









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

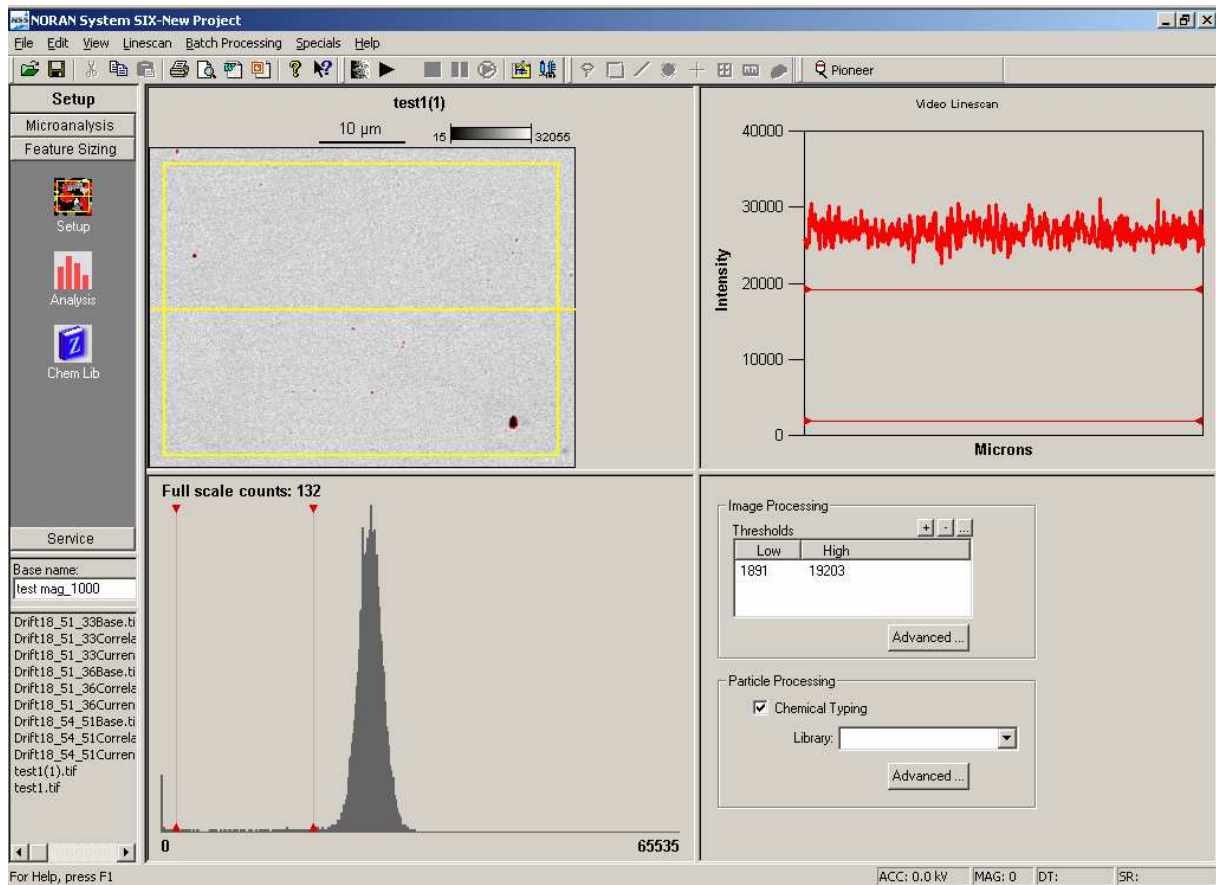
Ministério da
Ciência e Tecnologia



Automação usando NORAN System SIX

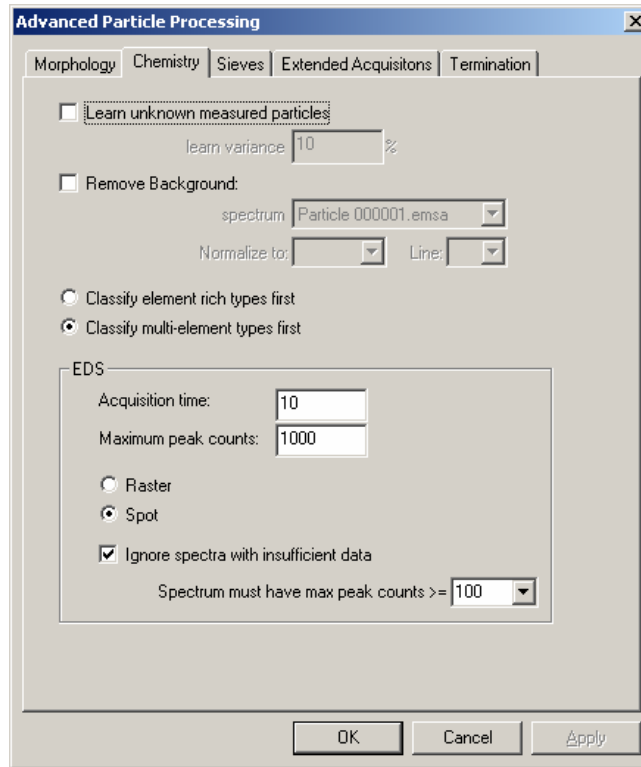
1. Alinhar o microscópio normalmente para:
 - a. Tensão: **15 kV**
 - b. Magnificação: **500 X**
 - c. Distância de trabalho: **10 mm**
 - d. Spot Size: **próximo de 43**
 - e. Abertura: **2**
2. Introduzir o detector de EDS.
3. Trocar para **BEIW** (lembrar primeiro de desligar a CCD) na opção **COMPO**.
4. Abrir o software **NORAN System SIX**.
5. Abrir um projeto.
6. Se necessário, modificar o **spot size** para ter um tempo morto entre 30 – 40%.
7. Na barra de ferramentas, clicar no botão  (Edit Acquisition Parameters) e na opção **Pulse Processor** (do menu EDS), selecionar para **Live Time Limit 10 s** e para **Time Constant 50** (Slow).
8. No menu Imaging (opção Averaged Acquisition) selecionar **Resolution** de **1024x768**, **Frame Time 10** e **Number of Frames 1**.
9. Clicar em Microanalysis (se não estiver nesse menu) e no menu **Standards** (menus abaixo à direita) clicar em **Add Standards** e carregar os arquivos (**Add All**).
10. Medir a corrente do feixe. Procedimento:
 - a. Montar no porta amostras o copo de Faraday (~ 0.5 nA).
 - b. Conectar o picoamperímetro no microscópio (parte traseira do microscópio, abaixo do detector).
 - c. Ligar o picoamperímetro pelo menos meia hora antes da medida.
 - d. Focalizar o feixe no buraco do copo de Faraday.
11. Na barra de ferramentas, clicar em  (Edit Microscope Parameters). Habilitar **Beam Current** e preencher com a medida obtida no picoamperímetro.
12. Adquirir uma imagem clicando  e selecionar uma região da amostra com alguma partícula de MnS (usar o modo  para analisar cada partícula).
Ir para o menu **FEATURE SIZING** e logo pressionar **Setup:** .
13. Adquirir uma imagem clicando  (à esquerda do botão ►).

14. Aparecerá uma janela semelhante à seguinte:




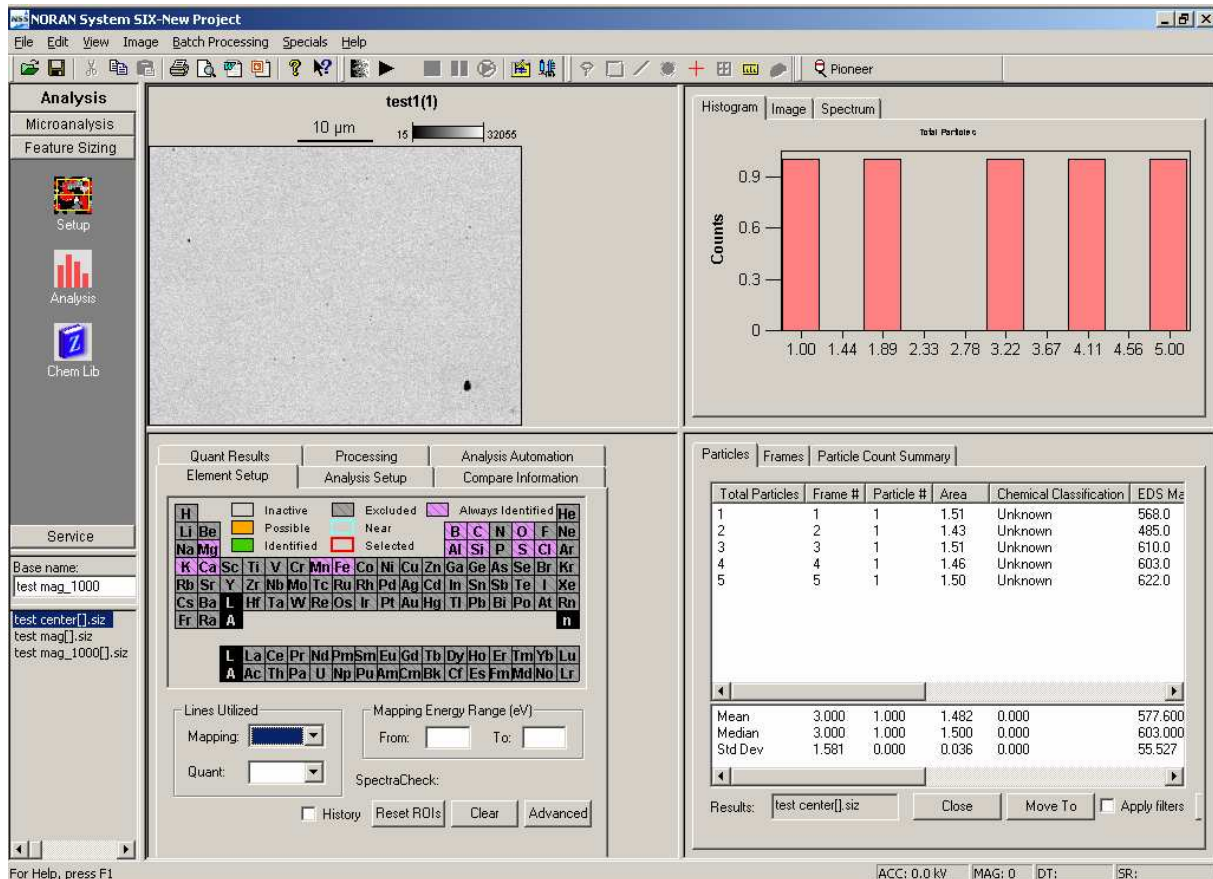
15. Select the intensity limits to have red selected the particles ONLY.
16. Modify (if necessary) the effective area (yellow rectangle) to be analyzed.
17. No histograma, modificar a intensidade (linhas verticais) para ter SOMENTE as partículas selecionadas (vermelhas). Quando a intensidade do contraste (em vermelho) começa a diminuir, o ponto ideal está próximo.
18. Clicar em “**Advanced...**” de **Image processing**. Em **Guard Region Menu** selecionar **Center of Mass** e modificar, se for necessário, a área de análise (retângulo azul).
19. Desativar a opção **Chemical Typing** do menu Particle Processing.

20. Clicar “**Advanced...**” e aparecerá a seguinte janela:



21. No menu **Morphology** selecionar somente “**Area**” em Particle Parameters.
22. No menu **Chemistry** selecionar “**Classify multi-element types first**”, Acquisition time de **10** (segundos), Maximum peak counts de 0 (zero), modo **Spot** e **Ignore spectra with insufficient data** com contagem de pico menor que **100**.
23. Desabilitar **Learn unknown measured particles**.
24. No menu **Sieves**, adicionar um filtro para admitir partículas com **Area >= 0.785 μm^2** .
25. No menu **Extended Acquisition**, adicionar um filtro com **Area >= 0.785 μm^2** para ambas as opções “**Acquire and save an image...**” e “**Acquire and save an spectrum...**”.
26. No menu **Termination**, adicionar **Área >= 3500**. Isto irá parar a medida no caso do filamento queimar.

27. Depois, clicar no botão **Analysis**: 
28. Aparecerá uma janela semelhante à seguinte:

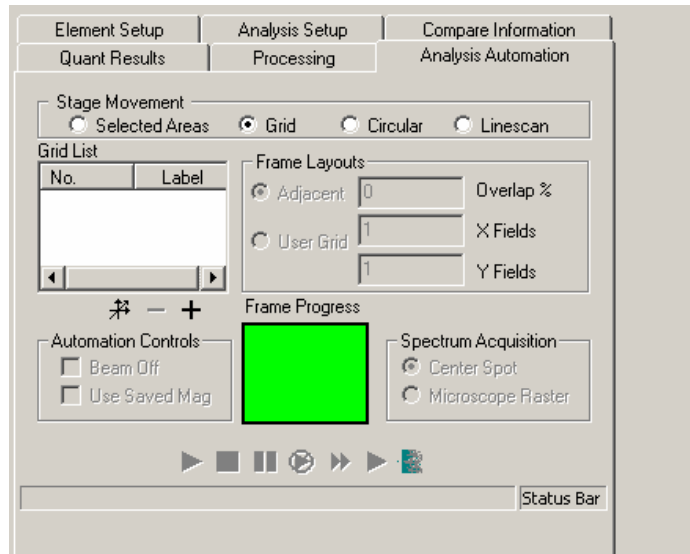


The screenshot shows the NORAN System SIX software interface. The main window displays a microanalysis image of a particle labeled 'test1(1)' with a 10 µm scale bar. To the right, a histogram shows 'Counts' for various energy values. Below the image, there are several control panels: 'Element Setup' with a periodic table where elements O, Mg, Al, Si, Ca, S, Mn, and Fe are highlighted in pink (Always Identified) and others are greyed out (Excluded); 'Analysis Setup' with 'Quant' set to 'Filter With Standards'; and 'Processing' with 'Results' set to 'Auto ID inactive'. A table on the right shows 'Particle Count Summary' with 5 particles identified as 'Unknown'.

Total Particles	Frame #	Particle #	Area	Chemical Classification	EDS Me
1	1	1	1.51	Unknown	568.0
2	2	1	1.43	Unknown	485.0
3	3	1	1.51	Unknown	610.0
4	4	1	1.46	Unknown	603.0
5	5	1	1.50	Unknown	622.0

29. No menu **Element Setup** selecionar **SOMENTE O** (oxigênio), **Mg** (magnésio), **Al** (alumínio), **Si** (silício), **Ca** (calcio), **S** (enxofre), **Mn** (manganês) e **Fe** (ferro) como **Always Identified** e escolher todos os demais elementos como **Excluded**.
30. No menu **Analysis Setup**, na opção Quant Fit Method, escolher **Filter With Standards**, ativar **Use Matrix Correction** e na opção **Correction Method** escolher **ZAF**.
31. No menu **Processing**, na opção **Results**, escolher **Auto ID inactive** e **Quant inactive**.

32. Escolher o menu **Analysis Automation** e aparecerá a seguinte janela:



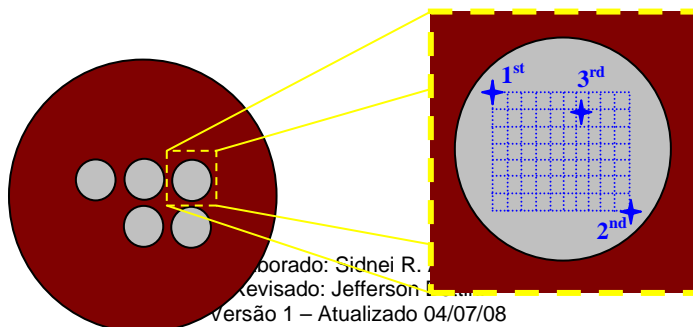
33. Selecionar a opção **Grid**.



34. Clicar no ícone **+** e aparecerá a seguinte janela:



35. Verificar a magnificação (**Update**).

36. Selecionar 3 pontos para cada uma das amostra (das 5 presentes):




37. Centrar o feixe em cada posição, tendo cuidado de focalizar mudando a altura da amostra (Z). Para cada posição pressionar o botão . Este procedimento constrói os parâmetros do Grid. Antes de clicar **Accept** selecionar a opção **User Grid** colocando **5, 6** ou **7** (número de campos) tanto para **X** como para **Y Fields** em **Frame Layouts** e **Microscope Raster** em **Spectrum Acquisition**.
38. OBSERVAÇÃO: A área total de análise para cada Grid depende do número de campos da seguinte maneira:
- 25 campos (5 para X e Y): $\sim 1.1 \text{ mm}^2$.
 - 30 campos (6 para X e 5 para Y ou vice-versa): $\sim 1.3 \text{ mm}^2$.
 - 36 campos (6 para X e Y): $\sim 1.5 \text{ mm}^2$.
 - 49 campos (7 para X e Y): $\sim 2.1 \text{ mm}^2$.
39. NOTA: A terceira posição de cada Grid, é utilizada para corrigir a altura Z.
40. Desativar **Use Saved Mag** somente no caso de mandar a medir automaticamente deixando o microscópio com a magnificação desejada (500 X). Caso contrário, adquirir as posições com 500 X.
41. Para começar a seqüência de medidas apertar o botão Start de menu **Analysis Automation**: .

42. Obtenção dos resultados

43. Os resultados serão obtidos em arquivos .csv (comma separated values).*



44. Clicar em  e depois em **Quant Analysis...** do menu **Batch Processing**.
45. Os detalhes de tamanho de cada partícula se encontram no arquivo **ParticleResults.csv** de cada Grid.
46. Escolher os espectros a quantificar e depois o nome do arquivo (.csv) onde os resultados serão salvos.
47. Repetir o passo anterior para cada Grid.

* Os arquivos .csv (arquivos ASCII) podem ser abertos diretamente no Excel.