



Microscópio Eletrônico de Varredura Compacto JEOL JSM-6010LA

ATENÇÃO, LEIA ATENTAMENTE ESTE MANUAL!

O ar condicionado fica ajustado à 20°C e não deve ser alterado sob nenhuma hipótese. A porta da sala deve permanecer fechada durante toda utilização e o usuário deve ficar atento à temperatura da sala. Caso a temperatura da sala se encontre acima de 25°C, o uso deve ser suspenso IMEDIATAMENTE e os técnicos da Central Multiusuário serem avisados da situação.

*Atenção aos trechos em destaque neste manual. **Negligências por parte dos usuários serão encaminhadas à coordenação e acarretarão custeio de manutenção pelo(a) USUÁRIO(A)/ORIENTADOR(A).**

*Todas as regras da Central Multiusuário com as quais o usuário concorda ao assinar o Termo de Compromisso valem **também para esse equipamento**.

*Ficar sempre **atento às ocorrências e anotá-las no caderno** ao fim do uso.

***Sempre use luvas para manipulação de amostras** e suporte de amostras. Em caso de falta, solicite-as a um técnico da Central.

***Guardar todas as ferramentas e porta amostras na caixa de plástico e no gaveteiro** imediatamente após o uso, exatamente onde foram encontradas. O mesmo deve ser feito com todos os itens de consumo.

***Não deixar bolsas ou mochilas sobre as mesas.**

***Usar a quantia adequada de fita de carbono** para a fixação de amostras (economizar ao máximo). **Os demais itens de consumo** presentes na sala também **devem ser utilizados racionalmente**.

***Deixar a sala limpa ao sair**. Amostras deixadas na sala serão descartadas sem aviso prévio.

***Não é permitido uso de pen drive ou envio pela internet, para retirar as imagens grave em CD ou DVD.**

*Anotar corretamente no caderno os itens solicitados: **nome do usuário, início e término de uso, amostras analisadas (MÁXIMO DETALHAMENTO) e estado do equipamento (CASO TENHA OCORRIDO ALGO, RELATE)**. **O preenchimento incompleto do caderno resultará em penalização do usuário.**



Em caso de dúvida, sempre chame um técnico da CEM !!!

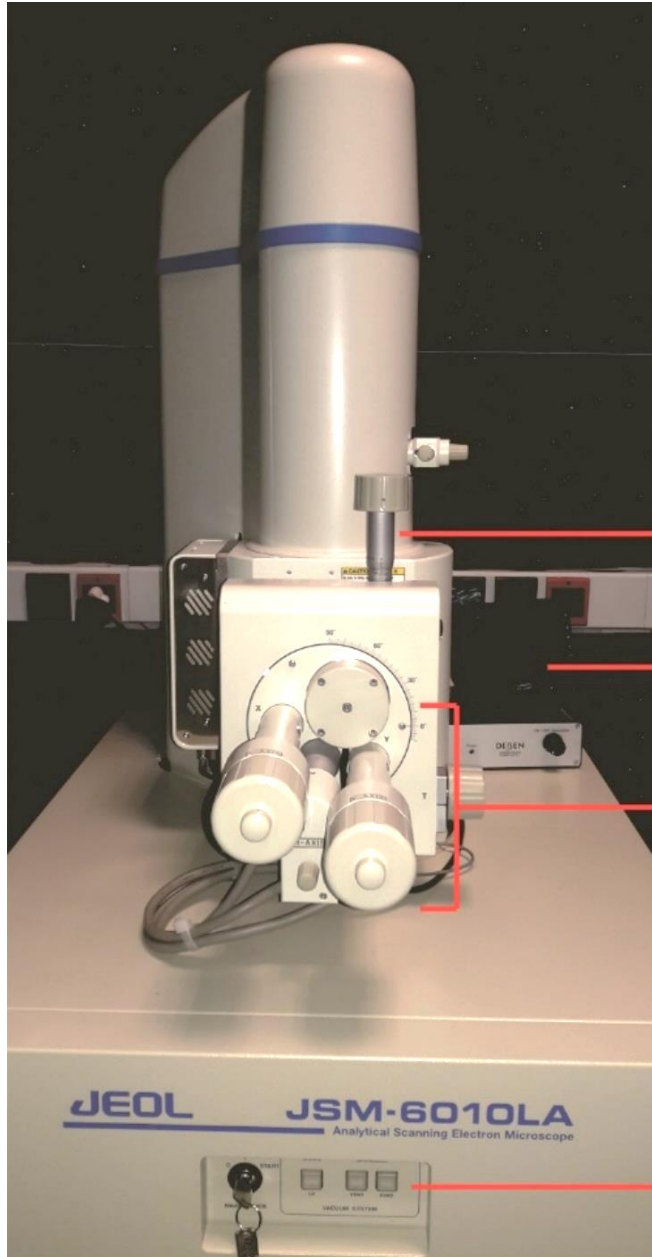


Universidade Federal do ABC

LABORATÓRIO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA
Bloco B - Térreo



CENTRAIS
EXPERIMENTAIS
MULTIUSUÁRIO



Micrômetro de
altura (Eixo Z)

Câmera
Infravermelho

Sistema de
Posicionamento

Painel
Frontal



Antes de começar, realize o devido preparo das amostras e coloque-as no porta amostras que está dentro da caixa de plástico.

Recomendação: fazer um desenho do porta amostra para a localização rápida das mesmas referenciando o desenho por algum detalhe no porta amostras.

Preencha o respectivo caderno do MEV-Compacto com as informações necessárias (ver primeira folha deste manual, último item).

1. INICIANDO A SESSÃO DE MICROSCOPIA

1.1. No Painel Frontal, em Main Power, gire a chave da posição 0 até START e segure por alguns segundos até que a luz do EVAC acenda. Em seguida, retorne a chave para a posição I.

Obs.: A luz do EVAC ficará piscando por algum tempo enquanto o equipamento está iniciando e depois permanecerá acesa.

1.2. Ligue a Câmera Infravermelho girando o botão até aparecer o interior da câmara de amostras. Verifique se não há qualquer objeto estranho dentro (caso haja, chame um técnico).

1.3. Observe no Micrômetro de altura (Eixo Z) se o valor é ≥ 25 mm. Caso contrário, gire até atingir 25 mm e relate no caderno do MEV a ocorrência.

1.4. Ligue o computador localizado embaixo da mesa e espere até a completa inicialização do sistema operacional.

1.5. Localize na Área de Trabalho o ícone do *software* que tem um disco verde e amarelo, denominado *In Touch Scope*, clique para abrir e espere. Aparecerá uma janela com três opções *Set Specimen*, *Observation Conditions* e *Previous Conditions*.

1.6. Selecione a opção *Set Specimen*. Aparecerá um aviso dizendo que a câmara de amostra do MEV está sendo ventilada. Espere até aparecer a próxima janela.

Obs.: Durante a ventilação da câmara, o botão VENT no Painel Frontal ficará piscando e irá parar quando a câmara puder ser aberta.

2. COLOCAÇÃO DA AMOSTRA

2.1. Na janela do *Set Specimen*, siga o passo 1, que explica como abrir a câmara do MEV. Na dúvida, clique no ícone localizado à frente da frase.

Obs.: Abrir a câmara até o final para que não tenha risco de tocar em algum componente interno do equipamento.

2.2. Com a câmara aberta, localize o chanfro sobre o platô e o disco central (tem o tamanho de uma moeda). Posicione a trilha da parte inferior do porta amostra



de modo que esta passe pelo disco central e a lateral reta do porta amostra fique sobre o chanfro do platô. Em seguida, **feche a câmara do MEV.**

- 2.3. No passo 2, informe a altura da protuberância da amostra mais alta.
Obs.: Recomenda-se colocar no porta amostra os espécimes cujas alturas sejam próximas para não dificultar na aquisição de boas imagens. Quando a altura for desprezível, por exemplo pó sobre a fita de carbono, deixar o valor em zero.
- 2.4. No passo 3, selecione o tipo de porta amostra a ser utilizado.
- 2.5. No passo 4, ajuste o Micrômetro de altura (Eixo Z) para o valor informado. Esse valor corresponde a distância de trabalho (*work distance*) a ser utilizado. Enquanto gira o micrômetro, observe na câmera infravermelho que o porta amostra e a objetiva aproximam-se.
Obs.: O valor apresentado neste passo é uma soma da altura da protuberância (informada no passo 2) com a distância de trabalho mínima permitida (10 mm). **Nunca utilize um valor menor do que essa soma. Caso seja necessário, chame um técnico para auxiliar.**
- 2.6. Desconsidere o passo 5 e o passo 6, fechar a câmara, visto que este já foi realizado após ter sido inserida a amostra.
- 2.7. Desligue a câmera infravermelho.
Obs.: A câmera pode ser ligada sempre que achar necessário para a movimentação do porta amostra pelo *software*. Mas mantenha a mesma desligada durante a aquisição de imagens para evitar interferências.
- 2.8. No passo 7, clique no botão Observation Conditions para informar as características da amostra.

3. INFORMAÇÕES DA AMOSTRA

- 3.1. Na janela Observation Conditions, selecione a opção que melhor se adequa ao tipo de material que será analisado.
- 3.2. Em seguida, aparecerá uma janela menor com quatro perguntas. Responda-as de acordo com as características da amostra a ser analisada.
Obs.: Essas perguntas tem a função de ajustar uma configuração inicial de tensão, *spot size* e pressão interna da câmara.
- 3.3. Terminado o questionário, clique no botão START para que o equipamento possa selar a câmara com a redução da pressão interna. Enquanto é evacuado, uma janela de aviso é mantida no monitor.

4. OBTENDO IMAGENS

Após evacuada a câmara, será aberta a janela do *software* do equipamento. A imagem central corresponde à amostra ou ao porta amostra. Na aba inferior, está a configuração (tensão e *spot size*) inicialmente ajustada pelo *software*, como mostra a figura a seguir. Essa configuração pode ser alterada como julgar necessário ao longo da medida.

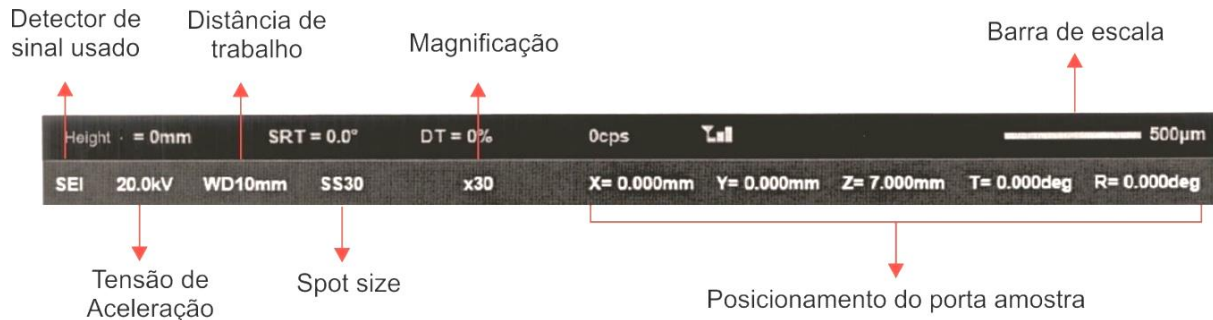


Universidade Federal do ABC

LABORATÓRIO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA Bloco B - Térreo



CENTRAIS
EXPERIMENTAIS
MULTIUSUÁRIO



Normalmente, ao iniciar o *software*, o detector de sinal utilizado é o de elétrons secundários (SEI). Caso seja de interesse do usuário, é possível realizar a troca para o detector de elétrons retroespalhados. Ambos detectores utilizam a sequência a seguir para obtenção de imagens.

4.1. Primeiramente, na aba superior, clique em Settings. Nessa aba, localize a região denominada Auto Save Settings no primeiro quadrante superior esquerdo. Em Directory, clique no botão [...] e localize sua pasta, caso não tenha crie uma. Em File Name, nomeie a amostra. Em Count, coloque o número que iniciará a contagem de fotos tiradas. Em Format, escolha o formato da imagem a ser salva. Feito isso, clique em Back no canto inferior direito.

Obs.: A cada foto tirada será salvo com o nome escolhido variando apenas a contagem, como IMAGEM_0001. Lembre-se de mudar o nome quando trocar de amostra.

4.2. Na tela de imagem, localize a região de interesse clicando e arrastando com o mouse.

4.3. No Painel de operação, aumente ou diminua a magnificação girando o botão MAGNIFICATION na região de interesse.

4.4. Gire o botão FOCUS para ajustar o foco da imagem. Para aumentos superiores a 1.000x, utilize os botões X e Y do STIGMA para corrigir o astigmatismo da imagem. Ajuste o contraste e o brilho girando os respectivos botões CONTRAST e BRIGHTNESS.

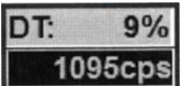
Obs.: No canto superior esquerdo do Painel de operação, há três botões, AF (auto foco), AS (auto astigmatismo) e ACB (auto contraste e brilho). Quando acionado um destes botões, o *software* realiza o respectivo ajuste na imagem, mas nem sempre esse ajuste é o ideal.

4.5. Ajustada a melhor condição, aperte o botão PHOTO do Painel de operação para iniciar a aquisição da imagem que será salva em sua pasta com o nome e a respectiva contagem.



5. ANÁLISE DE EDS

Caso seja de interesse, faça a aquisição da imagem da região desejada antes de realizar a análise de EDS. O procedimento de análise necessita o aumento do *spot size* e isso implica em perda de resolução da imagem.

- 5.1. Para realizar a análise de EDS, a tensão de aceleração deve estar entre 10 e 20 kV. Para tensões menores que 10 kV são priorizados elementos de baixo número atômico.
- 5.2. Na aba à direita, clique no botão denominado EDS (terceira linha e terceira coluna) e será aberta a janela de análise.
- 5.3. Localize abaixo da aba de botões à direita o contador DT (*dead time*) que apresenta uma coloração e valor em porcentagem. Para realizar a análise, o valor em porcentagem deverá ser superior a 21%. Caso não esteja, clique no escrito SS (*spot size*) localizado logo abaixo da imagem da amostra no centro da janela. Deslize a barra da pequena janela de ajuste até que seja obtido esse valor ou superior. 
- 5.4. No canto inferior direito, selecione o botão Conditions. Verifique se cada item está igual ao da tabela a seguir, caso contrário ajuste para esta condição padrão.

	Spectrum		MAP
Process Time	T3		Process Time
Preset Mode	Live time		T4
Preset Value	60		Pixels
Quali. Analysis	AUTO		512x384
Quant. Analysis	ON		Sweep time
Quant. Method	ZAF		5
Calc. Method	Pure		Dwell time
Auto Labeling	Qbase		0.1 msec.
			Live time scan
			ON
			Qualitative analysis
			AUTO
			Probe tracking
			OFF

- 5.5. No canto inferior direito, verifique que há duas opções de análise, o Spectrum e o Map. Clique na opção desejada e, em seguida, clique em Start para iniciar a análise.
Terminada a análise, será exibida a janela do espectro no canto inferior esquerdo, a tabela periódica com os átomos identificados em roxo e a análise quantitativa com as porcentagens dos elementos (botão Quant. ao lado do Start). Caso tenha realizado a análise Map, serão exibidas também imagens para cada elemento identificado.
- 5.6. Para salvar:
 - **Espectro/Mapas e Imagem:** No canto superior esquerdo, logo abaixo da barra de ferramentas, clique no botão Data (ao lado de EDS Guide). Clique no botão Export. Selecione o tipo de extensão dos dados que serão salvos. Localize sua pasta. Nomeie a análise em Project. Clique para salvar



- **Análise quantitativa:** clique no botão Copy, copiará toda a informação da janela. Localize sua pasta nos documentos do Windows e crie um bloco de notas. Cole no bloco de notas e salve com o nome desejado.

6. FINALIZAR SESSÃO OU RETIRAR O PORTA AMOSTRA

- 6.1. Na tela principal de aquisição de imagens, clique no botão ON/OFF no canto superior direito para desligar o feixe.
- 6.2. Na aba lateral direita de botões, clique em CHANGE. O *software* minimizará e aparecerá uma janela com as opções Set Specimen e Observation Conditions.
- 6.3. Clique na opção Set Specimen para que seja ventilada a câmara.
- 6.4. Durante a ventilação, ligue a câmera infravermelho e gire o micrômetro de altura (Eixo Z) para o valor superior a 25 mm. **☠☠☠ Atenção: certifique-se que o valor esteja aumentando e, pela câmera, observe que o porta amostra está afastando-se da objetiva.**
- 6.5. Ventilada a câmara, abra-a, retire o porta amostra e feche-a.
Obs.: caso de troca de amostra, realize o preparo da nova amostra e abra a câmara somente quando for inserir o porta amostra preparado.
 - **Caso tenha inserido o porta amostra**, clique no botão *Observation Conditions* e coloque as informações do material a ser analisado, igual ao iniciar a sessão. Clique em Start. Enquanto é evacuada a câmara, ajuste a altura no micrômetro (10 mm + altura da protuberância), como no início da sessão.
 - **Caso finalize a sessão**, clique no botão *Previous Conditions* e iniciará evacuação da câmara. Ao término, será aberta a janela do *software*. Clique no botão ON/OFF. Clique no do canto superior direito para fechar o programa. Desligue o computador. Desligue a câmera infravermelho. Por último, desligue o MEV, girando a chave da opção I para O.

☠☠☠ Em caso de dúvida, sempre chame um técnico da CEM !!!

Manual: Versão 1.0CEM

Referências:

Manual do Microscópio Eletrônico de Varredura JEOL JSM-6010LA.
Experiência de uso de Diego Anísio Modesto.