

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



PROCESAMIENTO DE IMAGEN DEL ESPECTRO DE DIFRACCIÓN DE  
ELECTRONES

POR

EDSON EDGARDO SAMANIEGO PANTOJA

COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE

MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

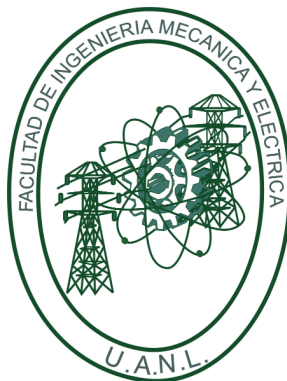
CON ORIENTACIÓN EN NANOTECNOLOGÍA

AGOSTO 2022

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



PROCESAMIENTO DE IMAGEN DEL ESPECTRO DE DIFRACCIÓN  
DE ELECTRONES

POR

EDSON EDGARDO SAMANIEGO PANTOJA

COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE

MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

CON ORIENTACIÓN EN NANOTECNOLOGÍA

AGOSTO 2022

# Universidad Autónoma de Nuevo León

## Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica

### Subdirección de Estudios de Posgrado

Los miembros del Comité de Tesis recomendamos que la Tesis “PROCESAMIENTO DE IMAGEN DEL ESPECTRO DE DIFRACCIÓN DE ELECTRONES”, realizada por el alumno Edson Edgardo Samaniego Pantoja, con número de matrícula 2081741, sea aceptada para su defensa como requisito parcial para obtener el grado de Maestría en Ciencias de la Ingeniería con Orientación en Nanotecnología.

El Comité de Tesis

---

Dr. Virgilio Ángel González González

Co-Asesor

---

Dra. Satu Elisa Schaeffer

Co-Asesora

---

M. C. Nombre Apellido1 Apellido2

Revisora

Vo. Bo.

---

Dr. Simón Martínez Martínez

Subdirector de Estudios de Posgrado

San Nicolás de los Garza, Nuevo León, agosto 2022

*escribir aquí la dedicatoria*

# RESUMEN

---

Edson Edgardo Samaniego Pantoja.

Candidato para obtener el grado de Maestría en Ciencias de la Ingeniería con Orientación en Nanotecnología.

Universidad Autónoma de Nuevo León.

Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica.

Título del estudio: PROCESAMIENTO DE IMAGEN DEL ESPECTRO DE DIFRACCIÓN  
DE ELECTRONES.

Número de páginas: 17.

OBJETIVOS Y MÉTODO DE ESTUDIO:

Firma de los asesores:

RESULTADOS:

---

Dr. Virgilio Ángel González González

Asesor

---

Dra. Satu Elisa Schaeffer

Co-asesora

# ABSTRACT

---

Fulano de Tal.

Candidate for obtaining the degree of Master in Engineering with Specialization in  
Systems Engineering.

Universidad Autónoma de Nuevo León.

Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica.

Title of the study: INCREDIBLE STUDY.

Number of pages: 17.

OBJECTIVES AND METHODS:

Signature of supervisors:

RESULTS:

---

Dr. Virgilio Ángel González González

Asesor

---

Dra. Satu Elisa Schaeffer

Co-asesora

# ÍNDICE GENERAL

---

<b>Resumen</b>	<b>v</b>
<b>Abstract</b>	<b>vi</b>
<b>1. Introducción</b>	<b>1</b>
1.1. Hipótesis . . . . .	3
1.2. Objetivos . . . . .	3
1.2.1. Objetivos específicos . . . . .	3
1.3. Estructura de la tesis . . . . .	4
<b>2. Marco teórico</b>	<b>5</b>
2.1. Interacción del electrón con materia . . . . .	6
2.2. Difracción y ley de Bragg . . . . .	7
2.3. Espacio recíproco . . . . .	7
2.3.1. . . . .	7
2.4. Índices de Miller . . . . .	7

2.5. Muestras en TEM . . . . .	7
2.5.1. Plata (Ag) . . . . .	7
2.5.2. Oro (Au) . . . . .	7
2.5.3. Oxido de hierro 3 . . . . .	7
2.6. Transformada de Hough . . . . .	7
2.7. Regresión polinomial . . . . .	7
2.8. Gradiente . . . . .	7
<b>3. Antecedentes</b>	<b>8</b>
3.1. Determinación del patrón de difracción . . . . .	8
3.2. Eliminación ruido por gradiente . . . . .	10
3.3. Hough para detección en difracciones . . . . .	10
<b>4. Metodología</b>	<b>11</b>
<b>5. Resultados</b>	<b>12</b>
<b>6. Conclusiones</b>	<b>13</b>
6.1. Contribuciones . . . . .	13
6.2. Trabajo a futuro . . . . .	13
<b>Bibliografía</b>	<b>14</b>



---

<b>A. Información complementaria</b>	<b>15</b>
<b>B. Otro apéndice complementario</b>	<b>16</b>

# ÍNDICE DE FIGURAS

---

1.1. Muestra de difracción tomada por Ángel Virgilio en el CIIDIT [3] . .	2
3.1. Secuencia de obtención de patrón de difracción. . . . .	9

# ÍNDICE DE TABLAS

---

## CAPÍTULO 1

# INTRODUCCIÓN

---

En el campo de la nanotecnología y ciencia en materiales es muy común y necesario realizar trabajos con el microscopio electrónico de transmisión (*TEM* por sus siglas en inglés) y uno de sus modos es el de difracción el cual estudia la estructura cristalina de los solidos haciéndolo uno de los métodos más importantes para la obtención de información cristalográfica acerca de los materiales [2].

La difracción de electrones consiste en un haz de electrones que atraviesa una muestra delgada del material a estudiar, los electrones tendrán interacción mediante fuerza eléctrica con los átomos de la muestra produciéndoles una dispersión, en la estructura periódica de un solido cristalino tiene la función como una rejilla de difracción haciendo que los electrones sean dispersados de forma predecible [1]. Los haces difractados son enfocados y forman un patrón de difracción resultante que puede ser observado en una pantalla fluorescente o en forma digital como lo muestra la figura 1.1.

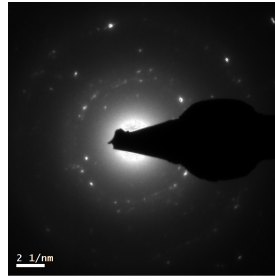


Figura 1.1: Muestra de difracción tomada por Ángel Virgilio en el CIIDIT [3]

Las imágenes de patrones de difracción son interpretadas de manera que se miden los haces difractados a el centro del haz obstruido por un paro de haz, obteniendo un radio que es necesario para determinar a que plano cristalográfico pertenece y así determinar cada plano para poder formar la red cristalina del material.

Para eso Python resulta una herramienta de programación adecuada de manera que facilita el análisis de imágenes en las que se pueden obtener datos importantes, histogramas de intensidad, contornos, etc. Para eso es desarrollado un programa con cualidades como poder leer la imagen de difracción de electrones extraída del microscopio electrónico de transmisión y primeramente ubicar de manera automática el centro donde impacta el haz de electrones ya que este es cubierto por una punta que tiene como objetivo cubrir que la muestra sea irradiada en exceso y no sea posible visualizar los puntos difractados, lo cual dificulta en la actualidad ubicar el centro del haz para centrar los puntos y anillos difractados de manera manual.

Se facilita la manera en que se hacen las mediciones del centro del haz a cada punto difractado debido a que comúnmente al hacerlo manual existe un desfase del centro lo cual a esa escala nanométrica provoca una diferencia de la medida esperada, el software analiza mediante análisis de histogramas, intensidades y búsqueda de contornos que tiene como objetivo el encontrar en instancias imperfectas de objetos, una clase de formas o figuras mediante un procedimiento, con esto resulta fácil detectar lineas, elipses y círculos.

## 1.1 HIPÓTESIS

Es posible mediante un procesamiento de imagen utilizando el software Python [4], obtener contornos por intensidades del haz de electrones, círculos y centros por la transformada de Hough y distancias precisas a nivel píxel, aunado a esto estadísticamente posible comprobar una mejor exactitud y precisión para analizar imágenes de muestras de la difracción de electrones y realizar más rápido el proceso.

## 1.2 OBJETIVOS

Se busca el desarrollo de un programa automático capaz de analizar las imágenes de difracción de electrones de materiales con estructura cristalina, enfocado en la rapidez y mejor precisión para la medición de las distancias entre cada spot difractado mejorando la manera de analizar, a diferencia otros programas utilizados comúnmente para la determinación de los índices hkl.

### 1.2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Obtener muestras del TEM para tener variantes de muestras y ver el proceso.
- Utilizar el histograma de la imagen para trabajar con datos de intensidad que arroje dicho gráfico.
- Determinar estadísticamente el centro del haz de electrones (obstruido) variando el rango de intensidad.
- Eliminar el ruido de fondo de la imagen.

- Ubicación de la red periódica que forman los spots difractados para su posterior análisis y obtención de su coordenada central
- Determinación de spots difractados contorno y centro.
- Medir la distancia entre el centro del haz núcleo y el centro de cada spot difractado como distancia euclidiana y guardar en una lista.
- Ubicar la zona donde aparece la escala e identificar caracteres mediante reconocimiento automático.
- Realizar la conversión de cada distancia euclidiana a la escala real.
- Consultar las tarjetas (JCPDS) ya reportadas para comparar la precisión y obtener los índices hkl.
- comparacion y obtención del rango de error que se tiene.

### 1.3 ESTRUCTURA DE LA TESIS

Esta tesis se conforma inicialmente por el primer capítulo el cual trata en términos generales de en donde se aplica la difracción de electrones, que aporta de conocimiento en nanotecnología, funcionamiento e interpretación de las imágenes, así como por parte del software Python [4], que se realizo a grandes rasgos.

capítulo dos. Se revisará conceptos fundamentales para la investigación de este trabajo así como trabajos relacionados al tema

Tercer capítulo.

El cuarto capitulo.

Capítulo cinco.

## CAPÍTULO 2

# MARCO TEÓRICO

---

El tema de difracción se fundamenta principalmente en la teoría de la mecánica cuántica respecto a los electrones que pueden considerarse como partículas u ondas. Los electrones se usan en TEM por su longitud de onda que es mas corta que la luz visible, debido a esto se alcanzan mayores magnificaciones con este microscopio. La longitud de onda esta dada por la ecuación de Broglie:

$$\lambda = \frac{h}{p} \quad (2.1)$$

Donde  $h$  refiere a la constante de Plank y para  $p$  el momento del electrón, dichos electrones que son emitidos en el TEM se aceleran variando el voltaje y se enfocan mediante lentes a el objetivo (muestra). La muestra en la que son enfocados los electrones suele tener espesores entre cien y trescientos nanómetros para posteriormente ser magnificado por una lente electromagnética [1]. La aceleración del electrón depende del voltaje aplicado que por lo regular son entre 100000 eV y 400000 eV [2].



## 2.1 INTERACCIÓN DEL ELECTRÓN CON MATERIA

Cuando el haz acelerado de electrones es transmitido a través de la muestra, se generan interacciones tales como ionización, emisión secundaria y excitación con pérdida de energía [1], pero una interacción importante para este fenómeno que ocurre en el TEM es la fuerza eléctrica o interacciones electrostáticas por la ley de Coulomb, debido a que un electrón tiene carga negativa al pasar por la muestra estos sufren interacción por la carga positiva del núcleo del átomo por el cual pase cercano y también efecto por la nube de electrones que rodean al átomo [2]. Las interacciones que se dan entre electrón muestra producen una gama de señales secundarias y muchas de estas se utilizan para analizar información química y otros detalles de la muestra [3].

## 2.2 DIFRACCIÓN Y LEY DE BRAGG

## 2.3 ESPACIO RECIPROCO

### 2.3.1

## 2.4 ÍNDICES DE MILLER

## 2.5 MUESTRAS EN TEM

### 2.5.1 PLATA (Ag)

### 2.5.2 ORO (Au)

### 2.5.3 OXIDO DE HIERRO 3

## 2.6 TRANSFORMADA DE HOUGH

## 2.7 REGRESIÓN POLINOMIAL

## 2.8 GRADIENTE

## CAPÍTULO 3

# ANTECEDENTES

---

Programas para el análisis de los patrones de difracciones ya existen y se siguen reportando, donde utilizan distintas maneras de abordar el tema el cual es encontrar como indexar cada spot u anillo encontrado solo que sigue siendo de manera no automática ya que se siguen ingresando muchos datos manualmente o dando modelos ya reportados para describir el patrón del material a revisar.

### 3.1 DETERMINACIÓN DEL PATRÓN DE DIFRACCIÓN

Tal es el caso reportado por Shenck y Philippsen [1] donde se crea una plataforma con módulos independientes implementados en Python donde la mejora es en velocidad de procesamiento ya que los algoritmos de imágenes de bajo nivel se implementan en C++ [2]. Al programa se accede desde una interfaz gráfica de usuario (GUI por sus siglas en inglés), para primeramente de forma manual definir una forma poligonal de contorno del paro de haz utilizado para no irradiar la muestra, la forma se describe seleccionando uno de los patrones que se tiene de plantilla, posteriormente se hace la búsqueda de la red para cada patrón de difracción en función de picos dados por las intensidades de cada punto de la red. En cuanto a mejorar la veloci-

dad del análisis de datos los autores emplean para los algoritmos que consumen más tiempo (revisión de todo el patrón y ajuste) la paralelización obteniendo un mejor rendimiento. [].

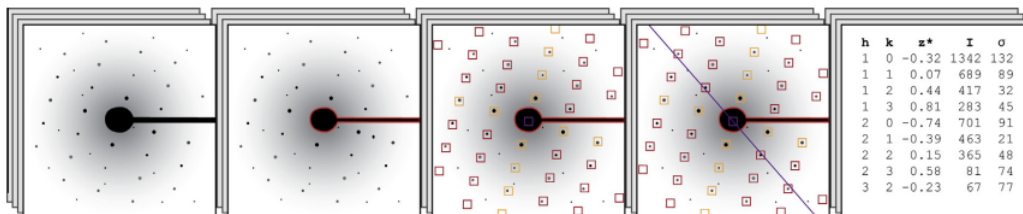


Figura 3.1: Secuencia de obtención de patrón de difracción.

Por otro lado un complemento del programa **ImageJ** llamado **EXTRAX** se desarrolla como un código de dominio publico basado en **Java** para procesar y analizar estas imágenes y medición de intensidades de patrones de difracción con una ubicación de pico semiautomática basada en una red bidimensional proporcionada por el usuario lo cual favorece la facilidad del análisis pero a su vez sigue siendo retroalimentada por el usuario. Para la interfaz presentada se le necesitan acceder datos para su funcionamiento tales como el área de selección de cada punto de difracción, la resta del fondo en caso de mucho ruido en la imagen, la conversión manual de la distancia entre píxeles a ángstroms ( $\text{\AA}$ ). La ubicación de los puntos difractados para redes periódicas se hace seleccionando con el cursor dando clic sobre tres puntos no alineados que pertenezcan a spots, y en base a ellos en cada sección de la red se analiza y ajusta la posición de estos puntos seleccionados para que coincidan con el máximo ponderado calculado a partir de píxeles dentro del área de selección y teniendo en cuenta el paso. Sobre la base de estas tres reflexiones indexadas, se genera una red bidimensional para toda la imagen con una indexación automática de puntos, obteniendo resultados que permite la indexación semiautomática de los patrones de difracción de electrones así reporta Dorcet [].

## 3.2 ELIMINACIÓN RUIDO POR GRADIENTE

Para este trabajo analizan difracciones de electrones retro dispersados, dichas difracciones comprueban que se pueden descomponer en un patrón de difracción y un fondo suave representado como un gradiente, es muy común el método de corrección de fondo para los patrones de electrones retro dispersados de manera que resuelve la relación de señal-ruido haciendo la división y resta entre estos dos. Es propuesto y desarrollado un algoritmo de ajuste polinomial para obtener patrones de difracción mas limpios para aplicaciones en materiales con problemas de recubrimiento [1]. La calidad de los patrones tiene una influencia significativa en el rendimiento del procesamiento de indexación.

## 3.3 HOUGH PARA DETECCIÓN EN DIFRACCIONES

Se realiza la localización de los centros del anillo. vía una transformada de Hough, que puede ser intensiva en memoria computacional en modo completamente automático. El mismo autor presenta una herramienta para el análisis de patrones de difracción puntual empleando un promedio circular centrado en uno de los puntos de difracción. Este es un enfoque muy rápido y elegante, que reduce a uno el número de puntos localizados por el usuario. Por otro lado, es muy sensible a la localización del punto central [1].

## CAPÍTULO 4

# METODOLOGÍA

---

## CAPÍTULO 5

# RESULTADOS

---

## CAPÍTULO 6

# CONCLUSIONES

---

### 6.1 CONTRIBUCIONES

### 6.2 TRABAJO A FUTURO



# BIBLIOGRAFÍA

---

- [1] Leonid A Bendersky and Frank W Gayle. Electron diffraction using transmission electron microscopy. *Journal of research of the National Institute of Standards and Technology*, 106(6):997, 2001.
- [2] Williams D. & Carter C. *Transmission Electron Microscopy A Textbook for Materials Science*, volume 5. Springer Science & Business Media, 1999. ISBN 978-0-387-76500-6.
- [3] *CIIDIT*. Centro de innovación, investigación y desarrollo en ingeniería y tecnología, 2015. URL <http://ciidit.uanl.mx/>.
- [4] Rossum G. *Python*. Python Software Foundation, 2021. URL <https://www.python.org/>.

## APÉNDICE A

# INFORMACIÓN COMPLEMENTARIA

---

## APÉNDICE B

# OTRO APÉNDICE COMPLEMENTARIO

---

# RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO

---

Edson Edgardo Samaniego Pantoja

Candidato para obtener el grado de  
Maestría en Ciencias de la Ingeniería  
con Orientación en Nanotecnología

Universidad Autónoma de Nuevo León  
Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica

Tesis:

PROCESAMIENTO DE IMAGEN DEL ESPECTRO DE DIFRACCIÓN DE  
ELECTRONES

Nací el 22 de octubre de 1997 en la ciudad de Nuevo Laredo, Tamaulipas; mis padres son Enrique Samaniego y Gloria Pantoja. En 2019 egresé como Ingeniero en Mecatrónica en el Instituto Tecnológico de Nuevo Laredo.