



Manual

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, o CEME-SUL também pode ser utilizado por outras Universidades, institutos de pesquisa, empresas e órgãos governamentais.

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 à 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
Interferômetro	11
Zetasizer	13
Equipamentos para o preparo de amostra	14

MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA (MEV)

Professor Responsável: Henara Lillian Costa Murray

henaracosta@furg.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 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.
- O equipamento será operado por técnico do CEME-SUL.

Sessões de uso:

- Cada sessão tem duração mínima de 1 hora. 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.

Segurança e manutenção:

- Somente técnicos são autorizados a fazer inserção e retirada de amostras do MEV e operar o equipamento.

MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE TRANSMISSÃO (MET)

Professor Responsável:

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.
- O equipamento será operado por técnico do CEME-SUL.

Sessões de uso:

- Cada sessão tem duração de 3 horas.

- A amostra deve ser entregue previamente.
- 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 cmesul@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:

- Somente técnicos são autorizados a fazer inserção e retirada de amostras do MET e operar o equipamento.

MICROSCÓPIO CONFOCAL

Professor Responsável: Gustavo Richter Vaz

richtervaz@gmail.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: Águeda Maria Turatti

aguedaturatti@gmail.com

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 a 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 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.

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 ceмесul@furg.br.

Segurança e manutenção:

- O equipamento será operado por técnico do CEME-SUL.

INTERFERÔMETRO

Professor Responsável: Henara Lillian Costa Murray

henaracosta@furg.br

Descrição: Modelo Interferômetro TopMap Micro View+, Polytec.

O Interferômetro é um sistema óptico de medição de superfícies baseado na técnica de interferometria de coerência parcial (White Light Interferometry - WLI). Este equipamento permite a caracterização tridimensional de superfícies com alta resolução vertical, de forma não destrutiva, sem contato físico com a amostra.

Principais medidas fornecidas:

- Mapeamento topográfico 3D em alta resolução
- Altura de degraus (step height)
- Aquisição em modo pontual, varredura de áreas ou mosaico com stitching
- Processamento: nivelamento, filtragem, remoção de ruído, análise de perfil e parâmetros de rugosidade
- Medidas de forma global

Tipos de Amostras:

O sistema é versátil e pode ser utilizado com uma ampla gama de amostras, incluindo:

- Diferentes tipos de superfície: lisas, rugosas ou com desníveis
- Materiais funcionais e revestimentos
- Dispositivos biomédicos
- Componentes mecânicos de precisão
- Metais (usinado, polido, oxidado)
- Filmes finos e multicamadas
- Polímeros, plásticos e resinas
- Cerâmicas e vidros
- Materiais biológicos fixados e secos

É importante que as amostras estejam limpas e devidamente fixadas, com tamanho e geometria compatíveis com o campo de medição.

Sessões de uso:

- Verificar disponibilidade e autorização de uso conforme normas do centro.
- O agendamento se dará por número de amostras.
- O equipamento será operado por técnico do CEME-SUL.

ZETASIZER

Professora Responsável: Cristiana Lima Dora

cristianadora@gmail.com

Descrição: Modelo Zetasizer Advance Ultra (Malvern Panalytical)

O Zetasizer Advance Ultra é um equipamento de alta performance utilizado para caracterização de nanopartículas, proteínas, polímeros e outras dispersões coloidais. Opera por meio da técnica de Espalhamento Dinâmico de Luz (Dynamic Light Scattering – DLS), Eletroforese de Luz (ELS) e Espalhamento Estático de Luz (SLS).

Principais medidas fornecidas:

- Tamanho de partícula (hidrodinâmico): por DLS
- Distribuição de tamanho (PDI - Índice de Polidispersidade)
- Potencial Zeta: por ELS
- Peso molecular: por SLS (quando aplicável)

Faixas típicas de medição:

- Tamanho de partícula: 0,3 nm a 10 μ m
- Potencial zeta: ± 200 mV
- Concentração da amostra: $\sim 0,1$ mg/mL a 10 mg/mL (varia com a dispersão)

Preparação das Amostras:

As amostras devem ser líquidas e compatíveis com os materiais das cubetas.

Tipos de amostras permitidas:

- Nanopartículas em suspensão aquosa
- Proteínas em solução
- Emulsões
- Polímeros solúveis
- Lipossomas, micelas, vesículas
- Materiais coloidais dispersos

Atenção: Amostras corrosivas, muito viscosas, com partículas maiores que 10 μ m ou com bolhas de ar visíveis não devem ser analisadas diretamente.

Ângulo de Medida:

A escolha do ângulo de detecção influencia diretamente a sensibilidade e faixa de tamanho detectável nas medições por Espalhamento Dinâmico de Luz (DLS). O Zetasizer Advance Ultra oferece três ângulos de detecção: Forward, Side e Back Scatter.

Ângulo	Faixa de Tamanho Ideal	Tipo de Amostra Recomendada	Vantagens
Forward (~13°–20°)	500 nm – 5 µm	Emulsões, vesículas grandes, agregados	Alta sensibilidade para partículas grandes
Side (~90°)	10 – 500 nm	Nanopartículas, proteínas agregadas, polímeros	Equilíbrio entre resolução e sensibilidade
Back (~173°)	0,3 – 50 nm	Proteínas pequenas, nanopartículas < 50 nm, amostras concentradas	Alta resolução para partículas pequenas e menos impacto de espalhamento múltiplo

- Em caso de dúvida sobre a escolha, iniciar com Back Scatter (mais seguro para partículas pequenas e amostras desconhecidas).

Sessões de uso:

- Verificar disponibilidade e autorização de uso conforme normas do centro.
- O agendamento se dará por número de amostras.
- O equipamento será operado por técnico do CEME-SUL.

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:

Ultramicrotomo

Descrição: RMC Products PT X