



Universidade Federal do ABC

LABORATÓRIO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA  
Central Experimental Multiusuário – CEM  
Bloco B - Térreo

## Microscópio Eletrônico de Varredura JEOL JSM-6701F

### ATENÇÃO, LEIA ATENTAMENTE ESTE MANUAL!

Para evitar problemas com o microscópio quando ligado, existe um sistema de segurança interno do equipamento que aciona um sinal sonoro indicando que alguma coisa está errada com o microscópio, obrigando então o usuário a chamar algum técnico da CEM com urgência!!!

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.

Recomendações feitas abaixo devem ser seguidas rigidamente!

**\*Atenção aos trechos em destaque neste manual. DANO PROVENIENTE DE MAU USO DO EQUIPAMENTO ACARRETERÁ CUSTEIO DA SUA MANUTENÇÃO PELO USUÁRIO/ORIENTADOR.**

**\*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 quantidade 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.**

**\*Anotar corretamente no caderno os itens solicitados: o horário ao ligar a alta tensão e ao desligar, nome do usuário, SIP-1, SIP-2, Ext.Volt, instituição e o material analisado. 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**  
**Central Experimental Multiusuário – CEM**  
**Bloco B - Térreo**

Universidade Federal do ABC - Campus Santo André  
Pro Reitoria de Pesquisa - CEM  
Av. dos Estados, 5001. Bairro Bangu.  
Santo André - SP - Brasil . CEP 09210-580  
Fone: 55 (11) 4996 0033 <http://propes.ufabc.edu.br/cem/>



## 1. INICIANDO A SESSÃO DE MICROSCOPIA

- 1.1. Ligar o monitor de ambos os computadores (mexer no mouse para ativar as telas).
- 1.2. Verificar que o programa do microscópio está aberto, senão, clicar no ícone **JOEL PC-SEM 6701** (na área de trabalho ou *desktop*) que abre o programa. Se o programa estiver aberto, a frase *EOS-6701* estará escrita na aba inferior do Windows (pressione a tecla windows para ver este).
- 1.3. No software *EOS-6701*, conferir no canto inferior esquerdo se os valores das coordenadas estão iguais a **X=35.000**, **Y=25.000** e **R=0.0**, caso não estejam, clicar nos respectivos espaços e adicionar estes valores iniciais.
- 1.4. No microscópio, conferir se o valor do micrômetro ao lado direito no equipamento está igual a **Z=38.00**, caso contrário, ajustá-lo para este valor.
- 1.5. Verificar que o programa da câmera da CCD, para visualização do interior do microscópio, está ligada (Câmara de Infra Vermelho): ícone *IRCâmera*. Se o programa estiver aberto, a palavra *Câmera* estará escrita na aba inferior do Windows.

## 2. COLOCAÇÃO DA AMOSTRA

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

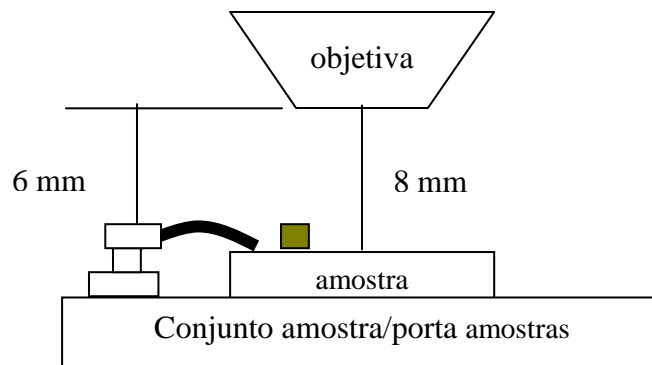
- 2.1. Antes de colocar a amostra na pré-câmara, medir a altura e relevo aproximado da amostra em relação à superfície do suporte metálico (stub).
- 2.2. Verificar que a pressão no PenningGauge está em  $9.63 \times 10^{-5}$  Pa (ícone PVG na barra superior direita do programa). ☠☠☠ Se não estiver nessa pressão, chame um técnico da CEM.
- 2.3. Aperte o botão VENT (mantenha apertado por 1 segundo). Este botão está na pré-câmara, debaixo de Exchange Chamber (levante a tampa plástica). **Espere até que deixe de piscar** ☠☠☠. Após, abra a pré-câmara através da presilha a pressão e coloque o portaamostra no suporte interno. **Caso tenha dúvida, realize com o técnico da CEM a colocação da amostra.**
- 2.4. Após colocado o portaamostra, apertar o botão EVAC (mantenha apertado por 1 segundo) e esperar a pressão no PenningGauge atingir  $9.63 \times 10^{-5}$  Pa. Este processo pode durar desde 10 minutos até algumas horas dependendo do tipo de amostra.
- 2.5. Com ajuda de um técnico da CEM, insira o porta-amostra até o centro da coluna, e esperar a pressão no PenningGauge novamente atingir  $9.63 \times 10^{-5}$  Pa.



### 3. POSICIONAMENTO DA AMOSTRA

- 3.1. Sempre observar a câmera CCD, isso para melhor visualização sempre que for movimentar o porta amostras!  
Elevar o suporte do portaamostra, contando desde o **topo da amostra** mais alta, da posição  $Z=38\text{mm}$  para a posição  $Z=6\text{mm}$  se a amostra for de altura desprezível. **Muita atenção ☠☠☠, nunca suba mais que 6mm.** (caso precise de uma distância menor, chame um técnico da CEM).
- 3.2. Se a amostra não é paralela ao porta amostra, ou tem um relevo considerável, deve-se descontar a altura deste relevo-amostra sobre o *stub*. (p.ex.: A.- se a amostra tem um relevo de  $2\text{mm}$  de altura, então suba até  $Z=8\text{mm}$ , B.- se a amostra foi, p.ex., gotejada no *stub*, então sua altura é desprezível e o WD e a altura são iguais,  $Z=6\text{mm}$ ).
- 3.3. Caso nesta parte, ou ao momento de operar o microscópio, precise uma distância de trabalho (**WD**) menor ou diferente desta (p.ex., caso A) **não mexa sozinho ☠☠☠!!!!** e chame um técnico da CEM.

Exemplo A): Amostra fixada com pinças.

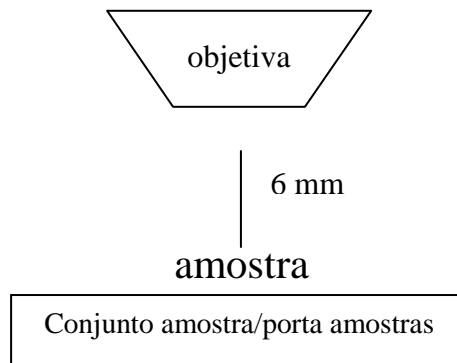


Os exemplos são a título de guia, as medidas precisam ser feitas pelo usuário.

**Caso a amostra esteja fixada por meio de pinças a distância aumenta, pois deve-se considerar a superfície do parafuso, cuja altura é maior que a superfície.**



Exemplo B): A amostra gotejada sobre a superfície.



Essa distância de trabalho é encontrada abaixo no canto direito do monitor em **WD**.

**Caso precise trabalhar com uma distância menor, chame um técnico da CEM. Nunca faça sozinho!** ☠☠☠

#### 4. LIGAR A ALTA-TENSÃO

- 4.1. Ligar a alta tensão para acelerar o feixe de elétrons **verificando que a alta tensão (HT) está em 1 kV☠☠☠!!!**, caso contrário, ajuste esta nesse valor. Para isto, abra a janela **Maintenance** (ou clique em ícone Tool). Na aba Gun/PMT/Vac, em GUN, clique em ON para a aceleração de voltagem. Espere até o indicador marcar 10  $\mu$ A no canto superior esquerdo do programa e anote no caderno o valor do Voltagem de Extração.
- 4.2. Por enquanto a corrente sobe até 10  $\mu$ A, anote também no caderno os valores das pressões SIP-1 e SIP-2 (mostrados também na JANELA MAINTENANCE, em Vacuum System)
- 4.3. Feche a janela **Maintenance**.

#### 5. LIGAR: ALINHAMENTO DO MICROSCÓPIO

- 5.1. Na aba localizada na parte superior da tela do monitor, à esquerda, revisar se a corrente indicada está em 10  $\mu$ A, caso não esteja, clicar no botão Reset ao lado e esperar atingir o valor.
- 5.2. Ainda na mesma aba, onde diz 1 kV, coloque 5kV, e suba até a tensão desejada em passos no máximo de 5kV. Caso a tensão desejada seja maior que 20kV, **deve-se subir em passos de 1kV ☠☠☠!!!**.
- 5.3. Abra a válvula do canhão, GUN VALVE CLOSE, botão que fica na painel frontal do microscópio. Este botão fica com a luz apagada quando a válvula está aberta.
- 5.4. Clique no botão LOW MAG, e ajuste o controle de contraste no painel de controle, desativando o botão FREEZE.



- 5.5. Procure sua amostra, utilizando a alavanca de deslocamento (utilizando a menor magnificação). Geralmente, mas dependendo de tipo de porta-amostra, será necessário se locomover para algum sentido lateral (p.ex., porta-amostra de vários *stub*).
- 5.6. Retire LOW MAG para voltar à magnificação normal (Lembre-se de diminuir o contraste)
- 5.7. Abra a janela *InstrumentControl* (ou clique no ícone da coluna)
- 5.8. Verifique que **aOL Aperture** está em **4** (4ª abertura da lente objetiva, também chamada abertura móvel) na coluna do microscópio está escolhida. Verifique também que o **Mode** está em **2eProbeCurrent** **7** estão selecionados.
- 5.9. Verifique que o detector esteja no modo de elétrons secundários (**SEI**).
- 5.10. Diminua em magnificação, escolha um ponto ou sujeira e focalize.
- 5.11. Acionar o botão **ACB** (Auto-Contraste-Brilho) no painel de controle
- 5.12. Ir aumentando a magnificação (fazendo foco, e astigmatismo usando os botões X e Y), deixando-o no centro da tela até a maior magnificação possível.

#### Rotina de alinhamento

- 5.13. Clicar ALIGN no controle, no ALIGNMENT no painel de console. Este abre uma janela de alinhamento no programa.
- 5.14. Na janela de alinhamento, com GunAlignment aceso clicar ProbeCurrent e aumentar a corrente, de um em um, até I=14 acertando o contraste e o foco. Caso perca o detalhe/sujeira, diminua em magnificação para se encontrar, mas sem perder o detalhe/sujeira.
- 5.15. Em I=14 com X e Y procurar o maior brilho possível.  
OBS. Caso não consiga obter imagem/sinal, verificar se a válvula realmente está aberta, após isso, abaixar a corrente até um valor que consiga ver sinal (p.ex., I=7 ou menor), e ajustar em X ou Y para melhorar o sinal, após, aumentar gradativamente a corrente ajustando em X e Y.
- 5.16. Clicar CL Stigmator I=14 e fazer o foco e alinhamento em X e Y, após voltar para I=7 e focalizar, não mexer em X e Y.
- 5.17. Clicar OL Stigmator. Fazer o foco e alinhamento em X e Y.
- 5.18. Clicar OL Aperture e acionar Wobb para que a imagem fique movimentando, os movimentos são eliminados em X e Y.  
OBS. Diminuir a magnificação pode auxiliar nesta etapa.
- 5.19. Clicar Stig. Center X e acionar Wobb para que a imagem fique movimentando, os movimentos são eliminados em X e Y.
- 5.20. Clicar Stig. Center Y e acionar Wobb para que a imagem fique movimentando, os movimentos são eliminados em X e Y e fechar os quadros.
- 5.21. Repita os passos de 5.13 até 5.20 quantas vezes forem necessárias até não ter melhoras significativas. Os passos de 5.18 até 5.20 uma vez acertados não é necessário mexer novamente, demoram em desalinhar.



## Quando re-alinhar o Microscópio (passos 5.13 até 5.20)

5.22. O microscópio deve ser re-alinhado quando houver:

- I. Mudança significativa do Spotsize.
- II. Mudança forte de Altura.
- III. Mudança forte da Voltagem.
- IV. Mudança da abertura da lente objetiva(OL Aperture, fica sempre em 4).
- V. Mudança no Mode(fica sempre em 2)

## 6. SALVAR A IMAGEM

- 6.1. No painel de controle, utilize a tela **RDC** e **Quick-View** para focalizar a imagem desejada, e corrija astigmatismo com X e Y.
- 6.2. Tire do modo **RDC**, coloque em **Fine-View**, e logo em seguida, pressione **Photo**.
- 6.3. Clicar **File** no programa, e logo em **ImageSaveExport**, ou **Save**.
- 6.4. Será necessário tirar do **Freeze** para continuar a sessão.

## 7. TROCA DE AMOSTRA NO MESMO SUPORTE, E DETECTORES.

### Troca de amostra

- 7.1. Girar tudo em **magnification**, no sentido anti-horário, ou apertar o botão **LowMag** no painel de controle.
- 7.2. Ajustar o Contraste para o maior brilho, ou apertar **ACB**.
- 7.3. Locomover-se pela amostra utilizando a alavanca de deslocamento.
- 7.4. Atenção: sempre observar a imagem da câmera CCD, isso para melhor visualização sempre que for movimentar o porta-amostras. Com maior segurança caso esteja próximo a lente objetiva e/ou amostras grandes e com superfícies irregulares.
- 7.5. Após encontrado a nova amostra, diminua o brilho através do Contraste, e tire do **Low Mag**.

### Troca de detectores.

- 7.6. Para sinal de elétrons retro-espalhados: Aqui o detector entra em uma altura entre a amostra e a lente objetiva (ou peça polar), especificamente a uma distância de 8mm. Então é **muito importante verificar que a altura, contado desde o topo da amostra até a objetiva, é maior que 8mm☠☠☠!!!**.

Isto implica que sua WD deve ser maior que 8mm, assim por segurança WD deve ser no mínimo 10mm ☠☠☠!!!



- 7.7. Partindo de uma imagem focalizada da amostra, modificar a distância de trabalho (WD) no canto inferior esquerdo da tela para o valor de 10 mm.
- 7.8. No micrômetro ao lado do microscópio, aumentar o valor de **Z** de acordo com a diferença entre o WD focalizado e o WD com 10 mm. Por exemplo, se a amostra estava focalizada com WD 6 mm e foi alterado para 10 mm a diferença de 4 mm deverá ser acrescida no micrômetro.  
OBS. Conforme o valor do micrometro aumentar, a imagem na tela será focalizada até quando o WD estiver compatível com o micrômetro.
- 7.9. Conferir o alinhamento no modo padrão, **SEI**.
- 7.10. Antes de iniciar a troca de detector, fechar a válvula do canhão, GUN VALVE CLOSE.
- 7.11. Retirar a trava de borracha do detector (suporte de mangueira atrás do microscópio).
- 7.12. Para inserir o detector na câmara do porta amostra, localize na aba superior do programa o penúltimo botão ao lado direito descrito por **BEIW** e clique.
- 7.13. Após inserir o detector, clicar no botão localizado na parte inferior central do programa escrito **SEI** e mudar para **COMPO** (análise composicional) ou **TOPO** (análise topográfica).
- 7.14. Para sinal de elétrons secundários: para retornar ao sinal de elétrons secundários, clicar em **SEI**.
- 7.15. Ao término do uso do detector **BEIW** fechar a válvula do canhão, GUN VALVE CLOSE, e clicar no botão utilizado para inserir o detector na câmara. Colocar a trava de borracha novamente no detector.
- 7.16. Para sinal de raio-X (análise química, EDS): desligar a CCD, e conferir o alinhamento. Inserir o detector desde o controlador situado ao lado do painel de alinhamento. Na tela do computador do lado direito, clicar no ícone do programa **NORAN** e logo escolha o modo de detecção (*spectrum, point & shoot, scan-line* ou *color mapping*). Ajuste o **spotsize** ate o **DT (dead-time)** alcançar o valor entre 20 - 30%. Ajuste os parâmetros: **HT, Mag, e WD**. Comece a medida clicando em ► no programa **NORAN**.
- 7.17. Para retornar ao sinal de elétrons secundários, clicar em **SEI**.

## **8. FINAL DA SESSÃO, OU TROCA DE SUPORTE DE AMOSTRA**

- 8.1. Feche a válvula do canhão, **GUN VALVE CLOSE**, botão que fica na painel frontal do microscópio. Este botão fica aceso quando a válvula está fechada.
- 8.2. Desligar a alta tensão, **HT** fica em azul, e anotar a hora no caderno. Após, ajuste a alta tensão a 1kV, fazendo o decaimento da tensão aos poucos.
- 8.3. Descer o topo da amostra (do portaamostra) para a posição inicial Z=38mm, do micrômetro. Atenção ☠☠☠, sempre **observar a CCD**, isso para melhor visualização sempre que for movimentar o porta amostras. Com maior segurança caso esteja próxima da lente objetiva.
- 8.4. Voltar o porta amostras para a posição inicial. No programa, clicar na aba **Stage** e logo abaixo em **Exchange Window**, Exchange Sample (este comando volta a amostra para X=35.000 Y=25.000 e R=0.0), conferindo se a luz do Exchange no corpo do microscópio está acesa ao final do processo.





- 8.5. Revise que a pressão do PenningGauge está em  $9.63 \times 10^{-5}$  Pa. Insira a alavanca do portaamostra até o centro da coluna (caso tenha dúvida, peça ajuda de um técnico da CEM), e retire o suporte do portaamostrapuxando toda a alavanca, tomando o cuidado para passar a seta indicada no suporte. Verifique que a luz de HOLD fica desligada, garantindo que a amostra não tenha ficado dentro da câmara, o que pode ser visualizado através da CCD também.
- 8.6. Após, aperte o botão VENT (mantenha apertado por 1 segundo). Este botão está na pré-câmara, debaixo de Exchange Chamber (levante a tampa plástica). **Espere até que deixe de piscar ☠☠☠**. Abra a pré-câmara através da presilha de pressão e retire o porta-amostra no suporte interno. Caso tenha dúvida, realize com o técnico da CEM a colocação da amostra.
- 8.7. Após retirado o porta-amostra, feche a pré-câmara e aperte o botão EVAC (mantenha apertado por 1 segundo), e verificar que a pressão no PenningGaugedecresce.

## 9. CHECAGEM FINAL.

**Antes de sair da sala do FEG-MEV, verifique:**

- 9.1. Após remoção dos stubs do suporte, seguido da remoção das amostras dos stubs, verifique que todas as ferramentas e utensílios estão limpos e devidamente guardados.
- 9.2. Verifique que toda marca feita com caneta para retroprojetorsobre o suporte, foi removida. Utilize álcool.
- 9.3. Verifique que a OL aperture está em 4.
- 9.4. Verifique que o Mode está em 2.
- 9.5. Verifique que o HT está setado em 1kV
- 9.6. Verifique que o ProbeCurrent está em 7.
- 9.7. Verifique que o sinal de elétrons secundários, **SEI**, está escolhido.
- 9.8. Verifique o vácuo do Microscópio (que o botão **EVAC** está piscando ou fique aceso).
- 9.9. Verifique que os monitores estejam desligados.
- 9.10. Desligue a luz da sala.

## 10. CASO PRECISE RELIGAR O MICROSCÓPIO.

*Recomendação: ligue o microscópio só se for o caso de nenhum técnico da CEM se encontrar, sendo assim também um caso de extrema urgência. Caso contrário, espere técnico da CEM.*

- 10.1. Ligar o sistema de refrigeração. Chave (ON/OFF) do *Chiller*, na sala atrás do microscópio, após ligado, conferir o fluxo a pressão e temperatura da água.



- 10.2. Ligar o estabilizador, localizado na sala do microscópio FEG-SEM, tecla, (liga/desliga) e tecla carga.
- 10.3. Na sala do microscópio, ligar o mesmo em, **mainpower**, virar a chave na posição **start**, segurar-la alguns segundos e voltar para **on**.
- 10.4. Ligar o computador embaixo da mesa do microscópio, no lado direito.

## **11. CASO PRECISE DESLIGAR O MICROSCÓPIO.**

*Recomendação: desligue o microscópio só se for o caso de nenhum técnico da CEM se encontrar, sendo assim também um caso de extrema urgência. Caso contrário, esperetécnico da CEM.*

- 11.1. Na sala do microscópio, desligar o mesmo em, **mainpower**, virar a chave na posição **off**, segurar-la alguns segundos e voltar para **on**.
- 11.2. Desligar o sistema de refrigeração. Chave (ON/OFF) do *Chiller*, na sala atrás do microscópio, após desligado na chave, o *Chiller* permanece funcionando por 20 minutos, para resfriar a bomba difusora. Desligar o estabilizador, também localizado na sala atrás do microscópio, tecla, (**liga / desliga**).

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

Manual: Versão 2.0 CEM

Referências:

Manual do Microscópio, JEOL JSM-6390LV, e LME-LNLS (Laboratório de Microscopia, LNNano. Este centro é operado pela ABTLuS para o Ministério de Ciência e Tecnologia/CNPq). Agradecimentos também ao Prof. Dr. José Javier Sáez Acuña, cujo tal manual foi baseado em sua experiência, também a Diego Anisio e Leonardo A. de S. Allerding pelas contribuições nas últimas versões.