

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 4001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DE LA MICROSONDA JXA-8900M	Fecha: 13/11/2017	
		Página 1 de 9	

ÍNDICE

1	OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN.....	2
2	DEFINICIONES	2
3	DOCUMENTACIÓN DE REFERENCIA.....	2
4	DESARROLLO.....	2
4.1	INTRODUCCIÓN.....	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).....	6
	ANEXO I:.....	7
5	CONTROL DE CAMBIOS	9

Elaborado: A. Fernandez Larios	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 4001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DE LA MICROSONDA JXA-8900M	Fecha: 13/11/2017	
		Página 2 de 9	

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Manejo básico Microsonda electrónica modelo JXA 8900-M

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 Introducción

Microsonda electrónica (Electron Probe Microanalyser - EPMA) modelo JEOL JXA-8900 M equipada con cinco espectrómetros de dispersión de longitud de onda de rayos-X (WDS). Permite la obtención de imágenes de gran resolución, la realización de análisis elementales cuantitativos, cualitativos y mapas de rayos X, así como imágenes de secundarios y retrodispersados.

4.2 Uso y limitaciones

Uso	Análisis de cualquier tipo de material susceptible de ser pulido y que tenga la posibilidad de ser observado bajo condiciones de voltaje e intensidad adecuados.
TIPO DE ANÁLISIS	Análisis cuantitativos, cualitativos, perfiles de línea y mapas de elementos.
TÉCNICAS ASOCIADAS	Puede obtener la distribución de los elementos y de fases, mediante el empleo de electrones retrodispersados, en el material estudiado.
PRINCIPIO DEL MÉTODO	Análisis por longitud de onda de rayos-X. Imágenes de electrones secundarios y retrodispersados en modo composición y topografía.
DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO	Microsonda electrónica (Electron Probe Microanalyser - EPMA) modelo JEOL JXA-8900 M equipada con cinco espectrómetros de dispersión de longitud de onda de rayos-X (WDS). Permite la obtención de imágenes de gran resolución, la realización de análisis elementales cuantitativos, cualitativos y mapas de rayos X, así como imágenes de secundarios y retrodispersados.
TIPO DE MUESTRA COMPATIBLE	Cualquier tipo de material susceptible de ser pulido y que tenga la posibilidad de ser observado bajo las condiciones de voltaje e intensidad adecuados. Evitar muestras magnéticas y muestras que contengan elementos volátiles especialmente si se trata de compuestos de mercurio.

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 4001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DE LA MICROSONDA JXA-8900M	Fecha: 13/11/2017	
		Página 3 de 9	

PREPARACIÓN NECESARIA DE LA MUESTRA	<p>Inclusión de la muestra si fuera necesario para poder llevar a cabo el pulido de la misma.</p> <p>Desbastado y pulido final de la muestra, con alúmina, diamante o cualquier otro abrasivo con el mínimo grano posible.</p> <p>El pulido lo lleva a cabo el usuario, bajo la supervisión del técnico del equipo.</p> <p>Evaporación de una capa de carbono sobre la muestra en el caso de que no fuera conductora.</p>
--	---

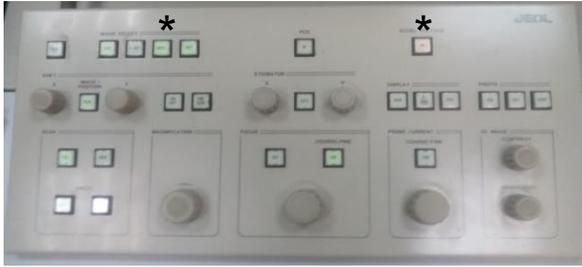
4.3 Manejo básico del equipo

<p>1. Encendido del equipo.</p> <p>Girar la llave de arranque hasta posición start.</p>	
<p>2. Introducción de la muestra: Colocación de la muestra en el portamuestras.</p> <p>Pegado, atornillado o fijado a cualquiera de los soportes disponibles.</p>	
<p>3. Introducción de la muestra en el microscopio</p>	
<p>a. Se coloca el portamuestras en el vástago y se introduce en la precámara.</p>	
<p>b. Se presiona el botón situado arriba a la derecha y se espera que se haga vacío (se apaga el piloto)</p>	

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 4001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DE LA MICROSONDA JXA-8900M	Fecha: 13/11/2017	
	Página 4 de 9		

<p>c. Comprobar antes de abrir la cámara que los indicadores X, Y y Z del stage se encuentran en 0.5, 40 y 11, respectivamente.</p>	
<p>d. Se introduce el portamuestras en la cámara una vez abierta la portezuela y se desliza por el carril hasta hacer tope.</p>	
<p>e. Se desenrosca el vástago, se retira y se cierra la portezuela, apretando el botón anteriormente mencionado para poder retirar completamente el vástago.</p>	
<p>4. Conexión Alta Tensión, Accel Voltage ON</p>	
<p>5. Mediciones</p> <p style="padding-left: 20px;">Análisis de longitud de onda de rayos-X.</p> <p style="padding-left: 20px;">Posibilidad de realizar análisis cuantitativos, cualitativos, line profiles y mapas composicionales. Imágenes de electrones secundarios y retrodispersados.</p>	
<p>6. Inicio de la sesión:</p> <p style="padding-left: 20px;">Elección por el usuario de los elementos que quiere analizar, así como el tipo de análisis a llevar a cabo.</p>	

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 4001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DE LA MICROSONDA JXA-8900M	Fecha: 13/11/2017	
		Página 5 de 9	

<p>Montaje de la rutina de <u>trabajo llevada a cabo por el técnico responsable del equipo.</u></p> <p>Las distintas mediciones las lleva a cabo el usuario ayudándose de la imagen de electrones secundarios o/y retrodispersados (Ver ANEXO).</p>	
<p>7. Cierre de la sesión</p> <p>Se desconecta el Accel Voltage y apagado de la iluminación del microscopio óptico OMTV</p>	
<p>8. Recuperación de datos</p> <p>Los datos obtenidos que previamente se han grabado en el servidor se pueden recuperar¹ con el nombre de usuario y la clave desde la página web del centro.</p>	
<p>9. Apagado del equipo</p>	<p>El equipo no se apaga.</p>

4.4 Requisitos de cualificación de Usuarios

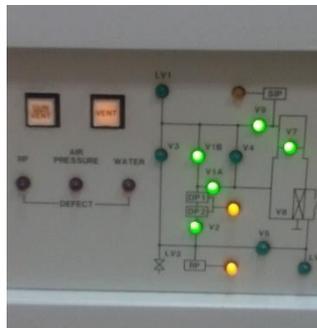
FORMACIÓN PREVIA	Conocimiento de la IT
FORMACIÓN COMPLEMENTARIA	<p>Descripción gráfica de la muestra.</p> <p>Conocimiento de la muestra así como de los elementos presentes en la misma.</p> <p>Localización de las áreas de interés.</p>
EXPERIENCIA	No requerida

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 4001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DE LA MICROSONDA JXA-8900M	Fecha: 13/11/2017	
	Página 6 de 9		

4.5 Gestión del equipo (por Técnico)

Equipo encendido y vacío OK, V7 encendida
Verificación del gas PR, caudalímetro entre 80 y 100.
Presión de nitrógeno gaseoso entre 4 y 5
Verificación de la comunicación Equipo-Workstation.
Conexión iluminación microscopio óptico.
Conexión alta tensión.



4.5.1 Mantenimiento del equipo

Cambio de aceite y correa bomba rotatoria anualmente.
Cambio de filamento:

Si fuera necesario limpieza de Wehnelt y ánodo.
Alineamiento del tilt y shift de columna.

Mantenimiento preventivo anual, incluyendo:

- Limpieza y alineado de columna.
- Sustitución de aperturas.
- Limpieza de PCD.
- Chequeo de espectrómetros:
 - Altura del espectrómetro.
 - Calibrado del tilt del cristal, si fuera necesario.
- Comprobación de la reproductibilidad del stage y posterior recalibrado.
- Verificación y calibrado de las posiciones en los distintos cristales.

CH1 TAP

CH2 LIF

CH3 PETJ

CH4 PETH

CH5 TAPH

Mantenimiento correctivo:

En el caso de que se operase sobre correas o cables de algún espectrómetro, verificación de la altura del espectrómetro y del tilt del cristal.

4.5.2 Verificación del equipo

Niveles de vacío correctos. Stage calibrado.
Espectrómetros calibrados.

	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 4001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DE LA MICROSONDA JXA-8900M	Fecha: 13/11/2017	
		Página 7 de 9	

ANEXO I:

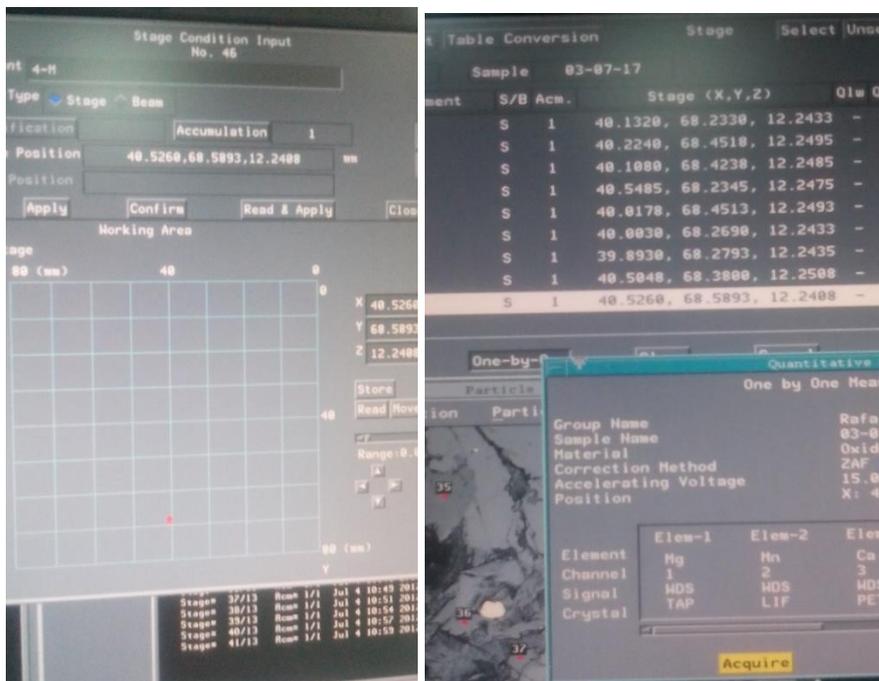
INSTRUCCIONES BÁSICAS:

Localización del área a analizar (ayudándose de la imagen de secundarios del equipo) con el *joystick* controller.

Realizar con el *joystick* el enfoque de la muestra.



En el monitor del ordenador fijar las coordenadas del análisis (Read & Apply), elegir el modo uno por uno (One by One) y en la pantalla emergente (Acquire).



	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 4001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DE LA MICROSONDA JXA-8900M	Fecha: 13/11/2017	
		Página 8 de 9	

Una vez finalizado el análisis pulsar: PCD, Prb. Scan e INST

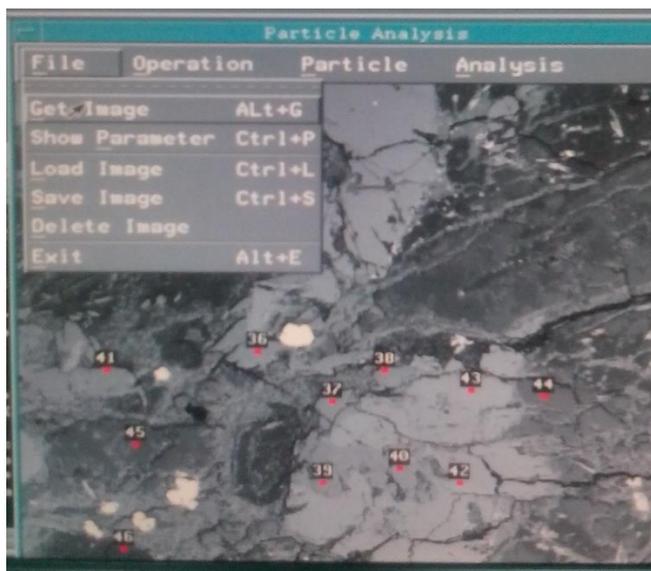
Para poder pasar de secundarios a retrodispersados:

Pulsar view y slow, ajustar brillo y contraste con los potenciómetros.

Para operar a la inversa pulsar fast + 3 view.



Si a lo largo de la sesión quisieramos obtener una imagen de la muestra, utilizamos el menú Particle Analysis, obteniendo primero la imagen y salvándola cuando termine.



	INSTRUCCIÓN TÉCNICA	Código IT 4130724 4001	Ed. 01
	MANEJO BÁSICO DE LA MICROSONDA JXA-8900M	Fecha: 13/11/2017	
		Página 9 de 9	

5 CONTROL DE CAMBIOS

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

FIN DEL DOCUMENTO