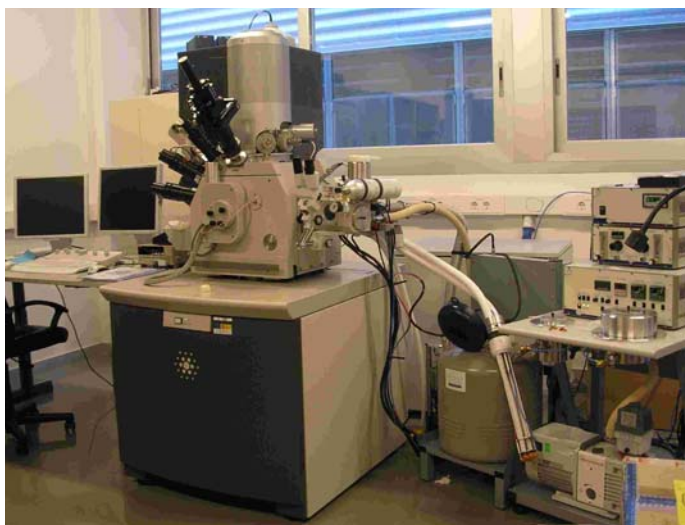


## Cryogenic Dual Beam Nova 200



El equipo criogénico de doble haz o “Dual Beam” Nova 200 está dedicado principalmente al análisis de materiales especialmente sensibles a los electrones (materiales “blandos”). Este equipo contiene el núcleo del Nova Nanolab modelo 200, pero que ha sido actualizado con un dispositivo criogénico que permite el estudio de materiales a bajas temperaturas. El equipo consta por lo tanto de un dispositivo de transferencia de la muestra “cryo-transfer” junto con una cámara de preparación (crio-cámara), la cual tiene integrado un sistema que permite hacer un recubrimiento metálico en las muestras a través de la técnica de “sputtering”. Así, este instrumento permite generar *in situ* fracturas de materiales blandos, evitando el daño asociado a las fracturas que se realizan a temperatura ambiente.

Además de poder estudiar los materiales en su estado original (porosidad, nano-objetos embebidos, heterogeneidades internas, etc.), puede determinarse la distribución interna de los componentes de la muestra utilizando un haz de iones focalizado (FIB del inglés *Focused Ion Beam*) que permite realizar cortes transversales de la muestra. Gracias a una combinación de este Dual Beam Criogénico y del Helios Dual Beam modelo 650, también disponible en nuestro Centro, pueden obtenerse secciones transversales de materiales biológicos embebidos en resina *epoxy*, lo que permite hacer reconstrucciones tridimensionales (3D). Además, este equipo posee un software para el análisis de los espectros EDX (*Energy-Dispersive X-Ray micro-analysis*). Finalmente, debemos subrayar también que este instrumento dispone de un nanomanipulador Omniprobe para la preparación de lamelas así como un inyector para 5 gases diferentes.

Los investigadores de centros públicos o privados así como los profesionales del mundo industrial que requieran el uso de este equipo dispondrán también, si así lo solicitan, del apoyo científico y técnico de nuestro personal altamente cualificado y experimentado.

## ¿Qué puede hacerse con este equipo?

---

### **Imágenes (resolución de 1,4 nm)/ Análisis:**

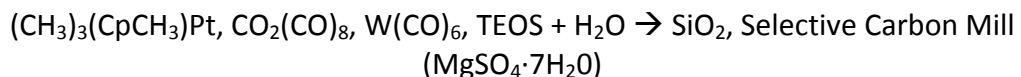
Utilizando los distintos detectores disponibles en este equipo es posible obtener la siguiente información:

- Imágenes de electrones secundarios y topografía por medio de detectores ETD/TLD ( del inglés *Everhart-Thornley Detector/ Thru-the-Lens Detectors*).
- Imágenes de electrones retro-dispersados y composición utilizando un detector BSED (*Back Scattering Electron Detector*).
- Imágenes de iones secundarios, que son sensibles a la dirección cristalográfica de la muestra.
- Análisis químico elemental por EDX (del inglés *Energy-Dispersive X-ray micro-analysis*)
- Imágenes STEM (barrido-transmisión).

### **Nanofabricación** (dimensión lateral entre los 50 nm y decenas de micras)

- FIB (*focused ion beam*); grabado de un motivo previamente diseñado sobre la muestra.
- FEBID/FIBID: deposición de material inducida por un haz de electrones o por un haz de iones.

#### Gases Precursores



### **Micromanipulación**

- Preparación de lamelas en modo convencional.
- Adelgazamiento de la muestra a bajas temperaturas (muestras para observación con TEM).
- Nano-manipulador (Omniprobe).

### **Baja Temperatura**

- Enfriamiento rápido y crio-fractura de materiales. Las muestras pueden fracturarse en el rango de temperaturas comprendido entre los -180 y -150 °C. La observación puede realizarse entre los -130 y -140 ± 1 °C.

## Requerimientos de las muestras

---

- Las muestras no conductoras necesitan cubrirse con una película metálica antes de su estudio (por *sputtering* o por evaporación, que puede realizarse también en nuestras instalaciones).
- Pueden estudiarse tanto muestras conductoras como no conductoras en forma de estructuras 3D, películas, polvos compactados, etc.
- Las muestras deben ser compatibles con su exposición a alto vacío.
- El tamaño de la muestra debe estar comprendido entre 1 y 100 mm. Además, deberían tener un espesor inferior a los 10 mm.
- El uso del modo criogénico permite la medida de muestras líquidas, muestras húmedas y sensibles al haz de iones, polímeros, resinas, MOFs (*metal-organic frameworks*), etc.

## Especificaciones técnicas

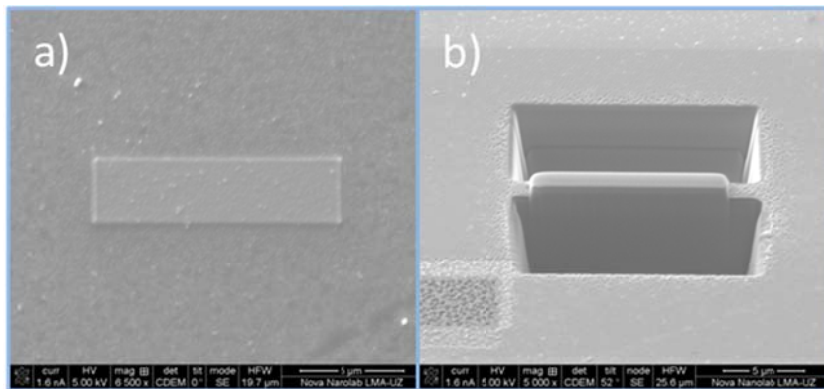
---

<b>Resolución del haz de electrones</b>	2,5 nm a 1 kV, 1,4 nm a 15 kV
<b>Resolución del haz de iones</b>	7 nm a 30 kV
<b>Rango de voltaje de trabajo</b>	Haz de electrones: 200V-30kV Haz de Iones: 2kV-30kV
<b>Corriente de sonda</b>	Haz de electrones: 1,4 pA (1kV) hasta 37 nA (30kV) Haz de Iones: 1 pA hasta 20 nA a 30 kV
<b>Plataforma de portamuestras motorizada con cinco ejes (alta precisión)</b>	XY: 50 mm, Z: 25 mm T: -10 hasta +60 R= 360° (continuo)
<b>Presión de vacío en la cámara</b>	<2,6 x 10 <sup>-6</sup> mbar (tras 24 h bombeando)
<b>Tamaño de muestra</b>	Tamaño máx.: 100 mm de diámetro ( sin restricciones de rotación e inclinación) (mayores tamaños con restricciones al rotar e inclinar) Peso máx.: 500 g (incluyendo el portamuestras)
<b>Opción Criogénica</b>	
<b>Modelo PPT2000 con Sistema de Cryo-transferencia de Quorum Technologies</b>	
<b>Transferencia</b>	Después del enfriamiento y la transferencia en condiciones de vacío, la muestra es colocada en la precámara de preparación. La temperatura del portamuestras se mantiene entre -130°C y -140°C (con una precisión de +/- 1 °C)

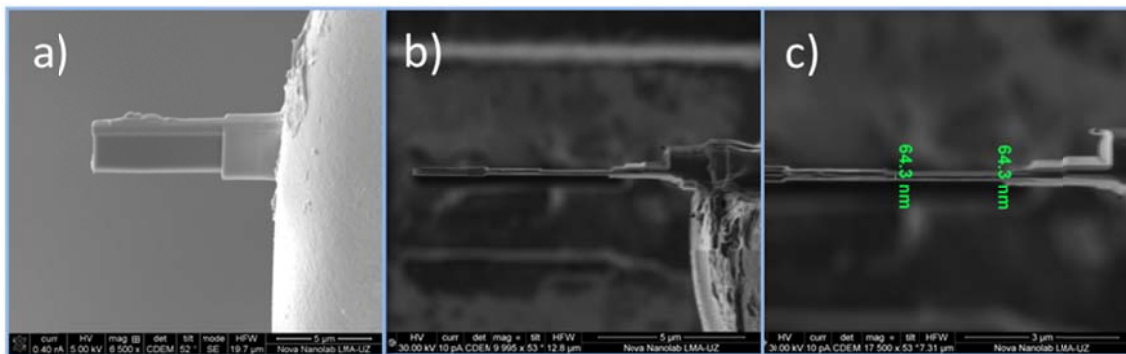
<b>Fractura</b>	La muestra puede ser fracturada usando dos herramientas “cooled probe” o “cryo knife”.
<b>Sublimación (ETCHING):</b>	El agua (hielo) puede ser sublimado (etched) desde la muestra por el aumento de la temperatura del portamuestras (típicamente entre $-80^{\circ}\text{C}$ y $-100^{\circ}\text{C}$ ).
<b>Recubrimiento</b>	La muestra es recubierta con Pt o C y luego se transfiere dentro de la cámara del Dual Beam.

## Imágenes

Preparación de lamelas y adelgazamiento a bajas temperaturas.

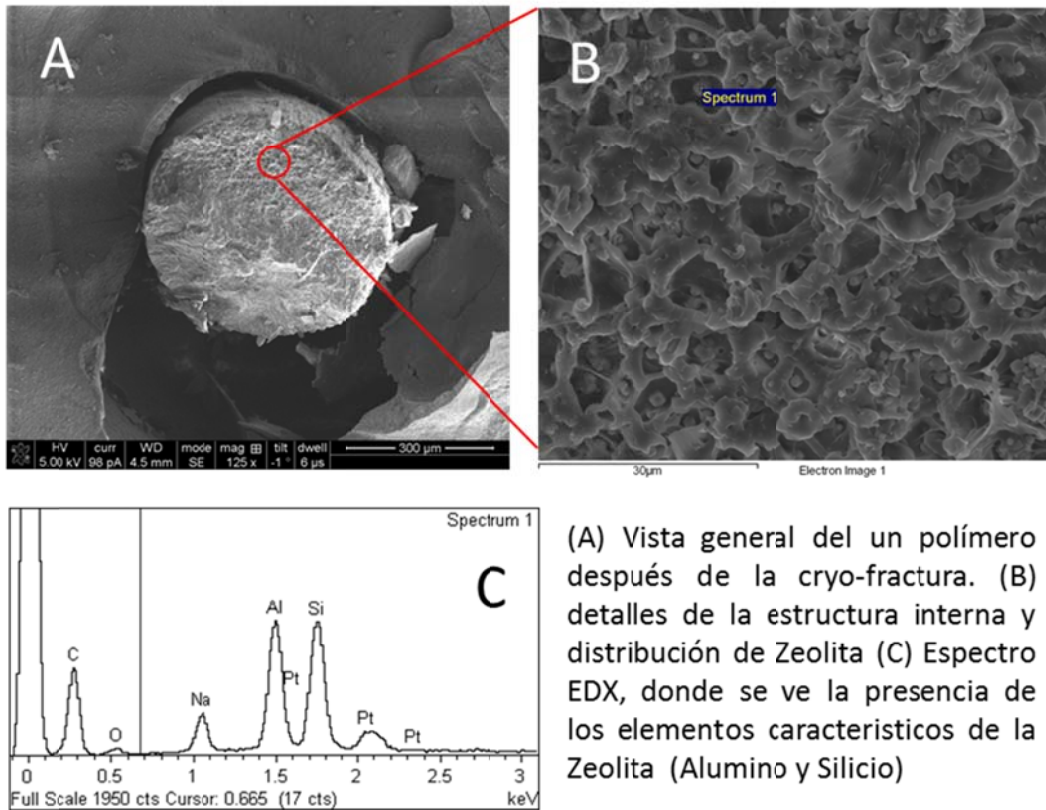


- a) Pt depositado sobre una multicapa de una unión túnel magnética.  
 b) Vista del desbastado por haz de iones durante el proceso de preparación previo al “lift-out” de la lamela.



- a) Imagen de electrones de la lamela en la rejilla de TEM. b) Vista final de la lamela, imagen tomada con el haz de iones c) Detalles y espesor de la lamela, el proceso final fue realizado a baja temperatura ( $-160^{\circ}\text{C}$ ).

## Cryo-Fractura en materiales orgánicos



(A) Vista general del un polímero después de la cryo-fractura. (B) detalles de la estructura interna y distribución de Zeolita (C) Espectro EDX, donde se ve la presencia de los elementos característicos de la Zeolita (Aluminio y Silicio)