

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6003	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 1400 Plus	Fecha: 13/11/2017	
	Página 1 de 7		

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	6
4.5	GESTIÓN DEL EQUIPO (POR TÉCNICO).....	6
5	CONTROL DE CAMBIOS	7

Elaborado: Dr. E. Urones	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 6003	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 1400 Plus	Fecha: 13/11/2017	
	Página 2 de 7		

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Se detallan las instrucciones para el manejo del equipo JEM 1400 Plus.

2 DEFINICIONES

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

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 N (nm)	MATERIALES	CIENCIAS DE LA VIDA	CIENCIAS DE LA TIERRA	PATRIMONIO
TRANSMISIÓN	100	0.38	SI	SI	SI

4.2 Uso y limitaciones

Uso	Adquisición de imágenes de muestras biológicas y de materiales a escala nanométrica (resolución punto a punto de 0.38 nm). Estudio del espacio recíproco en muestras cristalinas (difracción de electrones).
TIPO DE ANÁLISIS	Análisis químico semicuantitativo a partir de un detector de XEDS (X-Ray Energy Dispersive Spectroscopy). Detección de elementos a partir del Carbono. Cuantificación viable de elementos a partir del Na.
TÉCNICAS ASOCIADAS	El equipo está equipado con una unidad de STEM (Scanning-Transmission Electron Microscopy) y un detector de Campo Oscuro (ADF)
PRINCIPIO DEL MÉTODO	Las imágenes de HRTEM y STEM se obtienen a partir de la interacción de los electrones transmitidos por la muestra correspondiente. Los datos de análisis por XEDS se obtienen a partir de los fotones de Rayos-X generados por la interacción del haz incidente con la muestra.
DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO	<p>Microscopio electrónico de transmisión con cañón termoiónico (filamento de LaB₆).</p> <p>Voltaje de aceleración operativo: 80, 100 y 120 kV.</p> <p>Resolución entre puntos de 0.38 nm en modo TEM y de 2 nm en modo STEM.</p> <p>Cámara CCD de alta resolución, 2048x2048 píxeles.</p> <p>Sistema de microanálisis XEDS (127 eV de resolución en energía) OXFORD Inst.</p> <p>Portamuestras:</p> <p>Doble inclinación ($\pm 10^\circ$) y de bajo fondo (Be)</p> <p>Estándar</p>

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6003	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 1400 Plus	Fecha: 13/11/2017	
	Página 3 de 7		

	Portamuestras de 4 posiciones.
TIPO DE MUESTRA COMPATIBLE	Muestras biológicas, sólidos inorgánicos, muestras geológicas, materiales de carbono.
PREPARACIÓN NECESARIA DE LA MUESTRA	El espécimen debe estar contenido en rejillas de TEM (3 mm de diámetro) de Cu o de Ni.

4.3 Manejo básico del equipo

INICIO DE SESIÓN

- 1- El voltaje de aceleración debe estar operativo al valor deseado (80, 100 o 120 kV).
- 2- El portamuestras será **introducido por un técnico del CNME.**
- 3- Emisión de electrones: pulsar FILAMENT para saturar el filamento y esperar a que la emisión llegue al valor prefijado.



PANEL IZQUIERDO

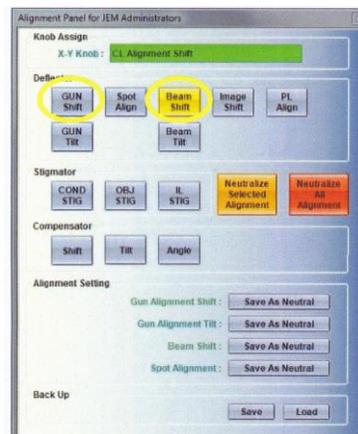
- 4- Pulsar STD FOCUS (panel derecho).
- 5- Ajustar la altura del portamuestras con Z (panel derecho Z Focus): mínimo contraste en la imagen.



PANEL DERECHO

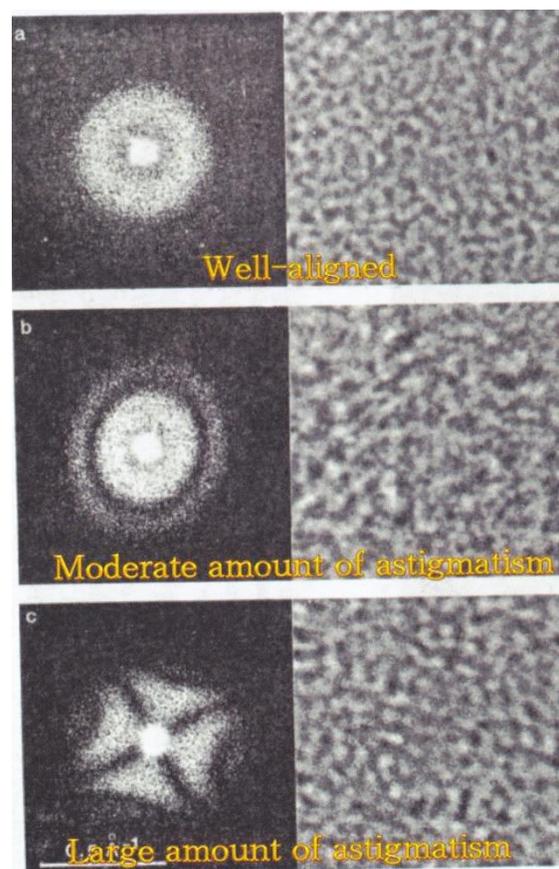
	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6003	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 1400 Plus	Fecha: 13/11/2017	
	Página 4 de 7		

- 6- Abrir el archivo de alineamiento del haz de electrones: ALIGNMENT PANEL → BACK UP → LOAD: "alignmentLaB6.jal"
- 7- Corrección del astigmatismo de la lente condensadora: pulsar COND STIG y ajustar con X e Y (paneles izquierdo y derecho, respectivamente).



ADQUISICIÓN DE IMÁGENES

- 1- El control de la cámara CCD se lleva a cabo con el programa DIGITAL MICROGRAPH.
- 2- Insertar la cámara CCD → INSERT CAMERA.
- 3- Pulsar START VIEW (tiempo de exposición bajo, ≤ 0.3 segundos) y levantar la pantalla del microscopio (SCREEN UP, panel derecho).
- 4- Corrección del astigmatismo de la lente objetivo: debe hacerse al principio de la sesión y repetirlo cuando sea necesario.



4.1- Se busca una zona amorfa de la muestra (aumentos $\geq 20000x$) y se pulsa START VIEW.

4.2- Transformada de Fourier de la imagen: en el menú PROCESS del programa DIGITAL MICROGRAPH se pulsa LIVE → FFT.

4.3- El astigmatismo de la lente objetivo se corrige pulsando OBJ STIG y usando los mandos X e Y hasta que la transformada de Fourier de la imagen de una zona amorfa sea un círculo.

- 5- Adquisición de imagen: pulsar START

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6003	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 1400 Plus	Fecha: 13/11/2017	
		Página 6 de 7	

4.4 Requisitos de cualificación de Usuarios

FORMACIÓN PREVIA¹	Conocimiento de la IT
FORMACIÓN COMPLEMENTARIA²	Entrenamiento a cargo de un técnico del Centro
EXPERIENCIA³	No requerida
SESIONES ACOMPAÑANDO A TÉCNICO⁴	≥2 en un máximo de un mes, según 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 un mes, con visto bueno del técnico que supervisa

4.5 Gestión del equipo (por Técnico)

4.5.1 Encendido del Equipo

El alto voltaje se conecta a 60 kV y se lleva al valor deseado (80, 100 o 120 kV) de manera gradual con una rampa adecuada de kV/segundo.

4.5.2 Sistema de Anti-Contaminación (ACD)

Se rellena el dewar del ACD con nitrógeno líquido antes de cada sesión.

4.5.3 Portamuestras

El manejo de los portamuestras al principio y final de cada sesión será llevado a cabo por un técnico del CNME en todos los casos.

4.5.4 Apagado del equipo

Al final de todas las sesiones de cada día, se baja el voltaje desde el valor utilizado (80, 100 o 120 kV) hasta 60 kV con una rampa de kV/segundo adecuada. Una vez alcanzado ese valor se apaga el voltaje. Se elimina la contaminación capturada por el ACD pulsando ACD HEAT ON (calentamiento del dewar).

4.5.5 Mantenimiento del equipo

Mantenimiento preventivo general anual (según contrato de mantenimiento).

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 6003	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 1400 Plus	Fecha: 13/11/2017	
		Página 7 de 7	

4.5.6 Verificación del equipo

El sistema de vacío y el circuito de agua de refrigeración deben estar funcionando continuamente.

5 CONTROL DE CAMBIOS

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

FIN DEL DOCUMENTO