

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6005	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN CM200FEG	Fecha: 13/11/2017	
	Página 1 de 8		

ÍNDICE

1	OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN.....	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.....	3
4.4	REQUISITOS DE CUALIFICACIÓN DE USUARIOS	5
4.5	GESTIÓN DEL EQUIPO (POR TÉCNICO).....	7
5	CONTROL DE CAMBIOS	8

Elaborado: Dr. A. Gómez	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 6005	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN CM200FEG	Fecha: 13/11/2017	
	Página 2 de 8		

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Se detallan las instrucciones para el manejo del equipo Philips CM200FEG SuperTWIN.

2 DEFINICIONES

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

TEM: Transmission Electron Microscopy.

STEM: Scanning Transmission Electron Microscopy.

XEDS: X-ray Energy Dispersive Spectroscopy.

3 DOCUMENTACIÓN DE REFERENCIA

- Documento Glosario de términos y definiciones del SIGCAL.
- Manual del equipo

4 DESARROLLO

4.1 Resolución y campo de aplicación

TIPO	RESOLUCIÓN (nm) (@200kV)	MATERIALES	CIENCIAS DE LA VIDA	CIENCIAS DE LA TIERRA	PATRIMONIO
TRANSMISIÓN	TEM 0.24	SI	SI	SI	SI
Mínimo Spot Size	TEM microprobe 1				
Mínimo Spot Size	TEM Nanoprobe 0.6				

4.2 Uso y limitaciones

Uso	Observación de materiales inorgánicos (minerales, materiales cerámicos, metálicos); muestras orgánicas (tejidos de plantas y animales), polímeros.
TIPO DE ANÁLISIS	Imágenes TEM, difracción de electrones para el estudio de la microestructura de materiales sólidos.
TÉCNICAS ASOCIADAS	Microanálisis semicuantitativo por dispersión de energía de rayos X (XEDS) para obtener la composición del material objeto de estudio. Mapeado químico: es posible obtener la distribución espacial de los elementos presentes en la muestra mediante el análisis de los rayos X característicos del material estudiado.
PRINCIPIO DEL MÉTODO	Imagen o difracción por los electrones transmitidos por la muestra. Microanálisis por dispersión de energía de rayos X (XEDS).
DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO	Microscopio de transmisión Philips CM200FEG. Con cañón de electrones de emisión de campo tipo Schottky.

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6005	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN CM200FEG	Fecha: 13/11/2017	
	Página 3 de 8		

	<p>Microanálisis rayos X: EDAX DX-4, detector Si(Li) con resolución de 140 eV y área de 30mm². Software EDAX mDX.</p> <p>Sistema de Filtrado de Energía - Espectrómetro EELS Gatan Image Filter GIF 200.</p> <p>Imágenes TEM y diagramas de difracción de electrones adquiridos en película fotográfica. Imágenes filtradas en energía adquiridas en una CCD Gatán modelo MSC 692 a través del GIF 200 mediante el software Digital Micrograph.</p> <p>Máxima inclinación de la muestra $\pm 35^\circ$, en función de la posición X, Y, Z.</p>
TIPO DE MUESTRA COMPATIBLE	<p>Cualquier tipo de muestra transparente al haz de electrones susceptible de ser estudiada mediante TEM.</p> <p>Las muestras no pueden ser magnéticas (posibles excepciones son láminas delgadas, muestras preparadas con un FIB, o secciones incluidas en resina preparadas con ultramicrotomo).</p> <p>Las muestras no deben presentar restos de ningún tipo de disolvente libre (incluido agua).</p>
PREPARACIÓN NECESARIA DE LA MUESTRA	<p>Adelgazamiento de la muestra hasta transmisión de electrones (dispersión-exfoliación con ultrasonidos, molienda, seccionamiento con ultramicrotomo, electropulido, adelgazamiento por bombardeo iónico, etc...)</p>

4.3 Manejo básico del equipo

<ol style="list-style-type: none"> 1. El equipo debe estar encendido y en condiciones de trabajo. En caso contrario, comunicárselo a un técnico del centro 2. Condiciones de trabajo: Vacío: IGP $1 \leq 27$ Piloto High Tension ON-OFF encendido (ON). Vacío operativo V3, V4, V5, V7, V19 abiertas en pantalla de VACUUM. (Softkey VACUUM). Válvula V7 cerrada (manual). Comprobar Emisión State: Standby. (Softkey CONFIGURATION, DISPLAY). Llenar trampa de vacío con nitrógeno líquido. Tensión de aceleración 200 kV. (Softkey MODES, PARAMETERS). 	
<ol style="list-style-type: none"> 3. Colocación la muestra en el portamuestras: <u>A llevar a cabo por un técnico del centro.</u> 	

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6005	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN CM200FEG	Fecha: 13/11/2017	
	Página 4 de 8		

<p>Se selecciona el portamuestras más adecuado en función del tipo de trabajo a realizar:</p> <p>Doble inclinación de berilio (1 muestra, bajo fondo en XEDS).</p> <p>Un solo eje de inclinación (1 muestra, señal de cobre en XEDS).</p>	
<p>4. Introducción de la muestra en el microscopio y selección en el TEM del portamuestras elegido.</p> <p><i>Philips compustage double tilt.</i></p> <p><i>Single tilt holder.</i></p> <p><u>A llevar a cabo por un técnico del centro.</u></p>	
<p>5. Comprobar de nuevo el estado del vacío:</p> <p>Vacío: $IGP\ 1 \leq 20$.</p> <p>Vacío operativo V3, V4, V5, V7, V19 abiertas en pantalla de VACUUM. (Softkey VACUUM).</p>	
<p>6. Emission Standby => Operate</p> <p>Softkey CONFIGURATION, DISPLAY, PRESET EXTRACTOR.</p> <p>Esperar a que el programa ejecute la rampa de subida desde Extr = 2.22 kV hasta Extr = 3.81 Kv.</p>	
<p>7. Abrir <u>despacio</u> Válvula V7 (manual).</p>	
<p>8. Cargar la memoria de alineamiento en el software de control del microscopio:</p> <p>Softkey CONFIGURATION, DISPLAY, seleccionar memoria nº 6 y presionar RECALL.</p> <p>Los usuarios autorizados pueden utilizar estos alineamientos como punto de partida y refinar el alineamiento de acuerdo a las instrucciones suministradas.</p> <p>Ningún usuario podrá salvar una memoria de alineamiento sin la autorización de un técnico del centro.</p>	

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6005	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN CM200FEG	Fecha: 13/11/2017	
	Página 5 de 8		

<p>9. Realizar el alineamiento de rutina especificado en las instrucciones del equipo. SoftKey MODES, TEM.</p>	
<p>10. Cierre de la sesión:</p> <p>10.1. Cerrar Válvula V7 (manual)</p> <p>10.2. Retirar las aperturas de objetivo y de selección de área.</p> <p>10.3. Dejar el microscopio en modo SA.</p> <p>10.4. Emision Operate => Standby: Softkey CONFIGURATION, STANDBY.</p> <p>10.5. Neutralizar el portamuestras: Softkey COMPUSTAGE, RESET HOLDER.</p> <p>10.6. <u>Llamar a un técnico del centro para extraer el portamuestras y recuperar las muestras.</u></p>	
<p>11. Recuperación de Negativos:</p> <p>Avisar a un técnico del centro para cambiar la carga de placas de película fotográfica si al terminar la sesión quedan menos de 15 unidades.</p> <p>Cuando la carga de 50 negativos se haya terminado el técnico la cambiará por una nueva carga.</p> <p>El fotógrafo revelará las placas y en unos días quedarán a disposición del usuario.</p>	
<p>12. Apagado del equipo</p> <p>El equipo no se apaga entre sesiones.</p> <p><u>Este equipo sólo lo apaga el Técnico responsable.</u></p>	

4.4 Requisitos de cualificación de Usuarios

FORMACIÓN PREVIA¹	Conocimiento de la IT.
FORMACIÓN COMPLEMENTARIA²	Entrenamiento a cargo de un técnico del Centro.

¹ Conocimientos previos para poder manejar el equipo.

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6005	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN CM200FEG	Fecha: 13/11/2017	
	Página 6 de 8		

EXPERIENCIA³	No requerida.
SESIONES ACOMPAÑANDO A TÉCNICO⁴	≥5 en un máximo de tres meses, según criterio del técnico.
TIEMPO MÁXIMO ENTRE SESIONES CON TÉCNICO Y SUPERVISADO	NA. Debe ser proceso continuo.
SESIONES SUPERVISADO POR TÉCNICO⁵	≥5 en un máximo de tres meses, con visto bueno de técnico que supervisa.

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 6005	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN CM200FEG	Fecha: 13/11/2017	
		Página 7 de 8	

4.5 Gestión del equipo (por Técnico)

4.5.1 Apagado del equipo

Apagar la Emisión: Softkey CONFIGURATION, FIL OFF.

Apagar Alta Tensión:

1. Bajar HT a 120 kV: Softkey MODES, TEM, PARAMETERS: 200kV => 160 kV => 120 kV.
2. Desconectar HT: Presionar botón High Tension ON-OFF => el piloto deja de lucir.

Extraer portamuestras.

Quitar el Dewar con LN₂ y esperar a que se alcance temperatura ambiente.

Apagar ordenador.

Apagar microscopio: Microscope OFF”.

4.5.2 Mantenimiento del equipo

Al comienzo de cada día el técnico comprobará que el equipo se encuentra en condiciones de trabajo (vacío, flujo de agua de refrigeración, presión de N₂), tensión de aceleración 200kV, emisión del filamento y carga de placas fotográficas.

Al finalizar la sesión, el último usuario del día:

1. Emisión en Standby.
2. Extraer portamuestras y quitar la muestra.
3. Introducir portamuestras de doble inclinación sin muestra.
4. Eliminar el nitrógeno líquido de la trampa anticontaminante.

Mantenimiento preventivo general anual (según contrato de mantenimiento).

4.5.3 Cambio de cañón

Lo realiza el técnico de mantenimiento de FEI.

4.5.4 Verificación del equipo

Al comienzo de cada día el técnico comprobará que el equipo se encuentra en condiciones de trabajo (vacío, flujo de agua de refrigeración, presión de N₂), tensión de aceleración 200kV, emisión del filamento y carga de placas fotográficas.

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6005	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN CM200FEG	Fecha: 13/11/2017	
		Página 8 de 8	

5 CONTROL DE CAMBIOS

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

FIN DEL DOCUMENTO