

Establecimiento de Procedimientos Normalizados de Operación para equipos analíticos en INCLAY SAS: enfoque en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).

Valeria Pinzón Vargas

Trabajo de grado en modalidad de práctica empresarial para optar al título de Geóloga

Directora

Victoria Eugenia Mousalli Diaz

Ingeniera Geóloga

Codirector

Duván Fernando García Romero

Geólogo

Universidad Industrial de Santander
Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas
Escuela de Geología
Bucaramanga
2025

Dedicatoria

Este trabajo es el resultado de años de aprendizaje, esfuerzo y pasión por la geología. Lo dedico a quienes han sido parte esencial de este camino: a mis padres y hermanas, mi hogar, mi refugio y mi lugar seguro. Gracias por amarme, apoyarme y creer en mí en cada etapa de este proceso. Todo lo que he sido, soy y llegaré a ser, lo debo al amor y a la fortaleza que me han brindado.

También a mis mentores, por compartir su conocimiento y orientarme con generosidad; y a todas las personas que sueñan con dejar una huella en el campo de la ciencia y la innovación. Que este sea solo el comienzo de un camino lleno de descubrimientos.

Agradecimientos

Agradezco a la Universidad Industrial de Santander, por ser el escenario que me transformó y creó las bases para definir mi camino profesional.

A todos los profesores que me acompañaron en este recorrido, gracias por su dedicación, por compartir su conocimiento con generosidad y por sembrar en mí la pasión por aprender. Cada clase, cada consejo y cada reto dejaron una enseñanza que hoy llevo conmigo.

A INCLAY SAS, mi más sincero agradecimiento por brindarme la oportunidad de desarrollarme personal y profesionalmente en un entorno de alto nivel. A cada integrante de este equipo, gracias por confiar en mí, por enseñarme con paciencia, por abrirme las puertas de su conocimiento y, sobre todo, por recibirme con calidez y cariño.

A quienes, desde la distancia o el silencio, me acompañaron con sus buenos deseos, con palabras de aliento o con gestos que parecían pequeños pero que significaron mucho, también les extiendo mi gratitud.

Tabla de Contenido

	Pág.
Introducción	11
1 Objetivos	13
1.1 Objetivo General.....	13
1.2 Objetivos Específicos.....	13
2 Marco teórico	13
2.1 Norma Técnica NTC-ISO-IEC 17025:2017	13
2.2 Procedimientos Normalizados de Operación (PNO)	14
2.2.1 Definición	14
2.2.2 Beneficios de los PNO	15
2.2.3 Estructura de un PNO	16
2.2.4 Características de un PNO efectivo	17
2.3 Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).....	18
2.3.1 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB O SEM).....	18
2.3.2 Microscopio TESCAN VEGA 4th GENERACIÓN.....	18
2.3.3 Principios de funcionamiento del SEM	19
2.3.4 Parámetros de preparación de muestras y dimensiones.....	27
3 Metodología	27
3.1 Fase 1	28
3.2 Fase 2	28
3.3 Fase 3	28
3.4 Fase 4	30
3.5 Fase 5	30

4 Resultados	30
4.1 Resultados de la fase 1 de la metodología	30
4.2 Resultados de la fase 2 y 3 de la metodología: Elaboración del Procedimiento Normalizado de Operación (PNO) del SEM	31
4.2.1 Objetivo del PNO.....	31
4.2.2 Alcance	31
4.2.3 Documentación	31
4.2.4 Responsabilidades.....	32
4.2.5 Políticas	33
4.2.6 Definiciones	34
4.2.7 Procedimientos	37
4.3 Resultados de la fase 4 y 5 de la metodología: Validación del PNO mediante estudios de caso, base de datos de imágenes y espectros	55
4.3.1 Caso de estudio 1: Análisis morfológico y geoquímico de núcleos de perforación para la industria petrolera.	55
4.3.2 Caso de estudio 2: Identificación de minerales de asbesto en materiales o rocas	58
4.3.3 Caso de estudio 3: Análisis de corrosión por picadura para modelado 3D de superficies ..	60
5 Ejemplo aplicado de optimización implementando el PNO	63
5.1 Optimización en tiempos de adquisición de imágenes para modelado 3D de superficies de corrosión por picadura.	63
6 Conclusiones	67
Referencias Bibliográficas	69

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1. <i>Tabla resumen del proceso de montaje y metalización de muestras.</i>	47

Lista de Figuras

Figura 1. <i>Microscopio Electrónico de Barrido TESCAN VEGA IV empleado en INCLAY SAS.</i> .	19
Figura 2. <i>Espectro electromagnético que muestra el tamaño de la longitud de onda usada en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).</i>	20
Figura 3. <i>Fotografía del SEM que muestra sus tres secciones principales: la columna de electrones, la cámara de muestras, y el sistema de control (Software TESCAN Essence – Dispositivos de control).</i>	21
Figura 4. <i>Esquema que muestra varios componentes ubicados dentro de la columna de electrones y la cámara de muestras del SEM.</i>	22
Figura 5. <i>Imagen SEM tomada con detector BSE de una especie de fitoplancton marino en donde se evidencian características tridimensionales detalladas.</i>	24
Figura 6. <i>Interacción de los electrones generados con la muestra.</i>	26
Figura 7. <i>Montajes de muestras para SEM en stub pin de aluminio, diámetro de 1 cm.</i>	27
Figura 8. <i>Esquema de procesos para uso del SEM. Etapa 1: Preparación de muestras.</i>	28
Figura 9. <i>Esquema de procesos para uso del SEM. Etapa 2: Operación del equipo.</i>	29
Figura 10. <i>Esquema de procesos para uso del SEM. Etapa 3: Análisis y de datos.</i>	29
Figura 11. <i>Platina o stage con los ejes de movimiento marcados.</i>	36
Figura 12. <i>Preparación del pin de aluminio para el montaje de muestras en el SEM.</i>	38
Figura 13. <i>Preparación del pin de aluminio para muestras con material particulado</i>	39
Figura 14. <i>Preparación del pin de aluminio para muestras con material sólido y sintético.</i>	40
Figura 15. <i>Montaje de cupones</i>	41
Figura 16. <i>Montaje de láminas y/o secciones delgadas.</i>	41
Figura 17. <i>Montaje de briquetas</i>	42

Figura 18. <i>Diagrama del paso a paso de la metalización con oro (Au)</i>	45
Figura 19. <i>Diagrama del paso a paso de la metalización con grafito (C)</i>	46
Figura 20. <i>Válvulas y manómetros del cilindro de nitrógeno grado 5.</i>	49
Figura 21. <i>Panel de información de la UPS</i>	50
Figura 22. <i>Portamuestras de la cámara interna del SEM (stage).</i>	52
Figura 23. <i>Imágenes obtenidas con detector BSE de un fragmento de arenisca de un núcleo de perforación.</i>	57
Figura 24. <i>Espectros obtenidos mediante EDS, semi-cuantificación elemental de minerales.</i>	58
Figura 25. <i>Imágenes adquiridas con detector BSE de muestras de cantera con sospecha de asbestos. Actinolita/tremolita (Act/Tr).</i>	59
Figura 26. <i>Espectros adquiridos con el detector EDS, semi-cuantificación elemental de minerales de muestras de cantera con sospecha de asbestos.</i>	60
Figura 27. <i>Resultados de análisis morfológico y modelado 3D de picadura de corrosión en superficie metálica.</i>	62
Figura 28. <i>Diagrama de adquisición de fotos de la misma hendidura a diferentes ángulos de inclinación (tilt) y rotación del stage.</i>	65
Figura 29. <i>Toma simultánea de fotos a diferentes ángulos de rotación e inclinación del stage.</i> .	66

Resumen

Título: Establecimiento de Procedimientos Normalizados de Operación para equipos analíticos en INCLAY SAS: enfoque en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).*

Autor: Valeria Pinzón Vargas**

Palabras Clave: Microscopio Electrónico de Barrido (SEM), ISO 17025, Procedimientos Normalizados de Operación (PNO).

Descripción: La operación de equipos analíticos como el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) requiere protocolos estandarizados que garanticen la calidad, reproducibilidad y trazabilidad de los resultados. Este trabajo surge como respuesta a dicha necesidad dentro del contexto técnico de INCLAY SAS, mediante el desarrollo de un Procedimiento Normalizado de Operación (PNO) alineado con la norma ISO 17025. La iniciativa surge ante la necesidad de estandarizar los procesos analíticos del laboratorio, además de, optimizar la gestión operativa y fortalecer la competencia técnica de los operadores en un contexto industrial multidisciplinario.

El procedimiento diseñado abarca desde la preparación de muestras —incluyendo montaje y metalización— hasta la operación del equipo, la adquisición de imágenes mediante detectores SE, BSE, CL y el análisis elemental a través de EDS, así como la interpretación de los datos obtenidos. Para su validación, se aplicaron estudios de caso reales sobre muestras representativas de las principales industrias atendidas por la empresa: núcleos de perforación petrolera, materiales con potencial contenido de asbestos y superficies metálicas con picaduras de corrosión.

Los resultados demostraron la efectividad del PNO al asegurar reproducibilidad, mejorar la eficiencia operativa, y facilitar el análisis morfológico y composicional con alta precisión. En conjunto, el PNO propuesto no solo fortalece las capacidades operativas del laboratorio, sino que también aporta una herramienta estratégica para la consolidación de servicios especializados de análisis microscópico en el contexto geocientífico e industrial.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Geología. Director: Victoria Eugenia Mousalli Díaz. Ingeniera Geóloga. Codirector: Duván Fernando García Romero. Geólogo.

Abstract

Title: Establishment of Standard Operating Procedures for Analytical Equipment at INCLAY SAS: Focus on the Scanning Electron Microscope (SEM).*

Author: Valeria Pinzón Vargas**

Key Words: Scanning Electron Microscope (SEM), ISO 17025, Standard Operating Procedures (SOP).

Description: The operation of analytical equipment such as the Scanning Electron Microscope (SEM) requires standardized protocols to ensure the quality, reproducibility, and traceability of results. This work responds to that need within the technical context of INCLAY SAS through the development of a Standard Operating Procedure (SOP) aligned with ISO 17025. The initiative arises from the need to standardize the laboratory's analytical processes, optimize operational management, and strengthen the technical competence of operators in a multidisciplinary industrial environment.

The designed procedure covers all stages from sample preparation—including mounting and metallization—to equipment operation, image acquisition using SE, BSE, and CL detectors, elemental analysis through EDS, and the interpretation of the acquired data. To validate the protocol, real case studies were applied to representative samples from key industries served by the company: petroleum drilling cores, materials with potential asbestos content, and metallic surfaces affected by pitting corrosion.

The results demonstrated the effectiveness of the SOP in ensuring reproducibility, improving operational efficiency, and facilitating high-precision morphological and compositional analysis. Overall, the proposed SOP not only strengthens the laboratory's operational capabilities but also provides a strategic tool for the consolidation of specialized microscopic analysis services within the geoscientific and industrial context.

* Degree Work ** Faculty of Physicochemical Engineering, School of Geology. Director: Victoria Eugenia Mousalli Diaz. Co-director: Duván Fernando García Romero.

Introducción

Este documento consigna el plan de trabajo establecido para la realización del trabajo de grado en la modalidad de práctica empresarial, esta experiencia se materializa gracias al convenio en vigor entre la Escuela de Geología de la Universidad Industrial de Santander y la empresa INCLAY SAS; en el periodo comprendido entre el 12 de agosto de 2024 hasta el 30 de mayo del 2025.

La práctica empresarial se realiza en el marco de las actividades del equipo operativo del área de geociencias de la empresa, la cual, permite la interacción con diversas compañías y proyectos nacionales e internacionales en desarrollo, pertenecientes a diversas industrias como petróleo y gas, minería, geología ambiental, hidrogeología, hidrógeno blanco, geotermia y captura de CO₂. Las operaciones de laboratorio para el análisis de muestras de roca se realizan principalmente con técnicas analíticas de Difracción de Rayos X (XRD), Fluorescencia de Rayos X (XRF) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). Todo esto, bajo la directriz de la norma ISO 17025, la cual, es un estándar de calidad mundial que establece los requisitos que deben cumplir los laboratorios de ensayo y calibración. Su objetivo es garantizar la fiabilidad de los resultados analíticos y la competencia técnica de los laboratorios.

Teniendo en cuenta que los aspectos que abarca el análisis geoquímico, mineralógico y composicional de la roca son un área del conocimiento en el campo de las ciencias de la tierra, constituyen un campo de desarrollo profesional en el cual se aplican y/o fortalecen competencias profesionales y personales aplicadas en situaciones reales relacionadas con desafíos cotidianos.

En este contexto, la empresa, requiere asistencia en el desarrollo de sus actividades específicas, las cuales, están orientadas hacia la atención de las necesidades de los clientes, el debido ingreso y clasificación de las muestras según el análisis solicitado, la preparación

(identificación del tipo de muestra, montaje, metalización), análisis según la técnica analítica solicitada, interpretación y generación de un informe de resultados aplicando el criterio geológico, y por último, envío del informe detallado y archivos anexos de los registros obtenidos.

1 Objetivos

1.1 Objetivo General

Crear un Procedimiento Normalizado de Operación (PNO) del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) con las necesidades actuales de INCLAY SAS, bajo la Norma ISO 17025: preparación de muestras, operación normal del equipo, adquisición de imágenes con detectores SE, BSE, CL y obtención de espectros de Rayos X mediante detector EDS.

1.2 Objetivos Específicos

1. Caracterizar la operación normal del equipo, adquisición de imágenes con detectores SE, BSE, CL y obtención de Espectros de Rayos X mediante detector EDS.

2. Describir las actividades relacionadas con la preparación y montaje de muestras en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).

3. Describir las acciones que permiten analizar y procesar la información adquirida en el SEM mediante la aplicación y validación del PNO diseñado.

2 Marco teórico

2.1 Norma Técnica NTC-ISO-IEC 17025:2017

La Norma Técnica NTC-ISO-IEC 17025, titulada “*Requisitos Generales de Competencia de Laboratorios de Ensayo y Calibración*”, fue publicada por la Organización Internacional de Normalización (ISO) y establece los criterios generales para garantizar la competencia, imparcialidad y operación coherente de los laboratorios de ensayo y calibración (Delgado et al., 2023).

Su principal objetivo es asegurar que estos laboratorios generen resultados técnicamente válidos y confiables, garantizando así la calidad de los servicios ofrecidos. Además, esta norma es de gran relevancia para organismos de acreditación, clientes y otras partes interesadas que requieren servicios de ensayo y calibración, ya que proporciona un marco de referencia para evaluar la confiabilidad de los resultados. (Kohl, 1998).

Según Miguel et al. (2021) el control de los procesos dentro de un laboratorio es esencial y debe abarcar todas las etapas, desde la recepción de las muestras hasta la obtención y validación de los resultados finales. En un mercado altamente competitivo, los clientes tienen la posibilidad de elegir entre distintas opciones, optando por aquellos laboratorios con mayor experiencia y reconocimiento.

Las organizaciones que obtienen la acreditación según la norma ISO 17025 cuentan con la garantía de que sus actividades se llevan a cabo bajo estándares rigurosos, lo que se traduce en resultados confiables, reducción de riesgos y optimización de costos.

2.2 Procedimientos Normalizados de Operación (PNO)

2.2.1 Definición

Los Procedimientos Normalizados de Operación (PNO) son documentos esenciales dentro de una organización, ya que establecen las instrucciones mínimas necesarias para llevar a cabo una operación de manera reproducible. (Sosa Castillo A., 2023). Además, incluyen información clave como el objetivo, alcance, documentación, responsabilidades, políticas, definiciones, actividades o desarrollo del proceso y referencias bibliográficas. En términos generales, estos documentos detallan el qué, quién, cómo, cuándo y dónde de una o varias actividades dentro de la empresa, asegurando que sean descritas de manera clara y específica.

La implementación de los PNO es un pilar fundamental para el correcto funcionamiento de una organización. Su aplicación permite estructurar y controlar las operaciones, prevenir y corregir irregularidades, dar seguimiento a los procesos y garantizar el cumplimiento de requisitos establecidos. Los PNO pueden abordar cualquier etapa de producción, prestación de servicios o cualquier otro proceso operativo dentro de la empresa (García Ortega, 2021).

Aunque una organización forme parte de una corporación o cadena, los PNO deben adaptarse a las condiciones específicas de cada establecimiento, incluso si, las políticas generales sean las mismas, factores particulares de cada sede pueden influir en la ejecución de los procedimientos, lo que hace necesaria su personalización. (García Ortega, 2021).

2.2.2 Beneficios de los PNO

La implementación de los PNO en una organización proporciona múltiples beneficios, entre los cuales se destacan:

- Facilitar la planificación, estructuración y sistematización de procesos y actividades.
- Mejorar la organización y ejecución de tareas de manera lógica y ordenada, alineadas con los objetivos de la empresa.
- Garantizar la uniformidad en los procedimientos, reduciendo la variabilidad en su ejecución.
- Disminuir la improvisación y los errores operativos.
- Promover el uso eficiente de recursos y herramientas.
- Proporcionar una guía clara para los operadores, facilitando su desempeño.
- Favorecer la capacitación e integración del nuevo personal en los procesos.
- Contribuir al seguimiento, control y mejora continua de las operaciones.

En conjunto, estos beneficios permiten mejorar la organización, establecer criterios claros de responsabilidad y actuación, y asegurar la calidad y eficiencia en la ejecución de las actividades.

2.2.3 Estructura de un PNO

Según De la Fuente Grimaldo (2021) todo Procedimiento Normalizado de Operación debe incluir, como mínimo, los siguientes apartados:

- **Objetivo:** Describe de manera clara y concisa el propósito del procedimiento.
- **Ámbito/Alcance:** Define qué aspectos abarca el procedimiento, a quiénes aplica, y el inicio y fin del proceso descrito.
- **Documentación:** Reúne el conjunto de registros, formularios, instructivos y cualquier otro soporte escrito o digital que respalde, complemente y facilite la implementación del procedimiento descrito.
- **Responsabilidades:** Establece quiénes son responsables de la ejecución y cumplimiento del PNO, así como cualquier otra obligación relevante.
- **Políticas:** Establece bajo qué marco de referencia se deben desarrollar las actividades, garantizando coherencia con los objetivos estratégicos, normativas internas y regulaciones externas.
- **Definiciones:** Explica términos clave para garantizar una mejor comprensión del documento.
- **Procedimiento:** Describe detalladamente y en orden secuencial los pasos a seguir para ejecutar la actividad correspondiente. Debe especificar aspectos como:
 - Lugar de ejecución.
 - Recursos, herramientas y equipos requeridos.
 - Instrumentación de medición, calibración y mantenimiento.

- Normas de higiene y seguridad.
- Prevención de riesgos laborales y equipos de protección individual.
- Otras condiciones específicas según la naturaleza del procedimiento.
- **Referencias:** Incluye normativas, legislaciones o cualquier otro documento aplicable que sirva de referencia.
- **Revisión del documento:** Registra el historial de versiones y modificaciones del PNO, permitiendo un control de los cambios implementados.

2.2.4 Características de un PNO efectivo

Para garantizar la eficacia y claridad de un PNO, es fundamental que cumpla con los siguientes criterios:

- Debe redactarse de manera clara, precisa y concisa para facilitar su comprensión y evitar interpretaciones erróneas (Berger y Guillard, 2001; Pardo-Álvarez, 2018).
- Puede apoyarse en manuales de instrucciones, hojas técnicas u otros documentos complementarios, sin que estos reemplacen al propio PNO.
- Si algún apartado no aplica a un procedimiento en particular, se debe indicar explícitamente con la leyenda “No Aplica”.
- La redacción y desarrollo del PNO deben estar a cargo de la dirección del área correspondiente o de quien se delegue esta responsabilidad.
- Antes de su implementación, el documento debe ser revisado por personal con conocimiento suficiente sobre el proceso descrito y aprobado por la dirección del área o la Dirección General.

2.3 Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

2.3.1 *Microscopía Electrónica de Barrido (MEB O SEM)*

La Microscopía Electrónica de Barrido (MEB o SEM, por sus siglas en inglés) es una técnica analítica que permite obtener imágenes de alta resolución de la superficie de una muestra mediante la interacción de un haz de electrones con la materia. A diferencia de los microscopios ópticos, que utilizan luz visible, el SEM emplea electrones, lo que proporciona mayor resolución y profundidad de campo, permitiendo observar estructuras microscópicas con gran detalle y amplificación.

El SEM puede enfocar simultáneamente una porción amplia de la muestra gracias a su elevada profundidad de campo, lo que mejora la calidad de las imágenes. Su función principal es ampliar rasgos invisibles al ojo humano, utilizando un haz de electrones en lugar de luz visible.

Las imágenes se producen al escanear un haz de electrones de alta energía sobre la superficie de la muestra. Debido a que los electrones poseen una longitud de onda mucho menor que la luz visible, es posible resolver detalles mucho más pequeños. Los SEM modernos alcanzan amplificaciones de hasta un millón de veces y resoluciones inferiores a 1 nanómetro.

Además, la interacción del haz con la muestra genera rayos X con energías características, los cuales permiten identificar la composición elemental del material. Esto convierte al SEM en una herramienta esencial para la caracterización de materiales, ya que aporta información sobre la morfología superficial y sub-superficial, la composición química y los defectos estructurales. (Adaptado de Ul-Hamid, A., 2018).

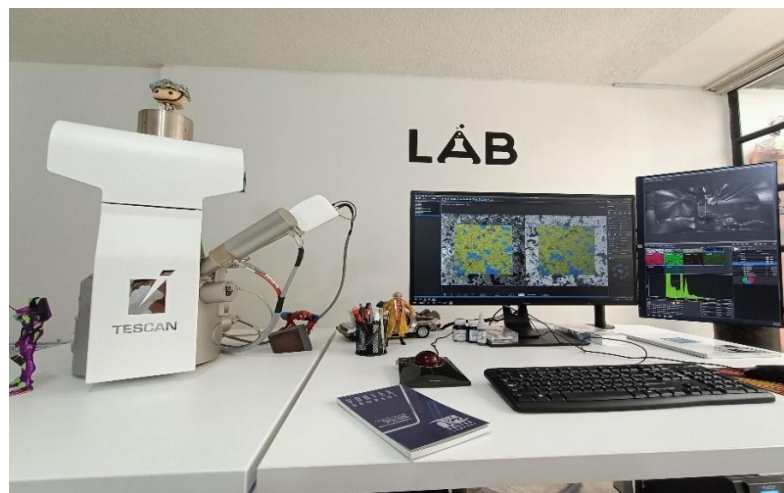
2.3.2 *Microscopio TESCAN VEGA 4th GENERACIÓN*

El Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) usado en la empresa (Figura 1) es el VEGA de 4ª generación de la marca TESCAN con fuente de electrones de filamento de tungsteno, el cual,

combina imágenes SEM y análisis de composición elemental en vivo. Esto simplifica significativamente la adquisición de datos morfológicos y elementales de la muestra, lo que convierte al SEM VEGA en una solución analítica eficaz para la inspección rutinaria de materiales en laboratorios de control de calidad, análisis de fallos e investigación. (TESCAN VEGA – Vortex Company, 2023).

Figura 1

Microscopio Electrónico de Barrido TESCAN VEGA IV empleado en INCLAY SAS.



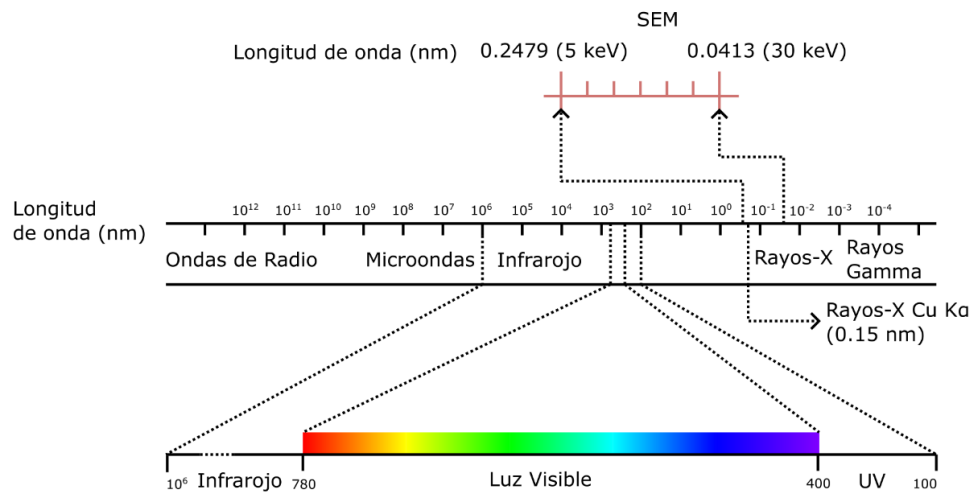
2.3.3 Principios de funcionamiento del SEM

2.3.3.1 Resolución y formación de imágenes en el SEM. El ojo humano tiene un umbral de resolución de aproximadamente 200 micrómetros (0,2 mm), por lo que no puede distinguir detalles más finos; cualquier estructura menor aparece como un solo punto o es imperceptible. En contraste, el microscopio óptico puede ampliar hasta 1000 veces, permitiendo observar detalles de hasta 0,2 micrómetros, determinado por la difracción de la luz y el sistema óptico utilizado. El límite de resolución, es decir, la distancia mínima para distinguir dos puntos como separados, es menor cuando la longitud de onda de la radiación empleada disminuye, aumentando el poder de resolución y el detalle revelado.

En técnicas como el SEM, donde se utiliza un haz de electrones con longitud de onda mucho menor que la luz visible, el límite de resolución puede llegar a la escala nanométrica. Así, el SEM logra imágenes con resolución y detalles superiores respecto al microscopio óptico (Figura 2). Para obtener estas imágenes, el SEM emplea normalmente voltajes de aceleración entre 20 y 30 keV, focalizando dicha energía sobre la muestra y realizando un barrido del cual los detectores recogen la información, pudiendo alcanzar resoluciones menores a 1 nm.

Figura 2

Espectro electromagnético que muestra el tamaño de la longitud de onda usada en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).



Nota. Tomado y modificado de: Ul-Hamid (2018).

2.3.3.2 Componentes del SEM. Se puede considerar que el instrumento SEM consta de tres secciones principales: la columna de electrones, la cámara de muestras y los controles informáticos/electrónicos, como se muestra en la Figura 3.

Figura 3

Fotografía del SEM que muestra sus tres secciones principales: la columna de electrones, la cámara de muestras, y el sistema de control (Software TESCAN Essence – Dispositivos de control).

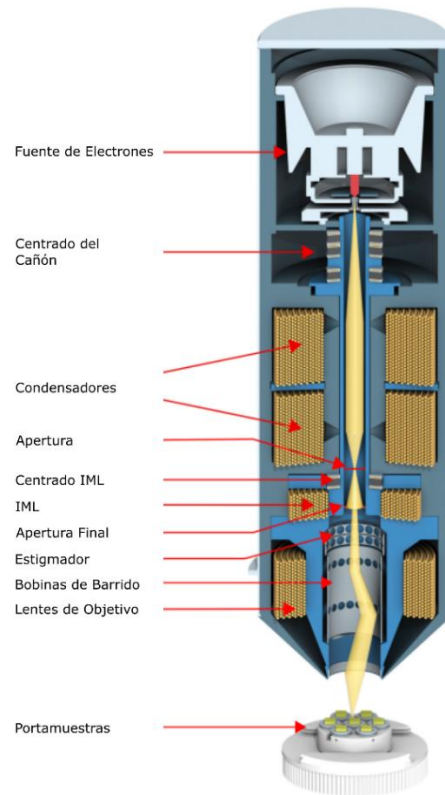


Nota. Tomado y modificado de TESCAN VEGA (2023)

- **Columna de electrones:** Es la sección ubicada en la parte superior del SEM, genera los electrones que son acelerados en un haz a un punto específico en la muestra. Una columna de electrones contiene un cañón de electrones, dos o más lentes de electrones, bobinas de escaneo y aperturas de condensador y objetivo dentro de su cuerpo, como se ilustra en el diagrama de la Figura 4.

Figura 4

Esquema que muestra varios componentes ubicados dentro de la columna de electrones y la cámara de muestras del SEM.



Nota. Tomado y modificado de TESCAN VEGA (2023)

- **Cañón de electrones:** Fuente de aceleración de electrones. La energía cinética puede ser configurada desde el software de control a través del parámetro Landing Energy.
- **Centrado del cañón:** Sistema de deflexión electromagnética con bobinas localizadas debajo del cañón con el que se inclinan los electrones emitidos del haz.
- **Condensador:** Lentes magnéticos que controlan la corriente del haz: Beam Current.

- **Apertura Spray:** Retiene parte de los electrones marginales del haz emitido desde el cañón.
- **Lentes intermedios (IML):** Lentes electromagnéticos auxiliares usados para cambiar la apertura del haz. Habilita el modo de barrido deseado.
- **Apertura final:** Recorta el tamaño del haz incidente.
- **Stigmators:** Elementos destinados a la compensación del astigmatismo en todos los modos de análisis.
- **Bobinas de barrido:** Son bobinas en dos estados de deflexión que configuran el barrido del haz de electrones a través de la muestra: Scan Speed y Field of View.
- **Lentes de objetivo:** Son los últimos lentes de la columna que enfocan el haz de electrones sobre la superficie de la muestra.

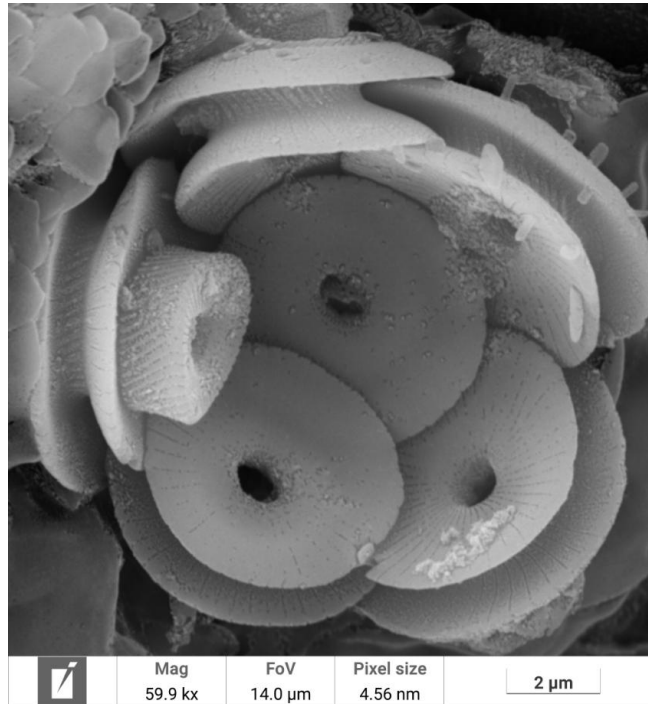
2.3.3.3 Interacción de los electrones con la muestra e información obtenida mediante SEM. El SEM se utiliza para observar y obtener imágenes detalladas de la superficie micro y nanoestructural de diversos materiales como metales, aleaciones, cerámicas, polímeros, rocas, depósitos de corrosión, filtros, membranas, láminas, superficies fracturadas o rugosas, y muestras biológicas. El escaneo de la muestra se realiza mediante un sistema de deflexión electromagnética que desplaza el haz de electrones en un patrón de barrido sobre la superficie de la muestra dentro de una cámara ubicada bajo la columna del microscopio, operando todo bajo vacío para evitar dispersión de electrones por partículas de aire.

Cuando el haz de electrones impacta, penetra solo unas pocas micras en la superficie e interactúa con los átomos del material generando señales como electrones secundarios, retrodispersados y rayos X característicos. Estas señales son captadas por detectores que procesan la información para producir imágenes de alta resolución y análisis químico detallado. La gran

profundidad de campo del SEM permite que amplias áreas de la muestra permanezcan enfocadas simultáneamente, produciendo imágenes con apariencia tridimensional (Figura 5).

Figura 5

Imagen SEM tomada con detector BSE de una especie de fitoplancton marino en donde se evidencian características tridimensionales detalladas.



Nota. Imagen adquirida en INCLAY SAS

El microscopio electrónico de barrido consta de tres componentes principales:

1. Fuente de electrones
2. Sistema de lentes electromagnéticas
3. Detectores de señal

El haz de electrones producido por la fuente exhibe comportamiento de onda-partícula, lo que permite su aceleración y enfoque mediante lentes electromagnéticas. Cuando el haz incide sobre la muestra, interactúa con ella y produce la emisión de partículas y fotones que son detectados y procesados para generar imágenes de alta resolución (Reimer, L., 2000).

Las imágenes pueden formarse usando electrones secundarios, que producen contraste topográfico, y electrones retrodispersados, que aportan contraste topográfico y composicional debido a que su intensidad depende del número atómico de los elementos presentes. La microquímica se analiza con un espectrómetro de rayos X de dispersión de energía (EDS) conectado al SEM, lo que permite análisis puntuales, en áreas específicas o mapeo elemental, facilitando la caracterización química a escala microscópica. Además, el detector de catodoluminiscencia identifica materiales que emiten luz en respuesta al bombardeo electrónico, en longitudes de onda ultravioletas, visibles e infrarrojas (Ul-Hamid, A., 2018).

La información elemental cualitativa y cuantitativa detecta elementos desde carbono hasta uranio, con límites de detección aproximados de 0,2-0,5% en peso. El haz de electrones puede penetrar solo unas pocas micras en la muestra, dependiendo de su densidad y del voltaje de aceleración aplicado.

2.3.3.4 Detectores en el Microscopio Electrónico de Barrido. El SEM está equipado con distintos tipos de detectores, cada uno diseñado para captar señales específicas generadas por la interacción del haz de electrones con la muestra (Figura 6).

- **Detector de Electrones Secundarios (SEI: Secondary Electron Imaging)**

Este detector permite obtener imágenes de alta resolución y contraste, revelando detalles de la morfología y topografía de la muestra. Su uso facilita la identificación de características como el tamaño y forma de los granos, el espesor de películas delgadas, el estado de corrosión y la presencia de defectos microscópicos.

- **Detector de Electrones Retrodispersados (BSE: Secondary Electron Imaging)**

El detector BSE permite obtener imágenes con contrastes composicionales basadas en la diferencia de número atómico (Z) de los elementos presentes en la muestra, entre mayor número

atómico tenga aparecen más brillantes. Los electrones retrodispersados son aquellos del haz primario que, tras interactuar con los átomos de la muestra, cambian de dirección y regresan hacia el detector.

- **Detector de Energía Dispersiva de Rayos X (EDS: Energy Dispersive Spectroscopy)**

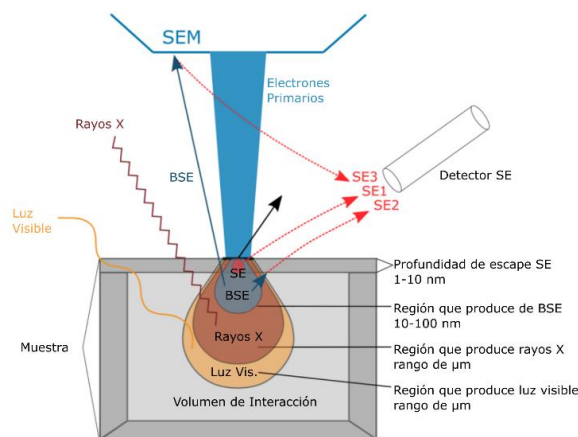
El análisis mediante EDS permite la detección cualitativa y semicuantitativa de todos los elementos químicos con número atómico superior a 6. La obtención del espectro puede realizarse de forma puntual, en una región específica o mediante mapeo elemental, proporcionando información clave sobre la composición química de la muestra.

- **Detector de Catodoluminiscencia (CL: Cathodoluminescence)**

Este detector capta la emisión de luz visible generada por ciertos materiales cuando son impactados por el haz de electrones del SEM. La catodoluminiscencia permite identificar procesos de crecimiento cristalino, zonaciones en minerales y fracturas internas selladas, lo que la convierte en una herramienta valiosa en estudios de geocronología, diagénesis y procedencia de sedimentos.

Figura 6

Interacción de los electrones generados con la muestra.



Nota. Tomado y modificado de TESCAN VEGA (2023)

2.3.4 *Parámetros de preparación de muestras y dimensiones*

La preparación de muestras para SEM es relativamente sencilla, ya que, en la mayoría de los casos, solo se requiere que sean conductoras. Para garantizar la conductividad eléctrica, las muestras suelen recubrirse con una fina capa de carbono o un metal, como oro o platino.

En el contexto del análisis mediante SEM, la variable más relevante no es el tamaño mínimo de la muestra, sino su tamaño máximo, ya que las dimensiones deben ajustarse a las capacidades de la cámara del equipo. En este estudio, el tamaño recomendado para las muestras es de $1 \times 1 \times 1$ cm (1 cm^3) o menor (Figura 7).

Para los análisis químicos mediante espectroscopía de dispersión de energía (EDS), se recomienda que las muestras presenten superficies planas y pulidas, ya que esto mejora significativamente la calidad y precisión de los resultados obtenidos.

Figura 7

Montajes de muestras para SEM en stub pin de aluminio, diámetro de 1 cm.



3 Metodología

La metodología empleada para el desarrollo de la práctica empresarial se dividió en varias etapas ejecutadas de la siguiente forma:

3.1 Fase 1

Revisión documental y normativas aplicables: Analizar normativas (ISO 17025), manuales del fabricante y guías internas de la empresa.

3.2 Fase 2

Diseño y elaboración del Procedimiento Normalizado de Operación (PNO): Estandarizar la operación del equipo, los procesos asociados a este y la adquisición de datos.

3.3 Fase 3

Levantamiento de información interna y mapeo de procesos operativos: Mapear procesos actuales relacionados con el SEM, desde la etapa 1, preparación de muestras, la etapa 2, operación del equipo, hasta la etapa 3, análisis y procesamiento de datos (ver Figura 8, Figura 9, Figura 10).

Figura 8

Esquema de procesos para uso del SEM. Etapa 1: Preparación de muestras.

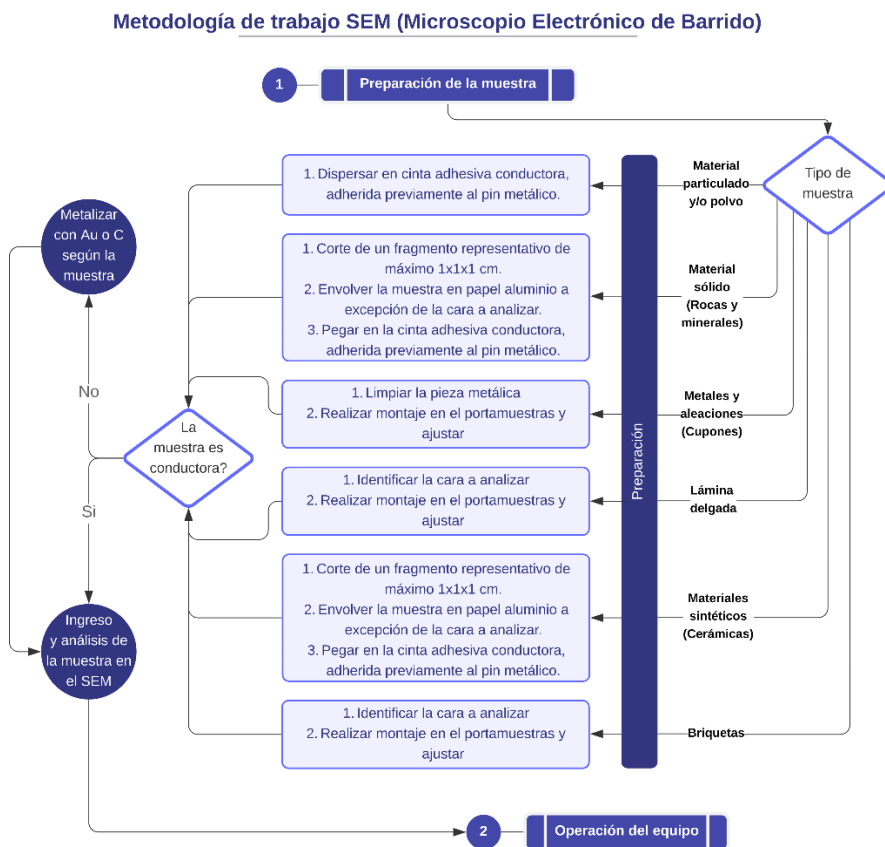


Figura 9

Esquema de procesos para uso del SEM. Etapa 2: Operación del equipo.

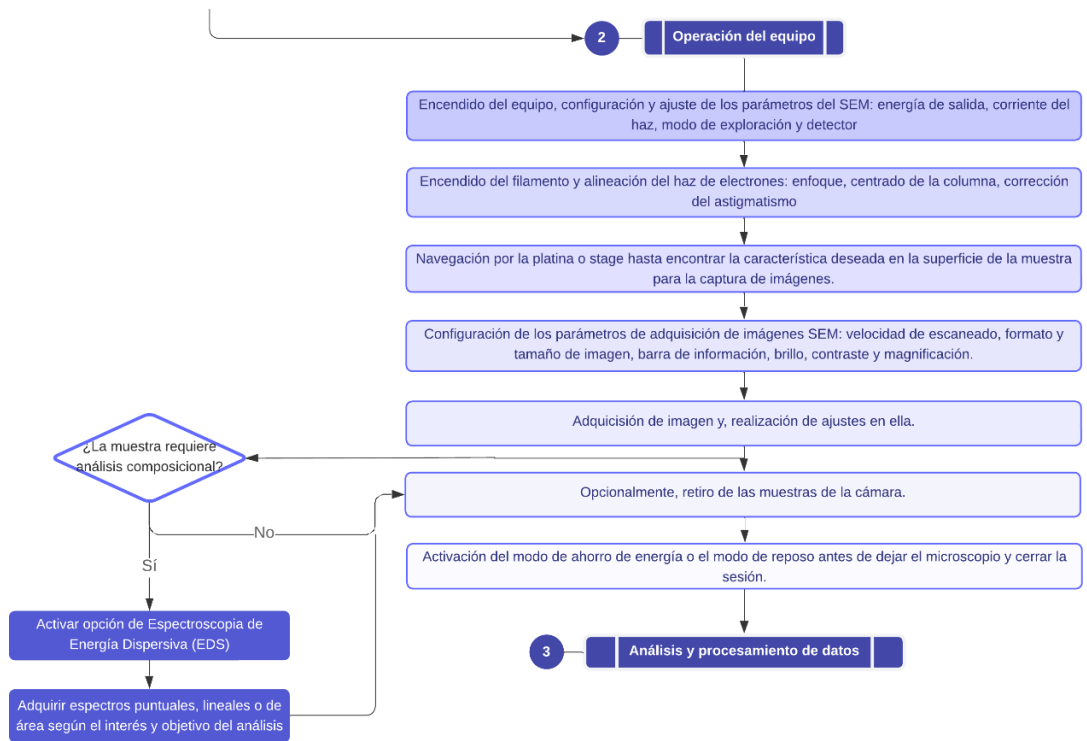
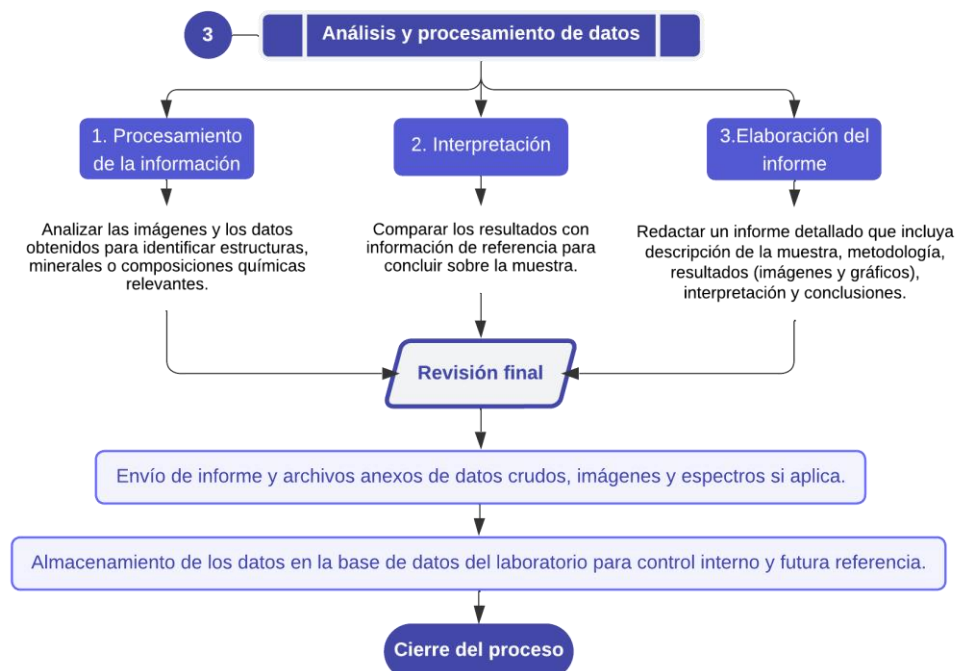


Figura 10

Esquema de procesos para uso del SEM. Etapa 3: Análisis y procesamiento de datos.



3.4 Fase 4

Validación del PNO mediante estudios de caso: Aplicar el procedimiento en condiciones reales, obtener datos e interpretarlos con criterios morfológicos y composicionales.

3.5 Fase 5

Documentación final: Presentar resultados, base de datos de imágenes y espectros.

4 Resultados

La presente sección expone los principales resultados obtenidos durante el desarrollo e implementación del PNO para el SEM. Cada fase metodológica aportó insumos clave para la consolidación del protocolo, desde la revisión normativa y técnica, hasta su validación práctica mediante estudios de caso.

4.1 Resultados de la fase 1 de la metodología

En la fase de revisión documental y normativas aplicables se analizaron los requisitos establecidos por la norma ISO/IEC 17025:2017, así como manuales del fabricante del equipo SEM (Manual de usuario TESCAN VEGA), manuales de equipos auxiliares (Manual de usuario SPI Supplies – Metalizador) y documentos internos de INCLAY SAS relacionados con procesos analíticos (DOC-LAB-007 – Anexo SEM (Explicación de la técnica), GUI-LAB-005 – Guía metodológica SEM). Esta revisión permitió identificar los elementos clave que debía contener el Procedimiento Normalizado de Operación (PNO), especialmente en cuanto a trazabilidad, control de calidad, responsabilidades técnicas y requisitos de registro. Así mismo, a pesar de existir documentos previos, se evidenció la ausencia de procedimientos formalmente estructurados para el uso del SEM en la empresa, lo que justificó la necesidad de desarrollar un protocolo propio. La integración de estos lineamientos normativos y técnicos sirvió como base sólida para el diseño del

PNO, asegurando su coherencia con estándares internacionales y su aplicabilidad en el contexto operativo del laboratorio.

4.2 Resultados de la fase 2 y 3 de la metodología: Elaboración del Procedimiento Normalizado de Operación (PNO) del SEM

Esta sección presenta de manera estructurada las fases que componen el protocolo propuesto, desde la preparación de las muestras hasta la interpretación de los datos obtenidos, con base en los lineamientos de la Norma ISO 17025 y en condiciones operativas específicas de INCLAY SAS. El PNO busca facilitar la reproducibilidad de los resultados, optimizar el uso del equipo, y fortalecer las capacidades técnicas del personal, asegurando un manejo coherente y eficiente del SEM en distintos contextos analíticos.

4.2.1 *Objetivo del PNO*

Describir de manera sistemática el procedimiento normalizado de operación del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM por sus siglas en inglés)

4.2.2 *Alcance*

Inicia desde la preparación específica de la muestra, dependiendo de su tipo, y finaliza con el envío de resultados al cliente.

4.2.3 *Documentación*

Se incluye dentro de la documentación requerida para el proceso el registro de ingreso de la muestra, bitácora de operación del SEM y el metalizador, historial de mantenimiento y calibración del equipo, informes de análisis, resultados y anexos asociados al análisis.

4.2.4 Responsabilidades

El PNO requiere una distribución clara de funciones entre los distintos actores involucrados. Esta sección establece las responsabilidades específicas del personal operativo, del responsable técnico y del área de gestión de calidad, garantizando el cumplimiento del protocolo.

4.2.4.1 Operador del SEM y responsable del proceso.

- Preparar las muestras según los protocolos establecidos en el laboratorio, asegurando condiciones óptimas para el análisis.
- Llenar la bitácora de uso del equipo.
- Configurar y operar el SEM de acuerdo con los parámetros requeridos para cada tipo de muestra.
- Informar al subdirector de laboratorio cualquier anomalía en el equipo o en los resultados.
- Informar al área de compras cuando los consumibles del SEM se encuentren al 80% de su vida útil.

4.2.4.2 Subdirector de laboratorio

- Supervisar las operaciones metodológicas en el laboratorio.
- Asegurar el cumplimiento del PNO y de los estándares de calidad bajo la norma ISO 17025.
- Aprobar modificaciones en los procedimientos y parámetros a ejecutar durante el uso del equipo.
- Capacitar al personal en el uso del SEM.
- Implementar mejoras en el procedimiento basado en los resultados obtenidos.

4.2.4.3 Responsable de mantenimiento

- Realizar mantenimientos preventivos y correctivos del SEM.
- Registrar y documentar las calibraciones y ajustes del equipo.
- Verificar el correcto funcionamiento del equipo.
- Informar al personal encargado sobre los cambios realizados.

4.2.5 Políticas

Este procedimiento se rige por las siguientes políticas, con el objetivo de garantizar la calidad, seguridad, trazabilidad y cumplimiento normativo en la operación del SEM:

- Todos los análisis realizados con el SEM deben cumplir con los estándares establecidos en la Norma ISO 17025.
- Se debe cumplir con la política de trazabilidad en donde cada análisis debe estar correctamente documentado, registrando los parámetros operativos, imágenes y espectros obtenidos. Los datos deben almacenarse en la base de datos del laboratorio y estar accesibles únicamente para el personal autorizado.
- El uso del equipo está restringido únicamente a las personas autorizadas por el subdirector de laboratorio.
- La política de mantenimiento del SEM debe seguir el plan establecido por la empresa para garantizar su óptimo funcionamiento. Además, como parte del correcto uso del equipo, se debe realizar una calibración cada 30 horas de uso, una limpieza interna cada 100 horas, y un cambio de filamento aproximadamente cada 200 horas, o antes si deja de emitir energía, y al menos una vez al mes, centrar objetivos y stigmators.

- El personal debe utilizar los elementos de protección personal (EPP) recomendados y cumplir con los protocolos de seguridad para la manipulación del equipo.

4.2.6 Definiciones

Las definiciones aquí descritas hacen parte del PNO:

- **Alto Vacío (HighVac):**

Es un modo de alto vacío en el que se puede examinar una muestra una vez que la presión de la cámara alcanza al menos 0,04 Pa. En HighVac, es posible investigar tanto muestras conductoras como no conductoras, aunque las muestras no conductoras requieren un recubrimiento metálico previo (Cr, Au, Au-Pd, Pt).

- **Bajo Vacío N₂ (SingleVac):**

El modo SingleVac es un modo de bajo vacío destinado a la investigación de muestras no conductoras. Se hace inyección de nitrógeno grado 5 que se utiliza principalmente para controlar la presión y evitar la acumulación de carga en las muestras.

- **Bajo Vacío (LowVac):**

El modo LowVac es un modo de bajo vacío destinado a la investigación de muestras no conductoras cuando puede ser examinada con un rango de presión de cámara de 7-500 Pa. En LowVac la cámara puede llenarse con nitrógeno (LowVac N₂) o vapor de agua (LowVac H₂O; si se adquiere). Hay dos modos LowVac disponibles:

- a. Modo LowVac sin apertura con un rango de presión de cámara de 7-150 Pa.
- b. Modo LowVac Aperture con un rango de presión de cámara de 7-500 Pa. Este modo es el único que requiere un cambio de la configuración de la columna SEM (intercambio de aperturas).

- **Cámara:**

La cámara es un contenedor sólido debajo de la columna SEM donde se colocan las muestras para su investigación. Las muestras se fijan en el escenario, lo que le permite moverlas cambiando los parámetros en el *stage*. Se requiere que la muestra se examine bajo vacío, ya que la atmósfera se propaga y atenúa rápidamente el haz de electrones. Por lo tanto, la cámara se evacua (bombea) durante la investigación de la muestra. Cuando se va a abrir la cámara, ésta debe volver a llenarse con nitrógeno (ventilado), de lo contrario, la diferencia de presión en el interior y el exterior mantiene la puerta cerrada. Una vez que se bombea la cámara, las muestras pueden examinarse en varios modos de vacío.

- **Corriente del haz (BC):**

La corriente del haz (BC) se define por la cantidad de electrones que pasan a través de una sonda en un determinado periodo de tiempo. Es necesario emplear más tiempo para escanear la imagen con intensidades de haz bajas y viceversa.

- **Detectores:**

Los detectores del SEM están diseñados para detectar diversas señales resultantes de la interacción de los electrones con la superficie de la muestra. Existen dos principales, SE (Electrones Secundarios) y BSE (Electrones retrodispersados).

- a. Electrones secundarios (SE – Secondary Electrons):**

Los electrones secundarios (SE) son electrones que se generan cuando el haz de electrones interactúa con la superficie de la muestra (salen de la superficie de la muestra con una energía $E < 50$ eV). El detector SE es un detector estándar básico para imágenes topográficas (detecta electrones secundarios).

- b. Electrones retrodispersados (BSE - Back-Scattered Electrons):**

Son fracciones de los electrones primarios que se vuelven a dispersar en el vacío con una energía $E > 50$ eV.

- **Energía de salida (Eng):**

La energía de salida (Eng) determina la energía de los electrones primarios en el haz.

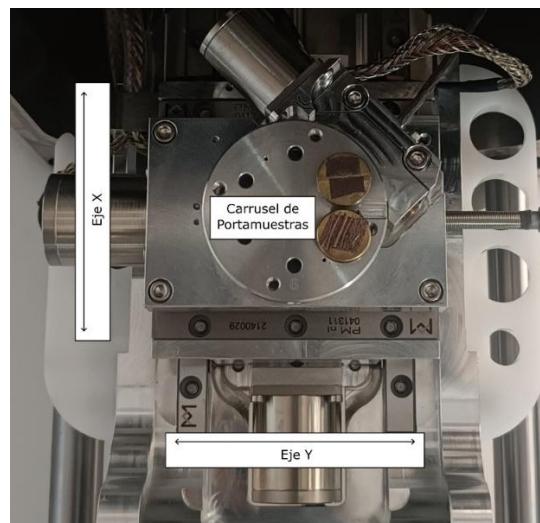
- **Stage:**

Al observar las muestras en el microscopio, éstas se colocan dentro de la cámara y se montan en una platina o un *stage*. La platina permite el movimiento de la muestra para que sea posible examinar diferentes sectores. El tipo de platina puede variar según la configuración del microscopio y el tipo de cámara.

La parte de la platina con las muestras montadas se denomina carrusel de portamuestras (Figura 11).

Figura 11

Platina o stage con los ejes de movimiento marcados.



La platina de muestras puede realizar diferentes tipos de movimientos: traslación a lo largo de los ejes X, Y y Z, rotación alrededor del eje Z e inclinación alrededor del eje X. Z e inclinación alrededor del eje X.

- **Trackball:**

El trackball se utiliza para modificar parámetros de adquisición durante la operación.

4.2.7 Procedimientos

Esta sección describe de manera secuencial y detallada las actividades que conforman el PNO del SEM.

4.2.7.1 Accesorios, consumibles y equipos auxiliares

Accesorios del metalizador:

- Bomba de vacío 1 Pa, mangueras de vacío y conexiones eléctricas.

Consumibles del metalizador:

- Láminas de oro (Au) (Sputter Target Gold 57mm 99.99% Au), puntas de grafito (Graphite Rods 1/4x presharpended), argón grado cinco, vaselina.

Accesorios del SEM:

- Pines de aluminio de 1 cm (stub holder), pin para muestras redondeadas (Specimen holder TE00038-00), pin universal (Universal specimen holder HM-114-00), pin ADJ, pin para secciones delgadas, *stage* 24.5 mm, pin extensor, camscan holder adapter (GM-113-00-A), compresor aire seco, bomba de vacío 1 Pa, mangueras de vacío y de aire comprimido, conexiones eléctricas, tarjeta de encendido automático de bomba de vacío, accesorios de cambio de filamento y aperturas, estándar de cobre (para EDS).

Consumibles del SEM:

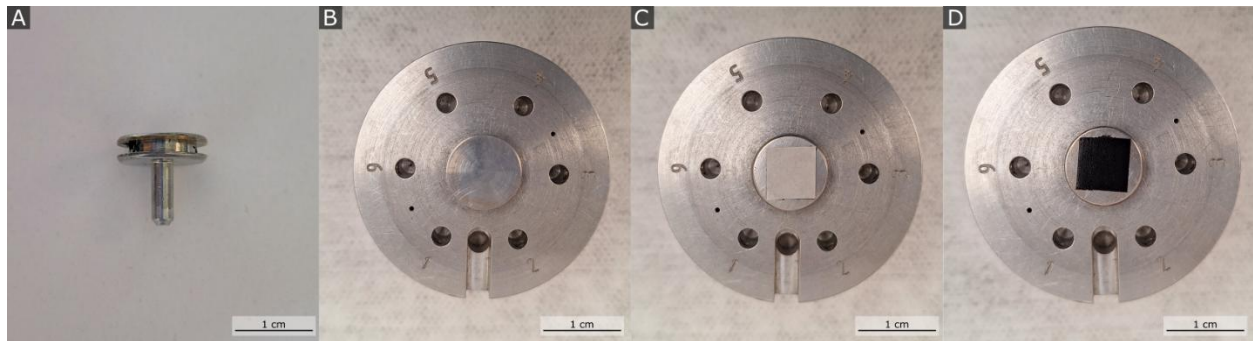
- Nitrógeno grado cinco, aire seco comprimido, cinta conductiva doble faz (grafito), pegante de carbono, grafito coloidal, papel aluminio, vaselina, filamentos de tungsteno.

4.2.7.2 Preparación de muestras. La preparación de muestras descrita a continuación corresponde a un procedimiento desarrollado internamente en INCLAY SAS, ajustado a las condiciones operativas del laboratorio y a las características de los materiales analizados. No proviene de manuales externos, sino de la sistematización de prácticas propias validadas técnicamente. Esta etapa es fundamental para garantizar resultados confiables.

4.2.7.2.1 Preparación del pin de aluminio. Para los tipos de muestras que son material particulado y/o polvo, material sólido (rocas y minerales), materiales sintéticos (cerámicas) es necesario preparar un pin metálico, al cual se le adhiere una pequeña cantidad de cinta adhesiva doble faz y conductora de grafito como se muestra en la Figura 12. Sobre esta base, se fija el fragmento o las partículas representativas de la muestra, previamente seleccionadas y preparadas de acuerdo con sus características texturales y mineralógicas.

Figura 12

Preparación del pin de aluminio para el montaje de muestras en el SEM.



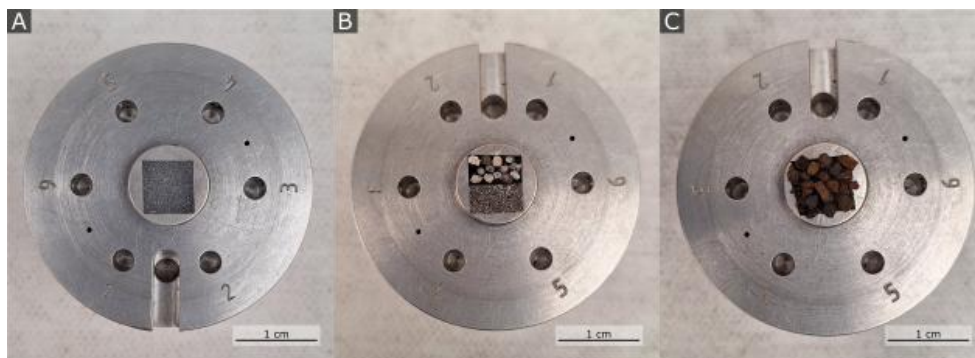
Nota. A) Vista de perfil de pin de aluminio de 1 cm (stub holder). B) Pin de aluminio visto en planta colocado sobre el *stage*. C) Aplicación de cinta adhesiva conductora de doble faz. D) Retiro de la capa protectora de la cinta, exponiendo la superficie adhesiva para la fijación de la muestra.

4.2.7.2.2 *Material particulado y/o polvo*

1. Preparar el pin de aluminio siguiendo el procedimiento descrito en la sección 4.2.7.2.1
2. Usar una espátula fina para colocar una pequeña cantidad de material particulado sobre la cinta (Figura 13A). Cuando se requiere un análisis individual del tamaño de partícula de ~0.5 - 1 mm es necesario emplear pinzas finas para organizar los fragmentos tal como se ve en la Figura 13 (B y C).
3. Presionar suavemente la muestra para fijarla y verificar que el material esté bien adherido y distribuido.
4. Si es necesario, soplar ligeramente con aire comprimido para remover el exceso o eliminar partículas que no quedaron bien adheridas.

Figura 13

Preparación del pin de aluminio para el montaje de muestras con material particulado y/o polvo.



Nota. A) Pin con montaje de polvo fino. B) Pin con montaje de material dividido entre partículas finas y partículas medias a gruesas. C) Pin con montaje de partículas gruesas.

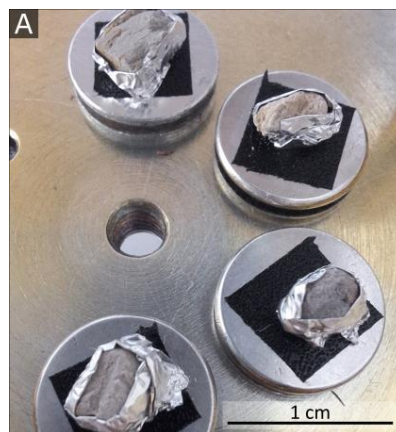
4.2.7.2.3 *Material sólido (rocas y minerales) – Material sintético (cerámica)*

1. Preparar el pin de aluminio siguiendo el procedimiento descrito en la sección 4.2.7.2.1

2. Cortar el fragmento de muestra de acuerdo con el tamaño recomendado ($1 \times 1 \times 1$ cm - (1 cm^3)) o menor, y asegurar que la cara a analizar sea lo más plana posible (Figura 14).
3. Recubrir el cuerpo de la muestra (excepto la cara a analizar) con papel aluminio para mejorar la conductividad y sujeción al *pin*.
4. Fijar la muestra presionando ligeramente sobre la cinta, asegurando estabilidad y que la cara a analizar quede orientada hacia arriba.

Figura 14

Preparación del pin de aluminio para el montaje de muestras con material sólido y sintético.



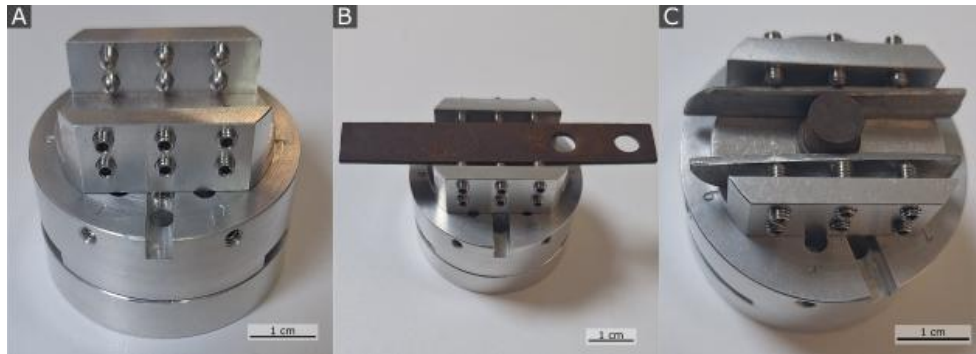
Nota. A) Pin con montaje de muestras de roca.

4.2.7.2.4 Metales y aleaciones (Cupones y biocupones)

1. Seleccionar el portamuestras adecuado (portamuestras en bloque o plano de hasta 17 mm de grosor, Figura 15).
2. Insertar el cupón asegurándose de que la superficie a analizar esté hacia arriba y sea la que más corrosión tenga a simple vista.
3. Apretar los tornillos del portamuestras para asegurar que el cupón quede fijo.

Figura 15

Montaje de cupones



Nota. A) Portamuestras en bloque o plano de hasta 17 mm de grosor B) Montaje de cupón en el portamuestras C) Montaje de biocupón en el portamuestras.

4.2.7.2.5 Láminas y/o secciones delgadas

1. Seleccionar el portamuestras adecuado (portamuestras plano de 55 mm Figura 16)
2. Colocar la lámina con la cara pulida hacia arriba y asegurarla con las pinzas laterales.

Figura 16

Montaje de láminas y/o secciones delgadas.



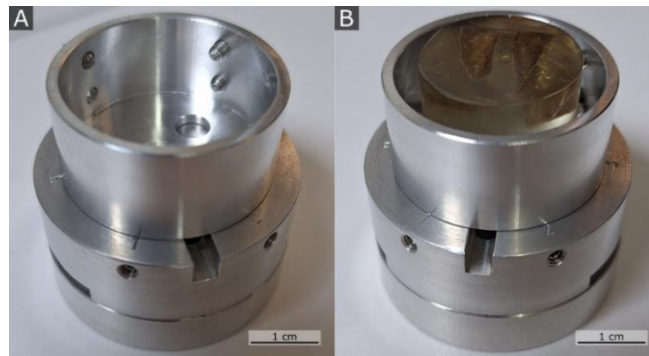
Nota. A) Portamuestras plano de 55 mm de largo. B) Montaje de lámina y/o sección delgada sobre el portamuestras plano.

4.2.7.2.6 *Briquetas*

1. Seleccionar el portamuestras adecuado (portamuestras cilíndrico de 36 mm de diámetro Figura 17).
2. Colocar la briqueta dentro del portamuestras cilíndrico y ajustar con tornillos laterales.
3. Verificar que la cara pulida quede completamente expuesta y perpendicular al haz del SEM.

Figura 17

Montaje de briquetas



Nota. A) Portamuestras cilíndrico de 36 mm de diámetro. B) Montaje de briqueta en el portamuestras cilíndrico.

4.2.7.3 Metalización. La metalización es una etapa fundamental en la preparación de muestras no conductoras para su análisis en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM), ya que permite reducir la acumulación de carga superficial causada por el impacto del haz de electrones. Este proceso consiste en depositar una delgada capa conductora sobre la superficie de la muestra, lo cual mejora la calidad de la imagen al evitar distorsiones y pérdida de resolución.

En INCLAY SAS se emplean comúnmente dos materiales para este fin: **oro (Au)** y **grafito (C)**. El oro ofrece una excelente conductividad y produce imágenes de alta definición, siendo especialmente útil para observaciones morfológicas detalladas; sin embargo, su uso puede

interferir en los resultados del análisis composicional por EDS, debido a sus picos característicos en el espectro. En contraste, el recubrimiento con grafito, aunque menos eficiente en términos de resolución de imagen, resulta más adecuado cuando se requiere un análisis químico preciso, ya que introduce menos interferencias en el espectro elemental.

La elección del material depende, por tanto, del objetivo del análisis y de las propiedades específicas de la muestra, lo cual resalta la importancia de establecer criterios claros dentro del procedimiento de metalización.

4.2.7.3.1 *Consideraciones previas*

1. Verificar que las muestras a metalizar estén limpias y correctamente montadas.
2. Verificar que la manguera de vacío esté bien conectada al cilindro de Argón y al módulo principal del metalizador, al igual que la bomba de vacío.
3. Verificar que los cables estén conectados, según el módulo con el que se vaya a metalizar (Au o C).
4. Si se va a metalizar con Au, verificar que el disco o las láminas de Au (Sputter Target Gold 57mm 99.99% Au) no estén desgastadas, y reemplazarlo en caso de que lo esté.
5. Si se va a recubrir con grafito, verificar que las puntas de grafito (Graphite Rods 1/4x presharpened) no estén quemadas y tengan suficiente punta, en caso de que no, reemplazarlas o ajustarlas.

4.2.7.3.2 *Proceso de metalización con oro (Au)*

1. Ingresar las muestras al metalizador. (Figura 18A)
2. Colocar el tubo de vidrio borosilicatado. (Figura 18B)

3. Colocar el cátodo de oro encima del tubo de vidrio y cerrar y/o apretar la válvula de este. (Figura 18C)
4. Cerrar la válvula del módulo principal. (Figura 18D)
5. Prender el módulo principal. (Figura 18E)
6. Esperar unos segundos mientras se activa el sistema de vacío para evitar interferencias del aire con el plasma.
7. Verificar que el tubo borosilicatado no se mueva debido a la generación de vacío.
8. Abrir la válvula blanca del módulo principal hasta la mitad (~ 0.2 Torr). (Figura 18F)
9. Introducir gas argón grado 5 como gas inerte para formar el plasma. Para eso, se abre la válvula del Argón (Figura 18G), se abre la perilla de control de salida del gas hasta 5psi (válvula izquierda Figura 18H) y se anota la presión del cilindro (válvula derecha Figura 18H) en la bitácora de registro del uso de los equipos dispuesta por el laboratorio.
10. Verificar que la presión esté por debajo de ~ 0.8 Torr (Figura 18I).
11. Encender el módulo de metalización de oro (Figura 18J).
12. Girar la perilla a 90 segundos, tiempo establecido para el recubrimiento de la muestra para un grosor adecuado (Figura 18K).
13. Abrir ligeramente la válvula blanca y oprimir el botón “test” para asegurar una corriente cercana a -18.5 mA en la pantalla digital (Figura 18L).
14. Cuando la medida esté cercana al valor establecido, oprimir el botón “start” para iniciar el proceso de ionización por colisión, el cual se da al asegurar una corriente constante (-18.5 mA). (Figura 18M).

15. El plasma generado ioniza el argón. Los iones de Ar bombardean el blanco de oro (target SPI), desprendiendo de forma uniforme átomos de oro, formando una capa conductora sobre la muestra (Figura 18N).
16. Esperar a que se apague el plasma, apagar los módulos, cerrar el argón, ventilar la cámara abriendo las perillas suavemente y extraer las muestras para el análisis en el SEM (Figura 18O).

Figura 18

Diagrama del paso a paso de la metalización con oro (Au)



4.2.7.3.3 *Proceso de metalización con grafito (C)*

1. Los pasos 1 y 2 de laProceso de metalización con oro (Au)se repiten para este proceso.
2. Cambiar el cátodo de oro por el cátodo de grafito, poner el cátodo sobre el tubo de vidrio borosilicatado y cerrar la válvula (Figura 19A).

3. Los pasos del 4 al 9 de laProceso de metalización con oro (Au)se repiten en este proceso.
4. Encender el módulo de metalización del grafito (C) (Figura 19B).
5. Girar la perilla de voltaje entre 4 y 5 kV (Figura 19B).
6. Accionar el interruptor hacia el lado de “pulse” y oprimir este botón hasta que la corriente suba a ~40 A (Figura 19C).
7. Verificar que los *rods* de grafito estén en contacto entre sí, se enciendan y empiecen a expulsar carbono sobre la superficie de la muestra (Figura 19D).
8. Oprimir el botón de “test” hasta que se vea que la muestra está lo suficientemente recubierta (Figura 19B).
9. Apagar los módulos, cerrar el argón, ventilar la cámara abriendo las perillas suavemente y extraer las muestras para el análisis en el SEM.

Figura 19

Diagrama del paso a paso de la metalización con grafito (C)



A continuación, se presenta una tabla resumen (Tabla 1) que sintetiza las etapas clave del proceso de montaje y metalización de muestras no conductoras para su análisis en el SEM. Esta herramienta permite visualizar de forma ordenada las acciones, materiales y consideraciones técnicas involucradas en cada fase, facilitando su aplicación práctica dentro del marco del PNO.

Tabla 1

Tabla resumen del proceso de montaje y metalización de muestras.

Tipo de muestra	Soporte utilizado	Requiere cinta conductiva	Requiere metalizado	Observaciones
Material particulado y/o polvo	Pin de aluminio	Sí	Sí	Se deposita el material directamente sobre la cinta
Material sólido (rocas, minerales)	Pin de aluminio	Sí	Sí	Recubrir con papel aluminio, dejando expuesta la cara de análisis
Materiales sintéticos (cerámicas)	Pin de aluminio	Sí	Sí	Mismo procedimiento que el material sólido
Metales y aleaciones (cupones)	Portamuestras en bloque o plano de hasta 17 mm de grosor	No	Opcional	Si el material es conductor, puede omitirse el metalizado
Láminas delgadas de roca pulida	Portamuestras plano de 55 mm de largo	No	Sí	Solo se requiere fijar la lámina en el soporte correspondiente
Briquetas (resina con muestra)	Portamuestras cilíndrico de 36 mm de diámetro	No	Sí	Asegurar orientación adecuada; usualmente no conductoras

4.2.7.4 Encendido general del SEM

- 1. Encendido del aire acondicionado:** Con el fin del mantener las condiciones físicas y favorables de trabajo para el SEM, se debe garantizar una temperatura estable del ambiente, preferiblemente inferior a 22°C y una humedad por debajo del 50%.
- 2. Apertura de gases:** El SEM funciona tanto con nitrógeno (N₂) grado 5 como aire seco comprimido, el nitrógeno se suministra a través de un cilindro negro, mientras que el

aire seco se suministra por el compresor. Antes de encender el SEM se debe tener un adecuado suministro de los gases mencionados a continuación:

a. Encendido compresor:

- i. Comprobar la conexión e integridad de las mangueras y conectar el suministro a una fuente de 110V.
- ii. Para prender el compresor, accionar la palanca roja en la parte superior del compresor hasta quedar en posición horizontal o paralela al suelo, verificando que las válvulas de purga se encuentren selladas.
- iii. El compresor, después de encendido, se encuentra calibrado para suministrar por lo menos 7 atm de presión y encenderse automáticamente cuando se encuentra por debajo de 5 atm aproximadamente hasta igualarse nuevamente a 7 atm.
- iv. No desconectar.

b. Procedimiento apertura N₂:

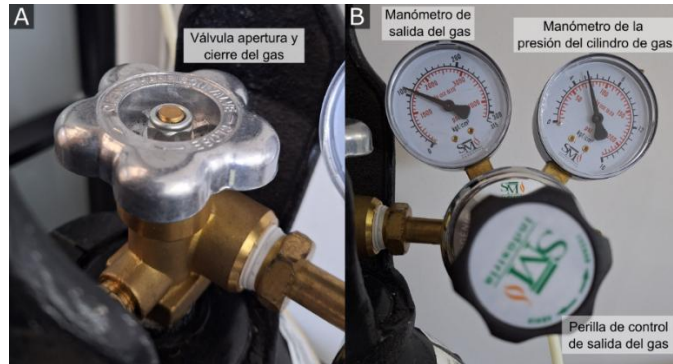
- i. Abrir la válvula superior del nitrógeno en sentido antihorario (por lo menos 1 vuelta) (Figura 20A).
- ii. Verificar que el manómetro de presión (indicador izquierdo) se encuentre entre 100 a 2200 psi (Figura 20B) y registrar en la bitácora.
- iii. Comprobar que el manómetro de presión derecho se encuentre cercano a 70 psi (5 atm) (Figura 20B).

El nitrógeno cumple la función de ventilado de la cámara interna del SEM o función de trabajo a bajo vacío, en tal caso que no se realice ventilado en un

periodo corto de tiempo o se esté trabajando en modo bajo vacío, es posible cerrar la válvula del cilindro para evitar pérdidas de nitrógeno por fugas en conexiones.

Figura 20

Válvulas y manómetros del cilindro de nitrógeno grado 5.



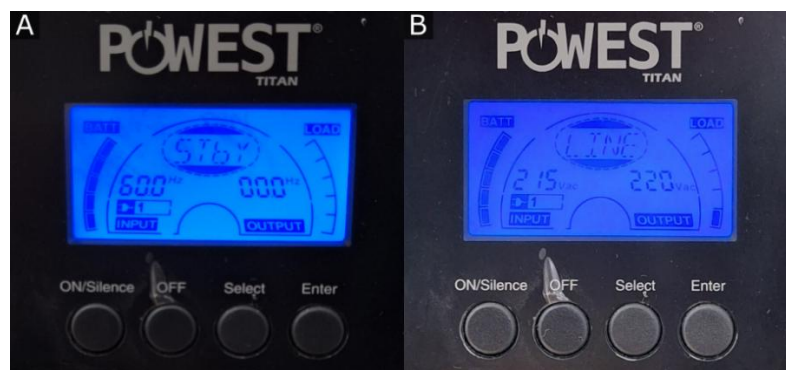
Nota. A) Válvula de apertura y cierre del gas. B) Manómetro de salida del gas (izquierda), manómetro de la presión del cilindro del gas (derecha), perilla de control de salida del gas (inferior).

3. Encendido UPS: La UPS protege eléctricamente el SEM, por lo que es obligatorio su uso. Para encenderla se debe:

- i. Conectar la UPS a una toma de 220V y presionar por un tiempo prolongado el botón de encendido hasta escuchar la señal sonora (primer botón de izquierda a derecha), después de la señal sonora debe sonar automáticamente un relé interno de la UPS (sonido seco) y en la pantalla retroiluminada debería cambiar de STBY a LINE. (Figura 21)

Figura 21

Panel de información de la UPS



Nota. A) Modo Stand By B) Modo Line

4. Procedimiento encendido SEM:

- i. Al estar en funcionamiento la UPS se enciende el SEM accionando en sentido horario la perilla de encendido (main switch) hasta lograr la posición ON, automáticamente se debe encender el computador.
- ii. Al encontrarse totalmente encendido el computador, abrir el programa Tescan Essence, esperar a que se habilite el recuadro de ingreso donde se elegirá la opción de supervisor ingresando la contraseña correspondiente. Abierto el programa y corroborando que se ha cumplido el procedimiento de apertura de gases, hacer clic en el ícono medialuna, automáticamente se encenderá la bomba de vacío externa y se habilitarán las opciones de control del haz de electrones al llegar a condiciones de presión adecuadas.
- iii. Encender el botón del filamento de tungsteno, lo cual encenderá progresivamente el filamento hasta llegar a un valor estable de corriente

de emisión, la cual, debe estar entre 60-90 μA cuando se use una energía de 30KeV para su correcta operación.

5. Encendido detector EDS (opcional): Si se requieren hacer mediciones de composición elemental, tiene que encenderse el detector EDS, para esto se requiere:

- i. Encender y tener estable el filamento.
- ii. Abrir el complemento de <Tescan EDS Server>
- iii. Automáticamente se habilita en la ventana de EDS el botón de encendido. Al presionar el ícono indicado, se preparará el detector EDS para medición, lo que dura de varios segundos a pocos minutos.

4.2.7.5 Verificación de condiciones

- **Alertas visuales:** El software Essence del SEM incluye alertas visuales que resaltan en amarillo o rojo errores o mediciones que pueden afectar su funcionamiento correcto. En la mayoría de casos, estos problemas se resuelven al hacer clic en el aviso y seguir las instrucciones del programa; si no, se debe informar al encargado del laboratorio.
- **Cámara Infrarrojo (IR):** En la pantalla auxiliar derecha del SEM, la cámara infrarroja (IR) muestra en vivo los componentes internos de la recámara de muestras. Durante movimientos extensos del *stage* (cambios de posición o rotación), es necesario revisar con atención el video para evitar colisiones dentro de la recámara.
- **Inspección de parámetros:** En la pantalla auxiliar, se visualizan gráficas de registro continuo de parámetros como presión interna, energía del filamento y corriente de emisión. Es fundamental monitorear estos valores durante la operación, reportando cualquier cambio brusco o anomalía al jefe de área para asegurar un funcionamiento seguro y estable del SEM.

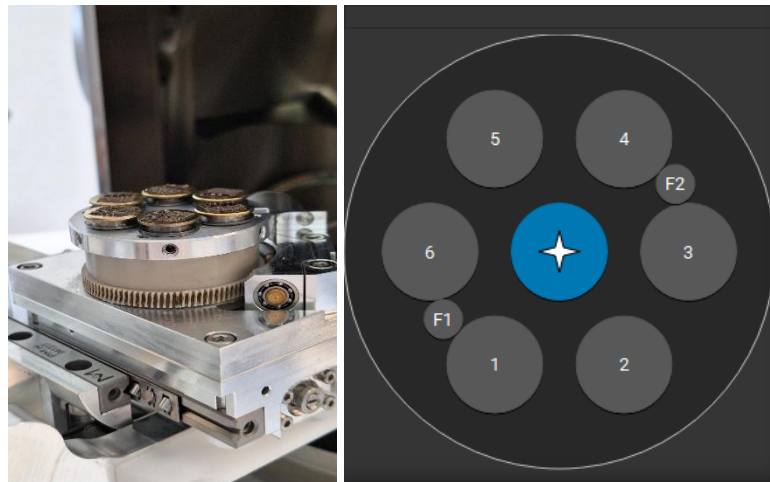
4.2.7.6 Lectura y adquisición de información

4.2.7.6.1 Inserción de muestras. La recámara del SEM siempre debe estar con vacío, así el equipo se encuentre apagado. Al insertar cualquier tipo de muestra se debe ventilar el SEM abriendo el cilindro de nitrógeno y luego dando clic al ícono <Vent>. Al terminar este proceso, abrir la puerta manualmente y colocar sucesivamente las muestras en cada posición definida del *stage* (posición 1 a 7) (Figura 22).

Para anclar adecuadamente cada muestra, seleccionar la posición adecuada en el control del *stage* (Figura 22), y automáticamente se aproximará a la posición a una distancia cómoda para anclar el pin. Es necesario insertar un destornillador bristol en los agujeros inferiores a cada pin para soltar o apretar el tornillo correspondiente a cada posición.

Figura 22

Portamuestras de la cámara interna del SEM (stage).



Nota. A) Servomotores que controlan los movimientos de *stage*. B) Control del *stage* en el software TESCAN Essence.

Terminada la inserción de muestras, llevar a la posición inicial, cerrar manualmente la puerta de la recámara del SEM para luego dar en el ícono de <Pump> para que la cámara empiece a hacer vacío en su interior, y al terminar, se puede encender el filamento.

4.2.7.6.2 *Lectura en vivo.* Al terminar el encendido del filamento, automáticamente se mostrará la ventana de “live” donde se verá en vivo la salida de imagen. En caso de que se quiera cambiar de detector, basta con dar clic en la parte superior izquierda, desplegar el menú con las opciones, y seleccionar el detector deseado.

4.2.7.6.3 *Enfoque de la imagen.* El control del haz de electrones funciona de forma análoga a una configuración óptica, las imágenes obtenidas pueden verse distorsionadas por problemas de enfoque, aberración radial o por ejes y astigmatismo. La solución para corregir al máximo estos problemas se detallan en el manual del equipo.

El enfoque se logra modificando el WD (Working Distance) el cual se mide en milímetros desde la salida de cañón de electrones hasta la superficie a analizar. Este parámetro se corrige fácilmente seleccionando en el menú de acciones <working distance> y modificando la distancia con el eje horizontal del trackball hasta lograr enfocar correctamente la imagen.

En el caso de no percibir enfoque revisar que la corriente de trabajo sea la adecuada para el aumento seleccionado o que el ajuste de centrado del objetivo y los stigmators sean los correctos. En caso de corregir el centrado de objetivo y stigmators realizar los pasos indicados en el manual del equipo.

4.2.7.6.4 *Ajuste de brillo.* Se puede ajustar automáticamente el brillo dando clic derecho en la ventana de visualización de imagen en tiempo real y seleccionando la opción <Autoadjust Brightness>. De otro modo, se puede ajustar manualmente tanto el brillo como el contraste, seleccionando en el menú de acciones la opción de Brightness/Contrast, moviendo el trackball en el eje X para cambiar el brillo y en el eje Y el contraste.

4.2.7.6.5 *Obtención de imágenes.* Basta presionar Shift+A en el teclado para capturar la imagen utilizando los parámetros configurados en la tabla de control. Es esencial seleccionar una velocidad de barrido adecuada junto con niveles apropiados de energía y corriente para lograr la mejor resolución posible, tal como se indica en el apartado de enfoque de imagen. Durante la adquisición, en pantalla aparece un conteo regresivo que indica el tiempo restante; al finalizar, surge un cuadro para guardar la imagen capturada.

4.2.7.6.6 *Cuantificación química elemental.* La cuantificación química elemental mediante SEM-EDS se realiza obteniendo espectros puntuales, de área, perfiles o mapas. Se inicia presionando <Run> y se monitorea el dead time ideal cercano al 8% y la cantidad de conteos, que deben ser altos para obtener resultados fiables. Si los conteos son bajos, se debe revisar la configuración física de la muestra y el detector. Cuando el espectro y la tabla de cuantificación son estables, se presiona <Stop> y se repite el proceso para otras mediciones. Esta metodología garantiza una evaluación fiable y precisa de la composición elemental de la muestra.

4.2.7.7 Apagado del SEM. Al terminar la captura de imágenes en el SEM, se debe apagar el filamento mediante el ícono correspondiente, regresar el *stage* a la posición inicial, ventilar la cámara si es necesario, extraer la muestra y volver a generar el vacío. Luego, al dar clic en el ícono de medialuna, se apagan automáticamente los sistemas de vacío (turbomolecular y bomba externa). Después, cerrar el programa, apagar el computador y registrar el uso en la bitácora. Con las pantallas y CPU apagadas, se coloca la perilla trasera en off, se cierra completamente la válvula de nitrógeno, se apaga la UPS desconectándola y presionando el botón de off hasta escuchar la alarma sonora. Finalmente, se apaga el aire acondicionado, el compresor y se descomprime este último para completar el procedimiento de cierre seguro del SEM.

4.3 Resultados de la fase 4 y 5 de la metodología: Validación del PNO mediante estudios de caso, base de datos de imágenes y espectros

Con el objetivo de validar y ajustar el PNO propuesto para el SEM, se seleccionaron diferentes tipos de muestras representativas de los análisis comunes en el laboratorio. Estos casos de estudio permitieron evaluar la eficacia del protocolo en condiciones reales de trabajo, identificar posibles oportunidades de mejora y generar una base de datos de imágenes y espectros que refuerzan el valor práctico del PNO. A continuación, se describen los casos analizados, los resultados obtenidos y su discusión.

4.3.1 Caso de estudio 1: Análisis morfológico y geoquímico de núcleos de perforación para la industria petrolera.

El análisis detallado de núcleos de perforación constituye una herramienta clave en la industria petrolera para la caracterización integral del yacimiento. Permite evaluar propiedades fundamentales como la porosidad, la permeabilidad, la composición y textura del armazón y la matriz, el cemento, así como aspectos geoquímicos y diagenéticos que influyen directamente en

el comportamiento del yacimiento durante su explotación. Las muestras analizadas, provenientes de núcleos de perforación de campos actualmente en operación en el país, fueron estudiadas con el fin de apoyar la resolución de problemáticas exploratorias y productivas mediante una caracterización avanzada que complementa otras técnicas analíticas.

4.3.1.1 Metodología aplicada. En este caso de estudio, se llevó a cabo la selección de un fragmento de muestra representativa a partir de secciones del núcleo, siguiendo el PNO fue preparada como se establece en la sección 4.2.7.2.3 y posteriormente metalizadas con oro para asegurar imágenes de alta resolución tal como se indica en la sección 4.2.7.3.2. Se operó el SEM en modo de alto vacío principalmente en modo BSE, con una energía de 30KeV, corriente entre 300 pA y 3 nA y velocidad de barrido de adquisición entre 4 y 7. Se realizaron análisis EDS puntuales y mapeos elementales en áreas de interés, priorizando las interfaces poro-matriz y las zonas de cementación para determinar la distribución mineralógica.

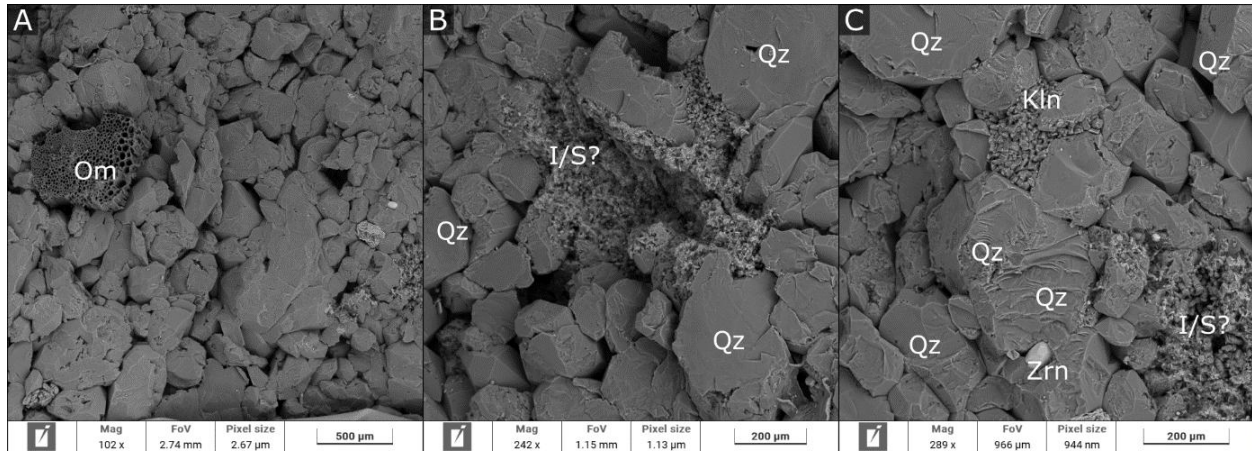
4.3.1.2 Resultados obtenidos. Las observaciones relevaron que la metodología empleada permitió caracterizar morfológica y composicionalmente los componentes de la roca: armazón, matriz, cemento y porosidad, con especial atención en la identificación de arcillas presentes en las gargantas de poro y la detección de recristalización de cuarzo microcristalino, ambos factores con impacto directo sobre la conectividad de los poros y la capacidad productiva del yacimiento (Figura 23).

El análisis composicional mediante EDS permite confirmar la química de los minerales presentes en la roca (Figura 24). La medición de elementos como K, Ca, y Na junto con la morfología de los minerales arcillosos sugiere que estos se componen principalmente de illita (rica en K) e interstratificados illita-esmectita (con alta capacidad de intercambio catiónico), por otro

lado, se presenta inmiscuido en la matriz material fosfático mezclado con arcillas que contienen K y Fe, indicando la presencia de glauconita y evidenciando que la roca es de origen marino somero.

Figura 23

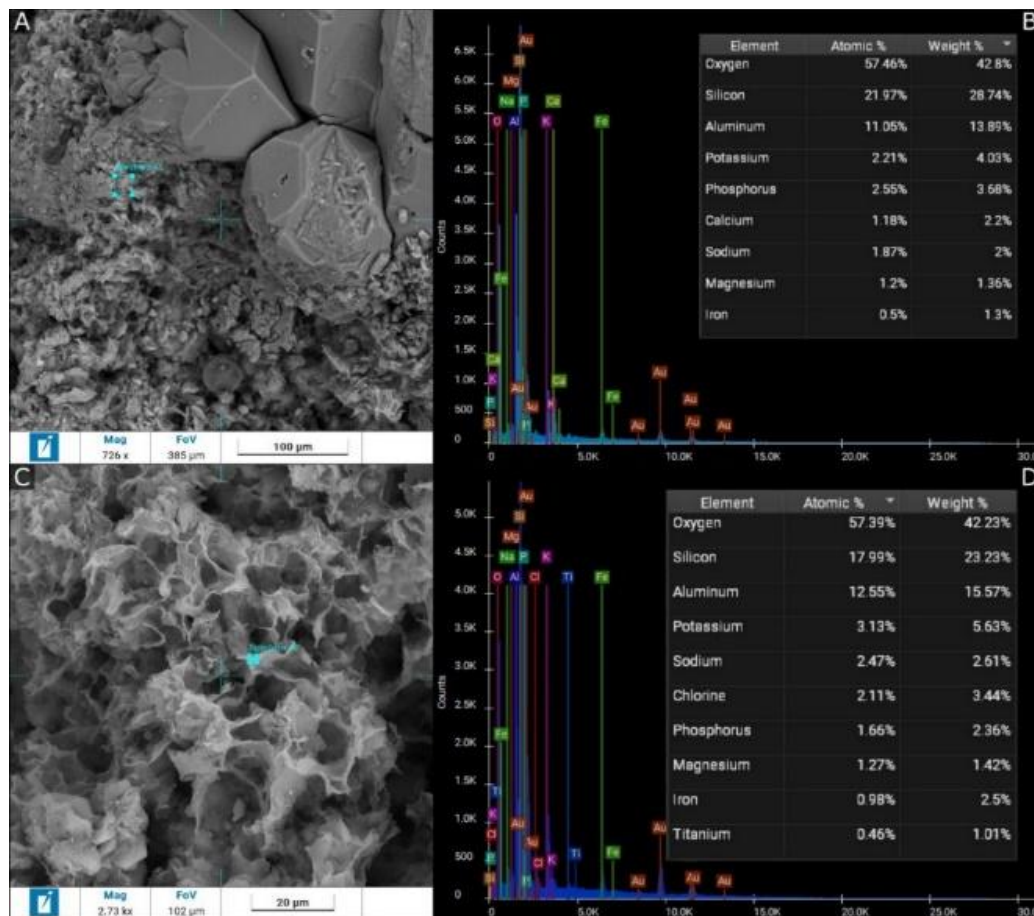
Imágenes obtenidas con detector BSE de un fragmento de arenisca de un núcleo de perforación.



Nota. Cuarzo (Qz), circon (Zrn), caolinita (Kln), interestratificado illita/esmectita (I/S), materia orgánica (OMOm). A) Cuarzo arenita amazón soportada de tamaño de grano arena media a fina, esporádicamente se observan acumulaciones de minerales arcillosos que conformaban minerales o fragmentos líticos preexistentes a la diagénesis o al interior de gargantas de poro, junto con apariciones de fragmentos de materia orgánica. B) Agregado compuesto principalmente de illita wispy o interestratificado illita-esmectita, el tamaño del agregado sugiere que el material arcilloso procede de la alteración de un mineral o lítico preexistente a la diagénesis. C) Disminución del espacio poroso por recrecimiento cristalino del cuarzo y agregado de caolinita en garganta de poro.

Figura 24

Espectros obtenidos mediante EDS, semi-cuantificación elemental de minerales.



Nota. A y B) Presencia de fosfatos en agregado de illita wispy o interestratificado I/S, la presencia de K y Fe sugiere que el fragmento preexistente puede ser un pellet con glauconita. C y D) Composición química de illita wispy o interestratificado I/S.

4.3.2 Caso de estudio 2: Identificación de minerales de asbesto en materiales o rocas

La identificación de asbestos en materiales es crítica por las implicaciones que tiene en la salud, en estudios de higiene y gestión ambiental. En este caso el SEM, en combinación con el análisis de dispersión de energía de rayos X (EDS), posibilita la identificación de la morfología y la composición química de las fibras, lo que permite detectarlas en hábitos elongados, con elevada

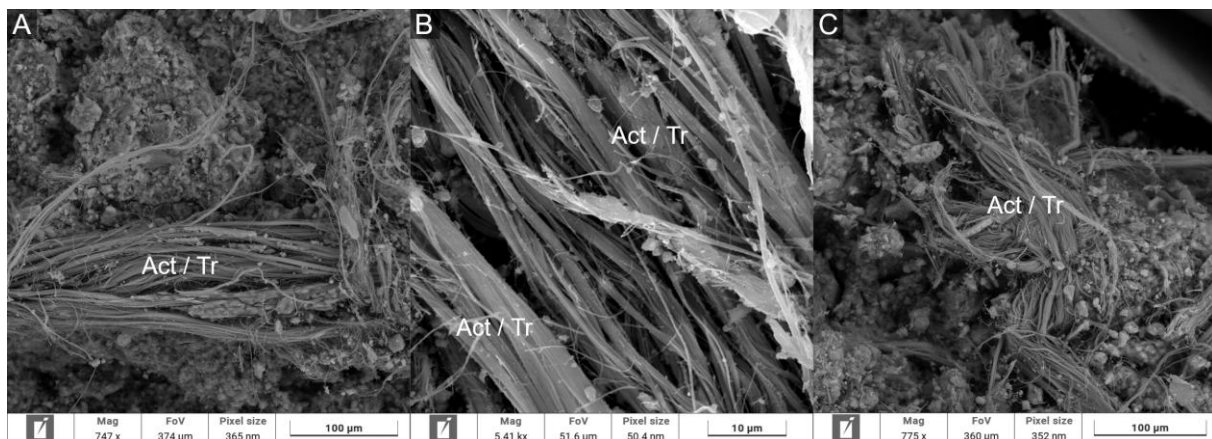
relación de aspecto y composición elemental compatible con silicatos de calcio y magnesio, incluso cuando se encuentran en bajas concentraciones.

4.3.2.1 Metodología aplicada. Las muestras con sospecha de contenido de asbestos fueron preparadas siguiendo el PNO establecido en el presente trabajo, siguiendo el procedimiento descrito en la sección 4.2.7.2.3 y posteriormente metalizadas con oro para asegurar imágenes de alta resolución tal como se indica en la sección 4.2.7.3.2. Se operó el SEM principalmente en modo BSE, con una energía de 30KeV, corriente entre 300 pA y 1 nA y velocidad de barrido de adquisición entre 4 y 6.

4.3.2.2 Resultados obtenidos. Durante el análisis del material, se identificaron estructuras en hábito fibroso, flexibles, con fácil separabilidad y con longitudes en su mayoría superiores a 5 μm y diámetros menores a 3 μm , características típicas de minerales de la serie de los asbestos (Figura 25). En el análisis mediante EDS se evidencian espectros que indican cantidades significativas de Si, Ca y Mg, coherentes con la química general de minerales asbestiformes (Figura 26).

Figura 25

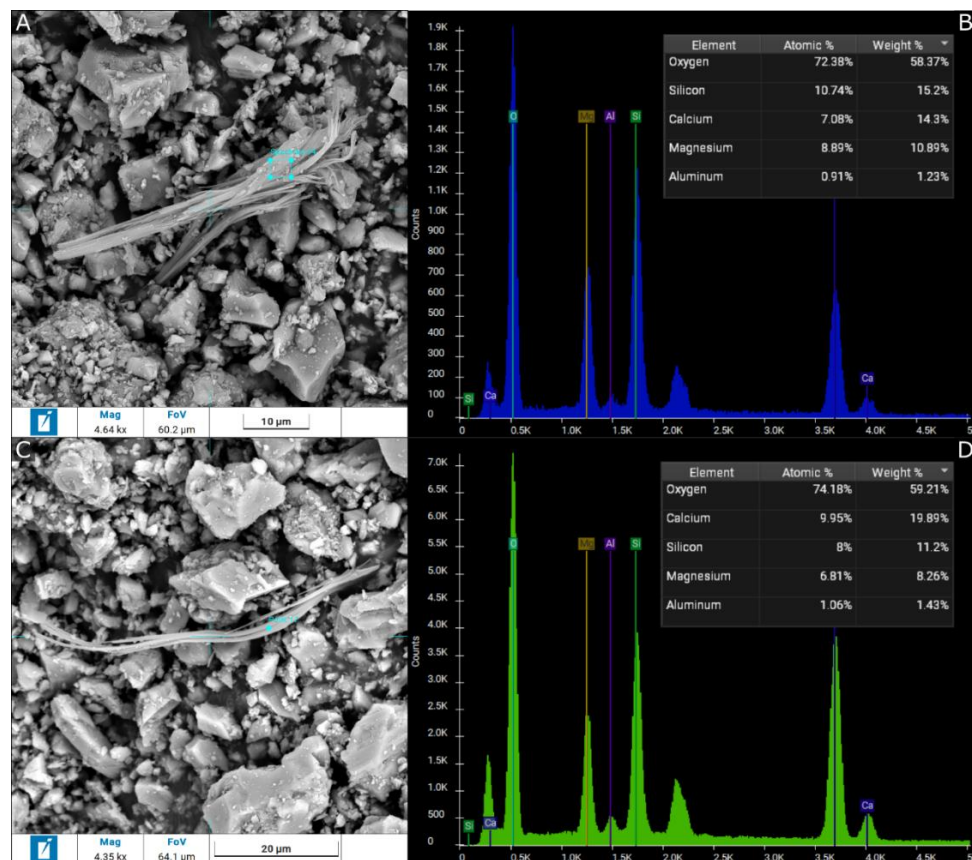
Imágenes adquiridas con detector BSE de muestras de cantera con sospecha de asbestos. Actinolita/tremolita (Act/Tr).



Nota. A, B y C) Detalle de los fragmentos que componen la muestra; se observan fibras elongadas de actinolita/tremolita dispuestas en diferentes orientaciones, muchas de ellas parcialmente embebidas en una matriz rica en carbonatos, principalmente calcita, la cual se distingue por su morfología más compacta y subhedral.

Figura 26

Espectros adquiridos con el detector EDS, semi-cuantificación elemental de minerales de muestras de cantera con sospecha de asbestos.



Nota. A, B, C y D) Espectro de un fragmento fibroso de actinolita/tremolita.

4.3.3 Caso de estudio 3: Análisis de corrosión por picadura para modelado 3D de superficies

La caracterización avanzada de picaduras de corrosión en materiales metálicos expuestos a condiciones químicas del entorno es clave para evaluar la integridad estructural y estimar la vida útil de superficies en componentes en industrias como la energética, petroquímica y de transporte

de hidrocarburos. Este fenómeno puede ser particularmente peligroso porque las picaduras pueden ser tan pequeñas que son difíciles de detectar visualmente, pero pueden penetrar profundamente en el metal, debilitando su estructura y causando fallas. En este contexto, el uso del SEM no solo permite la observación morfológica detallada de las cavidades que se manifiestan en la superficie de un metal, sino que también permite hacer una reconstrucción tridimensional de su geometría superficial a partir de múltiples imágenes adquiridas.

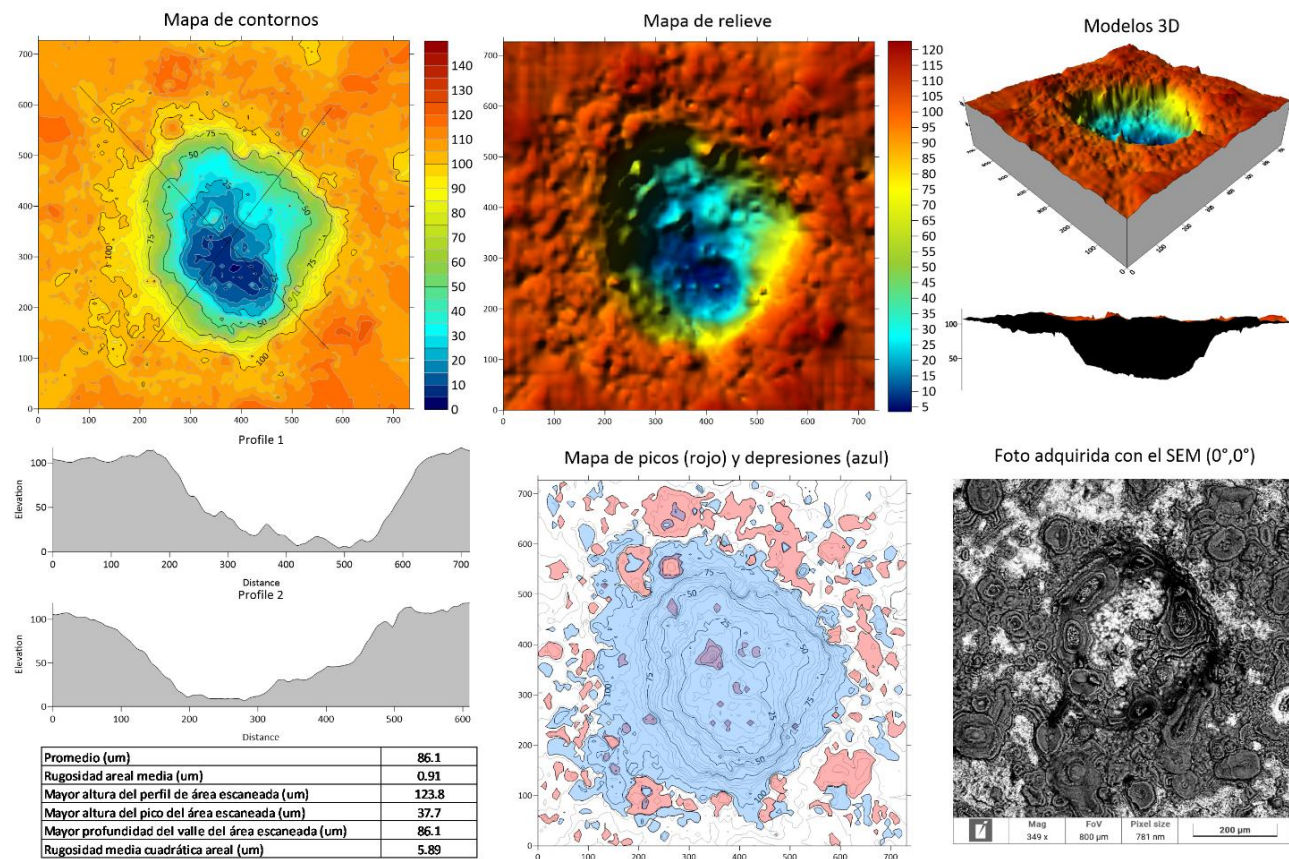
4.3.3.1 Metodología aplicada. Se seleccionaron testigos metálicos con presencia de picaduras por corrosión (cupones y biocupones), previamente limpiadas preparadas siguiendo el PNO establecido en el presente trabajo, siguiendo el procedimiento descrito en la sección 4.2.7.2.4, no es necesaria la metalización debido a que es un material conductor. Se operó el SEM principalmente en modo BSE, con una energía de 30KeV, corriente de 3nA y velocidad de barrido de adquisición de 4.

Para el análisis en el SEM, este estudio implementó una metodología basada en Structure from Motion (SFM), técnica que permite generar nubes densas de puntos tridimensionales mediante la adquisición de imágenes desde diferentes ángulos (Stockman & Shapiro, 2001). Gracias a la capacidad del SEM para realizar movimientos en los ejes X, Y, Z y en ángulos de inclinación y rotación, se obtuvieron series de imágenes con precisión angular controlada. Estas imágenes fueron posteriormente procesadas en software especializado como VisualSFM, generando modelos 3D de alta resolución de picaduras representativas.

4.3.3.2 Resultados obtenidos. Los modelos tridimensionales obtenidos (Figura 27) permitieron cuantificar con alta resolución los parámetros morfométricos de las picaduras de corrosión, incluyendo rugosidad areal media, mayor altura del perfil de área escaneada (μm), mayor altura del pico del área escaneada (μm), mayor profundidad del valle del área escaneada (μm), y rugosidad media cuadrática areal. La calidad de los modelos se vio directamente influenciada por factores como el brillo, contraste, y el enfoque durante la adquisición de imágenes.

Figura 27

Resultados de análisis morfológico y modelado 3D de picadura de corrosión en superficie metálica.



5 Ejemplo aplicado de optimización implementando el PNO

Este capítulo presenta un caso aplicado de optimización en el uso del SEM, enfocado en la reducción de tiempos de adquisición de imágenes para el modelado 3D de superficies con corrosión por picadura. El ejemplo evidencia cómo la implementación del PNO mejora la eficiencia del equipo sin comprometer la calidad de los resultados.

5.1 Optimización en tiempos de adquisición de imágenes para modelado 3D de superficies de corrosión por picadura.

Una alternativa ampliamente utilizada para la reconstrucción tridimensional de superficies es la técnica de Structure from Motion (SfM), la cual permite generar nubes densas de puntos a partir de una serie de imágenes obtenidas desde diferentes perspectivas de un mismo objeto o superficie. El principio de esta técnica se fundamenta en el paralaje de movimiento: cuando un observador cambia de posición respecto a un objeto, este parece desplazarse en el campo visual en función de su distancia relativa, lo cual puede ser medido y aprovechado para la reconstrucción 3D con alta precisión (Stockman & Shapiro, 2001).

En el caso del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM), es posible obtener imágenes desde distintos puntos de vista gracias a los movimientos nanométricos del *stage* en los ejes x, y, z, así como a las variaciones angulares de inclinación (tilt) y rotación. De este modo, softwares especializados como MountainsSEM® de Digital Surf o VisualSFM (Wu, 2011; 2013, Wu et al., 2011) permiten generar nubes densas de puntos a partir de un número relativamente bajo de imágenes de SEM.

La importancia de este procedimiento radica en que los parámetros estadísticos y morfológicos de las picaduras por corrosión resultan fundamentales para estimar la vida útil de materiales metálicos expuestos a condiciones de intemperie (Revie & Uhlig, 2008). La

reconstrucción 3D a partir de imágenes SEM constituye una herramienta valiosa para obtener dichos parámetros. Sin embargo, es necesario optimizar los tiempos de adquisición de imágenes, dado que el funcionamiento del SEM implica un costo elevado, principalmente asociado a la vida útil del filamento de tungsteno.

Con base en lo anterior, dentro del PNO del SEM se establecen las siguientes directrices de adquisición de imágenes:

1. Seguir los pasos de encendido del SEM e inserción de la muestra (sección 4.2.7.4).
2. Configurar la distancia de trabajo (z) entre 18 y 20 mm, según el tipo de portamuestras.
3. Ajustar la energía de aceleración entre 20 y 30 kV, la corriente de aterrizaje entre 1 y 3 nA (dependiendo de la respuesta del material) y la velocidad de barrido en 4.
4. Encender el filamento y ajustar la distancia de trabajo (WD) hasta lograr un enfoque óptimo.
5. Localizar la hendidura de mayor tamaño relativo utilizando preferiblemente el detector SE para agilizar la búsqueda.
6. Centrar la picadura de estudio, cambiar al detector BSE, activar la cruz de centrado y ajustar el FOV de modo que la hendidura ocupe entre un 60 y 80% de la imagen.

En la Figura 28 se ilustra el diagrama de adquisición de fotografías de la misma hendidura a diferentes ángulos de inclinación (tilt) y rotación del *stage*:

1. Configurar tilt y rotation a 0° y guardar el FOV.
2. Capturar y guardar la primera imagen.
3. Cambiar tilt a -10° , con precaución para evitar colisiones; verificar con la cámara antes de mover.

4. Recentrar la imagen si el movimiento la desplaza fuera del FOV inicial. Capturar la segunda imagen.

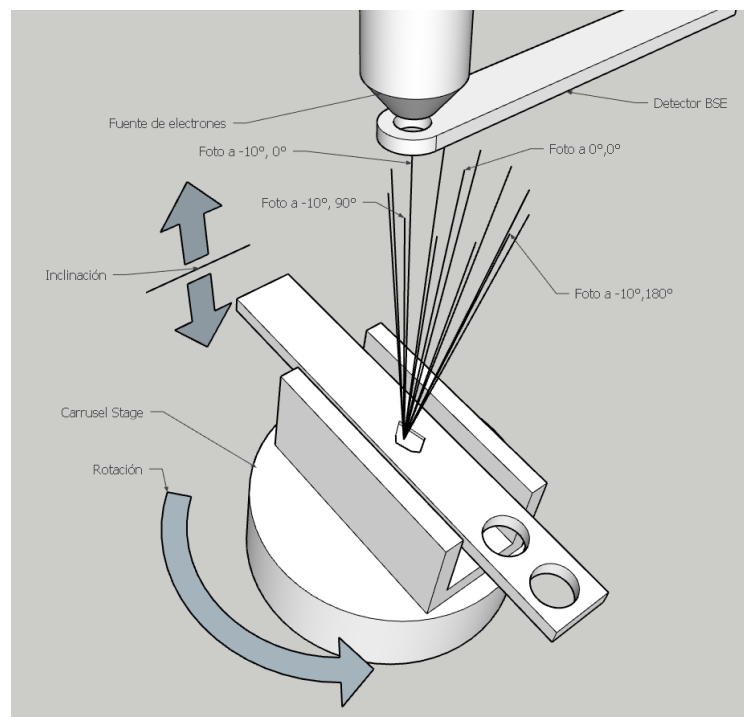
5. Incrementar rotation a 30° manteniendo otros parámetros, reenfocar y ajustar al FOV inicial si es necesario. Capturar la imagen.

6. Repetir incrementando rotation de 30° en 30° hasta completar 360° , lo que resulta en un total de 13 imágenes.

7. Cambiar muestra o proceder al apagado del SEM según la sección 4.2.7.7.

Figura 28

Diagrama de adquisición de fotos de la misma hendidura a diferentes ángulos de inclinación (tilt) y rotación del stage.

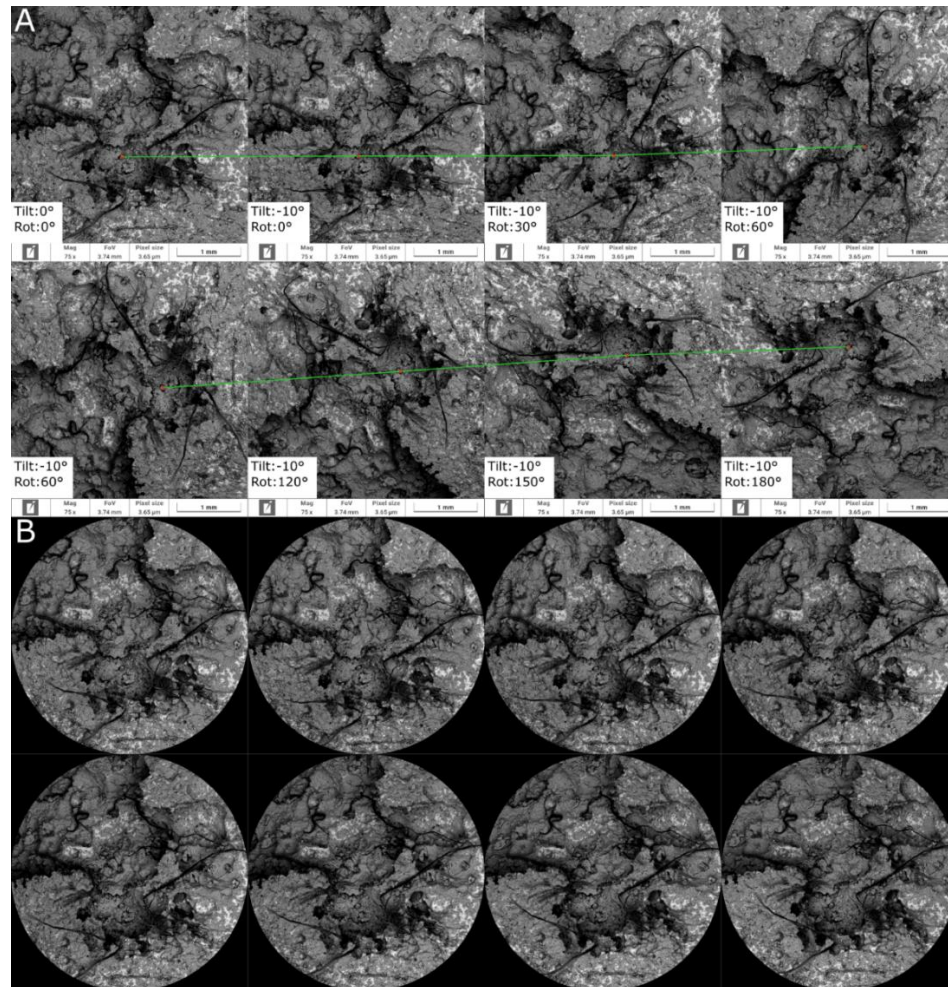


El postprocesamiento revela que un brillo y contraste adecuados en las imágenes facilitan la generación de nubes densas de puntos. Se recomienda evitar artefactos por exceso de energía (usar siempre el detector BSE) y evitar saturaciones que quemen las imágenes en blanco o negro.

Mantener activa la ventana de histograma ayuda a equilibrar estos parámetros, resaltando detalles de textura y evitando superficies demasiado lisas u oscuras, como se muestra en la Figura 29.

Figura 29

Toma simultánea de fotos a diferentes ángulos de rotación e inclinación del stage.



Nota. A) Seguimiento de la misma característica a diferentes parámetros de obtención. B) Ajuste mediante script en python de cada imagen para facilitar el reconocimiento de características entre fotografías.

La implementación del PNO ha logrado mejorar los tiempos de captura para generación de modelos 3D, duplicando el rendimiento en el análisis de picaduras, pasando de 1.5-2 muestras por hora a 3-4 muestras.

6 Conclusiones

La implementación del Procedimiento Normalizado de Operación (PNO) para el uso del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) en INCLAY SAS, diseñado conforme a los lineamientos de la norma ISO 17025, permitió establecer una metodología clara, reproducible y alineada con las necesidades analíticas actuales del laboratorio. Este protocolo integra de manera estructurada los procesos de preparación de muestras, operación instrumental y adquisición e interpretación de datos, lo que refuerza la trazabilidad, la calidad de los análisis y la coherencia metodológica entre operadores, contribuyendo al fortalecimiento de la cultura técnica de la organización.

En relación con la caracterización de la operación normal del equipo, el protocolo define con claridad los parámetros críticos para el funcionamiento eficiente del SEM, así como el uso de los detectores SE, BSE, CL y EDS. La integración de estos detectores en un único flujo de trabajo permitió obtener simultáneamente información morfológica, composicional y estructural de las muestras, lo cual optimiza los tiempos de análisis y aumenta la capacidad resolutive del equipo frente a requerimientos técnicos complejos.

Respecto a la preparación y montaje de muestras, se establecieron directrices específicas para asegurar la calidad del análisis desde la etapa inicial. El protocolo detalla los procedimientos de corte, limpieza, montaje en pines, aplicación de recubrimiento metálico y selección de condiciones de vacío, garantizando la estabilidad y conductividad adecuadas para cada tipo de muestra, lo que minimiza errores y mejora la eficiencia operativa.

La validación del PNO mediante estudios de caso demostró su aplicabilidad en contextos analíticos diversos, incluyendo núcleos de perforación, materiales con sospecha de asbestos, muestras de arcillas, superficies afectadas por corrosión. Esta versatilidad evidencia que el

procedimiento no solo es robusto y reproducible, sino también adaptable a múltiples escenarios técnicos. Además, se comprobó que la adecuada configuración de los parámetros operativos y la interpretación contextualizada de los resultados, especialmente desde una perspectiva geológica, fortalecen la toma de decisiones en entornos de monitoreo, exploración o evaluación de riesgos.

Finalmente, la sistematización de los datos generados durante la aplicación del PNO derivó en la creación de una base de datos digital estructurada con imágenes, espectros y condiciones de operación. Esta herramienta no solo permite el análisis retrospectivo y la trazabilidad de los procesos, sino que también sienta las bases para futuros desarrollos relacionados con materiales geológicos.

Referencias Bibliográficas

Berger, C., & Guillard, S. (2001). Descripción gráfica de los procesos. AENOR. Asociación Española de Normalización y Certificación.

De la Fuente Grimaldo, R. (2021, noviembre 8). Capítulo 3: Los procedimientos normalizados de operación. LinkedIn. <https://www.linkedin.com/pulse/cap%C3%ADtulo-3-los-procedimientos-normalizados-de-de-la-fuente-grimaldo/>

Delgado, G., Salazar, J., & Martínez-Pichardo, M. A. (2023). Implementación de la calidad en los laboratorios de ensayos (ISO/IEC 17025:2017). *Revista Iberoamericana de Bioeconomía y Cambio Climático*, 9(17), 2029–2047.

García Ortega, B. (2021). Guía para la elaboración de procedimientos normalizados de trabajo en la empresa [Tesis de maestría, Universidad Politécnica de Valencia]. Repositorio RiuNet. <http://hdl.handle.net/10251/165995>

Kohl, H. (1998). The new ISO 17025 – Basic idea. *Accreditation and Quality Assurance*, 3, 422–425.

Miguel, A. L. R., Moreira, R. P. L., & Oliveira, A. F. D. (2021). ISO/IEC 17025: History and introduction of concepts. *Química Nova*, 44(6), 792–796.

Pardo-Álvarez, J. M. (2018). Configuración y usos de un mapa de procesos. AENOR–Asociación Española de Normalización y Certificación.

Reimer, L. (2000). Scanning electron microscopy: Physics of image formation and microanalysis. *Measurement Science and Technology*, 11(12), 1826.

Revie, R. W., & Uhlig, H. H. (2008). Corrosion and corrosion control: An introduction to corrosion science and engineering (4th ed.). John Wiley & Sons.

Sosa Castillo, A. (2023). Procedimientos Normalizados de Operación (PNO) [Documento en repositorio]. Universidad Autónoma Metropolitana. <https://repositorio.xoc.uam.mx/jspui/retrieve/37a9d965-9991-40e7-8d85-a7b97714a0fb/251216.pdf>

Stockman, G., & Shapiro, L. G. (2001). Computer vision (1st ed.). Prentice Hall PTR.

TESCAN. (2023). SEMs solutions for materials science: TESCAN VEGA. <https://www.tescan.com/product/sem-for-materials-science-tescan-vega/>

Ul-Hamid, A. (2018). A beginner's guide to scanning electron microscopy (Vol. 1). Springer International Publishing.

Wu, C., Agarwal, S., Curless, B., & Seitz, S. M. (2011). Multicore bundle adjustment. En Proceedings of the IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (CVPR 2011). <https://doi.org/10.1109/CVPR.2011.5995347>

Wu, C. (2011). VisualSFM: A visual structure from motion system [Software]. <http://ccwu.me/vsfm/>

Wu, C. (2013). Towards linear-time incremental structure from motion. En 3DV 2013 - International Conference on 3D Vision (pp. 127–134). <https://doi.org/10.1109/3DV.2013.25>