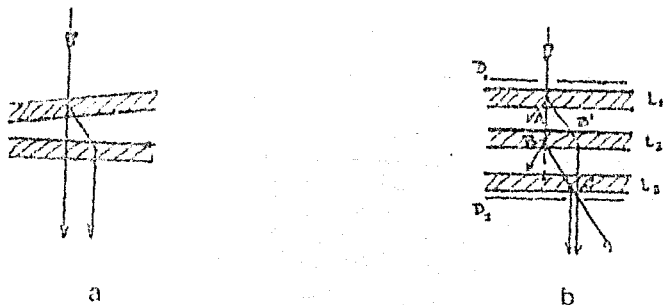


Figura 1. Interferómetro de Marton. a) El efecto de dos láminas monocristalinas sobre el haz de electrones. b) Funcionamiento del interferómetro.

la muestra, o incluso puede colocarse entre las dos primeras láminas, interceptando alguno de los rayos. (ref.2.3)

Es claro que este método sufre de varios inconvenientes:

- Dificultad para alinear cristales. El proceso de alineamiento es lento.
- Baja intensidad del haz debido a efectos de absorción y dispersión del mismo, dentro del dispositivo tricristalino.
- El espacio que ocupa el dispositivo es de por lo menos 30 mm en forma longitudinal, contando solamente los cristales.

- La intensidad de las franjas generalmente está bajo el umbral para su observación directa en la pantalla fluorescente. Es decir hay dificultad para observar interferencia.
- Falta de versatilidad.

La mayor parte de los divisores de amplitud son variantes de este, aunque el principio es el mismo. Como un ejemplo, podemos proponer el interferómetro de Simpson (1958), en el cual, en vez de la lámina L<sub>2</sub>, se colocó una lente para incrementar la intensidad del haz obtenido, aunque también incremento las dificultades experimentales, además de que debido a la presencia de la lente se presentan aberraciones, lo que dificulta la observación de las franjas.

Un dispositivo reciente es el de Berndt y Doll (1973), el cual consiste de rejillas de difracción de 1µm de espaciamiento, colocadas en el plano de la apertura condensadora y obteniendo su imagen cerca del plano normal de la muestra. Se intenta la superposición coherente de haces reflejados de la muestra con la imagen de la rejilla, obteniéndose así información de fase de factores de estructura. (ref 3, 4)

### 2.1.2 DIVISORES DE FRENTE DE ONDA.

#### 1) Biprisma Electroestático

Hacia el año de 1934, Möllensted y Dücker reprodujeron en óptica electrónica el fenómeno observado al hacer incidir luz en un biprisma de Fresnel. (ref. 2, 5)

La figura 2 representa esquemáticamente el principio en que se basa el interferómetro de Möllensted y Dücker, mejor conocido

como biprisma electrostático donde  $S$  es una fuente puntual de electrones, que es monocromática,  $F$  es un filamento o alambre conductor de diámetro muy pequeño, aislado, que está a un potencial  $V$  distinto de aquel que generó el haz de electrones;  $\pi$  es el plano de observación.

Si el filamento tiene un voltaje  $V=0$ , en  $\pi$  observamos solamente las franjas de difracción de Fresnel debidas a éste.

Cuando el alambre está a un cierto potencial no nulo  $V$ , se produce un campo eléctrico que divide el frente de onda de los electrones provenientes de la fuente en dos haces virtuales coherentes  $S_1$  y  $S_2$ . No da interferencia cuando ambos haces se superponen.

El microscopio usado por Möllensted y Dücker era de tipo electrostático. En éste, el haz  $S$  proveniente del cañón de electrones, es "colimado" por la lente condensadora, para tener la fuente efectiva  $S$ , que además tiene la característica de tener una coherencia lateral mayor, mientras que el segundo sistema de lentes ( $L_1, F, O$ ), se emplea para obtener una imagen ampliada del patrón de interferencia, en la región de superposición de los haces. Este es básicamente el arreglo que se emplea usualmente en interferometría de electrones.

Cuando aplicamos un voltaje no nulo y positivo  $V$  y, además lo incrementamos paulatinamente, se puede observar como la sombra del alambre disminuye y posteriormente aparece un sistema de franjas (siempre y cuando se cumpla cierta condición de coherencia que trataremos más adelante). Al aplicar un voltaje negativo, los dos haces de electrones en la región bajo el alambre divergen, por lo cual la región no iluminada por el haz crece. Un campo virtual de interferencia se produce sobre el alambre. En el primer caso, se dice que tenemos un biprisma convergente y en el segundo un biprisma divergente.

Al tener un biprisma convergente, las lentes L, P y Q amplifican la imagen del patrón de interferencia, mientras que en el otro caso, se produce una imagen real del sistema virtual de franjas.

Las ventajas del biprisma electrostático son múltiples, entre otras, su manipulación es sencilla respecto de otros

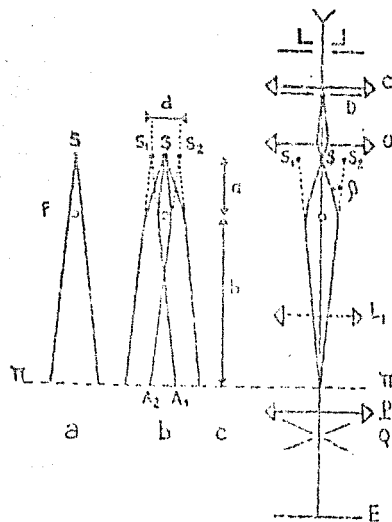


Figura 2. Biprisma Electrostático. a) Formación de la imagen de difracción del alambre  $F$ . b) Formación del patrón de interferencia, c) Montaje experimental:  $C$ -Lente condensadora,  $Q$ -Lente Objetiva; Lentes para el aumento del patrón de interferencia:  $L_1$ -lente intermedia  $P$ -lente proyectora y  $Q$ -Lente cuadrupolar.

$D$ -apertura condensadora o bien puede ser el objeto a estudiar,  $S$ -imagen de  $D$ ,  $B$ -placas paralelas aterrizadas (capacitor),  $E$ -pantalla.

interferómetros (como por ejemplo, el de Marton): permite realizar holografía fuera de eje, la distancia entre franjas depende del voltaje aplicado y además no disminuye la intensidad del haz de electrones del microscopio por la presencia del alambre deflector; otra ventaja que presenta este biprisma es que, en condiciones óptimas, puede arrojar un número de franjas de al menos 3000, de las cuales, alrededor de 10 son directamente observables.

Al igual que con el interferómetro de Marton, se han intentado combinaciones de biprismas y lentes, incluso dobles y triples de biprismas, para incrementar la separación de franjas del patrón de interferencia, pero lógicamente las dificultades técnicas aumentan, aunque se obtienen buenos resultados. ref. 2, 6

### 1.1.3 Biprisma Magnético

Mediante el uso de campos magnéticos, Krimel y Boersch (1960), propusieron que podía dividirse el haz de electrones y hacer interferencia. ref. 2, 7

El primero, empleó un campo producido por electromagnetos (cuadrupolos), y Boersch lo obtuvo de la magnetización interna de una película delgada ferromagnética en la región en la cual la dirección de magnetización cambia.

El principio de estos interferómetros es sencillo, los electrones que llegan al biprisma son deflectados por un campo magnético "conocido", así que cuando el campo es controlado, es relativamente fácil manejar el haz electrónico (Fig. 3).

Cuando se emplea la película delgada ferromagnética, existen varios problemas, entre los que se destacan están el de pérdida



de intensidad y disminución de coherencia del haz, además de que este método no es muy versátil.

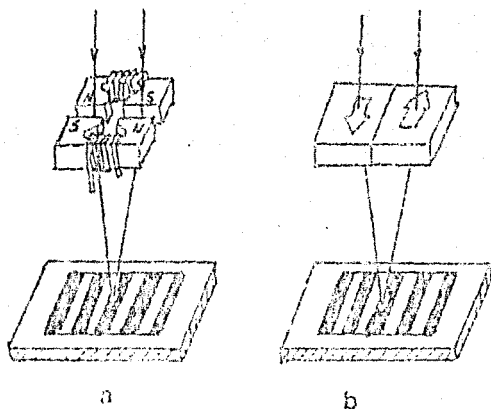


Figura 3. a) Biprisma Magnético . b) Funcionamiento.

En el caso de los electroimanes, hay varias ventajas, como la de que no se presentan los problemas de la película delgada ferromagnética y se puede garantizar el desfasamiento; sin embargo, presenta una gran desventaja, ya que produce franjas acromáticas, lo cual dificulta bastante la interpretación de los patrones de interferencia. (ref 2.6)

### 2.1.3 Criterios de Selección

En base al conocimiento que se tenía de los Interferómetros, los criterios que se siguieron para elegir el que emplearíamos fueron:

- i) Ventajas y desventajas desde un punto de vista práctico.
- ii) Posibilidad de adaptar el Interferómetro al microscopio electrónico con que se cuenta, con un mínimo de modificaciones en éste último.
- iii) Posibilidad de construirlo considerando que el diseño debe ser sencillo, y teniendo en cuenta la disponibilidad de materiales.

Respecto al primer punto, como ya se ha explicado, el aparato que presenta mayores ventajas prácticas es el biprisma electrostático.

En referencia al segundo punto, teniendo en cuenta que el microscopio electrónico es un JEOL-100CX de 100 KeV y con goniómetro de entrada lateral, se concluyó que:

- no es posible desarrollar el Interferómetro de Marton, sin modificar la cámara de la muestra, ni el portamuestras.
- tampoco es posible emplear el interferómetro de tipo magnético, ya que este debe colocarse entre las lentes intermedias y las proyectoras y, no tenemos acceso a ese sitio en el microscopio a menos que se modifique ó sustituya esa parte de la columna.
- como el biprisma electrostático debe colocarse entre la lente objetiva y la lente intermedia en el microscopio, fue posible, dadas las características del JEOL-100CX, sustituir la apertura limitadora de campo fija por el biprisma electrostático.

## 2.2 Biprisma Electroestático

### Conceptos Básicos

Un biprisma electroestático consta de un alambre conductor muy delgado sometido a un potencial  $V_0$ , el cual está colocado simétricamente entre dos placas aterrizadas (fig. 4). El eje del alambre está en la dirección  $Y$  y los electrones viajan en la dirección  $Z$ . (ref. 2.9)

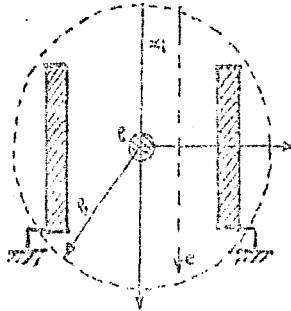


Figura 4. Condiciones geométricas del biprisma electroestático.

El potencial eléctrico alrededor del alambre puede establecerse mediante la ecuación de Laplace en coordenadas cilíndricas:

$$\nabla^2 \Phi = 0 \quad (1)$$

en la cual  $\Phi$  es el potencial escalar y donde

$$\nabla^2 = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} \quad (2)$$

En nuestro caso, consideremos que el potencial no varía ni en la dirección  $Y$  ni respecto al ángulo  $\theta$  por lo cual:

$$\nabla^2 \Phi = \frac{1}{r} \frac{d}{dr} \left[ r \frac{d\Phi}{dr} \right] = 0 \quad (3)$$

así por la ecuación (3) podemos deducir que:

$$r \frac{d\Phi}{dr} = k_1 \equiv \text{const.} \quad (4)$$

como sólo hay dependencia en  $r$ , podemos considerar en (4) la derivada total de  $\Phi$  y, resolviendo la ecuación diferencial que nos queda, establecer  $\Phi$  en función de  $r$ . Por lo tanto:

$$\Phi(r) = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{k_1}{r} dr \quad (5)$$

fuera de las placas y al interior del alambre  $\Phi = 0$ , por lo tanto:

$$\Phi(r) = \int_r^{\rho_2} \frac{k_1}{r} dr = -k_1 \ln \frac{r}{\rho_2} \quad (6)$$

donde  $\rho_2$  es la distancia de un punto  $P$  sobre cualquiera de las placas al centro del alambre (tomada sobre el plano  $\mathcal{R}^2$ ). Ahora bien, si tenemos en cuenta las condiciones a la frontera:

$$\Phi(r = \rho_2) = 0 \quad \Phi(r = \rho_1) = V_B$$

(donde  $\rho_1$  es el radio del alambre), entonces:

$$-k_1 \ln \left( \frac{\rho_1}{\rho_2} \right) = V_B \quad \rightarrow \quad k_1 = - \frac{V_B}{\ln \left( \frac{\rho_1}{\rho_2} \right)}$$

sustituyendo esta constante en la ecuación (6) tenemos que el potencial eléctrico entre las placas es:

$$\Phi(r) = \frac{V_B \ln(r/\rho_2)}{\ln(\rho_1/\rho_2)} \quad (7)$$

Pero en este caso :

$$r = \sqrt{x^2 + z^2}$$

por lo cual:

$$\Phi(x, z) = \frac{V_B}{B} \frac{\ln \left( \frac{\sqrt{x^2 + z^2}}{\rho_2} \right)}{\ln(\rho_1/\rho_2)} \quad (8)$$

(ref. 2. 40)

Al pasar a través del biprisma, el haz de electrones se deflecta un ángulo  $\beta$ , el cual calcularemos a continuación.

Consideremos un electrón de masa  $m$  y velocidad  $v_0$  (que pueden considerarse constantes) y que pasa a través del biprisma que lo deflecta, haciendo que éste tenga una trayectoria cuyo radio de curvatura es  $R$ . Si  $E_x$  es la componente normal a la trayectoria del electrón, tenemos que:

$$\frac{mv_0^2}{R} = -eE_x \quad \text{donde} \quad E_x = -\frac{\partial\Phi}{\partial x} \quad (9)$$

tomando un elemento de la trayectoria  $ds$ , podemos calcular el ángulo de deflexión  $\beta$ :

$$d\beta = \frac{ds}{R} = \frac{e}{mv_0^2} \frac{\partial\Phi}{\partial x} ds \quad (10)$$

si el campo aplicado es pequeño,  $\beta$  es pequeño, y  $d\beta$  es mucho menor que éste, lo que nos conduce a que  $\cos \beta \approx 1$  por lo que  $ds \approx dz$  (fig. 5) (ref. 2. 40).

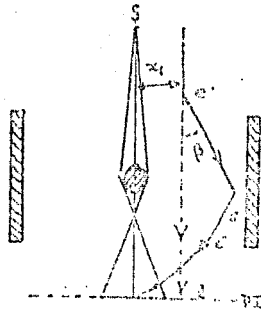


Figura 5. Deflexión del haz de electrones que atraviesa el biprisma electrostático.

$$\rightarrow d\beta = \frac{e}{mv_0} \frac{\partial \mathcal{V}}{\partial x} dz \quad (11)$$

por lo tanto:

$$\begin{aligned} \beta &= \int d\beta = \int \frac{e}{mv_0} \frac{\partial \mathcal{V}}{\partial x} dz = \frac{e}{mv_0} \frac{V_0}{2 \ln(\rho_1/\rho_2)} \int_{-a}^a \frac{2x}{x^2 + z^2} dz \\ &= \frac{2eV_0}{mv_0 \ln(\rho_1/\rho_2)} \tan^{-1} \left[ \frac{z}{x} \right] \end{aligned}$$

cuando  $x \rightarrow x_1$  tenemos que  $z \approx \sqrt{\rho_2^2 - x_1^2}$  donde  $x_1$  es la distancia del haz de electrones al alambre, por lo cual:

$$\beta = \frac{2eV_0}{mv_0 \ln(\rho_1/\rho_2)} \tan^{-1} \left[ \frac{\sqrt{\rho_2^2 - x_1^2}}{x_1} \right] \quad (12)$$

cuando  $\rho_2 \gg x_1$  tenemos:

$$\beta \approx \frac{eV_0}{mv_0^2 \ln(\rho_1/\rho_2)} = \alpha \quad (13)$$

en éste caso  $\alpha$  es sólo función de  $V_0$  por lo cual puede considerarse constante a un voltaje dado y, en base a esto podemos considerar la analogía entre un biprisma electrostático y un interferómetro de Young (fig 8). ref. 2.12)

Es decir que, si el biprisma es iluminado por una fuente puntual monocromática de electrones  $S$  (sobre el eje  $Z$ ), éste dividirá el haz en otros dos, de tal manera que estos haces puedan considerarse provenientes de dos fuentes virtuales  $S_1$  y  $S_2$ , las cuales pueden en principio suponerse puntuales y localizadas simétricamente respecto a  $S$ , en un plano perpendicular al eje  $Z$ .

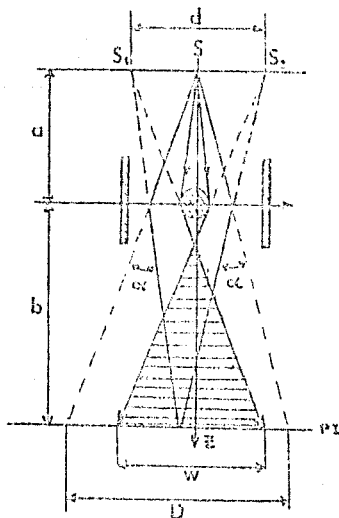


Figura 5. Parámetros básicos del biprisma de electrones.

Geométricamente observamos en la figura D que:

$$\text{sen } \frac{\alpha}{2} = \frac{d}{4a} \quad (14)$$

donde para  $\alpha$  muy pequeño tenemos:

$$d = 2|ca| \quad (15)$$

Análogamente, la distancia de interferencia  $D$ , que es la distancia que recorren dos haces hasta el plano de observación  $\Phi P$  en ausencia del biprisma, se calcula a partir de :

$$\text{sen } \frac{\alpha}{2} = \frac{D}{4b} \quad (16)$$

donde para  $\alpha$  muy pequeño tenemos:

$$D = 2|cb| \quad (17)$$

Además, de la figura, podemos obtener (por triángulos semejantes) el ancho del patrón de interferencia:

$$W = 2 \left| \frac{a+b}{a} \right| \left[ \frac{cab}{a+b} - r \right] \quad (18)$$

de donde podemos concluir que existe interferencia si :

$$\frac{cab}{a+b} > r \quad (19)$$

(ref 2.19)

Por otra parte, es fácil establecer el desfase entre ambos haces, considerando nuestro problema como el del interferómetro de Young, en el que tendríamos dos fuentes puntuales



$S_1$  y  $S_2$  a una distancia  $d$  entre ellas y, a una distancia  $a+b$  de una pantalla (sobre el eje  $Z$ ). Así la fase entre ambas fuentes es:

$$\delta_a = \frac{dy}{a+b} \quad (20)$$

donde  $y$  es la distancia del eje  $Z$  al punto de interferencia, medido en el plano de observación  $OP$ . ver. 2.10

Pero, recordemos además que tenemos interferencia constructiva cuando la fase entre ambas ondas cumple la siguiente condición:

$$\delta_a = m\lambda \quad (21)$$

donde  $m$  es un número entero y  $\lambda$  es la longitud de onda de la fuente empleada, en este caso será la longitud de onda asociada al electrón.

Así, la posición de la  $m$ -ésima franja, puede establecerse de las ecuaciones (20) y (21) y, viene dada por:

$$y_m = \left| \frac{a+b}{d} \right| m\lambda \quad (22)$$

y por lo tanto el espaciamiento entre franjas es:

$$s = y_{m+1} - y_m$$

$$\Rightarrow s = \left| \frac{a+b}{d} \right| \lambda \quad (23)$$

El número de franjas contenidas en un espacio  $W$  es:

$$N = \frac{W}{S} = \left| \frac{a+b}{ab} \right| \left[ \lambda \left| \frac{b}{S} \right| - \lambda r \right] \quad (24)$$

(ref. 2. 15)

por otra parte, cuantitativamente la visibilidad de las franjas está dada por su función de contraste  $C$  definida como:

$$C = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max} + I_{\min}} \quad (25)$$

que en términos de la función de coherencia mutua se expresa como:

$$C = 2 \left\{ \frac{I^{(1)}(x_1) I^{(2)}(x_2)}{I^{(1)}(x_1) + I^{(2)}(x_2)} \right\} \frac{\Gamma(x_1, x_2; t)}{\Gamma(x_1, x_2; 0) \Gamma(x_2, x_1; 0)} \quad (26)$$

donde  $I^{(1)}(x_1)$ ,  $I^{(2)}(x_2)$  son las intensidades de los haces que han intervenido en la interferencia y  $\Gamma(x_1, x_2; t)$  es la función de coherencia mutua, y donde podemos definir  $\gamma_{12}$  como el grado normalizado de coherencia de las ondas que interfieren dada en la siguiente ecuación:

$$|\gamma_{12}| = \left\{ \frac{\Gamma(x_1, x_2; t)}{\Gamma(x_1, x_2; 0) \Gamma(x_2, x_1; 0)} \right\} \quad (27)$$

(ref. 2. 16)

así, cuando  $I^{(1)} \approx I^{(2)}$  entonces  $C \approx |\gamma_{12}|$  que para una fuente circular de dimensión transversal  $\delta$  está dada por:

$$|\gamma_{12}| = \left[ \frac{\text{sen}(\pi \delta^2 / \sigma)}{\pi \delta^2 / \sigma} \right] \quad (28)$$

(ref. 2. 17)

por lo cual sabemos que el máximo valor de  $|\gamma_{12}|$  es uno y el mínimo es cero, y cuando  $C = |\gamma_{12}|$ , tenemos que en  $C = 0$  no se observan franjas, en  $C = 1$  la visibilidad de las franjas es máxima y se dice que los haces son totalmente coherentes. En el caso intermedio, esto es, si  $0 < |\gamma_{12}| < 1$  se habla de coherencia parcial, que es lo que se tiene usualmente. En condiciones óptimas un microscopio electrónico de 100 KeV es tal que  $C \approx 0.9$ , siempre y cuando se cumpla la relación:

$$\delta \ll \sigma$$

donde  $\sigma = \left| \frac{\Delta a}{b} \right|$  o por lo menos que  $\delta \leq \left| \frac{\Delta a}{4b} \right|$  que es el equivalente de la condición de coherencia lateral, que a su vez puede ser definida como:

$$D = \frac{1}{8} \frac{\lambda}{\alpha l} \quad \text{donde } \alpha \text{ es el semiángulo de iluminación}$$

y que establece que el tamaño angular de la fuente debe ser menor que el tamaño angular de las franjas, vistas desde el alambre del bípisma. (ref. 2.10)

Así, para  $a \approx 100 \text{ nm}$ ,  $\lambda = 3.7 \times 10^{-8} \text{ nm}$  en un microscopio de 100 KeV y con un alambre de radio  $r$  entre 0.3 y 1  $\mu\text{m}$ , obtendríamos  $\delta < 170 \text{ nm}$  y  $\delta < 50 \text{ nm}$  respectivamente. (ref. 2.10)

## REFERENCIAS

- 2.1 Missiroli G.F. *Electron Interferometry and Inteference electron Microscopy*. J. Phys. E: Sci Instrum. vol 14,(1981), 649-671.
- 2.2 Born and Wolf. *Principlos of Optics*. Ga. Edición Pergamon Press. Capítulos 7-10.
- 2.3 Marton. *Electron Interferometer*. Phys. Rev. 80, 490-491.
- 2.4 Missiroli G.F. *Electron Interferometry and Inteference electron Microscopy*. J. Phys. E: Sci Instrum. vol 14,(1981), 649-671.
- 2.5 Millensted G. Ducker H. *Fresnel'scher Interferenzversuch mit einem Elektronenwellen*. Naturwissenschaften 42,(1955), 41.
- 2.6 Magnan Claude. *Traité de Microscopio Electronique*. vol. I, ed. Hermann, 1961, 928-989.
- 2.7 Tonomura Akira. *Applications of Electron Holography*. Rev. Mod. Phys. vol 59, 3 (1987), 1a. Parte. 659-667.
- 2.8 Missiroli G.F. *Electron Interferometry and Inteference electron Microscopy*. J. Phys. E: Sci Instrum. vol 14,(1981), 649-671.
- 2.9 Heidenreich Robert D. *Fundamentals of Transmission Electron Microscopy*. M.T.P & A. vol VIII. ed. I.P. Wiley & Sons. (1984). Cap. V.

- 2.10 Gerztesy F., Pitner L. *Electrons in Logarithmic Potentials I. Solution of the Schrödinger Equation*. J. Phys. A: Math. Gen. 11, (1978b), 687-695.
- 2.11 Magnan Claude. *Traité de Microscopie Electronique*, vol. I, ed. Hermann, 1901, 333-369.
- 2.12 Tonomura Akira. *Applications of Electron Holography*. Rev. Mod. Phys. vol 59, 3 (1987), 1a. Parte. 659-667.
- 2.13 Missiroli G.F. *Electron Interferometry and Inteference electron Microscopy*. J. Phys. E: Sci Instrum. vol 14, (1981), 649-671.
- 2.14 Hecht, Zajac. *Optica*. Fondo Educativo Interamericano S.A. (1977). Capitulo IX.
- 2.15 Missiroli G.F. *Electron Interferometry and Inteference electron Microscopy*. J. Phys. E: Sci Instrum. vol 14, (1981), 649-671.
- 2.16 Perina J. *Coherence of Light*. ed. Van Nostrand Reinhold (1972). 32-42.
- 2.17 Sonier F. *Microscopie Electronique Interferentielle*. J. Microscopie. 12, 17-32.
- 2.18 Grum, Bechorer. *Optical Radiation Measurements*, vol I. Ac. Press (1979), 65-73.
- 2.19 Missiroli G.F. *Electron Interferometry and Inteference electron Microscopy*. J. Phys. E: Sci Instrum. vol 14, (1981), 649-671.

### Capítulo III

#### Condiciones experimentales

#### 3.1 Descripción del Biprisma Electroestático Desarrollado

Como se mencionó anteriormente, para llevar a cabo la holografía con electrones, fue necesario desarrollar y adaptar un sistema interferométrico al microscopio electrónico (JEOL 100 CX) con el que se cuenta.

Puesto que se seleccionó el biprisma electroestático, como explicamos en el capítulo dos, para llevar a cabo nuestro objetivo, se reemplazó por éste, la apertura limitadora de campo fija, ya que se requería colocar el biprisma entre la lente objetiva y la intermedia (fig.9 capítulo I).

Para no tener que modificar la columna del microscopio, se tuvo muy en cuenta el tipo y forma de apertura desplazada, para simplificar el problema de insertar un aparato, sin tener un conocimiento real del interior del microscopio electrónico, ya que no se cuenta con diagramas exactos del mismo.

La apertura limitadora de campo fija, es un instrumento mecánico que consta de un posicionador longitudinal y de una placa de cobre desoxygenado con un orificio circular en su parte superior (fig 10). El posicionador de esta apertura tiene por objeto desplazar en una dirección la placa de manera tal que se coloque ésta adecuadamente para hacer área selecta. El biprisma electroestático que se desarrolló, fue construido en analogía con esta pieza.

El sistema empleado para resolver nuestro problema consta de tres componentes:

- Apertura Holográfica
- Posicionador Longitudinal
- Fuente de voltaje

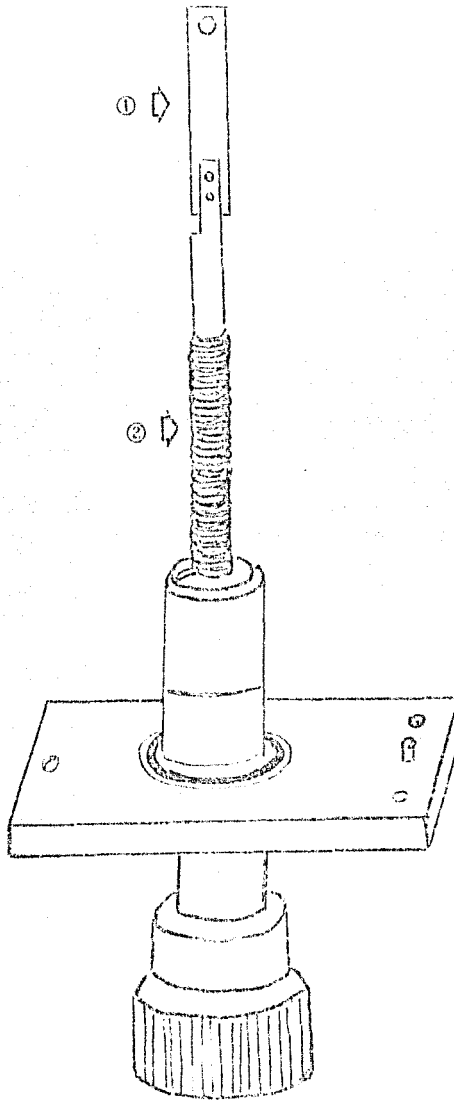


Figura 1. Apertura limitadora de campo fija. ① Apertura de 3mm de diámetro. ② Posicionador longitudinal.

Es pertinente aclarar, que de estos, los dos primeros fueron diseñados y construidos por nosotros. A continuación describiremos brevemente cada miembro de la pieza.

### Placa Holográfica

La placa holográfica consta de una placa rectangular, de acero en cuyo extremo tiene un orificio cuadrado en el que se insertaron dos placas rectangulares de acero, paralelas.

Aproximadamente a la mitad de la distancia entre las placas, fue colocado, en forma paralela a ellas, un alambre de nicromol de 20  $\mu\text{m}$  de diámetro, que se sujeta con ayuda de un pegamento especial para alto vacío, con el que además se aísla éste de las placas que forman el condensador. (Fig 3)

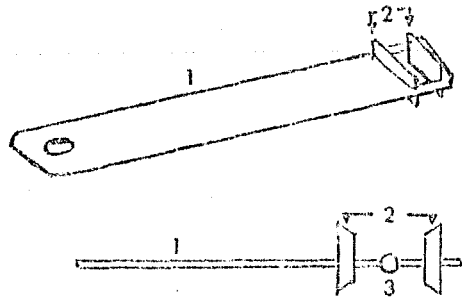


Figura 2. Placa holográfica. 1) Placa soporte. 2) Condensador.  
3) Alambre de 20 $\mu\text{m}$  de diámetro.



## Posicionador Longitudinal

El posicionador longitudinal es una pieza construida en acero y teflón, la cual tiene la función de portar a la apertura holográfica al interior del microscopio electrónico y dotar a la misma, con ayuda de una fuente de voltaje, de la diferencia de potencial necesaria para que realice su misión interferométrica.

En la figura 3 se muestra la pieza en su conjunto. La pieza está constituida de un vástago de acero, hueco en su interior, que alberga un alambre de cobre (CD) de diámetro  $\phi$ , que además está aislado de éste por una serie de anillos de alumina (CE), que recorren el alambre hasta su salida del vástago. Por fuera, el vástago, tiene soldado otro tramo del mismo tipo de alambre. Todo esto con el objeto de conectar posteriormente el posicionador con la apertura holográfica.

Por otra parte, el vástago está montado perpendicularmente sobre una placa rectangular denominada brida (CC), del mismo material, que en su centro tiene un buje de teflón (CD), que permite que ésta quede sellada y que a la vez, pueda haber movilidad en el vástago. A su vez la placa (CC) está montada sobre un armazón de acero.

Para que el vástago tenga movilidad, se colocó en la pieza un fuelle soldado a la brida rectangular por un lado y a una brida circular (CF), por el otro, a través de éste pasa el vástago el cual a su vez está soldado a otra brida circular (CG), en donde se une a un tornillo milimétrico (CH), que gradúa el movimiento del conjunto.

En la brida (CG), podemos encontrar un atravesador instrumental, al cual se une el alambre (CD), y que permite de esta manera conectar el interior de la pieza con una fuente de voltaje

externa, sin que haya pérdida de vacío en la columna del microscopio.

Las dos bridas circulares se unen mediante cuatro tornillos de latón.

En su extremo superior el vástago de acero tiene una pieza de teflón (AD), por donde sale el alambre de cobre que está al interior del vástago y la función que cumple esta pieza es la de soportar la apertura holográfica.

Para que la pieza quede totalmente sellada se emplean dos O-ring (E) y (G) de los cuales uno se coloca sobre la brida (C) y el otro sobre la brida (D).

Luego de las figuras, se muestra una tabla en la que aparecen las especificaciones de la pieza.

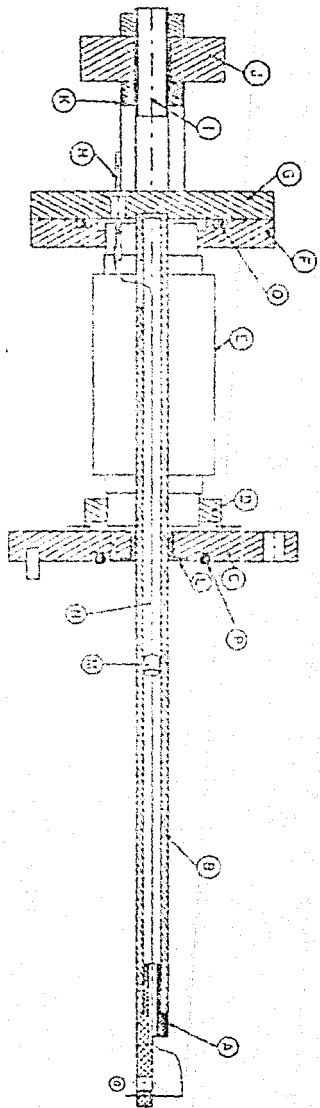


Figura 3. Postcylondor longitudinal.

Figura 4  
PARTES DEL POSICIONADOR LONGITUDINAL.

A	Soporte Muestra	Teflón $(1/4)"\phi \times 30 \text{ mm}$
B	Vástago (huba)	Ac. Inox. $(1/4)"\phi \times 173 \text{ mm}$
C	Brida (Placa Rectangular)	Ac. Inox. $(3/8)"\phi \times 20 \times 60 \text{ mm}$
D	Anillo de Fuelle	Ac. Inox. $(1/4)" \times 50 \text{ mm } \phi$
E	Fuelle	Ac. Inox. $(3/4)"\phi \times 65 \text{ mm}$
F	Brida (Pl. Circular)	Ac. Inox. $(1/4)" \times 50 \text{ mm } \phi$
G	Brida (Pl. Circular)	Ac. Inox. $(1/4)" \times 50 \text{ mm } \phi$
H	Abravador Instrumental	
I	Tornillo (Rosca 28 NF)	Ac. Inox. $(1/4)"\phi \times 40 \text{ mm}$
J	Tuerca (Rosca 28 NF)	Latón $30 \text{ mm } \phi \times 10 \text{ mm}$
K	Haro (2 Pl. Rectang.)	Ac. Inox. $(1/2)"\phi \times 43 \times 10 \text{ mm}$
L	Leje	Teflón $14 \text{ mm } \phi \times (1/4)"$
M	Cuenta Aislante	Porcelana
N	Conductor Eléctrico	Alambre de Cobre $.9 \text{ mm} \times 200 \text{ mm}$
O	Borne	Cobre $1 \text{ mm } \phi \times 10 \text{ mm}$
P	"O" Ring (Parker Seal)	VITON 2 - 110
Q	"O" Ring (P.S)	VITON 2 - 120
R	Pasador	Ac. Inox. $(3/32)"\phi \times 19 \text{ mm}$

En la presente tabla se muestran las partes constituyentes del posicionador longitudinal. En la primera fila, se encuentran las letras mediante las cuales se pueden localizar cada componente en la figura 3. En la segunda columna está el nombre de cada elemento de la pieza. En la tercera fila se muestran las características de cada parte de la pieza, tales como el material de que están hechas y sus medidas.

Nota: En la tabla,  $\phi$  se refiere al diámetro de cada pieza.

## Fuente de Voltaje

La fuente de voltaje empleada es una fuente convencional, que da un rango de 0-500 volts, con una incertidumbre asociada al aparato de  $\pm 3$  volts. En cuanto a corriente, tiene un rango de 0-100 ma y tiene incertidumbre entre  $\pm 0.02$  ma y  $\pm 1.2$  ma, según la escala de medición que se emplea.

### 3.2 Montaje Experimental del Biprisma Electroestático

Antes de meter la pieza al microscopio es necesario hacer las siguientes conexiones, con el fin de ponerla a funcionar.

El alambre de la apertura holográfica debe unirse con el alambre CHD que se conecta al atravesador instrumental. El alambre CHD es aislado de la placa holográfica mediante cinta de teflón.

El alambre exterior del vástago de acero, se enrosca al tornillo que sujeta la apertura holográfica, con el objeto de aterrizar posteriormente las placas que la constituyen.

Para saber si la pieza está correctamente conectada se mide la resistencia entre el alambre de 20 $\mu$ m de diámetro y el atravesador instrumental y ésta debe ser finita. Igualmente se mide la resistencia entre el alambre A2 y cualquier otra parte de la pieza y esto también debe ser finita. Puesto que el alambre de 20 $\mu$ m está aislado, si medimos la resistencia entre éste y cualquier otra zona exterior de la pieza, que no sea por supuesto el atravesador, debemos encontrar que ésta es infinita.

Para introducir la pieza ya conectada al microscopio electrónico, se admite aire en la columna del mismo y se retiran las aperturas de área selecta, reemplazando la apertura limitadora de campo fija por el biprisma electroestático, después se levanta

el vacío de la columna del microscopio y se sigue la rutina normal para obtener imagen. Una vez obtenida la imagen del alambre de 20 $\mu$ m se coloca éste en una posición adecuada para obtener la superposición de dos regiones de la imagen de la muestra que se deseen, al activar la pieza con la fuente de voltaje.

La colocación de la muestra es importante, pues debe tenerse en cuenta que para tener un holograma fuera de eje de su imagen, en un lado del alambre debe aparecer una región lo más limpia de muestra posible, mientras que en la otra se tendría lo que se desea estudiar.

La conexión de la pieza con la fuente de voltaje es muy sencilla, basta con unir la salida de voltaje positivo al atravesador instrumental y la tierra de la fuente a cualquier otra parte de la pieza. Después para observar el efecto deseado, basta con encender la fuente y elevar el voltaje.

## 3.2 Preparación de Muestras.

Aún cuando deseamos que nuestro método de formación de imágenes sea lo más versátil posible, las muestras con las que podemos trabajar deben ser preparadas en función de los requerimientos exigidos por la microscopía electrónica de transmisión asociada al método holográfico.

La presente sección tiene como fin describir algunos métodos de preparación de muestras en microscopía electrónica convencional para luego interrelacionar estos requisitos con las exigencias propias de la técnica holográfica y en particular de nuestro dispositivo experimental.

### 3.2.1 Preparación de muestras para el NET.

Dentro de las formas más comunes que deben tener los materiales que se observan en el NET, se encuentran las láminas delgadas, las películas delgadas y los polvos, cuyo espesor oscila entre los 500 y 1000 Å, lo cual garantiza, de alguna forma, la transparencia de la muestra al haz de electrones. Evidentemente existen un buen número de variables que determinan si el haz es capaz de atravesar o no la muestra, como lo son el voltaje de aceleración del haz incidente, la sección eficaz de dispersión de los electrones al interactuar con la muestra, el número atómico del material en cuestión, su arreglo atómico, etc; estos factores son tratados con sumo detalle en las referencias 3.1, 3.4 y sólo nos detendremos a discutir, a groso modo, las técnicas utilizadas para darle la forma adecuada a nuestras muestras sin alterar la estructura de las mismas.

#### a) Preparación de láminas delgadas.

Las dimensiones de las láminas que pueden ser colocadas en el portamuestras del NET son del orden de 3mm de diámetro<sup>1</sup> para lo cual se lamina el material y se adelgaza mecánicamente con

En realidad pueden ser de mayor tamaño, sin embargo, el área de observación permitida por el microscopio es de ese orden.

abrasivos generando así láminas cuyos grosos son del orden de decenas de micras, la limpieza de la lámina se realiza con un ataque químico que elimina las primeras capas de la superficie. Una vez conseguido esto, se procede a un adelgazamiento fino de la muestra mediante la técnica de electropulido, mecanismo que permite adelgazar muestras metálicas sin modificar o destruir su estructura.

El electropulido consiste en producir una pequeña perforación sobre la lámina, de manera tal que la zona circundante a la misma sea suficientemente delgada para resultar transparente al haz de electrones. Con este fin, se colocan dos electrodos, uno de los cuales es la muestra en cuestión, dentro de una cuba que contenga una solución electrolítica (compuesta generalmente por ácidos o mezclas de ellos) capaz de remover uniformemente las capas exteriores de la lámina dentro de ciertas condiciones de voltaje, corriente y temperatura.

Para cada material, existe un electrolito<sup>2</sup> y una relación corriente-voltaje que nos indica, a una temperatura dada, la zona óptima de ataque electroquímico. La figura 3.1 muestra el tipo de curvas obtenidas. La zona plana de la curva determina el rango de voltaje para electropulir.

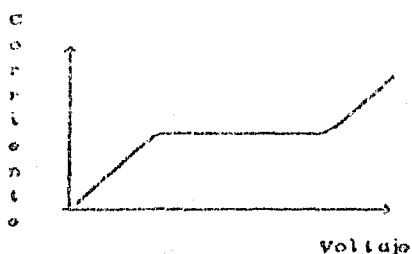


Figura 3.1

La zona de la meseta es la más adecuada para electropulir puesto que es necesario generar un removimiento uniforme del

<sup>2</sup> Como la composición de la solución depende del material, se han construido tablas bastante completas (ver por ejemplo las referencias 2.3 y 3.4.)



metales; esto se consigue asegurando que la densidad de corriente en todos los puntos de la muestra sea la misma.

Después de que se ha obtenido la perforación adecuada se procede a lavar la muestra con el fin de eliminar los residuos de los reactivos, obteniendo finalmente un área transparente a los electrones. La muestra adquiere forma de cuña alrededor de la perforación principal.

Hemos enfocado la descripción de este método para el caso de metales puros y sus aleaciones dado que resulta de difícil empleo para cerámicas u otro tipo de materiales.

#### *b) Preparación de Películas Delgadas.*

La preparación de películas delgadas, así como su montaje, presentan una serie de complicaciones generando una rama importante de investigación. Una de las principales ventajas de esta técnica es que evita el ataque químico y el adelgazamiento mecánico con lo cual se garantiza que la estructura del material no sufre alteración alguna.

La técnica más común para la producción de películas delgadas de cristales y amorfos, consiste en depositar vapor del material en cuestión, sobre un sustrato determinado que pueda, posteriormente ser eliminado con algún solvente o con otro tipo de procedimientos que no dañen la película ya formada. Las condiciones en que el material debe ser evaporado y depositado en el sustrato se controlan dentro de una cámara de vacío previamente dispuesta, con el fin de evitar cualquier contaminación debida al medio ambiente.

Existen una serie de problemas a resolver en el crecimiento de películas, entre los cuales se encuentran el tamaño del grano, la orientación del cristal, su composición y la continuidad de la misma. El control de estos parámetros depende íntimamente de las condiciones en que se deposita el material, es decir; de la velocidad de evaporación, la temperatura del sustrato, su orientación así como su limpieza, y del grado de vacío del sistema.

Como podemos notar, la elección del sustrato, así como su dirección cristalográfica juegan un papel importante, sobre todo en el crecimiento de películas monocristalinas, puesto que a una temperatura dada (temperatura de epitaxia)<sup>3</sup> se induce un crecimiento preferencial de la película hacia tal dirección.

El recipiente utilizado para evaporar el material también es un factor importante a considerar, en este caso se requiere que su punto de fusión sea mayor a la temperatura de evaporación de la sustancia en cuestión para evitar la formación de una aleación que terminaría finalmente por contaminar la película. Las canastillas usadas para este uso son de distintas formas, y para metales como oro, plata y cobre se utilizan de tungsteno.

Una forma de estimar el espesor de una película es suponiendo que el material se evapora desde una fuente puntual, sobre una superficie plana, de tal suerte que su espesor viene determinado por la expresión (ver ref.3.4):

$$t = \frac{W \operatorname{Sen} \theta}{\delta R^2 \pi}$$

donde:  $W$  = peso del material evaporado.

$\delta$  = densidad

$\theta$  = ángulo respecto a la normal de la superficie de depósito.

$R$  = distancia filamento - sustrato.

Bien, crecidas las películas, el problema ahora es el montaje para su observación en el MET, puesto que en general no son autosostenibles<sup>4</sup>. Lo que se desea es montar tales películas sobre alguna membrana que sea materialmente transparente al haz de electrones. Para ello, se preparan membranas plásticas contenidas  
Esta temperatura es diferente para cada material, para mayores referencias véase la ref. 3.3.

<sup>4</sup> Esto no necesariamente es cierto, puesto que si la película es continua, puede depositarse directamente sobre la rejilla conductora. Como veremos más tarde, por condiciones de diseño, nuestra película deberá tener pequeñas irregularidades, por lo cual se siguió el procedimiento arriba descrito.

sobre rejillas de algún material conductor y cubiertas por una muy delgada película de carbón que evita la rápida destrucción de tales membranas al incidir sobre ellas el haz.

Las rejillas son mallas finísimas fabricadas por procesos electrolíticos, se fabrican con materiales conductores como son: cobre, níquel, oro, oro - paladio, acero inoxidable, etc. Como ya se mencionó, las membranas son en general de soluciones plásticas tales como el Formvar (polivinil) en solución de 1 a 2% en dioxano y el Parlodion (piroxilin, nitrato de celulosa) en solución de 2% en anil - acetato.

#### c) Polvos.

Para la preparación de estas muestras se pulveriza el material generando partículas muy finas (del orden de micras) que puedan ser observadas a través del MET. Para sostenerlas se usan rejillas preparadas como anteriormente se ha descrito.

### 3.2.2 *Preparación de muestras para la formación de una imagen holográfica.*

El método holográfico en sí, no exige restricción alguna sobre la forma o preparación del objeto que se quiera observar. En este punto es útil recordar que D. Gabor utilizó como objeto holográfico una transparencia en la que había solo ciertas zonas oscuras, sin embargo tal restricción es propia de la holografía en línea, por el origen mismo del haz de referencia. En nuestro caso, el haz de referencia no interacciona con la muestra como lo hemos discutido ya en el diseño del biprisma electrostático. Esto genera sin embargo, otro tipo de exigencias, pero ahora sobre la continuidad del objeto.

Como se discutió en el capítulo 2, la restricción fundamental exigida a la muestra se genera por cuestiones de diseño. La primera división del haz en dos, se produce al interactuar éste con la muestra, con lo que se pretende que la mitad de él pase sin tocarla sufriendo una alteración mínima en su fase. La otra mitad deberá contener toda la información de su interacción con

ella, oculta en variaciones de amplitud, dirección y fase. Así, en principio requerimos que la muestra no sea perfectamente continua, lo cual se logra teniendo pequeños hoyitos en la membrana plástica si se trata de alguna muestra soportada en rejilla, o bien restringiéndose al análisis de bordes en láminas delgadas.

El problema viene ahora a reflejarse en la interpretación de los resultados obtenidos dado que, un holograma de electrones tomado de una muestra magnética, por ejemplo, no tiene paralelo en la holografía convencional. Discutiremos más a fondo estos problemas en la sección de aplicaciones.

Resta entonces decir como se prepararon las muestras utilizadas. Se usaron partículas de oro crecidas sobre un sustrato cristalino de cloruro de sodio. Las condiciones de temperatura, vacío y velocidad con que se depositó el material fueron calculadas suponiendo que la película obtenida tuviera un espesor del orden de  $50\text{\AA}$ . Como soporte se utilizaron rejillas preparadas con colodión y carbón, siendo posteriormente recocidas en un horno durante dos horas a  $200^{\circ}\text{C}$  lo cual favoreció su crecimiento a partir de un proceso de nucleación.

Se utilizaron también partículas de óxido de magnesio preparadas a presión atmosférica por evaporación directa sobre rejillas previamente procesadas.

## REFERENCIAS

- 3.1 Castano V. M. *Técnicas de preparación de muestras. Notas del curso Interdisciplinario de Microscopia Electrónica. UNAM.* 18 - 23 Mayo 1987.
- 3.2 Irene Hitoto Arilla. *Estándar Método de Crecimiento de cristales de Van Fata. Estudios de Frontera de Grano en el M. E. de T. tesis Profesional, México D. F. 1987.*
- 3.3 Reyes Gasca I. *Manual Para los Usuarios del Laboratorio de M. E.*, Julio 1987.
- 3.4 Hirsch, Binnig, Nicholson, Pughley and Whelan. *Electron Microscopy of Thin Crystals.*

## Capítulo IV

### 4.1 Resultados y discusión.

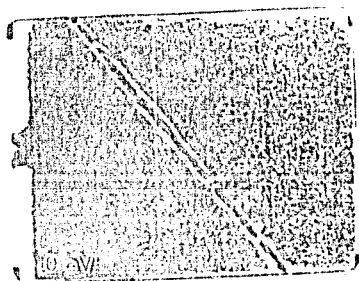
A continuación, se presentan algunas microfotografías tomadas en el microscopio electrónico, empleando el biprisma electrostático que fue desarrollado por nosotros. En ellas se puede observar un sistema de franjas, que aunque no están claramente definidas en algunas de ellas, nos dan una idea del funcionamiento del biprisma y de sus limitaciones.

En las siguientes páginas se muestran dos series de fotografías tomadas de microfotografías obtenidas en el microscopio electrónico empleando el biprisma electrostático. La primera serie de fotos muestra el efecto de somatarse a un potencial determinado al biprisma electrostático.

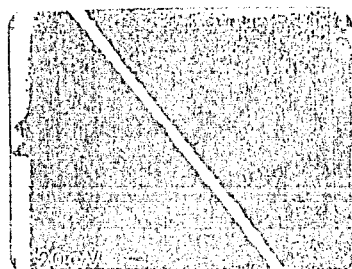
La segunda serie de fotos se tomó en el modo de difracción del microscopio electrónico. En algunas de estas fotografías, aparte de biprisma electrostático, se tenía colocada una muestra, mientras que en las demás no.

La tercera serie de fotografías fue tomada en campo claro, y se muestra el efecto del biprisma electrostático sobre la imagen de partículas de oro y de óxido de magnesio, consistente en franjas que aparecen dentro y fuera de cada grano.

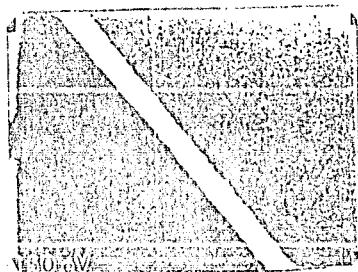
Luego de cada serie de fotografías se muestran algunos de los parámetros que se establecieron a partir de ellas, algunos teóricamente y otros por mediciones directas.



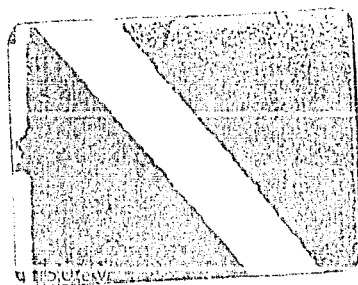
(1a)



(1b)



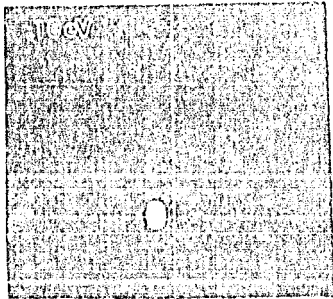
(1c)



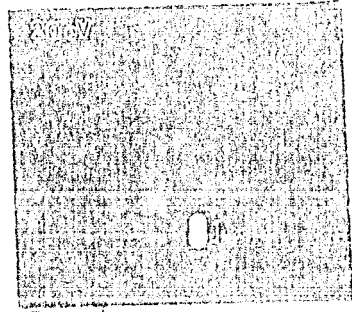
(1d)

Figura 1

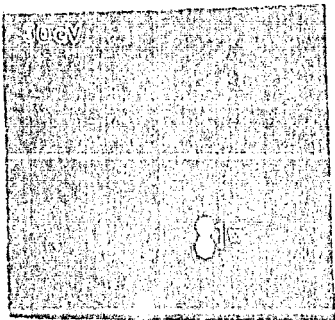
En la figura 1 se muestran las fotografías en campo claro del alambre de 20 $\mu$ m de diámetro sometido a diferentes voltajes. Como podemos observar, la "sombra brillante" del alambre crece a medida que se aumenta el voltaje.



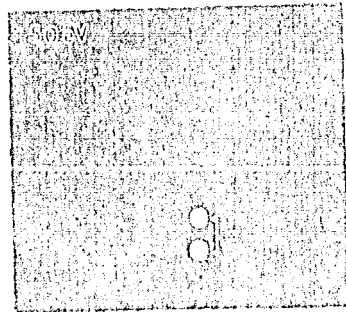
①  $W = 176 \text{ \AA}$



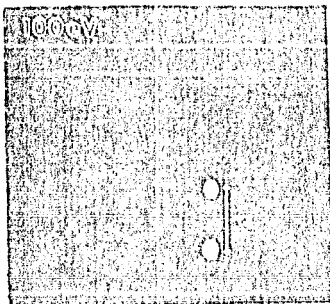
②  $W = 238 \text{ \AA}$



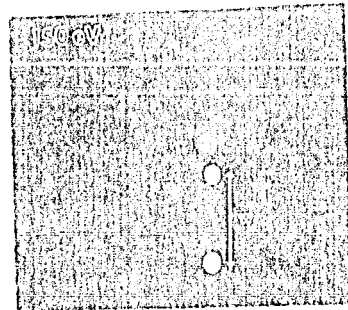
③  $W = 335 \text{ \AA}$



④  $W = 500 \text{ \AA}$



⑤  $W = 852 \text{ \AA}$



⑥  $W = 1329 \text{ \AA}$

Figura 2



En las fotografías que aparecen en la figura 2, lo que observamos es la imagen en difracción del haz de electrones que es deflectado por el biprisma en dos haces más que posteriormente interfieren. Obsérvese que a medida que aumentamos la energía proporcionada al alambre, la distancia  $w$  entre los puntos que aparecen en la fotografía crece.

La distancia  $w$  entre los puntos de las fotografías, es la longitud del patrón de interferencia (v. capítulo III), y fue medida entre los centros de los puntos en las fotografías, quitando por supuesto el factor de amplificación.

a = 0.383 m  
 b = 0.485 m

$\rho_1 = 10 \mu\text{m}$   
 $\rho_2 = 100 \mu\text{m}$

eVa	$\alpha$	$\nu$	d
10eV	$2.17 \times 10^{-6}$ rad	176 $\text{\AA}$	167 090 $\text{\AA}$
20	$4.34 \times 10^{-6}$	238	334 180
30	$6.51 \times 10^{-6}$	335	501 270
50	$1.08 \times 10^{-5}$	500	825 220
100	$2.17 \times 10^{-5}$	853	1 670 900
150	$3.26 \times 10^{-5}$	1320	2 510 200

eVa	D	s	N
10 eV	261 000 $\text{\AA}$	$1.03 \times 10^{-6}$ m	0.003
20	420 000	$6.63 \times 10^{-7}$	0.025
30	631 470	$6.42 \times 10^{-7}$	0.052
50	1 052 420	$3.65 \times 10^{-7}$	0.123
100	2 104 900	$1.63 \times 10^{-7}$	0.444
150	3 162 200	$1.28 \times 10^{-7}$	1.038

Figura 3

a = 0.385 m  
 b = 0.485 m

$\rho_1 = 10 \mu\text{m}$   
 $\rho_2 = 280 \mu\text{m}$

eVn	$\alpha$	v	d
10eV	$1.58 \times 10^{-6} \text{ rad}$	170 Å	118 350 Å
20	$3.11 \times 10^{-6}$	230	230 470
30	$4.66 \times 10^{-6}$	338	358 620
50	$7.76 \times 10^{-6}$	500	507 520
100	$1.55 \times 10^{-5}$	852	1 193 500
150	$2.33 \times 10^{-5}$	1329	1 794 104

eVn	$\rho$	s	H
10 eV	150 350 Å	$2.7 \times 10^{-6} \text{ m}$	0.006
20	301 670	$1.3 \times 10^{-6}$	0.017
30	452 020	$8.9 \times 10^{-7}$	0.037
50	792 720	$5.4 \times 10^{-7}$	0.093
100	1 503 500	$2.7 \times 10^{-7}$	0.315
150	2 260 100	$1.8 \times 10^{-7}$	0.738

Figura 4

ESTA TESIS NO DEBE  
 SALIR DE LA BIBLIOTECA

a = 0.385 m  
 b = 0.485 m

$\rho_1 = 10 \mu\text{m}$   
 $\rho_2 = 500 \mu\text{m}$

eVn	a	v	d
10eV	$1.20 \times 10^{-8}$ rad	176 Å	98 500 Å
20	$2.55 \times 10^{-8}$	230	167 120
30	$3.83 \times 10^{-8}$	335	294 910
50	$5.99 \times 10^{-8}$	500	492 030
100	$1.23 \times 10^{-7}$	852	985 600
150	$1.92 \times 10^{-7}$	1329	1 476 090

eVn	D	s	N
10 eV	124 160 Å	$3.26 \times 10^{-6}$ m	0.0054
20	243 320	$1.63 \times 10^{-6}$	0.0148
30	371 910	$1.09 \times 10^{-6}$	0.0307
50	619 930	$5.54 \times 10^{-7}$	0.0734
100	1 241 600	$3.23 \times 10^{-7}$	0.2314
150	1 863 490	$2.18 \times 10^{-7}$	0.6095

Figure 5

a = 0,383 m  
 b = 0,483 m

$\rho_1 = 10 \mu\text{m}$   
 $\rho_2 = 750 \mu\text{m}$

eVn	a	v	d
10eV	$1,12 \times 10^{-5} \text{ rad}$	173 $\text{\AA}$	69 166 $\text{\AA}$
20	$2,31 \times 10^{-5}$	233	177 070
30	$3,47 \times 10^{-5}$	335	267 190
50	$5,79 \times 10^{-5}$	500	445 630
100	$1,16 \times 10^{-4}$	652	691 630
150	$1,74 \times 10^{-4}$	1329	1 337 490

eVn	D	s	H
10 eV	112 326 $\text{\AA}$	$3,81 \times 10^{-6}$	0,0049
20	224 070	$1,81 \times 10^{-6}$	0,0132
30	335 500	$1,20 \times 10^{-6}$	0,0270
50	561 630	$7,22 \times 10^{-7}$	0,0639
100	1 123 260	$3,59 \times 10^{-7}$	0,2367
150	1 684 890	$2,40 \times 10^{-7}$	0,5939

Figura 6

$$a = 0.385 \text{ m}$$

$$b = 0.465 \text{ m}$$

$$\rho_1 = 10 \text{ } \mu\text{m}$$

$$\rho_2 = 1000 \text{ } \mu\text{m}$$

eVn	a	v	d
10eV	$1.03 \times 10^{-5}$	170 $\frac{\text{Å}}{\text{Å}}$	93 622 $\frac{\text{Å}}{\text{Å}}$
20	$2.17 \times 10^{-6}$	238	107 000
30	$3.25 \times 10^{-6}$	335	230 250
50	$5.43 \times 10^{-6}$	500	418 110
100	$1.03 \times 10^{-4}$	852	638 220
150	$1.03 \times 10^{-4}$	1323	1 253 100

eVn	D	s	H
10 eV	105 342 $\frac{\text{Å}}{\text{Å}}$	$3.65 \times 10^{-6}$ m	0.0040
20	210 480	$1.93 \times 10^{-6}$	0.0124
30	318 250	$1.28 \times 10^{-6}$	0.0202
50	525 710	$7.69 \times 10^{-7}$	0.0549
100	1 053 420	$3.65 \times 10^{-7}$	0.2213
150	1 581 100	$2.56 \times 10^{-7}$	0.5194

Figura 7

# Alfa vs W

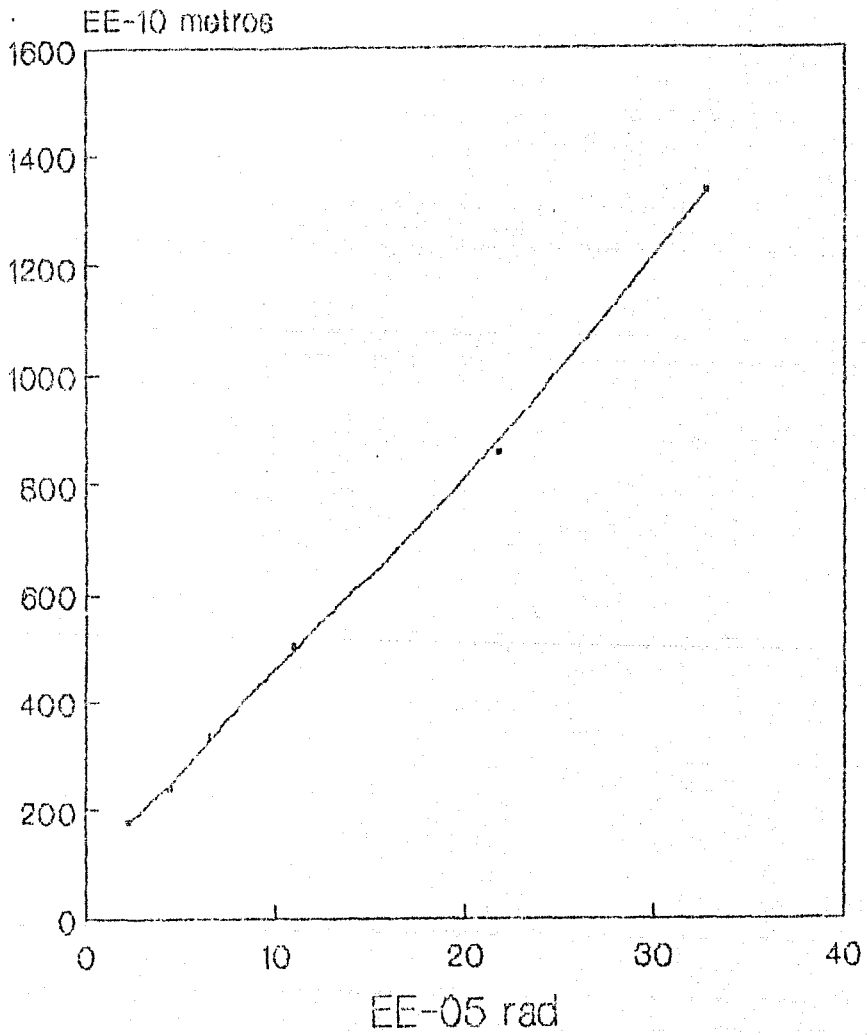


Figura B

A 100 micras

W VS S

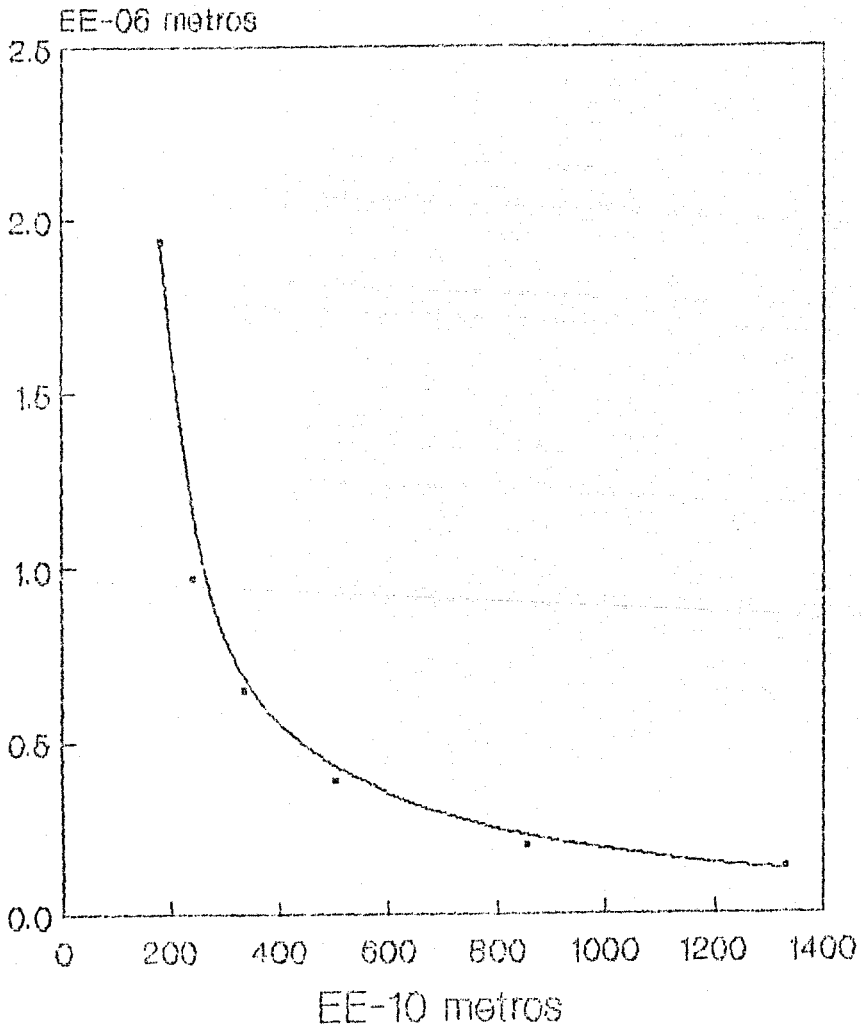
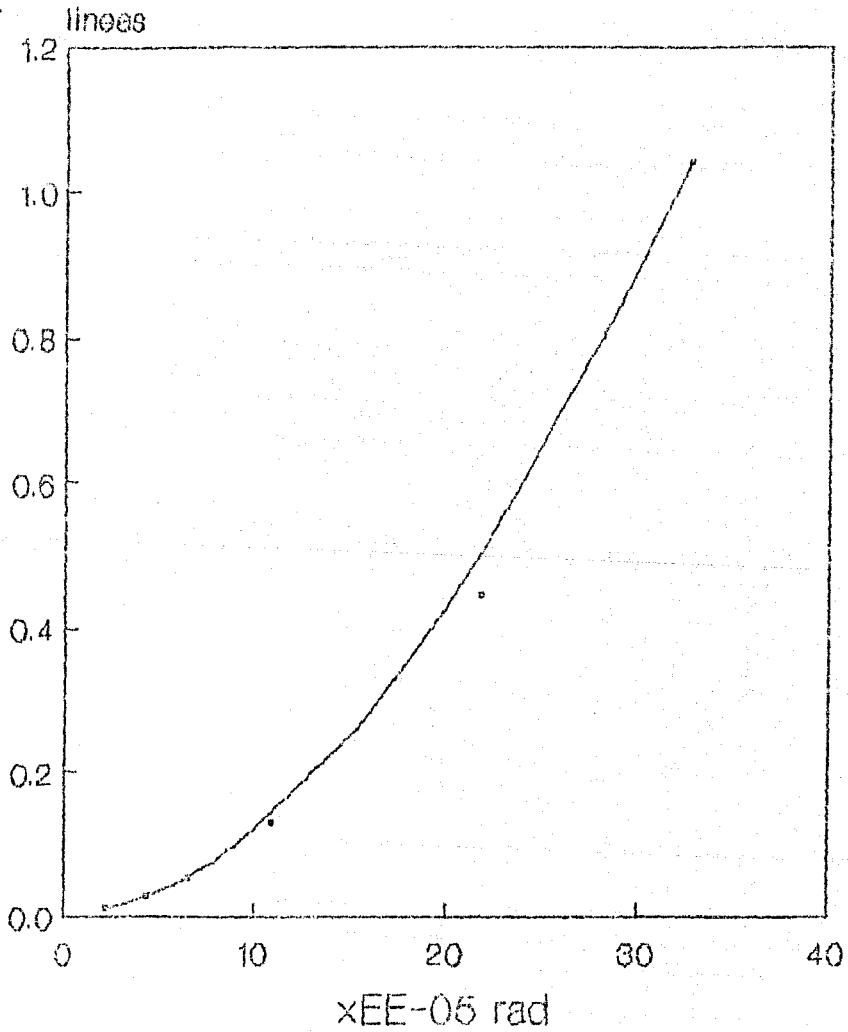


Figura W

A 100 micras



# Alfa vs N

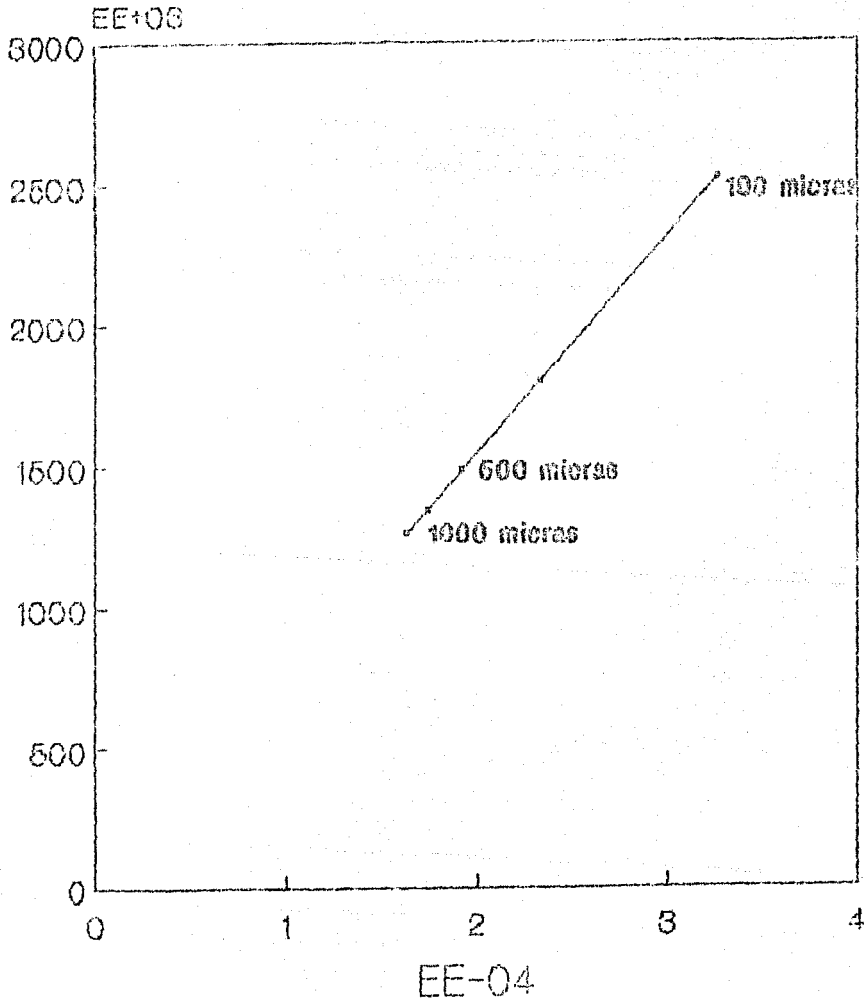


A distancia de 100 micras

Figura 10

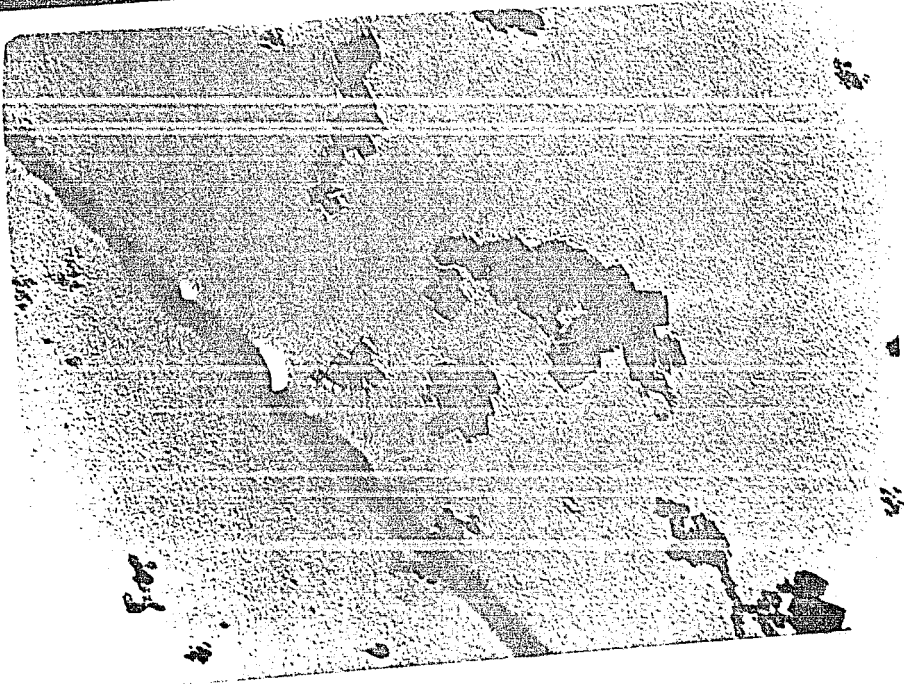
# Alfa vs d

A 100 W

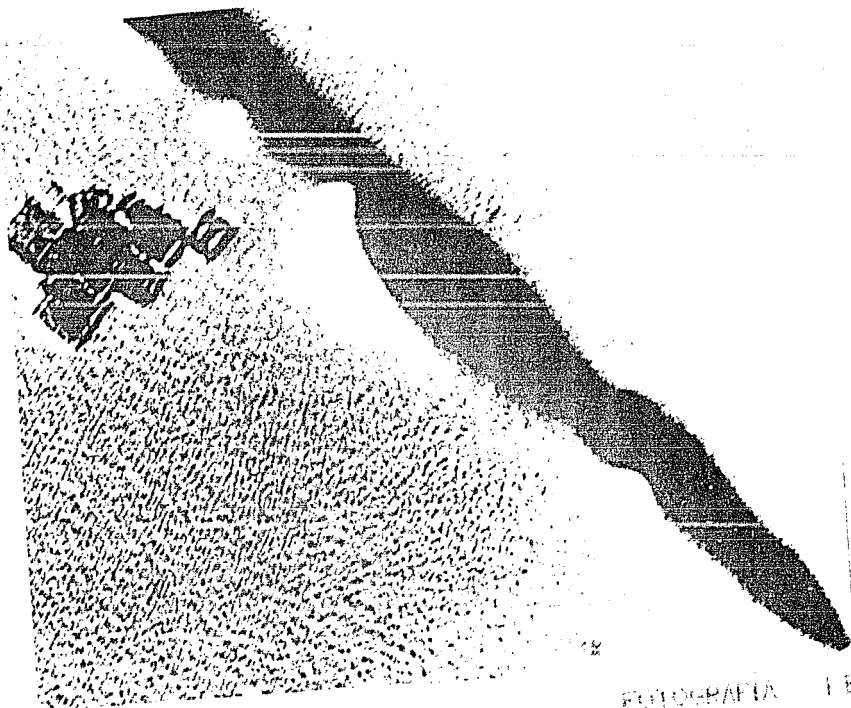


En un rango de 100 a 1000 micras

Figura 11



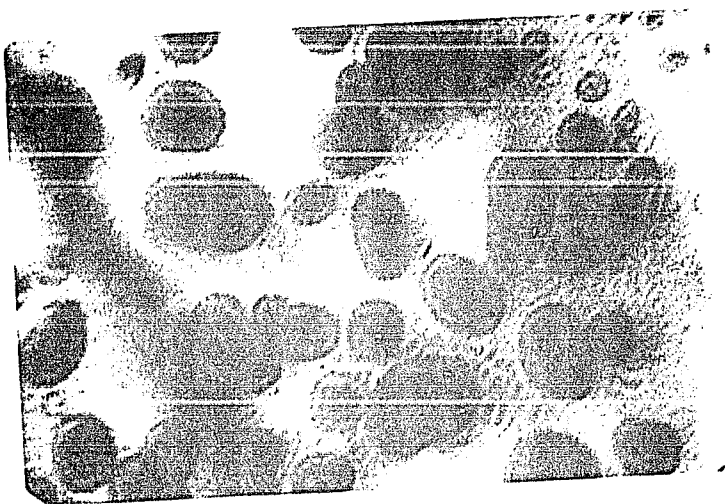
FOTOGRAFIA 1



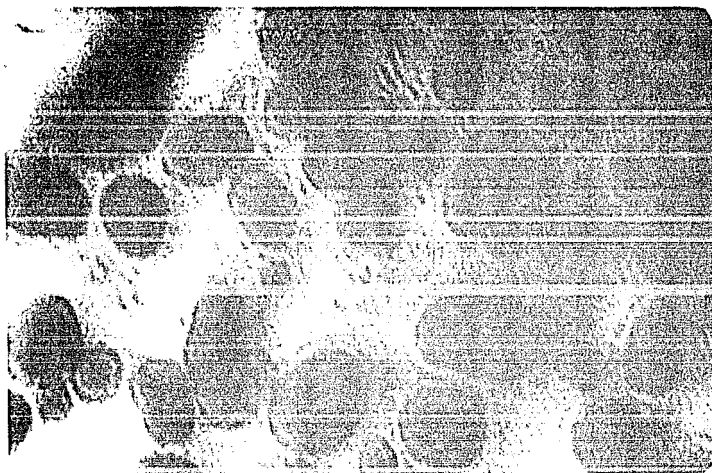
FOTOGRAFIA 1 B.



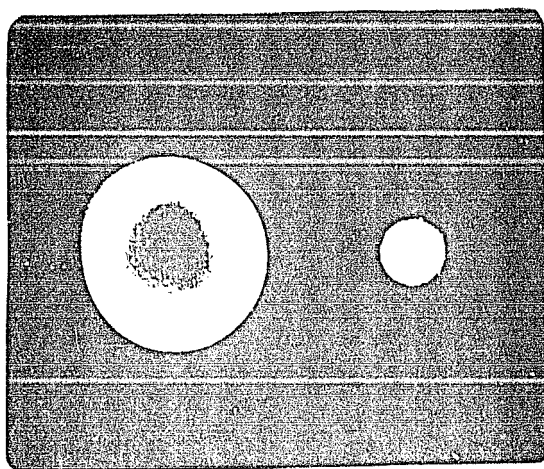
FOTOGRAFIA 1 C



FOTOGRAFIA 1 D



FOTOGRAFIA 111



FOTOGRAFIA 112

Respecto a las tablas que acabamos de presentar, se observa que parámetros tales como el ángulo de deflexión  $\alpha$ , disminuye con la distancia a que se encuentren los electrones respecto del alambre (en el eje  $X$ ). Por otro lado, el ángulo  $\alpha$  aumenta a medida que proporcionamos un mayor voltaje al alambre, lo cual, en este aspecto, nos indica que nuestro dispositivo holográfico está trabajando adecuadamente, en el intervalo de 10 a 150 volts.

Otro aspecto importante de las tablas se refleja en el hecho de que la sombra de interferencia  $W$  es menor que el radio del alambre, lo que nos da ya una idea de porque no tenemos las condiciones de coherencia apropiadas para la observación de franjas como podemos constatar en las fotografías tomadas en campo claro del alambre del biprisma sujeto a una diferencia de potencial. Esto repercute además en el cálculo que se hizo para establecer el número de franjas y los espaciamentos entre las mismas, que también aparecen en las tablas.

Además, también se observa que la distancia entre las fuentes virtuales  $d$  decrece cuando aumenta la distancia entre un haz de electrones y el alambre, pero aumenta con el voltaje.

Respecto a las gráficas presentadas, podemos decir que la comparación entre los datos establecidos teóricamente y aquellos medidos es satisfactoria, puesto que en general, reflejaron el buen funcionamiento del biprisma electrostático con que contamos, ya que las curvas de tales gráficas corresponden a aquellas predichas por las expresiones analíticas de las relaciones entre cada parámetro.

Establezcamos ahora la condición de coherencia bajo la cual opera nuestro biprisma electrostático, de la relación establecida para ello, en el capítulo II:

$$\delta < \left| \frac{as}{4b} \right| = \sigma_1 \quad (1)$$

donde  $\delta$  es la dimensión transversal de la fuente, la cual puede considerarse como la coherencia lateral de la fuente, cuya expresión analítica es:

$$\delta = \frac{\lambda_0}{2\beta} \quad (2)$$

donde  $\lambda_0$  es la longitud de onda de la fuente empleada (en nuestro caso 0.37 Å) y siendo  $\beta$  el ángulo de iluminación, que para nuestro propósito es el ángulo de deflexión  $\alpha$ .

Así, considerando electrones a una distancia de 100µm del alambre tenemos la siguiente tabla:

eV	$\delta$	$\sigma_1$
10 eV	$2.5 \times 10^{-9}$ m	$3.8 \times 10^{-7}$ m
20	$1.2 \times 10^{-9}$	$1.9 \times 10^{-6}$
30	$2.8 \times 10^{-9}$	$1.3 \times 10^{-6}$
50	$1.7 \times 10^{-9}$	$6.0 \times 10^{-7}$
100	$8.7 \times 10^{-9}$	$3.8 \times 10^{-7}$
150	$8.6 \times 10^{-9}$	$2.5 \times 10^{-7}$

Figura 12

Como podemos observar sólo se cumple la condición de coherencia a 10 eV y además que conforme aumenta el voltaje aplicado al biprisma, parece ser que la coherencia va disminuyendo en forma cada vez más marcada, aunque es claro que este resultado puede no ser concluyente por la cantidad tan pequeña de datos que se tienen.

Como podemos observar, el análisis anterior nos proporciona bastante información sobre el funcionamiento del biprisma electrostático para un haz que no encuentra en su camino ningún obstáculo. En la siguiente serie de fotografías se muestra lo que ocurre en presencia de una muestra.

La fotografía 1 A es una ampliación del interferograma tomado para una muestra de partículas  $\text{HgO}$  en una zona cercana al alambre.

Observando la fotografía, podemos darnos cuenta de la existencia de un rayado muy fino en el sustrato, el cual también aparece formando parte de la estructura de cada partícula, sin embargo, el ancho de las franjas claras y oscuras aumenta en este caso. El hecho de que las líneas sean paralelas significa que el espesor de la película de carbón es uniforme. Lo mismo ocurre con las partículas de  $\text{HgO}$ , pero aquí el espesor es mayor, esto se puede concluir por la diferencia de espesor entre franjas.

Con un microscopio óptico se midió, sobre la micrografía, el espaciamiento entre las franjas que aparecen en la zona del sustrato. Este espaciamiento no es estrictamente uniforme, por lo cual se midieron varios de ellos y se obtuvo un promedio. Así, el espaciamiento promedio entre franjas es de :

$$\Delta S = 0.17 \text{ } \mu\text{m}$$

dividiendo este valor entre la ampliación a la que fué tomada la micrografía (130,000) obtenemos un espaciamiento de :

$$\Delta S = 13.07 \text{ } \text{Å}$$

La fotografía 1 B muestra con claridad que la dirección de las franjas, tanto del sustrato como de la partícula no coinciden, esto es una evidencia de que las franjas no son producidas por astigmatismo.

Las fotografías 1 C, 1 D y 1 E son una ampliación del interferograma tomado para una partícula de Oro. Como podemos notar, la densidad de franjas es muy pequeña, sin embargo, la forma de las mismas nos indica que la partícula tiene estructura, y no es de espesor uniforme.

Finalmente, se muestra una toma con el microscopio en modo



difracción (como muestra la figura 1.10). En este caso, el haz que interacciona con la muestra es el difractado por la apertura mostrando el patrón de difracción del oro, mientras que el haz de referencia pasa sin alteración alguna.

Hemos discutido ya la influencia del biprisma electrostático sobre las condiciones de coherencia del sistema, sin embargo, es la coherencia del filamento usado la que marca el máximo número de franjas que en condiciones ideales del biprisma podemos obtener.

Sabemos que el número de franjas en función de la coherencia del filamento está dada por las ecuaciones :

$$N_L = \frac{\lambda}{s} \left[ \frac{\pi R T_0}{J} \right]^{1/2}$$

y

$$N_L = \frac{\lambda}{\Delta \lambda} = \frac{E}{\Delta E}$$

Nótese que el número máximo de franjas observables es independiente de las condiciones experimentales (ver ref. 1.24).

Para el microscopio utilizado tenemos una brillantez de  $5 \times 10^5$  A/cm<sup>2</sup>sr ; un voltaje de aceleración de 100 Kev (siempre se trabaja en este voltaje) y una densidad de corriente de aproximadamente  $5 \times 10^{-11}$  C/cm<sup>2</sup>. Si tenemos que  $s = 13$  Å y el tiempo de exposición  $T_0$  es 60 seg. el número de franjas esperado sería del orden de 27,600, para un filamento de tungsteno. La fotografía i Å muestra una gran cantidad de líneas sobre el sustrato, lo cual concuerda con las predicciones anteriores.

## Capítulo V

### Conclusiones y Perspectivas

#### 5.1 Conclusiones

El objetivo de la presente tesis fue el de obtener un holograma empleando para ello un microscopio de transmisión convencional al cual le fue adaptado un dispositivo interferométrico conocido como biprisma de electrones.

Ahora la cuestión más importante es si lo logramos, de entrada podemos afirmar que así fue, aunque no en un cien por ciento, puesto que se presentaron una serie de problemas que a continuación analizaremos. Aunque antes de esto explicaremos por qué podemos considerar que las imágenes de las muestras obtenidas empleando nuestro dispositivo pueden considerarse hologramas.

Para comenzar podemos dar una serie de argumentos de carácter cualitativo:

- No es posible obtener interferogramas del tipo que presentamos usando microscopía convencional de campo claro.
- No puede tampoco considerarse que las franjas obtenidas son debidas a estigmatismo, ni a efectos de borde, pues como se puede observar, las franjas aparecen tanto en partículas como en el coloide o sustrato y tienen direcciones bien definidas.
- No pueden considerarse tampoco como franjas de nivel pues también aparecen en el sustrato.
- Las imágenes obtenidas son similares a las que se reportan en la literatura (véase ref. capítulo III).

Por lo tanto podemos suponer que se trata de hologramas, aunque quedaría una pequeña duda de carácter cualitativo, puesto para que lo sean deben cumplir con el requisito de tener al menos una cantidad de franjas del orden de 5000  $\text{cm}^{-1}$ , lo cual no estamos seguros de que ocurra pues no tenemos un aparato adecuado para realizar este conteo.

Por otra parte es preocupante, aunque explicable, el hecho de tener deformidades en las franjas de las fotografías, puesto que se deben a las características del montaje del alambre de 20 $\mu$ m, el cual no cumple con la simetría del problema, y además no está colocado completamente derecho. Otro problema que es probable que se hubiera presentado, es el de tener depositada una cierta densidad de carga sobre el alambre, con lo cual el potencial que tendríamos sería el obtenido de la ecuación de Poisson y no el de Laplace (v. cap. IV), cuya solución vendría dada ahora por:

$$\phi(r) = Va \frac{\ln [r/\rho_2]}{\ln[\rho_1/\rho_2]} + \int \frac{\rho(r)}{|r - r'|} dv$$

la cual afectaría directamente en un factor más dependiente de r, la deflexión del haz.

Es importante resaltar el hecho de que no podemos tener ningún efecto debido a campo magnético, pues es prácticamente imposible tener una corriente en un circuito abierto y menos si es un circuito RC, donde las resistencias que se manejan son menores de 50 y la capacitancia es de  $2 \times 10^{-10}$  faradios, teniéndose entonces un tiempo de descarga de alrededor de  $10^{-10}$  s.

Por otra parte, presentamos en este trabajo, las características y el funcionamiento del biprisma electrostático que desarrollamos estableciendo algunos parámetros ópticos del mismo y mostrando algunas imágenes en muestras más o menos conocidas del efecto interferométrico que produce éste. Los resultados obtenidos, probablemente no son todo lo buenos que se esperaban, pero dan suficiente información para continuar y mejorar lo que se tiene.

Ciertamente, en los resultados se refleja la necesidad de modificar la apertura holográfica del biprisma electrostático, aunque no en forma, si en dimensiones. Esto es, en la mayoría de

los datos estimados, la influencia del radio de alambre y de la distancia entre placas fue importante, lo cual se observó en forma significativa al establecer el ángulo de deflexión, la sombra de interferencia, en el caso del biprisma sin muestra y el número de franjas y su experimento para los casos en que nos encontramos con y sin muestras.

Otro factor importante fue el voltaje suministrado al biprisma electrostático, que parece influir considerablemente sobre las condiciones de coherencia y visibilidad, y que en cierta forma explica el porqué es necesario tener un campo débil que en consecuencia nos lleva a considerar que las dimensiones del dispositivo electrostático que se emplea para llevar a cabo holografía, sean tan pequeñas.

Así, en el transcurso de nuestra investigación, nos dimos cuenta que debemos minimizar las dimensiones de nuestra apertura holográfica, teniendo en cuenta las características del microscopio electrónico de transmisión con el que contamos, mas sin embargo, no fue posible llevar esto a cabo por falta de recursos y disponibilidad de tiempo, aunque a cambio, obtuvimos información general que permitirá que en cualquier modelo de microscopio electrónico de transmisión pueda llevarse a cabo una experiencia holográfica, teniendo en cuenta los parámetros antes presentados.

#### REFERENCIAS

- 5.1 Missiroli G.F. *Electron Interferometry and Interference Electron Microscopy*. J. Phys. E: Sci. Instrum. vol. 14 (1981). 649-671.

## 5.2 PERSPECTIVAS.

Aún cuando los resultados obtenidos con nuestro sistema holográfico no son definitivos debido, como ya lo hemos discutido, a las condiciones de tamaño y limpieza del alambre, así como a la coherencia del filamento utilizado, las perspectivas respecto a la utilización del método dentro del laboratorio de microscopia electrónica parecen ser muy amplias, considerando que las condiciones experimentales varían enormemente con un filamento LaB<sub>6</sub> y un alambre, a lo más, de 10 $\mu$  de espesor<sup>1</sup>.

Una de las grandes aplicaciones de este método, consiste en la eliminación de la aberración esférica<sup>2</sup> de las imágenes obtenidas en un microscopio electrónico. La aberración esférica, tiene el efecto de reducir la distancia focal para aquellos rayos de electrones que pasan por las zonas más alejadas del eje óptico de la lente. Esto influye de manera notable en la resolución, dado que los haces difractados producen dos imágenes más, a una distancia  $\delta$  de la imagen transmitida (ver Fig. 1).

Ahora bien, sabemos que en el caso de la óptica convencional, es posible compensar el efecto de la aberración esférica mediante una combinación de lentes convexas y cóncavas. Sin embargo, esto no es posible en microscopia electrónica dado que no existen lentes electromagnéticas divergentes. Así, la corrección en este caso solo puede hacerse en el exterior, de tal suerte que la imagen sujeta a la aberración esférica de una lente electrónica se reproduce ópticamente con bastante fidelidad a partir del

En relativamente poco tiempo, podemos obtener un alambre con estas características. La longitud del mismo también aumentará, pues desde un principio estará libre de oxido.

2 La importancia de eliminar la aberración esférica en las imágenes de microscopio electrónico, radica en el hecho de que la función de transferencia del mismo depende explícitamente del coeficiente de transmisión que la función de transferencia nos indica que tan fielmente se la imagen obtenida al ser transferida a través del sistema optoelectrónico, tal dependencia es del tipo:

$$a(\theta) = (2\pi\lambda)^{-1} (e_0 \theta^3 - e_1 \theta^5)$$

para mayores referencias ver: V. Costello, Optik 4929.

interferograma que del objeto se obtiene dentro del microscopio.

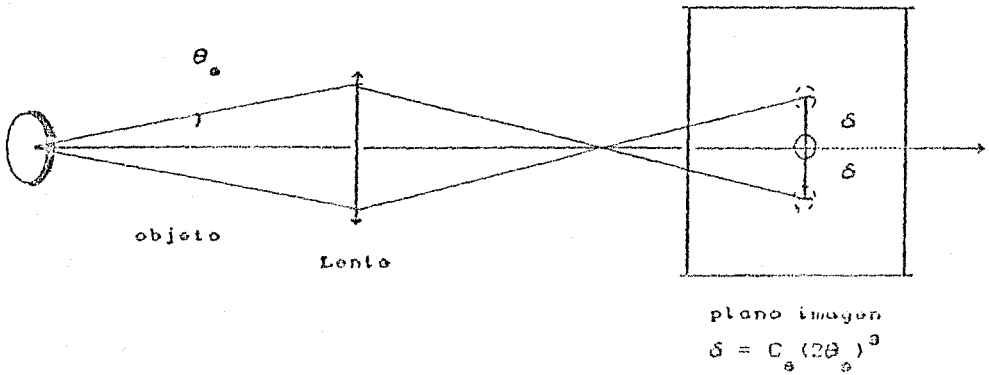


Figura 1. Imágenes de un objeto visto en un microscopio electrónico debido a su aberración esférica.

Para visualizar como podemos eliminar la aberración esférica a partir de la reconstrucción óptica de un holograma, supondremos que tal coeficiente para el sistema de grabado tiene un valor  $C_0$ . Recordemos ahora que al reconstruir obtendremos siempre dos imágenes, una real y otra virtual del objeto grabado; la amplitud de esta última es precisamente, el complejo conjugado de la original, de tal manera que dicha imagen está sujeta a una aberración esférica con signo opuesto. Entonces, la aberración esférica de la imagen conjugada es compensada por una lente convexa, originando una imagen libre de aberraciones.

Existe una relación que nos permite cuantificar la magnitud de la aberración esférica requerida para la corrección en la cual, se involucra el factor de amplificación del holograma, las longitudes de onda tanto de registro como de reconstrucción y el valor de  $C_0^3$ :

$$C_0' = m^4 \left[ \frac{\lambda}{\lambda^2} \right] C_0 \quad (1)$$

El arreglo experimental para la reconstrucción óptica del holograma se muestra en la figura 2. Mediante un laser se ilumina  
 Ver la referencia 1.1

el interferograma y se selecciona la imagen conjugada con una apertura, posteriormente se coloca la lente de corrección y luego un sistema amplificador, en caso de que la lente disminuya el factor de ampliación de la imagen.

El valor del coeficiente  $C_3$  para el microscopio utilizado es de 1.5 mm. Ahora bien, el cociente  $\lambda'/\lambda$  es del orden de 140,000 para un laser HeNe y  $m$  es igual a 66,000 de manera tal que, el valor del parámetro de corrección es de aproximadamente 10.4 m.

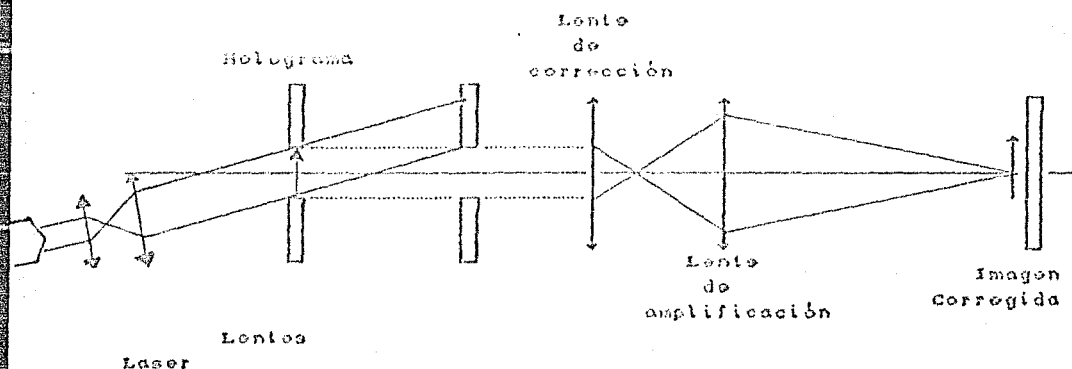


Figura 2. Reconstrucción óptica y corrección de la aberración esférica.

Hasta aquí, hemos utilizado la equivalencia existente entre la óptica convencional y la de partículas cargadas, sin embargo, las analogías dejan de existir cuando los cambios de fase en la onda de electrones tienen su origen en las propiedades magnéticas del material, siendo en estos casos muy difícil interpretar la interacción del haz con la muestra.

Como sabemos, los cambios de fase de una onda de electrones al atravesar una muestra son producto de su interacción con los campos eléctricos y magnéticos presentes en la misma. Una aplicación de considerable interés en este sentido, es la determinación experimental del potencial interno  $V_0^4$ . Por ejemplo, supongamos que una lámina de metal de espesor conocido es colocada  $\dagger$   $V_0$  es el primer término de una expansión de Fourier del potencial de una red cristalina a lo largo de un arreglo de átomos con espaciamiento interatómico  $a$ . Los términos periódicos en el potencial son los responsables de la difracción coherente de electrones.

en el microscopio electrónico, sabemos que las fases relativas respecto a un haz que no interacciona con la muestra presentarán un corrimiento que depende de la interacción de los electrones con los campos eléctricos presentes en el cristal.

Para cuantificar este corrimiento, consideremos la ecuación de Schrödinger que describe el movimiento de una partícula cargada dentro de un cristal:

$$\nabla^2 \psi + \frac{8\pi^2 m}{h^2} \left[ E + eV_0 \right] \psi = 0 \quad (1)$$

siendo  $\psi$  del tipo:

$$\psi = C e^{i(\vec{k} \cdot \vec{r})}; \quad |\vec{k}| = \frac{2\pi}{\lambda} = 2\pi \frac{\sqrt{2m(V_0 - V_a)e}}{h}; \quad E = eV_0$$

pero siendo  $t$  el espesor de la lámina, tenemos:

$$\psi = C e^{ikt} = C \exp \left\{ i \left[ \frac{2\pi}{h} \right] t \sqrt{2me(V_0 + V_a)} \right\}$$

Sin embargo, si la lámina delgada no estuviera presente,  $V_0$  sería cero y la solución a la ecuación de Schrödinger en tal caso es:

$$\psi_0 = C e^{ik_0 t} = C \exp \left\{ i \left[ \frac{2\pi}{h} \right] t \sqrt{2meV_0} \right\}$$

respecto a la fase de esta función podemos calcular el desfaseamiento que sufren las ondas de electrones al atravesar la muestra<sup>5</sup>, el cual resulta ser:

$$\Delta p = \frac{V_0 \pi}{\lambda V_a}$$

Esta diferencia de fase entre los dos haces recombinados por el biprisma es lo que finalmente nos produce el interferograma. Así pues, usando el principio de superposición para las dos ondas, encontramos que el primer máximo está definido como:

$$X_1 = - \frac{\pi V_0 t}{k \lambda V_a \beta_{12}} = - \frac{V_0 t}{2V_a \beta_{12}}$$

<sup>5</sup> Recordemos que solo podemos medir cambios de fase y no fases en sí.



mientras que el segundo máximo se encuentra en :

$$X_2 = \frac{1}{\beta_{12}} \left\{ \lambda - \frac{V_{ot}}{2V_a} \right\}$$

Recordemos ahora que en el capítulo 2 obtuvimos :

$$\Delta X = \frac{\lambda}{\beta_{12}} \rightarrow X_1 = \left[ \frac{1}{\beta_{12}} \right] \frac{V_{ot}}{2\lambda V_a}$$

información que podemos obtener del holograma pues  $\Delta X$  es el espaciamiento entre franjas y para medir  $X_1$  se usa como sustrato el mismo material y sobre él un disco de mayor espesor, o bien, un sustrato cuyo potencial interno sea conocido. Vemos que mediante esta técnica, podemos conocer además de  $V_o$  el espesor de la muestra. Observemos que los efectos electrostáticos debidos a potenciales internos dentro de un cristal tienen cierta analogía con los efectos de refracción presentes en la óptica de rayos luminosos.

De igual manera, es posible mediante la holografía con electrones mapear y obtener información sobre los campos electrostáticos de las uniones semiconductoras p-n o bien, de cualquier otro material de este tipo.

Para concluir, discutamos un poco sobre las aplicaciones de la técnica en muestras magnéticas.

Podemos afirmar con bastante confianza que la holografía fuera de eje en microscopía electrónica es el único método existente en la actualidad para la observación de muestras magnéticas que por su espesor no puedan ser tratadas mediante otras técnicas. Los resultados obtenidos por la holografía de electrones, hacen pensar que pronto se convertirá en una técnica

complementaria de la microscopía de Lorentz<sup>6</sup>, llegando incluso a ser más eficaz que ésta como veremos en los próximos ejemplos.

El método para la construcción del holograma es el mismo. Se coloca la muestra de tal forma que actúe como un divisor de haz, posteriormente se hace interferir la onda objeto con el haz de referencia proveniente de la misma fuente pero que se propaga en dirección diferente por acción del biprisma electrostático. El interferograma obtenido está formado por un conjunto de líneas de igual fase, o más propiamente dicho, por un mapeo de contorno de los cambios de fase producidos en la onda al interaccionar esta con la muestra.

Estos cambios de fase pueden ser estimados con suficiente precisión mediante la expresión<sup>7</sup>:

$$\Delta S (P_1, P_2) = \frac{e}{\hbar} \int_S \bar{B} \cdot d\bar{S} = \frac{e}{\hbar} \int_S \bar{A} \cdot d\bar{S}$$

la integral se toma sobre la superficie que encierra la trayectoria de dos electrones que pasan por los puntos  $P_1$  y  $P_2$ , mientras que  $\bar{A}$  es el potencial vectorial originado por el campo magnético de la muestra.

De ésta expresión se deduce inmediatamente que la diferencia de fase será siempre cero si  $P_1$  y  $P_2$  se encuentran a lo largo de

<sup>6</sup> La microscopía de Lorentz ha sido usada por varios años en la investigación de la estructura magnética de películas delgadas de diversos materiales magnéticos. Mencionaremos aquí sólo dos de los modos de operación del microscopio electrónico para obtener micrografías de Lorentz, uno de ellos es el desenfocado y el otro son los modos de Foucault. En el modo de desenfocado, la lente objetiva del microscopio se enfoca en un plano imagen localizado a una distancia  $l$  del plano de la muestra. Por el contrario, en los modos de Foucault, la lente objetiva sí es enfocada sobre la muestra, pero se coloca una apertura en el lugar del plano focal de la misma, con el fin de eliminar algunos de los rayos provenientes del otro dominio magnético con lo cual se pueden obtener las direcciones de los campos en la muestra (ver ref. 3, 10).

<sup>7</sup> Esta ecuación se obtiene al utilizar la aproximación WKB, para mayores referencias ver el artículo: "Significance of Electromagnetic Potentials in the Quantum Theory". Y. Aharonov & D. Bohm. Phys. Rev. Vol. 115, No. 3.

una misma línea de fuerza (magnética) dentro de la muestra. Esto explica el porqué el interferograma no es más que un mapeo de contorno de los frentes de ondas de electrones dispersados por el material.

El tratamiento para la reconstrucción es el ya discutido en los capítulos anteriores y depende fundamentalmente de la información que deseamos obtener del material; para visualizar esto y comparar la técnica con la microscopía de Lorentz discutamos un poco lo que teóricamente debemos esperar al tomar un interferograma de una partícula plana de material ferromagnético.

Como suponemos que su espesor es uniforme, el interferograma que debemos esperar no deberá tener, a simple vista, estructura al ser reconstruido, esto se debe a que la magnetización de la misma no influye en la intensidad del haz de electrones transmitido.

La información acerca de la distribución de los campos está totalmente contenida en la distribución de fases, pero esta información no se verá a simple vista del holograma, sin embargo existe un método para amplificar los cambios de fase y es mediante la reconstruir el holograma a partir de un interferómetro Mach-Zehnder. Esta técnica consiste en dividir el haz laser mediante un espejo semiplatado como se muestra en la figura 3. Con el Mach-Zehnder se consigue iluminar el holograma con ambos haces, cada uno de los cuales produce una imagen real y otra conjugada del objeto, de tal suerte que la distribución de fases para ambos casos son iguales pero opuestas en signo. Mediante una apertura se logra que la imagen real reconstruida por uno de los haces y la imagen virtual obtenida con el otro, se mezclen para formar una imagen final que tendrá el doble de la información de fase registrada.

Como ya discutimos, estas franjas son líneas de fuerza. Pero aún con toda esta información no podemos determinar la dirección de la magnetización; para obtener tal dirección se usan otro tipo de trucos en la reconstrucción, como puede ser el inclinar ambos haces antes de hacerlos interferir, por ejemplo, cuando la magnetización va en dirección de las manecillas del reloj, el

frente de onda del haz transmitido sufre primero cierto retardo al interactuar con el borde de la partícula debido a efectos de espesor, esto se traduce en una deflexión hacia adentro de las franjas de interferencia, curvatura que se invierte dentro del contorno de la partícula debido ahora a los efectos de los campos magnéticos (ver Fig.4).

Podemos usar otros trucos dependiendo de la información que deseamos obtener, información que de ninguna manera podríamos conocer usando los métodos convencionales, por ejemplo, la microscopía de Lorentz proporciona información sobre la estructura de dominios magnéticos pero la estructura magnética es difícil de identificar, esto se debe a que el contraste de franjas producidas por efectos magnéticos se traslapa con el patrón de difracción de la partícula generado por el desenfocamiento necesario para la observación de la estructura del dominio. Sin embargo, es posible obtener esta misma micrografía a partir de un holograma con electrones. Esto puede hacerse simplemente desenfocando la imagen reconstruida, de esta manera, la técnica holográfica supera por mucho los métodos anteriores.

Concluyendo, las micrografías obtenidas por el método holográfico pueden interpretarse con relativa facilidad puesto que las líneas de fuerza están, por así decirlo, dibujadas en el interferograma. Otra de las ventajas de la técnica es que para observar estructuras finas no es necesario usar la técnica de desenfoque para compensar las fuerzas de Lorentz y finalmente, podemos hacer observaciones cuantitativas, dado que el flujo entre dos líneas continuas es constante e igual a  $h/e$ .

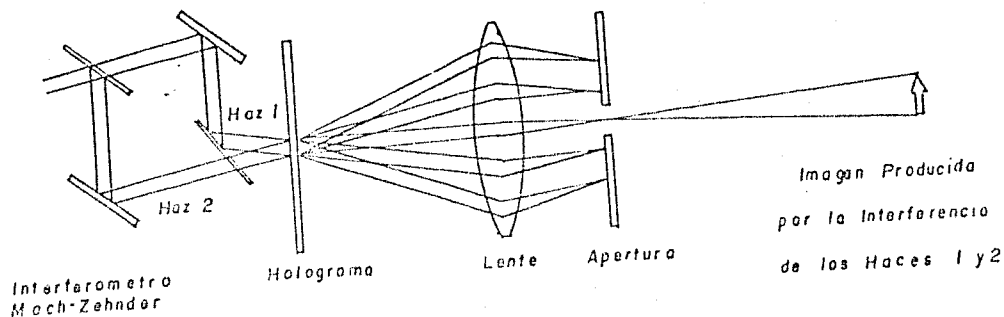


Figura 3. Reconstrucción con un interferómetro Mach - Zehnder.  
Amplificación de fase.

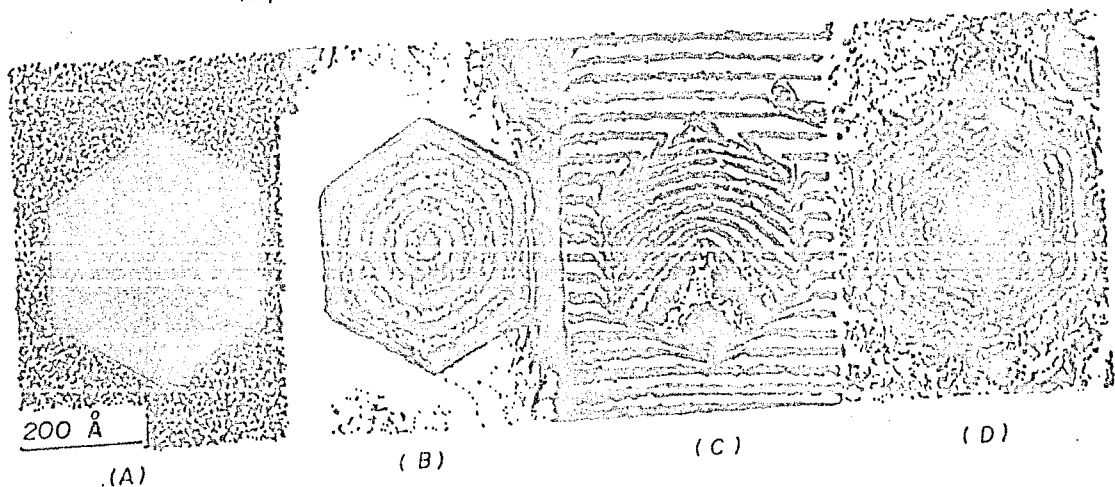


Figura 4. Partícula hexagonal ferromagnética (Modelo teórico).  
 a) Imagen reconstruida a partir de un interferograma.  
 b) Imagen reconstruida con un Mach - Zehnder.  
 c) Determinación de la dirección de campos magnéticos en una muestra.  
 d) Micrografía de Lorentz obtenida a partir del interferograma a). Ver ref. 5.3.

## REFERENCIA.

- 5.1 Castaño. V. M. *Optik* 1987.
- 5.2 Tonomura Akira, Tsugoshi Matsuda & Junji Endo. *Spherical Aberration Correction of an Electron Holography*. Japanese Journal of Applied Physics. Vol. 18. No 7, July, 1979 pp. 1373 - 1377.
- 5.3 Tonomura, Matsuda, Endo, Tatsuo Arai & Mihama. *Direct Observation of Fine Structure of Magnetic Domain Walls by Electron Holography*. Physical Review Letters. Vol. 44 No 21 pp. 1430 - 1433.
- 5.4 Lichte H. *Electron Holography Approaching Atomic Resolution*. Ultramicroscopy 20 (1986) pp. 293 - 304.
- 5.5 Tonomura. *Applications of Electron Holography*. Reviews of Modern Physics. Vol. 59 No 3, Part 1 July 1987.
- 5.6 Missiroli, Pozzi & Valdre. *Electron Interferometry and Interference Electron Microscopy*. J. Phys. Sci. Instrum., Vol. 14, 1981 pp. 649 - 671.
- 5.7 Tonomura, Tsuyo Shi Matsuda, Junji Endo. *High Resolution Electron Holography with Field Emission Electron Microscope*. Japanese Journal of Applied Physics. Vol. 18 No 1, January 1979 pp 9 - 14.
- 5.8 K. J. Hanszen. *Holography in Electron Microscopy*. Advances in Electronics and Electron Physics. Vol. 59.
- 5.9 Akira Tonomura, Matsuda, Endo & Osakabe. *Sensitivity Enhances Electron-Holographic Interferometry and Thickness Measurement Applications at Atomic Scale*. Physical Review Letters. Vol. 54, No 1 7 January 1985. pp. 60 - 62.
- 5.10 Akira Fukahara, Shinayawa, Tonomura & Fujiwara. *Electron Holography and Magnetic Specimens*. Physical Review B. Vol. 27 No 3, 1 February 1983. pp. 1839 - 1843.
- 5.11 Akira Tonomura, Matsuda, Tanabe, Osakabe, Endo & Fukuhara. *Electron Holography Technique for investigating thin Ferromagnetic Films*. Physical Review B. Vol. 25, No. 11, pp. 6799.

- 5.12 S Frabboni, G. Matteucci & G. Pozzi. *Observation of Electrostatic Fields by Electron Holography: The Case of Reverse - Biases P - N Junctions*. Ultramicroscopy 23 (1987) pp. 29 - 38.
- 5.13 Hannes Lichte. *Electron off axis Holography of atomic structures*. Proc. Nth. Int. Cong. on Electron Microscopy Kyoto. 1986.
- 5.14 N. Osakabe, T. Matsuda, T. Kawasaki, J. Endo & A. Tonomura. *Experimental Confirmation of Aharonov - Bohm effect using a toroidal magnetic field confined by a superconductor*. Physical Review A. Vol. 34, No. 2, pp 815.
- 5.15 A. Tonomura, T. Matsuda, R. Suzuki, A. Fukuhara, N. Osakabe. *Observation of Aharonov - Bohm effect by Electron Holography*. Physical Review Letters, Vol. 48, No. 21, pp. 1443.
- 5.16 A. Tonomura, N. Osakabe, T. Matsuda, T. Kawasaki & J. Endo. *Evidence for Aharonov - Bohm effect with Magnetic Field Completely Shielded from Electron Wave*. Physical Review Letters, Vol. 56, No. 8, pp. 792.
- 5.17 Y. Aharonov & D. Bohm. *Significance of Electromagnetic Potentials in the Quantum Theory*. The Physical Review, Second Series, Vol. 115, No. 3, pp. 485.
- 5.18 Mitchell S. Cohen. *Wave - Optical Aspects of Lorentz Microscopy*. Journal of Applied Physics, Vol. 38, No. 13, pp. 4966.

## APENDICE I

### CARACTERISTICAS DE LAS EMULSIONES FOTOGRAFICAS.

La respuesta de los materiales fotográficos a la exposición de electrones se encuentra representada por la curva de Hurter & Driffield (ver referencia 1.19), en la cual se grafica la densidad optica del material definida como :

$$D = \log \left[ \frac{1}{\mathcal{T}} \right]$$

(siendo  $\mathcal{T}$  la transmitancia de la película) contra el logaritmo de la exposición (medida en Joule/m<sup>2</sup>). En general estas curvas son de la forma :

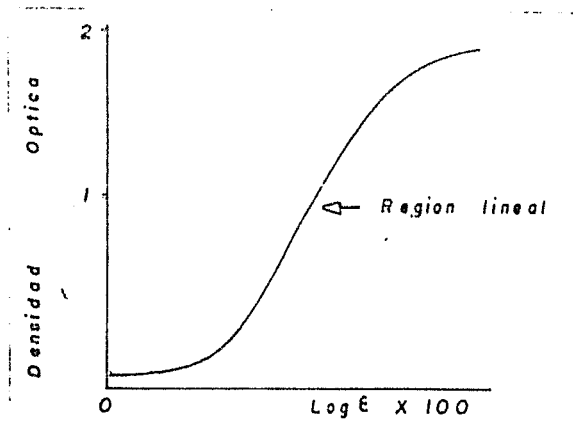


Figura A. Curva H. & D. para una emulsión fotográfica.

Como puede observarse, la curva H. & D. tiene una región lineal. La pendiente  $\gamma$  de esta región es una medida del contraste de la película. Para este intervalo de valores, la relación entre la transmitancia y la intensidad es del tipo :

$$\mathcal{T} \propto I^{-\gamma}$$

que, en términos de la amplitud de transmitancia queda como :



$$t = I^{-\gamma/2} = \left| \rho_{\text{objeto}} + \rho_{\text{referencia}} \right|^{-\gamma/2}$$

Notemos que esto no siempre se cumple, puesto que el valor de  $\gamma$  al transcurrir el tiempo y al haber transformaciones químicas cada vez más rápidas en la película, sufre variaciones importantes, como las ilustradas en la región de saturación. Sin embargo, la región lineal de la curva H. & D. está determinada por la ecuación :

$$D = \gamma \left[ \log \delta - \log \delta_0 \right]$$

donde  $\delta_0$  es la intersección de la recta con el eje x. Reescribiendo obtenemos :

$$\log \left[ \frac{1}{\mathcal{F}} \right] = \log \left[ \frac{\delta}{\delta_0} \right]$$

de donde :

$$\mathcal{F} = \delta_0^{\gamma} \delta^{-\gamma} = D \delta^{-\gamma}$$

Ahora bien, cuando obtenemos una transparencia positiva de un negativo fotográfico<sup>1</sup>, la  $\gamma$  resultante es :

$$\gamma = \gamma_n \gamma_p$$

siendo  $\gamma_n$  y  $\gamma_p$  las pendientes de las curvas H. & D. para ambos estados de la película. Así, la intensidad de transmitancia para una transparencia positiva es :

$$\mathcal{F}_p = K_p I_p^{\gamma_p \gamma_n}$$

Lo anterior en términos de la amplitud de transmitancia se encuentra definido como :

$$t_n = K_n^{1/2} I_n^{-\gamma_n/2} = K_n^{1/2} \left| \rho_o + \rho_r \right|^{-\gamma_n}$$

$$t_p = K_p^{1/2} I_p^{(\gamma_n \gamma_p)/2} = K_p^{1/2} \left| \rho_o + \rho_r \right|^{\gamma_n \gamma_p}$$

de donde se observa que, para tener una amplitud de transmitancia 1

La transparencia positiva se obtiene por iluminación uniforme del negativo.

que sea linealmente proporcional a la intensidad incidente sobre la emulsión, el producto  $\gamma_n \gamma_p$  debe ser igual a 2. Con esto justificamos el uso del valor  $\gamma = 2$  en los desarrollos del capítulo 1. Cabe señalar finalmente que la película usada fué la Kodak 4489.

APENDICE II

CALCULO DE FASES A PARTIR DE UN ARREGLO GEOMETRICO UTILIZANDO DIFERENCIA DE CAMINOS OPTICOS.

Para visualizar esta construcción, tomemos el mismo sistema de referencia usado en el capítulo 1.

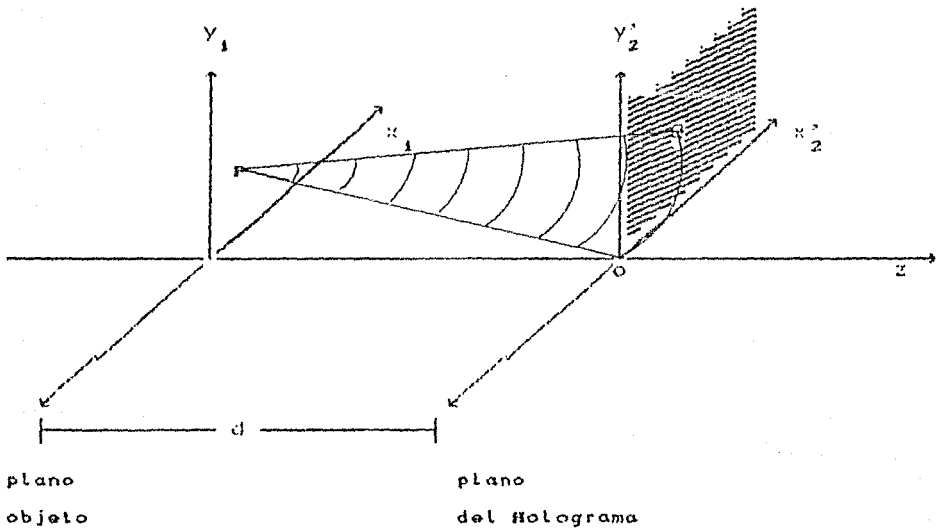


Figura II.I. Sistema para el cálculo geométrico de fases. Las coordenadas de los puntos son:  $P(x_1, y_1, z_1 = -d)$ ;  $Q(x_2, y_2, 0)$

Sabemos que la fase del frente de onda que parte de P y llega a Q, corresponde a la diferencia de camino óptico entre  $PQ$  y  $PO$ . Así obtenemos :

$$\varphi_{Obj} = -\frac{2\pi}{\lambda} \left\{ \left[ \left[ (x_2 - x_1)^2 + (y_2 - y_1)^2 + z_1^2 \right]^{1/2} - \left[ x_1^2 + y_1^2 + z_1^2 \right]^{1/2} \right] \right\}$$

el signo negativo es porque la onda que estamos tratando parece diverger a partir del punto P.

Factorizando  $z_1$  y reagrupando obtenemos :

$$\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} z_1 \left\{ \left[ 1 + \frac{\left[ x_z^2 - x_1 \right]^2 + \left[ y_z^2 - y_1 \right]^2}{z_1^2} \right]^{1/2} - \left[ 1 + \frac{x_1^2 + y_1^2}{z_1^2} \right]^{1/2} \right\}$$

Ahora bien, usando la aproximación paraxial, es decir, suponiendo que P y Q no están muy lejos del eje z y que  $z_1$  es muy grande, podemos desarrollar  $1/z_1$  en expansión binomial y quedándonos hasta el segundo orden del desarrollo obtenemos :

$$\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} \left[ \frac{1}{2z_1} \left( x_z^2 + y_z^2 - 2x_z x_1 - 2y_z y_1 \right) \right]$$

la cual es una expresión del mismo tipo que la mostrada en el capítulo I.