

Diseño, construcción e implementación de una aplicación para la identificación de minerales a partir de espectros EDS de microscopía electrónica de barrido

Carlos Alfredo Bigott Garcés

Trabajo de Grado para Optar al Título de GEÓLOGO

Director

Carlos Alberto Ríos Reyes

PhD. Ciencias aplicadas.

Codirector

Carlos Alberto Villarreal Jaimes

Geólogo

Universidad Industrial de Santander

Facultad de ingenieras fisicoquímicas

Escuela de Geología

Geología

Bucaramanga

2024

### **Dedicatoria**

*Dedico este trabajo de grado a Dios que me abrió el camino y puso frente a mí las personas correctas, a mi familia que fue un gran apoyo en este camino, la constancia de mis padres de regalarme palabras de alivio, brindarme comprensión y cariño , a mis hermanos Richard y María por estar presentes cada vez que necesite de su ayuda , a mi esposa e hijo que estuvieron junto a mí y fueron el motor , a la escuela de geología y a todos sus docentes, los que ayudaron directamente e indirectamente en la creación de este proyecto, va dedicado todos los estudiantes que nunca se rinden por difícil que se presenten la circunstancias y finalmente a las personas que ya no nos acompañan a mis abuelos Julio y Trinidad , a mi hijo Juan David presentes siempre en mi corazón.*

### **Agradecimientos**

*Agradezco a mi Dios por darme salud y vida, a mi esposa Yenny Sosa que lucho al lado mío para lograr esto posible, a mi hijo Thiago una razón importante para seguir cada día, a mis padres que siempre estuvieron dispuestos ayudarme, al profesor Jonatan que nos colaboró con todo la parte de sistemas y me enseñó algo de este mundo de la programación. Al profesor Carlos Ríos y Carlos Villarreal por su paciencia y ayuda. A la familia de karate do, con la cual tuve el honor de representar la universidad. A mis compañeras Angelica y Silvia que me brindaron su amistad. A mercagan lugar en el que he trabajado casi toda mi estancia en el pregrado y me ayudo con mi sostenimiento.*

*A la Universidad Industrial de Santander por prestarnos equipos y demás herramientas*

**Tabla de contenido**

Introducción..... 10

1. Formulación del problema..... 11

2. Objetivos ..... 13

2.1. Objetivo general ..... 13

2.2. Objetivos específicos..... 13

3. Antecedentes, marco teórico, conceptual y situación actual ..... 14

3.1. Microscopia electrónica ..... 14

3.2. Microscopio Electrónico de Barrido (MEB). ..... 17

3.3. Fundamentos de MEB ..... 18

3.4. Proceso de caracterización de materiales ..... 21

3.5. Espectrometría de Energía dispersiva (EDS). ..... 24

3.5.1. Principio del EDS..... 25

3.5.2. Tiempo muerto y rendimiento..... 27

3.5.3. Análisis cualitativo ED..... 27

3.5.4. Análisis cuantitativo ..... 28

3.5.5. Generación de los rayos X: ..... 30

3.5.6. Medición del espectro de rayo X. .... 31

3.6. Análisis eds aplicados a la identificación de minerales ..... 32

4. Motivación y justificación..... 37

5. Alcance..... 38

6. Metodología y plan de trabajo .....	38
6. 1. Etapa 1. búsqueda y análisis de la situación bibliográfica de la microscopia.....	38
6.2. Etapa 2. selección de muestras minerales formadores de roca .....	39
6.3. Etapa 3. preparación y montaje de muestras para su análisis por microscopía. ....	39
6.3.1. <i>Preparación de la muestra:</i> .....	39
6.4. Etapa 4. obtención del espectro EDS .....	41
6.5 Etapa 5. creación de la base de datos .....	42
6.6. Etapa 6. diseño y construcción de la aplicación.....	42
6.7. Etapa 7. validación de la aplicación como herramienta. ....	43
7. Construcción del código.....	43
7.1. Calcular producto .....	45
7.2. Inicialización de la Matriz A:.....	45
7.3 Procesamiento de Cada Archivo Mineral Conocido:.....	45
7.4. Maintinterface .....	46
8. Validación .....	48
9. Resultados .....	49
10. Discusión.....	65
Recomendaciones.....	68
Referencias Bibliograficas .....	69

**Lista de figuras**

Figura 1 Esquema con las partes SEM..... 18

Figura 2 Mecanismos de emisión de electrones secundarios, electrones retrodispersados y rayos X característicos de los átomos de la muestra..... 19

Figura 3 Tapabocas visto al microscopio. Imágenes tomadas en el microscopio de la UIS..... 20

Figura 4 Diferentes aumentos del mismo segmento de una arenisca tomados con el SEM ..... 21

Figura 5 Morfología típica de los MOFs (metal organic framework) y Cristales de zeolitas ( minerales aluminosilicatos micro porosos)..... 22

Figura 6 Imágenes correspondientes a un fragmento de roca y una diatomita ..... 24

Figura 7 Forma de un espectro EDS ..... 29

Figura 8 Espectro EDS de la corteza mineral del camarón..... 29

Figura 9 Esquema de representación del recorrido de haz de electrones al penetrar en una muestra31

Figura 10 Morfología de una biotita..... 32

Figura 11 Composición química de la amatista, determinado por espectro de energía dispersas .... 33

Figura 12 Espectro de rayos x obtenido por SEM-EDS de una muestra de Garnierita. .... 34

Figura 13 Imágenes correspondientes a una pieza metálica y la magnificación lograda..... 35

Figura 14 EDS de una jacobsita. .... 36

Figura 15 Metalizador por sputtering de Au y C, Quorum, Q150T ES. .... 40

Figura 16 Muestras recubiertas y listas para ser analizada ..... 41

Figura 17 Resultado ventana de análisis para mineral desconocido (prueb2). .... 48

Figura 18 Lugar en el que se encuentra el pico según el elemento en un EDS .....	50
Figura 19 Flujo del procedimiento que lleva la imagen apartir del EDS original .....	53
Figura 20 Vector resultante del cuarzo .....	55
Figura 21 Vector resultante de la amatista.....	56
Figura 22 Vector resultante de la anortoclasa.....	57
Figura 23 Vector resultante del olivino.....	58
Figura 24 Comparación entre el vector del cuarzo y la amatista .....	59
Figura 25 Comparación entre vector resultante del olivino y cuarzo .....	60
Figura 26 Comparación entre vector resultante del cuarzo y la anortoclasa.....	61
Figura 27 Comparación entre el vector resultante de la biotita y la moscovita .....	62
Figura 28 Resultado ventana de análisis (augitaprueba).....	63
Figura 29 Comparacion entre el EDS de la augita y el diopsido. ....	64

**Lista de tablas**

Tabla 1 <i>Porcentajes de similitud de la magnetita con otros minerales de la base de datos</i> .....	52
---	----

**Lista de apéndices**

Apéndice A. Base de datos.

## Resumen

**Título:** Diseño, construcción e implementación de una aplicación para la identificación de minerales a partir de espectros EDS de microscopía electrónica de barrido\*

**Autor:** Carlos Alfredo Bigott Garces\*\*

**Palabras Clave:** Microscopía electrónica de barrido, EDS, identificación mineral, base de datos, aplicación.

**Descripción:** El proyecto consiste en el diseño, construcción e implementación de una aplicación dedicada a la identificación de minerales utilizando espectros de Dispersión de Energía de Rayos X (EDS) obtenidos a través de la técnica microscopía electrónica de barrido (MEB). La aplicación se desarrolló como una herramienta de apoyo para estudio de mineral, permitiendo su clasificación y análisis, mediante la comparación de las imágenes que arroja el MEB. El sistema está escrito en lenguaje de MATLAB, el cual nos permite en tres fases: la conversión, la comparación y finalmente el reconocimiento automático del nombre del mineral más compatible, similar o igual al que se está analizando, esto desde la base de datos que fue creada previamente y la cual se puede ampliar para darle una mejor precisión a los resultados. Además, la interfaz de usuario fue diseñada para ser de fácil uso, permitiendo a los usuarios cargar espectros EDS, visualizar resultados y así poder obtener informes sobre la composición mineralógica. La implementación de esta aplicación no solo optimiza el proceso de identificación de minerales, sino que también reduce el tiempo y los costos asociados al análisis usual, ofreciendo una solución eficaz para nuestro laboratorio y probablemente otros centros de estudio similares. El éxito de este proyecto contribuye al avance en la caracterización de minerales, es importante resaltar que la aplicación solo toma en cuenta el contenido elemental del mineral, lo cual no reemplaza un estudio geológico completo que debe tomar en consideración distintos factores que influyen en las muestras.

---

\* Trabajo de Grado

\*\* Universidad de Industrial de Santander. Facultad de ingenieras fisicoquímicas. Escuela de Geología. Geología. Director: Carlos Alberto Ríos Reyes. PhD. Ciencias aplicadas. Codirector: Carlos Alberto Villareal Jaimes. Geólogo.

### Abstract

**Title:** Design, Construction, and Implementation of an Application for Mineral Identification Using EDS Spectra from Scanning Electron Microscopy \*

**Author:** Carlos Alfredo Bigott Garces\*\*

**Key Words:** Scanning Electron Microscopy, EDS, Mineral Identification, Database, Application

**Description:** The project involves designing, constructing, and implementing an application dedicated to mineral identification using energy-dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) spectra obtained through Scanning Electron Microscopy (SEM). The application was developed as a support tool for mineral study, enabling their classification and analysis by comparing the images generated by SEM. The system is programmed in MATLAB, which allows for three phases: conversion, comparison, and ultimately, the automatic recognition of the mineral's name that is most compatible, similar, or identical to the one being analyzed based on a previously created database that can be expanded to enhance the accuracy of the results. The user interface was also designed to be user-friendly, enabling users to upload EDS spectra, visualize results, and generate reports on mineralogical composition. The implementation of this application not only optimizes the mineral identification process but also reduces the time and costs associated with conventional analysis, offering an effective solution for our laboratory and potentially for other similar research centers. The success of this project not only contributes to advancements in mineral characterization but also opens up possibilities for its broader application in research centers, fostering optimism about the future of the project.

---

\* Degree Work

\*\* Universidad de Industrial de Santander. Facultad de ingenieras fisicoquímicas. Escuela de Geología. Geología. Director: Carlos Alberto Ríos Reyes. PhD. Ciencias aplicadas. Codirector: Carlos Alberto Villareal Jaimes. Geólogo.

## Introducción

La microscopía electrónica de barrido es una herramienta muy utilizada en el campo de las geociencias, es reconocida por la producción de imágenes de alta resolución de la superficie de una muestra, para el caso de este proyecto muestras minerales, esta no genera daño en la muestra que se está analizando, además esta herramienta nos da la posibilidad de observar muestras integralmente en cuanto a su composición y vista en sus tres dimensiones.

La utilidad del microscopio electrónico es muy amplia, es usado en numerosas áreas, algunas de ellas son la investigación científica, la medicina, la odontología, la farmacéutica y también es usado en las industrias aeronáuticas, automotrices, textiles o metalúrgicas entre otras. En el caso de las geociencias también es altamente empleado, pues ha sido el foco y el instrumento de ayuda en la realización y desarrollo de innumerables proyectos de investigación de diferente tipo, investigaciones geomineras, mineralógicas, petrológicas o relacionadas con la cristalografía, paleontología y arqueología, también se usa comúnmente para identificar la composición química de los minerales, este realiza un estudio morfológico y estructural. Cabe resaltar que uno de los primeros estudios para el cual fue utilizado el SEM en la rama de la Geología fue en el Apollo 11 alrededor de los años 70, donde se estudió la composición lunar de rocas seleccionadas en dicha misión, allí se hallaron plagioclasas, piroxenos, anfíboles e ilmenitas que poseían un gran contenido en las micro brechas lunares (Drake, 1970)

Se ha contado con el microscopio electrónico de scanning o de barrido (MEB) desde 1965, se ha tenido una gran cantidad de avances y cambios, los cuales a lo largo de la historia han colaborado en que sus resultados y análisis sean más precisos, sin embargo aún se sigue complementando para obtener mejores resultados, por ejemplo en la actualidad, gracias a la combinación del EDS con otras técnicas como es el caso de los tratamientos de BSS y PCA que proporcionan un mejor resultado por

medio de la eliminación de ruido, logrando la permanencia de los componentes con mayores variaciones (Teng & Gauvin, 2020).

El presente trabajo de investigación tiene como fundamento principal generar un nuevo avance tecnológico para el mejoramiento de esta herramienta, la creación de una nueva aplicación que se sumará a los complementos del microscopio electrónico de barrido, la aplicación mejoro y facilito el análisis de los resultados arrojados por este instrumento, que como ya se ha mencionado tiene una gran utilidad y propiedades que facilitan muchos estudios geológicos, la característica esencial de este proyecto es la practicidad y la ayuda que ofrece al momento de identificar los minerales de una muestra.

## **1. Formulación del problema**

Esta aplicación se creó con el objetivo de optimizar el trabajo de laboratorio de los geólogos, ya que si bien se cuenta con una gran variedad de herramientas de análisis muchas de ellas son destructivas para las muestras. Una de las herramientas no destructiva con la que contamos hoy en día en el campo de la geología, es el microscopio electrónico de barrido, que si bien no es tan conocida es muy valiosa para las geociencias. La Universidad Industrial de Santander cuenta con una de ellas, esta realiza el respectivo análisis de cada muestra y arroja los resultados por medio de las respuestas electrónicas de los minerales; sin embargo estos espectros EDS son en ocasiones de difícil lectura ya que la composición de los minerales es muy variable y extensa, esto entorpece en cierta medida la interpretación de dichos resultados y el reconocimiento de la muestra, dado que el geólogo debe realizar un análisis completo y profundo de los datos entregados por el equipo y esto aumenta el

tiempo en un estudio, además se podrían cometer errores debido a la variación de los elementos que componen cada mineral. De allí surge la necesidad de complementar y mejorar esta herramienta. La aplicación busca y permite leer todos los datos que arroja el microscopio electrónico de barrido y brinda un resultado eficaz, ahorrando tiempo y disminuyendo el margen de error.

## **2. Objetivos**

### **2.1. Objetivo general**

Diseñar, construir e implementar una aplicación para la identificación de minerales a partir de espectros EDS de microscopía electrónica de barrido.

### **2.2. Objetivos específicos**

El cumplimiento del objetivo general del trabajo de grado comprende:

Seleccionar muestras de minerales de interés.

Realizar la espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS) de los minerales seleccionados con el uso de la técnica de microscopía electrónica de barrido.

Elaborar una base de datos de los espectros EDS obtenidos.

Llevar a cabo el diseño de un programa de correlación de espectros EDS.

Verificar la eficacia de la aplicación mediante la comparación de resultados entre los de la aplicación y los resultados de la base de datos de espectros EDS de minerales.

Interpretar los espectros EDS de minerales desconocidos.

### **3. Antecedentes, marco teórico, conceptual y situación actual**

#### **3.1. Microscopia electrónica**

La microscopia electrónica (EM) ha contribuido en gran manera al estudio de los nano materiales en diversos campos de investigación, dando información morfológica, estructural, eléctrica y magnética; el inicio de la evolución del mismo se remonta a los años 60 en donde el Físico Richard Feynman hablaba de la materia a escala atómica y molecular, punto de partida para que en los años 80 se diera una mejora de los que se conocía en ese momento como microscopia electrónica, para dar paso al microscopio de efecto túnel, dado a conocer por Gerd Binnig y Heinrich Rohrer (Rivera, 2019). En los años 80 gracias a la teoría de la minimización de la aberración esférica propuesta por de Abbe, la microscopia de luz alcanzo a llegar a resoluciones en escalas de centenares de nanómetros.

El primer Microscopio Electrónico fue el de transmisión (TEM) construido por Ernst Ruska, que comparado con el microscopio de luz era aproximadamente 10 veces mayor , aunque no hubo interés inicial, el principal logro de este fue demostrar que a partir de la reacción de electrones se lograban formar imágenes, el EM se sigue desarrollando, lo cual queda demostrado en que en la actualidad se cuenta con equipos TEM con una resolución de 0.05nm como también microscopios electrónicos de barrido (SEM) que cuenta con una resolución de 0.5nm. Como lo muestra la figura 1, la teoría de Abbe de la minimización de la aberración esférica, fue un punto de partida para que la microscopia electrónica pudiese dar grandes avances para adentrarse en las altas resoluciones a escala manométrica.

Entre los diferentes tipos de microscopia electrónica tenemos:

Microscopia electrónica de transmisión (TEM): la iluminación del mismo es suministrada por un cañón de electrones, esta trata de un cátodo de emisión termoiónica siendo quien facilita un haz de electrones cuasi-monocromático. Luego de emitido el haz de electrones, pasa por medio de varias lentes electromagnéticas (condensadoras, objetivas y proyectoras), con la condición que debe pasar por la muestra de interés que se coloca entre las lentes condensadora y objetiva. Los componentes que restan son lentes proyectoras que amplifican la imagen consecutivamente. La imagen se proyecta por último sobre una pantalla fluorescente, vista a través de una ventana de vidrio (Rivera y Arenas, 2019).

Microscopia de haz de iones focalizado (FIB): Un FIB, aunque similar a un SEM en analogía, emplea un haz de iones de Ga<sup>+</sup> en lugar de electrones. Los iones de Ga<sup>+</sup> tienen una masa 130.000 veces mayor que los electrones, lo que resulta en una interacción más intensa con la muestra pero con una menor capacidad de penetración. Por consiguiente, estos iones tienen la capacidad de romper enlaces químicos y ionizar átomos del sustrato. Dado que el haz de iones puede ser enfocado y controlado, se puede aprovechar este efecto para alterar la estructura la muestra nivel nanométrico.

Microscopia de barrido por Sonda (SPM): La Microscopia de Barrido por Sonda (SPM, por sus siglas en inglés Scanning Probe Microscopy) es una técnica de microscopía de alta resolución que utiliza una sonda extremadamente fina para explorar la superficie de una muestra a escala nanométrica. A diferencia de los microscopios ópticos convencionales, que utilizan luz para visualizar las muestras, los SPM utilizan una sonda muy pequeña que se mueve a lo largo de la superficie de la muestra, registrando las interacciones entre la sonda y la superficie para crear una imagen.

Microscopía y espectroscopia de tunelamiento (STM y STS): tiene como principio el fenómeno de tunelamiento cuántico, este fenómeno se refleja cuando los electrones interactúan con la muestra conductora y la herramienta que podría ser punta o sonda, cuando las distancias se aproximan a  $10\text{\AA}$ , lo anterior está determinado por la influencia de una diferencia de potencial del orden de mV. ELSTM es un instrumento necesario para analizar fenómenos locales de adsorción, difusión, reacción y desorción de átomos moléculas en superficies (McKee,2017, citado por Rivera y Arenas, 2019).

Microscopía de fuerza atómica (AFM): La Microscopía de Fuerza Atómica (AFM), conocida como Atomic Force Microscopy en inglés, es una técnica avanzada de microscopía que se emplea para examinar la estructura de materiales a una escala extremadamente pequeña, en el rango nanométrico. En el AFM, se utiliza una sonda muy delgada y altamente sensible, denominada punta, que se aproxima y recorre la superficie de la muestra en estudio. Durante este proceso, la punta interactúa con los átomos y moléculas presentes en la muestra, lo que proporciona información detallada sobre su topografía y diversas propiedades físicas y químicas.

Microscopia electrónica de barrido (SEM o MEB): El primero fue desarrollado con el fin de analizar la superficie de los materiales en el año1938, Manfred von Aardenne emprendió este desarrollo. Un SEM representa una superioridad en relación al microscopio óptico, esto a razón del uso de un número mayor de señales derivadas de la interacción de los electrones con la muestra (McmullanD., 1995, citado por Rivera y Arenas, 2019). Una de las diferencias con el TEM es la ubicación de los detectores, en el TEM se ubican debajo de la muestra y en el SEM por arriba de esta.

La resolución alcanzada por los equipos en los años 90' fue de apenas 3nm, insuficiente para estudiar material nano estructurados, un SEM con estas características es utilizado para el análisis de

morfologías y también genera información de su composición elemental por EDS o WDS. A principios del presente siglo se empezaron a ofrecer equipos cuya resolución estaba por debajo de 1nm, con la tecnología de emisión del campo, lo cual también conllevaba una mayor rapidez de adquisición, esto abrió el campo del SEM para poder ser aplicado en nano ciencias. Hoy en día la resolución llega a 0.5 nm en equipos comerciales adecuados para el estudio de materiales nano estructurados los cuales cuentan con unidad STEM, EDS, WDS, XRF, EBSD y  $\mu$ -Raman (Rivera y Arenas, 2019).

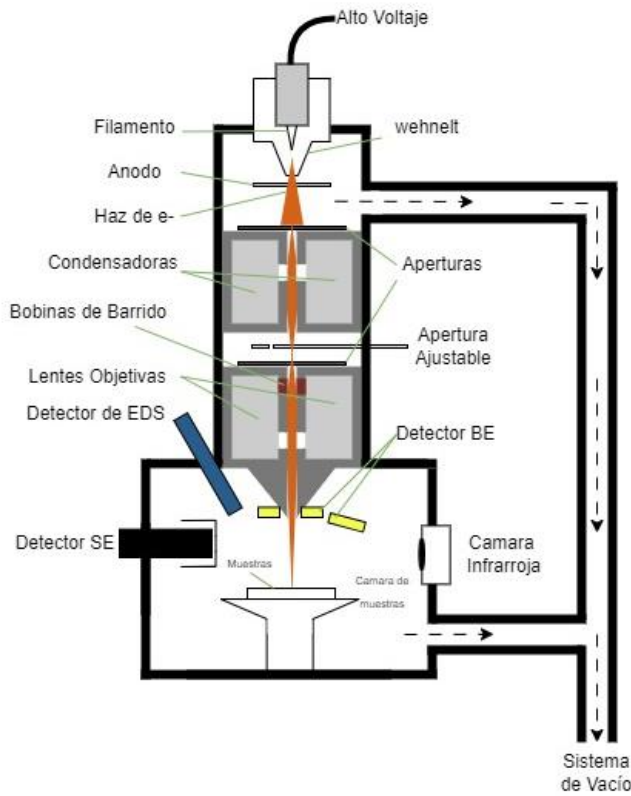
### **3.2. Microscopio Electrónico de Barrido (MEB).**

El microscopio electrónico de barrido es un instrumento que permite la caracterización de la superficie de los materiales, además brinda información de sus características químicas, cabe resaltar que los materiales pueden ser de origen orgánico o inorgánico. Adicionalmente, de acuerdo a Ipohorski y Bozzano (2013) la interacción entre los electrones del haz incidente y los átomos de la muestra, mencionan los autores que, como resultado de esta, da origen a electrones que salen de la superficie, logrando ser detectados para constituir una señal. De acuerdo a su energía, se agrupan en retro difundidos y secundarios.

El MEB tiene como fundamento en electrones emitidos por un cátodo de tungsteno, pasando a través de una columna donde se ha creado un vacío. En ella, el haz inicial es concentrado por una serie de lentes electromagnéticas su diámetro va disminuyendo hasta hacerse casi puntual. Al mismo tiempo, la intensidad de corriente se disminuye. Esta disminución en la intensidad implica una menor cantidad de electrones primarios (Renau,1994).

**Figura 1.**

*Esquema con las partes SEM*



*Nota:* En general, el equipo SEM es capaz de tomar una “imagen” de la muestra, aunque en realidad sea la respuesta del material de la muestra al haz de electrones, en vez de fotones como en la microscopía óptica basada y editada (Penagos, 2013).

**3.3. Fundamentos de MEB**

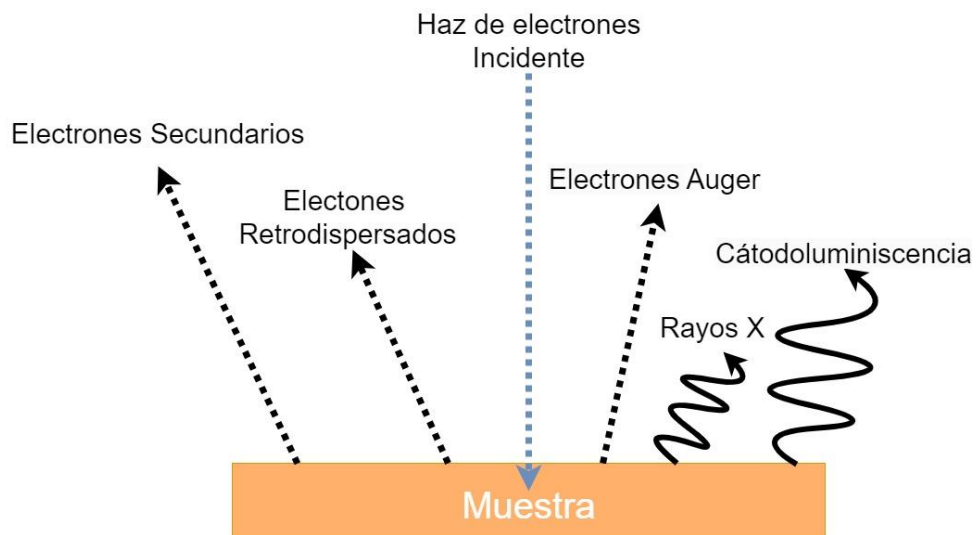
El fundamento de la microscopia de barrido está en el hecho de que, a partir de señales de electrones, se recoge información diferente de la muestra en estudio; esto depende del tipo de electrones que se examinen (Figura 3), dado que se generan dos señales: electrones secundarios y Electrones retro dispersados. Los electrones secundarios se generan por la colisión de los electrones incidentes con los átomos superficiales de la muestra, estos son electrones de baja energía los cuales nos proporcionan la información morfológica de la muestra (Clavijo, 2013).

Acá se explica dos señales, pero solo se explica los secundarios Los electrones retrodispersados son electrones que han sido dispersados en una dirección opuesta después de interactuar con una muestra en un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM). Cuando un haz de electrones primarios bombardea la muestra, algunos de estos electrones pueden ser dispersados hacia atrás (retrodispersados) debido a colisiones con los átomos de la muestra.

La detección de electrones retrodispersados en un SEM proporciona información valiosa sobre la composición elemental de la muestra y su estructura superficial.

**Figura 2**

*Mecanismos de emisión de electrones secundarios, electrones retrodispersados y rayos X característicos de los átomos de la muestra.*



*Nota.* La imagen correspondiente se forma a partir de la detección de cierta cantidad de electrones detectados y se asigna en escala de grises dependiendo de una convención general: las zonas detectadas con mayor proporción de electrones se observarán con un color más blanco.

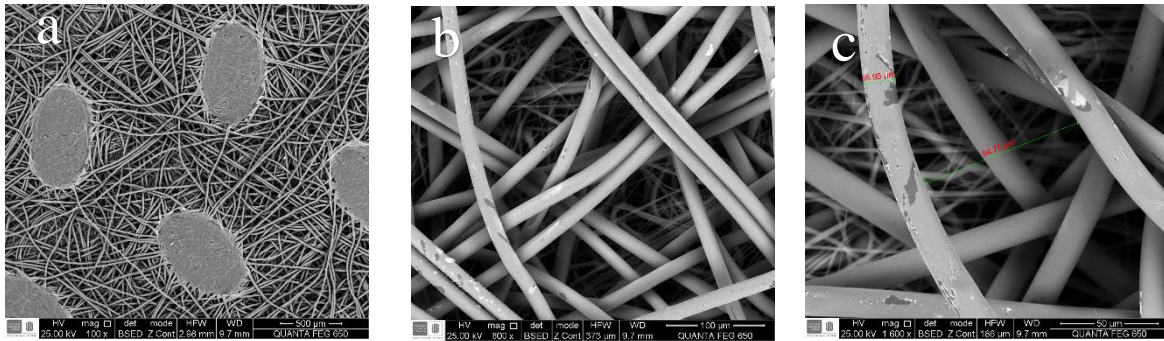
La resolución de una imagen tiene en cuenta la capacidad conjunta del haz de electrones, el software de adquisición e interpretación para brindar una interpretación clara entre dos puntos cercanos dentro

del área de la muestra en la cual se está realizando el barrido. Por lo tanto, entre menor es el área de barrido y mayor es el haz de electrones, la resolución será mayor.

Una de las grandes ventajas de trabajar con la microscopia electrónica de barrido es la posibilidad de analizar diferentes tipos de materiales como se observa en la figura 3 donde tenemos un tapabocas y podemos observar el posicionamiento interno de las fibras y poder realizar dichas medidas, así como ver cuál es su estructura en general, para eso se toman las imágenes con diferentes aumentos.

**Figura 3**

*Tapabocas visto al microscopio. Imágenes tomadas en el microscopio de la UIS.*

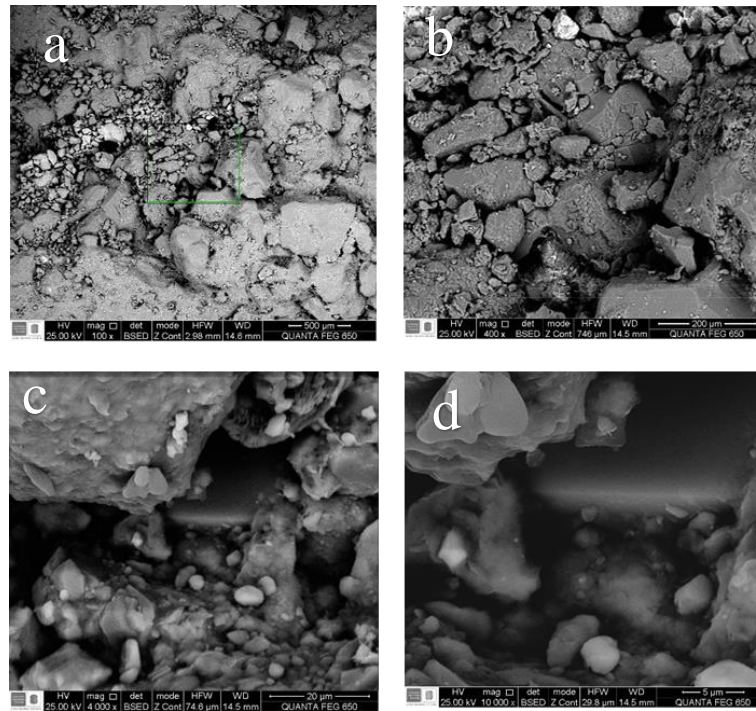


Nota: **A.** foto a a 100 mn foto general del tapabocas donde se observa la morfología general y el material usado para unir las fibras (pegante). **B.** podemos observar el posicionamiento interno de las fibras a un aumento de 30 mn. **C.** llegar a la de mayor detalle donde se toma las medidas del espesor de la fibra y el espacio entre ellas en micras.

Otro de los materiales que se analizan en el microscopio electrónico son las rocas, en las cuales lo ideal es realizar un barrido por toda la muestra y realizar fotos a diferentes aumentos para que la caracterización sea lo más precisa posible, complementado a la toma de imágenes con el análisis EDS

**Figura 4**

*Diferentes aumentos del mismo segmento de una arenisca tomados con el SEM.*



*Nota:* El fragmento de arenisca tomada en diferentes aumentos de 500nm, 200nm, 20nm y 3nm respectivamente como los observamos en las imágenes a, b, c y d. en donde podemos ver tamaños de grano y disposición general.

La magnificación logra su mejor resultado al barrer un área muy pequeña a partir de la cual se construye una imagen de grandes dimensiones. La magnificación puede variar desde 10 hasta 500.000 veces el tamaño real de un área de muestra, dependiendo del área de la muestra barrida con el haz de electrones y el área de visualización construida en el software de visualización.

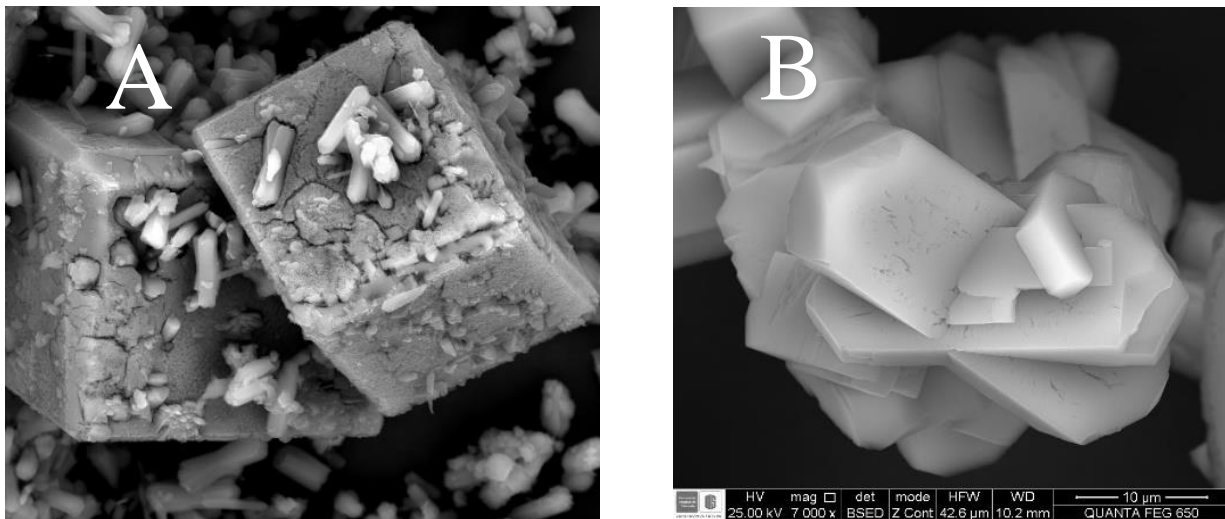
### 3.4. Proceso de caracterización de materiales

Las características más detalladas de un material se pueden conocer por el SEM tales como: Composición química, estructura cristalina, porosidad y morfología superficial (Clavijo, 2013). Las imágenes generadas a partir de electrones incidentes son de mejor resolución que aquella generadas

con electrones retro dispersados, dado el alto número de electrones detectados, los cuales son mucho mayor en los electrones secundarios. Se presentan algunos ejemplos de imágenes SEM, en las cuales se aprecia en las distintas imágenes que tanto la morfología como la estructura cristalina son distinguibles en cada muestra, en algunos casos como en el de  $\text{TiO}_2$ , este material semiconductor presenta formas muy repetitivas y armónicas, mostrando el carácter cristalino de su crecimiento.

**Figura 5**

*Morfología típica de los MOFs (metal organic framework) y Cristales de zeolitas ( minerales aluminosilicatos micro porosos)*



*Nota:* **A.** los MOFs son unos compuestos coordinados para formar estructuras de varias dimensiones. Con la microscopia electrónica de barrido es una de las pocas técnicas de caracterización de materiales que permite al investigador poder evidenciar mediante imágenes lo que está ocurriendo con su material, ese es uno de los valores agregados de esta técnica. **B.** Cristales maclados de zeolitas donde observamos su estructura particular por el tipo de material que es, ya que estamos con el detector de retro-dispersados podemos observar que no presenta variaciones en la composición, porque tenemos de forma homogénea el tono de gris en toda la superficie de la muestra.

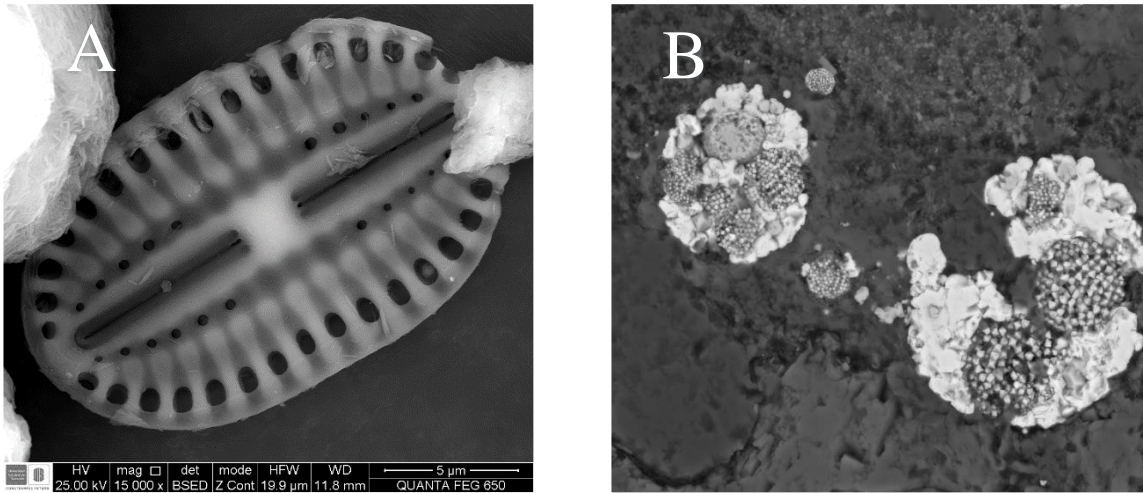
En ocasiones el SEM es usado en combinación con otros métodos de microscopía para ampliar el rango y obtener Diferentes Resultados, como lo es la Microscopía de transmisión electrónica (TEM), lo cual permite una mayor precisión de la pulverización catódica del material combinada con el SEM (Wirth, 2009) estas combinaciones permiten la creación de un mapa de distribución de elementos en 3D. Y la combinación de estos también son usuales para identificar la conservación de formas nanocristalinas (Orquidea &Edgardo, 2012).

De acuerdo a Sánchez (2015) con el fin de estudiar una muestra en el MEB se exigen condiciones estrictas de vacío al interior del microscopio, sin esta condición, los electrones podrían dispersarse debido a las moléculas de aire. Señala también el autor que, los resultados eficaces se logran con muestras conductoras o convertidas en conductoras por medio de un recubrimiento pelicular de un material conductor (generalmente, grafito; pueden emplearse también oro o aluminio).

Por otro lado, Melgarejo et al (2010) resaltan que, es importante tener en cuenta algunas características al momento de dar lectura de los registros eléctricos, los cuales son la intensidad de los rayos x producidos por cada elemento depende de la cantidad del mismo que haya en la muestra, de modo que el espectro en energía de los rayos x emitidos (intensidad versus energía) contiene dos niveles de información: por un lado, al espectro continuo se le superpone el espectro característico, en el que la posición de cada pico indica la energía de una radiación x característica de un elemento; y por el otro, se tiene que, la intensidad de cada pico (o lo que es lo mismo, la altura del mismo), es directamente proporcional a la cantidad de este elemento en la muestra. Por tanto, puede utilizarse este método para determinar la composición química de un volumen de muestra que, si lo deseamos,

**Figura 6**

*Imágenes correspondientes a un fragmento de roca y una diatomita*



*Nota:* **A.** La diatomita son Organismos microscópicos unicelulares, son abundantes en nuestro planeta, generan su propia fotosíntesis y una de las formas habituales de clasificarlas es bajo el uso de fotografías de alta resolución tomadas con el microscopio electrónico de barrido y mediante su morfología y tamaños caracterizarlas. **B.** En esta imagen tenemos la vista de un fragmento de roca que presenta variaciones en sus tonalidades, esto es una evidencia que se está trabando con minerales de diferente composición ya que la absorción de electrones se basa en su peso atómico.

### 3.5. Espectrometría de Energía dispersiva (EDS).

El microanálisis semicuantitativo mediante SEM-EDS es un instrumento de gran utilidad, pero en ocasiones no se aprovecha como se debería en el campo de las geociencias. El estudio de SEM-EDS es dinámico, pues en pocos segundos tenemos el análisis cualitativo de la muestra (listado de elementos que la forman), por el contrario, el análisis cualitativo por dispersión de longitudes de onda es más lento, ya que se precisa girar los cristales (y simultáneamente los detectores) muy lentamente a fin de ver si el detector capta señal, lo cual precisa que el tiempo de análisis y el precio del mismo aumente significativamente.

Existen cantidad de estudios basados en la respuesta EDS de los minerales, en este caso minerales formadores de rocas los cuales ayudan a identificar procesos tanto de formación, como procesos posteriores que afectan directamente las rocas. Entre los minerales formadores de rocas sedimentarios, ígneos y metamórficos podemos encontrar principalmente arcilla, como la illita y la caolinita, cuarzo, la calcita, feldespatos, dolomita, yeso, anhidrita, halita, moscovita, biotita, albita, anortita, olivino, piroxeno, anfíboles, zircón, plagioclasas, clorita y granate entre otros; estos minerales formadores de roca tiene cada uno su composición química característica, para el cuarzo la composición química corresponde a un mineral de alta pureza por su contenido único de  $\text{SiO}_2$ , este cumple con los requerimientos de calidad industriales tales como la cristalería, componentes ópticos, electrónico y como materia prima para la obtención de sílice fundida (Leal, 2005) Para entender el funcionamiento y comprender los resultados obtenidos por EDS, se expone a continuación los principios de dicha Herramienta.

### ***3.5.1. Principio del EDS***

El EDS hace uso del espectro de rayos x emitidos por una muestra bombardeada con un haz de electrones con el fin de obtener el análisis químico localizado. Cada uno de los elementos químicos pueden ser detectados, sin embargo, no todos los instrumentos están equipados para elementos “Livianos” . El análisis cualitativo implica la identificación de las líneas en el espectro y es bastante sencillo debido a la simplicidad del espectro de Rayos x. El análisis Cuantitativo (Determinación de las concentraciones de los elementos presentes) implica medir las intensidades de las líneas para cada elemento en la muestra y por los mismos elementos en calibración estándar de la composición conocida.

- **Precisión y sensibilidad:** Una de las principales consideraciones que se hace en el microanálisis químico, es que los rayos X, en efecto, provienen de la microzona de interés en la muestra. Sin embargo, rayos X provenientes de otras zonas pueden estar presentes en el análisis. Por ello es importante recordar que la resolución espacial de los rayos X es de  $1\ \mu\text{m}$ , por lo que es preferible analizar partículas mayores a  $2\ \mu\text{m}$  para estar seguros de que en realidad se está analizando lo que interesa. (González Mancera & Noguez Amaya, 2006).

- **Resolución espacial:** Es dada por la penetración y la propagación del haz de electrones en la muestra. Desde que los electrones penetran una masa constante, la resolución está dada en función de la densidad. Una buena resolución se da en muestras ultra- delgadas, en las cuales el haz no tiene la oportunidad de propagarse mucho, Cada muestra puede ser analizada en un microscopio de transmisión (TEM) con un espectrómetro de rayos X anexo, también conocido como microscopio electrónico analítico o AEM (Reed, 2018).

- **Espectrómetro de energía dispersiva:** Esta emplea análisis de pulsos altos: un detector da salida a pulsos proporcionales en altura a la energía del fotón del rayo x es usado a la vez con un detector de pulsos altos. Es usado un detector de estado sólido porque su resolución de energía es mejor. Los fotones incidentes del rayo X causan ionización en el detector, produciendo una carga eléctrica, la cual es amplificada por un amplificador sensible localizado cerca a el detector. Ambos detector y amplificador son enfriados con nitrógeno líquido para minimizar el ruido electrónico.

- **Resolución de la energía:** El EDS es presentado en forma digital con el eje x representando la energía del rayo x y el eje y representando el número de conteos por canal. Una línea de Rayo X, es ensanchada por la respuesta del sistema, produciendo un perfil gaussiano. La resolución de energía es definida como el ancho completo del pico en la altura media máxima.

### ***3.5.2. Tiempo muerto y rendimiento***

En el procesamiento de los pulsos desde un detector de estado sólido anterior a un estudio de pulsos altos, es menester usar cierto tiempo de integración para disminuir el ruido. El sistema consecuentemente tiene un específico “tiempo muerto” o periodo después de la llegada de un fotón de rayo X durante el cual el sistema es insensible a mas fotones. Esto limita la rata en los cuales los pulsos pueden ser procesados y sumados al registro del espectro. “El Rendimiento” pasa a través de un máximo arriba el cual decrece con incrementos adicionales en la tase de conteo de entrada. La máxima trata de rendimiento es una función del tiempo de integración y el diseño del sistema (Reed,2018).

La Resolución energética se determina en parte por las estadísticas del proceso de detección y en parte por las fluctuaciones de ruido en la línea base sobre la cual se sobreponen los pulsos.

### ***3.5.3. Análisis cualitativo ED***

Línea de identificación: El fin del análisis cualitativo es hallar qué elementos están presentes en un espécimen “desconocido”, identificando las líneas en el espectro del rayo X usando tablas de energía o de longitudes de onda. Las ambigüedades son raras y pueden invariablemente ser resueltas tomando en cuenta líneas adicionales, así como la principal.

Análisis cualitativo ED: EL espectrómetro ED es útil especialmente para análisis cualitativo porque puede ser obtenido un espectro completo rápidamente. Se proporcionan ayuda para identificar, como las facilidades para superponer las posiciones de las líneas de un elemento dado para comparación con el registro del espectro (Reed, 2018).

### 3.5.4. Análisis cuantitativo

Las intensidades de rayo x son medidas contando los pulsos generados en el detector por fotones de rayos X. Los cuales son emitidos al azar de la muestra. Si el número medio de recuentos registrados en un tiempo dado es  $n$ , entonces los numero registrado en unas series de medidas discretas forma una distribución Gaussiana con una desviación estándar de  $n^{1/2}/n$ .

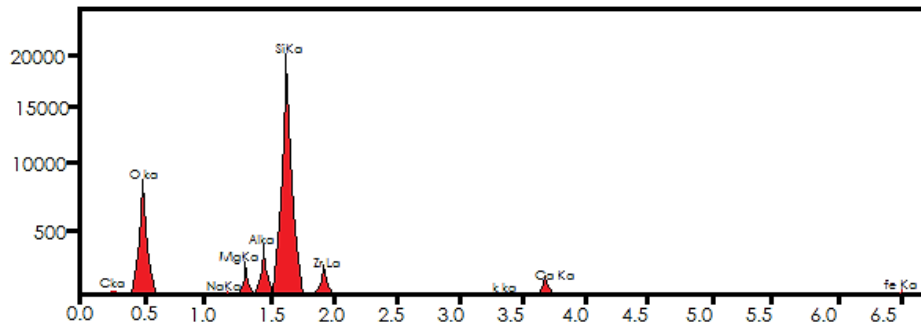
Una adecuada medida del error estadístico en una sola medida es  $\pm 2\sigma$ . Se deduce que 40000 recuentos deben ser recolectados para obtener una precisión de  $2\sigma \pm 1\%$  relativo. Tales consideraciones estadísticas así dictan el tiempo requerido para medir intensidades para análisis cuantitativo.

La elección optima de voltaje de aceleración es determinada por los elementos presentes en la muestra. El voltaje de aceleración no debería ser menos que el doble de la energía de excitación más alta  $E_c$ (in KeV) de algún elemento presente, para obtener la intensidad adecuada. Voltaje de aceleración debe ser 2 veces la energía de excitación del elemento con el numero atómico más alto.

La otra variable importante seleccionada por el usuario es la corriente del haz, necesitamos usar una baja corriente en aquellas muestras propensas al daño por el haz (Reed,2018). Las imágenes de electrones retro dispersados presentan un contraste composicional que resulta de los diferentes números atómicos de los elementos y su distribución. El EDS permite identificar cuáles son esos elementos particulares y su proporción relativa. Análisis iniciales de EDS usualmente implica la generación de un espectro de rayo X, desde el área entera de barrido del SEM. La imagen abajo corresponde a una formada por electrones secundarios de un espécimen geológico pulido y el correspondiente espectro de rayo X que fue generado a partir del área escaneada entera. En el eje x se presenta la energía de los conteos y en el eje y se presentan los conteos.

**Figura 7**

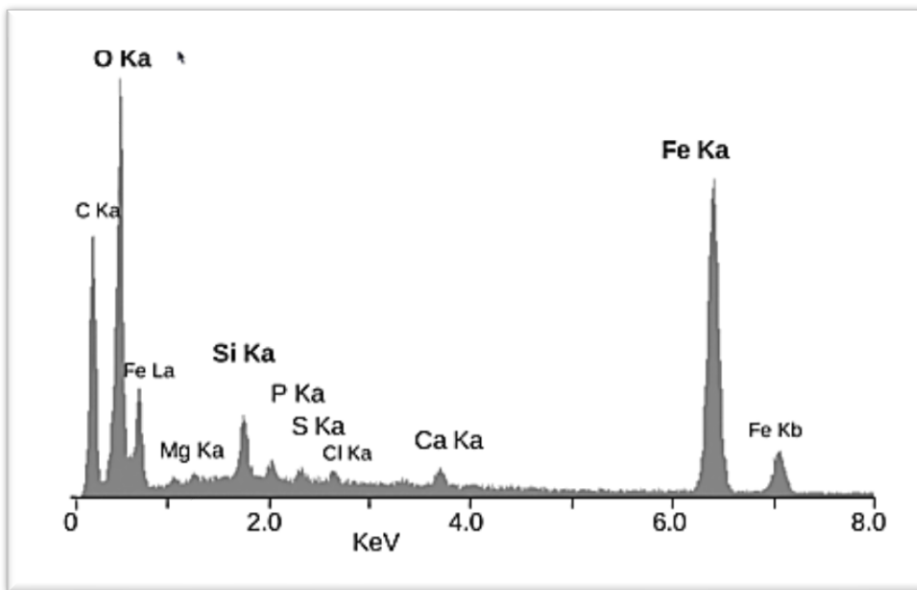
*Forma de un espectro eds*



*Nota:* Espectro de Rayo X, eje X presenta la energía de los conteos, eje Y representa los conteos.

**Figura 8**

*Espectro EDS de la corteza mineral del camarón.*



*Nota:* Camarón de ventilación *Rimicaris exoculata* La mayoría de estos picos son rayos X emitidos cuando los electrones regresan a la capa de electrones K. ( Líneas K-alfa y K-beta ) Un pico es de L caparazón de hierro, Tomado de: *espectroscopia de rayos X de energía dispersiva*.

### **3.5.5. Generación de los rayos X:**

Dos tipos básicos de rayos X son producidos en interacción inelástica del haz de electrones con los átomos de la muestra en el SEM:

- Rayo X característico: Resulta cuando el haz de electrones expulsa electrones de la capa interna de los átomos del espécimen.

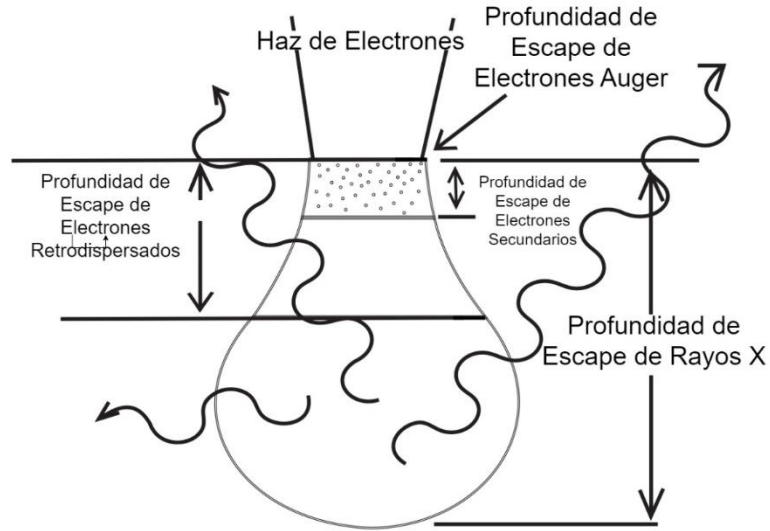
- Rayos -X Continuo: Resulta cuando el haz de electrones interactúa con los núcleos del átomo del espécimen.

La resolución espacial de los rayos X pueden derivarse desde los más profundo de la muestra tanto en electrones secundarios como en los retrodispersados. Los electrones retrodispersados se originan desde un volumen más cercano aproximado que de los rayos X, por lo tanto, son más útiles para correlacionar con los análisis de Rayos X. Por ello la señal BSE es la escogida para correlacionar con mapas de Rayos X (Hafner,2006).

La resolución espacial de los rayos X depende solamente de la densidad del espécimen y sobrevoltaje.

**Figura 9**

*Esquema de representación del recorrido de haz de electrones al penetrar en una muestra.*



Nota: En el diagrama podemos observar la forma en la que entra el haz de electrones y las diferentes maneras en la que reacciona y da una respuesta. *Tomado de: Hafner, 2006.*

### **3.5.6. Medición del espectro de rayo X.**

La absorción de un fotón individual de Rayo X por el detector conduce a la expulsión de un fotoelectrón que cede su energía a la formación de pares de electrones. Los pares de electrones a su vez son barridos por un sesgo aplicado para formar un pulso de carga. El pulso de carga es convertido a un pulso de voltaje por un pre-amplificador. La señal se amplifica aún más y “es conformada” por un amplificador lineal y luego pasa a un analizador Multicanal donde el dato es presentado como un histograma de intensidad vs Voltaje. El punto importante aquí es que el pulso de voltaje producido es proporcional a la anergia del Fotón de Rayo X entrante.

El sistema EDS está compuesto por tres principales componentes:

- Un detector de Rayo X.

- Un procesador de pulso el cual mide las señales electrónicas para determinar a energía de cada rayo X.

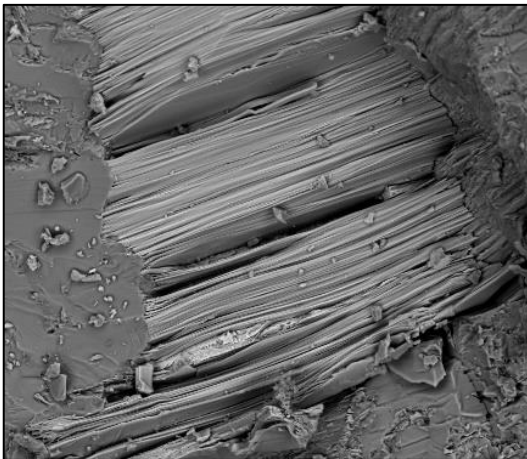
- Analizador multi canal (MCA) el cual presenta e interpreta el dato de Rayo X.

### 3.6. Análisis eds aplicados a la identificación de minerales

El SEM, aunque tiene varias aplicaciones, actualmente se utiliza en mayor proporción para el análisis de minerales, tanto en su identificación morfológica como en su identificación química. Por ejemplo en la figura 11 podemos observar la morfología típica de una mica, este mineral es muy conocido y se puede diferenciar fácilmente ya que posee una estructura laminar.

#### Figura 10

*Morfología de una biotita*



*Nota:* La biotita tiene una estructura laminar típica

Estructura típica laminar de una biotita, mineral típico de rocas ígneas y metamórficas que, en algunos casos es un indicador de los procesos sufridos por la roca y que podemos caracterizar con detalle mediante la toma de imágenes de alta resolución buscando identificar pequeños cambios o rasgos que nos indiquen su origen o alteración.

Así como las micas tiene una morfología muy distintiva, también hay minerales que poseen una composición química sencilla y por lo tanto una firma espectral fácil de reconocer, un claro ejemplo de esto son los minerales cuya componente principal es el silicio.

**Figura 11**

*Composición química de la amatista, determinado por espectro de energía dispersas EDS.*



<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	23.00	35.29
<i>OK</i>	28.75	33.11
<i>SiK</i>	48.08	31.54
<i>FeK</i>	00.17	00.06
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF

Según Fernández, Suarez y Corretge (1992) la biotita es la mica trioctaédrica más común, su composición es compleja a razón de la cantidad de cationes y aniones que pueden entrar a formar parte de su estructura. Los componentes principales en función de su posición estructural son:

Coordinación Tetraédrica (IV): Si, Al, Fe<sup>3+</sup>

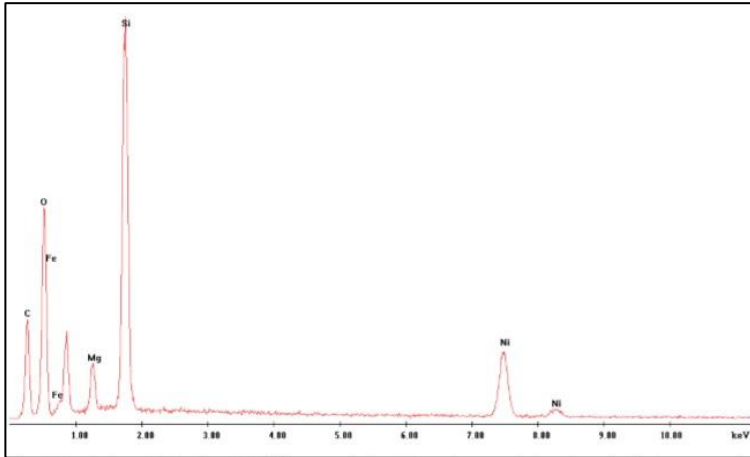
Coordinación Octaédrica (VI): Mg, Fe<sup>2+</sup>, Al, Fe<sup>3+</sup>, Ti<sup>4+</sup>, Mn, (), Li, Cr, V

Posición Intercapa Coordinación (XII): K, Na, -Ca, Ba, Rb, Cs, () Aniones: O<sup>2-</sup>, H<sup>+</sup>, P<sup>3-</sup>, Cl

De acuerdo a Ballesteros y Ríos (2018) una característica de importancia de la biotita es que esta es un excelente indicador para el estado de oxidación del magma del cual esta fase mineral cristalizó donde debemos observar la composición química del mineral en este caso el porcentaje de Ti y Mg.

**Figura 12**

*Espectro de rayos x obtenido por SEM-EDS de una muestra de Garnierita.*

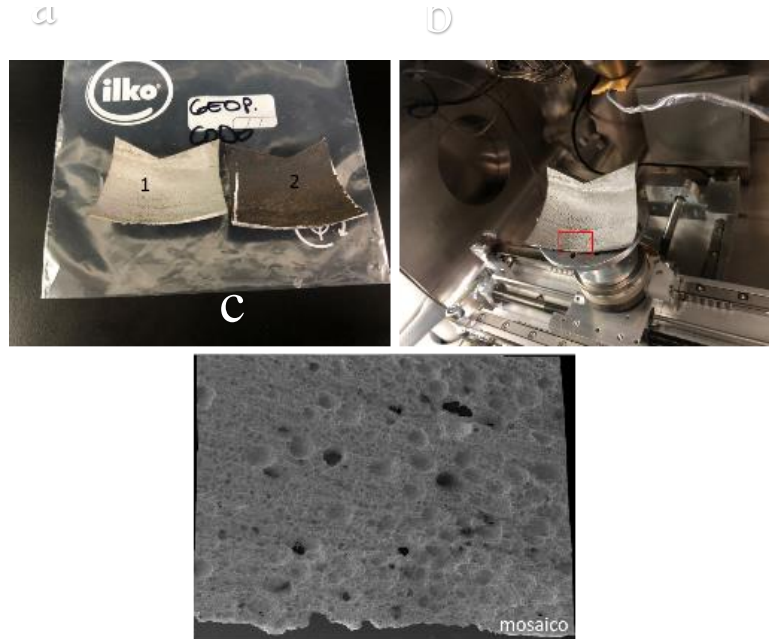


*Nota:* En este espectro se aprecia el espectro característico de sus componentes (si, o, ni, mg, fe) superpuesto al espectro continuo (fondo casi plano). el pico de c presente en el espectro proviene del recubrimiento de carbono de la muestra, que se le da para conferirle conductividad eléctrica. en este estudio podemos discriminar los componentes principales, pero también los accesorios. Fuente: Melgarejo et al (2010).

No solo se utiliza el SEM en el estudio de minerales puros cristalinos, también se pueden estudiar objetos no minerales, por ejemplo, una pieza de metal se pueden realizar estudios en donde se puede observar su morfología, así como de ser necesario el análisis por EDS.

**Figura 13**

*Imágenes correspondientes a una pieza metálica y la magnificación lograda.*



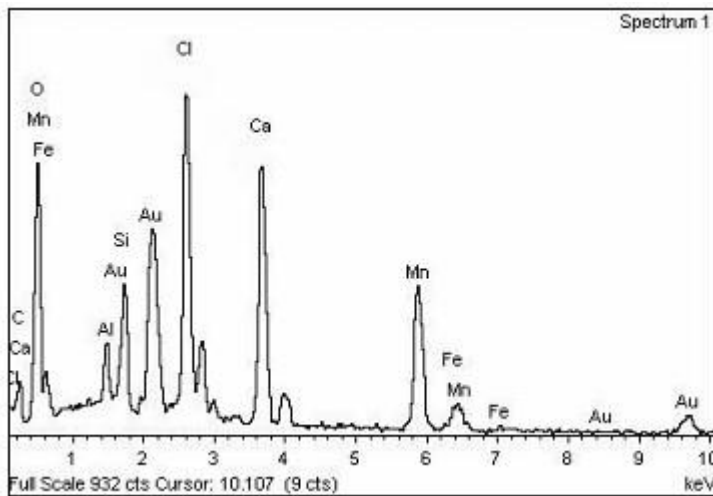
*Nota:* Pieza metálica analizada con el detector de electrones retrodispersados donde se genera imágenes de alta resolución en la zona marcada con el recuadro rojo y posteriormente se realiza un mosaico con las imágenes obtenidas para cubrir el área de interés, el equipo permite ubicar muestras de un tamaño considerable y poder realizar desplazamientos a las diferentes zonas de interés. **A.** foto general del material al ingresar al laboratorio. **B.** ubicación de la pieza metálica en el portamuestras del equipo. **C.** construcción del mosaico de imágenes en la zona de interés.

De acuerdo a Galán y Martín (2010) en ambas zonas se observa que los elementos mayoritarios son el silicio y el oxígeno. A la par se localizaron pequeñas cantidades de otros elementos. En la zona naranja: aluminio, sodio y carbono. En la zona negra, debido a su mayor heterogeneidad, se hallaron dos espectros; en el primero se detectó la presencia de: aluminio, bario, calcio y azufre; en el segundo se detectó: aluminio, titanio, magnesio, potasio, calcio, sodio, cloro y carbono.

En un estudio adicional aplicado para la identificación composicional de muestras de la cueva Aix, se determina con la ayuda de EDS y de imágenes BES (electrones retrodispersados) que habría presencia de calcita y Jacobsita (esta última determinada gracias a los elementos de mayor peso atómico detectado por EDS: Mn y Fe). Mediante este estudio se identifica la presencia de dos fases minerales distintas.

**Figura 14**

*EDS de una jacobsita.*



*Nota:* En el EDS se identifica elementos de mayor peso atómico, lo que permite identificar Jacobsita en la muestra. Tomado de: Galán y Martin 2011.

Entre las herramientas utilizadas, está el uso de softwares, en este caso el Mineralogic Mining el cual efectúa un estudio del mineral completamente automatizado para reconocer y cuantificar minerales en tiempo real, por medio de la combinación del microscopio electrónico de barrido con uno o más detectores EDS (Energy-Dispersive x-ray Sepctrosopy). La caracterización por FE-SEM es empleada en la caracterización de diferentes depósitos, como, lo son, los depósitos de hierro, de plomo, de ilmenita, de manganeso y carbón, entre otros (Rojas-Reyes, Echeverry-Vargas, y Cataño, 2017).

#### **4. Motivación y justificación**

El presente proyecto de grado surge de la necesidad de contar con una base de datos de espectros EDS de minerales a partir de la cual se pueda diseñar, construir y ejecutar una aplicación que facilite la identificación de minerales en diferentes tipos de rocas. Esto se realiza con la técnica de espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS) por medio de la microonda electrónica de barrido (MEB). Esta nueva herramienta (aplicación) busca disminuir los errores en la interpretación de los resultados obtenidos durante el análisis de minerales a partir de sus espectros EDS. Si bien existen una gran variedad de técnicas de análisis para el estudio de minerales, las técnicas espectroscópicas, hoy en día son muy utilizadas en el campo de las geociencias debido a que es una técnica de análisis no destructiva, sin embargo, su análisis es limitado ya que en la mayoría de los casos la superposición de picos en los espectros EDS debe plantear al intérprete la necesidad de contar con una herramienta de correlación, la característica esencial de este proyecto es la practicidad y ayuda que ofrece al momento de identificar los minerales de una muestra. Para analizar la utilidad de esta aplicación, se definen los minerales ya obtenidos en la base de datos y se hace una revisión para un resultado esperado.

## 5. Alcance

En este trabajo de grado se propone diseñar una aplicación, la cual pretende convertirse en una herramienta para posteriores estudios de microscopia mineral que se deseen realizar con el fin de la identificación de minerales, como complemento del Microscopio Electrónico de Barrido.

El análisis estará enfocado a minerales formadores de roca y algunos accesorios, aunque se pretende ir mejorando y aumentando la base de datos EDS, para extender el alcance en la utilización de la aplicación. Se busca innovar en el campo del análisis mineralógico, debido a que en la actualidad la herramienta del Microscopio Electrónico de Barrido ha sido pobremente aplicada en el país; igualmente pretende servir como base para futuros trabajos en el área de la identificación mineral.

## 6. Metodología y plan de trabajo

Para el cumplimiento de los objetivos del presente trabajo se llevarán a cabo etapas metodológicas las cuales se describen a continuación:

### 6. 1. Etapa 1. búsqueda y análisis de la situación bibliográfica de la microscopia

En la primera etapa del presente trabajo se expondrán algunas generalidades y datos específicos necesarios para el desarrollo del proyecto, por medio de una compilación y clasificación de información correspondiente al uso del microscopio electrónico de Barrido aplicado al estudio y la caracterización de muestras minerales. Se realizará una revisión y exposición de la teoría de operación del microscopio electrónico, sus características y su análisis de identificación mineral. Adicionalmente se realizará una revisión en diferentes proyectos relacionados con la técnica de la

microscopía para constatar la necesidad y ausencia de la aplicación que se creará por medio de este proyecto. Para este propósito, se cuenta con la información de la base de datos de la Universidad Industrial de Santander (Science Direct, ELSEVIER, Science OnLine), artículos descargados a través del buscador Google Académico, con boletines nacionales (Boletín de Geología) y a su vez con manuales para la clasificación de muestras minerales en el Microscopio Electrónico de Barrido.

## **6.2. Etapa 2. selección de muestras minerales formadores de roca**

Durante esta fase se realiza una selección de muestras minerales, que si bien es cierto son más de 5.000 los minerales conocidos en el mundo, para esta investigación solo se toma específicamente como referencia el grupo de los minerales formadores de roca, los cuales constituyen la mayor parte de la corteza terrestre. De este selecto grupo se toman muestras minerales para crear la aplicación, sin embargo, es importante resaltar que la aplicación que se va a realizar permite agregar los análisis de nuevas muestras para ampliar la información y la base de datos. Las muestras tomadas en su mayoría son de minerales puros. Posteriormente, estas muestras son llevadas al laboratorio de microscopía de la Universidad Industrial de Santander ubicado en la sede de Piedecuesta, Santander, donde se observan sus características macroscópicas para identificarlas y seguidamente se toma una mínima parte de ellas y se procede a realizar el barrido electrónico.

## **6.3. Etapa 3. preparación y montaje de muestras para su análisis por microscopía.**

### ***6.3.1. Preparación de la muestra:***

Las muestras se colocan sobre un stub metálico con cinta adhesiva de carbón y recubierta con oro o carbono si el material que se analizara es de origen no metálico.

**Figura 15**

*Metalizador por sputtering de Au y C, Quorum, Q150T ES.*



*Nota:* En la universidad industrial se Santander se recubre las muestras con carbono o con oro para dar conductividad a las muestras.

**Características del equipo:**

- Imágenes: Microscopio Electrónico de Barrido FEG (Field Emission Gun) QUANTA FEG 650 principalmente se trabaja con las siguientes condiciones analíticas

- Alto vacío: Voltaje de aceleración que varía dependiendo del material, va de 5 kv a los 30 kv

- Detector para imágenes: Electrones secundarios (SE): Everhart Thornley detector ETD (para observar morfología) Electrones retrodispersados (BSE): Back scattered electrón detector (BSED) tipo SSD (para observar variaciones de composición). Se puede trabajar en bajo vacío o modo ambiental

- Para Análisis Químico: voltaje de aceleración variable.

Detector EDAX APOLO X resolución de 126.1 eV (en. Mn  $K\alpha$ ) para realizar análisis EDS (EnergyDispersive Spectroscopy).Software EDX Genesis. información semi-cuantitativa de los

elementos químicos. Para líquidos se maneja de la siguiente forma. se deposita una gota sobre la cinta doble faz de carbono, se deja secar al ambiente o en equipo para recubrir con el vacío, se recubre con oro u otro metal y posteriormente se analiza en el SEM el precipitado.

### **Figura 16**

*Muestras recubiertas y listas para ser analizadas.*



Microscopio electronico uis, momentos antes de empezar el estudio.

### **6.4. Etapa 4. obtención del espectro EDS**

Los espectros EDS se obtienen gracias al microscopio electrónico de barrido, el cual genera varias imágenes, pero la que se utiliza es el espectro correspondiente a la composición química del material.

Esta huella química es la que determina a que mineral pertenece el espectro EDS, en la mayoría de los casos se organizan las imágenes bajo una medida para el eje horizontal ya que el vertical varía dependiendo de la respuesta del material a cada disparo de electrones.

### **6.5 Etapa 5. creación de la base de datos**

Se recopila y clasifica la información concerniente al uso del microscopio electrónico de Barrido en donde ya adquiridos los datos EDS se realiza una comparación con otros registros según SEM petrology atlas (by Joann E. Walton) para comprobar su eficacia, posteriormente se preparan los registros EDS para ingresarlos a la base de datos.

Para la creación de esta base de datos se tomaron las imágenes EDS con un solo tamaño en su rango horizontal, se obtuvieron alrededor de 100 registros.

### **6.6. Etapa 6. diseño y construcción de la aplicación**

Al obtener los registros en la base de datos se anexan a la creación de la aplicación. El programa creado se trabaja en Python, un software para uso científico y con alto uso actual, que posee cantidad de librerías para realizar las labores deseadas. La versión usada es Python 3.7, y adicional se trabajan con las librerías TKinter para el diseño de la interfaz de usuario (donde la persona seleccionará el archivo a analizarse, la ventana de respuesta señalando con cual mineral se parece más), numPy (librería numérica de Python, con la cual se permite realizar operaciones entre arreglos de datos de manera más sencilla y ya viene optimizada para ahorrar tiempo de procesamiento) y OpenCV (usada para poder abrir imágenes, redimensionarlas, hacerle tratamientos adecuados según la necesidad).

El algoritmo consiste en una base de datos de imágenes adquiridas mediante un microscopio electrónico de barrido, las cuales son incluidas en una carpeta del programa llamada 'dbImgs' y desde donde el programa abrirá imagen por imagen, las ajustará a un tamaño general para posteriormente compararlas con la imagen ingresada por el usuario. Esta comparación es una comparación simple mediante una resta de arreglo de datos (matrices) dejando como resultado los pixeles en donde las

imágenes no coinciden. Ya con estos datos resultantes en forma matricial se procede a calcular con cual imagen de los minerales almacenados en la base de datos coincide el ingresado por la persona.

### **6.7. Etapa 7. validación de la aplicación como herramienta.**

La fase final es la fase de verificación del instrumento (aplicación). Para demostrar el funcionamiento de esta aplicación se toman diferentes muestras de un mineral X, se realiza el mismo procedimiento para la obtención de su EDS y se dispone de la herramienta para obtener una respuesta específica. Teniendo en cuenta que la base de datos no es tan extensa se realiza las pruebas con minerales específicos que estén dentro de dicha base.

## **7. Construcción del código**

El código cuenta con script principal (mainInterface) y dos scripts auxiliares (ExtractSignature y calcularProducto) que se encargan de correr todo el proceso para la similitud de las firmas.

El código del mainInterface en MATLAB crea una interfaz de usuario gráfica (GUI) para tu aplicación de análisis de minerales. La interfaz permite al usuario seleccionar un archivo de imagen y luego realizar el análisis mediante las funciones extractsignature y calcularproducto. A continuación, detallo cómo funciona cada parte del código  
Extractsignature.

El código de extractsignature en MATLAB está diseñado para procesar imágenes, específicamente para extraer características que podrían ser utilizadas en el análisis de minerales.

- Lectura de la Imagen: Esta primera parte lee una imagen con el nombre especificado en la variable  $x$  la convierte al formato .jpg y la transforma a un tipo de dato double con valores en el rango de 0 a 1.

- Procesamiento de Pixeles: El siguiente bucle recorre cada pixel de la imagen: En este bucle, se aplican condiciones para cambiar los colores de ciertos pixeles. Por ejemplo, se convierten los pixeles predominantemente rojos a rojo puro y los pixeles grises a blanco.

- Creación de una Máscara Binaria: Se convierte la imagen a escala de grises y luego a una máscara binaria, donde los pixeles no blancos son marcados.

- Búsqueda de Bordes Horizontalmente: Se busca en la máscara binaria para encontrar los bordes de la región de interés. Esto se hace buscando las columnas donde los pixeles no son completamente blancos (o sea, donde hay contenido relevante).

- Recorte de la Máscara: Después de encontrar los bordes, la máscara se recorta a esta región de interés.

- Construcción de un Vector Característico: Se construye un vector a partir de la máscara recortada. Este vector representa características clave de la imagen, como la posición de ciertos elementos en ella.

- Normalización del Vector: El vector se normaliza para tener un rango de valores estandarizado. Esto es crucial para comparaciones posteriores con otros vectores.

- Almacenamiento de Resultados: El vector normalizado y otros datos relevantes se almacenan en una estructura para su uso posterior.

- Guardado del Archivo: Finalmente, la estructura con toda la información relevante se guarda en un archivo. mat.

Este código está diseñado específicamente para trabajar con imágenes de minerales, extrayendo características que luego pueden ser utilizadas para identificar o comparar con otros minerales en la función `calcularproducto`. La efectividad del código dependerá en gran medida de la consistencia y calidad de las imágenes de entrada, así como de la precisión de los parámetros de procesamiento utilizados en el código.

### **7.1. Calcular producto**

El código `calcularproducto` en MATLAB se utiliza para comparar un vector representativo de un mineral desconocido con un conjunto de vectores representativos de minerales conocidos. Este proceso se realiza para identificar el mineral desconocido basándose en su similitud con los minerales conocidos.

Aquí, el código está configurado para leer todos los archivos `.mat` en una carpeta específica. Estos archivos contienen los vectores representativos de diferentes minerales conocidos.

### **7.2. Inicialización de la Matriz A:**

```
A = zeros(620, numel(files));
```

Se crea una matriz `A` con 620 filas y tantas columnas como archivos `.mat` encontrados. Cada columna representará un mineral conocido.

### **7.3 Procesamiento de Cada Archivo Mineral Conocido:**

Posteriormente procesa cada uno de los archivos `.mat`, Para cada archivo, carga la estructura que contiene el vector normalizado del mineral, realiza algunos procesos de normalización y almacena este vector normalizado en la matriz `A`.

Utiliza la función `SUNSAL` (si se asume que está disponible) para calcular las abundancias de cada mineral conocido en el mineral desconocido. `SUNSAL` es probablemente una función para resolver un problema de mínimos cuadrados no negativos, común en espectroscopía y análisis de imágenes.

```
result = A' * x;
```

Calcula el producto punto entre la matriz de vectores de los minerales conocidos y el vector del mineral desconocido. Esto da una medida de cuán similar es el mineral desconocido a cada uno de los minerales conocidos.

Este código es esencial para determinar la identidad de un mineral desconocido comparándolo con una base de datos de minerales conocidos. La precisión del resultado dependerá de la calidad de los vectores representativos de los minerales conocidos y del proceso de normalización utilizado.

#### **7.4. Maintinterface**

El código del mainInterface en MATLAB crea una interfaz de usuario gráfica (GUI) para tu aplicación de análisis de minerales. La interfaz permite al usuario seleccionar un archivo de imagen y luego realizar el análisis mediante las funciones extractsignature y calcularproducto. A continuación, vemos cómo funciona esta parte

- Creación de la Ventana de la GUI: Esta línea crea una ventana de interfaz de usuario con el título "Analizador de Minerales". La ventana tiene una posición y tamaño definidos por el vector [100, 100, 350, 200].

- Botón para Seleccionar Archivo: Aquí se crea un botón etiquetado como "Seleccionar Archivo". Al hacer clic en este botón, se ejecuta la función selectFile().

- Etiqueta para Mostrar el Archivo Seleccionado: Esta línea crea una etiqueta que inicialmente muestra "Archivo no seleccionado". Esta etiqueta se actualizará para mostrar el nombre del archivo seleccionado.

- Botón para Iniciar Análisis: Este botón, etiquetado como "Iniciar Análisis", está inicialmente desactivado ('Enable', 'off'). Se activará una vez que se seleccione un archivo. Al hacer clic en este botón, se ejecuta la función analyzeFile().

Función `selectFile`: Esta función permite al usuario seleccionar un archivo a través de un cuadro de diálogo. Si se selecciona un archivo, la ruta completa se almacena en `selectedFile`, el nombre del archivo se muestra en `lblFileName`, y se activa el botón "Iniciar Análisis".

Función `analyzeFile`: En `analyzeFile`, primero se verifica si se ha seleccionado un archivo. Si es así, se extrae el nombre del archivo (sin la ruta ni la extensión) y se ejecutan las funciones `extractsignature` y `calcularproducto`. Si ocurre un error durante este proceso, se muestra una alerta con el mensaje de error. Si no se ha seleccionado ningún archivo, se muestra una alerta indicando al usuario que seleccione un archivo primero.

Manejo de Errores: Dentro de `analyzeFile`, hay un bloque `try-catch` que intenta ejecutar el análisis y captura cualquier error que ocurra, mostrando un mensaje de error en una ventana de alerta.

Variables Globales: La variable `selectedFile` se utiliza para almacenar la ruta del archivo seleccionado. Es accesible tanto por `selectFile` como por `analyzeFile`, permitiendo una comunicación efectiva entre estas dos funciones.

En resumen, esta interfaz de usuario proporciona una forma sencilla y efectiva de interactuar con tu aplicación de análisis de minerales. Permite al usuario seleccionar un archivo de imagen, muestra el nombre del archivo seleccionado, y luego realiza el análisis del mineral al presionar el botón correspondiente. Todo el proceso está diseñado para ser intuitivo y fácil de usar.

## 8. Validación

Para la validación de esta "herramienta" se utilizaron varias muestras, para efectos de este apartado, las muestras se reconocen con el nombre de prueb2 y augitaprueba, de esta manera se pudo verificar la veracidad de los resultados.

A continuación, en la figura 27 y 28 podemos observar los datos arrojados después de ingresar estas imágenes a nuestra ventana de análisis

### Figura 17

*Resultado ventana de análisis para mineral desconocido (prueb2).*

```
>> MainGEOAPP
#####
BIENVENIDO AL ANALIZADOR DE MINERALES
#####
Ingrese el nombre del archivo a analizar (sin la extensión): prueb2
El mineral con el mayor valor en result es: anortita_10
El mineral con el mayor valor en abundancias es: anhidrina_10
Análisis completado.
>>
```

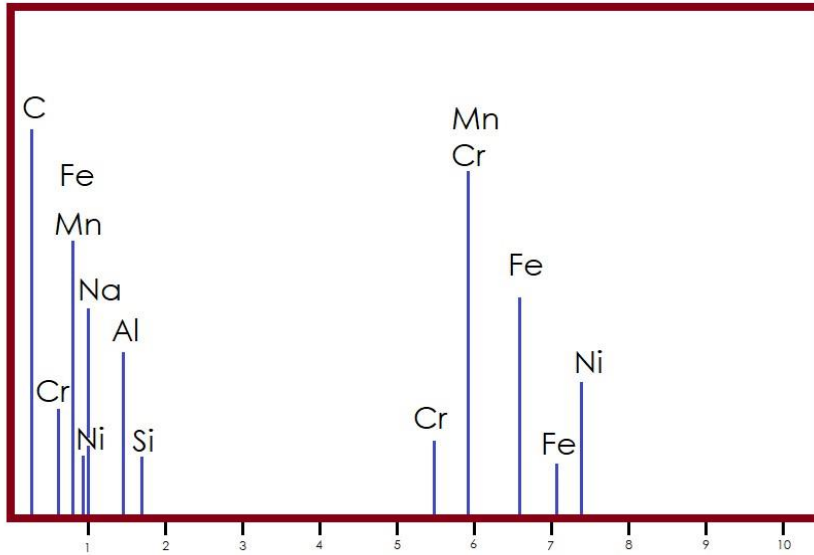
## 9. Resultados

En el presente apartado se presentan los resultados obtenidos a partir del análisis de espectros EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy), fundamentales para comprender la composición química de los minerales estudiados. Gracias al uso del microscopio electrónico de barrido (SEM) y a un riguroso proceso de recopilación y clasificación de datos, se ha logrado establecer una base sólida de información. A través de la creación de una aplicación innovadora, basada en algoritmos avanzados y tecnología Python, se ha simplificado y optimizado el proceso de identificación mineralógica. La validación de esta herramienta como una solución confiable en la identificación de minerales representa un hito significativo en nuestro trabajo. A continuación, se presentan los resultados detallados del presente trabajo de investigación.

Es bien conocido que la presencia de elementos constituyentes en un mineral se manifiesta en el análisis SEM a través de picos característicos. Estos picos, que se localizan consistentemente en puntos específicos del espectro según el elemento correspondiente (figura 17), son indicativos de la composición química del mineral en cuestión. La identificación y ubicación precisa de estos picos son fundamentales para comprender la composición y estructura de los minerales analizados, lo que a su vez proporciona información valiosa para una amplia gama de aplicaciones científicas y tecnológicas.

**Figura 18**

*Lugar en el que se encuentra el pico según el elemento en un EDS.*



*Nota:* Lugares aproximados donde se presentan los picos de los elementos principales

Inicialmente, en el procesamiento de los espectros minerales, se adoptó un enfoque que distinguía entre dos tipos de píxeles dentro de las imágenes obtenidas: aquellos asociados al color blanco, representando el fondo de la imagen, y aquellos de color rojo, que indicaban la presencia del espectro mineral. Esta diferenciación permitió una representación visual clara de la información, facilitando su análisis y manipulación. Posteriormente, se llevó a cabo un proceso de superposición de imágenes, combinando la imagen de la muestra que se deseaba identificar con aquella proveniente de la base de datos. Esta técnica de superposición, aunque sencilla en su concepción, fue fundamental para la comparación y análisis de las características espectrales entre las muestras desconocidas y las previamente registradas en la base de datos.

Sin embargo, es importante destacar que la obtención de resultados precisos no estuvo exenta de desafíos técnicos y limitaciones inherentes al proceso. La cantidad de píxeles rojos presentes en las imágenes se relaciona directamente con la intensidad de los electrones retro dispersados captados

por el detector BSED (Backscattered Electron Detector), así como con la concentración del elemento presente en el mineral bajo análisis. Este aspecto revela la complejidad del fenómeno subyacente y la necesidad de considerar múltiples factores en la interpretación de los datos obtenidos. Además, la variación en las escalas de las imágenes y la presencia de ruido introdujeron incertidumbre en el proceso de análisis, lo que en algunos casos condujo a resultados que no reflejaban fielmente la realidad. Estas limitaciones representaron un desafío significativo en la interpretación de los resultados y destacan la importancia de abordar de manera rigurosa la calibración y corrección de las imágenes antes de su análisis.

En la tabla 1 se presentan los primeros resultados obtenidos en la fase de comparación de una muestra, en donde podemos ver la similitud entre un mineral desconocido y la base de datos, por esta razón es difícil definir que mineral estamos analizando y poder dar una respuesta certera.

**Tabla 1**

*Porcentajes de similitud de la magnetita con otros minerales de la base de datos.*

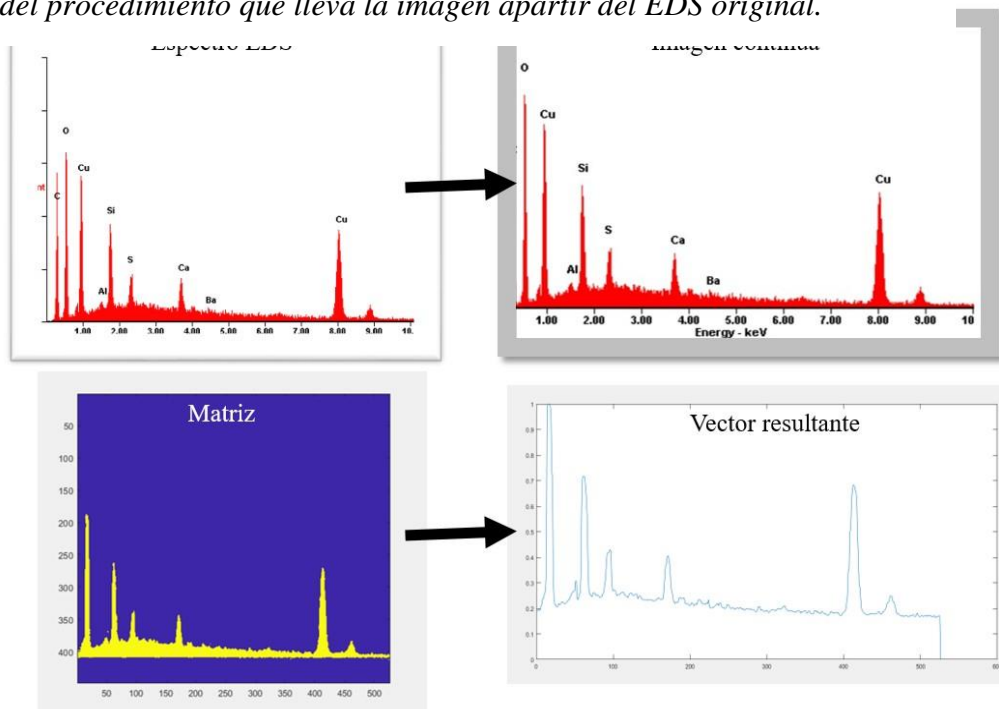
Magnetita	
Minerales	Porcentaje
Amatistista	91.09 %
Biotita	91.62 %
Epidota	92.81 %
Esfalerita	90.52 %
Galena	92.33 %
Magnetita	100.0 %
Moscovita	90.72 %
Purprita	90.29 %
Siderita	90.77 %
Yeso	92.81 %

Para abordar estas dificultades y mejorar la precisión de los resultados, se implementó un procesamiento nuevo de las imágenes utilizando MATLAB. En este proceso, el espectro obtenido del microscopio se convierte en una matriz, la cual es luego transformada en un vector. Esta representación vectorial de las imágenes permite una comparación más precisa y exacta entre estas. Antes de ingresar la imagen del EDS al proceso de análisis, se establecieron ciertos criterios de calidad que la imagen debía cumplir. Específicamente, se requiere que la línea roja en la imagen sea continua desde 0 hasta 10, lo que indica una captura completa del espectro, y que la imagen no contenga ningún tipo de ruido adicional de color rojo que pueda distorsionar la señal. Estos requisitos

aseguran la integridad y fiabilidad de los datos analizados, minimizando la posibilidad de errores o resultados poco precisos debido a irregularidades en la imagen de entrada. El enfoque en la estandarización y calidad de las imágenes preparadas para el análisis es crucial para garantizar la confiabilidad y validez de los resultados obtenidos.

**Figura 19**

*Flujo del procedimiento que lleva la imagen apartir del EDS original.*



De esta manera, tras la conversión de las imágenes en vectores numéricos, caracterizados por sus coordenadas (x, y), se observa una cualidad fundamental: la continuidad de la imagen en todo su dominio hasta los 10 keV. Este requisito fue asegurado mediante la edición de las imágenes de los espectros con Adobe, garantizando uniformidad en la representación de los datos. Además, todos los vectores resultantes comparten un mismo tamaño.

El análisis se basa en el producto punto entre estos vectores, donde un valor de 1 indica una similitud perfecta entre ellos. Por lo tanto, cuanto más cercano sea el producto punto entre dos vectores, mayor será su similitud. Este enfoque permitió establecer criterios de similitud: se considera

que valores menores a 0,5 indican minerales significativamente diferentes, mientras que valores mayores a 0,8 sugieren una buena similitud entre los minerales comparados.

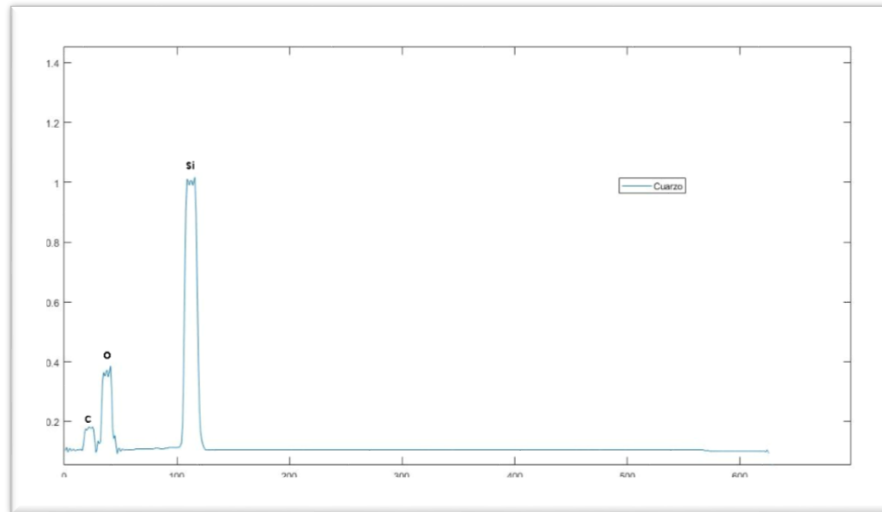
Este proyecto representa una aproximación innovadora y efectiva para comparar espectros de manera numérica, lo que promete un impacto significativo en la identificación y caracterización mineralógica. Se espera que futuros proyectos enriquezcan la base de datos y amplíen la aplicación de esta metodología, mejorando su alcance y eficacia.

A continuación, presentaremos algunos ejemplos de vectores obtenidos a partir de espectros de minerales analizados en el laboratorio, lo que nos permitirá realizar comparaciones y ejemplificar la utilidad de este enfoque. En la imagen adjunta, se muestra el vector resultante del espectro obtenido del cuarzo, evidenciando sus componentes distintivos, como el silicio y el oxígeno, siendo el silicio el componente predominante en este mineral.

En la Figura 20 se puede observar el vector resultante del espectro obtenido del cuarzo. Este vector exhibe características distintivas que reflejan la composición química del mineral, principalmente compuesto por silicio y oxígeno. Es importante destacar que el silicio representa el componente dominante en la estructura del cuarzo, lo que concuerda con su reconocida composición mineralógica. Este análisis revela la capacidad del método propuesto para identificar y caracterizar minerales en función de sus espectros químicos, proporcionando información valiosa sobre su composición y estructura.

**Figura 20**

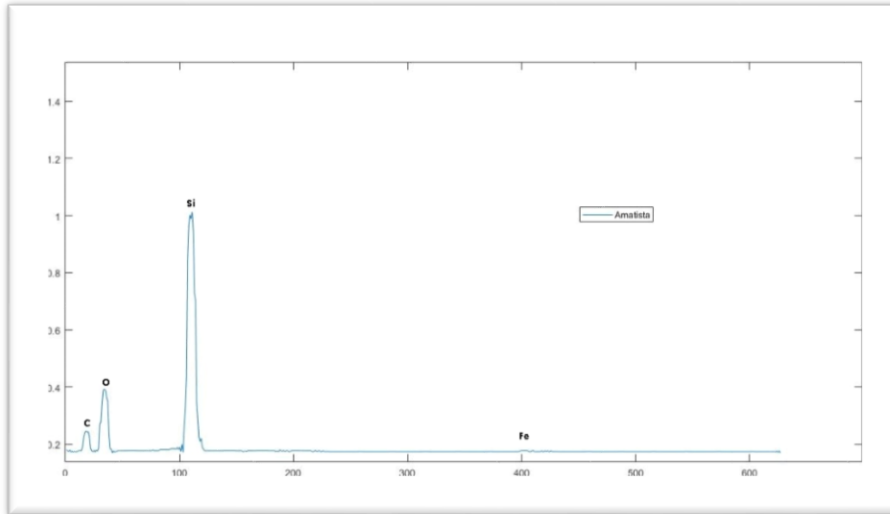
*Vector resultante del cuarzo.*



La amatista es un mineral muy similar al cuarzo en cuanto a su composición química básica, que incluye principalmente silicio y oxígeno. Sin embargo, lo que distingue a la amatista es la presencia de impurezas, particularmente el hierro, que le confiere su característico color morado. Esta presencia de hierro en forma de impureza es responsable de la coloración distintiva de la amatista, que la diferencia visualmente del cuarzo común. Aunque comparten una composición química fundamentalmente similar, la presencia de estas impurezas permite diferenciar la amatista del cuarzo en el análisis mineralógico, demostrando la importancia de considerar incluso pequeñas variaciones en la composición para una identificación precisa de los minerales.

**Figura 21**

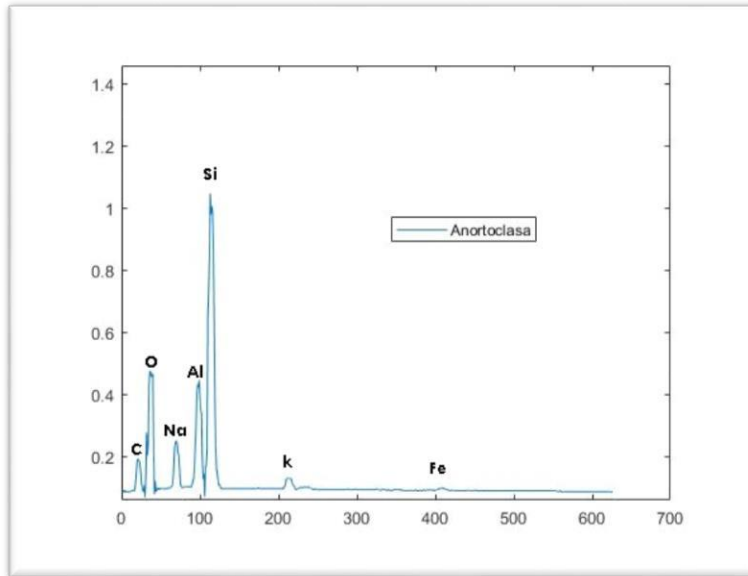
*Vector resultante de la amatista.*



En la Figura 22, podemos observar el vector resultante del espectro obtenido a partir de la anortoclasa. Este vector revela la presencia de varios elementos clave en la composición química de este mineral, incluyendo silicio, oxígeno, sodio, potasio y aluminio. Es interesante destacar que el silicio emerge como el componente principal de la anortoclasa, seguido por el oxígeno y el aluminio en una proporción significativa. Además, la presencia de sodio y potasio se detecta en niveles menores en comparación con los otros elementos mencionados. Este análisis detallado del espectro químico proporciona información valiosa sobre la composición elemental de la anortoclasa, lo que contribuye a una mejor comprensión de sus propiedades y características mineralógicas.

**Figura 22**

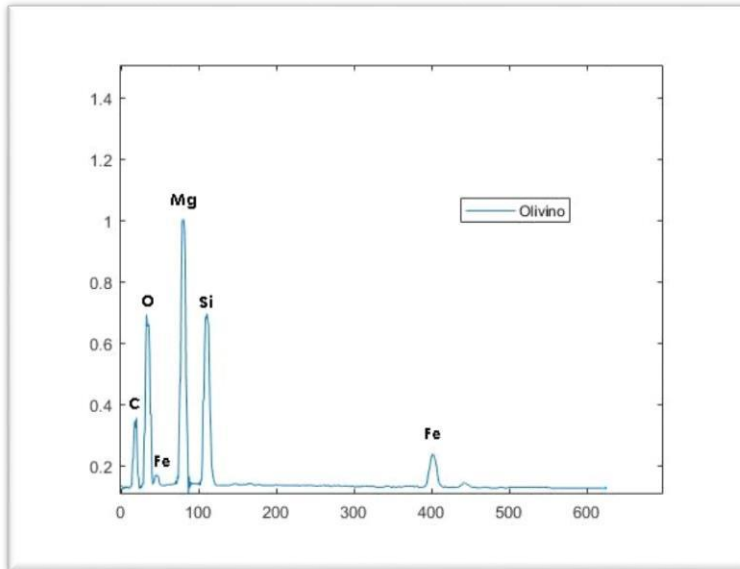
*Vector resultante de la anortoclasa.*



En la Figura 24, se muestra el vector resultante del espectro obtenido a partir del olivino. La composición química de este mineral se caracteriza principalmente por la presencia de magnesio como elemento principal. Además del magnesio, podemos identificar la presencia de silicio y oxígeno, elementos fundamentales en la estructura mineral. Además, se observa la presencia de elementos como el hierro y el manganeso, aunque en proporciones menores en comparación con el magnesio. Esta composición química distintiva del olivino proporciona información importante sobre sus propiedades y características mineralógicas, lo que contribuye a su identificación y estudio en contextos geológicos y geocientíficos.

**Figura 23**

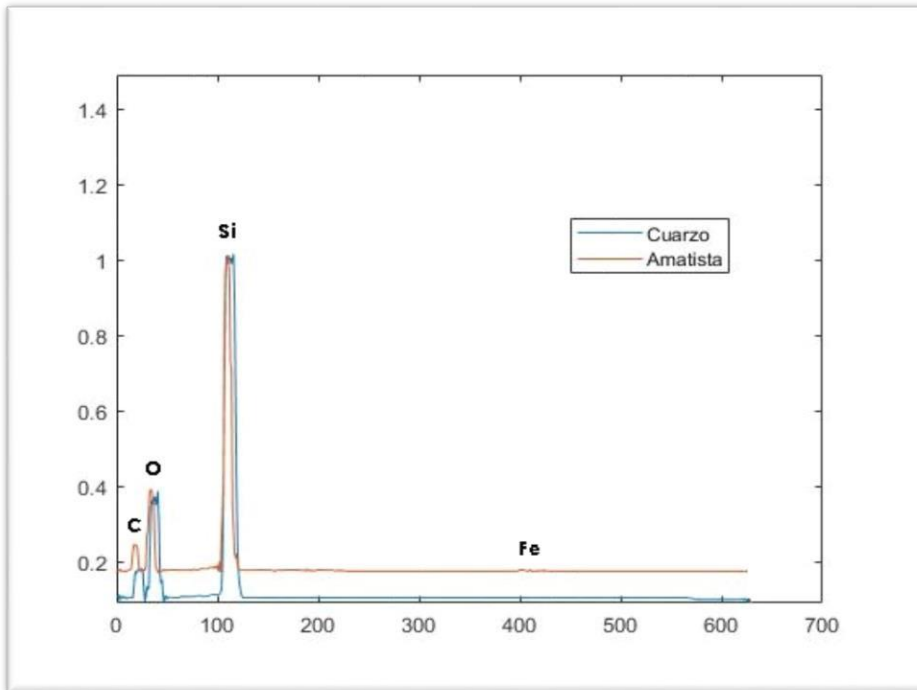
*Vector resultante del olivino.*



La comparación entre el cuarzo, un mineral ampliamente reconocido y de fácil identificación, y la amatista en nuestra aplicación arroja un resultado de 0.91. Este valor indica una similitud significativa entre los vectores asociados a ambos minerales, lo que sugiere una composición química muy similar entre ellos. Como es ampliamente conocido, la amatista comparte muchas características con el cuarzo, siendo su color distintivo la principal diferencia, atribuible a la presencia de hierro como componente químico diferencial en la amatista. Este análisis refuerza la idea de que, a pesar de sus diferencias visuales, la amatista y el cuarzo comparten una composición química fundamentalmente idéntica, lo que respalda su clasificación como variantes del mismo mineral con distintas impurezas.

**Figura 24**

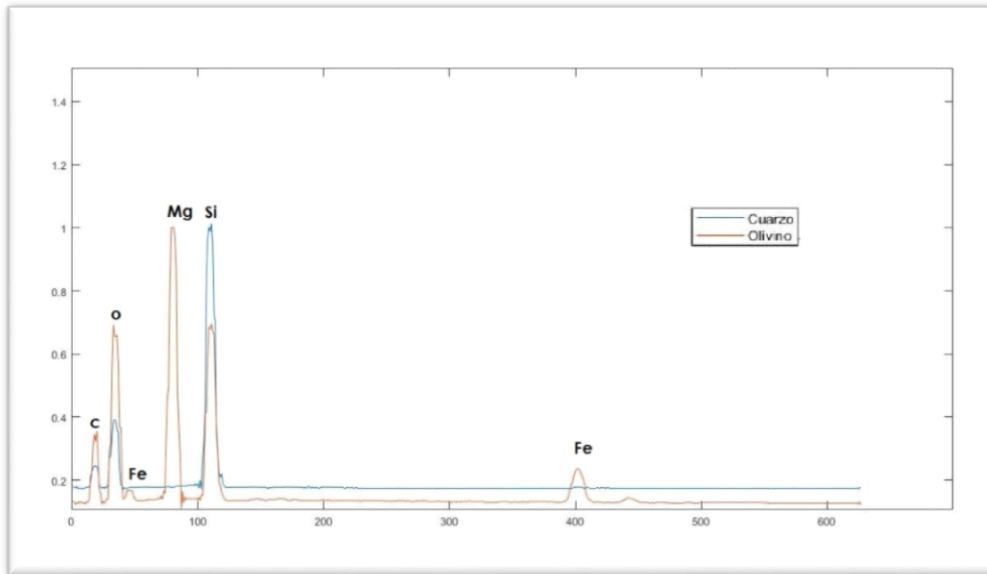
*Comparación entre el vector del cuarzo y la amatista.*



La comparación entre el olivino y el cuarzo en nuestra aplicación produce un resultado de 0.86. Este valor refleja una similitud considerable entre los vectores asociados a ambos minerales, lo que indica una composición química compartida en gran medida. Ambos minerales exhiben una alta presencia de oxígeno y silicio en su estructura, lo que contribuye significativamente a su similitud química. Sin embargo, la diferencia principal entre el olivino y el cuarzo radica en la presencia de magnesio y hierro en el olivino, que no se encuentra en el cuarzo. Estas variaciones composicionales son responsables de las diferencias en las propiedades físicas y características distintivas de cada mineral. A pesar de estas diferencias, el alto grado de similitud química entre el olivino y el cuarzo subraya la complejidad y diversidad de la composición mineralógica en la naturaleza.

**Figura 25**

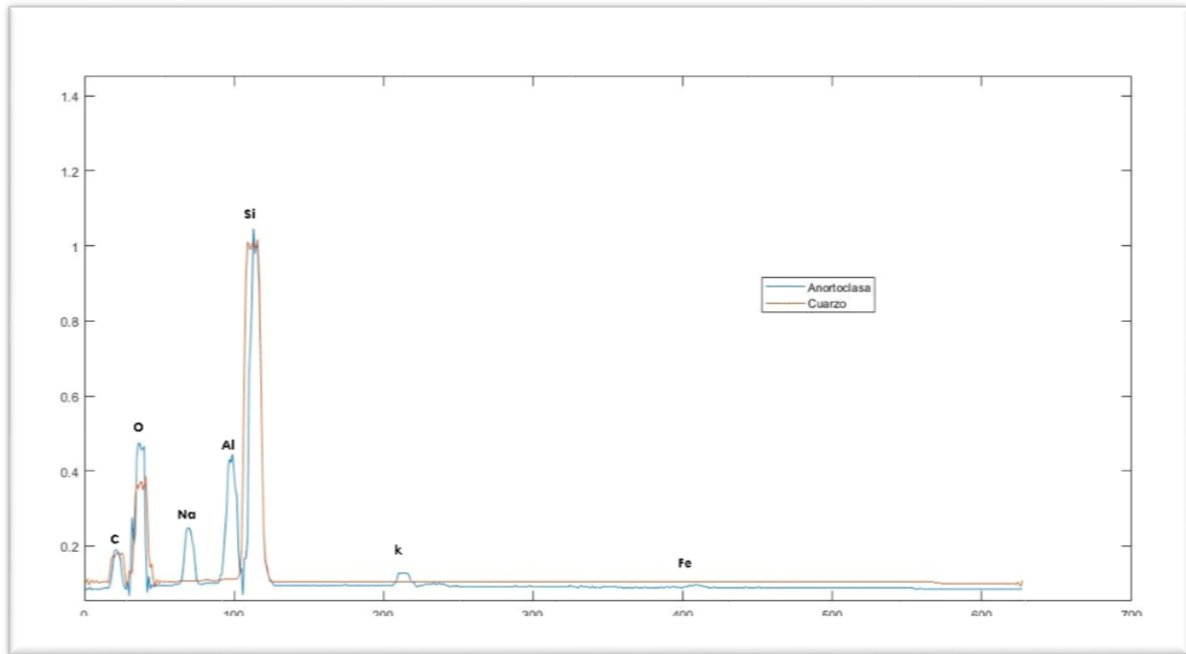
*Comparación entre el vector resultante del olivino y el cuarzo.*



Como se puede observar en el análisis realizado entre la anortoclasa y el cuarzo, al comparar sus vectores se obtiene un coeficiente de similitud de 0.83. Aunque ambos minerales comparten elementos comunes como el silicio y el oxígeno, la presencia de potasio, sodio y aluminio en la anortoclasa agrega una dimensión adicional a su composición, lo que contribuye a diferenciarla aún más del cuarzo. Estos elementos distintivos son responsables de las propiedades únicas y las características mineralógicas específicas de la anortoclasa, lo que resalta la diversidad y la complejidad de los minerales en la naturaleza. A pesar de las similitudes en algunos aspectos de su composición química, la comparación de los vectores revela las diferencias significativas entre estos dos minerales, lo que subraya la importancia de considerar múltiples factores en el análisis mineralógico para una identificación precisa y completa.

**Figura 26**

*Comparación entre vector resultante del cuarzo y la anortoclasa.*

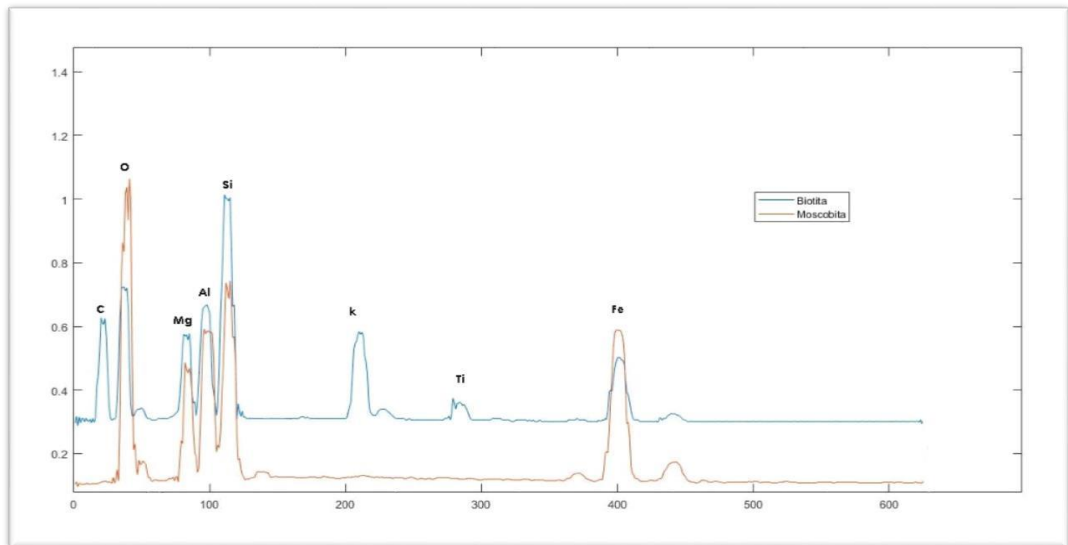


La coincidencia de los "picos" de los componentes químicos de los minerales indica la presencia del mismo elemento en ambos minerales, lo que sugiere una composición similar. Cuanto más parecidos sean los componentes de los minerales, más cercano será el valor del coeficiente de similitud a 1. Por ejemplo, al comparar el cuarzo y la amatista, se identifica una gran similitud en los elementos químicos que los componen. Del mismo modo, al comparar el cuarzo con la anortoclasa, aunque son minerales similares, el resultado es menor debido a sus distintas composiciones químicas. Lo mismo ocurre al comparar el cuarzo con el olivino, donde el resultado se aleja debido a las diferencias en la composición química de los materiales. Además, es posible encontrar una gran similitud entre minerales cercanos, como en el caso de las micas, por ejemplo, la biotita y la moscovita. Estos minerales muestran una gran cercanía en su composición, como lo demuestra la

superposición entre sus vectores. Esta similitud en la composición química es característica de minerales que pertenecen a la misma familia mineralógica o que tienen una historia geológica similar.

**Figura 27**

*Comparación entre el vector resultante de la biotita y la moscovita.*



A partir de estos estudios se calibro la aplicación, y adquirió un grado de veracidad en los resultados arrojados durante el proceso, ahora para la verificación del código y su funcionamiento, se ingresaron imágenes de un EDS desconocido donde se obtuvieron estos resultados como lo muestra la figura 28 y 29:

**Figura 28**

*Resultado ventana de análisis (augitaprueba)*

```

1 % MAIN CODE
2 % Corre extractsignature y calcularproducto
3
4 % Mostrar mensaje de bienvenida
5 fprintf("#####\n");
6 fprintf("BIENVENIDO AL ANALIZADOR DE MINERALES\n");
7 fprintf("#####\n");
8
9 % Solicitar al usuario que ingrese el nombre del archivo
10 nombreArchivo = input('Ingrese el nombre del archivo a analizar (sin la extensión): ', 's');
11
12 % Ejecutar extractsignature en el archivo proporcionado
13 extractsignature(nombreArchivo);
14
15 % Nombre del archivo de firma generado
16 nombreArchivoFirma = [nombreArchivo, '_signature.mat'];
17
18 % Ejecutar calcularproducto utilizando el archivo de firma generado
19 calcularproducto(nombreArchivoFirma);
20
21 fprintf("Análisis completado.\n");
22
23

```

```

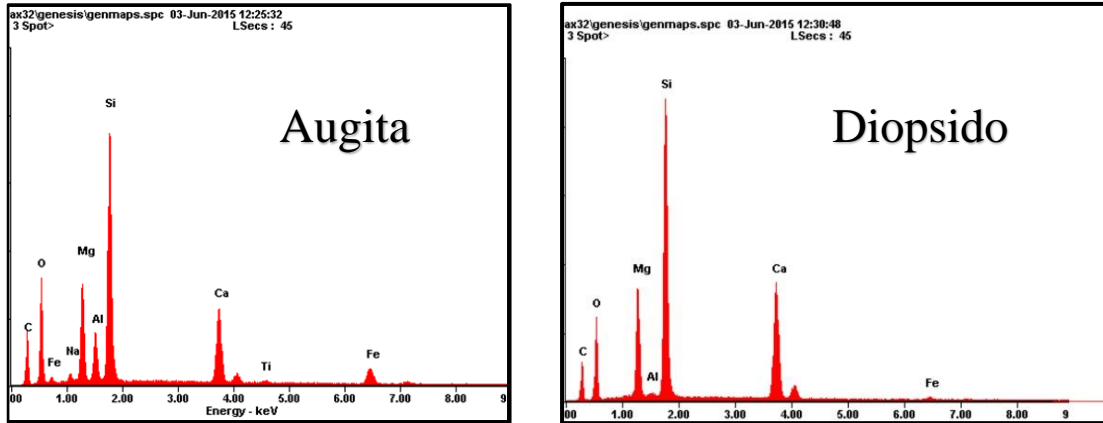
MainGEOAPP
#####
BIENVENIDO AL ANALIZADOR DE MINERALES
#####
Ingrese el nombre del archivo a analizar (sin la extensión): augitaprueba
El mineral con el mayor valor en result es: diopsido_10
El mineral con el mayor valor en abundancias es: diopsido_10
Análisis completado.

```

Como podemos observar, la respuesta en la ventana de análisis anterior figura 28, nos da como resultado que, al comparar la augita con nuestra base de datos, el mineral con el que más tiene similitud según composición química es con el diópsido.

**Figura 29**

*Comparacion entre el EDS de la auigita y el diopsido.*



Y al mirar sus respectivos EDS podemos deducir que si existe una alta similitud, ya que su composición química es muy similar, y están compuestos principalmente por silicio magnesio, calcio y oxígeno.

## 10. Discusión

El proceso de creación de la base de datos comenzó con la recopilación de espectros minerales, empleando técnicas avanzadas de microscopía y espectroscopía para capturar la firma química única de cada mineral. Esta recopilación implicó distinguir entre píxeles que representaban el fondo de la imagen y aquellos que indicaban la presencia del espectro mineral, permitiendo una representación visual clara para su análisis. Luego, mediante la superposición de imágenes de muestras desconocidas con las de la base de datos, se compararon y analizaron las características espectrales para identificar patrones distintivos. La aplicación de MATLAB desempeñó un papel crucial al procesar las imágenes, convirtiéndolas en vectores numéricos para una comparación precisa. Además, se establecieron criterios rigurosos de calidad para las imágenes, asegurando la integridad de los datos analizados. Por último, la validación de la herramienta se llevó a cabo mediante la comparación de muestras minerales conocidas y desconocidas, evaluando la precisión y confiabilidad de la aplicación en la identificación mineralógica, destacando tanto las similitudes como las diferencias entre los distintos minerales para una comprensión más profunda de su composición química y estructural.

## Conclusiones

Los resultados obtenidos a partir del procesamiento de los espectros minerales revelan varias conclusiones importantes:

El enfoque inicial de distinguir entre píxeles blancos y rojos en las imágenes permitió una representación visual clara de la información, facilitando su análisis. La técnica de superposición de imágenes fue fundamental para comparar y analizar las características espectrales entre muestras desconocidas y aquellas previamente registradas en la base de datos.

La obtención de resultados precisos enfrentó desafíos técnicos, como la relación entre la cantidad de píxeles rojos y la intensidad de los electrones retro dispersados, así como la presencia de ruido y variaciones en las escalas de las imágenes. Estas limitaciones destacan la complejidad del fenómeno subyacente y la necesidad de abordar la calibración y corrección de imágenes de manera rigurosa.

El procesamiento adicional de imágenes mediante MATLAB, convirtiéndolas en vectores numéricos, permitió una comparación más precisa entre ellas. Se establecieron criterios de calidad para las imágenes, asegurando la integridad de los datos analizados.

La comparación de vectores reveló similitudes y diferencias significativas entre distintos minerales. Por ejemplo, se encontró una similitud considerable entre cuarzo y amatista debido a su composición química fundamentalmente similar, mientras que el olivino mostró una similitud menor con el cuarzo debido a las diferencias en su composición química, como la presencia de magnesio y hierro.

La aplicación fue validada mediante la comparación de muestras minerales conocidas y desconocidas, evaluando su precisión y confiabilidad en la identificación mineralógica.

El presente trabajo presenta una aproximación innovadora y efectiva para comparar espectros minerales de manera numérica, lo que promete un impacto significativo en la identificación y caracterización mineralógica. Sin embargo, se destacan las limitaciones y desafíos técnicos, subrayando la importancia de abordar la calibración y corrección de imágenes de manera rigurosa para garantizar la confiabilidad y validez de los resultados obtenidos.

### **Recomendaciones**

La principal recomendación para utilizar este código se basa en el arreglo de las imágenes EDS obtenidas, ya que a partir de estas se iniciará el estudio y la comparación con la base de datos, seguir el estándar de tamaño y eliminar el ruido dentro de la imagen son parámetros de vital importancia para el buen funcionamiento del código aplicativo.

Se desea conseguir una mayor cantidad de minerales para crear una base de datos más extensa y poder mejorar los estudios y ampliar el rango de eficiencia.

Poder adquirir un dato en bruto del SEM antes de llegar al software del análisis EDS para mejorar la precisión al momento de manejar los datos.

Aunque podamos obtener una respuesta cercana al nombre del mineral, es importante hacer un análisis propio de los resultados.

### Referencias Bibliograficas

- Angeles-García, S., Reyes-Salas, A. M., Alva-Valdivia, L. M., de Leon, A. C., & Ortega-Gutiérrez, F. (2014). Estudios De Procedencia De Materiales Arqueologicos Mediante Microscopia Electronica De Barrido. *Acta Microscopica*, 23(3).
- Ballesteros-Camaro, C.A., y Ríos-Guerrero, J. (2019). Química mineral de biotitas en neises de la Suite Metamórfica Rio Urubú aflorantes en la Serra Repartimento, Dominio Guiana Central en el Cratón Amazónico, Brasil: implicaciones petrogenéticas. *Boletín de Geología*, 41(1), 97-116. DOI: 10.18273/revbol.v41n1-2019005.
- Bozzano, P. B., & Ipohorski, M. (2013). Microscopía Electrónica De Barrido En La Caracterización De Materiales. *Ciencia E Investigación*, 49.
- Clavijo, J. (2013). Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM). *Revista elementos 3*, p. 133-146.
- Contreras-Fayad, D. A., & Jaramillo-Mejía, J. M. (2010). Caracterización mineralógica de las rocas que componen el cuerpo volcánico que aflora en cercanías al municipio de Iza, Boyacá, Colombia. petrografía, metalografía y análisis elemental por medio de un microscopio electrónico de barrido. *Ingeniería Investigación y Desarrollo*, 10(2), 35-54.
- Drake. (1970). Petrology Of Apollo 11 Sample 10071. A Differentiated Miniigneous Complex. *Earth and Planetary Science Letters*, 61-70.
- Fernández, J., Suárez, O., y Corretgé, L. (1992). Composición y significado petrológico de las Biotitas y Moscovitas de los Granitoides de la banda metamórfica Boal-Los Ancares (Zona asturoccidental Leonesa). *Revista CLXL 17*(30), p. 293-308. ISSN: 0213-4497
- Galán, C., & Martin, C. V. (2010). Espeleotemas De Magnetita, Hematita, Yeso,

Ópalo-A, Y Otros Minerales Secundarios En Una Cueva Del Pseudokarst De Jaizkibel: Caracterización Por Espectroscopía Raman, Difracción De Rayos X (Drx) Y Espectrometría Por Dispersión De Energía. *Pag web aranzadisciences. org, Archivo PDF.*

Galán, C., & Martin, C. V. (2011). Caracterización de los depósitos estratificados de jacobita y calcita de la cueva de aixa por microscopio electrónico de barrido (SEM) y espectroscopía por dispersión de energía (EDS). *Pag web aranzadi-sciences. org, Archivo PDF.*

Juškénas, R., Avižinis, D., Kalinauskas, P., Selskis, A., Giraitis, R., Pakštas, V., ... & Kondrotas, R. (2012). Xrd, Sem And Photoelectrochemical Characterization Of Znse Electrodeposited On Cu And Cu–Sn Substrates. *Electrochimica Acta*, 70, 118-123.

Leal, P. C. (2005). Vetas De Cuarzo Al Sur De Santiago Del Estero. Asociación Geológica de Argentina. *Revista de la Asociacion Geologica Argentina*, 389-341

López, P., Cartajena, I., Olivares, G., López, O., Carabias, D., & Morales, C. (2012).

Aplicación De Microscopio Electrónico De Barrido (Meb) Y Espectroscopia De Energía Dispersiva (Eds) Para Distinguir Alteraciones Térmicas En Restos Osteofaunísticos De Un Sitio Sumergido Del Pleistoceno Final De La Costa De Chile Central.

McKee, W. C Patterson, M. C., Frick, J. R., Sprunger, P. T. y Xu, Y. (2017). *Temas de Arqueología, Estudios Tafonómicos y Zooarqueológicos (II)*, 25-44. Adsorption Of Transition Metal Adatoms On H-Bn/Rh(111): Implications For Nanocluster Self-Assembly. *Catalysis Today*, 280: 220-231

Melgarejo, J. C., Proenza, J. A., Galí, S., & Llovet, X. (2010). técnicas de caracterización mineral y su aplicación en exploración y explotación minera. *boletín de la sociedad geológica mexicana*, 1-23.

Miguel Ipohorski, P. B., & Bozzano, P. B. (s.f.). Microscopía electrónica de barrido en la

- caracterización de materiales Miguel Ipohorski<sup>1</sup> Y Patricia B. Bozzano<sup>2</sup> - Tomo 63 n° 3 - 2013. en ciencia e investigación.
- Mcmullan, D. (1995). Scanning Electron Microscopy 1928–1965\*. *Scanning*, 17: 175-185.
- Orquídea, M. L., & Edgardo Domingo, C. G. (2012, June). Mineral De U-Ta-Nb Estudiado Por Microscopia Electronica. In *Primer Congreso Virtual De Ciencias Morfológicas*.
- Penagos, J. I. C. (2013). Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM). *Elementos*, 3(3), 133-146.
- Reed, S. (2018). Introduction To Energy Dispersive X-Ray Spectrometry. *Cent.Facil. Adv. Microsc. Microanal. Univ. California, Riverside*, 1-12.
- Renau-Piqueras, J., & Faura, M. (1994). Principios Básicos Del Microscopio Electrónico De Barrido.
- Rivera Hernandez, M., & Arenas-Alatorre, J. Evolución de los micrómetros a los picómetros: evolución de las técnicas de microscopía para el estudio de nanomateriales. *Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencias y Nanotecnología*, 12(23).
- Rivera, Margarita, & Arenas-Alatorre, Jesús. (2019). De los micrómetros a los picómetros: evolución de las técnicas de microscopía para el estudio de nanomateriales. *Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología*, 12(23)..<https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2019.23.67334>
- Rojas Reyes, N. R., Echeverry-Vargas, L., & Cataño Martínez, J. (2017). Caracterización por

QEMSCAN Y FE-SEM De yacimientos de oro tratados artesanalmente con mercurio en Antioquia, Colombia. Prospectiva vol 1

Suárez, P. A., & Orfeo, O. (2015). Agregación De Sedimentos En Una Cuenca De Llanura: Utilización Del Microscopio Electrónico De Barrido Como Herramienta De Evaluación.

Sánchez, P. (2015). Análisis termodinámico y cinético del mecanismo de quimisorción de CO<sub>2</sub> sobre Na<sub>2</sub> TiO<sub>3</sub> y la solución sólida Na<sub>2</sub>Zr<sub>x</sub>Ti<sub>1-x</sub>O<sub>3</sub>. [Tesis de posgrado, Universidad Nacional de México]. <http://132.248.9.195/ptd2015/enero/0724480/0724480.pdf>

Wirth, R. (2009). Focused Ion Beam (Fib) Combined With Sem And Tem: Advanced Analytical Tools For Studies Of Chemical Composition, Microstructure And Crystal Structure In Geomaterials On A Nanometre Scale. *Chemical Geology*, 261(3-4), 217-229.