



# PLIEGO DE PRESCRIPCIONES TÉCNICAS QUE HA DE REGIR EN LA CONTRATACIÓN DE SUMINISTRO, INSTALACIÓN Y MANTENIMIENTO DE UN EQUIPO DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO PARA CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CON EDX Y EBSD (FEGSEM) A ADJUDICAR POR PROCEDIMIENTO ABIERTO CON PLURALIDAD DE CRITERIOS

## 1. INTRODUCCIÓN

El Instituto Madrileño de Estudios Avanzados en Materiales (Instituto IMDEA Materiales) es un Instituto de Excelencia en Ciencia e Ingeniería de Materiales creado por la Comunidad de Madrid en coordinación con universidades, centros de investigación y empresas. Constituida como Fundación sin ánimo de lucro en Noviembre de 2006 en el marco del IV PRICIT, su estructura y naturaleza jurídica están orientadas a ayudar a superar la distancia existente entre la investigación y la sociedad.

Para el normal funcionamiento y óptimo desarrollo de su actividad investigadora, se hace necesario disponer de equipamiento científico-técnico avanzado y de altas prestaciones para la caracterización microestructural de un amplio abanico de materiales estructurales y funcionales, tanto conductores como no conductores, incluyendo estudios *in situ* de los cambios microestructurales que pueden ocurrir bajo estímulos mecánicos y/o térmicos. Es por ello que se requiere la adquisición de un equipo de microscopía electrónica de barrido de emisión de campo (FEGSEM) para caracterización de materiales, tanto en alto vacío como bajo vacío, y dotado con espectroscopía de dispersión de energías (EDX) y cámara de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) (en adelante, FEGSEM). El presente pliego describe las condiciones técnicas de carácter obligatorio que tendrá que cumplir el contrato de suministro y montaje de dicho equipamiento. Aquellos licitadores cuyas ofertas no cumplan los requisitos obligatorios del presente pliego serán excluidos de la licitación.

## 2. CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS DE OBLIGADO CUMPLIMIENTO

El objeto de la contratación es la adquisición e instalación y puesta en funcionamiento de un equipo de FEGSEM en el Instituto IMDEA MATERIALES, de acuerdo con las prescripciones técnicas que figuran en el presente pliego. Se busca que este microscopio sea un instrumento versátil para poder ser utilizado en el estudio microestructural de materiales estructurales y funcionales muy diversos, tanto conductores como no conductores, con el fin de determinar magnitudes microestructurales, químicas y cristalográficas a nivel nanométrico. Es por ello que el microscopio debe incluir propuestas técnicas que permitan trabajar tanto con muestras conductoras como con muestras no conductoras sin necesidad de ser recubiertas, incluyendo varios detectores de electrones secundarios (SE) y electrones retrodispersados (BSE) compatibles con los distintos modos de uso, además de disponer de detectores para la realización de espectroscopía de energía dispersiva de Rayos X (EDS) y difracción de electrones retrodispersados (EBSD).

### 2.1. Cámara:

La cámara, con sistema de vacío libre de aceite y con modo de trabajo en bajo vacío, será de grandes dimensiones y dispondrá de un elevado número de puertos, cumpliendo las siguientes especificaciones:

- Un diámetro interno mayor que **320 mm**.
- La distancia analítica de trabajo para los **distintos modos analíticos (EDS, EBSD)** estará comprendida entre **4 y 10 mm**.
- Dicha cámara tendrá un número mínimo de **12** puertos distribuidos a lo largo de las paredes de la cámara y deberán quedar como mínimo **dos puertos libres** (tras el montaje de todos los

accesorios previstos por estas especificaciones técnicas) para la instalación de pasadores eléctricos por parte del usuario.

- El suministrador **deberá certificar la compatibilidad del microscopio y de la platina portamuestras para la instalación, operación y adquisición simultánea de imágenes de dos plataformas de ensayos mecánicos existentes** en el Instituto IMDEA Materiales para la realización de ensayos *in situ* hasta temperaturas de trabajo de 800°C:
  - Por un lado, una **plataforma de tracción-compresión de 10 kN** de fuerza fabricada por Kammrath & Weiss (<https://www.kammrath-weiss.com/en/home-en.html>). El licitador deberá certificar, en colaboración con el fabricante, la compatibilidad de la cámara y la platina portamuestras para el montaje de dicha plataforma, tanto a 0° como con una pre-inclinación de 70°, para la adquisición simultánea de mapas de EBSD.
  - Por otro lado, una **plataforma de ensayos nanomecánicos Bruker Hysitron PI87** para la realización de ensayos de nanoindentación *in situ* (<https://www.bruker.com/products/surface-and-dimensional-analysis/nanomechanical-test-instruments.html>). El licitador deberá garantizar, en colaboración con el fabricante, la compatibilidad de la cámara y la platina portamuestras para el montaje de dicha plataforma.
- Dispondrá de una cámara de infrarrojos para visualizar el interior de la cámara de muestras

## 2.2. Sistema de vacío:

- Sistema de vacío totalmente libre de aceite, que permita el intercambio de muestras en menos de **5 minutos**.
- Modo de operación de bajo vacío con presión de cámara seleccionable hasta un mínimo de 500 Pa.

## 2.3. Óptica de electrones:

- **Cátodo de emisión de campo tipo Schottky** de alta estabilidad y medida de corriente de sonda integrada.
- Sistema de detectores en la propia columna que permita la obtención de imágenes de alta resolución y alto contraste a bajos voltajes de aceleración.
- **Rango de voltaje de aceleración ajustable entre 200 V y 30 kV**, así como el control de software que permita cambiar y seleccionar de forma automática los voltajes y las condiciones de trabajo del microscopio
- El **sistema de lentes objetivo puede incorporar una lente de inmersión magnética** que permita la máxima resolución de imagen, pero, en cualquier caso, **deberá poseer un modo de trabajo con lente final electrostática libre de campos magnéticos** que permita trabajar incluso con muestras magnéticas.
- El intercambio de aperturas y/o corrientes de sonda debe ser controlado por software permitiendo el intercambio de forma automatizada para trabajar en los diferentes modos de funcionamiento del microscopio (alta energía, baja energía, con y sin lente de inmersión).
- Un modo de trabajo con **desaceleración del haz** de electrones que permita reducir el rango de **voltaje sobre la muestra hasta al menos 20 V**.
- Cada modo de trabajo debe garantizar las siguientes **resoluciones mínimas**:
  - **Resolución mínima garantizada** (con o sin lente de inmersión magnética) de:
    - **0.5 nm a 15 kV**
    - **0.8 nm a 1 kV.**
  - **Resolución mínima garantizada sólo con lente electrostática** (sin lente de inmersión magnética) de:
    - **0.9 nm a 15 kV**
    - **1.0 nm a 1 kV.**
  - **Resolución mínima garantizada en modo de bajo vacío:**

- **1.2 nm a 15 kV**
- **1.8 nm a 3 kV**

#### 2.4. Sistemas de detección:

- **Detección dentro de la lente (in-lens)** con al menos dos detectores: uno para electrones secundarios (SE) y otro optimizado para electrones retrodispersados (BSE), compatibles con el modo de bajo vacío.
- Además de los detectores in-lens para detectar electrones secundarios y retrodispersados se deberán suministrar los siguientes detectores:
  - **Detector de electrones secundarios SE convencional** Everhart-Thornley.
  - **Detector de electrones secundarios SE para bajo vacío**
  - **Detector de electrones retrodispersados BSE de estado sólido** de alto ángulo sólido de colección y alta velocidad de barrido. El detector será **multisegmento**, con al menos **5 segmentos**, pudiendo combinar las señales de distintos segmentos para optimizar el contraste topográfico y/o composicional. El detector estará montado en un brazo retráctil controlado por ordenador y deberá ser compatible con la adquisición simultánea de EDS.

#### 2.5. Modo de trabajo ECCI:

- El microscopio deberá poseer un modo de trabajo para la caracterización de defectos cristalinos mediante **ECCI (electron channening contrast imaging)**. Para ello, la columna debe permitir mantener el haz sobre un área única (con un diámetro  $< 5 \mu\text{m}$ ), mientras barre el ángulo de incidencia para la **obtención de patrones de ECP (del inglés, electron channeling patterns)**. Este modo de trabajo también es conocido como “rocking beam”. Los patrones de ECP son necesarios para la correcta orientación de granos cristalinos individuales y la visualización y caracterización de defectos cristalinos mediante la obtención de imágenes con contraste de canalización de electrones, ECCI (electron channening contrast imaging).

#### 2.6. Platina portamuestras motorizada:

- **Platina de desplazamiento motorizada** de como mínimo 5 ejes (x-y-z-rotación-inclinación) con las siguientes especificaciones:
  - **Recorrido mínimo en x-y: 110 mm x 110 mm.**
  - **Recorrido mínimo en inclinación: -4º-70º.**
  - **Recorrido mínimo en z: 50 mm.**
  - **Repetitibilidad: 3  $\mu\text{m}$ .**
- De esta forma, la platina debe garantizar la observación completa en cualquier posición de muestras de grandes dimensiones (**al menos 100 mm de diámetro y 50 mm de altura**)
- Control mediante joystick del movimiento de la platina.
- Sistema de navegación para facilitar la navegación visual entre muestras a bajos aumentos, así como el guardado y rellamada de posiciones de interés.
- Portamuestras incluidos:
  - Portamuestras universal que permita el montaje simultáneo de al menos 5 muestras de 12 mm de diámetro, incluyendo el montaje de portamuestras preinclinados y portamuestras para la observación de secciones transversales.
  - Portamuestra preinclinado para el análisis de EBSD.
  - Se valorará la inclusión de otros portamuestras no incluidos en la lista anterior.

#### 2.7. Adquisición de imágenes de gran tamaño:



- **El microscopio deberá poseer el control automático y software asociado que permita realizar imágenes de gran tamaño, hasta al menos 32k x 32k**, y resolución óptima, mediante mosaico de imágenes individuales permitiendo automatizar la toma de imágenes en zonas preseleccionadas y el porcentaje de superposición de las imágenes que forman el mosaico.

2.8. Sistema integrado de análisis químico por espectrometría de energías dispersivas (EDS) y de análisis cristalográfico por difracción de electrones (EBSD), que permita el análisis químico y cristalográfico local, y equipos informáticos necesarios la realización de las funciones que a continuación se describen con sistema operativo Windows 10. Se deben cumplir las siguientes especificaciones:

- Modo EDS:
  - **Detector de Rayos X de alta resolución** refrigerado por Peltier (sin nitrógeno líquido), con una **resolución de 127 eV o mejor en el Mn K $\alpha$  a al menos 130000 cps** (cuentas por segundo) y un **área activa mayor o igual que 40 mm<sup>2</sup>** y controladores asociados. Debe estar optimizado para permitir la detección de elementos ligeros con un número atómico superior a 4 (Be). Asimismo, debe permitir trabajar a bajos kV y bajas corrientes, y deberá estar montado en un brazo retráctil controlado por ordenador.
  - Paquete para el control del haz de electrones desde el sistema de microanálisis.
  - Software para el análisis cualitativo y cuantitativo, incluyendo, como mínimo, una licencia para el análisis off-line.
  - Software para la realización de mapas (mapping) y perfiles de líneas de distribución de elementos.
- Modo EBSD:
  - Detector de alta resolución, que consta de **cámara CMOS** para la detección de bandas de Kikuchi y de al menos **cinco diodos** montados en los bordes de la cámara para la generación de imágenes de contraste de fase y de orientación. Las especificaciones de la cámara CMOS deben cumplir:
    - **Alta sensibilidad y precisión**, incluyendo condiciones de bajo voltaje y baja corriente, optimizada para el análisis de granos sub-micrométricos, **con resolución mejor o igual que 1244 x 1024 píxeles**.
    - **Alta velocidad de adquisición (>4000 patrones indexados por segundo)**
  - **Software para la adquisición y análisis de los patrones de difracción de electrones retrodispersados (EBSD)** incluyendo la identificación de fases (en combinación con EDS), la adquisición y visualización de mapas de EBSD, la adquisición simultánea de mapas de EBSD y EDS y corrección de la deriva.
  - **Software para la visualización, indexado y análisis de los mapas** de EBSD y la generación de figuras de polos, incluyendo una licencia para el análisis off-line.
  - **Software para el cálculo de la función de distribución de orientaciones** y la visualización de las desorientaciones en el espacio de Euler.
  - **Base de datos de estructuras cristalográficas ICSD.**

2.9. Otras especificaciones y condiciones del suministro:



- **Sistema de barrido digital integrado** con resolución de hasta al menos 3072 x 2304 píxeles y rotación electrónica de  $n \times 360$  grados.
- **Sistema de captación de imágenes** en formato estándar (TIFF), con profundidad de 8-bit, 16-bit o 24-bit, y **captación simultánea de al menos 4 imágenes** de distintos detectores.
- **Sistema de grabación de películas en formato avi.**
- **Sistema de control integrado con Windows 10**, con al menos un monitor de 24 pulgadas, incluyendo interfaz gráfico de usuario controlado por un único ratón y un único teclado, así como los **paneles de control externo para controlar las funciones básicas del microscopio** (control de los haces y de la platina de desplazamiento).
- **Sistema propio de acceso remoto** para el diagnóstico interactivo.
- **El equipo o sistema se suministrará completo, incluyendo todos aquellos elementos necesarios para su correcta instalación**, puesta a punto y funcionamiento, como por ejemplo, un circuito cerrado de agua. El Instituto dispone de un compresor de aire comprimido general para su uso compartido con el resto de microscopios del laboratorio.

### 3. PLAN DE FORMACIÓN

Las empresas licitadoras tendrán que incluir obligatoriamente en sus ofertas un **plan de formación presencial** que cubra al menos **5 días**, para el personal del Instituto que incluya un módulo de formación básico y un módulo de formación avanzado sobre el manejo, mantenimiento del equipo, puesta a punto, modos de medida, tratamiento de datos, aplicaciones, entre otros, que será impartido por parte de la empresa adjudicataria. La primera parte del plan de formación se deberá llevar a cabo durante la instalación y puesta en funcionamiento del equipo en las instalaciones de IMDEA Materiales. Posteriormente, después de un periodo de funcionamiento del equipo de al menos 3 meses se deberá completar la formación con un módulo avanzado en un periodo máximo de 6 meses desde la puesta en marcha del equipo.

### 4. PLAN DE GARANTÍA Y MANTENIMIENTO OBLIGATORIO DURANTE EL PERÍODO DE GARANTÍA

El equipo dispondrá de un **plazo de garantía de al menos 1 año** a contar desde la fecha de firma del acta de recepción o superior, en caso de que el licitador oferte un incremento del plazo de garantía. En cualquier caso, la garantía debe cubrir el microscopio y todos sus componentes, accesorios y elementos auxiliares que se suministren con el mismo.

Durante el periodo de garantía las empresas licitadoras deben incluir, sin coste adicional para el Instituto, un plan de mantenimiento básico del microscopio que permita garantizar su correcto funcionamiento. En este plan de mantenimiento básico los licitadores deberán detallar específicamente las operaciones de mantenimiento previstas, así como el número de visitas preventivas y los fungibles y piezas incluidos.

Los licitadores deberán disponer de un servicio técnico especializado que, además de encargarse del plan de mantenimiento básico del microscopio, atienda las posibles incidencias o averías que puedan surgir durante el periodo de garantía. El tiempo de respuesta de dicho servicio técnico deberá ser inferior a 72 horas desde la comunicación de la incidencia por parte del Instituto. Si para la resolución de las incidencias o averías fuera necesario el desplazamiento de personal técnico especializado de la empresa al lugar donde se encuentra instalado el equipo, el tiempo de respuesta en este caso deberá ser inferior a diez días hábiles.

### 5. PLAN DE MANTENIMIENTO POSTERIOR AL PERÍODO DE GARANTÍA

Se incluirá una propuesta económica de contrato de mantenimiento preventivo/correctivo para el mantenimiento/reparación del equipo a partir de la finalización del periodo de garantía. Dicha propuesta de contrato de mantenimiento se ajustará, en la medida de lo posible, a los siguientes criterios:





Fondo Europeo de  
Desarrollo Regional

Una manera de hacer Europa

UNIÓN EUROPEA



EXCELENCIA  
MARÍA  
DE MAEZTU



Diciembre 2019 – Diciembre 2023

- Una visita preventiva anual
- Todas las visitas correctivas incluidas
- Piezas incluidas
- Actualizaciones de software incluidos
- Tiempo de respuesta: 72 horas o mejor.
- Punta de emisión de campo incluida
- Accesorios incluidos, excepto los detectores de EDS y EBSD.

La propuesta económica de este Plan de Mantenimiento se mantendrá durante los cinco años de vigencia del mismo.

## 6. PLAZO Y LUGAR DE ENTREGA, MONTAJE Y PUESTA EN MARCHA

La entrega, montaje y puesta en marcha del equipo objeto del presente contrato se realizará en un plazo máximo de **24 semanas** a contar desde la fecha de firma del contrato. Al finalizar todos los trabajos las partes firmarán la correspondiente acta de recepción. Los costes del transporte, aduanas, tasas o cualquier otro importe derivado de estas operaciones serán por cuenta de la empresa adjudicataria.

El adjudicatario deberá encargarse de la retirada de los restos de embalaje y del instrumental dentro de los plazos anteriormente señalados.

## 7. REPUESTOS Y SERVICIO POSTVENTA

El Instituto tendrá derecho a un adecuado servicio técnico y a la existencia de repuestos originales, este derecho se extiende hasta 10 años a partir de la fecha en que el producto deje de fabricarse. La empresa adjudicataria garantizará al Instituto el cumplimiento de las condiciones indicadas.