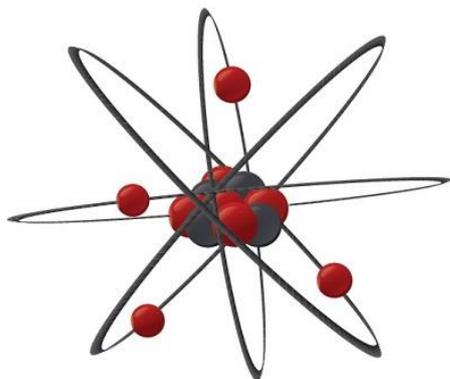


MANUAL CEME-SUL



CEME - SUL

CENTRO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DO SUL - FURG

Prezado usuário,

Este manual tem por objetivo apresentar os procedimentos básicos adotados para o uso dos equipamentos disponíveis no Centro de Microscopia Eletrônica do Sul (CEME-SUL) da Universidade Federal do Rio Grande (FURG) para o desenvolvimento de atividades relacionadas ao ensino, pesquisa, inovação e à extensão universitária, sendo voltado a diversas áreas do conhecimento.

Dado o seu conceito de utilização multiusuária em um contexto regional, o CEME-SUL também pode ser utilizado por outras Universidades, institutos de pesquisa, empresas e órgãos governamentais da metade sul do estado do Rio Grande do Sul.

A utilização dos equipamentos poderá ser agendada mediante a submissão e aprovação de projeto encaminhado através do formulário padrão para cemesul@furg.br. Cada equipamento possui um pesquisador responsável que avaliará os projetos e emitirá um parecer sobre a viabilidade técnica do uso do equipamento para o projeto específico.

A equipe do CEME-SUL se coloca a disposição para maiores esclarecimentos por meio do e-mail cemesul@furg.br ou pelo telefone (53) 3293-5312.

Atenciosamente,

Equipe CEME-SUL.

Universidade Federal do Rio Grande (FURG)
Av. Itália, Km 8, Campus Carreiros - Caixa Postal 474
CEP: 96203-900
Rio Grande, Rio Grande do Sul – Brasil
www.cemesul.furg.br

SUMÁRIO

Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).....	4
Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET).....	6
Microscópio Confocal.....	8
Difratômetro de Raio-X (DRX).....	9
Homogeneizador a alta pressão.....	10
Equipamentos para o preparo de amostra.....	12

MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA (MEV)

Professor Responsável: Marcos Alexandre Gelesky

marcosgelesky@yahoo.com.br

Descrição:

O MEV JSM - 6610LV é um Microscópio Eletrônico de Varredura "analítico" e se destina ao estudo de amostras inorgânicas, orgânicas e biológicas. O microscópio opera numa tensão de 0,1 a 30 kV com resolução máxima de 3 nm, podendo ser utilizado em observações convencionais de imagem em elétrons secundários (SEI), imagens em elétrons retro-espalhados (BEI) e microanálise química elementar (EDS), com ou sem o uso de padrões para análise e medida de corrente de feixe.

Preparação de amostras:

A preparação das amostras deve ser previamente discutida e agendada diretamente com os técnicos responsáveis pelos equipamentos.

Amostras orgânicas e poliméricas, ou outros materiais que degasam, tais como ossos, dentes, materiais orgânicos porosos, etc., necessitam de procedimentos de montagem e observação especiais, devendo ser previamente acordadas com o professor responsável pelo equipamento. Amostras de materiais pastosos ou oleosos, tais como asfalto, parafina, ceras, etc., devem ter restrições.

O usuário deve obedecer as determinações do manual de utilização e possuir seu próprio material de consumo, tais como porta-amostra (*stubs*), materiais de fixação, etc. Inicialmente o CEME-SUL pode oferecer esses materiais de consumo.

Amostras que necessitam metalização devem ser entregues, devidamente preparadas, montadas em *stub* e acondicionadas, com 24 horas de antecedência.

Não é de responsabilidade do técnico realizar a preparação de amostra, conhecer o método de análise e nem interpretar os resultados.

Usuários:

- A utilização será realizada apenas por usuários credenciados no CEME-SUL, autorizados pelos professores responsáveis pelos equipamentos.
- Pesquisadores, alunos de pós-graduação e professores da FURG poderão se credenciar. Alunos de iniciação científica deverão estar acompanhados por

usuário credenciado durante toda a análise. Casos especiais deverão ser previamente discutidos.

- Usuários externos à FURG devem contatar a direção do CEME-SUL.
- Todos os usuários deverão seguir e obedecer às determinações do manual de utilização do microscópio e seus equipamentos periféricos. Danos aos equipamentos por imperícia ou por não seguir estas instruções serão responsabilidade dos usuários.

Sessões de uso:

- Cada sessão tem duração mínima de 1 hora, sendo frequentemente monitorada por técnico responsável. Não serão marcadas horas fracionadas ou que iniciem e terminem no meio do turno, para haver melhor aproveitamento dos equipamentos.
- A marcação de sessões deve ser feita através do sistema de agendamento por email cemesul@furg.br.
- Estão habilitados a solicitar sessões usuários autorizados em projeto cadastrado.
- O agendamento de sessões será catalogado por usuário, por microscópio, marcando-se um horário por vez. O próximo horário somente poderá ser marcado após o uso do horário previamente agendado.
- Sessões onde é solicitada a operação do microscópio pelo técnico responsável devem ser previamente agendadas e necessariamente acompanhadas pelo usuário.

Segurança e manutenção:

- O usuário deve sempre obedecer as regras do manual de utilização do microscópio e solicitar a presença do técnico para qualquer procedimento não previsto nestas instruções.
- Somente técnicos são autorizados a fazer inserção e retirada de amostras do MEV.
- O usuário deve solicitar a presença do técnico sempre que observar qualquer situação anormal de funcionamento dos equipamentos.

MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE TRANSMISSÃO (MET)

Professor Responsável: Marcos Alexandre Gelesky, marcosgelesky@yahoo.com.br

Técnico Responsável: Caroline Pires

Descrição:

O Microscópio Eletrônico de Transmissão de 120 keV, Jeol, JEM-1400 se destina ao estudo de amostras inorgânicas, orgânicas e biológicas. O microscópio opera numa tensão máxima de 120 kV, podendo ser utilizado em observações convencionais, difração com feixe convergente, e análise por EDS. O microscópio possui uma câmera CCD para aquisição de imagens.

Preparação de amostras:

A preparação das amostras deve ser previamente discutida e agendada diretamente com o técnico responsável pelo equipamento, o usuário deve seguir instruções de uso específico e possuir seu próprio material de consumo ou repor o material utilizado no CEME-SUL.

Usuários:

- A utilização será realizada apenas por usuários credenciados no CEME-SUL, autorizados pelos professores responsáveis pelos equipamentos.
- Pesquisadores, alunos de pós-graduação e professores da FURG poderão se credenciar. Alunos de iniciação científica deverão estar acompanhados por usuário credenciado durante toda a análise. Casos especiais deverão ser previamente discutidos.
- Usuários externos à FURG devem contatar a direção do CEME-SUL.
- Todos os usuários deverão seguir e obedecer às determinações do manual de utilização do microscópio e seus equipamentos periféricos. Danos aos equipamentos por imperícia ou por não seguir estas instruções serão responsabilidade dos usuários.

Sessões de uso:

- Cada sessão tem duração de 3 horas, sendo frequentemente monitorada por técnico responsável.

- A amostra (já preparada) deve ser entregue no mínimo duas horas antes da sessão.
- Antes do início da sessão o usuário deve preencher o formulário padrão especificando as características físicas de cada amostra.
- A marcação de sessões deve ser feita através do sistema de agendamento por email cemesul@furg.br.
- O agendamento de sessões será catalogado por usuário, por microscópio, marcando-se um horário por vez. O próximo horário somente poderá ser marcado após o uso do horário previamente agendado.
- Estão habilitados a solicitar sessões usuários autorizados em projeto cadastrado.

Os horários das sessões são:

- MANHÃ: 9 até 12 horas
- TARDE: 14 até 17 horas

Segurança e manutenção:

- O usuário deve sempre obedecer as regras do manual de utilização do microscópio e solicitar a presença do técnico para qualquer procedimento não previsto nestas instruções.
- Somente técnicos são autorizados a fazer inserção e retirada de amostras do MET.
- O usuário deve solicitar a presença do técnico sempre que observar qualquer situação anormal de funcionamento dos equipamentos.

MICROSCÓPIO CONFOCAL

Professor Responsável: Robert Boyle

roberttewboyle@me.com

Descrição: TC ssp 8 Scan Head - Leica

Preparação de amostras:

O microscópio confocal Leica localizado no CEME-SUL é um sistema invertido. Isto significa que as objetivas estão abaixo da amostra, por conseguinte, muitos cuidados especiais devem ser respeitados quando da preparação de amostras para a observação:

- Todas as amostras devem ser montadas na forma de “sandwich” entre lâmina e lamínula, (espessura 0,7mm) e selado com esmalte incolor. Material biológico deve ser fixado quimicamente antes de montar em uma lâmina.
- O microscópio apenas "vê" fluorescência, sem marcadores de fluorescência ou pelo menos autofluorescência, não haverá imagem.
- Fixadores químicos, tais como formaldeído e glutaraldeído podem gerar material biológico autofluorescente, que pode interferir na visualização por microscopia confocal.
- As objetivas são 10x, 20x (óleo), 40x (óleo) e 63x (óleo). Portanto, o aumento óptico máximo é de 630x, o que é menos do que muitos microscópios de luz.
- O microscópio pode gerar imagem de até três tipos diferentes de marcadores fluorescentes simultaneamente.
- Muitos materiais vegetais são naturalmente autofluorescentes, e geralmente podem ser facilmente visualizados sem a utilização de marcadores fluorescentes.

Sessões de uso:

Os blocos de reserva para o uso do microscópio confocal normalmente não podem ultrapassar um período de 3 horas, seja um bloco na manhã e um bloco a tarde.

A reserva deverá ser solicitada através do email cemesul.furg.br

DIFRATÔMETRO DE RAIOS-X (DRX)

Professor Responsável: Jorge Pimentel

jorge@furg.br

Descrição:

A difração de raios X (DRX) é uma técnica de alta tecnologia, não destrutiva, para analisar uma larga escala de materiais, incluindo: líquidos, metais, minerais, polímeros, catalisadores, plásticos, fármacos, revestimentos, cerâmica, células solares e semicondutores. A DRX transformou-se em um método indispensável para a investigação, caracterização e controle de qualidade dos materiais. As áreas de aplicação incluem a análise da fase qualitativa e quantitativa, a cristalografia, a determinação da estrutura e do abrandamento, investigações da textura e de residual, o ambiente da amostra controlado, a micro-difração, nano-materiais, a automatização do laboratório e de processo, etc.

O CEME-SUL está equipado com um Difratorômetro D8 ADVANCE/DAVINCI, cujo conjunto de estrutura, eletrônica e software asseguram uma fácil adaptação a toda aplicação no campo da difração de raios X do pó.

Instruções básicas:

- O equipamento está configurado para realizar difração de raios X em amostras em pó não higroscópicas.
- A quantidade ótima de amostra é de **4-5 ml** (quatro a cinco mililitros). A granulometria ótima do pó é de **400 mesh**.
- As amostras de pó devem ser entregues no CEME-SUL juntamente com o formulário preenchido. A entrega dos dados será feita por correio eletrônico, indicado pelo usuário no formulário.
- Os ensaios de amostras que não contemplem as especificações acima serão analisados pelo Comitê Técnico e Científico do CEME-SUL.
- O CEME-SUL disponibiliza aos usuários softwares para análise dos padrões de difração. Não é responsabilidade dos técnicos ou operadores a interpretação dos resultados obtidos ou utilização dos softwares, para isso os manuais estarão disponíveis.

HOMOGENEIZADOR A ALTA PRESSÃO

Professor Responsável: Cristiana Lima Dora

cristianadora@gmail.com

Descrição: Modelo C3- Avestin

- Técnica efetiva para produzir partículas com tamanho reduzido (<500nm) e adequada distribuição de tamanho.
- Utilizada para preparação de emulsões, nanopartículas e lipossomas.
- Não utiliza solvente.
- Capacidade de 3L/hs.
- Pressão máxima de 30.000 psi/2.000 bar.
- Volume mínimo: 10 mL.

Preparação de formulações:

A preparação das formulações deve ser previamente discutida com o Prof. responsável pelo equipamento e agendada diretamente com a equipe do CEME-SUL. O usuário deve ter treinamento para o uso do equipamento, seguir as instruções de uso específico e possuir seu próprio material de consumo ou repor o material utilizado no CEME-SUL.

Usuários:

- A utilização do homogeneizador será realizada apenas por usuários qualificados.
- Todos os usuários deverão seguir as instruções de uso do equipamento.

Sessões de uso:

- Cada sessão tem duração de 3 horas, sendo monitorada por técnico responsável.
- A marcação das sessões deverá ser feita através do email cemesul@furg.br.
- Estão habilitados a solicitar sessões, usuários participantes de projeto cadastrado na Propesp.

Segurança e manutenção:

- Usuário deve seguir as instruções de uso do equipamento e solicitar a presença do técnico para qualquer procedimento não previsto nestas instruções.

- Usuário deve realizar o procedimento de limpeza do equipamento após as análises.
- O usuário deve solicitar a presença do técnico sempre que observar qualquer situação anormal de funcionamento dos equipamentos.

EQUIPAMENTOS PARA O PREPARO DE AMOSTRAS

METALIZAÇÃO:

Sputtering (ouro e carbono)

Descrição: Denton Vacuum Desk V

DESSECAÇÃO:

Ponto crítico

Descrição: Tousimis, Autosamdri – 815

CORTE DE MATERIAIS:

Ultramicrótomo

Descrição: RMC Products PT X