



Laboratório Nacional de Luz Síncrotron  
Operado pela ABTLuS para o CNPq / Ministério da Ciência e Tecnologia

Ministério da  
Ciência e Tecnologia



## Análise Quantitativa através de EDS Noran System Six

Utilizar conjunto de padrões de elementos metálicos puros que fica armazenado no dissecador da sala de preparação de amostras.

1. Utilizar conjunto de padrões de elementos metálicos puros que fica armazenado no dissecador da sala de preparação de amostras.
2. Memorizar posições (X, Y) dos padrões dos elementos metálicos através do computador do SEM-LV.
3. Colocar a distância de trabalho em  $WD = 10$  mm para a utilização do EDS do SEM-LV.
4. Juntamente com os padrões dos elementos metálicos, posicionar o “Faraday Cup” e medir a corrente do feixe antes de fazer a calibração dos elementos.
5. Colocar o valor de medida de corrente nos parâmetros do SEM-LV que encontram-se no ícone com o desenho do microscópio do software Noran System Six, juntamente com os parâmetros de magnificação, distância de trabalho (WD), spot size, etc.
6. Escolher um valor de “pulse processor rate” em “parameters” do Software Noran de EDS (não deixar no modo Auto) e ajustar o “dead time” entre 25-30%. Colocar o feixe posicionado sobre o padrão de cada elemento metálico e coletar um espectro de EDS com contagem de 10.000 counts.
7. Selecionar o elemento puro que se deseja criar o padrão, clicando com o mouse sobre o elemento para que ele fique verde na tabela periódica. Entrar na opção “Add Standard” e em seguida na opção “New Standard” e habilitar a opção  “From Current Spectrum”.
8. Selecionar os elementos a serem incluídos no padrão e repetir o procedimento dos itens 6 e 7 anteriores. Selecionar o padrão (ou padrões) do elemento desejado e clicar em “Add Standards”. Depois de adicionados todos os padrões, salvar a lista de padrões em “Save”.
9. Após a inclusão de todos os padrões, fazer a microanálise de EDS na região de interesse da amostra a ser analisada. Coletar o espectro de EDS nas mesmas condições e parâmetros adotados para os padrões (vide item 6).
10. Após coletar o espectro com contagem de 10.000 para o elemento com o pico de maior intensidade, selecionar na tabela periódica os elementos que se deseja quantificar e que tiveram a calibração feita com os respectivos padrões.
11. Antes de fazer a quantificação, selecionar em “Analysis Setup” a opção “Filter with Standard” e Correction: ZAF.
12. Selecionar em “Options” para que apareça na quantificação “Normalized Weight%”. Fazer a quantificação no ícone das balanças com a %.

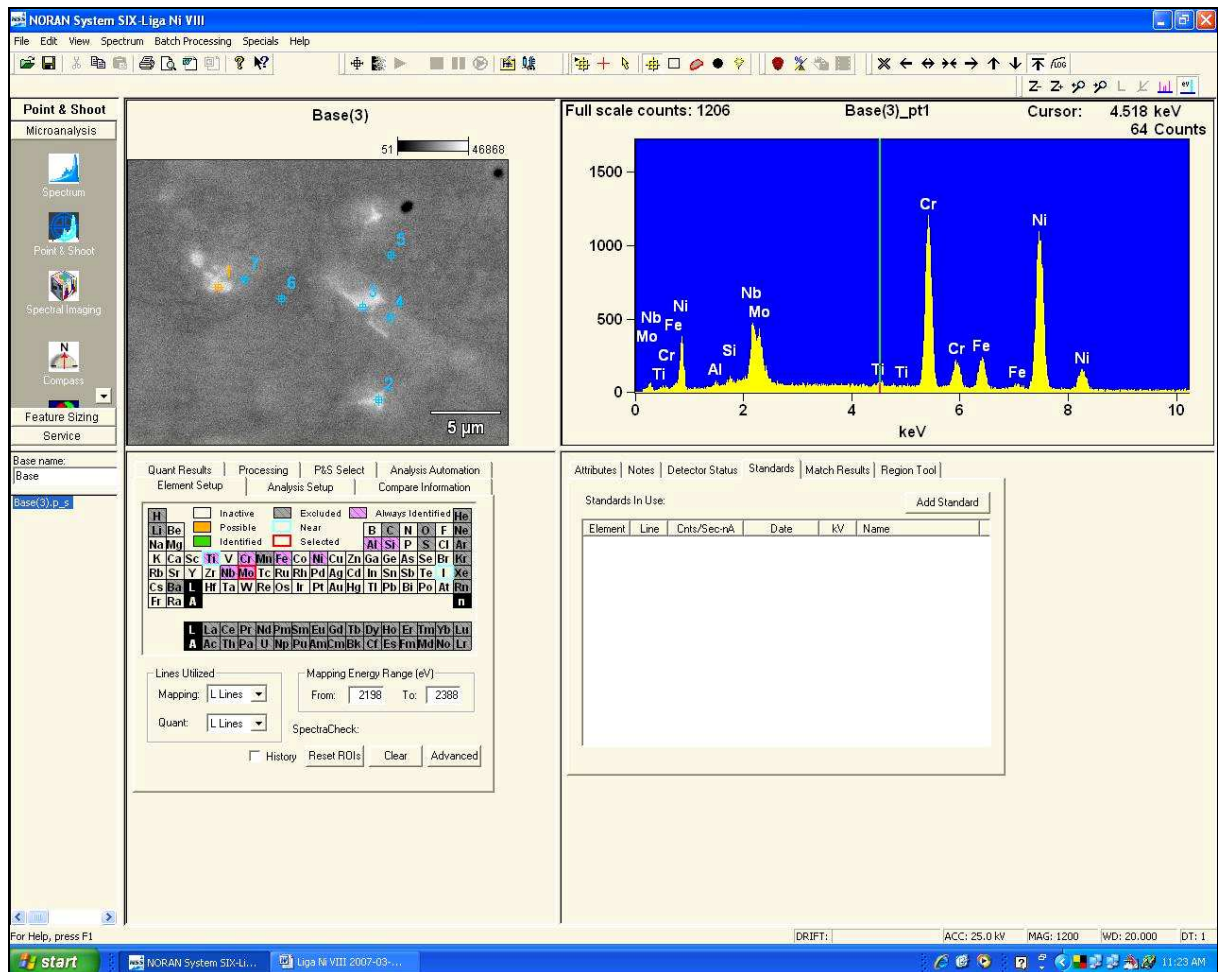


Figura 1. Tela do recurso "Point and Shoot" para a microanálise de EDS do software Noran System Six.