

NORMAS DE USO

SERVICIO DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA

Dirección: Edif. SEGAI. Campus de Anchieta.38206 La Laguna - Tenerife

Información de contacto: Teléfono: 922318591

Correo electrónico: smesegai@ull.edu.es

Las prestaciones del **Servicio de Microscopía Electrónica** pueden ser solicitadas por cualquier investigador de la ULL (usuario interno), o miembro de la comunidad científica, así como entidades públicas o privadas (usuarios externos). Para ello deberán ser **usuarios registrados** en el Sistema Integrado de Gestión del Servicio General de Apoyo a la Investigación (SEGAI) de la Universidad de La Laguna. Para darse de alta como usuarios del SEGAI deberán realizar los pasos descritos en la página web del SEGAI (<http://www.segai.ull.es>).

El horario de atención al público será de **9.00 a 15.00 de lunes a viernes**.

El horario de prestación de servicio será de **9.00 a 14.00 de lunes a viernes**.

Para solicitar una prestación de servicio se deberá **contactar** con el personal del Servicio para concertar una entrevista, donde se concretará qué tipo de actuaciones se requieren. En base a la información suministrada, se realizará una estimación temporal y presupuestaria del trabajo en cuestión.

SOLICITUD DE LA PRESTACIÓN DE SERVICIOS

Las **solicitudes** de prestación de servicio se realizarán telemáticamente a través de la web del SEGAI (www.segai.ull.es), siguiendo los siguientes pasos:

1. Entrar en la página web del SEGAI (<http://www.segai.ull.es/services/20-servicio-de-microscopia-electronica>) con su nombre de usuario y contraseña.
2. Desde la pestaña “Solicitud de **Servicio**”, indicar el tipo de solicitud deseada en el menú desplegable, de acuerdo con la siguiente oferta:

2.1 Análisis de muestras en el SEM JEOL 6300

2.2 Análisis de muestras biológicas en TEM de 100 kV JEOL 1010

2.3 Análisis de muestras no biológicas en el TEM 200 kV JEOL 2100

2.3.1 Modo TEM

2.3.2 Modo STEM

2.3.3 Modo Difracción

En las solicitudes se indicarán el número de muestras a observar con sus correspondientes códigos, de manera que permitan la correcta identificación de cada una de ellas, especificando su composición, si se conoce, y las precauciones necesarias para su manipulación (propiedades magnéticas, estabilidad química y física, toxicidad, etc.) y almacenamiento.

En el caso de muestras que precisen de un **tratamiento previo**, éste será solicitado de acuerdo con el procedimiento indicado en 2.4.

El usuario hará una propuesta de la fecha de observación de sus muestras de entre las disponibles en el calendario de la página web del Servicio. Esta fecha estará condicionada a la necesidad o no de un tratamiento previo de las mismas.

En el caso de los estudios en el SEM y en el TEM 200 kV modo STEM, en la solicitud se incluirá además el interés de realizar el microanálisis mediante la detección de los fotones de rayos X dispersados por la muestra.

2.4 Preparación de muestras para su estudio mediante microscopía electrónica

Los diferentes procedimientos que se ofertan dependen del tipo de microscopía electrónica y de la naturaleza de la muestra:

2.4.1 SEM JEOL 6300

- **Análisis de imagen:** las muestras no conductoras tienen que ser metalizadas o recubiertas con carbono.
- **Microanálisis mediante EDX:** las muestras no conductoras sólo pueden ser recubiertas con carbono.

2.4.2 TEM 100 kV JEOL 1010

- **Inclusión de tejidos en bloques de resina,** de acuerdo con el siguiente procedimiento:
 - Fijación en glutaraldehído al 2,5 % en tampón fosfato de plomo.
 - Postfijación en tetraóxido de osmio.
 - Deshidratación en serie de alcoholes.
 - Tratamiento con acetato de uranilo en alcohol.
 - Deshidratación secuencial: en serie de alcoholes, en alcohol-acetona y finalmente en acetona.
 - Inclusión en resina con serie creciente de acetona-resina (Durcupan, Araldita/ Spurr) hasta la obtención del bloque con resina al 100 %.

En el caso de que el usuario esté interesado en que se aplique otro procedimiento, tendrá que especificarlo en el campo "Descripción", y aportar la documentación necesaria para que el personal del Servicio adquiriera la formación necesaria. Los reactivos específicos tendrán que ser suministrados por el usuario.

- **Ultramicrotomía:** obtención de cortes semifinos y ultrafinos de los bloques de resina con la muestra, preparados según el procedimiento anterior o que han sido hechos por los usuarios. El procedimiento consiste en:
 - Obtención de cortes semifinos y su recogida sobre portamuestras para su control.
 - Obtención de cortes ultrafinos.
 - Teñido con citrato de plomo o acetato de uranilo.
 - Montaje sobre rejillas.

2.4.3 TEM 200 kV JEOL 2100

- Corte en discos, pulido y adelgazamiento iónico de muestras macizas.
- Montaje sobre rejillas de suspensiones o muestras pulverulentas.

En la correspondiente solicitud se indicará el número de muestras a preparar con sus correspondientes códigos, de manera que permitan la correcta identificación de cada una de ellas, especificando su composición, si se conoce, y aquellas precauciones necesarias para su manipulación (propiedades magnéticas, estabilidad química y física, toxicidad, etc.) y almacenamiento.

2.5 Realización de visitas, prácticas docentes y prácticas de empresa

2.5.1 Visitas. El personal del Servicio presentará el equipamiento disponible y sus aplicaciones, así como las diferentes técnicas de preparación de muestras a visitantes tanto internos como externos. Se podrán realizar demostraciones si se solicitan.

2.5.2 Prácticas docentes a grupos de 8 alumnos como máximo, que serán dirigidas por el profesor responsable de la asignatura.

2.5.3 Prácticas de empresa curriculares para alumnos de grado o máster de la ULL previa firma de un convenio específico o acuerdo entre el decano de la Facultad/director del máster y la dirección del SEGAI.

En el caso de las prácticas docentes la solicitud contendrá las fechas y horarios previstos, el número de alumnos, el nombre de la asignatura, el curso y la titulación. Además se indicará el nombre y departamento del profesor responsable.

Se especificará el nombre de la práctica a desarrollar, y sus objetivos. En el caso de tratarse de una visita, se indicará que objetivo tiene.

En el caso de necesitar algún material fungible específico no disponible en el servicio para el desarrollo de la práctica, tendrá que ser proporcionado por el usuario.

El trámite de la solicitud se tiene que realizar con una **antelación** mínima de **15 días**.

Las visitas y las prácticas de empresa curriculares no generarán ningún tipo de cargo. En las prácticas docentes se considerarán los gastos de fungibles así como también la asistencia técnica del personal del Servicio.

2.6 Venta de fungibles

El SME ofrece a los usuarios el siguiente material necesario para la preparación de sus muestras de acuerdo con las tarifas vigentes:

- Portamuestras
- Rejillas
- Rejilleros

Es recomendable que, antes de hacer la solicitud, el usuario se ponga previamente en contacto con el personal del Servicio para ser asesorado en el tipo de material más adecuado a sus necesidades.

Esta solicitud también puede ser cumplimentada directamente por el usuario en el propio Servicio.

CONFIRMACIÓN DE LA SOLICITUD

El personal del Servicio confirmará la recepción de la solicitud a través de la aplicación informática del SEGAI, y le comunicará al usuario **por correo electrónico** la fecha y horarios de observación asignados.

Asignación de la fecha y hora de observación en el microscopio

La asignación de la fecha y hora de observación se realizará por el personal del Servicio según disponibilidad, por orden de recepción de la solicitud y de acuerdo con el usuario solicitante.

El tiempo máximo de observación en los microscopios por usuarios del mismo grupo de investigación se limita a 15 horas a la semana, que podrán ser ampliadas en el caso de no existir más demanda por otros usuarios.

El lunes de cada semana, el personal del Servicio revisará la asignación de tiempos de esa semana de manera que se puedan cubrir aquellos posibles huecos por los usuarios interesados.

Las fechas y horas de observación asignadas podrán ser modificadas por necesidades del Servicio (operaciones de mantenimiento y averías).

Las asignaciones de fechas y horas de observación en cada microscopio se mantendrán disponibles y actualizadas en el calendario de la página web del Servicio.

Cancelaciones

El usuario podrá cancelar sin originar ningún gasto hasta con una antelación de 48 horas de la fecha y hora de observación asignada, de manera que sea posible ofertar ese tiempo de uso a otros investigadores que lo soliciten.

Las cancelaciones comunicadas con tiempo inferior a 48 horas, implicarán la facturación de una hora de tiempo de uso del microscopio solicitado.

Los días no laborables no se tendrán en cuenta para calcular las horas de antelación.

El personal del Servicio reflejará en el calendario la disponibilidad debida a cancelaciones, para que los interesados puedan realizar la correspondiente solicitud.

CONDICIONES DE RECEPCIÓN DE LAS MUESTRAS

Las condiciones de entrega de las muestras dependen de su naturaleza y del tipo de análisis solicitado:

- Análisis de muestras biológicas y no biológicas por microscopía electrónica de barrido (SEM).

Las muestras tienen que cumplir con los siguientes requisitos:

1. Estar deshidratadas.
 2. Ser químicamente estables.
 3. Resistentes en condiciones de bajas presiones.
 4. Dimensiones: espesor inferior a 1,5 cm y, dependiendo de los portamuestras, un diámetro ≤ 1 cm ó $1 < \text{diámetro} \leq 3$ cm.
 5. Ser conductoras. En caso contrario es necesario recubrirlas con un metal o con carbono.
- Análisis de muestras biológicas por microscopía electrónica de transmisión (TEM).

Las muestras biológicas tendrán unas dimensiones inferiores a 1 mm³, y se entregarán en glutaraldehído al 2,5 % en tampón fosfato como fijador, para poder iniciar la inclusión en resinas en las instalaciones del Servicio, salvo aquéllas que requieran protocolos diferentes. Alternativamente, las muestras podrán ser suministradas ya montadas en rejillas.

- Análisis de muestras no biológicas por microscopía electrónica de transmisión (TEM).

Las muestras autoportadas (muestras macizas) tienen que tener un espesor máximo de 500 μm y un diámetro aproximado de 1-2 cm.

Las muestras que precisen ser soportadas sobre rejillas se entregarán como una suspensión (nanopartículas o muestras pulverulentas), o bien con unas dimensiones adecuadas (1-1,5 cm x 3-6 mm), para poder cortarlas en el ultramicrotomo (polímeros, materiales relativamente blandos).

En el caso de que el usuario traiga sus propias rejillas para la realización de estudios en el TEM 200 kV, éstas deberán tener una película de formvar y además estar recubierta con carbono con el fin de garantizar la estabilidad de la muestra durante el análisis.

Los requisitos de estas muestras son:

1. Estar deshidratadas.
2. Ser químicamente estables.
3. Resistentes en condiciones de bajas presiones.
4. No presentar propiedades magnéticas.

En cualquier caso, los usuarios deberán comunicar si el material enviado al Servicio presenta toxicidad o propiedades magnéticas, con fin de tomar las precauciones pertinentes.

En ningún caso el personal del servicio podrá recoger las muestras si el usuario no ha realizado previamente la solicitud de servicio.

LA PRESTACIÓN DEL SERVICIO

Tanto la utilización de la infraestructura necesaria para la preparación de las muestras como el manejo de los microscopios serán realizados por el personal del Servicio.

El tiempo estimado de tratamiento de una muestra dependerá del procedimiento aplicado, pero no superará los 15 días laborables.

Si la preparación de las muestras requiere tratamientos específicos se requerirá la colaboración de los propios usuarios.

Una vez obtenidas y digitalizadas las imágenes de las muestras y/o los resultados de los microanálisis, el personal del Servicio cumplimentará el número de horas en el registro de uso del microscopio utilizado que deberá firmar el usuario. Se tendrá en cuenta el tiempo necesario para preparar y alinear el microscopio; el tiempo mínimo de uso será 1 hora.

El usuario podrá tener acceso a sus resultados obtenidos en el servicio a través de un enlace de Google Drive que será enviado al correo electrónico que aparezca en la solicitud, y **solo se podrá acceder a los datos desde ese correo electrónico**. Los datos permanecerán en Google Drive durante un periodo de **una semana** tras el cual serán eliminados. Sin embargo, estos datos quedarán almacenados en el Servicio durante un periodo de 3 años.

El personal del Servicio se compromete a respetar la confidencialidad de los datos y resultados del usuario.

El periodo máximo de almacenamiento de muestras después de ser observadas/analizadas **no será superior a los 30 días**. Pasado este tiempo, si el usuario no las retira, serán desechadas y el SME no se hará responsable de las mismas.

CONFORMIDAD CON EL SERVICIO PRESTADO

El usuario recibirá un correo electrónico donde figurarán los datos de la prestación de servicio realizada, el tiempo de observación utilizado y el importe correspondiente. Tras la recepción de este informe, dispone de 15 días para entrar en la aplicación informática del SEGAi para dar su **conformidad** con el servicio prestado, o bien presentar una queja al personal del Servicio o una reclamación, si procede. Pasado este periodo, se procederá a la confirmación automática de la prestación de servicio realizada para que sea facturada al usuario titular.

Las sugerencias de los usuarios podrán ser enviadas a través del correo electrónico a servme@ull.es o dejadas por escrito en el correspondiente libro existente en el Servicio.


PUBLICACIÓN DE LOS DATOS OBTENIDOS

La producción científica de los usuarios internos que derive del uso del equipamiento del Servicio de Microscopía Electrónica, contendrá una referencia al SEGAI de la ULL en el correspondiente apartado de agradecimientos.

MEMORIA ANUAL DE ACTIVIDADES

Con el fin de elaborar la Memoria Anual de Actividades, el personal del Servicio les solicitará a los usuarios un listado de las comunicaciones a congresos, artículos, tesis doctorales, trabajos de fin de grado o máster, etc. que contengan los resultados de los estudios realizados en las instalaciones del Servicio de Microscopía Electrónica de la ULL.

Cualquier duda o información referente a estas normas, podrá ser planteada o solicitada telefónicamente, por correo electrónico o personalmente en el propio Servicio.

Responsable del Servicio
Fecha 08 - Junio - 2017

Fdo.: José Luis Rodríguez Marrero