

## Anexo: Treino avançado “Life-long-learning” - Operador de microscopia electrónica (EM)

### Conteúdos/Contents

A RNME – Rede Nacional de Microscopia Electrónica organiza acções de formação ao longo da vida (Life-long-learning) na forma de cursos de treino avançado de operador de microscopia electrónica (EM), ministrados pelos operadores da RNME. Os cursos de operador de microscopia electrónica tem uma duração mínima de cerca de 20 horas de tempo efectivo de uso dos microscópios electrónicos de SEM, ou TEM, e número clausus de 2 formandos/curso. Realizado o curso e tendo formando seguido um período de exploração pessoal da(s) técnica(s) com a realização de trabalhos de interesse pessoal, do interesse do seu grupo, laboratório ou empresa, poderá o treinando requer o exame de capacidade de utilização eficiente e operação autónoma do equipamento de microscopia electrónica. Com a aprovação, esta competência passará a constar dos respectivos registos do utilizador, posto o que os operadores aprovados serão reconhecidos internamente como utilizadores com capacidade de operação autónoma dos correspondentes equipamentos de microscopia electrónica da RNME e com acesso aos equipamentos segundo regras específicas que lhes serão aplicadas.

**Quadro A1.** Programa resumido das acções de formação ao longo da vida (Life-long-learning) com a oferta das bolsas de Integração na Investigação e dos cursos de treino avançado de operador de microscopia electrónica ministrados pelos operadores da RNME, (número clausus de 2 formandos/curso) – *Anexo Técnico ao Contracto de Financiamento Plurianual da RNME, FCT, 2009-2011.*

Acção de formação (Life-long-learning)	Conteúdos /Contents
Integração na Investigação - Microscopia Electrónica 1º Ciclo/ CET's.	Imagem - objectos opacos e transparentes. Óptica – fotão e electrão. Lente electromagnética. Elementos da história da evolução da microscopia e da microanálise. Princípios da construção dos microscópios: colunas, lentes, câmaras, detectores, registo e processadores de signal. Resolução limite. Formação de imagem com electrões e fotões - interações do electrão com a matéria, onda plana, dispersão de electrões, transições electrónicas excitadas. Observando a minha amostra para SEM, ver a rede cristalina em TEM – técnicas de preparação de amostras. Experimentando e relatando - o meu projecto de EM. Prática, manutenção e princípios de segurança no laboratório de EM.
Operador de microscopia electrónica de varrimento (SEM) – (*) na UA 2º Ciclo	1) Estrutura e funcionamento do microscópio de SEM Hitachi S-4100(*): Coluna, câmara da amostra e detectores de electrões secundários e retrodispersados, grupos de vácuo e gamas de pressão de serviço. Canhão electrónico de emissão de campo, gamas de tensão de excitação e de corrente da amostra. Grupos de lentes condensadoras e objectiva: correntes de excitação, aberturas, aberração esférica e cromática, astigmatismo. Câmara da amostra e porta amostra: distâncias, ângulos de tilt, optimização da qualidade da imagem e ângulo de colecção de raios-X. Câmara fotográfica. Registo da imagem digital e transferência de ficheiros. 2) Microanálise por espectrometria de dispersão de energia de raios-X (EDS) com espectrómetro Rontec/HUV Dewar Detector: Detecção e quantificação de elementos químicos, determinação de perfis e mapas de composição elementar. Efeitos do número atómico e de matriz, volume de interacção, subrotinas de correcção Z, de absorção e fluorescência, efeitos da deposição de carbono ou metal, contaminações e fluorescência na câmara da amostra.

Acção de formação (Life-long-learning)	Conteúdos /Contents
	<p>3) Manutenção diária e segurança do equipamento: Pontos de vácuo, trapas de azoto líquido e inspecção de funcionamento dos equipamentos periféricos. Procedimentos de arranque, de funcionamento, em standby e de paragem. Actuação de emergência. Estudo dos manuais. Anomalias de funcionamento frequentes. Ensaio de avaria simulada: diagnóstico, procedimento de segurança, registo e comunicação de anomalia.</p> <p>4) Realização de sessões de apoio a projectos: Preparação e observação de amostras de materiais soltos e tecidos naturais, de metais e de isoladores cerâmicos e rochas, superfícies de fractura, secções polidas e contrastadas. Fixação das amostras, recobrimento a ouro e carbono, efeitos de carga.</p> <p>Opcional: Prática de câmara escura, processamento de negativos, ampliações. Digitalização de negativos.</p> <p>Opcional, externo: Modos de imagem de transmissão em varrimento STEM e de difracção de electrões retrodispersados EBSD.</p>
Operador de microscopia electrónica (SEM) - Desenvolvimento Hitachi SU-70, (*) na UA 2º/3º Ciclos	<p>1) Estrutura e elementos específicos do funcionamento do microscópio de SEM Hitachi SU-70(*), desenvolvimentos: Elementos específicos e segurança do canhão electrónico de emissão Schottky (SE). Arquitectura do sistema de detecção de electrões secundários e retrodispersados. Operação SEM a baixa voltagem, da ordem de 100V. Acessos da pre-câmara da amostra e da porta de largo formato. Programação e software de comando do microscópio, de aquisição de imagem, de tratamento de ficheiros. Interfaces de acoplamento aos espectrómetros.</p> <p>2) Microanálise por espectrometria de dispersão de energia de raios-X (EDS) com espectrómetro QUANTAX 400 com o Detector XFlash 4010 de elementos leves, sem azoto líquido: Detecção e quantificação de elementos químicos, determinação de perfis e mapas de composição elementar. Efeitos do número atómico e de matriz, volume de interacção, subrotinas de correcção Z, de absorção e fluorescência. Programação da amostragem e análise diferida de espectros EDS.</p> <p>3) Manutenção diária e segurança do equipamento: Pontos de vácuo, trapas de azoto líquido e de descontaminação da câmara. Inspeção de funcionamento dos equipamentos periféricos. Procedimentos de arranque, de funcionamento, em standby e de paragem. Actuação de emergência. Estudo dos manuais. Anomalias de funcionamento frequentes. Ensaio de avaria simulada: diagnóstico, procedimento de segurança, registo e comunicação de anomalia.</p> <p>4) Realização de sessões de apoio a projectos do grupo, ou do laboratório do operador.</p> <p>Opcional, externo: Litografia de electrões.</p>
Operador de microscopia electrónica (SEM) – Desenvolvimento ESEM/CryoSEM/EBSD 2º/3º Ciclos	<i>(a definir)</i>
Operator of high resolution transmission electron microscope/ Operador de microscopia electrónica de transmissão HR-TEM (*) in UA	<p>1) The structure and work principles of the HR-TEM 300kV transmission electron microscope, Hitachi H9000na(*): The TEM column: LaB6 electron gun, condenser lenses and apertures, alignment of the electron beam, objective lenses and sample holder, tilt limits, intermediate and projector lenses. Groups of vacuum and differential pressure ranges. Cold traps and chamber and column contamination. Sample contamination sources. Adjusting the emission of the electron beam: Brilliancy, energy dispersion of</p>

Acção de formação (Life-long-learning)	Conteúdos /Contents
2º Cycle of University High Education	<p>electron beam, the emission stability, diameter of the emission zone, the operation time and required vacuum. Gun voltage 100kV-300kV and filament current. The electromagnetic lenses: trajectory of electron beam in the electromagnetic field, aberration (spherical aberration, chromatic and astigmatism), diffraction phenomena, limits to the theoretical resolution.</p> <p>Electron detection and image recording systems: Fluorescent screens, photographic emulsions, TV and CCD cameras, semiconductor detectors, scintillator-photomultiplier detectors. X-ray detector area and take-off angle. Loading and unloading the film camera, film gamma contrast and sensitivity functions. Moving and locking detectors. Electromechanical interfaces to spectrometers.</p> <p>2) Image modes and contrast in TEM: Contrast by absorption, diffraction and phase differences. The diffraction contrast: Bright field (BE) and dark field images (DF), associated information. Phase contrast: the wave equation of the electron beam in the periodic potential, images of the distribution of atomic potential (crystalline lattice images). The nano-zone selector in nano-diffraction and microanalysis.</p> <p>3) Electron diffraction image modes: Electron diffraction by single crystals, polycrystalline and nearly-amorphous phases. Bragg equation and camera constant. Image plane and diffraction plane of the objective lens. Selection of the diffraction image of the object. Orientation of reciprocal space and reciprocal network, the crystallographic direction of incidence of the electron beam. Selected area diffraction (SAD) and nano-diffraction (nD) image modes. Kikuchi lines for crystallographic characterization of the material.</p> <p>4) Elemental microanalysis by X-ray energy dispersive spectrometry (EDS) with Rontec/HUV Dewar Detector of TEM: Qualitative and semi-quantitative chemical analysis by EDS. Effects of the sample atomic number, the absorption and fluorescence. ZAF and Phi-Z-Ro corrections. Spatial resolution and detection limit. Element concentration profiles.</p> <p>5) Off-line analysis: The Ewald sphere, description of the Bragg equation through the intersection of the Ewald sphere and reciprocal network, use of specific software. Indexing diffraction patterns of mono- and polycrystalline materials. Methods in the chamber, the ratio and angles. Calculation of the crystallographic direction of incidence of the electron beam. Determination of network parameters. Construction and use of the stereographic projection in the interpretation of diffraction. Crystallographic characterization of unknown phases. Using Fourier transform (F) and inverse Fourier transform (F-1) in the analysis of crystalline lattice images and of diffraction images obtained by TEM.</p> <p>6) Servicing the equipments and safety: Vacuum gauges and pressure ranges. Liquid nitrogen traps and contamination level readings. Inspection to shillers and peripherals. Starting, functioning, standby and closure procedures. Safe routines for emergency and malfunction worst cases. Study of manuals of main equipment and selected peripherals. Most frequent anomalies. Tests of simulated failure: diagnosis, safe closure procedure, registry and emergency reporting.</p> <p>6) Autonomous performing of HRTEM sessions for projects and research students: Observation by HR-TEM, phase and elemental analysis of samples of loose powders, thin sections of bulk materials of thin films and natural tissues.</p> <p>Optional 1: Dark room processing of TEM films, enlargement printing, negative digitalization.</p> <p>Optional 2: TEM sample preparation techniques. Perforated grids, loose particle floating and collection, carbon coating. Mechanical sectioning, dimpling, ion milling. Precision ion milling (PIPS). Mechanical edge-thinning with tripod.</p>

Acção de formação (Life-long-learning)	Conteúdos /Contents
	<p>External techniques: Chemical polishing and thin sectioning of metallic samples. Extractive replica. Polymer mounting and diamond knife ultramicrotomy of polymer mounted materials, fibers and cellular structures. Crio-ultramicrotomy of biological materials.</p> <p>Optional 3: Scanning transmission electron microscopy image modes and diffraction (STEM).</p> <p>Optional 4: Parallel electron energy loss spectrometry (Gatan 676 PEELS), spectra acquisition, light element detection and elemental chemical analysis of nano-inclusions, precipitates and interphases.</p>
<p>Operator of filtered-energy transmission electron microscope/ Operador de microscopia electrónica FE-TEM – Advanced, (*) in UA.</p> <p>3º Cycle of University High Education</p>	<p>1) The structure and work principles of the filtered-energy transmission electron microscope JEOL 2200FS(*): The TEM column: Field emission gun, motor driven apertures, sample stage, energy filter, detectors. Sample holders (single tilt, double tilt) and the mounting of samples. Security aspects and precautions to take in order to prevent contamination of sample holder and TEM column. Use of the cooling trap. Vacuum considerations and guidelines for the use of the session-Logbook. Safety instructions.</p> <p>2) Sample insertion and procedure for switching the instrument from “stand-by” to “operate” mode. Safety precautions for opening the beam valve.</p> <p>3) Microscope controls and operation modes: The TEM server and control interface. Basic operation and alignment of the instrument for different operation modes: Imaging in low-magnification and high resolution mode. Selected area electron diffraction, convergent beam diffraction, nano beam diffraction. Bright field and dark field STEM.</p> <p>4) Use of software for image acquisition: JEOL simple image viewer, STEM control unit, Digital Micrograph.</p> <p>5) Elemental analysis using EDX: Experimental conditions, use of EDX software (INCA), recording of EDX spectra in TEM and STEM mode, EDX mapping and line-scans. Analysis of EDX spectra. Detector conditioning and N2 cooling instructions.</p> <p>6) Use of the energy filter: Working principle and the alignment of the Omega filter for energy filtered imaging and energy loss spectrometry (EELS). Recording of elemental maps using plasmon losses and ionization edges. Zero loss filtered imaging for contrast enhancement. Recording of EELS spectra. Treatment of recorded spectra (background removal, deconvolution). Analysis of spectra and quantification methods. Use of Digital Micrograph for EELS analysis.</p> <p>7) Fundamentals of inelastic electron scattering and the interpretation of EELS spectra. Underlying physical principles and theoretical description. The near edge fine structure of ionization edges (ELNES).</p> <p>Optional 1: Advanced image analysis and simulation of HRTEM images using JEMS.</p> <p>Optional 2: Introduction to the simulation of EELS spectra based on ab-initio calculations of the electronic structure with the WIEN2k code.</p>

Aveiro, 17/2/2009

O Gestor de Pólo da RNME – Universidade de Aveiro