



RELAM-UFU
Rede de Laboratórios Multiusuários

RELAM - Laboratórios Campus Santa Mônica

UFU Universidade Federal de Uberlândia ProPP

Guia de operação do MEV e EDX

Elaborado por Mônica A. Rodrigues Nonato e Murillo Néia Thomaz da Silva

Índice

Observações:	1
Termos importantes:	2
Procedimento para ligar o MEV e inserir amostras:	2
Medidas:	3
Alta Resolução:	4
Desligando o aparelho:	5
Pausando uma medida:	5
Metalização de amostras:	5
Considerações importantes sobre o MEV:	6
Procedimento para operação do EDX:	6
Considerações importantes sobre o EDX:	7

Observações:

1. Ar condicionado deve estar ligado e em temperatura entre **18 e 22 °C**;
2. Nobreak deve estar ligado em **modo online** – para ligar o nobreak: ligar as duas chaves na parte traseira do aparelho e pressionar o botão **ON** (na frente) até que na tela apareça MODO DIAGNOSTIC e esperar checar, após ligado, luz laranja ficará amarela.
3. Computador do EDX não liga automático e utiliza-se apenas um mouse para os dois, MEV e EDX.
4. Nas medidas de EDX deve-se utilizar **HV de 20 KV**, distância de trabalho de **15 mm**, **BI** que gere tempo morto **em torno de 20%**, **obrigatoriamente**.

Termos importantes:

1. **MEV:** Microscopia eletrônica de varredura;
2. **EDX:** Espectroscopia de dispersão por raios-X
3. **Trackball:** Bola de comando, semelhante a um mouse, por onde serão controlados os parâmetros da medida, tais como, foco, magnificação, etc...
4. **Estágio:** Onde é encaixado o porta amostras e onde serão realizadas as medidas;
5. **Beam intensity (BI):** Abertura do feixe de elétrons (Quanto maior seu valor mais aberto e focará em uma região mais ampla da amostra, quanto maior a ampliação menor será o BI, ou seja, mais fechado estará o feixe para focar em uma região bem específica.). Quanto mais condutora a amostra maior deverá ser o BI, para que não ocorra rápido descarregamento da amostra;
6. **HV:** Intensidade do feixe de elétrons, intensidade da lâmpada;
7. **Kx:** (número de ampliação) x 1000, ou seja, 50 Kx = (50 vezes) x 1000 = 50.000 vezes;
8. **WD&Z** = Distância de trabalho, distância entre lentes e amostra;
9. **WD** = Foco, compensação das lentes eletromagnéticas.

Procedimento para ligar o MEV e inserir amostras:

1. Abrir chave da linha de N₂ (afixada na parede do fundo à esquerda);
2. Ligar chave power no aparelho (Computador liga automaticamente);
3. Abrir software Vega TC → Guest → OK! (O programa faz um auto teste, deve estar tudo ok!);
4. **Para inserir a amostra:** Com a interface do MEV aberta clicar em HOME → Clicar em VENT, esperar aparecer venting finished (quebrar o vácuo) → abrir a porta do MEV cuidadosamente e **parafusar o porta amostras ao estágio***;
* **Atenção:** Antes de parafusar ou desparafusar o porta amostras clicar na posição 7 para alinhar as posições do porta amostras às do estágio.
5. Fechar a porta cuidadosamente → Clicar em PUMP! **Importante:** Sempre segurar a porta até que seja estabelecido o vácuo (quando se atinge o vácuo ouve-se um estalo);
6. Clicar em HOME e esperar completar o vácuo (coluna de pressão na cor verde);
7. Ligar a lâmpada clicando em HV e selecionar a voltagem:

- 5 KV: materiais orgânicos e biológicos;
- 15 a 20 KV: metais condutores;
- 30 KV: materiais semicondutores;

- **Depende da amostra**, é interessante fazer um teste para cada material antes de iniciar as medidas.

Medidas:

1. Antes de iniciar as medidas conferir se detector selecionado é SE (para medidas de MEV deve ser);
2. Selecionar o “Beam Intensity” (BI) → 10 em baixas magnificações; acima de 10 Kx usar 9 a 6, em altas magnificações (acima de 30, 40 Kx) ir monitorando o BI como será indicado posteriormente no tópico **Alta Resolução**;
3. Verificar se Stigmator, Rotation e Shift possuem valores iguais a zero (devem estar em 0);
4. Selecionar a amostra a ser analisada → clicar sobre o número da amostra desejada;
5. Para selecionar e centralizar uma região específica da amostra clicar com o botão central do mouse;
6. Para trabalhar uma região menor da área selecionada clicar duas vezes com o botão esquerdo;
7. Com o botão direito do mouse → Clicar em MINIMUM MAGNIFICATION → Clicar em AUTO BRIGHTNESS CONTRAST e magnificar até 1 kx (1000 x) aproximadamente → **Clicar em AUTO WD** (Para calcular a real distância entre a lente e a superfície da amostra. ESSE É UM PASSO FUNDAMENTAL NA MEDIDA, NÃO FAZÊ-LO PODE GERAR DANOS AO APARELHO, pois com valor de WD&Z errado há o risco de contato entre a lente e a amostra, o que não deve ocorrer);
8. Após o AUTO WD efetuado pode-se ir diminuindo aos poucos a distância entre a lente e a amostra **clcando em WD&Z e digitando ou clicando sobre o valor de distância***. Segue a ordem: Ex. WD&Z 15 mm, ajusta magnificação, ajusta foco (**speed 6**) e continua até a distância desejada;

* Sempre que for diminuir o WD&Z manter o mouse próximo ao botão STOP e ficar atento, caso perceba que a lente vai encostar na amostra clique imediatamente em STOP. Não se esqueça: **NUNCA DEIXAR A LENTE ENTRAR EM CONTATO**

COM A AMOSTRA, DANIFICA O APARELHO! Obs: O valor inicial de WD&Z geralmente fica em torno de 30 a 32 mm.

- 9. Para salvar as imagens:** Após fazer todos os ajustes e atingir a ampliação desejada pode-se salvar as amostras. O ideal é ampliar até a maior magnificação e posteriormente salvar as ampliações menores. Ex. Maior magnificação 50 Kx, ajusta-se o foco, brilho, BI, etc. e obtém uma boa imagem nesta ampliação para só então salvar 25 Kx, 10 Kx, etc. Para diminuir a ampliação clicar em MAGNIFICATION, digitar o valor da ampliação desejada e salvar.

*** Para salvar:**

- Speed de no mínimo 8, dependendo da amostra pode ser 7 ou 9, testar;
- Na barra superior clicar em OPTIONS, AUTOSAVE e escolher pasta;
- Nomear e numerar, iniciar em 1, Ok!
- Com a imagem pronta clicar no símbolo disquete no canto inferior direito da imagem, esperar completar a imagem e dar Ok!

- 10. Ao passar de uma amostra para outra → clicar em HOME → Voltar ao passo 4 e repetir todo o processo, importante, AUTO WD&Z deve ser corrigido para cada amostra.**

Alta Resolução:

- 1. WD&Z = 4 mm ou menor** (Cuidado com as aproximações, sempre observar se lente não irá entrar em contato com a amostra!);
- 2. BI = 6 ou menor**, depende da ampliação e da amostra, deve testar;
 - * $K_x > 100$ → BI entre 3 e 4;
 - * $K_x > 40$ → Verificar astigmatismo (apenas se “imagem penteada”);
 - * Wobbler → Verificar sempre que imagem “correr”;
 - * Para corrigir astigmatismo e wobbler pressionar **F12** → **x** ou **F11** → **y** no teclado e mover trackball até que imagem esteja bem ajustada;
 - * Se o Wobbler foi corrigido e ainda assim a imagem “correr”, mesmo sem nenhum ajuste ou foco, sugere-se modificar o valor de BI.

Desligando o aparelho:

1. Corrigir BI para 10;
2. Desligar lâmpada, clicar em HV;
3. Clicar em HOME → Clicar em VENT → Clicar no 7 → Desparafusar e retirar o porta amostras → Fechar a porta → Clicar em PUMP e esperar coluna indicar o vácuo completo (cor verde). **Sempre deixar aparelho sob vácuo antes de desligar;**
4. Clicar em X (fechar o programa) → Clicar em SWITCH OFF AND EXIT;
5. Desligar computador;
6. Desligar chave power;
7. Fechar linha de N₂;
8. Desligar Nobreak.

Pausando uma medida:

1. No caso de uma pausa rápida não há necessidade de desligar o aparelho, pode-se apenas colocá-lo em um modo onde a lâmpada ficará desligada e o filamento não será consumido, para isso basta desligar a lâmpada clicando em HV e em seguida clicar em PUMP;
2. Para recomeçar a medida → Clicar em PUMP → Esperar estabelecer o vácuo → Religar lâmpada.

Metalização de amostras:

1. Ligar a chave power (na parte traseira do aparelho);
2. Observar se válvula está centralizada, se não estiver deve-se centralizá-la;
3. Na tela escolher o procedimento QT TIMED GOLD → Clicar em RUN PROFILE e esperar finalizar a metalização (importante: a metodologia escolhida não fica salva de uma amostra para outra.);
4. Ao terminar → Desligar chave power → limpar tudo com álcool e papel toalha e redirecionar a válvula para o centro (caso não esteja).

* **Observação:** 120 s forma uma camada de ouro com 9 mm de espessura.

Considerações importantes sobre o MEV:

- Se ao iniciar o MEV o estágio indicar um valor absurdo de WD&Z, deve-se calibrá-lo → Clicar em Calibrate!;
- Se WD&Z estiver incoerente, pode-se também em WD (janela de comandos, à direita) digitar um valor + próximo do real (Ex. 30 mm) e clicar ENTER;
- Ao clicar em ROTATION muda-se a posição da imagem sem modificar a posição do estágio;
- Caso o aparelho peça AUTO GUN HEATING deve-se aceitar, entretanto tomar cuidado ao retomar a medida, pois pode ser que tenha ocorrido “queima” na região focada, modificar a região apenas se observar modificações significativas. Importante: Sempre que se dá AUTO GUN HEATING, o BI passa automaticamente para 10.
- **PARA SALVAR A POSIÇÃO (X, Y e Z) DE UMA REGIÃO** → Ao se encontrar uma boa região pode-se memorizar a posição da mesma, a fim de não perdê-la ou no caso de querer analisá-la posteriormente, para isso → Clicar em MEN e escolher alguma letra (Canal A, B, C, etc.). Para acessar e trabalhar a região salva basta clicar sobre a letra na qual a imagem foi salva.

Procedimento para operação do EDX:

1. No MEV ajustar condições para as medidas de EDX:
 - HV = 20 KV;
 - WD&Z = 15,0 mm;
 - Procedimento reportado no tópico medidas até o item 6, ampliando no mínimo até 20 Kx, aproximadamente;
 - Após ampliações e ajustes pode ser necessário corrigir WD&Z para 15,0 novamente (é tolerado 0,5 para mais ou para menos);
2. Ligar o computador do EDX → Escolher o usuário OPERATOR → OK!;
3. Abrir o software AZTEC;
4. Checar os ícones ESTÁGIO e COLUNA, devem aparecer conectados;
5. Para ligar o EDX → Clicar sobre o controle do EDX (símbolo semelhante à uma chave de fenda, no canto inferior à esquerda) → Clicar em OPERAR → O EDX

estará pronto para uso quando o modo indicar FRIO e lâmpada no detector passar de laranja para amarela;

6. Para iniciar as medidas → Selecionar o modo PONTO e ID;
7. Criar projeto → Clicar em Arquivo → Novo projeto e escolher pasta destino;
8. Varrer imagem (esperar completar);
9. Aumentar BI de forma que o tempo morto permaneça próximo de 20 %, deve ficar! (Qualidade da medida);
10. Clicar em Adquirir Espectro → Escolher as regiões desejadas e esperar medida completar;
11. Para salvar como .txt → Clicar sobre o espectro com o botão direito do mouse → Clicar em exportar e escolher formato EMSA → Escolher pasta destino e OK!;
12. Para salvar relatório da medida → Clicar em gerar relatório → Escolher pasta e OK! (Formato de relatório correto: Ponto e ID Magayver 2017-02-2017);
13. Para desligar o EDX → Clicar na “chave de fenda” → Clicar em EM ESPERA → Fechar o programa e desligar o computador.

Considerações importantes sobre o EDX:

- Elementos como H e He não geram sinal (Não há transições entre camadas);
- Se pico 0 é o mais intenso, indica que imagem não está perfeitamente focada, ou por superfície irregular ou por falta de amostra; escolher outra região;
- Cada ponto escolhido representa aproximadamente 3 μm da amostra, portanto não faz sentido escolher pontos muito próximos;
- Ao confirmar ou excluir a presença de um elemento deve-se levar em consideração que transições α (alfa) são sempre as mais significativas.