	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 3000F	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	6
4.5	GESTIÓN DEL EQUIPO (POR TÉCNICO).....	7
5	CONTROL DE CAMBIOS	8

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 6001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 3000F	Fecha: 13/11/2017	
	Página 2 de 8		

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Se detallan las instrucciones para el manejo del equipo JEM 3000F.

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 de equipo

4 DESARROLLO

4.1 Resolución y campo de aplicación

TIPO	RESOLUCIÓN (nm)	MATERIALES	CIENCIAS DE LA VIDA	CIENCIAS DE LA TIERRA	PATRIMONIO
TRANSMISION	0.17	SI	NO	SI	SI

4.2 Uso y limitaciones

Uso	Caracterización de materiales a escala de distancias atómicas (microscopía de transmisión de electrones de alta resolución (HRTEM). Estudio de la red recíproca de sólidos cristalinos (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 d Alto Ángulo (HAADF) El microscopio está equipado con un espectrómetro de EELS (Espectroscopía de Pérdida de Electrones).
PRINCIPIO DEL MÉTODO	Las imágenes de HRTEM y STEM y los espectros EELS 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	Microscopio electrónico de Transmisión con cañón de emisión de campo tipo Schottky. Voltaje de aceleración operativo: 300kV Resolución entre puntos de 0.17 nm en modo TEM y de 0.14 nm en modo STEM. Cámara CCD multibarrido (1k x 1k) para la adquisición digital de las imágenes. Sistema de microanálisis por XEDS (OXFORD INCA). Espectrómetro ENFINA para EELS (resolución en energía de 1.3 eV).

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 3000F	Fecha: 13/11/2017	
	Página 3 de 8		

	<p>En modo STEM cuenta con un detector ADF (GATAN) y un detector HAADF para la adquisición de imágenes de contraste Z.</p> <p>Goniómetro de doble inclinación: $\pm 25^\circ$ de inclinación de la muestra.</p> <p>Portamuestras GATAN de doble inclinación y de bajo fondo (Be).</p>
TIPO DE MUESTRA COMPATIBLE	<p>Sólidos inorgánicos, muestras geológicas, materiales de carbono, materiales metálicos, láminas delgadas inorgánicas</p> <p>Máximo de 4 muestras por sesión.</p>
PREPARACIÓN NECESARIA DE LA MUESTRA	<p>El espécimen debe estar contenido en rejillas de TEM (3 mm de diámetro) de Cu o de Ni.</p> <p>Especímenes metálicos deben ser de 3 mm diámetro y transparentes a los electrones incidentes (es necesario electropulido o pulido con iones previo).</p>

4.3 Manejo básico del equipo

COMIENZO SESIÓN

- 1- El voltaje del equipo debe estar a 300.0 kV
- 2- La emisión del filamento debe estar encendida
- 3- El vacío de la columna del microscopio debe ser inferior a 2.5×10^{-5} Pa.
- 4- El usuario debe apuntar los valores de EMISSION, A1, FIL y presión de vacío de la columna.
- 5- Pulsar VALVE (panel izquierdo): se abre la válvula del cañón.
- 6- Pulsar LOW MAG (panel derecho): imagen a bajos aumentos para localizar la zona de la muestra que se quiere caracterizar.

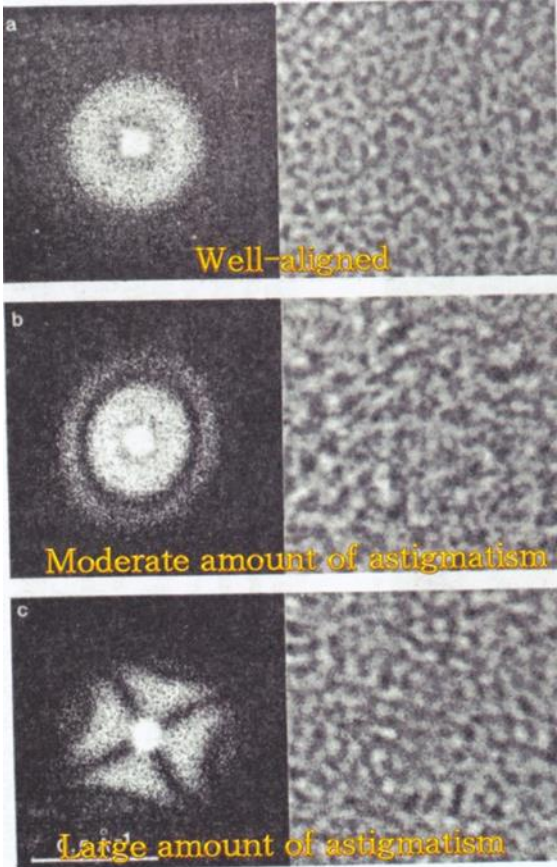
PANEL DERECHO



PANEL IZQUIERDO



	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 3000F	Fecha: 13/11/2017	
	Página 4 de 8		

<p>7- Pulsar MAG1 (panel derecho): rango de aumentos para iniciar el trabajo</p> <p>8- Llevar foco a DV=0 con FOCUS (panel derecho).</p>	
<p>9- Ajustar la altura de la muestra con Z. Imagen con mínimo contraste (punto eucéntrico)</p>	
<p>10- Centrar lente condensadora a 100.000 aumentos</p> <p>11- Ajustar astigmatismo de la lente condensadora: pulsar COND STIG y ajustar con DEF X y DEF Y (panel derecho e izquierdo respectivamente)</p>	
<p>ADQUISICIÓN DE IMÁGENES (MODO TEM)</p> <p>1- El control de la cámara CCD se lleva a cabo con el programa DIGITAL MICROGRAPH.</p> <p>2- Insertar la cámara CCD → INSERT CAMERA</p> <p>3- Levantar la pantalla: SCREEN (panel derecho)</p> <p>4- Pulsar START VIEW (tiempo de exposición bajo, ≤ 0.3 segundos) y levantar la pantalla del microscopio (panel derecho)</p> <p>5- Corrección del astigmatismo de la lente objetivo: debe hacerse al principio de la sesión y repetirlo cuando sea necesario.</p> <p>4.1- Se busca una zona amorfa de la muestra</p>	

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 3000F	Fecha: 13/11/2017	
	Página 5 de 8		

(magnificación $\geq 500000x$) y se pulsa START VIEW.

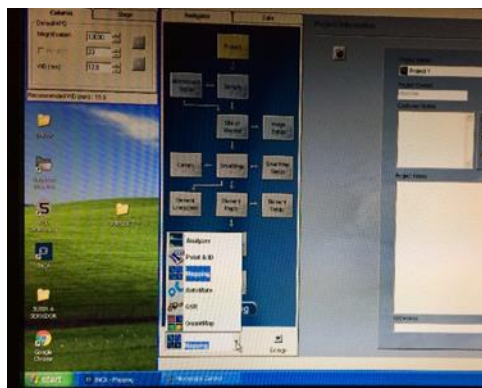
4.2- Transformada de Fourier de la imagen: en el menú PROCESS del programa DIGITAL MICROGRAPH se pulsa LIVE \rightarrow FFT.

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

5- Adquisición de imagen: pulsar START ACQUIRE en el control de la cámara CCD (tiempo de exposición entre 0.7 y 1 segundos).

ADQUISICIÓN DE ESPECTROS DE XEDS

- 1- El detector de XEDS se controla con el programa INCA.
- 2- El detector debe encontrarse dentro del microscopio.
- 3- Colocar el haz de electrones sobre la zona a analizar. Seleccionar el SPOT SIZE deseado (panel izquierdo).
- 4- En el programa INCA se selecciona el menú ANALYZER y ACQUIRE SPECTRA.



	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 3000F	Fecha: 13/11/2017	
	Página 6 de 8		

<p>Se pulsa el botón verde para iniciar la adquisición del espectro y el botón rojo para terminar.</p>	
<p>FIN DE SESIÓN</p> <ol style="list-style-type: none"> 1- Se apaga la válvula del cañón de electrones (pulsar VALVE) 2- Se coloca el portamuestras en la posición inicial para poder extraerlo: pulsar N en el control del goniómetro 3- Se retira cualquier apertura de la lente objetivo eventualmente insertada durante la sesión <p style="text-align: center;"><u>El portamuestras será retirado por uno de los técnicos del CNME.</u></p>	
<p>GRABADO DE DATOS</p> <p>Las imágenes y datos de XEDS se grabarán en el servidor del CNME, en la carpeta correspondiente a cada usuario/a. Desde la página web del CNME se podrán descargar todos esos archivos.</p>	

4.4 Requisitos de cualificación de Usuarios

FORMACIÓN PREVIA¹	Conocimiento de la IT
-------------------------------------	-----------------------

¹ Conocimientos previos para poder manejar el equipo.

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 6001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 3000F	Fecha: 13/11/2017	
	Página 7 de 8		

FORMACIÓN COMPLEMENTARIA²	Entrenamiento a cargo de un técnico del Centro
EXPERIENCIA³	Usuario experto en JEM2100HT o en otros equipos de transmisión
SESIONES ACOMPAÑANDO A TÉCNICO⁴	≥2 en un máximo de 1 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 1 mes, con visto bueno de técnico que supervisa

4.5 Gestión del equipo (por Técnico)

4.5.1 Encendido del Equipo

El microscopio siempre está encendido. El voltaje de aceleración de los electrones se deja siempre a 300 kV. Si el equipo va a estar varios días sin ser utilizado (fin de semana, vacaciones, etc.) se baja la alta tensión a 200 kV con una rampa de kV/segundo adecuada. Después del período de inactividad, se sube el voltaje hasta 300 kV con una rampa de kV/segundo muy lenta (aproximadamente 45 minutos)

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 Mantenimiento detector de XEDS

El dewar del detector de XEDS debe ser rellenado con N₂ líquido dos veces cada semana.

4.5.5 Apagado del equipo

Al final de todas las sesiones de cada día se elimina la contaminación capturada por el ACD pulsando ACD HEAT ON (calentamiento del dewar).

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 6001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN JEM 3000F	Fecha: 13/11/2017	
	Página 8 de 8		

4.5.6 Mantenimiento del equipo: BAKE OUT

Se realiza una BAKE OUT del equipo como mínimo una vez cada dos meses, según Plan de mantenimiento del equipo.

- Se baja el voltaje de aceleración del microscopio hasta 200 kV.
- Se apaga la emisión del filamento.
- Se apaga el voltaje de aceleración.
- Se cierra la corriente de agua de refrigeración del microscopio.
- Se pulsa BAKE OUT para iniciar el proceso (calentamiento de la columna del microscopio para eliminar suciedad e impurezas).
- Una vez acabado el proceso (el tiempo de BAKE OUT se puede elegir según conveniencia) se abre la corriente de agua de refrigeración y se sube el voltaje de aceleración hasta 100 kV.
- Se enciende la emisión del filamento.
- Se sube el voltaje hasta 300 kV con una rampa de kV/segundo muy lenta (2 horas).

4.5.7 Mantenimiento del equipo: Alineamiento del haz de electrones

Se realiza un alineamiento semanal de mantenimiento del haz de electrones.

Se siguen las instrucciones de alineamiento del manual del equipo. En resumen hay que realizar los siguientes procesos de alineamiento:

- Centrado de la apertura de la lente condensadora
- Alineamiento de la emisión del cañón de electrones: GUN TILT y GUN SHIFT
- Alineamiento de los PIVOT POINTS: TILT X y TILT Y; SHIFT X y SHIFT Y
- Corrección del astigmatismo de la lente intermedia: INT STIG
- Ajuste del centro de voltajes: HT WOBLER

4.5.8 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