

## PLIEGO DE PRESCRIPCIONES TÉCNICAS

### Expediente S.031/13

**ADQUISICIÓN DE INFRAESTRUCTURA CIENTÍFICO-TECNOLÓGICA PARA LOS SERVICIOS DE APOYO A LA INVESTIGACIÓN Y AL DESARROLLO EMPRESARIAL DE LA UNIVERSIDAD DE EXTREMADURA (SERVICIO DE ANÁLISIS Y CARACTERIZACIÓN DE SÓLIDOS Y SUPERFICIES (SACCS)) -3 LOTES-**

#### LOTE 1

**EQUIPAMIENTO MULTIESTACIÓN PARA REALIZACIÓN DE ISOTERMAS DE ADSORCIÓN DE NITROGENO Y DIOXIDO DE CARBONO PARA EL SERVICIO DE ANÁLISIS Y CARACTERIZACIÓN DE SÓLIDOS Y SUPERFICIES DE LA UNIVERSIDAD DE EXTREMADURA.**

- El equipamiento de Adsorción deberá tener al menos 6 puertos de análisis para realizar isotermas de nitrógeno de alta calidad.
- El equipamiento deberá disponer de al menos 14 puertos para realizar procesos de desgasificación, puertos cuyo sistema de vacío debe ser totalmente independiente al sistema que empleen las estaciones de análisis.
- Así mismo el sistema de manifolds entre los puertos de análisis y desgasificación deben ser también totalmente independientes entre la zona de análisis y de desgasificación.
- El equipamiento deberá tener la posibilidad mediante entradas independientes de realizar ensayos con adsorbatos distintos, poseyendo al menos 7 entradas independientes.
- Se valorará positivamente que el equipamiento disponga de alguna estación específicamente dedicada para el análisis de muestras altamente microporosas, incorporando para ello transductores dedicados para cada estación de análisis. Cada estación de microporos deberá disponer de transductores dedicados (no compartidos en el manifold) con intervalos de 1000,10 y 1 torr. Estas estaciones permitirán el análisis de muestras comenzando en presiones relativas del orden de  $1 \times 10^{-7}$  o menor.
- Se valorará positivamente la posibilidad de realizar más de un análisis simultáneo de microporos alcanzando presiones relativas de  $1 \times 10^{-7}$  o menor.
- Las estaciones dedicadas a microporos deberán incluir un sistema de vacío compuesto por bomba seca previa y bomba turbomolecular. Asimismo las estaciones de preparación de muestras específicas para muestras microporosas deberán tener un sistema equivalente de vacío pero separado e independiente.
- El equipamiento deberá constar de dos módulos totalmente independientes para la realización de isotermas, con objeto de poder realizar de forma simultánea isotermas para sistemas microporosos e isotermas de menor dificultad y duración. Constando uno de ellos de dos puertos de análisis y otro independiente de cuatro puertos de análisis.
- Los dewars deben permitir una independencia de al menos 90h sin rellenado de refrigerante.
- El equipamiento permitirá la programación de rampas de temperatura y métodos específicos que puedan guardarse en el PC. Asimismo para prevenir la contaminación, será positiva la inclusión de un sistema inteligente de desgasificación con límite de presión.
- El equipamiento dispondrá de distintos modos de programación de análisis, estableciendo las presiones relativas deseadas, incorporando nuevos puntos de forma automática si se registra una adsorción elevada o bien directamente programando dosis específicas de gas.

## PLIEGO DE PRESCRIPCIONES TÉCNICAS

### Expediente S.031/13

- El equipamiento deberá poder realizar ensayos de quimisorción en estático, al menos en dos de sus puertos, por lo que debe incluir horno hasta 1100°C y todas las modificaciones necesarias para poder trabajar en esta modalidad.
- El equipamiento debe permitir la expansión para realizar ensayos de quimisorción en flujo, TPR/TPD, TPO, quimisorción por pulsos, análisis con vapores, Conexión a espectrómetro de masas, Conexión con calorímetro para la medida de calores de adsorción, conexión a criostatos o cryocooler para evitar el gasto de refrigerantes.
- El software asociado deberá incluir una completa biblioteca de modelos DFT (Teoría de Densidad Funcional) con al menos 22 modelos distintos para carbones, zeolitas, tamices moleculares con distintas geometrías de poro y con distintos adsorbatos.
- El software asociado deberá incluir un algoritmo para la selección automática del rango lineal BET para cualquier material según el estándar ISO 9277:2010.
- El equipamiento debe realizar ensayos de ciclos de Histéresis en materiales jerárquicamente estructurados de forma automática y programable desde el software.
- Las actualizaciones de software deben ser gratuitas para toda la vida útil del equipamiento.
- El equipamiento permitirá la medida del espacio libre mediante el método clásico de Helio o mediante la calibración de celdas con adsorbato para eliminar la utilización de Helio si así se requiere.
- El equipamiento deberá tener la capacidad para automáticamente medir de nuevo el espacio libre durante el análisis, específicamente en la región de microporos para tomar en cuenta cambios de temperatura sutiles en ensayos extremadamente largos.
- Con objeto de mejoras en la productividad y la flexibilidad, el equipamiento debe tener separación física de distintos módulos, para evitar que una potencial avería pueda parar todo el sistema. Módulos: Dos estaciones de análisis con altas prestaciones para medida de microporos, Cuatro estaciones para medidas de carácter más rutinario y que también permita realizar microporos en uno de sus puertos. Y sistemas independientes de desgasificación en dos módulos de 6 estaciones cada uno.
- Se valorará la inclusión de contrato de mantenimiento para el equipamiento contemplado en el concurso.
- Se valorará la inclusión extra de repuestos clave para los equipos (materiales de referencia, filtros, herramientas de uso rutinario, racores, dewars,...etc.)
- El equipamiento debe incluir elementos que permitan realizar ensayos de adsorción de CO2 sobre distintas muestras. Así como sistema de mantenimiento de temperatura del dewar de forma automática mediante un baño termostatzado.
- El periodo de garantía para el equipamiento será de mínimo dos años.

**LOTE 2**

## PLIEGO DE PRESCRIPCIONES TÉCNICAS

### Expediente S.031/13

**EQUIPAMIENTO CIENTÍFICO COMPUESTO POR SISTEMA EDX DE MICROANÁLISIS, MANIPULADOR-EXTRACCIÓN DE LAMELAS, CÁMARA CCD PARA LA OPTIMIZACIÓN DE LAS PRESTACIONES DE UN MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN DEL SERVICIO DE ANÁLISIS Y CARACTERIZACIÓN DE SÓLIDOS Y SUPERFICIES.**

El equipamiento debe disponer de una cámara digital de entrada inferior de 4 k x 4k (reemplazando a la montada actualmente 2k x 2k) con las siguientes características:

- Acoplamiento con fibra óptica.
- Formato del CCD: 4096 x 4096 pixels
- Tamaño de píxel del CCD: 15 x 15  $\mu\text{m}^2$
- Centellador para aplicaciones de alta resolución
- Digitalización: 16 bit
- Binning: 1x, 2x, 4x, 8x
- Montada en la parte inferior del microscopio de forma axial
- Control a través del interfaz de usuario y del ordenador del microscopio.
- Chip CCD enfriado por Peltier.

El equipamiento debe disponer de un sistema de microanálisis de rayos-X para ser acoplado al microscopio electrónico de transmisión Tecnai.

El cual debe conformarse de:

- Procesador digital de pulsos con tarjetas de adquisición y la alimentación para el bias de alto voltaje que tenga capacidad de manejar hasta 50 kcps.
- Software de análisis cualitativo y cuantitativo optimizado para muestras de materiales.
- Detector de Si(Li) retirable manualmente con ventana super ultra fina para la detección de elementos a partir del berilio. Resolución  $\leq 136$  eV (medida en el MnK $\alpha$  1000 cps con una constante de tiempo de 100  $\mu\text{s}$ ). Área del detector 30  $\text{mm}^2$ .
- Portamuestras de doble inclinación y bajo fondo (background) que tenga las áreas expuestas al haz de electrones realizadas en Berilio.

El equipamiento debe poseer un sistema para la extracción de las muestras TEM preparadas con el equipo de doble haz (Omniprobe).

Dicho equipamiento debe estar compuesto de:

- Panel de control de los movimientos de la aguja extractora
- Adaptador a la cámara de vacío
- El dispositivo tiene que estar fijo en la cámara insertándose y retirándose según la necesidad
- el adaptador a la cámara de vacío.
- Holder para dos rejillas TEM.
- Formación específica en los nuevos accesorios.

El periodo de garantía para el equipamiento será de mínimo un año.

## PLIEGO DE PRESCRIPCIONES TÉCNICAS

### Expediente S.031/13

#### LOTE 3

#### SISTEMA DE PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA LA OPTIMIZACIÓN DE LAS PRESTACIONES DE UN MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN DEL SERVICIO DE ANÁLISIS Y CARACTERIZACIÓN DE SÓLIDOS Y SUPERFICIES.

- El equipamiento debe constar al menos de tres módulos: Cortadora ultrasónica para preparación de discos de 3mm, Dimpling Grinder para preparación por desgaste de zona previa para visualización por TEM y adelgazador iónico para preparación definitiva de la muestra para su visualización en TEM.

#### **Cortadora ultrasónica:**

- *Control del proceso de corte*
  - El equipo debe incorporar un dial indicador de la profundidad de corte de la herramienta, con resolución de 10µm, así como un sistema de autoterminación mediante detector de continuidad eléctrico.
- *Sistema de visión*
  - El equipo debe tener un microscopio incorporado al cabezal de corte para minimizar errores en la posición de la muestra. Debe permitir el volteo de 90º en uno de sus ejes de modo que se permita alinear la muestra con el microscopio y reposicionar la punta de la cortadora exactamente en el mismo punto.

#### **Dimpling Grinder:**

- *Control de pulido*
  - La velocidad de eliminación del material debe ser programable.
  - El control de la fuerza de pulido debe realizarse mediante un sistema de contrapesos ajustable micrométricamente.
  - El equipo debe poseer un control independiente de la velocidad de rotación del disco y del portamuestras. Así como la posibilidad de pulir hasta un grosor determinado, o retirar una cantidad específica de material de la muestra.
- *Platina de portamuestras*
  - Posibilidad de realizar un dimpling convencional o bien un área expandida transparente a los electrones mediante rotación y oscilación simultáneas de la muestra.
- *Interface de usuario*

## PLIEGO DE PRESCRIPCIONES TÉCNICAS

### Expediente S.031/13

- El equipo debe permitir la programación de procesos por panel de control.
- Durante el proceso, el equipo debe permitir la visualización en display de la velocidad de pulido, grosor de la muestra, longitud y velocidad de oscilación de la platina.
- *Visualización de la muestra*
  - El equipo debe poseer un sistema de iluminación de la muestra tanto por luz reflejada como por luz transmitida, así como un sistema de visualización mediante un microscopio óptico 40x.
- *Generalidades.*
  - El equipo debe tener dimensiones y tamaño reducido, además de permitir un manejo sencillo y práctico.

#### **Adelgazador iónico:**

- *Control de pulido*

El equipo debe disponer de dos fuentes de iones TrueFocus capaces de generar haces con control directo del diámetro sobre la muestra.

El adelgazador iónico debe disponer de dos cañones móviles cuyos ángulos de incidencia sean independientes.

El control del gas Ar debe realizarse mediante dos controladores de flujo másico, ya que este sistema permite una mayor precisión y control del proceso.

Sistema de terminación automática mediante detección por temporizador, temperatura y sistema láser (3 posibilidades de autoterminación).
- *Sistema de refrigeración*

El sistema debe disponer de refrigeración de la cámara por nitrógeno líquido, al objeto de proteger la muestra del aumento de temperatura que provoca la incidencia del haz.
- *Interface de usuario*

Módulo táctil integrado.
- *Platina de portamuestras*

El equipo debe disponer de una precámara con acceso neumático a la cámara de preparación. El objetivo de esta precámara es facilitar la transferencia de la muestra y minimizar los tiempos de incorporación en condiciones idóneas de vacío a la cámara de preparación, así como la transferencia de contaminación.

## PLIEGO DE PRESCRIPCIONES TÉCNICAS

### Expediente S.031/13

- *Visualización de la muestra*

Sistema de iluminación de la muestra tanto por luz reflejada como por luz transmitida (independientes).

Sistema de visualización mediante un microscopio óptico 40x.

Mejoras:

- Se valorará positivamente la incorporación a la oferta de equipamiento de corte y pulido para la confección de placas desde muestras de mayor tamaño.
- Se valorará positivamente la inclusión de contratos de mantenimiento del equipamiento.
- Se valorará positivamente la inclusión de repuestos y fungibles adicionales a los que ya traen los equipos.

El periodo de garantía para el equipamiento será de mínimo un año.