

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código IT 4130724 2002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		Fecha: 13/11/2017	
			Página 1 de 14	

ÍNDICE

ÍNDICE	1
1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIONES.....	2
2 DEFINICIONES	2
3 DOCUMENTACIÓN DE REFERENCIA.....	2
4 DESARROLLO.....	2
4.1 RESOLUCIÓN Y CAMPO DE APLICACIÓN.....	2
4.2 USO Y LIMITACIONES.....	2
4.3 MANEJO BÁSICO DEL EQUIPO	4
4.4 REQUISITOS DE CUALIFICACIÓN DE USUARIOS	13
4.5 GESTIÓN DEL EQUIPO (POR PARTE DEL TÉCNICO)	13
5 CONTROL DE CAMBIOS.....	14

Elaborado: Dr. F.J. Garcia	Revisado y Aprobado: Prof. J.M. González
Fecha: 13/11/2017	Fecha:13/11/2017
Técnico responsable	Director/a CNME

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código IT 4130724 2002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		Fecha: 13/11/2017	
			Página 2 de 14	

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIONES

Se detallan las instrucciones para el manejo del equipo JEOL JEM ARM200cF.

2 DEFINICIONES

Según el Documento *Glosario de términos y definiciones* del SIGCAL.

3 DOCUMENTACIÓN DE REFERENCIA

Documento Glosario de términos y definiciones del SIGCAL.

Manuales del equipo y los accesorios (EDS y EELS).

4 DESARROLLO

4.1 Resolución y campo de aplicación

TIPO	RESOLUCIÓN (nm)	MATERIALES	CIENCIAS DE LA VIDA	CIENCIAS DE LA TIERRA	PATRIMONIO
TRANSMISION- BARRIDO	0.078	SI	NO	SI	SI

4.2 Uso y limitaciones

4.2.1 Uso

Caracterización de materiales con resolución atómica a nivel estructural y analítico gracias a que el microscopio está equipado con un corrector de aberración esférica en sonda.

4.2.2 Tipo de análisis

Imágenes de campo oscuro a alto ángulo (HAADF) y campo claro a medios (ABF) y bajos (BF) ángulos. Análisis químico local mediante EELS (*Electron Energy Loss Spectroscopy*) y EDS (*X Ray Dispersive Spectroscopy*).

4.2.3 Técnicas asociadas

El microscopio está equipado con una unidad STEM (*Scanning-Transmission Electron Microscopy*) que cuenta con un detector anular de campo oscuro y un detector de campo claro. Las diferentes condiciones experimentales permiten detectar simultáneamente con resolución atómica imágenes de campo oscuro (HAADF) y de campo claro (ABF, BF). El microscopio está equipado con un espectrómetro EELS y un espectrómetro EDS que pueden operar de manera simultánea a la adquisición de imágenes de campo oscuro para obtener información analítica local.

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código IT 4130724 2002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		Fecha: 13/11/2017	
			Página 3 de 14	

4.2.4 Principio del método

En la microscopía electrónica de transmisión en modo barrido (STEM), un haz de electrones se focaliza directamente en la superficie del cristal. El haz de electrones, cuyo diámetro es comparable a las distancias interatómicas del cristal gracias al corrector de aberración esférica, se desplaza a lo largo de la superficie del cristal provocando la difracción de los electrones. Las imágenes de HAADF, ABF y BF se obtienen a partir de los electrones dispersados por el material a distintos ángulos: altos, medios y bajos, respectivamente.

En el caso de la técnica EDS, el haz de electrones incide con energía suficiente en el material como para arrancar un electrón de las capas internas provocando su promoción a la banda de conducción. Como queda una posición electrónica vacía en un nivel interno, otro electrón, de un nivel superior en energía, puede ocupar esta posición emitiéndose un fotón cuya energía es característica del elemento en cuestión. En el espectrómetro EDS, los fotones se acumulan en distintos canales de energía a partir de los cuales se obtiene el espectro. El valor de la energía permite identificar el elemento, mientras que la intensidad de la señal se puede usar para la determinación cuantitativa.

Simultáneamente al proceso anterior, el haz incidente, que ha provocado la promoción de un electrón desde un nivel interno a otro en la banda de valencia, modifica su energía, es decir, experimenta una pérdida de energía como consecuencia de su interacción con el electrón interno. Esta pérdida de energía depende de la diferencia de energía entre los dos niveles involucrados. El haz transmitido viaja por la columna del microscopio y se puede focalizar en el espectrómetro obteniéndose el espectro EELS.

4.2.5 Descripción del equipo

Microscopio electrónico de transmisión JEOL JEM-ARM200cF. Este equipo tiene las siguientes características:

- Cañón: Emisión de campo frío (tipo “Cold FEG”).
- Voltaje de aceleración operativo: 80, 120 y 200 kV.
- Resolución en imagen STEM 0.078 nm.
- Resolución en imagen TEM 0.2 nm.
- Cámara CCD multibarrido 2K de alta sensibilidad para la adquisición digital de imágenes.
- Espectrómetro QuantumGIF. Resolución en energía 0.4 eV a 80 kV. Filtro de energía con resolución de 0,1 eV (apertura 2,5 mm).
- Sistema de microanálisis por EDS (OXFORD INCA). Área activa 50 mm² y resolución por debajo de 130 eV.
- Goniómetro: Eucéntrico con motorización piezoeléctrica.
- Portamuestras de doble inclinación ($\pm 25^\circ$) y de bajo fondo (Be).

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código IT 4130724 2002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		Fecha: 13/11/2017	
			Página 4 de 14	

4.2.6 Tipo de muestra compatible

Sólidos inorgánicos, muestras geológicas, materiales de carbono, materiales metálicos, láminas delgadas inorgánicas.

4.2.7 Preparación necesaria de la muestra

Las muestras se depositan en rejillas de TEM (3 mm de diámetro) de Cu o de Ni.

En el caso de láminas delgadas deben ser de 3 mm diámetro y transparentes a los electrones incidentes (es necesario pulido mecánico, electropulido o pulido con iones).

Las muestras preparadas deben, en la medida de lo posible, calentarse previamente a vacío, secado en lámpara, bombardeo de iones o plasma para evitar contaminación en la columna.

4.3 MANEJO BÁSICO DEL EQUIPO

4.3.1 Comienzo de la sesión

El equipo se deja siempre en las mismas condiciones, las cuales se han fijado como condiciones de referencia. Estas se detallan a continuación:

Cuando no está en uso:

1. Se mantiene el equipo en modo TEM (Figura 1 a).
2. El cañón de electrones se mantiene apagado, lo que se refleja en el valor de la emisión:
 - Emission: 0.0 μ A (figura 1a).
 - Targen HT Settings: OFF (figura 1b).
 - Valores A1, A2, Filamento: 0 (figura 1c).

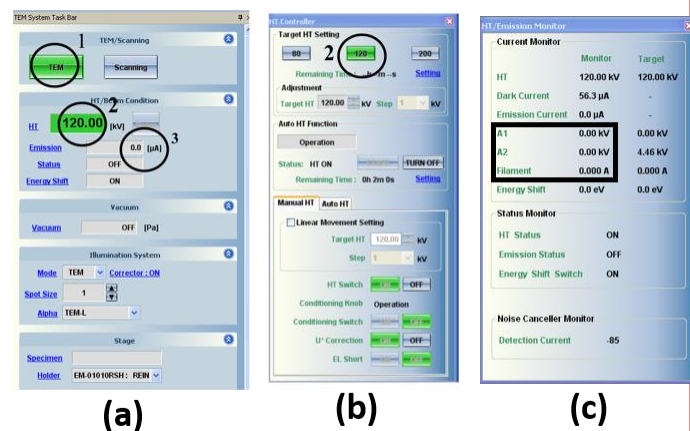


Figura 1

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código	Ed.
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		IT 4130724 2002	01
			Fecha: 13/11/2017	
			Página 5 de 14	

- Se puede operar el equipo a 200, 120 y 80 kV. Cuando el usuario trabaja a 200 kV y termina la sesión debe activar el modo **Standby** (ver figura 2). En este modo, el equipo baja el voltaje de aceleración de 200 a 160 kV por motivos de seguridad. Para operar el equipo es necesario presionar el modo **Operation**.

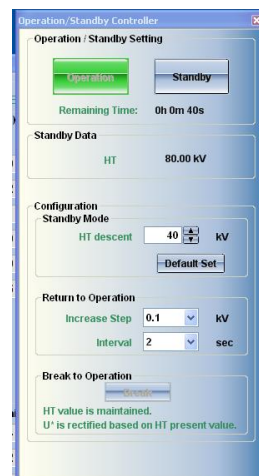


Figura 2

- El equipo se mantiene por defecto con todos los detectores STEM como los asociados a los espectrómetros EELS y EDS fuera de la columna. La posición detectores STEM se comprueba en la ventana "Image Selector" donde todos aparecen con "NONE" (figura 3a). Los detectores EELS se comprueban en el ordenador GATAN, en el software Digital Micrograph (figura 3b). El detector EDS se comprueba en el ordenador OXFORD, en el software INCA (figura 3c).

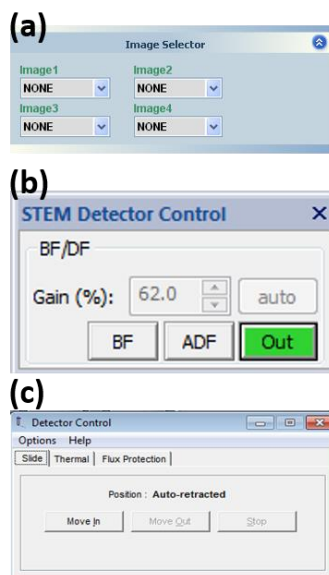


Figura 3

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código IT 4130724 2002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		Fecha: 13/11/2017	
			Página 6 de 14	

- El goniómetro del microscopio debe estar en posición neutra, con todos los valores de posición y giro en valor 0. Este se detalla en la correspondiente ventana **Stage** (figura 4).

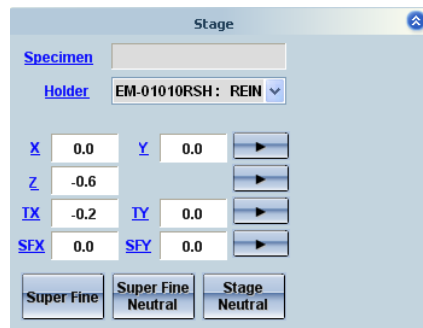


Figura 4

4.3.2 Montaje de la muestra en el portamuestras

Se dispone de dos tipos de portamuestras para este equipo. Uno de doble giro y otro de un solo giro, cuyos procedimientos de uso se indican a continuación. En ambos casos, antes de colocar la muestra, se lleva a cabo su limpieza en “*Plasma Cleaner*”.

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código	Ed.
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		IT 4130724 2002	01
			Fecha: 13/11/2017	
			Página 7 de 14	

Portamuestras de doble giro:

- 1) Se fija el portamuestras en el soporte de plástico de color beige con el tornillo (ver figura 5a). Es importante que el portamuestras quede bien sujeto, pero nunca forzarlo.
- 2) Se coloca la rejilla en la cavidad circular de modo que su superficie brillante (ver figura 5b) quede a la vista.
- 3) Se coloca el aro de berilio sobre la rejilla tal y como se observa en la figura. Este paso depende del espesor total de la rejilla. Normalmente se utiliza cuando sobre la rejilla se depositan muestras en polvo, no siendo necesario en el caso de láminas delgadas.
- 4) Encima de la rejilla, y el aro de berilio, se coloca la pieza alargada de berilio en la posición mostrada en la figura 5c. Es importante comprobar que la pieza encaja bien en los rebajes que el portamuestras tiene para acomodar la pieza. Todo el conjunto (rejilla, aro de berilio, pieza alargada de berilio) se fija con las pestañas laterales, utilizando un destornillador para el ajuste (figura 5d).

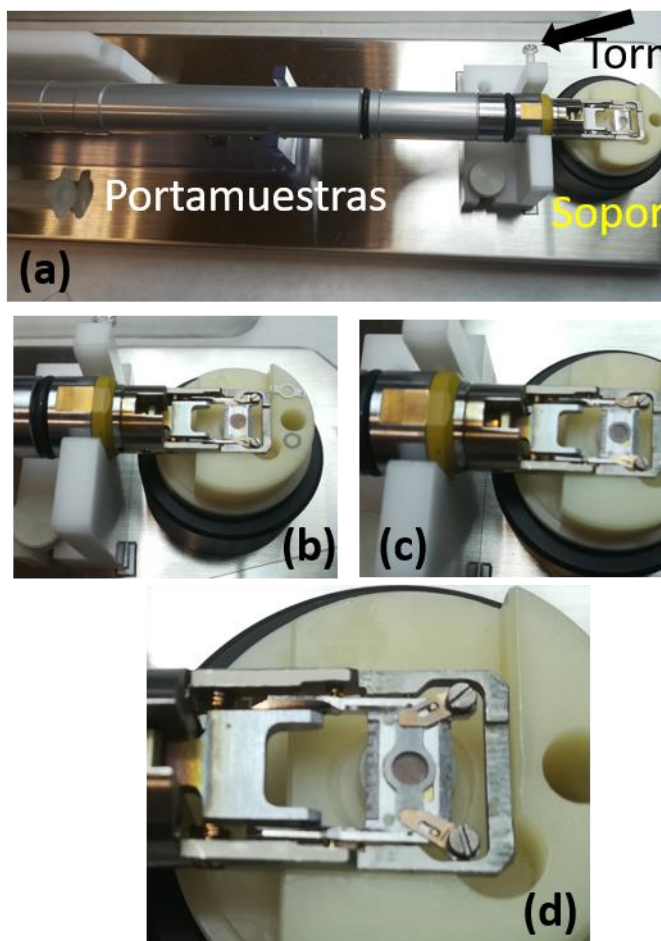


Figura 5

Portamuestras de giro único:

- 1) El portamuestras se coloca sobre la pieza de plástico beige tal y como se observa en la figura 6a.
- 2) Se aflojan los tornillos con el destornillador, evitando forzar la presión, para poder liberar la pieza de cobre (figura 6b).
- 3) Se coloca la rejilla en la cavidad central de modo que ahora la cara opaca quede hacia arriba, es decir, al contrario que en el portamuestras de doble giro (figura 6c).

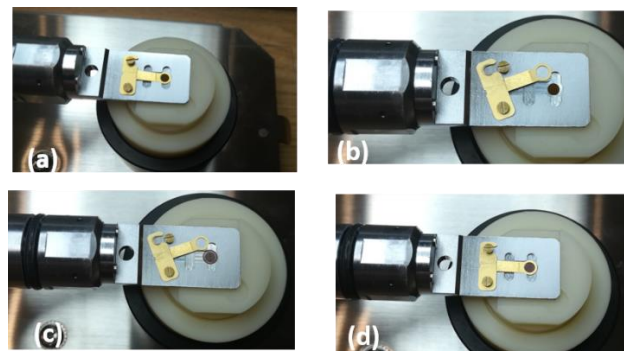


Figura 6

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código	Ed.
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		IT 4130724 2002	01
			Fecha: 13/11/2017	
			Página 8 de 14	

4) Se vuelve a colocar la pieza de cobre en su posición original y se aprietan los tornillos de forma cuidadosa (figura 6d).

4.3.3 Introducción de la muestra en el microscopio

- 1) Se introduce el portamuestras en el compartimento de la figura 7a, haciendo coincidir el tornillo del vástago con el rebaje en el orificio de inserción. En este momento se presiona el botón “PUMP” (figura 7b). Se sujeta el portamuestras hasta que se pone en funcionamiento el ciclo de vacío.



Figura 7

- 2) El indicador “PUMPING” (PiG3), en el ordenador de JEOL, se enciende y parpadea hasta que se queda fijo en color verde (Figura 8). Seguidamente, en 60-90 segundos el LED “HOLDER READY” (figura 7b) lucirá en verde, indicando que el portamuestras puede insertarse del todo. Para ello, se realizan los movimientos detallados en la Figura 9.

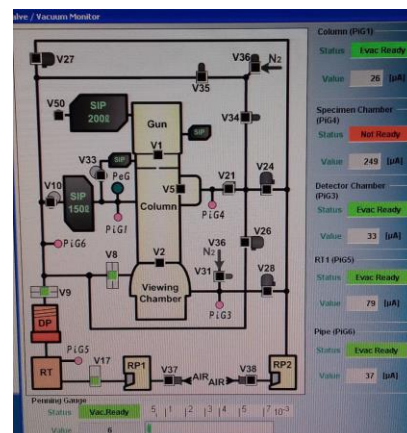


Figura 8

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código IT 4130724 2002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		Fecha: 13/11/2017	
			Página 9 de 14	

3) Se selecciona en la pantalla del ordenador, que contiene el software JEOL, el portamuestras que se ha introducido.

4) Antes de usar el microscopio se debe confirmar que el vacío dentro de la columna es el adecuado:

- Se comprueba que el valor del vacío en la columna (en el cuarto contiguo), en el indicador analógico (figura 10a), está por debajo de $2 \cdot 10^{-5}$ Pa.
- En el software de JEOL se puede leer el valor del vacío, PEG. Debe estar, también, por debajo de $2 \cdot 10^{-5}$ Pa.

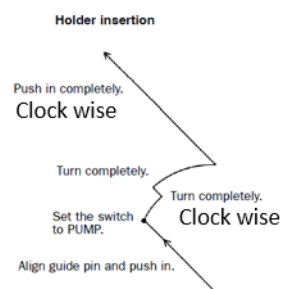


Figura 9



Figura 10

4.3.4 Manejo Básico del equipo

Una vez se ha introducido el portamuestras y el vacío se encuentra en el rango adecuado, se puede comenzar la sesión siguiendo los siguientes pasos:

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código IT 4130724 2002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		Fecha: 13/11/2017	
			Página 10 de 14	

1) Al comienzo de la sesión es necesario hacer un “flash” (calentamiento local) del filamento. En la parte inferior de la ventana “Emission Controler” (figura 11), se encuentra el desplegable que indica “Low” o “High”. Seleccionar “High” al comenzar la sesión de trabajo. Durante el resto de la sesión se utilizará la opción “Low” cuando sea necesario. El “flash”, cuya duración es de unos pocos segundos, se realiza apretando con el ratón en “Start”. Una vez terminado, se deja siempre la pestaña en posición “Low”.

2) Se inicia la emisión del filamento pulsando con el ratón el botón “ON”. La emisión a comienzo de la jornada suele estar en torno a 15 μ A (figura 11).

3) Se abre la válvula del cañón, conectando “BEAM” en el panel situado sobre la mesa a la izquierda (Figura 12).

4) A continuación, se lleva a cabo el alineamiento del microscopio, primero en modo TEM, antes de pasar a modo STEM.

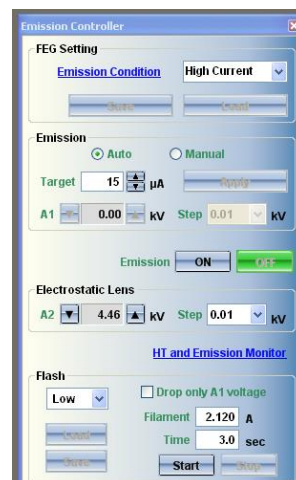


Figura 11

Modo TEM

1. Se cargan las memorias de alineamiento tanto en modo TEM (ordenador JEOL), como en el corrector (ordenador GATAN), para el voltaje al que se esté trabajando.
2. Se lleva a cabo el alineamiento del microscopio en modo TEM de acuerdo con el procedimiento recogido en el manual de JEOL.
3. Para visualizar la imagen TEM en el software DM insertamos la cámara CCD (US100XP).

Modo STEM

1. Una vez bien alineado el microscopio en modo TEM se cambia a modo STEM en el ordenador de JEOL (ver figura 1a).
2. Se ajusta el ronchigrama, de acuerdo con el procedimiento recogido en el manual de JEOL.
3. Se selecciona el detector o detectores adecuados para el estudio que se quiere realizar.



Figura 12

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código IT 4130724 2002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		Fecha: 13/11/2017	
			Página 11 de 14	

Adquisición de espectros EDS

En el ordenador OXFORD se inicia el software de control del detector EDS. El detector EDS se controla con el programa INCA. Introducir el detector en la columna (figura 13). Seleccionar condiciones experimentales y emplear el programa INCA para la adquisición y análisis de espectros.

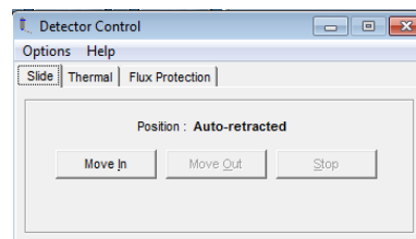


Figura 13

Adquisición de espectros EELS

En el ordenador GATAN se inicia el software de control del espectrómetro EELS, Digital Micrograph. Para recoger los espectros EELS se selecciona la cámara GIF CCD (figura 14). Seleccionar condiciones experimentales y ajustar parámetros del espectrómetro a través del software Digital Micrograph.

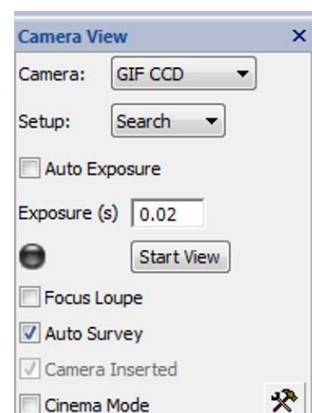


Figura 14

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código IT 4130724 2002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		Fecha: 13/11/2017	
			Página 12 de 14	

4.3.5 Fin de la sesión

- 1 El equipo se debe dejar en modo TEM cuando no está en uso.
- 2 Comprobar que todos los detectores STEM-JEOL, GATAN y EDS así como las aperturas están fuera de la columna.
- 3 Apagar la válvula del cañón apretando “BEAM” en el panel izquierdo.
- 4 El cañón de electrones debe apagarse pulsando Emission “OFF” en la ventana “EMISSION CONTROLER”. El estatus de apagado se observa en la tecla “OFF” verde.
- 5 El goniómetro del microscopio debe estar neutralizado.
- 6 Los pasos para la extracción del portamuestras son exactamente los mismos que se describieron para la inserción, pero en sentido contrario (figura 15).

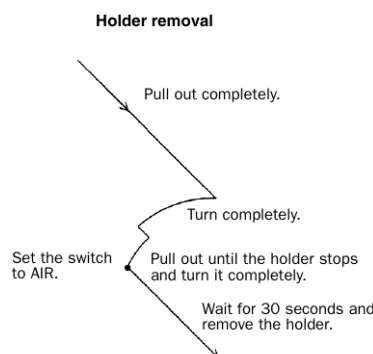


Figura 15

- 7 Por defecto, el equipo se deja a aquel voltaje de aceleración que el siguiente usuario haya seleccionado para su sesión.
- 8 Si durante la noche no queda una muestra cargada en la columna, se conecta el modo ACD-HEAT, en “ACD Controller” presionando “ON”.



Figura 16

- 9 Si durante la noche queda una muestra cargada en columna se rellena la trampa de nitrógeno líquido.

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código IT 4130724 2002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		Fecha: 13/11/2017	
			Página 13 de 14	

4.4 Requisitos de cualificación de Usuarios

FORMACIÓN PREVIA¹	Conocimiento de la IT.
FORMACIÓN COMPLEMENTARIA²	Entrenamiento a cargo de un técnico del Centro.
EXPERIENCIA³	Usuario con amplia experiencia en microscopía electrónica de transmisión y transmisión barrido.
SESIONES ACOMPAÑANDO A TÉCNICO⁴	≥20, a criterio del técnico.
TIEMPO MÁXIMO ENTRE SESIONES CON TÉCNICO Y SUPERVISADO	NA. Debe ser proceso continuo.
SESIONES SUPERVISADO POR TÉCNICO⁵	≥2 en un máximo de 1 mes, con visto bueno de dos técnicos que supervisan y del director del Centro.

4.5 Gestión del equipo (por parte del Técnico)

4.5.1 Encendido del Equipo

Después de un largo período de tiempo sin uso, se debe realizar un acondicionamiento del tanque de alta tensión.

4.5.2 Mantenimiento del equipo: BAKE OUT

Se lleva a cabo el procedimiento de “BAKE OUT” (calentamiento de la columna del microscopio para eliminar suciedad e impurezas) del equipo dependiendo de diferentes factores, según el plan de mantenimiento del equipo. Estos son, fundamentalmente: valores de vacío en columna y tipo de muestras a estudiar. Cuando se decide hacer el proceso, se realizan los siguientes pasos, indicados en el manual del equipo:.

- Se apaga la emisión del filamento.
- Se apaga el voltaje de aceleración.
- Se inicia el proceso de BAKE OUT seleccionando la opción correspondiente en el software de JEOL que controla el equipo.
- Una vez acabado el proceso (el tiempo de BAKE OUT se puede elegir según conveniencia), se realiza un acondicionamiento del tanque de alta tensión.

1 Conocimientos previos para poder manejar el equipo.

2 Conocimientos o formación complementaria que debe demostrar el usuario en proceso de cualificación antes de empezar a manejar el equipo por sí mismo con o sin supervisión directa.

3 Experiencia previa en el manejo de este equipo u otro similar.

4 Número mínimo de sesiones que el usuario debe acompañar a un técnico antes de poder comenzar a utilizar el equipo por sí mismo, acompañado de un técnico del CNME que supervise el manejo que realiza el usuario en proceso de cualificación del equipo.

5 Número mínimo de sesiones que el usuario debe utilizar el equipo por sí mismo, bajo supervisión directa de un técnico del CNME que verifique que el manejo que realiza el usuario es correcto. El número de sesiones se podrá ajustar a juicio del técnico del CNME que supervisa.

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA		Código IT 4130724 2002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM ARM200cF		Fecha: 13/11/2017	
			Página 14 de 14	

4.5.3 Control de los parámetros de la sala

Se realiza un control de la temperatura interior de sala que debe cumplir los parámetros impuestos por el fabricante (22° C con una fluctuación de + - 0.5° C por hora).

Se comprueba, una vez a la semana, el correcto llenado de la unidad interior del circuito de refrigeración.

Se comprueba que los compensadores de campos magnéticos están encendidos y funcionando.

4.5.4 Mantenimiento preventivo del equipo

Se realiza un mantenimiento preventivo anual según el Plan de mantenimiento del equipo y el contrato de mantenimiento disponible.

5 CONTROL DE CAMBIOS

EDICIÓN ANTERIOR	FECHA EDICIÓN ANTERIOR	NATURALEZA DE LOS CAMBIOS RESPECTO A LA EDICIÓN ANTERIOR
-	-	Creación del documento

FIN DEL DOCUMENTO