

Análise EDS - Oxford[®]

Manual para Treinamento em Operação Básica

Análise qualitativa e quantitativa

Versão 1.2 – 03/04/2013



Para utilizar este recurso é fundamental saber operar o microscópio no qual o sistema de EDS esteja instalado. Em caso de dúvidas: CHAME UM TÉCNICO.

AVISO: Este roteiro apresenta o procedimento básico para familiarizar o usuário com a interface do programa e suas principais funções. É importante que se possua conhecimento teórico em análise EDS para ajustar os parâmetros de operação de acordo com o que se deseja analisar.

1.0 Preparação do microscópio

Antes de iniciar a análise EDS é necessário configurar e alinhar o microscópio.

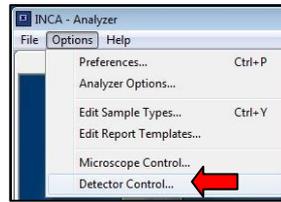
- 1.1 Escolher no microscópio a **alta tensão** mais adequada para os elementos que deseja analisar.
- 1.2 Selecionar a região desejada da amostra e realizar os ajustes de **foco**, **astigmatismo** e **alinhamento da abertura** da lente objetiva.
- 1.3 Colocar a magnificação no valor desejado para realizar a análise.
- 1.4 Ajustar a distância de trabalho (WD) da amostra em 10 mm.
- 1.5 Se a câmera **CCD** estiver ligada, **desligar** através do botão de PAUSE.

2.0 Iniciando o EDS

- 2.1 Iniciar o *software* **INCA** através do atalho na barra de ferramentas e escolher a opção **Full Acquisition Mode** na janela de seleção.



2.2 Clicar no menu **Options** e selecionar a opção **Detector Control...**



2.3 Na janela **Detector Control** selecionar a aba **Thermal** e pressionar o botão **Operate**. Aguardar até que o detector esfrie (**Detector State: Cold**). Existe um LED azul localizado no detector que ficará piscando enquanto o detector resfria e aceso permanentemente quando o detector estiver refrigerado e pronto para o uso.



2.4 Na janela **Detector Control** selecionar a aba **Slide** e pressionar o botão **Move In**. Aguardar até que o detector seja completamente inserido e fechar a janela **Detector Control**.



3.0 Análise qualitativa e semi-quantitativa

3.1 Selecionar a opção **Point & ID** no canto inferior esquerdo da interface do programa.



3.2 Na aba **Navigator** da interface do programa clicar no ícone **Project**.



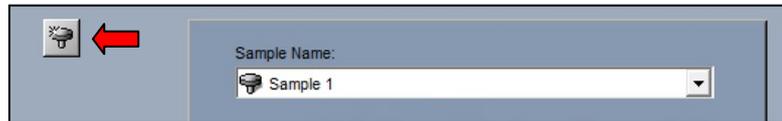
3.3 Clicar na caixa **Project Name** e nomear o projeto. Se desejar criar um novo projeto pressionar o botão indicado na imagem abaixo.



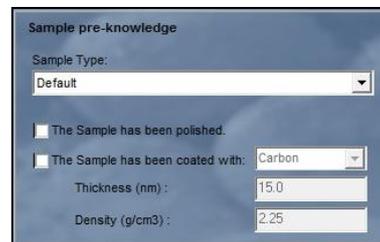
3.4 Na aba **Navigator** da interface do programa clicar no ícone **Sample**.



3.5 Clicar na caixa **Sample Name** e colocar o nome da amostra. Se desejar identificar uma nova amostra pressionar o botão indicado na imagem abaixo.



3.6 Se a amostra tiver sido polida ou recebido recobrimento com algum filme de espessura conhecida inserir essa informação na caixa **Sample pre-knowledge**. Caso não possua esse tipo de informação não é necessário preencher este item.



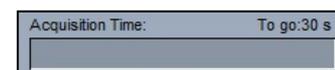
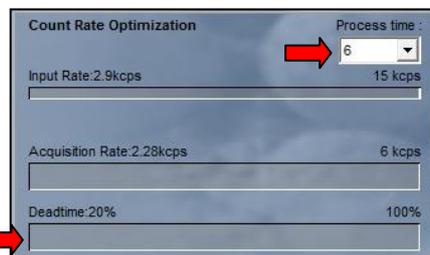
3.7 Na aba **Navigator** da interface do programa clicar no ícone **Microscope Setup**.



3.8 Clicar no botão **Ciclic acquisition** para verificar as condições de operação do detector.



3.9 Ajustar o **Spot Size** (no microscópio) e o **Process Time** no quadro **Count Rate Optimization** para obter um **Dead time** entre **20 e 30%**. A cada vez que algum dos parâmetros for alterado deve-se aguardar o início de uma nova aquisição (30 segundos) para que o valor do **dead time** seja atualizado. O término da aquisição pode ser verificado através do **Acquisition Time**. Quando terminar o ajuste clicar no botão **STOP**.



Verificar o Dead time →

3.10 Na aba **Navigator** da interface do programa clicar no ícone **Image Setup**.

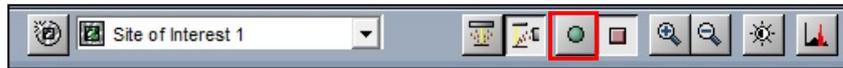


3.11 Ajustar os parâmetros desejados para captura da imagem no microscópio. Por padrão recomenda-se **Image Resolution: 512x448**, **Speed: Fast**, **Data: 8 bits e Frames: 2**.

3.12 Na aba **Navigator** da interface do programa clicar no ícone **Site of Interest**.



3.13 Clicar no botão **Start Acquisition** e aguardar a aquisição da imagem.



3.14 Na aba **Navigator** da interface do programa clicar no ícone **Acquisition Setup**.

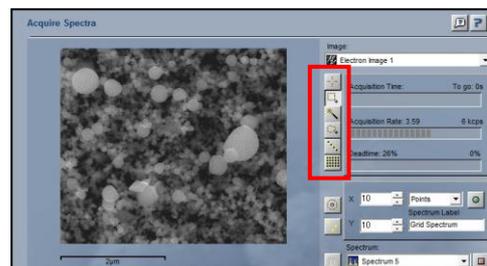


3.15 Ajustar os parâmetros desejados para aquisição do espectro. Por padrão recomenda-se **LiveTime**: 30s, **Spectrum Range**: 0-20 KeV e **Number of Channels**: 2K.

3.16 Na aba **Navigator** da interface do programa clicar no ícone **Acquire Spectra**.



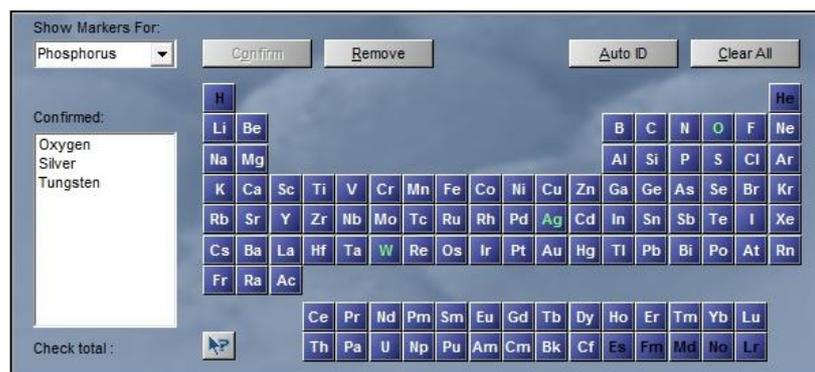
3.17 Marcar na imagem a região em que deseja fazer a análise utilizando a ferramenta de seleção mais adequada. Após definir a região ou o ponto desejado a análise começará automaticamente e terminará quando atingir os parâmetros definidos em **Acquisition Setup**.



3.18 Na aba **Navigator** da interface do programa clicar no ícone **Confirm Elements**.



3.19 Selecione os elementos que deseja que sejam identificados e quantificados. A inclusão ou remoção dos elementos pode ser realizada através de um **click duplo** com o botão esquerdo do mouse sobre o elemento. Elementos ativos são mostrados em verde e apresentados na caixa de texto "**Confirmed**".

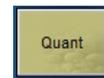


3.20 Na aba **Navigator** da interface do programa clicar no ícone **Quant Setup**.



3.21 Definir as opções de processamento que serão utilizadas para quantificar o espectro. Por padrão recomenda-se **Processing Option: All elements, Element List. Current spectrum** e deixar marcada a caixa **Normalize Quantitative Results**.

3.22 Na aba **Navigator** da interface do programa clicar no ícone **Quant**.



3.23 A quantificação será mostrada em **Quantitative Analysis > Summary Results**.

3.24 Na aba **Navigator** da interface do programa clicar no ícone **Report**.



3.25 Na janela **Report** selecionar o melhor **Template** para o tipo de informação que se deseja exportar. Existem Templates pré-definidos para análise qualitativa, quantitativa e mapeamento. Em *image* e *Spectrum* é possível selecionar a imagem e o espectro que serão incluídos no relatório.



3.26 Clicar no ícone do Word para exportar os dados de acordo com o *Template* selecionado.

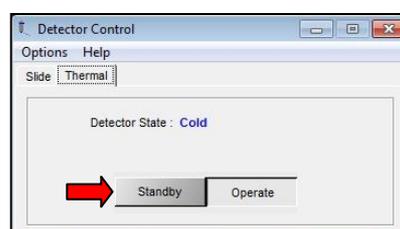


3.27 Se desejar fazer EDS da mesma região da amostra voltar para o passo 3.16. Caso deseje trabalhar em nova região da mesma amostra voltar para o passo 3.12. Se desejar trocar de amostra retornar para o passo 3.4.

4.0 Encerrando o EDS

4.1 Clicar no menu **Options** e selecionar a opção **Detector Control...**

4.2 Na janela **Detector Control** selecionar a aba **Thermal** e pressionar o botão **Standby**. O LED azul no equipamento apagará indicando que o resfriamento foi desligado.



- 4.3 Na janela *Detector Control* selecionar a aba **Slide** e pressionar o botão **Move Out**. Aguardar até que o detector seja completamente removido e fechar a janela *Detector Control*.



- 4.4 Salvar o projeto do Inca na sua pasta em “*Usuarios on ‘LME15’(R:)*”.
- 4.5 **Fechar o software INCA.**



IMPORTANTE: Se o uso do microscópio não for mais necessário encerrar sua operação seguindo os passos descritos no manual da máquina.