C.N.E.A. Biblioteca
ARCHIVO PUBLICACIONES
Nº 2 AÑO 1974

09.74.05

PMM/A-155

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

DECIMO CURSO PANAMERICANO DE METALURGIA

Dentro del Programa Multinacional de Metalurgia
(Programa Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico-OEA)

OPERACION DEL MICROSCOPIO ELECTRONICO PHILIPS EM 300

N.J. Marcone y M. Ipohorski

Buenos Aires-Argentina
-1974-

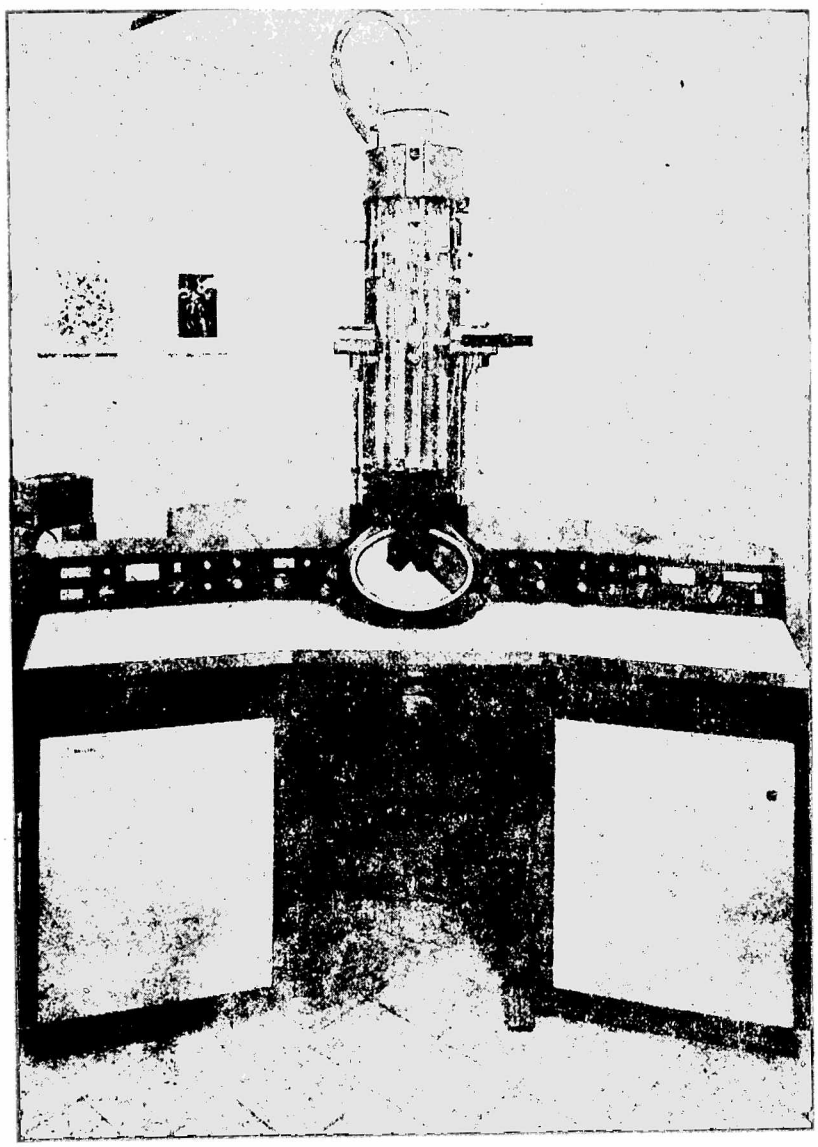


Fig. 1.- Vista general del microscopio Philips EM 300 instalado en el Departamento de Metalurgia. La tensión de aceleración puede variarse entre 20 y 100 kV, y la resolución máxima del instrumento es de 3.5 A.

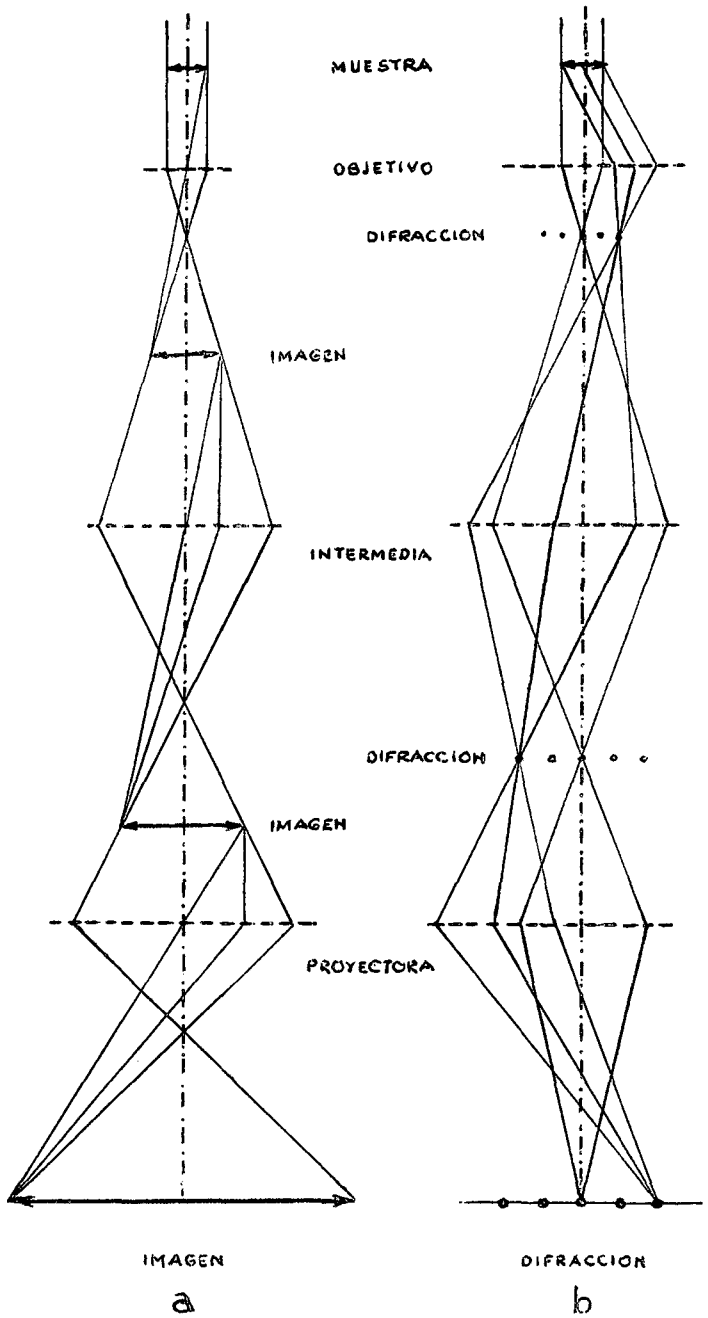


Fig. 2: Esquema de formación de la imagen (a) y del diagrama de difracción en un microscopio electrónico moderno. En la figura (a) se indican las trayectorias reales de los electrones, así como la construcción de imágenes por medio de rayos principales de acuerdo a la óptica geométrica. Nótese además que las trayectorias de los electrones son las mismas hasta la lente intermedia. La variación de la potencia de ésta última es la que hace aparecer en la pantalla de observación la imagen electrónica de la muestra o su diagrama de difracción correspondiente.

OPERACION DEL MICROSCOPIO ELECTRONICO PHILIPS EM 300

N.J. Marcone* y M. Ipohorski*

El objeto del presente trabajo, complemento de los apuntes "Microscopía Electrónica - Teoría Cinemática de la Difracción" es familiarizar al usuario con el funcionamiento básico del microscopio electrónico Philips EM 300 instalado en el laboratorio. Este instrumento, cuya resolución máxima es de 3.5 Å, cuenta con una serie de accesorios diseñados específicamente para la observación de láminas delgadas cristalinas.

A través de una serie de fotografías se muestran los paneles de control del microscopio, así como la disposición de las distintas aperturas y controles de desplazamiento y rotación de las muestras. Se describen las distintas portamuestras y el uso particular de cada una de ellas. También se describe brevemente el dispositivo adicional que convierte al instrumento en una cámara de difracción de alta resolución.

Finalmente, en los Apéndices se indican las secuencias de distintas operaciones del microscopio, que incluyen encendido del microscopio, obtención de la imágen, difracción por un área selecta, obtención de fotografías y apagado. Todos estos datos se refieren específicamente al microscopio electrónico Philips EM 300.

---

* Comisión Nacional de Energía Atómica

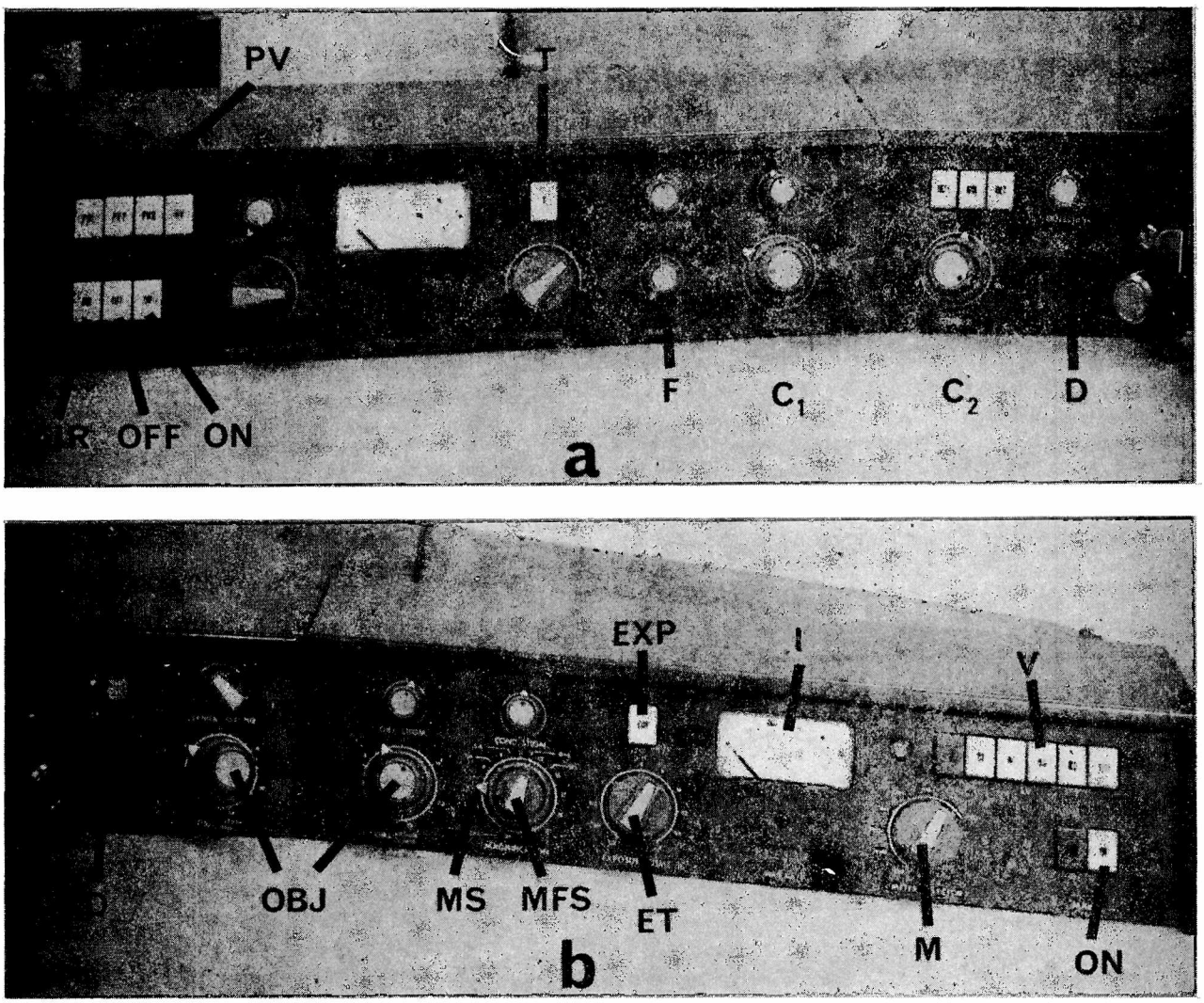


Fig. 3.- a) Panel principal izquierdo.
PV : indicadores luminosos del ciclo de vacío. De izquierda a derecha: PVL, PV1, PV2, HV.
T : Traslación de las placas fotográficas
F : Control de filamento
D : Control de deflección del haz
b) Panel principal derecho.
D : Control de deflección del haz
EXP: Exposición
ET : Control de tiempo de exposición
I : Instrumento de medición
M : Llave selectora del instrumento I
V : Teclas selectoras de la alta tensión

SISTEMA DE VACIO. PRECAUCIONES.

El sistema de vacío del microscopio electrónico Philips EM 300 está provisto de una serie de mecanismos de seguridad para proteger al equipo de posibles usos indebidos. Pero aún así es muy importante conocer el significado de los distintos indicadores situados en los paneles de control del instrumento.

Al presionar el botón "ON" del panel derecho, fig. 3(b) generalmente comienza también a funcionar el sistema automático de vacío del equipo. Si ésto no sucede, es necesario presionar el botón "ON" del panel izquierdo, Fig. 3(a). Un sistema de cuatro botones luminosos que permanecen apagados cuando el vacío es correcto indica las distintas secuencias en todo el sistema de evacuación de la columna.

PVL : Encendida, indica que está funcionando la bomba mecánica.

PV1 : Encendida, indica que el tanque de reserva y la bomba difusora están siendo evacuados por la bomba mecánica. Si durante el uso del microscopio se enciende esta luz, es necesario hacer funcionar la bomba mecánica mediante el botón "ON" del panel izquierdo, para mejorar el vacío en el tanque de reserva.

PV2: Encendida, indica que la columna está siendo evacuada por medio de la bomba mecánica. También se enciende cuando se hace entrar aire a la columna.

HV : Encendida, indica que el vacío en la columna no es suficiente para conectar la alta tensión, o que no está abierta la válvula entre la columna y la bomba difusora.

Si se enciende la luz del botón "ON" del panel izquierdo, es porque no hay suficiente presión de agua para la refrigeración del microscopio, o porque se interrumpe la corriente en el circuito de calefacción de la bomba difusora. Para hacer entrar aire a la columna, se presiona el botón "OFF" y luego el botón "AIR" del panel izquierdo, Fig. 3(a).

Una vez apagadas todas estas cuatro luces, el vacío dentro de la columna del microscopio es suficiente para conectar la alta tensión. Sin embargo al introducir el portamuestras, penetra también dentro de la columna un cierto volumen de aire, y se enciende el botón "HV". Normalmente el vacío se recupera en un minuto, pero en caso contrario conviene apretar el botón

"ON" del panel izquierdo y esperar que se realice nuevamente todo el ciclo de vacío.

La colocación de cualquier portamuestras dentro de la columna debe realizarse con toda suavidad. Si por algún motivo se nota alguna dificultad en la operación, no es conveniente forzar el mecanismo, puesto que ello puede ocasionar mayores inconvenientes.

Después de oprimir el botón que conecta la alta tensión, ver Apéndice, no conviene calentar el filamento hasta que la aguja indicadora de la alta tensión no indique el valor del voltaje seleccionado. De la misma manera una vez que el filamento llega a la saturación (máxima emisión) no conviene aumentar la corriente que atraviesa el filamento, ya que solamente se acortaría la vida útil del mismo, sin ningún aumento en la iluminación de la muestra.

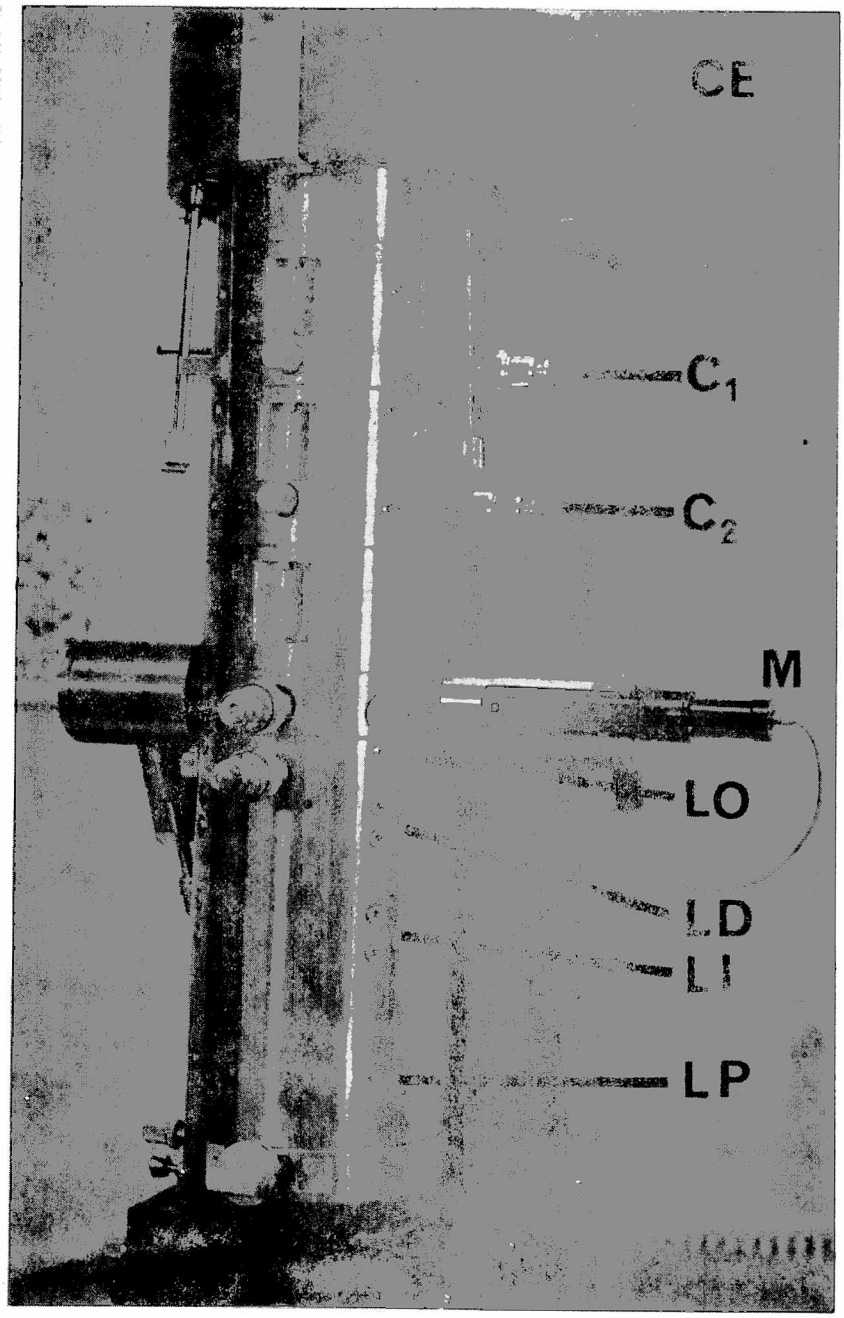


Fig. 4.- Vista de la columna del microscopio electrónico Philips EM 300.

CE : cañón electrónico
C_1 y C_2: condensadores
M : portamuestras

LD : lente objetivo
LD : lente de difracción
LI : lente intermedia
LP : lente proyectora

CAÑON ELECTRONICO Y COLUMNA DEL MICROSCOPIO

En la fig. 4 se muestra la fuente emisora de electrones, o cañón electrónico CE, situada en la parte superior de la columna del microscopio electrónico Philips EM 300. Esta consiste en un filamento de tungsteno calentado al rojo blanco por medio de una corriente eléctrica, un electrodo auxiliar llamado cilindro de Wehnelt, y un ánodo acelerador cuyo potencial puede variarse entre 20 y 100 kV, a intervalos de 20 kV. El haz electrónico así obtenido es colimado por un sistema de dos lentes condensadoras, C_1 y C_2 en la Fig. 4, incidiendo finalmente sobre una zona de la muestra M en la misma figura. La lente objetivo, LO en la Fig. 4, aumenta la imagen electrónica unas 100 veces, y ésta es aumentada posteriormente por la lente de difracción LD, la lente intermedia LI, y la lente proyectora LP. La imagen se hace finalmente visible en la pantalla fluorescente de observación. El microscopio Philips EM 300 incluye dos lentes intermedias posteriores a la lente objetivo. Sin embargo, según sea la magnificación final deseada, pueden funcionar ambas simultáneamente o solamente una de ellas. En general se suele denominar como "lente intermedia" a cualquiera de las dos.

En la fig. 5 se muestra en forma más detallada las perillas correspondientes a las aperturas de objetivo y difracción.

La apertura de objetivo se introduce para:

a) eliminar los haces difractados y dejar pasar solamente el haz transmitido a través de la muestra (campo claro);

b) seleccionar uno de los haces difractados para obtener una imagen denominada de campo oscuro.

La apertura de objetivo se introduce girando y presionando la perilla mayor O y se centra mediante las perillas menores O_x y O_y.

La apertura de difracción desliza sobre el plano I_1 donde se forma la primer imagen de la muestra dada por la lente objetivo. El microscopio Philips EM 300 incluye una apertura de difracción cuyo tamaño puede variarse mediante la perilla más pequeña D_A, fig. 5. La segunda perilla D_x junto con la D_y en la misma figura, corresponde a los movimientos x e y de centrado de la apertura para obtener el diagrama de difracción por un área selecta (ver Apéndice). Mediante giro y una presión de la perilla mayor D, se introduce la apertura de difracción en la columna del microscopio.

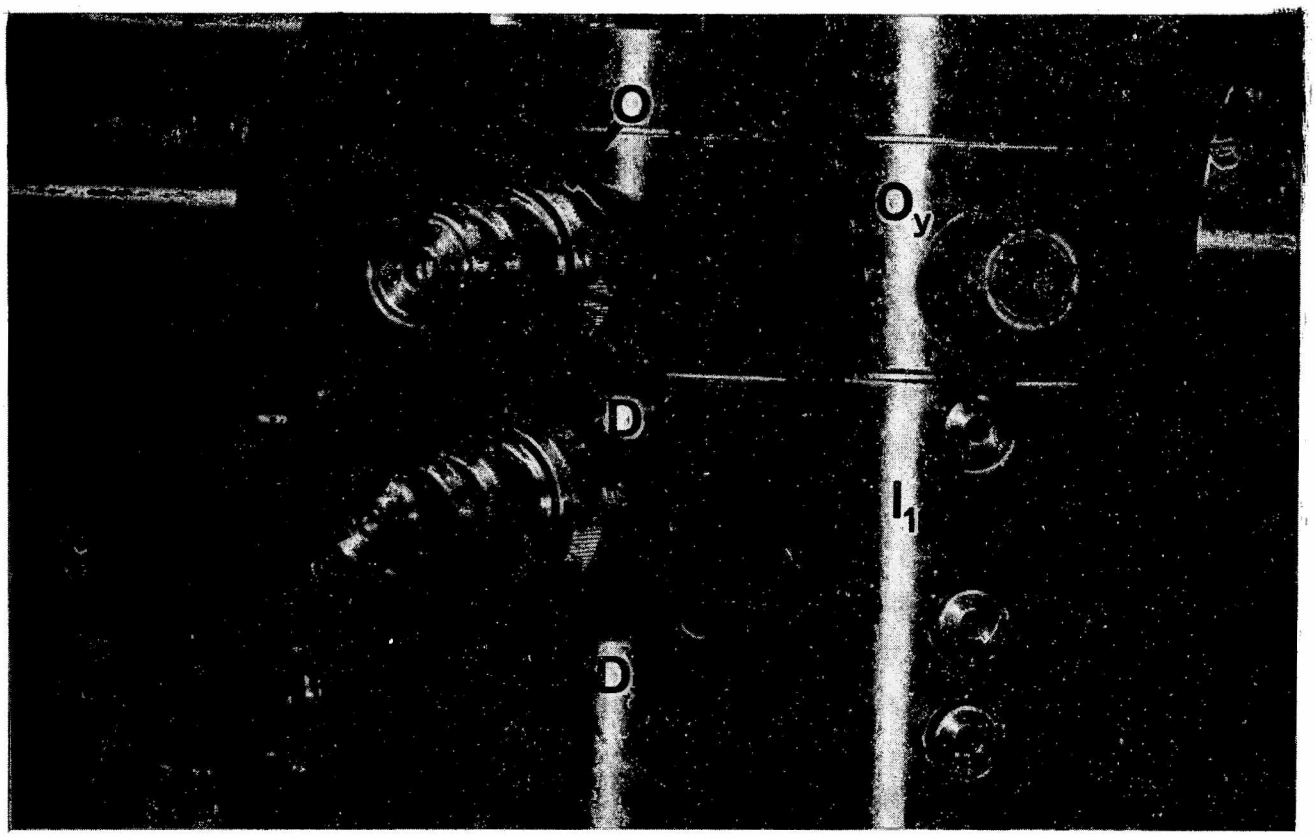


Fig. 5.- Detalle de la parte central de la columna, y de los controles de las aperturas.

O : perilla para introducir la apertura de objetivo
O_x, O_y: perillas de centrado
D : perilla para introducir la apertura de difracción
D_x, D_y: perillas de centrado
D_A : perilla de control de las dimensiones de la apertura de difracción
I_1 : plano donde se forma la primer imagen dada por la lente objetivo.

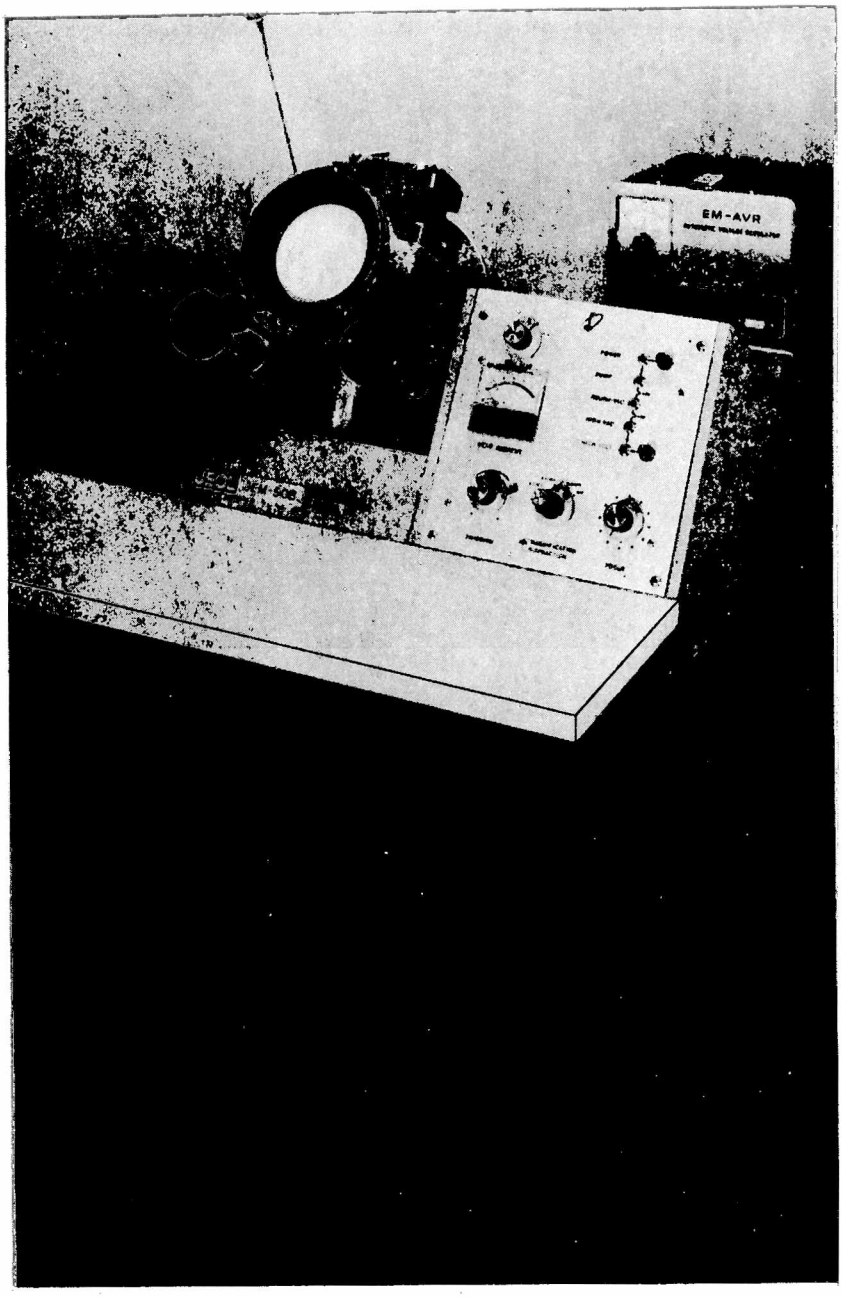


Fig. 6.- Vista general del microscopio electrónico JEOL-50B cuya tensión de aceleración es de 50 kV. La resolución máxima del instrumento es de 100 Å.

DISPOSITIVO DE DIFRACCION DE ELECTRONES DE ALTA RESOLUCION

En la fig. 7 se muestra el dispositivo de difracción de electrones montado en la columna del Microscopio Electrónico Philips EM 300. Esta unidad auxiliar convierte al instrumento en un difractómetro de electrones de alta resolución. Se pueden observar en el mismo láminas delgadas por transmisión, o muestras en polvo o láminas policristalinas por difracción rasante sobre la superficie. El dispositivo permite una serie de movimientos y desplazamientos de la muestra, controlados desde el exterior. La longitud de la cámara de difracción es igual a

$$L = 353.5 \text{ mm}$$

y no varía con las condiciones de operación del microscopio, puesto que no existe ninguna lente entre la muestra y la pantalla de observación. Todas las lentes del microscopio se utilizan solamente para producir un haz muy fino de electrones que incide sobre la muestra. Los detalles de operación de este dispositivo de difracción están descritos en una publicación anterior del laboratorio.

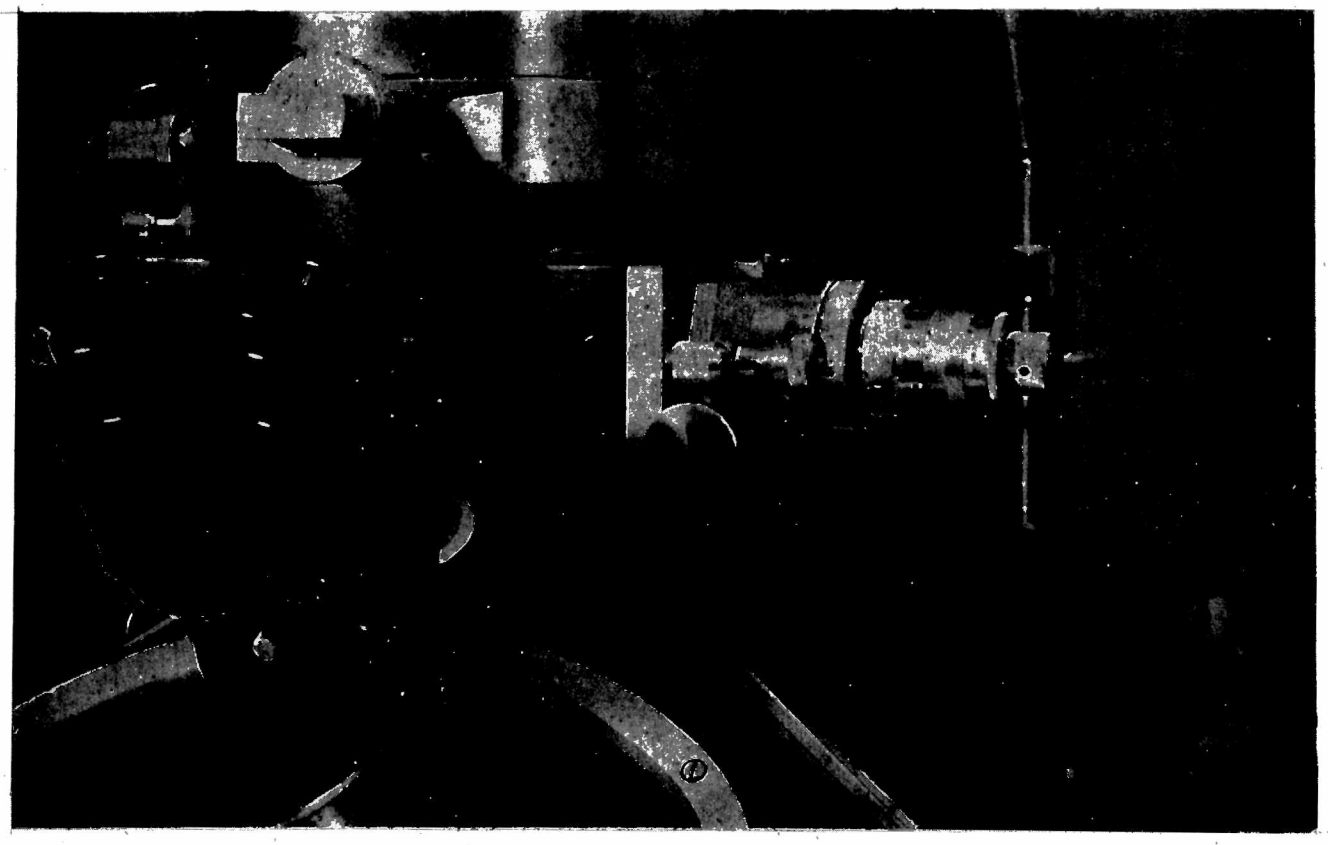


Figura 7

Dispositivo de Difracción de Electrones de Alta Resolución colocado en la columna del microscopio electrónico Philips EM 300.

PORTAMUESTRAS DISPONIBLES PARA LA PLATINA GONIOMETRICA

1) Portamuestras con un sistema de sujeción de la muestra mediante un aro metálico y un resorte, fig. 8(a). Se recomienda para muestras magnéticas. Permite solamente una inclinación de la muestra según el eje del portamuestras.

2) Portamuestras de rotación, fig. 8(b). La muestra se sujeta a presión mediante un aro de tungsteno. Permite la rotación de la muestra en 360° sobre su propio plano, y además una inclinación respecto del eje del portamuestras en ± 60°. Esta última se reduce a ± 45°, con el sistema de anticontaminación. Además la platina goniométrica dispone de un sistema de desplazamiento vertical que permite colocar cualquier zona de la muestra sobre el eje de inclinación. Mediante este ajuste la zona observada permanece dentro de la pantalla de observación al variar la inclinación.

3) Portamuestras de Doble Inclinación, fig. 8(c). La muestra puede inclinarse según dos ejes perpendiculares entre sí. Uno de ellos es coincidente con el eje del portamuestras y la m¿axima inclinación es de ± 30°. Según el otro eje, la inclinación máxima posible es de ± 30°, reduciéndose a ± 25° con el sistema de anticontaminación. El espesor de la muestra, sujetada mediante un aro de tungsteno, no puede ser mayor que 0.3 mm. Además, para introducir o retirar este portamuestras dentro de la columna, es necesario que el indicador según el eje perpendicular esté en la posición 122.

4) Portamuestras de Calentamiento, fig. 8(d). Permite el calentamiento de la muestra durante las observaciones, hasta una temperatura máxima de 1000°C. La unidad de control de temperatura contiene la fuente de alimentación de la resistencia de calefacción, y un circuito de medición de la tensión generada por una termocupla soldada al borde del portamuestras. Las muestras se montan entre dos aros metálicos para mejorar el contacto térmico con el soporte. La velocidad máxima de calentamiento es de unos 400°C por minuto. Es conveniente usar el sistema de anticontaminación para retener las posibles evaporaciones de la muestra. El portamuestras de calentamiento no puede sacarse de la columna del microscopio si la temperatura es mayor que unos 100°C.

5) Portamuestras de Enfriamiento, fig. 8(e). El soporte portamuestras es enfriado por un conductor de cobre en contacto con nitrógeno líquido. El caudal puede controlarse desde el exterior permitiendo aumentar o disminuir la circulación de nitrógeno líquido a través del circuito de enfriamiento. Fig. 9. Una termocupla soldada al soporte portamuestras permite conocer en todo momento la temperatura de la muestra.

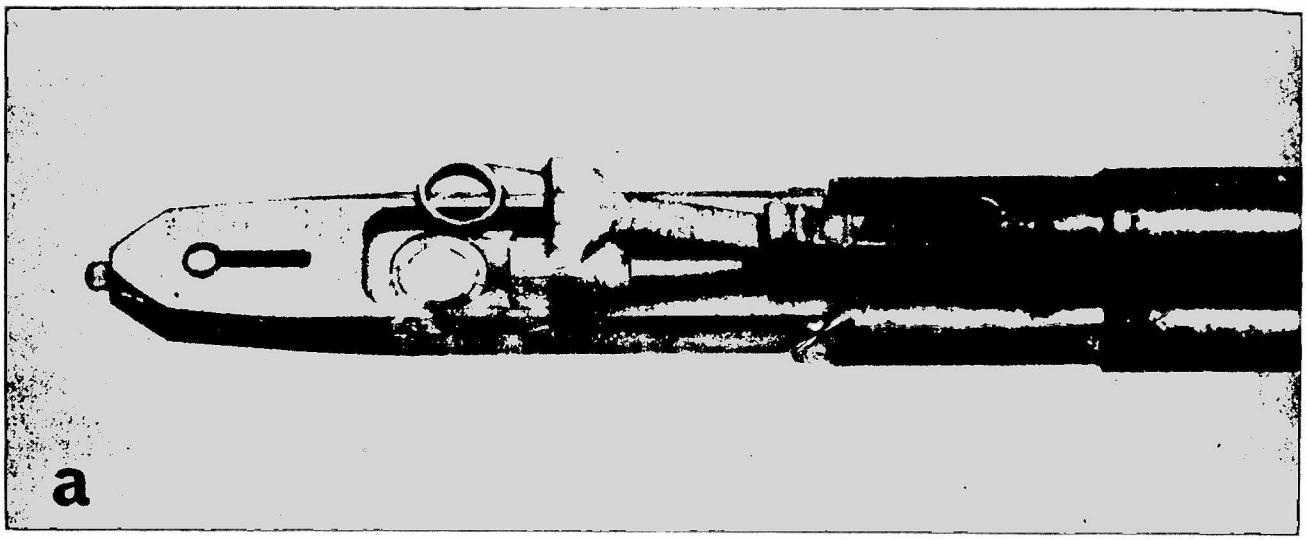
   Se utiliza la misma unidad de control del portamuestras de calentamiento.

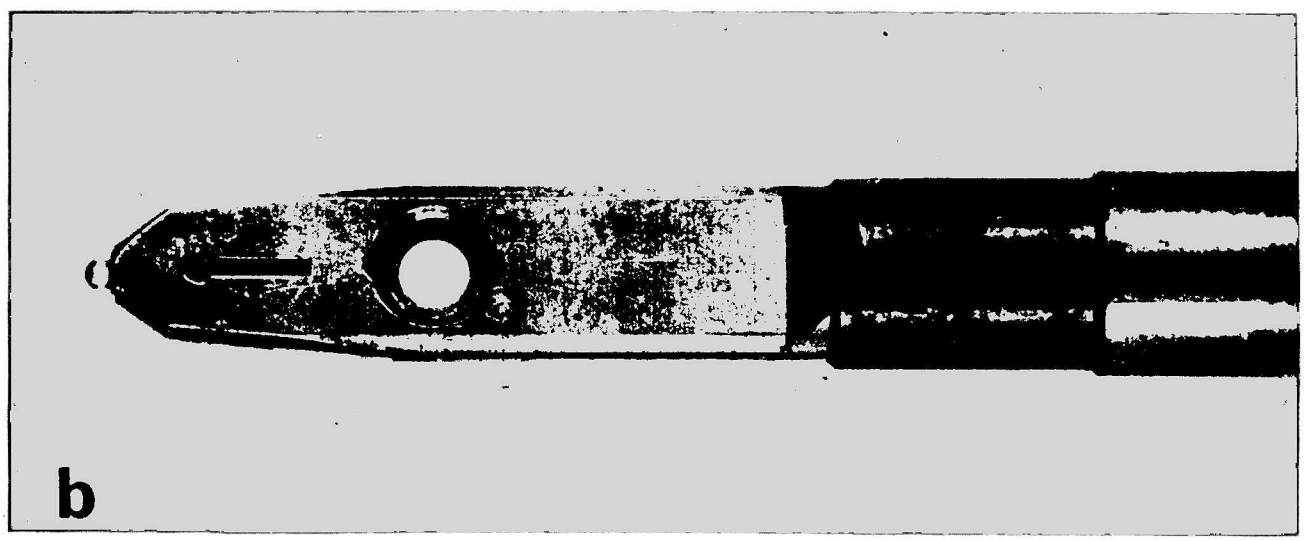
6) Portamuestras de Tracción, fig. 8(f) . Permite traccionar la muestra durante las observaciones. La muestra, que debe tener una forma adecuada, se fija a dos soportes. Uno de ellos es móvil, y su desplazamiento puede controlarse desde el exterior, siendo su máximo recorrido de 2.5 mm. Las velocidades de tracción pueden variarse entre 0.5 y 5 μ /seg.

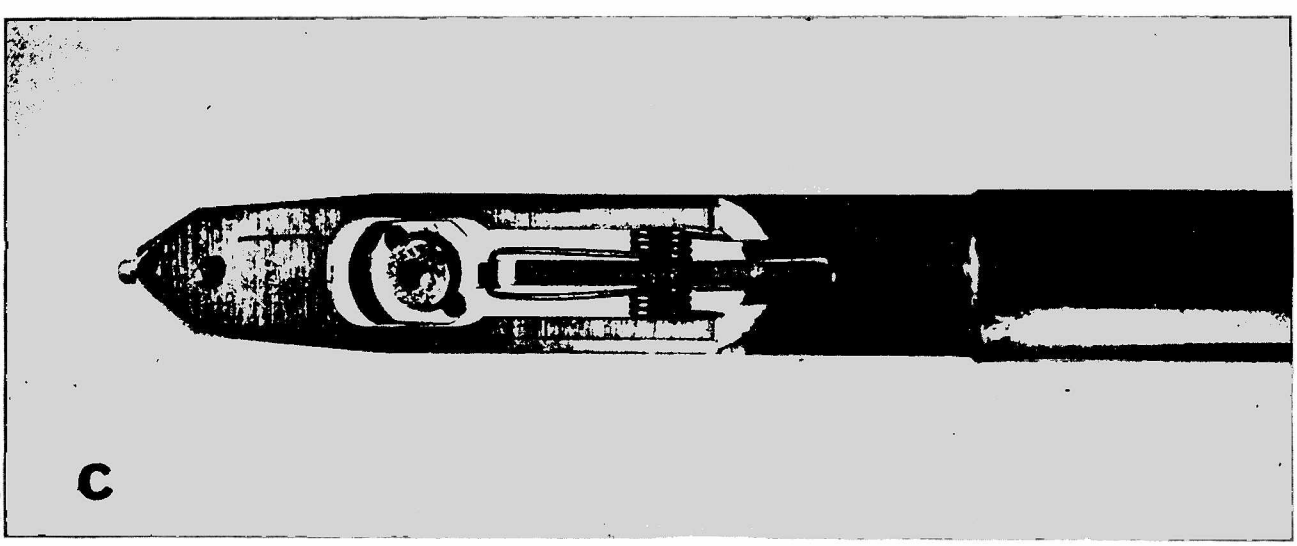
7) Portamuestras para Difracción Rasante, fig. 8(g). Se utiliza para observar diagramas de difracción de muestras masivas, y también para obtener imágenes por reflexión. La muestra se puede rotar en su propio plano en 360°. Sus dimensiones no deben sobrepasar los 5 mm de diámetro y 1 mm de espesor.

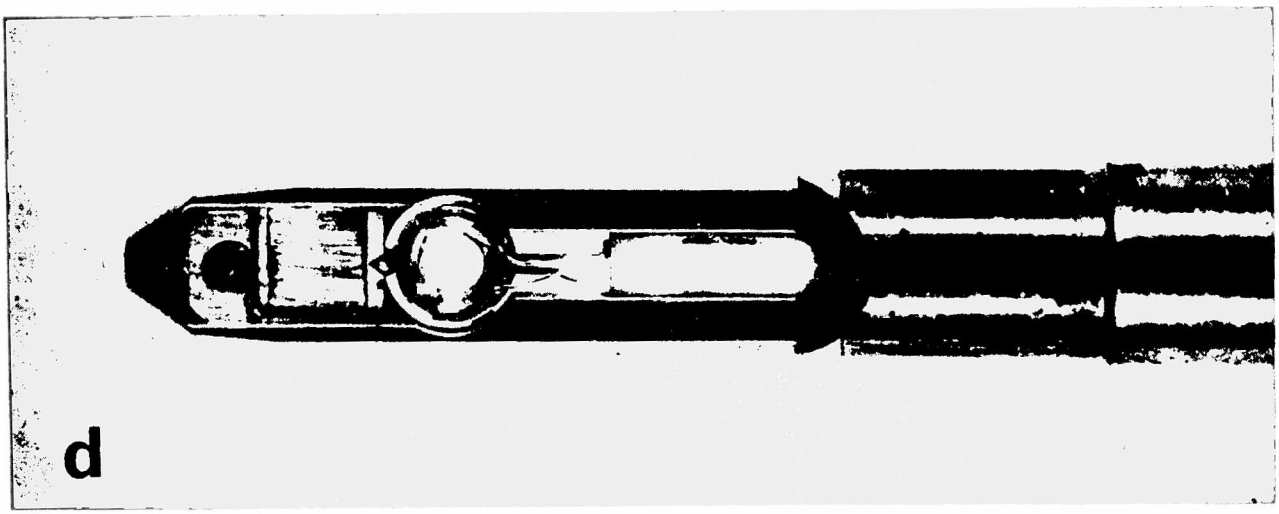
PORTAMUESTRAS PARA LA PLATINA DE ALTA RESOLUCION

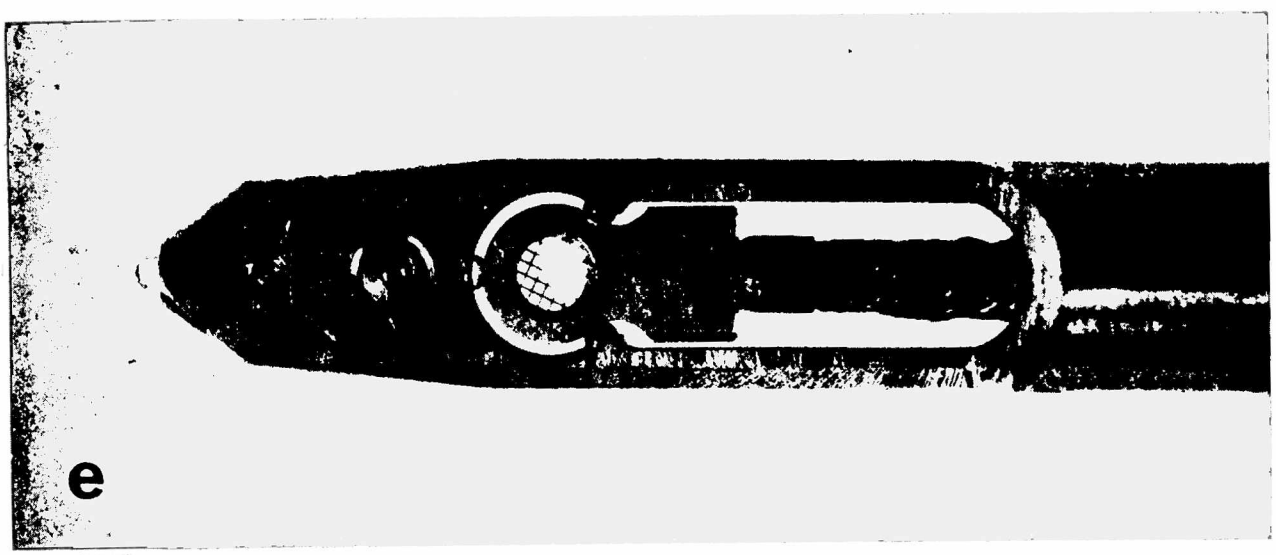
En la fig. 10(a) se muestra el sistema de sujeción del portamuestras para la platina de alta resolución. En la fig. 10 (b) se puede ver que el extremo del portamuestras se desprende y queda colocado en la columna del microscopio. De esta manera se disminuyen las posibles vibraciones de la muestra.

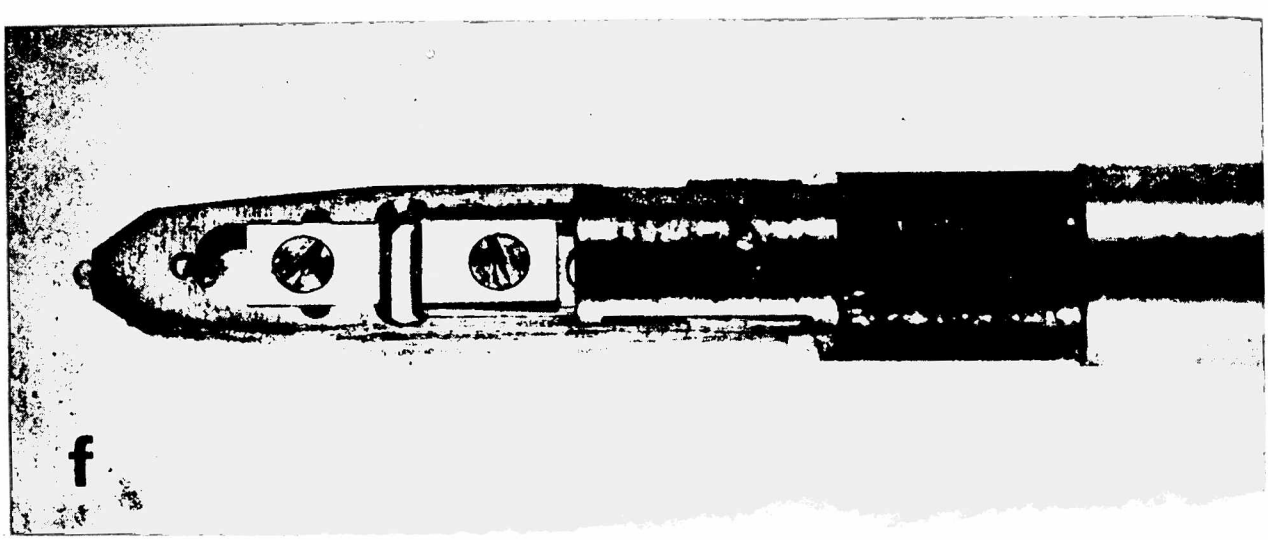

a


b


c


d


e


f

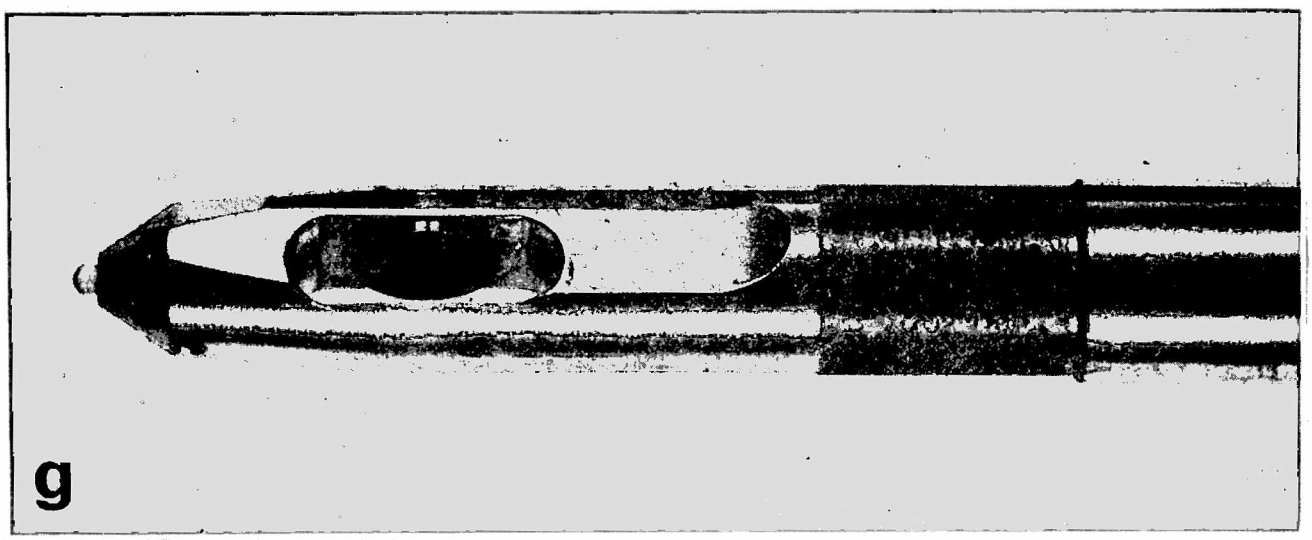


Fig. 8 - Portamuestras disponibles para la platina goniométrica del microscopio Philips EM 300.

a) Portamuestras fijo.
b) Portamuestras de rotación.
c) Portamuestras de Doble Inclinación.
d) Portamuestras de Calentamiento.
e) Portamuestras de Enfriamiento.
f) Portamuestras de Tracción.
g) Portamuestras de Difracción Rasante.

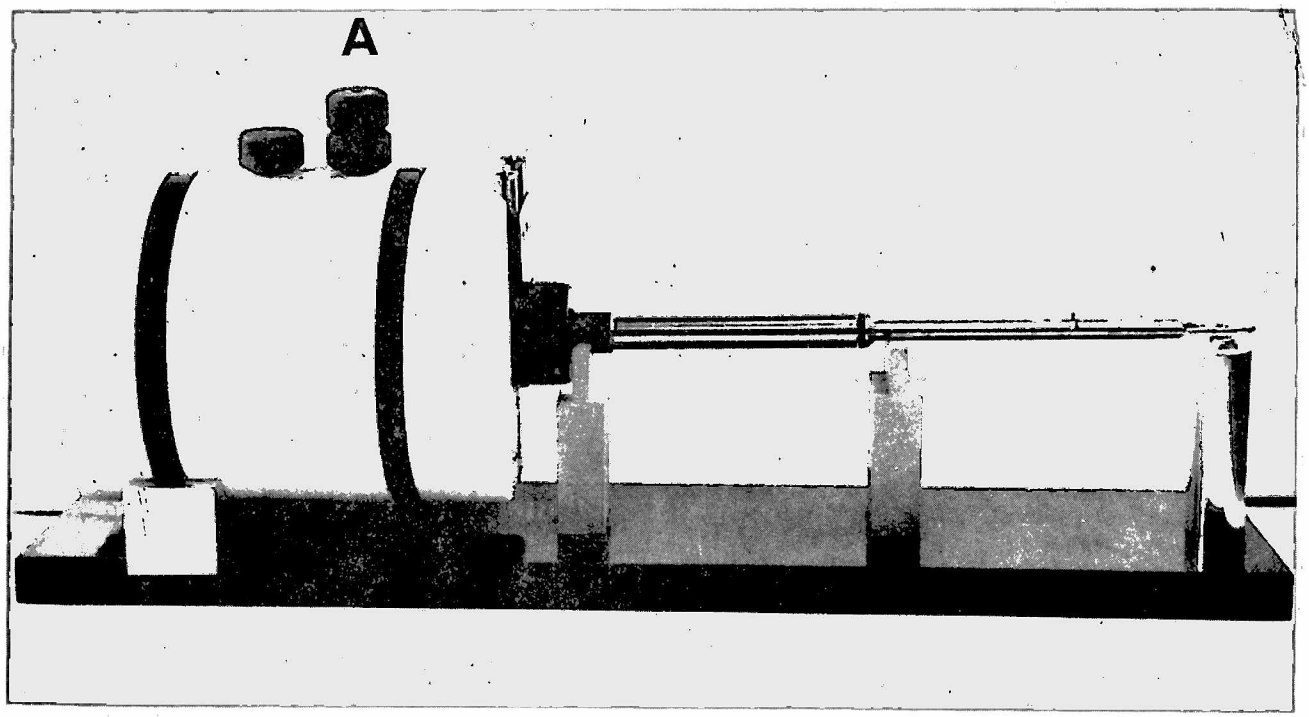
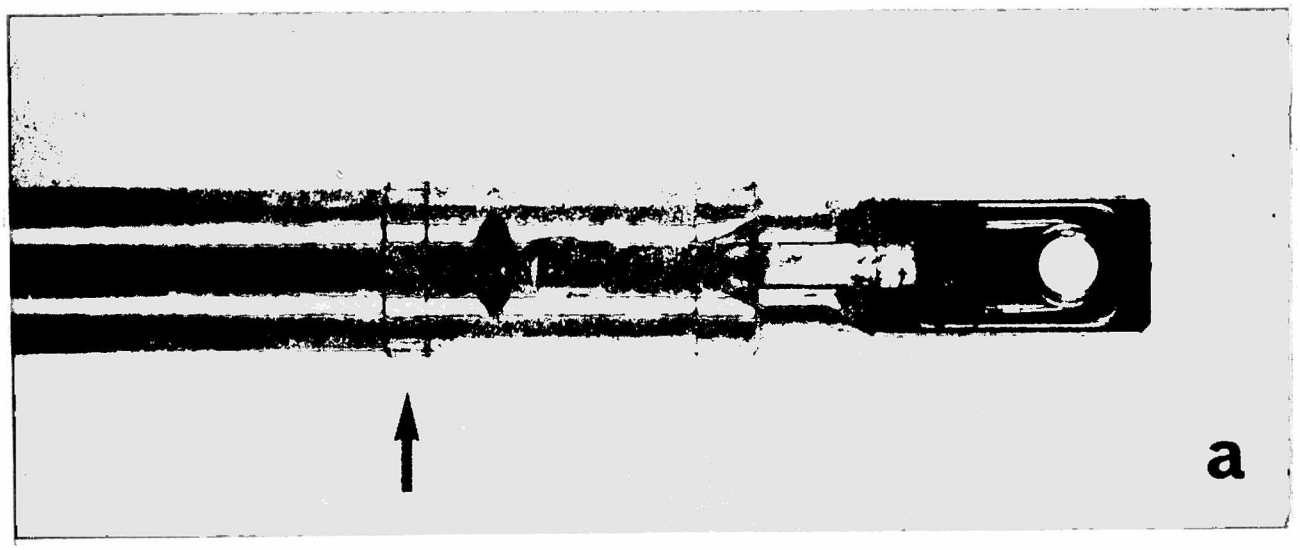


Fig. 9 - Vista general de portamuestras de enfriamiento de la platina goniométrica. El caudal de nitrógeno líquido que circula por el circuito de enfriamiento puede controlarse desde el exterior (A).



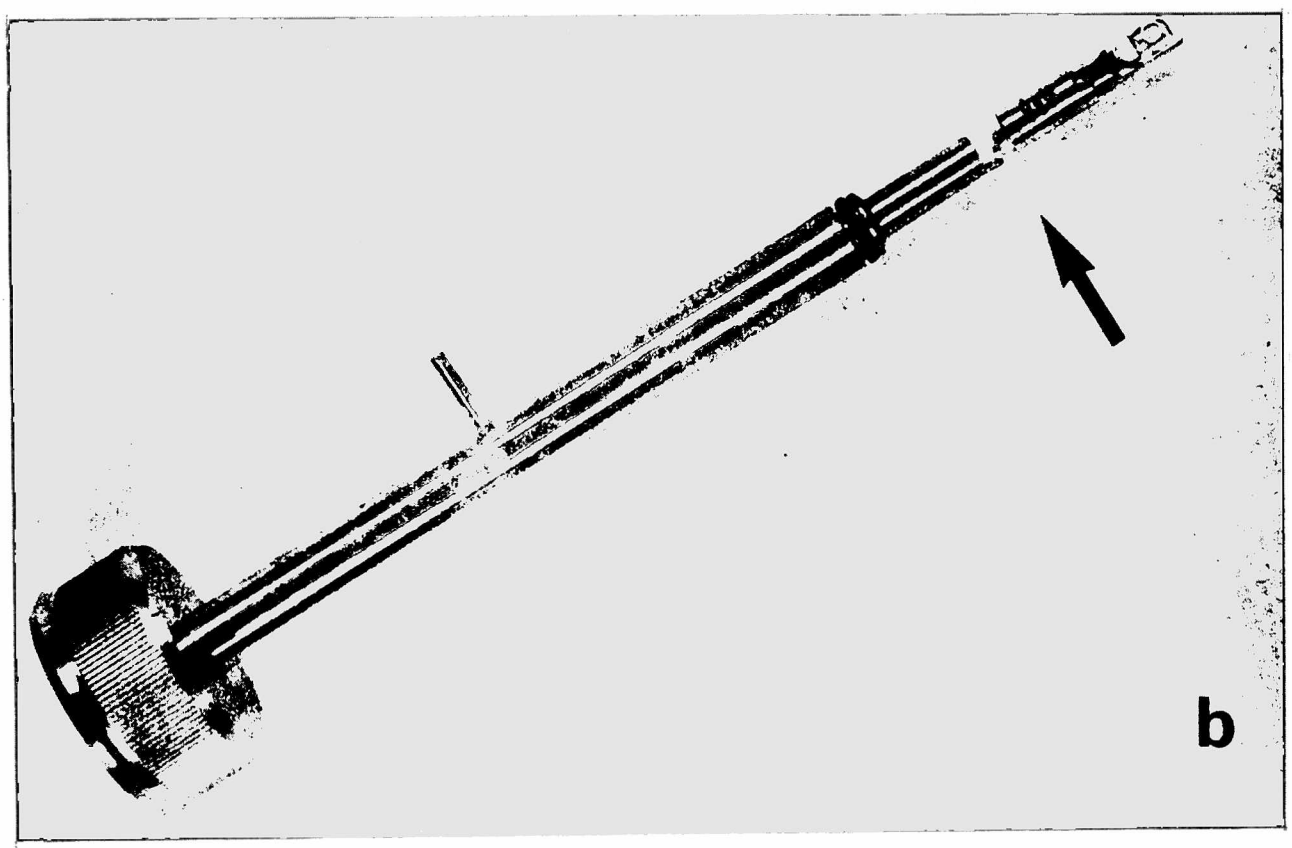


Fig. 10 - Portamuestras para laplatina de alta resolución.
a) Sistema de sujeción de la muestra.
b) Vista general del portamuestras. La flecha indica la parte que queda colocada dentro de la columna del microscopio.

SISTEMA DE ANTICONTAMINACION

Para disminuir los efectos de pérdida de contraste en la imagen electrónica debidos a la capa amorfa que se deposita sobre las muestras, el microscopio dispone de un sistema que enfría los alrededores de la muestra condensando allí los hidrocarburos volátiles, provenientes del aceite de la difusora o la grasa de las juntas de vacío. El sistema consiste en dos cuchillas enfriadas desde el exterior con nitrógeno líquido, situadas por encima y debajo de la muestra. El haz electrónico pasa a través de un orificio existente en cada una de ellas.

En la platina de alta resolución existe un bloque enfriado de la misma manera, que rodea la muestra y es más eficiente por lo tanto que el sistema anterior. Actualmente se ha desarrollado un dispositivo similar para la platina goniométrica. La temperatura del sistema de anticontaminación se mide en el instrumento del panel principal derecho. El nitrógeno líquido dentro del termo, fig. 11, dura aproximadamente 2 horas.

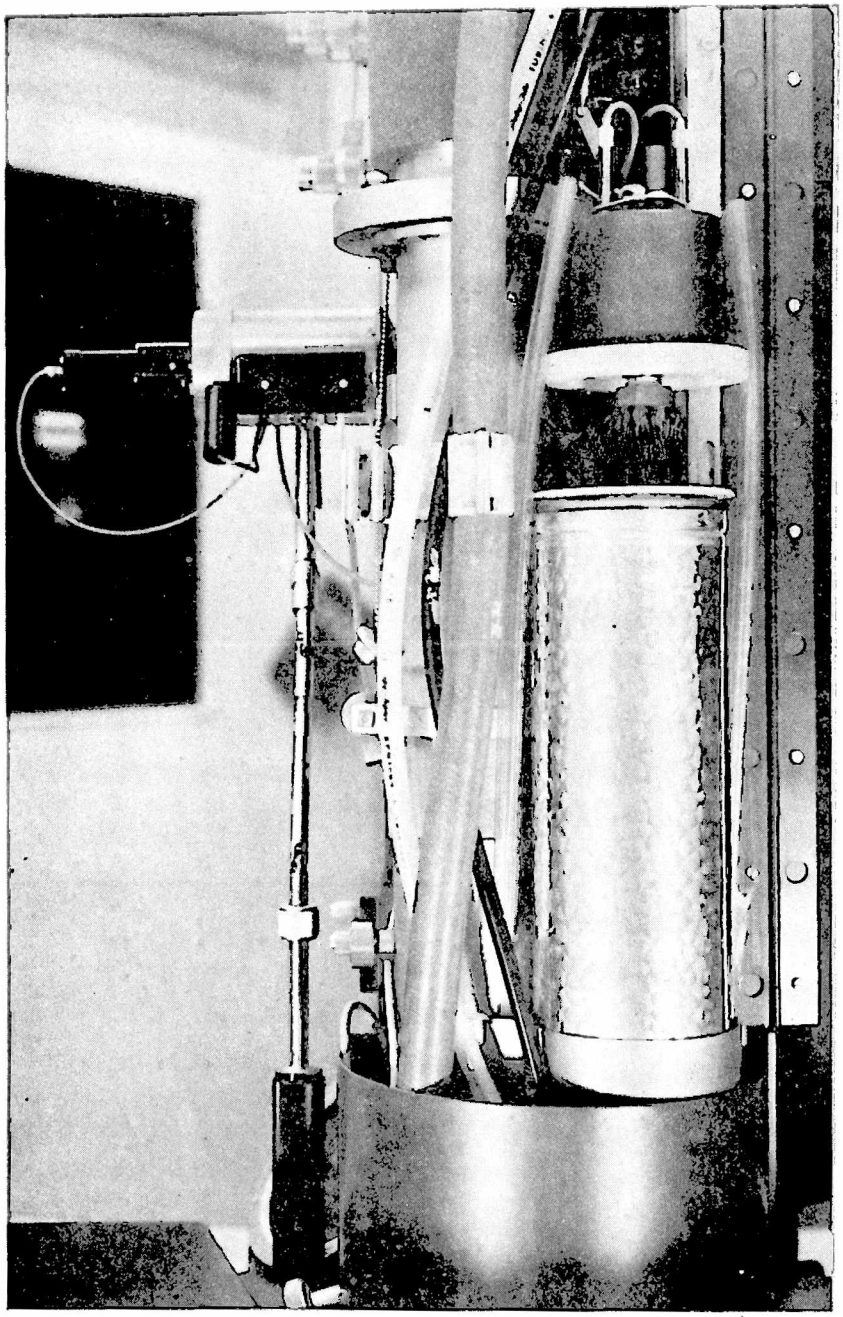


Fig. 11 - Dispositivo de anticontaminación del microscopio Philips EM 300.

APENDICE

A.1. ENCENDIDO DEL MICROSCOPIO

-Apretar el botón blanco "ON" de MAINS en el panel principal derecho, Fig. 3(b). Se pondrá en funcionamiento entonces la bomba mecánica y el sistema automático de vacío. Las teclas luminosas PVL, PV1, PV2 y HV del panel principal izquierdo se encenderán y apagarán a medida que se vayan completando las distintas etapas del sistema de vacío.

-Después de unos 20 o 30 minutos se apagarán todas las teclas luminosas PVL, PV1, PV2 y HV y el microscopio está listo para ser operado.

PRECAUCION. Si la presión de agua es insuficiente, se enciende la tecla "ON" en el panel principal izquierdo. En este caso se debe apretar el botón contiguo "OFF" y esperar hasta que la presión vuelva a su valor normal, es decir hasta que se apague la luz de la tecla "ON" . Entonces se aprieta esta última tecla y se espera hasta que se complete el ciclo de vacío. En el caso de que el botón "ON" siga encendido aún con presión normal de agua en la red, será necesario verificar la continuidad del circuito de calefacción de las dos bombas difusoras. El botón "ON" también se enciende si la presión en el tanque de reserva es mayor que 5 mm de Hg.

A.2. OBTENCION DE LA IMAGEN

-Introducir la muestra. Debido a que se introduce un cierto volumen de aire en la columna, se enciende la tecla luminosa HV del panel principal izquierdo. En el término de 1 o 2 minutos ésta se apaga indicando que se ha recuperado el vacío dentro de la columna.

-Asegurarse que la perilla "FILAMENT" del panel principal izquierdo esté en mínimo. Colocar el "METER SELECTOR" del panel principal derecho en la posición "KV".

-Apretar la tecla correspondiente al voltaje deseado, panel derecho.

-Apretar entonces la tecla roja contigua "O". Se debe en-

cender la tecla correspondiente al voltaje seleccionado.

-Esperar hasta que la aguja del instrumento I Fig. 3(b), indique el valor del voltaje seleccionado. Ocasionalmente pueden producirse algunas descargas en el cañón electrónico, que son detectadas por este instrumento. En este caso conviene esperar unos minutos hasta que la aguja permanezca estacionaria.

-Retirar las aperturas de objetivo, O Fig. 5, y difracción D Fig. 5.

-Verificar que la llave MFS, Fig. 3(b) esté en la posición SC, y la llave MS en alguna posición comprendida entre 1 y 9.

-Aumentar progresivamente la calefacción del filamento mediante el control "FILAMENT" del panel principal izquierdo. La saturación del filamento se alcanza generalmente después de los 3/4 de vuelta de la perilla.

-En la pantalla de observación aparece entonces una imagen de la muestra en bajo aumento, que permite elegir la zona adecuada para las observaciones subsiguientes. Conviene ajustar el condensador C_2, panel izquierdo, de manera que toda la pantalla quede uniformemente iluminada.

-Colocar en el centro de la pantalla de observación, mediante los movimientos X e Y, la zona de la muestra que se desea observar.

-Para obtener una imagen de la zona elegida en alto aumento pasar la llave "Magnification Function Selector", Fig. a la posición M, o si se desea también observar el diagrama de difracción, a la posición S.A. La llave "Magnification Selector", Fig. 3(b), se coloca en alguna de las 25 posiciones de la misma, de acuerdo al aumento deseado.

-Colocar la apertura de objetivo, y centrarla.

-Ajustar el condensador C_2, perilla C_2 del panel izquierdo, y controles "Deflection", Fig. 3(a,b) hasta obtener una iluminación uniforme en toda la pantalla. Este ajuste deberá hacerse siempre que se cambie de aumento.

-Focalizar la imagen con los controles de la lente objetivo, OBJ en la Fig. 3(b).

A.3. DIFRACCION POR UN AREA SELECTA

En el microscopio electrónico es posible pasar de iluminación normal (imagen) a difracción mediante una variación adecuada de la corriente de las lentes intermedias. En el Philips EM 300 esta operación se realiza mediante dos llaves:

-Llave "MAGNIFICATION FUNCTION SELECTOR" que llamaremos brevemente MFS. Tiene cuatro posiciones

M SA D+I SC

-Llave "MAGNIFICATION SWITCH" que llamaremos brevemente MS. Tiene 25 posiciones, marcadas sobre el panel, Fig.3(b).

El procedimiento para obtener el diagrama de difracción de un area selecta es por lo tanto el siguiente:

1) Colocar la llave MFS en la posición SA.

2) Según la mangificación a la que se desee trabajar, se coloca la llave MS en alguna de las posiciones 1 a 25.

3) Ajustar la iluminación con el condensador 2 (y controles "Deflection" si es necesario).

4) Con la apertura de objetivo colocada, focalizar la imagen con los controles de la lente objetivo.

5) Colocar la apertura de difracción (posición 3, perilla mayor).

6) Ajustar la posición de esta apertura (perilla mediana) de manera que coincida con la zona de la imagen cuyo diagrama de difracción se desea observar. El tamaño de la apertura de difracción se puede variar con la perilla más fina.

7) Retirar la apertura de objetivo.

8) Con los controles finos de la corriente de la lente de difracción (perilla "Selected Area" en el panel auxiliar derecho) focalizar la apertura de difracción.

9) Colocar la apertura de objetivo.

10) Ajustar el foco de la imagen con los controles de la lente objetivo. Con estas operaciones se asegura que la primera

imagen producida por la lente objetivo se forma sobre el plano donde se ha colocado la apertura de difracción.

11) Retirar la apertura de objetivo.

12) Con la llave MFS pasar a la posición D+I. Sobre la pantalla final aparecerá el diagrama de difracción correspondiente a la zona de la muestra que, en iluminación normal, estaba comprendida dentro de la apertura de difracción.

13) Mover la perilla de ajuste fino de la lente de difracción (situada justo a la derecha de la perilla "Selected Area" en el panel auxiliar derecho) de manera de obtener un haz central puntual, y de esta manera obtener la máxima nitidez en el diagrama de difracción. También es conveniente defocalizar ligeramente la iluminación con el condensador 2.

A.4. PASAJE DE DIFRACCION A IMAGEN

1) Colocar la apertura de objetivo.

2) La sombra de esta apertura deberá verse sobre la pantalla. Centrarla sobre el haz central.

3) Colocar la llave en la posición SA.

4) Retirar la apertura de difracción.

A.5. FOTOGRAFIA

1) Colocar la llave que estaba anteriormente en la posición "KV", en la posición "EXP" (panel derecho).

2) Mover la llave "EXPOSURE TIME" y luego ajustar ligeramente la iluminación con el condensador 2, hasta que la aguja del instrumento del panel derecho llegue a mitad de escala. El tiempo de exposición indicado por esta llave es el correcto. Volver la llave a la posición "KV".

3) Levantar la pantalla de observación (palanca a la derecha).

4) Para hacer una inspección final de la imagen a fotografiar se puede colocar la llave "EXPOSURE TIME" en la posición final T. Si la imagen no aparece, apretar el botón luminoso "EXP" del panel derecho. La imagen deberá aprecer entonces sobre la pantalla adicional situada en el mismo plano que la película. Cerrar el obturador apretando otra vez el botón luminoso "EXP". Volver a colocar la llave "EXPOSURE TIME" en la posición obtenida según 2.

5) Apretar el botón luminoso "T" del panel izquierdo. La placa se colocará automáticamente en la posición correcta para la fotografía. Precaución: Bajar la iluminación del panel.

6) Apretar el botón luminoso "EXP". Este se apaga durante el tiempo de la exposición. Esperar hasta que se encienda nuevamente.

7) Volver a apretar el botón luminoso "T" con lo cual la placa pasará automáticamente a la caja de placas expuestas.

8) Bajar finalmente la pantalla de observación.

A.6. APAGADO DEL MICROSCOPIO

Al terminar una observación se deberá seguir la siguiente secuencia de operaciones:

1) Colocar la llave Magnification Function Selector en la posición SC.

2) Llave Magnification Switch en alguna posición comprendida

entre 1 y 9.

3) Condensador 1 en posición 4.

4) Retirar las aperturas de objetivo y difracción.

5) Sobreenfocar el condensador 2 de manera de iluminar uniformemente la pantalla. De esta manera se facilita la observación del próximo usuario.

6) Llevar el filamento a cero.

7) Colocar la llave Meter Selector en la posición KV.

8) Apagar la alta tension, soltando el botón rojo 0.

9) Si se ha operado con 100 KV, soltar también este botón y dejar apretado el correspondiente a 80 KV.

10) Llevar los dos indicadores del movimiento X e Y de la muestra a la posición 0.

11) Llevar la inclinación de la muestra a 0 y dejar el motor enganchado.

12) Retirar el portamuestras. No olvidar que si se usa el portamuestras de doble inclinación, éste debe introducirse o sacarse solamente en la posición 122.

13) Apagar la luz del tablero.

Para apagar totalmente el microscopio se aprieta el botón rojo OFF de MAINS, panel derecho.