

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 2100HT	Fecha: 13/11/2017	
	Página 1 de 10		

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	8
4.5	GESTIÓN DEL EQUIPO (POR TÉCNICO).....	9
5	CONTROL DE CAMBIOS	10

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 6002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 2100HT	Fecha: 13/11/2017	
		Página 2 de 10	

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Se detallan las instrucciones para el manejo del equipo JEM 2100HT.

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 de 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 0.25	SI	SI	SI	SI
	STEM 1.5	SI	SI	SI	SI
Mínimo Spot Size	TEM 20				
Mínimo Spot Size	NBD 1.5				
Mínimo Spot Size	STEM 1.5				

4.2 Uso y limitaciones

Uso	Observación de materiales inorgánicos (minerales, materiales cerámicos, metálicos, etc.); muestras biológicas (tejidos de plantas y animales), polímeros.
TIPO DE ANÁLISIS	Imágenes TEM y STEM, difracción de electrones para el estudio de la microestructura de materiales sólidos.
TÉCNICAS ASOCIADAS	<p>Microanálisis semicuantitativo por dispersión de energía de rayos X (XEDS) para obtener la composición del material objeto de estudio.</p> <p>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.</p>
PRINCIPIO DEL MÉTODO	<p>Imagen o difracción por los electrones transmitidos por la muestra.</p> <p>Micronálisis por dispersión de energía de rayos x (XEDS).</p>

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 2100HT	Fecha: 13/11/2017	
	Página 3 de 10		

DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO	<p>Microscopio de transmisión JEOL JEM 2100 HT. Con cañón de electrones de cátodo termoiónico con filamento de LaB₆.</p> <p>Imágenes TEM y diagramas de difracción de electrones adquiridos en una CCD Gatán modelo ORIUS SC1000A a través del software Digital Micrograph.</p> <p>Imágenes STEM adquiridas con un detector anular JEOL 24511SIOD.</p> <p>Microanálisis rayos X: INCA Microanalysis Suite, detector SDD Oxford X-Max con resolución de 129 eV y área de 80 mm².</p> <p>Máxima inclinación de la muestra $\pm 40^\circ$, 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

1. El equipo debe estar encendido y en condiciones de trabajo. En caso contrario, comunicárselo a un técnico del centro.

2. Condiciones de trabajo:

Software de control del equipo (TEM Controller) operativo

Vacío: $P_{col} \leq 5 \cdot 10^{-5}$ Pa

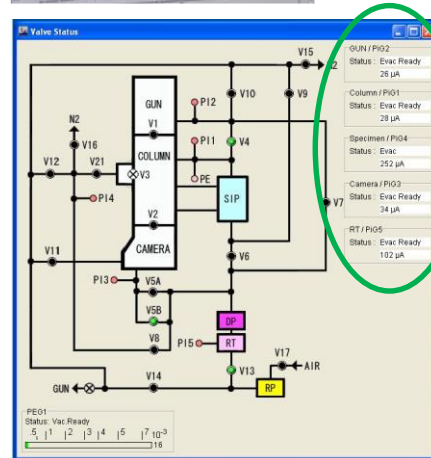
Estado de GUN, Column, Specimen, Camera, RT en TEM Controller: "Evac Ready".

Llenar Trampa de vacío con nitrógeno líquido.

Tensión de aceleración 100 o 200 kV

100kV (lectura de "beam current" ~51 μ A)

200kV (lectura de "beam current" ~102 μ A)



3. Colocación la muestra en el portamuestras:

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 2100HT	Fecha: 13/11/2017	
	Página 4 de 10		

A llevar a cabo por un técnico del centro

Se selecciona el portamuestras más adecuado en función del tipo de trabajo a realizar:

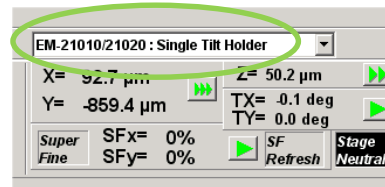
Doble inclinación de berilio (1 muestra, bajo fondo en XEDS): *berillium specimen tilting holder*.

Un solo eje de inclinación (1 muestra, señal de cobre y cromo en XEDS): *single tilt holder*.

Un solo eje de inclinación (4 muestras, señal de cobre y de cromo en XEDS): *specimen quartet holder*.

4. Introducción de la muestra en el microscopio y selección en TEM Controller del portamuestras elegido.

A llevar a cabo por un técnico del centro.

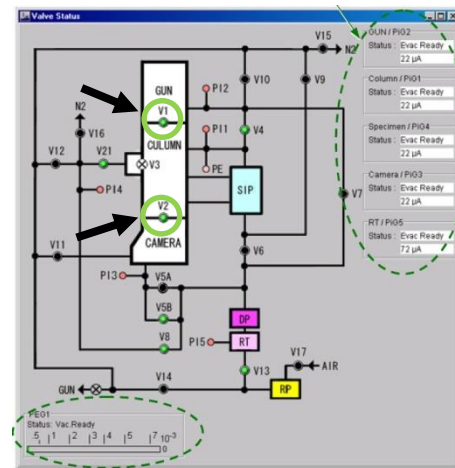


5. Comprobar de nuevo el estado del vacío:
Estado de GUN, Column, Specimen, Camera, RT en TEM Controller: "Evac Ready".

Válvulas V1 y V2 abiertas (verde).

Vacío en la columna del microscopio:

$$P \leq 2 \cdot 10^{-5} \text{ Pa}$$



6. Saturación de filamento:

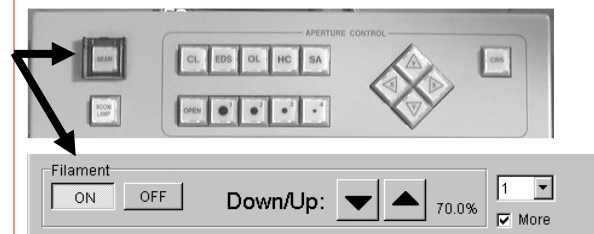
Se presiona el botón "beam" en la consola izquierda del microscopio o bien ON en TEM Controller.

Esperar 2 minutos a que el programa ejecute la rampa de saturación.

Al finalizar la rampa la lectura de "beam current" debe ser:

100kV => beam current" < 57 µA

200kV => beam current" < 108 µA



	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 2100HT	Fecha: 13/11/2017	
	Página 5 de 10		

7. Cargar la memoria de alineamiento en el software de control del microscopio:

Ventana "Alignment Panel for Maintenance"
Presionar botón "Load Alignment File"

100kV => Archivo "Alignment100kVFinal.jal"

200kV => Archivo "Alignment200kVFinal.jal"

Los usuarios autorizados pueden utilizar estos alineamientos como punto de partida y refinar el alineamiento de acuerdo a las instrucciones suministradas.

Ningún usuario podrá salvar un archivo de alineamiento sin la autorización de un técnico del centro.

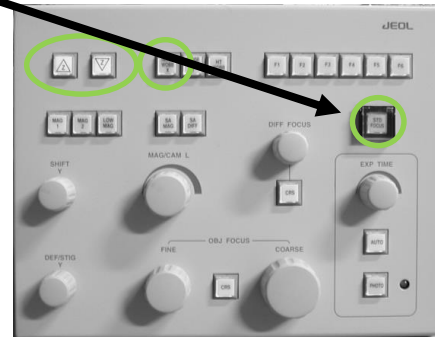


8. Presionar botón para valor óptimo de la lente objetivo (standard focus): "std Focus"

9. Llevar la muestra a la altura eucéntrica con los controles de z

Se elige un detalle de la muestra y se presiona Image X en la consola del microscopio, la imagen se desdobra en 2.

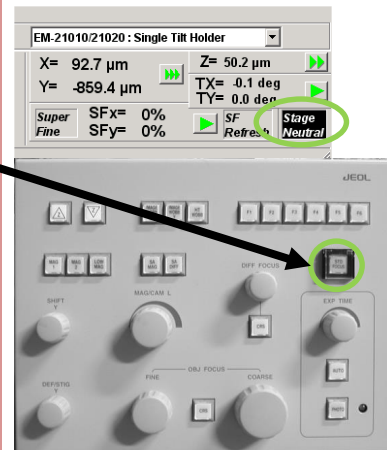
Se varía la altura de la muestra hasta que se obtiene una sola imagen.



NOTAS:

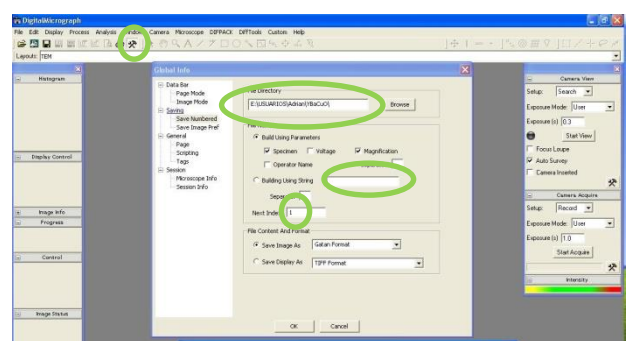
Si se usa el portamuestras de 4 posiciones, resetear el portamuestras entre muestra y muestra (*Stage Neutral*) y presionar "std Focus"

No es necesario apagar el filamento entre muestra y muestra si no se cambia el portamuestras.

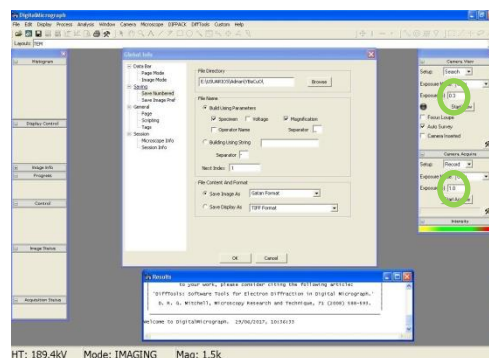


	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 2100HT	Fecha: 13/11/2017	
	Página 6 de 10		


10. Abrir el software Digital Micrograph
Rellenar los campos correspondientes al nombre de la muestra y carpeta en la que se guardarán las imágenes.

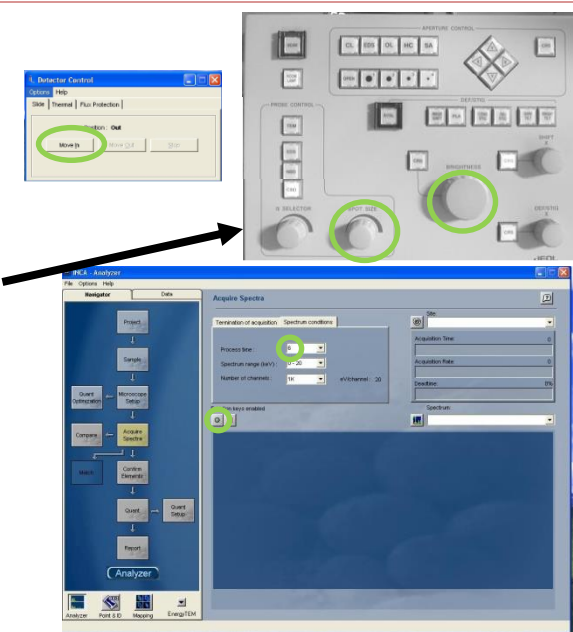


11. Adquisición de Imágenes TEM
Seleccionar el tiempo de adquisición de la cámara CCD. A modo de orientación:
"View" (barrido rápido): $t \sim 0.1-0.4$ s
"Acquire" (barrido lento): $t \sim 0.5-2$ s
Levantar pantalla de fósforo del microscopio con la tecla F1, enfocar la imagen y comenzar la adquisición.



12. Adquisición de diagramas de difracción de electrones
El proceso es igual que para las imágenes pero con la precaución adicional de **tapar el haz transmitido con el "beam stopper"** para no dañar la cámara CCD.

13. Adquisición de análisis XEDS:
Abrir el programa INCA.
Crear un nuevo proyecto.
Aproximar el detector a la muestra presionando "Move In" en la ventana Detector Control.
Seleccionar el área de la muestra a analizar mediante "spot size" (3) y "brightness" (focalizar el haz de electrones en el detalle de la imagen deseado).
Seleccionar el tiempo de adquisición y "process time".
Adquirir espectro presionando el botón .



	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 2100HT	Fecha: 13/11/2017	
	Página 7 de 10		

NOTAS:

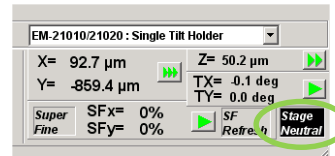
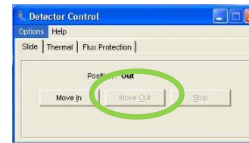
Los portamuestras “single tilt” y de 4 muestras dan señal de cobre y cromo.

Puede aparecer una señal débil de hierro debida al propio microscopio.

Tener en cuenta que en función de la orientación de la muestra (Tx, Ty) y su posición (X, Y, Z) puede no llegar señal al detector de rayos X.

14. Cierre de la sesión

- 14.1. Retirar las aperturas de objetivo y de selección de área.
- 14.2. Retirar detector de XEDS (*Move Out*).
- 14.3. Dejar el microscopio en modo MAG1.
- 14.4. Apagar el filamento presionando el botón “beam” o *Filament OFF*.
- 14.5. Neutralizar el portamuestras presionando el botón “F3” o “Stage Neutral”.
- 14.6. **Llamar a un técnico del centro para extraer el portamuestras** y recuperar las muestras.



15. Recuperación de datos

Los datos obtenidos que previamente se han grabado en el servidor pueden ser recuperados¹ desde la página web del centro.

Hacer *login* con el nombre de usuario y la clave del usuario.

En la pestaña “Administrar”, seleccionar “Mis Archivos”.

16. Apagado del equipo

El equipo no se apaga entre sesiones.

Este equipo **sólo lo apaga el Técnico responsable.**

¹ El tiempo máximo que se mantienen en el servidor los datos tras la finalización de la sesión se indica en las Normas de funcionamiento del CNME y en las condiciones de servicio al solicitar cita en la Web.

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 2100HT	Fecha: 13/11/2017	
	Página 8 de 10		

--	--

4.4 Requisitos de cualificación de Usuarios

FORMACIÓN PREVIA²	Conocimiento de la IT
FORMACIÓN COMPLEMENTARIA³	Entrenamiento a cargo de un técnico del Centro
EXPERIENCIA⁴	No requerida
SESIONES ACOMPAÑANDO A TÉCNICO⁵	≥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 TÉCNICO⁶	≥5 en un máximo de tres meses, con visto bueno del técnico que supervisa

² Conocimientos previos para poder manejar el equipo.

³ 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.

⁴ Experiencia previa en el manejo de este equipo u otro similar.

⁵ 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.

⁶ 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 6002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 2100HT	Fecha: 13/11/2017	
		Página 9 de 10	

4.5 *Gestión del equipo (por Técnico)*

4.5.1 Apagado del equipo

Apagar filamento.

Apagar Alta Tensión.

Retraer detector XEDS.

Extraer Portamuestras.

Eliminar LN₂ de la trampa anticontaminante (ACD heat) y esperar a que termine el ciclo de calentamiento.

Cerrar software Digital Micrograph, INCA y TEM Controller.

Apagar ordenadores.

Apagar controlador cámara CCD.

Apagar los módulos de control INCA micsF+; INCA X-Stream-2.

Apagar microscopio: Botón "Power 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) y subirá la tensión de aceleración al voltaje especificado para la sesión.

Al finalizar la sesión el último usuario del día:

1. Apagará Filamento.
2. Extraerá Portamuestras.
3. Desconectará la alta tensión.
4. Eliminará el nitrógeno líquido de la trampa anticontaminante.

Programar "Bake Out" cuando el vacío en columna sea pobre.

Mantenimiento preventivo general anual (según contrato de mantenimiento).

4.5.3 Cambio de filamento

Lo realiza el técnico de mantenimiento.

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6002	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 2100HT	Fecha: 13/11/2017	
		Página 10 de 10	

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) y subirá la tensión de aceleración al voltaje especificado para la sesión.

5 CONTROL DE CAMBIOS

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

FIN DEL DOCUMENTO