



Unidade de Microscopia Eletrónica

Relatório de atividades
e utilização de recursos da UME

2015



Introdução

A UNIDADE DE MICROSCOPIA ELETRÓNICA (UME) é uma infraestrutura da Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro (UTAD).

A UME é uma das Instituições aderentes à **Rede Nacional de Microscopia Eletrónica (RNME)**, constituída pela Fundação para a Ciência e Tecnologia (FCT), no âmbito do programa de re-equipamento nacional (<http://rnme.up.pt/>).

Os **objetivos da UME** são:

- i. apoio à investigação e desenvolvimento, no âmbito de projetos de investigação dos investigadores dos diferentes Centros de Investigação e dos Departamentos da UTAD, de outras Universidades e de Instituições públicas e privadas;
- ii. formação científica e técnica dos investigadores dos diferentes Centros de Investigação e dos Departamentos da UTAD, de outras Universidades e de Instituições públicas e privadas;
- iii. formação científica de alunos do ensino superior e promoção do interesse científico dos alunos do ensino secundário, através da realização de ações de formação e de demonstração;
- iv. prestação de serviços, permitindo um maior desenvolvimento tecnológico nomeadamente da região norte.

Recursos e normas de utilização

Recursos Materiais

A UME dispõe de duas salas localizadas na Cave do Edifício das Ciências Florestais, situadas no *Campus* da Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro.

A UME dispõe, atualmente, dos seguintes equipamentos:

- i.* Microscópio Eletrónico de Transmissão (TEM Leo 906E 120 kV), com câmara digital TRS de 4 MPixeis;
- ii.* Microscópio Eletrónico de Varrimento (SEM FEI Quanta 400) com análise química - EDS (EDAX);
- iii.* Difratómetro de Raios X para pós (XRD PANalytical X'Pert Pro, detetor X'Celerator e monocromador secundário); inclui ainda acessório para baixos ângulos.
- iv.* Equipamento complementar para preparação de amostras (ultramicrotomo RMC, depositador de carbono Polaron, depositador de ouro Polaron, lupa e microscópio ótico Motic com aquisição digital de imagem, sistema de corte e preparação da facas de vidro);
- v.* Computadores de aquisição de dados e imagens (4) e de trabalho (1); digitalizador (Epson 4800 dpi óticos); impressoras de jacto de tinta e laser; projector multimédia Epson.
- vi.* Sistemas de refrigeração de água em circuito fechado para o TEM e para o XRD.

Os equipamentos de TEM e de SEM possuem um livro de registos de utilização. O registo da utilização do XRD é efetuado diretamente no computador de controlo.

Recursos Humanos

A gestão financeira e de recursos humanos (Técnico da UME) é feita no âmbito da UTAD. O funcionamento da UME é assegurado por uma Direção, constituída por:

- ✓ Ana Maria Nazaré Pereira (ECAV)
- ✓ Pedro Bandeira Tavares (ECVA)

e por uma Comissão Técnica, constituída por

- ✓ Pedro Bandeira Tavares (ECVA – Dep. Química)
- ✓ Teresa Maria Pinto (ECVA – DEBA)

- ✓ Paula Avelar Rodrigues (ECAV – Dep. Ciências Veterinárias)
- ✓ Sandra Mariza Monteiro (ECVA - DEBA)
- ✓ Lisete Fernandes (Técnica da UME)

Os serviços requisitados à UME estão sujeitos a marcação prévia, tendo em atenção os condicionalismos inerentes ao operador (Técnico da UME), ao acompanhamento pela comissão técnica, às operações de manutenção, ou outras impostas pelo correto funcionamento dos aparelhos. As marcações deverão ser efetuadas durante a semana anterior à realização do trabalho, podendo, caso a Comissão Técnica entenda necessário, ser dada prioridade aos membros dos Centros de Investigação da UTAD ou atendendo à perecibilidade das amostras.

Registo das atividades realizadas

No presente relatório registam-se os tempos de utilização real dos três equipamentos principais (SEM, TEM e XRD), não estando contabilizadas outras atividades como preparação de amostras, interpretação de resultados, intervenções de manutenção ou elaboração de relatórios técnicos.

Os preços são meramente indicativos e têm em conta a tabela de preços em vigor na UME e publicitada em <http://home.utad.pt/~ume/precos.htm>.

- Análise de amostras por SEM (FEI Quanta 400), TEM (LEO 906E) e XRD (XRD- X'Pert Pro), obtenção de fotografias, espectros e difratogramas e interpretação de resultados;

Equipamento	SEM	TEM	XRD
<i>Nº de horas de trabalho no equipamento</i>	57h30	127h	661h

NOTA: sem contabilização das horas de trabalho de apoio a trabalhos de investigação no âmbito de teses/relatórios de estágio de alunos da UTAD/outras instituições/ serviço docente/ visitas de estudo.

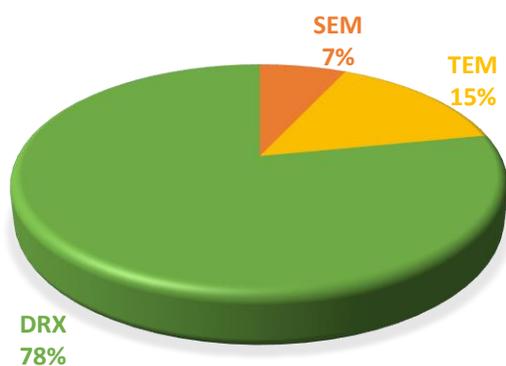


Fig. 1- Gráfico ilustrativo da distribuição do número de horas de trabalho, por equipamento.

Microscopia Eletrónica de Varrimento

Análises realizadas:

Docentes/ Investigadores da UTAD e outras instituições:

Responsável	Instituição	Escola/Centro	Duração (h)
André Pereira	FCUP	-	3h
Clara Pereira	FCUP	-	1h
Elisa Preto	UTAD	ECVA	3h
Eunice Salavessa	UTAD	ECT	3h
Joana Carreto	LNEC	-	5h
Nuno Cristelo	UTAD	ECT	2h
Nuno Vaz	UTAD	ECVA	2h
Pedro Tavares	UTAD	ECVA	7h
Rosa Rego	UTAD	ECVA	1h
Salomé Soares	FEUP	-	5h
Sara Rios	FEUP	-	7h

Teresa Pinto	UTAD	ECVA	3h30
	TOTAL		42h30

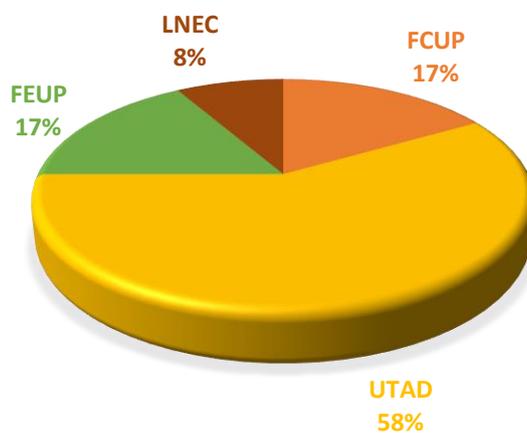


Fig. 2- Gráfico ilustrativo da distribuição de utilizadores por instituição, em SEM.

Alunos:

Responsável	Instituição	Escola/Centro	Duração (h)
Hélder Martins (Eunice Salavessa)	UTAD	ECT	2h
João Pereira (J. Morais)	UTAD	ECT	5h
Sónia Rodrigues (Eunice Salavessa)	UTAD	ECT	2h
Fábio (J. Morais)	UTAD	ECT	1h
Pedro Resende (André Pereira)	FCUP	-	5h
TOTAL			15h

- Realização de análises químicas por EDS (Espectroscopia de Energia Dispersa) e interpretação de resultados;

Equipamento	SEM/EDS
Nº de horas de análise química	20h

Microscopia Eletrónica de Transmissão

Análises realizadas:

Responsável	Instituição	Escola/Centro	Duração (h)
Adrian Silva	FEUP	-	10h
Cristina Freire	FCUP	-	50h
Cristina Oliveira	UTAD	ECVA	8h
Cátia Azenha	FEUP	-	3h
Clara Pereira	FCUP	-	6h
Cláudia Silva	FEUP	-	15h
José Luís Figueiredo	FEUP	-	2h
Mariza Monteiro	UTAD	ECVA	6h
Pedro Tavares	UTAD	ECVA	4h
Ramiro Fernandes	UTAD	ECT	2h
Salomé Soares	FEUP	-	16h
Sohel Rana	UM	-	5h

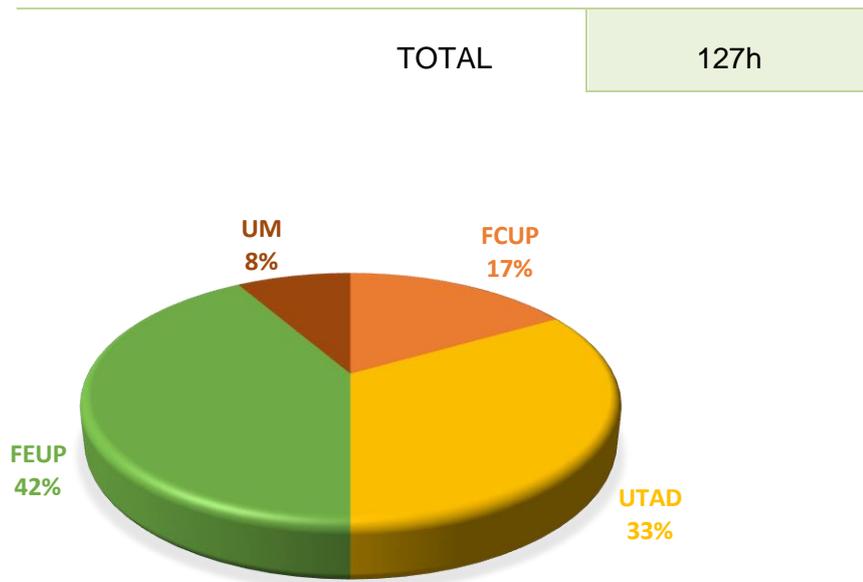


Fig. 3- Gráfico ilustrativo da distribuição de utilizadores por instituição, em TEM.

Difração de raios-X

Análises realizadas:

Responsável	Instituição	Escola/Centro	Duração (h)
Adrian Silva	FEUP	-	17h
Amin	UA	CICECO	6h30
André Pereira	FCUP	-	17h
José Almeida	UTAD	ECT	9h
Andreia Peixoto	FCUP	-	10h
Catarina Dias	FEUP	-	4h30
Cátia Azenha	FEUP	-	51h
Clara Pereira	FCUP	-	22h30

Cláudia Silva	FEUP	-	25h30
Cristina Freire	FCUP	-	40h30
Cristina Gonçalves	UTAD	ECVA	3h
Cristina Oliveira	UTAD	ECVA	19h
Elisa Preto	UTAD	ECVA	6h
Emílio Urbano	UTAD	ECVA	6h
Inácio	UP	-	5h
Isabel Mesquita	FEUP	-	12h
João Horta	FCUP	-	43h
Joaquim Faria	FEUP	-	4h
Luísa Pastrana	FEUP	-	9h
Mariana Fernandes	UTAD	ECVA	53h
Marita Cardoso	UTAD	ECVA	12h
Museu Geologia	UTAD	-	1h
Nuno Cristelo	UTAD	ECT	4h
Paula Dias	FEUP	-	66h30
Paula Silva	UTAD	ECT	21h
Pedro Tavares	UTAD	ECVA	178h30
Sara Dias	FEUP	-	12h
Sónia Carabineiro	FEUP	-	2h
Ramiro Fernandes	UTAD	ECT	2h30

Raquel Rodrigues	FEUP	-	2h
Ricardo Fernandes	-	-	14h
Rosa Rego	UTAD	ECVA	16h
Salomé Soares	FEUP	-	25h
Samuel Queirós	FEUP	-	12h
Sandra Rodrigues	-	-	10h
Sara Dias	FEUP	-	5h
Sónia Carabineiro	FEUP	-	4h
Teresa Carvalho	INESC	-	16h
TOTAL			661h

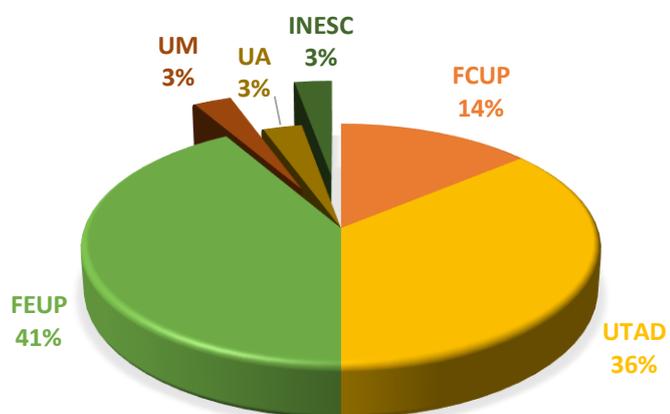


Fig. 4- Gráfico ilustrativo da distribuição de utilizadores por instituição, em DRX.

Visitas de estudo:

Escola	Responsável	nº alunos
Escola Secundária Latino Coelho (Lamego)	RPI	60
Escola Secundária Joaquim Araújo (Penafiel)	RPI	40
Agrupamento de Escolas Morgado Mateus	RPI	61
Agrupamento de Escolas Tarouca	RPI	88
Instituto Politécnico de Bragança	RPI	12
	TOTAL	261

Participação na iniciativa “Dia Aberto” da UTAD (18 março)

Nome da ação: “Um olhar sobre a nanotecnologia: aplicações e implicações”.

Escola	nºalunos
Esc. Sec. Vilela	19
Esc. Sec. Vila Pouca de Aguiar	15
Esc. Sec. Dr. António Granjo	11
TOTAL	45

Apoio a atividades letivas:

Grau	Curso	UC	Responsável	nº alunos	Duração (h)
1º ciclo	CA	Biol. Cel. e Mol.	Maria F. Adegá	22	1h
1º ciclo	Engª Ambiente	Ecotoxicologia	Anabela Reis	10	1h
1º ciclo	Biologia	Anacordados	João Carrola	25	2h
TOTAL				57	4h

- Manuseamento de equipamentos de apoio a preparação de amostras (Microscópio Ótico, Lupa Binocular e Ultramicrótopo);

Equipamento	MO	Lupa binocular	Ultramicrótopo
Nº de horas de trabalho no equipamento	10h	6h	7h

- Deposição de partículas condutoras por *sputtering*;

Equipamento	<i>Sputtering</i>
Nº de horas de equipamento utilizadas	2h

- Preparação de facas de vidro para utilização em ultramicrótopo;

Equipamento	Preparação de facas de vidro
Nº de horas de utilizadas	5h

- Realização da manutenção dos equipamentos a cargo da UME, bem como

participação nas intervenções de manutenção realizadas por contrato;

Equipamento	Todos os equipamentos da UME
Nº de horas de manutenção efetuadas	65h

- Elaboração de relatórios técnicos de análise simples e mais elaborados para investigadores e empresas que solicitam a realização de trabalhos à UME;
- Manutenção de registos dos trabalhos efetuados;
- Apoio a atividades letivas da UTAD em diversas U.C;

- Análises realizadas para empresas

Empresa	Equipamento	Duração (h)
JoBasaltos	SEM/DRX	15h

Iniciativas formativas

- Os membros da UME Pedro Tavares e Lisete Fernandes participaram, entre 19 e 21 de maio, num Curso avançado de Difração de Raios-x na Universidade de Aveiro, PANalytical;

- A UME organizou o 1º curso de Difração de Raios X (7º curso da Unidade de Microscopia Eletrónica da UTAD), 25 e 26 de junho de 2015.

Formadores: Augusto B. Lopes (U.Aveiro); Javier Bolívar (PANalytical); Margarida Costa (U. Coimbra); Pedro Tavares (UTAD); Maria Elisa Preto Gomes (UTAD); Anabela Reis (UTAD). Organização: Unidade de Microscopia Eletrónica da UTAD UME/UTAD (Pedro Tavares, Lisete Sofia Gomes Fernandes). Curso certificado pelo GFORM da UTAD.

Prestação de serviços

A prestação de serviços à comunidade científica e a empresas, no âmbito da Unidade de Microscopia Eletrónica da UTAD, fez em 2015 um valor total de 20000 Euros.

Projetos com participação da UME

Iniciado

CERN/FIS-NUC/0004/2015, MCNRT-ISOLDE “Caracterização de Materiais com Técnicas Nucleares Radioactivas - sinergia e complementaridade aplicadas ao treino e desenvolvimento. (antigo projecto Experiências de Correlações Angulares Perturbadas e de Canalização de Electrões no ISOLDECERN)”; “Material’s Characterization with Nuclear Radioactive Techniques - synergy and complementarity applied to training and development. (old project: Perturbed Angular Correlations and Electron Channeling Experiments at ISOLDE-CERN)”. Participante e responsável da UTAD: Pedro Tavares (20%). Orçamento total : 190 000€, orçamento UTAD: 12 061€. Período 15/7/2015 – 15/7/2017

Concluído

PTDC/FIS-NAN/0533/2012, “*Acoplamento spin-fotão e a indução magnética de fases ferroelétricas*” IR: Joaquim A. Moreira (FCUP); Participante e responsável da UTAD: Pedro Tavares, Período 1/4/2013-30/9/2015, Orçamento total: 199 440€, orçamento UTAD: 47 760€.

Protocolos com participação da UME

- Protocolo com o Agrupamento de escolas de Mirandela- cursos profissionalizantes, Curso Profissional de Técnico de Análises Laboratoriais, 35h, para a aluna Maria de Lurdes Morais Santos;

- Protocolo com o Colégio de S. Gonçalo de Amarante com vista à orientação de 3 alunos dos Cursos Científico-Tecnológicos (Portaria nº 265/2013 de 16 de agosto). Início a 15 de setembro de 2015.

Publicações efetuadas com dados gerados na UME

Artigos SCI

1. A.L. Pires, J. H. Belo, I. T. Gomes, L. Fernandes, P. B. Tavares, A. M. L. Lopes, A. M. Pereira, J. P. Araújo (2015) On the growth and physical-chemical characterization of Tb₅Si₂Ge₂ thin films produced by electron-beam evaporation, *Materials Today: Proceedings* 2, p. 26 – 32, doi: 10.1016/j.matpr.2015.04.004.
2. A.L. Pires, J.H. Belo, I.T. Gomes, R.L. Hadimani, D.C. Jiles, L. Fernandes, P.B. Tavares, J.P. Araújo, A.M.L. Lopes, A.M. Pereira (2015) “Annealing influence on the Magnetostructural Transition in Gd₅Si_{1.3}Ge_{2.7} Thin Films” *Materials Letters* 159, 301-304. DOI: 10.1016/j.matlet.2015.05.029
3. C. O. Amorim, F. Figueiras, J. S. Amaral, P. Mirzadeh Vaghefi, P. B. Tavares, M. R. Correia, A. Baghizadeh, E. Alves, J. Rocha, and V. S. Amaral (2015) "Peculiar Magnetoelectric Coupling in BaTiO₃:Fe₁₁₃ppm Nanoscopic Segregations" *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 2015, 7 (44), pp 24741–24747, doi:10.1021/acsami.5b07462
4. Cláudia G. Silva, Maria J. Sampaio, Rita R.N. Marques, Liliana A. Ferreira, Pedro B. Tavares, Adrián M.T. Silva, Joaquim L. Faria (2015) Photocatalytic production of hydrogen from methanol and saccharides using carbon nanotube-TiO₂ catalysts, *Applied Catalysis B: Environmental* 178, pp. 82-90. DOI: 10.1016/j.apcatb.2014.10.032
5. Cristelo, N., Miranda, T., Oliveira, D., Rosa, I., Soares, E., Coelho, P. e Fernandes, L., 2015, “Assessing the production of jet mix columns using

- alkali activated waste based on mechanical and financial performance and CO₂ (eq) emissions*", Journal of Cleaner Production 102 p. 447-460;
6. J. P. B. Silva, E. C. Queirós, P. B. Tavares, K. C. Sekhar, K. Kamakshi, J. Agostinho Moreira, A. Almeida, M. Pereira, M. J. M. Gomes, (2015) "Ferroelectric phase transitions studies in 0.5Ba(Zr_{0.2}Ti_{0.8})O₃-0.5(Ba_{0.7}Ca_{0.3})TiO₃ ceramics" Journal of Electroceramics, 35 (1), pp 135-140, doi: 10.1007/s10832-015-0005-y.
 7. Jorge Rodríguez-Chueca, Leonor C. Ferreira, José R. Fernandes, Pedro B. Tavares, Marco S. Lucas, José A. Peres (2015) "Photocatalytic discolouration of Reactive Black 5 by UV-A LEDs and solar radiation", Journal of Environmental Chemical Engineering, 3, (4), Part A, pp. 2948-2956, doi: 10.1016/j.jece.2015.10.019.
 8. M Mihalik jr, M Mihalik, M Fitta, M Vavra, M Zentková, R Vilarinho, D A Mota, P Tavares, J Agostinho Moreira and A Almeida (2015) "Heat capacity, magnetic and lattice dynamic properties of TbMn_{1-x}Fe_xO₃" J. Phys.: Conf. Ser. 592 012119, doi:10.1088/1742-6596/592/1/012119.
 9. M. Konsolakis, S.A.C. Carabineiro, E. Papista, G.E. Marnellos, P.B. Tavares, J. Agostinho Moreira, Y. Romaguera-Barcelay, J.L. Figueiredo (2015) Effect of preparation method on the solid state properties and the deN₂O performance of CuO-CeO₂ oxides, Catalysis Science & Technology, 5 (7) 3714-3727, DOI: 10.1039/c5cy00343a
 10. Pires, A., Belo, J., Gomes, I., Fernandes, L., Tavares, P., Lopes, A., Pereira, A. e Araújo, J., 2015, "On the Growth and Physical-chemical Characterization of Tb₅Si₂Ge₂ Thin Films Produced by Electron-beam Evaporation", Materials Today: Proceedings 2: 1 p. 26-32;
 11. Pires, A., Belo, J., Gomes, I., Hadimani, R., Jiles, D., Fernandes, L., Tavares, P., Araújo, J., Lopes, A. e Pereira, A., 2015, "Annealing influence

- on the magnetostructural transition in Gd₅Si_{1,3}Ge_{2,7} thin films*”, Materials Letters 159 p. 301-304;
12. R. Vilarinho, A. Almeida, J. M. M. da Silva, J. B. Oliveira, M. A. Sá, P. B. Tavares, J. Agostinho Moreira, (2015) “Dzyaloshinskii-Moriya nature of ferroelectric ordering in magnetoelectric Gd_{1-x}Y_xMnO₃ system” Solid State Communications, 208, 34-40. DOI:10.1016/j.ssc.2015.02.013
 13. R. Vilarinho, E.C. Queirós, A. Almeida, P.B. Tavares, M. Guennou, J. Kreisel, J. Agostinho Moreira (2015) “Scaling spin–phonon and spin–spin interactions in magnetoelectric Gd_{1-x}Y_xMnO₃” Journal of Solid State Chemistry 228, 76–81, doi:10.1016/j.jssc.2015.04.028
 14. Ricardo A.R. Monteiro, Sandra M. Miranda, Vítor J.P. Vilar, Luisa M. Pastrana-Martínez, Pedro B. Tavares, Rui A.R. Boaventura, Joaquim L. Faria, Eugénia Pinto, Adrián M.T. Silva, (2015) “N-modified TiO₂ photocatalytic activity towards diphenhydramine degradation and Escherichia coli inactivation in aqueous solutions”, Applied Catalysis B: Environmental 162, 66–74, <http://dx.doi.org/10.1016/j.apcatb.2014.06.017>
 15. S.A.C. Carabineiro, X. Chen, M. Konsolakis, A.C. Psarras, P.B. Tavares, J.J.M. Órfão, M.F.R. Pereira, J.L. Figueiredo (2015) “Catalytic oxidation of toluene on Ce-Co and La-Co mixed oxides synthesized by exotemplating and evaporation methods” Catalysis Today, 244, pp. 161-171, DOI:10.1016/j.cattod.2014.06.018
 16. S.A.C. Carabineiro, X. Chen, O. Martynyuk, N. Bogdanchikova, M. Avalos-Borja, A. Pestryakov, P.B. Tavares, J.J.M. Órfão, M.F.R. Pereira, J.L. Figueiredo (2015) Gold supported on metal oxides for volatile organic compounds total oxidation”, Catalysis Today, 244, pp. 103-114. DOI: 10.1016/j.cattod.2014.06.034.

Artigos publicados em *Proceedings*

1. Konsolakis, M.; Carabineiro S.A.C.; Papista E.; Marnellos G.E.; Tavares P.B.; Figueiredo J.L. (2015) "N₂O Decomposition over CuO-CeO₂ Mixed Oxides: Effect of Preparation Procedure", 12th European Congress on Catalysis – EuropaCat-XII, Kazan, Russia, 30 August – 4 September, 2015, V-OP49, pp. 1751-1752 (Oral).
2. Pedro B. Tavares (2015) Síntese e propriedades de óxidos cerâmicos de valência mista e estrutura de perovskite, XXI Encontro Galego-Português de Química, 18 a 20 novembro de 2015, Pazo da Cultura de Pontevedra, Galicia (España), Comunicação Oral Plenária CP4, pp. 31-34. (Oral)

Livros ou capítulos de livros

1. Raquel O. Rodrigues, Helder T. Gomes, Rui Lima, Adrián M.T. Silva, Pedro J.S. Rodrigues, Pedro B. Tavares, João Manuel R.S. Tavares (2015) "Thermal Infrared Image Processing to Assess Heat Generated by Magnetic Nanoparticles for Hyperthermia Applications" in Advances in Visual Computing, Volume 9474 of the series Lecture Notes in Computer Science pp 25-34. Springer International Publishing Switzerland, G. Bebis et al (Eds.) DOI 10.1007/978-3-319-27857_3;

Análise das atividades desenvolvidas e estratégias de melhoramento

Durante o ano sob consideração as atividades relacionadas com o Microscópio Eletrónico de Varrimento estiveram comprometidas. No início do ano, este equipamento sofreu uma falha de comunicação com o computador de suporte o que impossibilitou o seu funcionamento, durante períodos alternados.

No início do mês de julho o SEM sofreu uma intervenção técnica que incluiu manutenção, mudança de PC, limpeza de aberturas e alinhamentos, por parte

de um técnico da empresa FEI, com a duração de 5 dias de trabalho. Apesar da verba gasta nesta intervenção técnica, o microscópio acabou por sofrer nova avaria.

No mês de dezembro, o equipamento de DRX sofreu manutenção técnica contratualizada com a empresa PANalytical, sem registo de nenhuma anomalia, tendo apenas sido mudados os filtros e efetuada a limpeza e alinhamento dos seus componentes.