



DOCUMENTO ORIENTATIVO
TÉCNICA

**MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA
DISPERSIVA DE RAIOS X
MEV/EDS**

Princípio de Funcionamento:

Um feixe de elétrons produzido por emissão termiônica (filamento de tungstênio, no LRAC) é colimado por lentes eletromagnéticas presentes na coluna e incidido sobre a amostra gerando a emissão de diversos sinais, que são coletados por detectores apropriados para obtenção do resultado.

O equipamento possui os detectores de elétrons secundários (SE) – responsável pela obtenção das micrografias da topografia da amostra, uma vez que esses elétrons por serem produzidos pelas interações inelástica entre o feixe de elétrons e os elétrons da camada de valência dos elementos presentes, possuem baixa energia e baixo caminho médio; e de elétrons retroespalhados (BSE) – responsável pela obtenção de micrografias e informações composicionais da amostra, uma vez que eles são resultantes de interações elásticas e inelásticas entre o feixe eletrônico que penetra na amostra; e o de energia dispersiva de Raios X (EDS) – responsável pela obtenção de microanálises elementares da amostra, uma vez que o feixe de elétrons ao interagir com a ela pode deslocar elétrons das camadas mais internas dos átomos, ionizando-os, sendo que ao retornarem para o estado fundamental, emitem raios-X característicos.


Principais Aplicações:

As análises por MEV são utilizadas para caracterização morfológica de superfícies de particulados, polímeros, proteínas, sementes, fármacos, compostos inorgânicos, orgânicos e metálicos, avaliação do tamanho de partículas, análise de superfície fraturada e de falhas.

As análises de EDS são utilizadas para microanálise qualitativa e semiquantitativa de elementos químicos presentes na amostra, desde o carbono* ao urânio com limite de detecção em torno de 0,5 % em massa, e mapeamento químico de superfícies de até sete elementos simultaneamente.

(*) Para elementos químicos com $Z < 11$ há limitações quanto a exatidão dos resultados.

Instrumentação

Identificação	Características	Ilustração
<p>Equipamento: Microscópio Eletrônico de Varredura com Detector de Energia Dispersiva de raios X (MEV/EDS)</p> <p>Marca: LEO Electron Microscopy/Oxford</p> <p>Modelo MEV: Leo 440i</p> <p>Modelo EDS: 6070 (Cambridge, Inglaterra)</p>	<p>Faixa de ampliação: 39 – 300.000 x (depende da distância de trabalho e condução da amostra).</p> <p>Voltagem: 0,3 a 30 kV</p> <p>Corrente: 1 pA a 1 µA</p> <p>Detectores: SE e EDS</p> <p>Software MEV: Leo v03.01</p> <p>Software EDS: Link ISIS</p>	



DOCUMENTO ORIENTATIVO
TÉCNICA

Equipamento: Sputter Coater
Marca: Emitech
Modelo: K450
(Kent, Reino Unido)

Corrente do plasma: 10-15 mA
Vácuo de trabalho: ~ 0,1 mbar.
Alvo: Ouro.



Exemplos de Resultados Obtidos

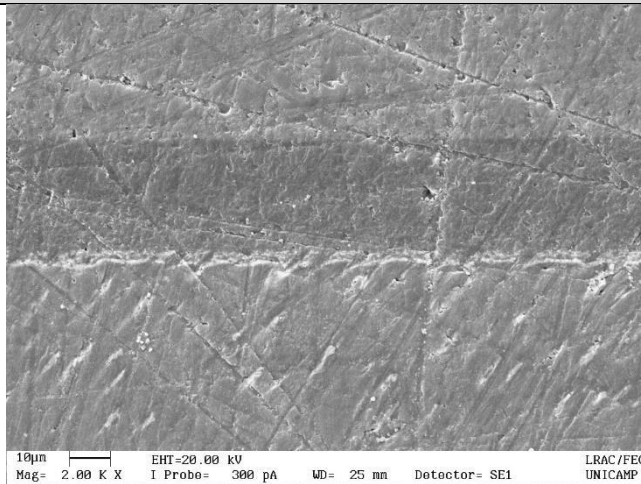


Fig. 1: Micrografia de uma amostra com ampliação de 2000x, uso de SE.

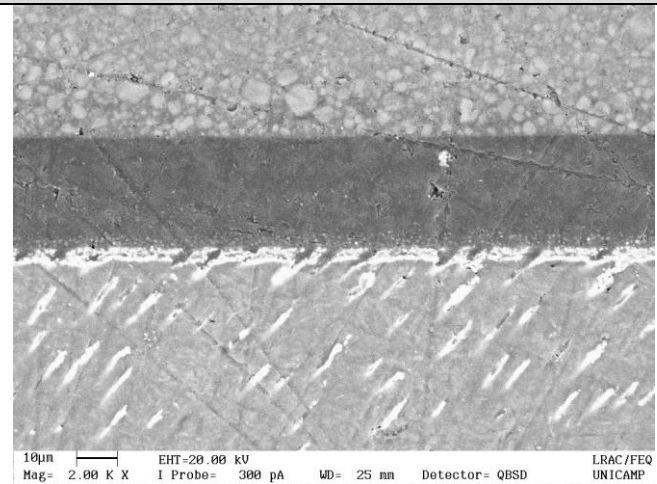


Fig. 2: Micrografia de uma amostra com ampliação de 2000x, uso de BSE.

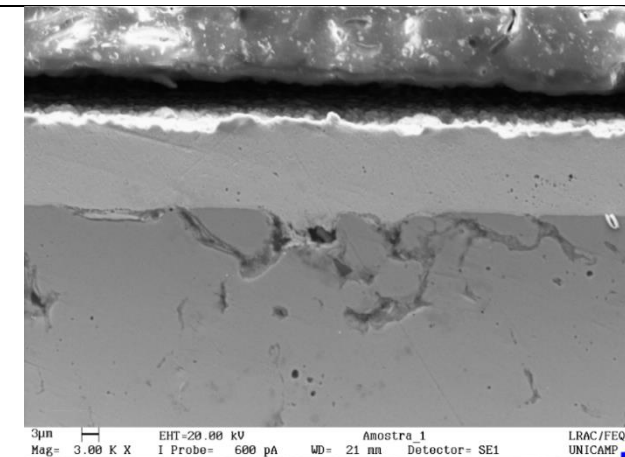


Fig. 3: Micrografia de uma amostra com ampliação de 3000x, uso de SE.

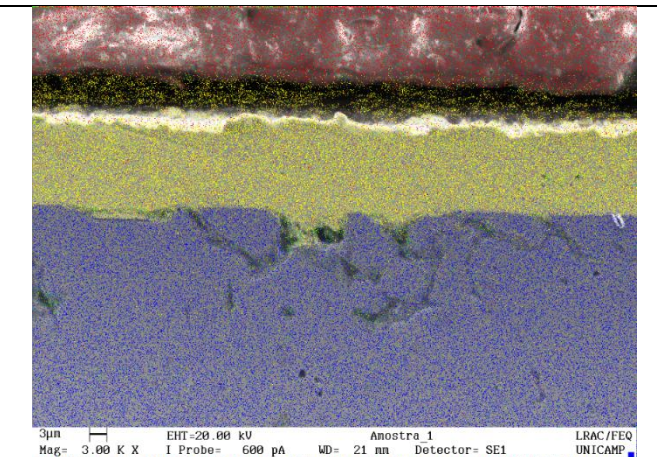
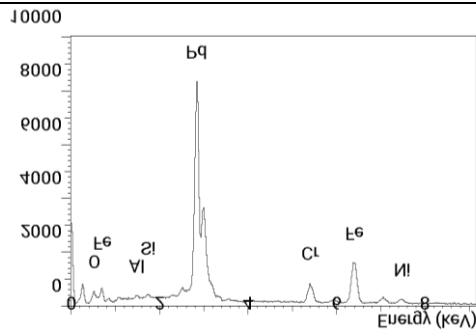


Fig. 4: Mapeamento dos elementos Oxigênio (vermelho), Ferro (azul) e Paládio (amarelo).

DOCUMENTO ORIENTATIVO
TÉCNICA



Elemento	% massica
O	13,93
Al	0,33
Si	0,34
Cr	5,09
Fe	16,33
Ni	2,31
Pd	61,67

Fig. 5: Microanálise qualitativa (espectro) e semi-quantitativa de elementos químicos presentes na amostra (Fig. 3 e 4)

Referências: Adaptação dos manuais dos equipamentos.



DOCUMENTO ORIENTATIVO
TÉCNICA

APROVAÇÃO E CONTROLE DE REVISÕES

	Elaboração:	Revisão:	Aprovação:	Emissão:
Responsável	Lucélia Silva	Adilson Brandão	Kelly R Palma	José R Vulto
Data	04/09/2017	21/03/2023	22/03/2023	27/03/2023

CONTROLE DE REVISÕES			
Revisão	Data	Responsável	Alterações
00	28/09/2017	A Brandão	Revisão inicial
01	01/09/2022	L Silva	Revisão periódica. Inclusão de BSE e outros exemplos de resultados.
		A Brandão	Ajustes na redação e pontuação
01	22/03/2023	K Palma	Removido Equipamento: Sputer Coater Polaron
01	27/03/2023	J R Vulto	Inserção do controle de leitura do documento

NOTA: ESTA PÁGINA DE APROVAÇÃO E CONTROLE DE REVISÃO NÃO FAZ PARTE DO DOCUMENTO ORIENTATIVO.

CONTROLE DE LEITURA DO DOCUMENTO		
Colaborador	Rubrica	Data