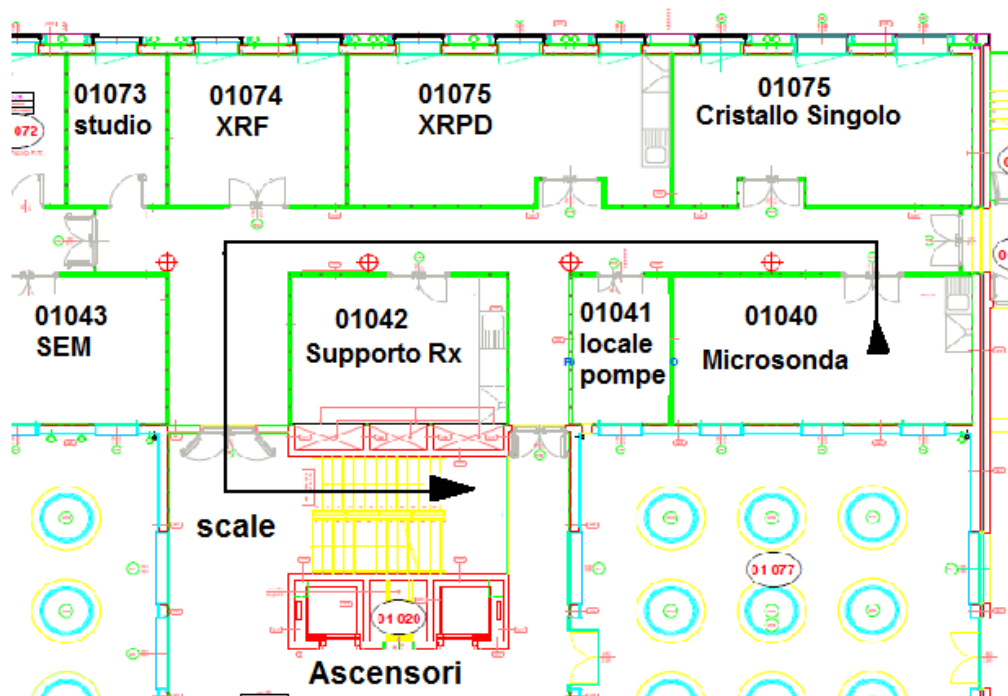


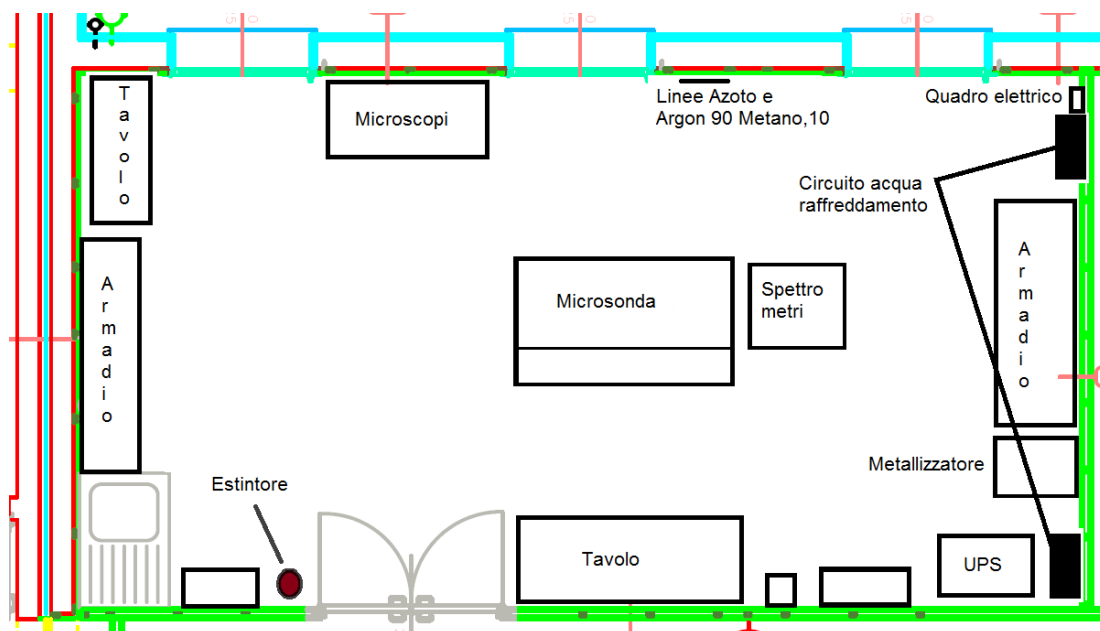
**Edificio 00272– POLO SCIENZE DELLA TERRA  
Via Gradenigo, 6 PADOVA**

**Laboratorio di Microsonda Elettronica (EMPA) cod. 01-040**

**Protocollo di comportamento  
per gli Utenti Interni**



**Il laboratorio di Microsonda Elettronica è ubicato al primo piano del dipartimento**



Il personale che frequenta il laboratorio deve rispettare le seguenti regole:

- 1) Indossare il badge identificativo
- 2) Non è possibile consumare pasti
- 3) E' vietato l'accesso alle donne in gravidanza
- 4) E' possibile accedere al lab. in presenza del personale del lab. o di un tutor
- 5) Rispettare le istruzioni riportate nel presente manuale

# Laboratorio di Microsonda Elettronica

## PROTOCOLLO DI COMPORTAMENTO

### Per gli UTENTI

#### Documentazione necessaria per operare con la Microsonda Elettronica

- Richiesta di analisi e autorizzazione firmata dal Responsabile IGG dr.ssa A.M. Fioretti
- Presa visione e sottoscrizione del Protocollo di comportamento.
- [Per gli Studenti e dottorandi: foglio di nomina del Tutore](#)
- [Per gli utenti esterni il Tutore è il personale del laboratorio](#)

Per operare con la Microsonda Elettronica è **obbligatorio essere a conoscenza:**

- dell'organizzazione del laboratorio;
- dei principi fondamentali della tecnica analitica per spettrometria a raggi X;
- dell'attività analitica
- dell'ubicazione di estintore, telefono e numeri di emergenza.
- Del comportamento da tenere in caso di emergenza
- del comportamento da tenere in caso di Black out elettrico

### E' Vietato

- Sostare nei pressi del metallizzatore durante le operazioni di metallizzazione.
- Sostare nei pressi dei contenitori di Azoto durante il travaso del liquido.
- Portarsi sul retro della microsonda

-----

# PRINCIPI BASE DELL'ANALISI IN MICROSONDA

Nell'analisi con Microsonda elettronica il campione da analizzare viene sottoposto al bombardamento di un fascio di elettroni (beam) che provoca la ionizzazione profonda dell'atomo con conseguente emissione di fotoni X caratteristici degli elementi presenti. I fotoni sono radiazioni di natura elettromagnetica caratterizzate da una data lunghezza d'onda  $\lambda$ , espressa in Å, e da una data energia E che viene espressa in eV. L'analisi della radiazione emessa consente di individuare gli elementi presenti (analisi qualitativa) e, per confronto con uno standard di composizione nota, la loro abbondanza (analisi quantitativa). L'analisi quantitativa si basa sulla relazione.

$$I_S:C_S = I_X:C_X$$

I= Intensità C = Concentrazione; S= standard X = campione ignoto

cui vengono applicati opportuni programmi di correzione che tengono conto dei vari fenomeni (ZAF) legati alle interazioni di elettroni incidenti e raggi X prodotti con la materia.

L'analisi in microsonda è "non distruttiva" (fatta salva la preparazione del campione), e "puntiforme" (pochi micron<sup>3</sup>). Nel nostro laboratorio è possibile analizzare elementi con numero atomico dal Fluoro in su. La precisione è dell'ordine dell'1% per gli elementi maggiori e del 3-5% per quelli minori.

## STRUMENTAZIONE

Il Laboratorio è dotato di una microsonda CAMECA modello SX50 (del 1991) con 4 spettrometri verticali a dispersione di lunghezza d'onda WDS (Wave Dispersive Spectrometers), dedicati all'analisi quantitativa, ed uno spettrometro a dispersione di energia EDS (Energy Dispersive Spectrometer) usato, nel nostro laboratorio, solo per l'analisi qualitativa.

## CONDIZIONI ANALITICHE

Le condizioni analitiche variano a seconda degli elementi da analizzare e della loro matrice.

Le condizioni analitiche adottate dal laboratorio variano nei seguenti intervalli:

tensione 15-25 kV

corrente d'analisi 10 – 100 nA

# Nota Informativa redatta dal SERVIZIO DI RADIOPROTEZIONE DELL'UNIVERSITA' DI PADOVA

DIREZIONE GENERALE  
SERVIZIO DI RADIOPROTEZIONE – SEZIONE FISICA



UNIVERSITÀ  
DEGLI STUDI  
DI PADOVA

via Marzolo, 3a - 35131 Padova PD  
tel +39 049 8275633 - fax +39 049 8275632  
email: [rpx.fisica@unipd.it](mailto:rpx.fisica@unipd.it)  
CF 80006480281 - P.IVA 00742430283

## UTENTI ESTERNI

La microsonda/microscopio elettronico è un apparecchio che accelera elettroni all'interno di una colonna metallica in cui è fatto il vuoto. La collisione degli elettroni con il campione da analizzare, con il supporto porta campioni e con qualsiasi altra parte interna alla struttura dell'apparecchio genera raggi X con energia massima pari a quella di accelerazione degli elettroni (valore massimo di energia 30 keV). Parte di tale radiazione può emergere dalla struttura dell'apparecchio sotto forma di radiazione di fuga.

Per le caratteristiche costruttive non è possibile esporsi al fascio diretto che rimane sotto vuoto e che viene automaticamente interrotto o isolato all'introduzione del campione.

Le misure periodiche finora effettuate all'esterno dell'apparecchiatura da parte del Servizio di Radioprotezione dell'Università non hanno mai evidenziato valori superiori a quelli determinati dal normale fondo ambientale di radiazioni. Il rischio radiologico associato all'impiego di tale apparecchio è pertanto molto modesto anche se potenzialmente non nullo.

L'intensità dell'eventuale radiazione di fuga diminuisce fortemente con la distanza riducendosi di norma a valori trascurabili già a 50 cm dall'apparecchio.

L'impiego dell'apparecchio da parte di utenti esterni deve comunque avvenire nel rispetto delle norme interne di radioprotezione espresse nel locale.

L'utente deve firmare per presa visione le note suddette.

## ATTIVITA' ANALITICA

Prima di iniziare la sessione analitica gli utenti vengono istruiti dal personale di laboratorio sia sui principi della microanalisi, sia sull'uso del software analitico.


Le operazioni consentite agli utenti sono limitate e nessun utente, per nessuna ragione può di sua iniziativa effettuare operazioni alle quali non sia stato esplicitamente autorizzato dal personale di laboratorio. **In particolare sono precluse agli utenti le operazioni di cambio campione e controllo dei parametri di calibrazione.** Per ogni dubbio l'utente deve rivolgersi sempre al personale di laboratorio.

Nel corso della sessione analitica **gli utenti:**

- usano la routine ANALYSIS ed i programmi in Excel per calcolo formula cristallografica;
- usano le manopole XYZ per spostare il campione e scegliere il punto analisi;
- non devono accedere alla finestra del programma Procomm Plus Terminal;
- verificano di continuo la qualità del dato analitico, calcolando e valutando la formula cristallografica e segnalano al personale eventuali derive sulla qualità del dato;
- Segnalano immediatamente al personale del laboratorio qualsiasi tipo di anomalia di funzionamento dello strumento (variazione di rumore) e del software analitico;
- devono lasciare libera ed agibile la zona della "console di lavoro" quando opera il personale del laboratorio per verifiche strumentali e cambio campione;

Avvertono IMMEDIATAMENTE il personale di laboratorio in caso di black out elettrico.

Gli utenti **NON devono**

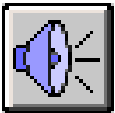
	• Prendere iniziative per risolvere eventuali problemi analitici, meccanici o informatici
	• Allontanarsi dal laboratorio per lunghi periodi senza informare il personale
	• Usare il computer per finalità diverse da quelle dell'analisi. E' vietato collegarsi ad Internet, usare altri programmi, inserire CD o floppy disk: si e' rilevato che queste operazioni possono generare situazioni di instabilità del sistema operativo (Windows) con conseguente blocco dei programmi di gestione della microsonda.
	• Appoggiare libri o altro sulla tastiera durante le pause connesse ai tempi di esecuzione dell'analisi: si' e' verificato che questo abbia causato la perdita di controllo dello strumento e danni notevoli.
	• Attaccare/staccare cavi elettrici alle prese di corrente

## COMPORTEMENTO DA TENERE IN SITUAZIONI DI EMERGENZA

Esistono due tipi di emergenze: quelle che mettono a rischio il funzionamento dello strumento e quelle che mettono a rischio la sicurezza delle persone.

**La sicurezza delle persone e' prioritaria rispetto a qualunque altra cosa.**

**Non** costituiscono "emergenza" le situazioni che semplicemente precludano all'utente di effettuare le analisi (ad esempio malfunzionamento dello strumento, blocco del software, assenza del fascio di elettroni, mancata visione del campione). In situazioni di questo tipo l'utente informa l'addetto e attende che il problema venga risolto dal personale abilitato.



### **BLACK OUT ELETTRICO (emergenza per rischio allo strumento)**

Se manca la corrente entra automaticamente in funzione un gruppo di continuità **UPS** e un **segnale acustico** indica l'avvenuta interruzione di alimentazione.

Il gruppo UPS ha una **autonomia massima di 4 minuti**, entro i quali e' necessario mettere la microsonda in condizioni di "riposo e sicurezza".

**Controllate l'ora e AVVERTIRE IMMEDIATAMENTE IL PERSONALE DI LABORATORIO**

Telefonate alla portineria (**interno 9110**) e chiedete di rintracciare urgentemente il responsabile del laboratorio o, durante le ore serali, telefonate immediatamente alla persona che vi sta seguendo e che DEVE essere reperibile.

**In attesa che arrivi il responsabile** chiudete la Vs routine di analisi

## ***Emergenza Norme di comportamento per tutto il personale***

L'allarme sarà dato mediante un'apposita sirena seguito da avviso vocale ripetuto:

🔊 **segnale acustico** della durata di circa 5 secondi;

🗣️ **messaggio vocale** come di seguito indicato

ATTENZIONE –  
EMERGENZA IN CORSO  
ABBANDONARE L'EDIFICIO  
E DIRIGERSI VERSO IL  
PUNTO DI RACCOLTA  
MANTENERE LA CALMA,  
NON SPINGERE, NON  
CORRERE, NON GRIDARE.  
E' VIETATO USARE GLI  
ASCENSORI

WARNING - EMERGENCY  
IN PROGRESS  
LEAVE THE BUILDING AND  
HEAD FOR THE MEETING  
POINT  
KEEP CALM, DO NOT  
PUSH, DO NOT RUN, DO  
NOT SHOUT.  
FORBIDDEN TO USE THE  
LIFTS

Al primo avviso TUTTI sospenderanno la propria attività, abbandoneranno il proprio posto di lavoro e si recheranno ordinatamente all'esterno dell'edificio presso il PUNTO DI RACCOLTA all'esterno della portineria. Il percorso (riportato nella planimetria del laboratorio) deve essere effettuato ordinatamente, senza correre, senza provocare il panico.

- sospendere la propria attività
- abbandonare la zona senza indugi
- **se ci si trova in locali/zone diverse dalla propria postazione di lavoro, evitare di cercare di raggiungerla ma abbandonare la zona dall'uscita più vicina**
- nell'abbandonare i luoghi di lavoro non devono essere portati al seguito oggetti voluminosi, ingombranti o pesanti (borse, notebook, ombrelli, ecc)
- aiutare i colleghi disabili o altre persone in difficoltà
- nel caso in cui non fosse stato possibile soccorrere e/o aiutare persone infortunate o in difficoltà, provvedere a segnalare la loro presenza e localizzazione agli addetti all'emergenza che provvederanno a prestare gli opportuni soccorsi
- **uscendo dalla stanza lasciare la luce accesa e chiudere la porta**
- **NON** usare gli ascensori o i montacarichi
- percorrere le vie di fuga, seguendo l'apposita segnaletica, ordinatamente, senza correre, urlare e/o generare panico
- evitare se possibile di parlare durante l'evacuazione per favorire le comunicazioni tra gli addetti alla gestione dell'emergenza e per udire gli eventuali ulteriori messaggi vocali
- defluire velocemente dalle uscite di sicurezza seguendo l'apposita segnaletica
- qualora la via di fuga sia chiusa da porte allarmate, aprite la porta senza preoccuparvi dell'innesco dell'allarme
- **NON tornare indietro** per nessun motivo
- raggiungere il punto di raccolta e rimanere uniti
- non lasciare il punto di raccolta fino a quando il Coordinatore non decreta la fine dell'emergenza
- verificare l'eventuale assenza di colleghi e segnalarla agli addetti all'emergenza
- chiunque rimane intrappolato deve segnalare in ogni modo la sua posizione
- in caso di incendio, se si rimane intrappolati in un locale si deve chiudere la porta e sigillare le fessure possibilmente con panni bagnati (anche i propri indumenti)
- tutte le porte di accesso a scale protette e/o a prova di fumo, dopo l'utilizzo, devono rimanere chiuse
- non rientrare nell'edificio fino a quando il Coordinatore non decreta la fine dell'emergenza

# Laboratorio di Microsonda Elettronica

Laboratorio dichiarato dal Servizio di Radioprotezione come **zona sorvegliata** ai sensi dell'art.80 del D.L. 230/95.

Ai sensi del **D.L. 81/2008** il sottoscritto/ la sottoscritta .....  
(in stampatello)

- laureando/a
- dottorando/a
- borsista
- ricercatore
- altro .....

**DICHIARA** di aver **preso visione**

- (1) del **D.L. 81/2008** riguardante il miglioramento della sicurezza e della salute dei lavoratori sul luogo di lavoro;
- (2) della nota informativa redatta dal SERVIZIO di RADIOPROTEZIONE dell'Università di Padova
- (3) dell'ubicazione della cassetta di pronto soccorso e degli estintori;
- (4) dei principi fondamentali delle tecniche analitiche in uso nel laboratorio;
- (5) delle norme di sicurezza che devono essere applicate nell'esecuzione del normale lavoro di laboratorio;
- (6) della condotta da tenere in caso di incendio o in caso di emergenza;
- (7) del protocollo di comportamento del laboratorio di microsonda.

**Dichiara**, inoltre, di essere stato/a informato/a su tutti i rischi connessi all'impiego delle procedure analitiche o sperimentali e all'uso delle relative apparecchiature, e di conoscere i comportamenti da tenere in caso di incidente legato alle medesime.

Firma del dichiarante .....

Padova,.....





**Consiglio Nazionale delle Ricerche**  
**ISTITUTO DI GEOSCIENZE E GEORISORSE**  
**SEZIONE DI PADOVA**

c/o DIPARTIMENTO DI MINERALOGIA E PETROLOGIA DELL'UNIVERSITA' DI PADOVA  
C.so Garibaldi,37 - 35137 PADOVA (Italy)

## **Ordine di Servizio**

Al Prof. / Dott. \_\_\_\_\_

### **Oggetto: Nomina del "Tutore" ai sensi del D.L. 81/2008**

In riferimento al D.L. n° **81/2008**, la S.V. è nominata "Tutore" del Sign. / Dott. \_\_\_\_\_; sotto la responsabilità della S.V. questi dovrà essere formato ed informato su tutti i rischi connessi all'attività di ricerca svolta sotto la guida e/o su richiesta della S.V.; inoltre, il medesimo dovrà essere istruito sull'uso delle apparecchiature e sulle procedure analitiche o sperimentali legate a dette attività, nonché sui comportamenti da tenere in caso di incidente legato alle medesime.

Il Direttore  
Dr.ssa Anna Maria Fioretti

Per accettazione, il "Tutore" \_\_\_\_\_

Per presa visione e ricevuta formazione ed informazione

Il Sign. / Dott. \_\_\_\_\_

In allegato: copia del documento di Identità N° \_\_\_\_\_