



REGLAMENTO DE USO DE MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO
(SEM, de sus siglas en inglés)
Agosto, 2011

Generalidades

1. El conocimiento del presente reglamento es obligatorio para todo usuario del microscopio Nova Nano SEM. Es responsabilidad del investigador y del técnico responsable del equipo difundir el conocimiento del mismo.
2. Los usuarios deben seguir las reglas y procedimientos descritos en este y otros documentos de entrenamiento. Los operadores deben de informar al técnico responsable si el instrumento no esta funcionando adecuadamente (vía bitácora y verbalmente). Todos los componentes del laboratorio deben mantenerse limpios y en perfecto orden de trabajo.
3. El investigador responsable del microscopio de barrido es la Dra. Liliana Licea Jiménez, quien realiza la operación del equipo y supervisión del laboratorio es LQI Nayely Pineda Aguilar. La coordinación de laboratorios está a cargo del Dr. Alfonso Pérez.

Seguridad

4. Para la entrada al laboratorio es obligatorio el uso de una bata de manga larga, la cual debe estar en buenas condiciones de preservación y debidamente abotonada.
5. Por razones de seguridad es indispensable el uso zapatos bajos y cerrados y ropa cómoda que permita moverse libremente.
6. Tomar en cuenta y respetar las etiquetas indicadas en el equipo, por su seguridad.
7. Queda estrictamente prohibido comer, beber, fumar, maquillarse en ningún momento dentro del laboratorio del SEM.
8. Cualquier desacato a estas reglas generará las siguientes sanciones según la gravedad de la falta:
 - a. Llamada de atención.
 - b. Suspensión temporal de la licencia de uso.
 - c. Suspensión definitiva de la licencia de uso.



Entrenamiento

9. Demostración/entrenamiento del equipo es obligatoria para los usuarios por primera vez. Antes de usar el Nova Nano SEM, el usuario (investigador, técnico y/o estudiante) debe ser entrenado y monitoreado para llevar a cabo el uso del SEM, especialmente para la aplicación deseada. Para operar el microscopio será indispensable aprobar el curso de entrenamiento básico. El investigador encargado del microscopio determinará quién impartirá el curso, cuándo se dictará y otorgará las licencias de uso a los usuarios calificados, es decir, aquellos que hayan aprobado satisfactoriamente el curso. En el caso de estudiantes solo se impartirá el curso y/o entrenamiento a estudiantes que para el desarrollo de su trabajo requiera del conocimiento del equipo y la técnica, o que tenga una gran demanda en el uso del equipo. Queda a criterio del investigador y técnico responsable el número de horas de capacitación requeridas para el usuario.
10. Queda estrictamente prohibido la operación del microscopio electrónico de barrido para aquellos usuarios que no tienen licencia para su operación.
11. Un usuario no calificado deberá asistir a su sesión en compañía de uno calificado, quien operará exclusivamente el microscopio y se hará responsable del su manejo adecuado. El técnico encargado del microscopio podrá asistir a los usuarios no calificados previo acuerdo y autorización del coordinador técnico y/o responsable del equipo.
12. Los usuarios calificados y que tienen amplia experiencia en el uso del microscopio, podrán disponer de hasta 3 sesiones continuas en sábados, domingos o madrugadas entre semana, dependiendo de la demanda. El investigador encargado del microscopio definirá quién es usuario calificado experimentado.
13. Daño y/o mal funcionamiento del equipo, del software, etc., deben reportarse inmediatamente al técnico responsable, así como hacer su anotación pertinente en la bitácora de Nova NanoSEM 200.
14. El usuario recurrirá al investigador o al auxiliar encargados del microscopio para resolver cualquier duda o problema que se le presente y no esté capacitado para enfrentar.
15. Los usuarios no modificaran la configuración y ajuste básico del microscopio.
16. Queda estrictamente prohibido sacar del laboratorio del microscopio la bitácora, los manuales de operación y las instrucciones de uso.
17. Las responsabilidades generales de cada usuario son:
 - √ Mantener el microscopio y sus alrededores limpios.
 - √ Remover las muestras después de cada sesión



Uso

18. Para reservar el uso del equipo, se deberá llenar un formato de solicitud de servicio interno y/o proyecto. Este contempla detalles de cada muestra, composición-propiedades de la muestra así como el tratamiento previo que se le ha dado a dicho material. El número de sesiones requeridas dependen de la naturaleza del material y serán dispuestas según el número de muestras, cantidad de imágenes y análisis requeridos por el usuario.
19. Existe un calendario, al que tienen acceso los investigadores vía correo electrónico de cimav, en donde se detalla la disponibilidad del equipo.
20. El uso del instrumento debe programarse, los investigadores reservarán sus sesiones vía correo electrónico, indicando el número de muestras a analizar, se seguirá estrictamente el orden de llegada.
21. Una vez revisado el calendario, los investigadores y técnicos enviarán un correo electrónico a nayely.pineda@cimav.edu.mx, solicitando la programación de la sesión, en la fecha más próxima o indicando el día y hora que solicitan. Se deberá adjuntar a dicho correo, el formato de solicitud de servicio interno y/o proyecto. Al momento de iniciar la sesión de SEM deberá presentar una copia impresa del formato de solicitud debidamente llenado y con su firma.
22. Como respuesta a la solicitud se enviará un correo electrónico al usuario, confirmando la aprobación y programación de su cita. La programación de citas en el Calendario se identificarán: **verde-** la cita programada, **rojo-** cita cancelada o reprogramación, ya sea por falla del equipo, alineaciones o servicio de urgencia. Se notificará con anticipación y vía correo electrónico la cancelación o reprogramación de la cita.
23. El Nova Nano SEM será reservado por el técnico responsable cada lunes y/o cuando se requiera el mantenimiento preventivo o correctivo del equipo.
24. La carga de trabajo del equipo será dividida en 50% de horas de uso para servicio interno y el otro 50% a para servicio externo. El día será dividido en dos turnos: matutino para s. interno y vespertino para s. externo y proyectos con la industria. En caso de que haya bajo nivel de uso en turno vespertino, el responsable del laboratorio notificará a los usuarios de s.interno, en el orden de agenda, la disponibilidad de utilizar el turno vespertino.
25. Para el turno matutino, servicio interno, las horas de reservación están limitadas a un máximo de dos sesiones de 1 hr 40 min por usuario por semana. Solo en caso de que microscopio esté libre o con bajo nivel de uso, entonces este límite puede ser extendido.
26. Los usuarios deben considerar las necesidades de otros usuarios al momento de reservar, lo que significa limitar a una sesión por semana por usuario.
27. Los usuarios deberán presentarse 10 minutos antes del inicio de la sesión programada, para realizar preparaciones rápidas de la muestra. Si las muestras ya están preparadas, se presentarán 5 minutos antes de la hora de inicio de la sesión.



28. En caso de cancelación de una reservación, esta se debe hacer dentro de un mínimo de 24 horas sin penalización. Si el usuario se presenta en el laboratorio 20 minutos después de la hora reservada, este perderá su reservación y cualquier otro usuario tendrá la libertad de usarlo (contactar técnico responsable). Si el usuario no se presenta o comunica antes de los primeros 25 minutos de su sesión para usarla o confirmar que la usará, o bien para cancelarla (con penalización), el encargado del microscopio podrá aprovechar la sesión para otro usuario.
29. Para separar el turno vespertino, se requerirá de la solicitud de servicio de vinculación, indicando el número de muestras y estudio para programar las sesiones necesarias. En el caso de muestras de proyecto, se deberá llenar una solicitud firmada por el responsable del proyecto, indicando el número de muestras aprobadas en el proyecto y se le notificará el número de muestras restantes que están pendientes de cubrir.
30. En caso de algún servicio externo de urgencia, este deberá programarse en la sesión más próxima matutina o vespertina y la reservación del usuario en turno deberá ser reprogramada.
31. La programación de sesiones por parte del personal técnico, queda sujeta a aprobación del Coordinador de Laboratorios, Dr. Alfonso Pérez. El personal técnico que labora en la Incubadora de Nanotecnología, podrá reservar sesiones, en el turno vespertino, como s. externo para caracterizar muestras del proyecto de Nanotubos de Carbono, muestras distintas a éstas, serán aprobadas por el Dr. Pérez. Cabe señalar que las muestras del proyecto de nanotubos tienen baja prioridad en la programación de la agenda.

Registro

32. Los usuarios deberán anotar en la bitácora de registro del uso de SEM:
 - a.) Fecha y hora de su sesión.
 - b.) El nombre del usuario, investigador relacionado con la sesión.
 - c.) Número de muestras, tipo de análisis: imagen / EDX/ Mapeo
 - d.) Horario de uso
 - e.) Tipo servicio interno o externo y fines del estudio
 - f.) Si la sesión se desarrolló con normalidad

Soporte Técnico

33. El responsable del laboratorio y operador deberán anotar en la bitácora del equipo Nova NanoSEM 200, las fallas que haya presentado el equipo, dificultad o desperfecto. De ser así, la anotación deberá describir en detalle y con exactitud el desperfecto o falla, la operación concreta que se realizaba en el momento del desperfecto y se grabarán las imágenes defectuosas o mensajes de la computadora para su análisis posterior.
34. El responsable del laboratorio deberá notificar las fallas vía correo electrónico y telefónica al proveedor que brinda servicio técnico al equipo, para que se programe la visita pertinente o recibir asistencia telefónica. Así mismo las fallas



deberán notificarse al investigador responsable del equipo y al coordinador de laboratorios.

35. Tratar de reparar y/o operar el equipo aun detectando algún desperfecto sin dar aviso al técnico o investigador responsable será razón para perder la licencia de uso del equipo inmediatamente.
36. El mantenimiento preventivo del SEM, deberá realizarse mínimo dos veces al año, cada 5 o 6 meses.
37. El cambio de emisor (FEG) se realizará cada vez que se requiera, aprox. tiene un tiempo de vida media de 1 año 3 meses. Para realizar el cambio, se requiere de 1 semana laboral para que se realicen la instalación, el vacío y las alineaciones.

Almacenamiento de Datos

38. El auxiliar y/o el investigador encargados del microscopio limpiarán de archivos la computadora de captura cada semestre: Enero-Julio y Agosto-Diciembre. Los archivos serán respaldados cada semestre en un DVD. Es responsabilidad del usuario respaldar sus archivos.
39. El penúltimo día laboral del mes de Julio y Diciembre será ocupado en realizar el procedimiento mencionado en 38.





Procedimientos del Laboratorio

Operación General del SEM y recomendaciones en la preparación de muestras

Antes de realizar cualquier análisis de imágenes en SEM, primero es necesario preparar y montar la muestra de forma apropiada para el instrumento. Afortunadamente, la preparación de muestras, es por lo general sencilla, rápida y no requiere un proceso riguroso. Algunos requerimientos generales se enlistan a continuación.

1. *Tamaño de la muestra* – la muestra **debe** ser *pequeña*. El tamaño máximo de la muestra depende del instrumento y en particular el Nova Nano SEM permite un tamaño de aproximadamente de 30mm de ancho * 30mm de largo * 20mm de alto. Sin embargo, resulta más práctico manejar muestras cuyo tamaño se adapten a los portamuestras de aluminio para SEM (12.5 mm de diámetro).
2. *Conductividad de la muestra* – la muestra debe ser eléctricamente conductiva. La preparación de muestras metálicas u otros materiales conductivos para SEM es trivial. Sin embargo, muestras eléctricamente aislantes o pobremente conductoras generalmente requieren de un recubrimiento conductivo en la superficie. Para esto generalmente se depositan películas muy delgadas (2-10 nm) de metales nobles (Au, Au/Pd, Pt) mediante la técnica de depósito físico de vapor, ejemplo, sputtering. Sin este recubrimiento, la muestra se cargará debido al bombardeo de electrones generando así distorsión en la imagen y dañando la muestra. En caso de contar con el equipo para hacer el recubrimiento, se utilizará el detector Helix en bajo vacío.
3. *Compatibilidad al alto vacío* – materiales de baja presión de vapor o materiales que puedan volatizar fácilmente por el rayo de electrones **no deben** ser expuestos en el modo de Alto Vacío (High Vacuum SEM).
4. *Información de la superficie* – el SEM proporciona información de la superficie de la muestra. Razón por la cual, se debe contar con una superficie limpia que permita observar las características de interés. Por ejemplo, si se desea observar la estructura interna de un polímero, es necesario fracturar la muestra bajo nitrógeno líquido con el objetivo de preservar la morfología. Debe evitarse limpiar las muestras con solventes orgánicos como hidrocarburos los cuales se descomponen por el rayo de electrones dejando marcas negras de “contaminación” en la muestra.
5. Esta terminantemente prohibido introducir cualquier muestra magnética, húmeda, con cualquier rastro de aceite, sustancias volátiles u otro material que pueda poner en riesgo al equipo. Sin embargo, puede quedar a consideración del responsable del laboratorio.
6. Es indispensable el uso de guantes (libres de talco), en la manipulación de los accesorios del equipo como lo son: detectores, portamuestras, etc., así como también con el manejo de las muestras. Esto ayuda a mantener el sistema de vacío limpio y evitar contaminar las muestras.
7. Los reactivos y materiales no deben ser movidos del sitio originalmente dispuesto para ellos. Si esto ocurre, deben regresarse de inmediato a su lugar.
8. No sacar ningún material que no vaya a ser utilizado.



9. Las porciones de reactivo a utilizar deben verterse en un recipiente adecuado, debidamente identificado. Los sobrantes nunca deben retomarse al frasco original.
10. Es recomendable lavar el material de trabajo tan pronto como termine de usarlo. En la mayoría de los casos, el material puede limpiarse con mayor facilidad inmediatamente después de su uso.
11. Mantener el sitio de trabajo lo mas despejado, limpio y ordenado posible.

Recomendaciones para el uso del Nitrógeno líquido (N₂)

Tener en cuenta todas las leyes y requisitos locales sobre el almacenamiento de contenedores.

1. Protección de las manos: Utilice guantes reforzados, con aislamiento térmico (para líquidos criogénicos).
Protección de los ojos: Utilice la careta o lentes de seguridad.
Protección de la piel y del cuerpo: No permitir que el líquido criogénico toque las partes sin protección del cuerpo, utilizar el delantal especial impermeable y zapatos cerrados de seguridad.
2. Transporte y almacenaje del nitrógeno deberá ser en recipientes adecuados (termos especiales para líquidos criogénicos).
3. Trabajar en ambientes ventilados, ya que de producirse una evaporación súbita del líquido, se producirá un gran volumen de gas que podría desplazar el aire del ambiente.
4. Obedezca las normas recomendadas, la hoja de datos de seguridad se encuentra ubicada junto al dewar.
5. Cuando rellene el dewar del detector, utilice un banco o escalera y un embudo para evitar salpicaduras.





Laboratorio de Microscopía Electrónica de Barrido

Especificaciones del uso y servicios del Microscopio Electrónico de Barrido Nova Nano SEM 200.

Especificaciones	Condiciones
Preparación de muestras	Realizarse con anticipación al menos 15 min antes de la cita. De lo contrario se consumirá tiempo de uso de SEM
Materiales	Los portamuestras, cintas y material necesario para la preparación son de uso exclusivo en el laboratorio. No se pueden donar.
Horario de Citas	El horario de uso del SEM para servicio interno está dividido en turno matutino de dos citas, cada una de 1 hr 45 minutos.
Frecuencia de Citas	Frecuencia de reservación están limitadas a un máximo de dos sesiones por semana por usuario. Esto depende del uso del equipo y cantidad de servicios, se dará prioridad a servicios externos y proyectos.
No. de Muestras por cita	Al programar una cita especificar el número de muestras que se desean analizar para separar el número de citas necesarias ya que solo se observarán las que se puedan dentro del horario de la cita.
Almacenamiento de Datos	Cinco minutos antes de la hora de término de cada cita se almacenarán las imágenes en una USB proporcionada por el usuario. Cada semestre se realizará la depuración de archivos.
Usuarios SEM	Únicamente la persona asignada como supervisor del equipo tiene acceso a las contraseñas de las dos PC, en caso de haber más usuarios calificados se les otorgará una licencia con uso limitado.
Licencias de Uso SEM	Para otorgar una licencia de usuario de SEM, éste deberá aprobar el curso de microscopía electrónica y contar con cierto número de horas de uso bajo supervisión del responsable de laboratorio.