

| | |
|----------------------------|--|
| Elaborado: Dra. A. Vicente | 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 3003 | Ed. 01 |
| | MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO JSM 6400 | | Fecha: 13/11/2017 | |
| | | | Página 2 de 7 | |

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Se detalla las instrucciones para el manejo del equipo JSM 6400.

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 |
|---------|--------------------|------------|---------------------|-----------------------|------------|
| BARRIDO | 100 | SI | SI | SI | SI |

4.2 Uso y limitaciones

| | |
|--|---|
| Uso | Observación de la superficie de materiales inorgánicos y de muestras orgánicas (entomología, microbiología, estudio morfológico de plantas y tejidos animales, estructura y textura en alimentos). |
| TIPO DE ANÁLISIS | Análisis semicuantitativos para obtener la composición del material objeto de estudio. |
| TÉCNICAS ASOCIADAS | Permite obtener, información de la distribución de elementos y fases, mediante el empleo de electrones retrodispersados, en el material estudiado. |
| PRINCIPIO DEL MÉTODO | Imagen derivada de la emisión de electrones secundarios y retrodispersados. Análisis por dispersión de energía de rayos X. |
| DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO | Microscopio de barrido JSM 6400. Cañón de electrones de cátodo termoiónico con filamento de tungsteno. Detector de electrones secundarios y retrodispersados. Detector de análisis por dispersión de rayos X con resolución de 133 eV. |
| TIPO DE MUESTRA COMPATIBLE | Cualquier tipo de muestra con una altura menor de 3 cm susceptible de ser estudiada mediante SEM |
| PREPARACIÓN NECESARIA DE LA MUESTRA | Muestra no magnética, conductora y deshidratada. |

| | | | | |
|---|--|--|----------------------------------|------------------|
|  | INSTRUCCIÓN TÉCNICA | | Código IT 4130724 3003 | Ed. 01 |
| | MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO JSM 6400 | | Fecha: 13/11/2017 | |
| | | | Página 3 de 7 | |

4.3 Manejo básico del equipo

1. Encendido del equipo.

Girar la llave de arranque hasta posición start.



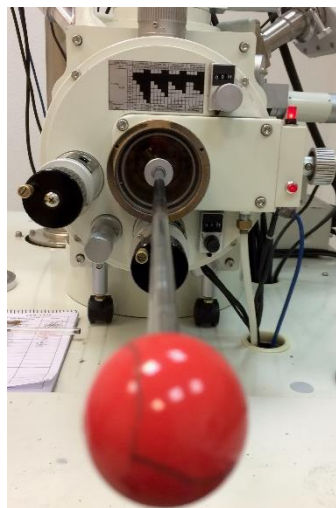
2. Introducción de la muestra: Colocación de la muestra en el portamuestra.


Seleccionar el portamuestras más adecuado en función del tamaño de la muestra, y colocarlo empleando una llave allen, regulando la altura con un destornillador.



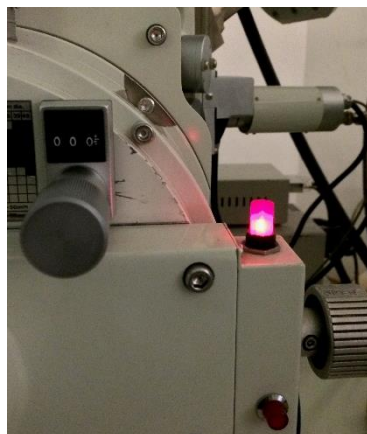
3. Introducción de la muestra en el microscopio

3.1. Se coloca el portamuestras en el vástago y se introduce en la precámara.

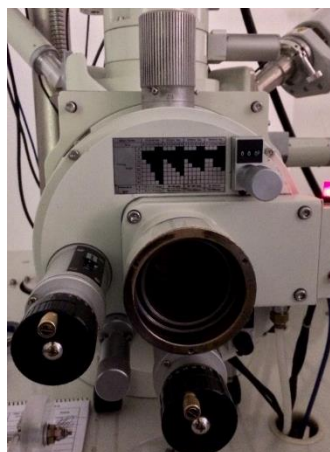


| | | | | |
|---|--|--|----------------------------------|------------------|
|  | INSTRUCCIÓN TÉCNICA | | Código IT 4130724 3003 | Ed. 01 |
| | MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO JSM 6400 | | Fecha: 13/11/2017 | |
| | | | Página 4 de 7 | |

- 3.2. Se presiona el botón situado arriba a la derecha y se espera que se haga vacío (se apaga el piloto).



- 3.3. Comprobar antes de abrir la cámara que los indicadores X, Y y Z del stage se encuentran en **25, 35 y 39**, respectivamente.



- 3.4. Se introduce el portamuestras en la cámara una vez abierta la portezuela y se desliza por el carril hasta hacer tope.


- 3.5. Se desenrosca el vástago, se retira y se cierra la portezuela, apretando el botón anteriormente mencionado para poder retirar completamente el vástago.


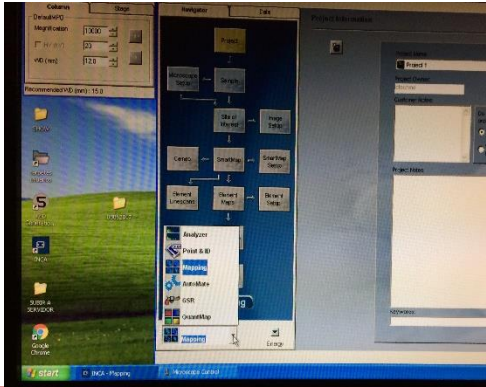
4. Saturación de filamento:

Antes de la obtención de la imagen es necesario saturar el filamento:


Con la línea de saturación en la pantalla de trabajo se enciende el voltage (20kv) y con el potenciómetro de la derecha se satura el filamento.



| | | | | |
|---|--|--|----------------------------------|------------------|
|  | INSTRUCCIÓN TÉCNICA | | Código IT 4130724 3003 | Ed. 01 |
| | MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO JSM 6400 | | Fecha: 13/11/2017 | |
| | | | Página 5 de 7 | |

| | |
|---|---|
| <p>5. Obtención de la Imagen:</p> <p>Cuando el filamento emite se obtiene la imagen presionando el botón PIC.</p> <p>Para obtener imágenes definitivas se requiere emplear el programa INCA en la pantalla grande del ordenador, y se graba como un archivo del formato deseado (JPEG, TIFF o BMP).</p> |  |
| <p>6. Registro de datos EDS:</p> <p>Para realizar análisis por dispersión de energía de RX se emplea el programa INCA. Para ello se utiliza la opción analyzer o point & ID. Los datos se pueden trasladar en formato Word y guardar como un archivo .doc.</p> |  |
| <p>7. Cierre de la sesión</p> <p>7.1. Se apaga el filamento girando el potenciómetro hacia el tope de la izquierda.</p> <p>7.2. Se apaga el voltaje.</p> <p>7.3. Se comprueba que el stage se encuentra en las coordenadas iniciales (X=25, Y=35 y Z en 39),</p> <p>7.4. Se acopla el vástago en la precámara y se espera que haga vacío una vez presionado el botón.</p> <p>7.5. Una vez ha hecho vacío, se introduce el vástago y se atornilla en el portamuestras para tirar finalmente de éste y sacarlo del microscopio.</p> | |
| <p>8. Recuperación de datos</p> <p>Los datos obtenidos que previamente se han grabado en el servidor se pueden recuperar¹</p> | |

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 3003 | Ed. 01 |
| | MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO JSM 6400 | | Fecha: 13/11/2017 | |
| | | | Página 6 de 7 | |

| | |
|---|--|
| con el nombre de usuario y la clave desde la página web del centro. | |
| 9. Apagado del equipo El equipo no se apaga entre sesiones. Este equipo sólo lo apaga el Técnico responsable | |

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 |

4.5 Gestión del equipo (por Técnico)

4.5.1 Apagado del equipo

Girar la llave hacia off.

4.5.2 Mantenimiento del equipo

Mantenimiento preventivo general anual (según contrato de mantenimiento).


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 3003 | Ed. 01 |
| | MANEJO BÁSICO DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO JSM 6400 | | Fecha: 13/11/2017 | |
| | | | Página 7 de 7 | |

4.5.3 Cambio de filamento

Con el equipo sin voltaje, se abre el cañón con el botón gun, se retira el wehnelt con el filamento fundido y se sustituye por el nuevo filamento montado ya en el segundo wehnelt. Se vuelve a oprimir el botón gun para que vuelva a hacer vacío y cuando alcanza el vacío de uso, se centra el filamento.

4.5.4 Verificación del equipo

Mantiene el vacío (con el cuadro de luces) y emite el filamento.

5 CONTROL DE CAMBIOS

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

FIN DEL DOCUMENTO