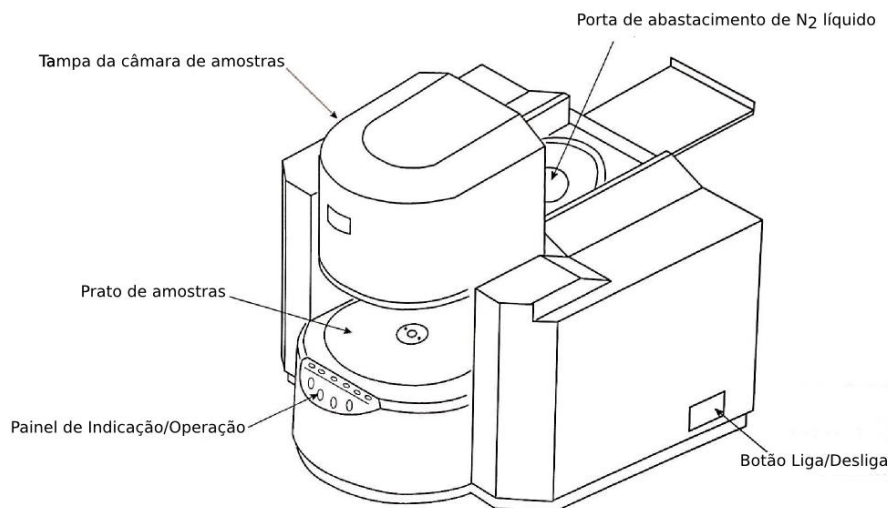


## Procedimento Operacional Padrão Espectrômetro de Fluorescência de Raios X por Energia Dispersiva EDX-720 Shimadzu



**Figura 1.** Representação esquemática do EDX-720 Shimadzu

### Como ligar o EDX-720

1. Colocar aproximadamente 3 litros (altura 17 da régua padrão) de nitrogênio líquido no reservatório do espectrômetro (ver Fig. 1). Aguardar a diminuição da temperatura durante 30 minutos.
2. Ligar tensão (estabilizador do equipamento).
3. Ligar botão (Liga/Desliga) no lado direito do espectrômetro (ver Fig. 1).
  - a. Caso o equipamento apresente algum problema, o sinal de erro acende no painel de indicação (ver Fig. 1). Neste caso, consulte um dos técnicos da CAIQ.
4. Ligar PC.
5. Executar *EDX Software* localizado na área de trabalho.
  - a. Aparecem três janelas (*EDX-Main Menu*, *Machine Control* e *Analysis*): fechar a janela *Analysis* e minimizar a janela *Machine Control*, se necessário.
6. Na janela *EDX-Main Menu*, clicar em *Maintenance*.
7. Na caixa *Control* clicar em *Initialize Instrument*.
  - a. Aguardar aparecer *OK* em todos os itens da caixa *State of Instrument*.
8. Na caixa *Control* clicar em *Instrument Setup*.
  - a. Na janela que abrir clicar em *Execute Startup*.
  - b. Aguardar que o raio X seja ligado: sinal luminoso X-RAY no painel de indicação na frente do equipamento (ver Fig. 1) e estabilizado durante 30 minutos.
9. Fechar a janelas *Instrument Setup* e *Maintenance*; e iniciar os procedimentos de calibração ou de análise.

### Como calibrar o espectrômetro EDX-720

Caso o equipamento não tenha sido calibrado nesta semana efetue as etapas de 10 a 16.

10. Clicar em *Maintenance*. Na caixa *Control* clicar em *Instrument Calibration*.
11. Abrir a tampa da câmara de amostra: segurar botão *Open* do painel de operação na frente do equipamento. Colocar o padrão **A-750** na posição escolhida na caixa *Energy/FWHM Calibration*.
12. Fechar a tampa da câmara de amostra (segurar botão *Close* do painel de operação). Na janela *Instrument Calibration*, clicar em *Start*.
  - a. A calibração dura de 10 a 15 minutos, quando terminar a tampa da câmara abrirá automaticamente.
  - b. Guardar o **A-750** e posicionar o padrão **SUS**.
13. Fechar as janelas *Energy/FWHM Calibration* e *Instrument Calibration*. Na janela *EDX-Main Menu*, clicar em *Analysis*.
14. Clicar em *Analytical Group*. Selecionar a aba *Qual-Quantitative*. Na caixa *Owner of Analytical Group*, selecionar *System Group*. Selecionar o *Group Name* **easy**. Clicar em *OK*.

15. Clicar em *Sample Name* e escrever na caixa *Sample Name* "SUS\_dd-mm-aaaa" de acordo com a data da calibração.

a. Escrever o nome do usuário em *Operator*.

b. Indicar a posição que o padrão SUS está no carrossel em *Position*. Clicar em *OK*. Fechar a tampa da câmara de amostras.

16. Clicar no botão *Start*.

a. Após análise, guardar os padrões e anotar os resultados de calibração (Fe, Cr, Ni e Mn) em ATA de Eventos/Manutenção. Comparar os resultados de calibração com os resultados padrões que estão na primeira página da ATA de Eventos/Manutenção.

### Como trocar o carrossel

1. Caso queira fazer as análises na fase sólida, utilize o carrossel de número **4611006**. Para amostras líquidas utilize o carrossel de número **4607005**.

2. Para realizar corretamente a troca do carrossel, verifique a posição entre o pino e a saliência, de tal forma que todo o carrossel fique na horizontal.

3. Em hipótese alguma gire o carrossel com a mão. O próprio equipamento já está programado para colocar o carrossel na posição correta.

### Como sequenciar múltiplas análises

1. Na janela *EDX-Main Menu*, clicar em *Analysis*.

2. Clicar em *Analytical Group*. Selecione a aba *Qual-Quantitative*. Na caixa *Owner of Analytical Group*, selecione *User Group*. Selecione o *Group Name*: **Análise Padrão\_5mm** para porta-amostra pequeno; ou **Análise Padrão\_10mm** para porta-amostra grande.

a. Conferir se o método é para amostra sólida ou líquida. Clicar em *OK*.

3. Clicar em *Sample Schedule*. Clicar em *Sample Registration*.

4. Preencher a sequência de informações sobre as amostras e colocá-las no carrossel de acordo com a identificação.

5. Preencher o nome do operador. Clicar em *Apply*. Clicar em *Close*.

6. Na janela *Analysis*, clicar em *Start*. Anotar as informações em ATA de Utilização.

### Como analisar uma única amostra

1. Na janela *EDX-Main Menu*, clicar em *Analysis*.

2. Clicar em *Analytical Group*. Selecionar a aba *Qual-Quantitative*. Na caixa *Owner of Analytical Group*, selecionar *User Group*. Selecionar o *Group Name*: **Análise Padrão\_5mm** para porta-amostra pequeno; ou **Análise Padrão\_10mm** para porta-amostra grande.

a. Conferir se o método é para amostra sólida ou líquida. Clicar em *OK*.

3. Clicar em *Sample Name* e escrever o código da amostra em *Sample Name*. Escrever o nome do usuário em *Operator*. Indicar a posição da amostra. Clicar em *OK*.

4. Na janela *Analysis*, clicar em *Start*. Anotar as informações em ATA de Utilização.

### Como exportar os dados para o formato \*.pdf

1. Na janela *EDX-Main Menu*, clicar em *Data*.

2. Carregar o resultado a partir do banco de dados. Na janela *Profile*, clicar em *File... Print*. Na caixa *Print Items*, selecionar os itens a serem incluídos na exportação. Clicar em *Print*. Na Janela *Salvar como*, selecionar a pasta de destino do arquivo \*.pdf.

### Como exportar os dados para o formato \*.csv ou \*.txt

1. Na janela *EDX-Main Menu*, clicar em *Extras*. Na caixa *Utility*, clicar em *File Maintenance*.

2. Na caixa *Copy/Convert to*, clicar em *Browse* para escolher a pasta de destino do(s) arquivo(s).

3. Na caixa *Form of Conversion*, clicar em *Options*. Marcar os itens que desejar incluir no arquivo convertido. Clicar em *OK*. Na caixa *Format*, escolher o formato do arquivo convertido: \*.csv ou \*.txt.

4. Na caixa *Original*, selecionar o(s) arquivo(s) que desejar converter a partir do formato original \*.datqlqn.

5. Clicar no botão **-Conv.->** para efetuar a conversão e disponibilizar o(s) novo(s) arquivo(s) na pasta de destino.

## **Como desligar o equipamento de EDX-720**

1. Clicar em *Maintenance*.
2. Na caixa *Control* clicar em *Instrument Setup*.
  - a. Na janela que abrir clicar em *Execute Shutdown*.
  - b. Aguardar que o raio X seja desligado (o sinal luminoso X-RAY no painel de indicação apaga).
3. Fechar o *EDX Software*.
4. Desligar o PC.
  - a. Aguardar 15 minutos.
5. Desligar o botão (Liga/Desliga) no lado direito do equipamento.
6. Desligar tensão (estabilizador do equipamento).

## **APÊNDICE I EMPACOTAMENTO DA AMOSTRA PARA ANÁLISE DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X**

1. Destacar o filme de polipropileno (3520 POLYPROPYLENE) e adaptá-lo como fundo do porta-amostra;
2. Montar o porta-amostra encaixando o fundo ao cilindro;
3. Colocar a amostra dentro do cilindro de forma que preencha apenas o fundo do porta-amostra;
4. Fechar o porta-amostra por cima com filme de polipropileno;
  - a. Encaixar a argola ao cilindro vedando-o com o filme.
5. Fazer um furo no filme de cima do porta-amostra com uma agulha.

## **APÊNDICE II EVENTOS DE MANUTENÇÃO**

Coordenador do espectrômetro EDX-XRF : Prof. Dr. Julio Lemos de Macedo ([julio@unb.br](mailto:julio@unb.br))

Químico técnico responsável : Dr. Cleber Lopes Filomeno ([cleber@unb.br](mailto:cleber@unb.br))

Assistência técnica Shimadzu : (11) 3611-1688; [info@shimadzu.com.br](mailto:info@shimadzu.com.br)

Modelo do equipamento : EDX 720

Número de série :

Patrimônio : FUB 277942