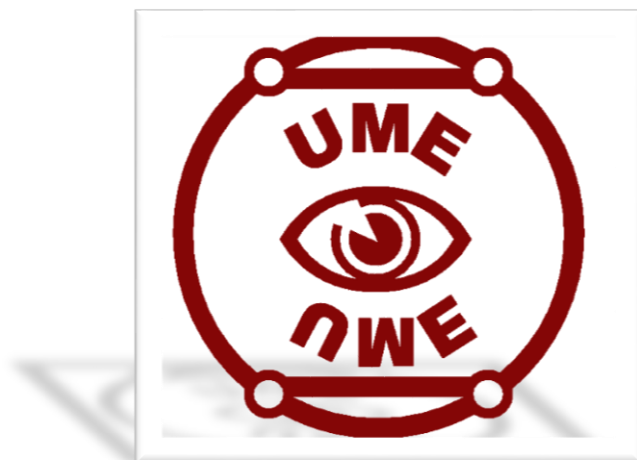




Unidade de Microscopia Eletrónica

Relatório de atividades
e utilização de recursos da UME

2016



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 MPixéis;
- 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 e fenda programável PDS.
- 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); projetor 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>	-	64h30	508h
<i>Preparação de amostras*</i>	-	20h	50h
<i>Interpretação de resultados*</i>	-	30h	100h

* Por estimativa

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.

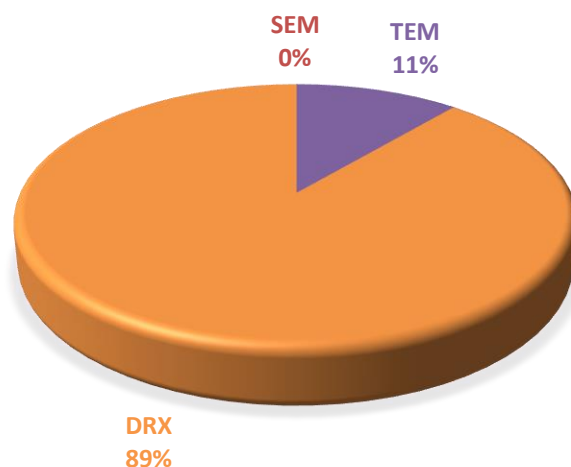


Fig. 1- Gráfico ilustrativo da distribuição do número de horas de trabalho, por equipamento.

Microscopia Eletrónica de Transmissão

Análises realizadas:

Responsável	Instituição	Escola/Centro	Duração (h)
Adrian Silva	FEUP	-	3h
Ana Margarida Calado	UTAD	ECAV	1h
André Pereira	FCUP	-	3h
Andreia Peixoto	FCUP	-	1h
Carla Amaral	UTAD	ECVA	3h
Carlos Sousa	FCUP	-	2h
Cheila Pereira	UTAD	ECVA	6h
Clara Pereira	FCUP	-	3h

Cláudia Silva	FEUP	-	7h
Iwona Biernacka	FCUP	-	7h
José Ramiro Fernandes	UTAD	ECT	2h
Leonor Caldeira	UTAD	ECVA	1h
Mariza Monteiro	UTAD	ECVA	3h
Paulo Coutinho	UM	-	4h30
Salomé Soares	FEUP	-	10h
Sónia Carabineiro	FEUP	-	8h
TOTAL			64h30

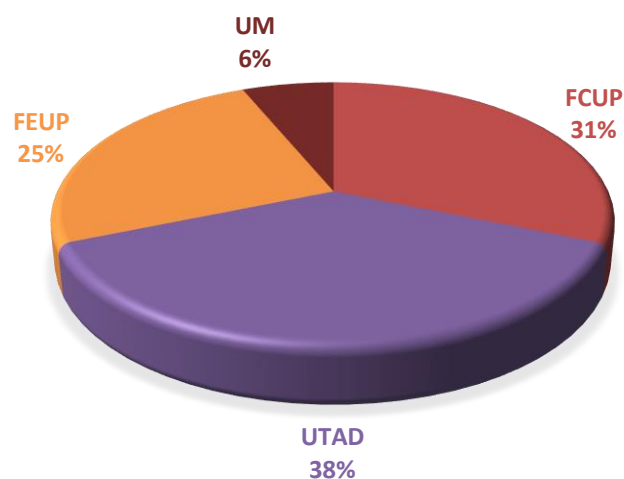


Fig. 3- Gráfico ilustrativo da distribuição de utilizadores por instituição, em TEM.

Difração de raios-X

Análises realizadas:

Responsável	Instituição/ empresa	nº amostras	Duração
Adrian Silva	FEUP	4	12h30
Carla	FEUP	2	3h00
Carla Martins	FCUP	11	10h30
Cátia Azenha	FEUP	2	03h00
Cláudia Silva	FEUP	21	29h00
Cristina Freire	FCUP	5	05h00
Eliana Silva	FEUP	7	08h00
Elisa Preto	UTAD	2	01h00
Emílio Urbano	UTAD	20	20h00
Fátima Pacheco	FCUP	12	26h00
Fernando Nunes	UTAD	24	18h00
Inês Rocha	FEUP	17	23h25
Iwona Biernacka	FCUP	6	09h00
José Almeida	UTAD	8	10h00
José Ramiro Fernandes	UTAD	9	12h

Leonor Caldeira	UTAD	1	00h45
Lucília	FEUP	6	7h30
Luísa Pastrana	FEUP	14	17h30
Mariana Araújo	FCUP	11	11h00
Mariana Fernandes	UTAD	3	02h25
Nuno Cristelo	UTAD	22	16h
Paula Dias	FEUP	20	45h
Pedro Tavares	UTAD	74	156h
Rosa Rego	UTAD	3	02h25
Salomé Soares	FEUP	12	13h
Samuel Queirós	FEUP	10	10h00
Sónia Carabineiro	FEUP	25	29h00
Teixeira Pinto	UTAD	3	01h30
Teresa Carvalho	UTAD	3	5h30
TOTAL		357	508h

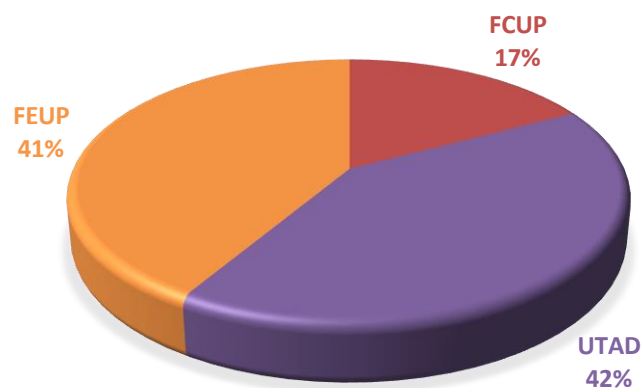


Fig. 4- Gráfico ilustrativo da distribuição de utilizadores por instituição, em DRX.

Visitas de estudo:

Escola	Responsável	nº alunos
Agrupamento de Escolas Morgado Mateus	UME	42
Clube de Ténis de Mesa de Mirandela	RPI	10
Colégio Universal (Porto)	RPI	35
Escola Camilo Castelo Branco (Vila Real)	RPI	114
Escola Secundária Latino Coelho (Lamego)	RPI	75
TOTAL		276

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

Equipamento	MO	Lupa binocular	Ultramicrotomo
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 ultramicrotomo;

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	70h

- 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;

Iniciativas formativas

- A UME participou no SymbioSE, Symposium of Biology Students in Europe, com um Workshop de Microscopia Eletrónica. A atividade realizou-se no dia 1 de agosto, teve a duração de 2h e 20 participantes de várias nacionalidades;

- A UME organizou um Workshop de Microscopia de Força Atómica (AFM), em colaboração com a empresa Scansi (Hitachi). A iniciativa realizou-se no dia 19 de outubro, teve a duração de 3h30 e 26 participantes;

Projetos com participação da UME

CERN/FIS-NUC/0004/2015, MCNRT-ISOLDE “Caraterização de Materiais com Técnicas Nucleares Radioativas - sinergia e complementaridade aplicadas ao treino e desenvolvimento. (antigo projeto Experiências de Correlações Angulares Perturbadas e de Canalização de Eletrões 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

Projeto submetido em maio de 2015 e recusado em setembro de 2015, mas aprovado em dezembro de 2016, após recurso da decisão:

PTDC/ECM-GEO/0637/2014, “Desenvolvimento de Ligantes Alcalinos para Aplicações Geotécnicas Exclusivamente à Base de Resíduos Industriais” IR: Nuno Cristelo (UTAD). Orçamento total: 140 000€, orçamento UTAD: 70 000€. Período 1/3/2017 – 28/2/2019.

Protocolos com participação da UME

- 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. J.P.B. Silva, K. Kamakshia, K.C. Sekhara, X.R. Nóvoa, E.C. Queirós, J. Agostinho Moreira, A. Almeida, M. Pereira, P.B. Tavares, M.J.M. Gomes, 2016 (online desde setembro), "*Light controlled resistive switching and photovoltaic effects in ferroelectric 0.5Ba (Zr0.2Ti0.8)O3-0.5(Ba0.7Ca0.3)TiO3 thin films*", Journal of the European Ceramic Society, 37 (2), pp. 583–591;
2. S.A.C. Carabineiro, Santos, V., Pereira, M., Orfão, J., Figueiredo, J.L., 2016, "*CO oxidation over gold supported on Cs, Li and Ti-doped cryptomelane materials*", Journal of Colloid and Interface Science, Vol 480, pp. 17–29;
3. J.L. Ribeiro, L.G.Vieira, I.T.Gomes, J.P.Araújo, P.Tavares, B.G. Almeida, 2016, "*Infrared reflectivity investigation of the phase transition sequence in $Pr_{0.5}Ca_{0.5}MnO_3$* ", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 408 pp.81–88;
4. C. Dias, M. P. Proença, L. Fernandes, P. B. Tavares, R. Vilarinho, J. Agostinho Moreira, J. P. Araújo, and J. Ventura, 2016, "*Tuning the Stoichiometry of Ag_2S Thin Films for Resistive Switching Applications*" Journal of Nanoscience and Nanotechnology 16 (3), pp.2608–2612;

5. F. G. Figueiras, D. Karpinsky, P. B. Tavares, Soma Das, J. V. Leitão, E. H. Brück, J. Agostinho Moreira, V. S. Amaral, 2016, "*Breaking the geometric magnetic frustration in controlled off-stoichiometric $\text{LuMn}_{1+z}\text{O}_{3+\delta}$ compounds*", Phys. Chem. Chem. Phys., 18, pp.13519-13523;
6. S.A.C. Carabineiro, M. Konsolakis, G. Marnellos, M. Asad, O. Soares, P. B. Tavares, M. Pereira, J. Órfão, J. L. Figueiredo, 2016, "*Ethyl Acetate Abatement on Copper Catalysts Supported on Ceria Doped with Rare Earth Oxides*", Molecules, 21, 644;
7. M. Enterría, A.G. Gonçalves, M.F.R. Pereira, J.I. Martins, J.L. Figueiredo, 2016, "*Electrochemical storage mechanisms in non-stoichiometric cerium oxide/multiwalled carbon nanotube composites*", Electrochimica Acta, Vol 209, pp. 25–35;
8. Y. Romaguera-Barcelay, J. A. Moreira, A. Almeida, P. B. Tavares, L. Fernandes, J. Pérez de la Cruz, 2016, "*Persistence of the orthorhombic phase in YMnO_3 hexagonal thin films*", Ferroelectrics, 498, 1, pp.80-84;
9. J.P.B. Silva, K. Kamakshi, K.C. Sekhar, E.C. Queirós, J. A. Moreira, A. Almeida, M. Pereira, P.B. Tavares, M.J.M. Gomes, 2016, "*Resistive switching in ferroelectric lead-free $0.5\text{Ba}(\text{Zr}_{0.2}\text{Ti}_{0.8})\text{O}_3\text{-}0.5(\text{Ba}_{0.7}\text{Ca}_{0.3})\text{TiO}_3$ thin films*", J. Phys. D: Appl. Phys 49(33), 335301, (9 pp);
10. R. O. Rodrigues, M. Bañobre-López, J. Gallo, P. B. Tavares, A. M.T. Silva, R. Lima, H. T. Gomes, 2016, "*Haemocompatibility of Iron Oxide Nanoparticles Synthesized for Theranostic Applications: a High-Sensitivity Microfluidic Tool*", Journal of Nanoparticle Research, 18 (194), (17 pp.);
11. N. Cristelo, P. B. Tavares, E. Lucas, T. Miranda, D. Oliveira, 2016, "*Quantitative and qualitative assessment of the amorphous phase of a Class F fly ash dissolved during alkali activation reactions – Effect of mechanical activation, solution concentration and temperature*", Composites Part B - Engineering, 103, pp. 1-14;
12. M. C. Oliveira, A. S. Viana, A. M. B. Rego, A. M. Ferraria, P. B. Tavares, A. Veloso, R. A. Videira, 2016, "*Dual Behaviour of Amorphous Carbon*

- Released Electrochemically from Graphite*", ChemistrySelect, 1 (13) pp. 4126–4130;
13. S. Rios, N. Cristelo, A. Fonseca, C. Ferreira, 2016, "*Structural Performance of Alkali-Activated Soil Ash versus Soil Cement*", Journal of Materials in Civil Engineering, 28 (2);
 14. T. V. Pinto, P. Costa, C. M. Sousa, C. A. D. Sousa, A. Monteiro, C. Pereira, O. S. G. P. Soares, C. S. M. Silva, M. F. R. Pereira, P. J. Coelho, C. Freire, 2016, "*Naphthopyran-Based Silica Nanoparticles as New High-Performance Photoresponsive Materials*", ACS Appl. Mater. Interfaces 8 (11) pp. 7221 – 7231;
 15. I. Kuzniarska-Biernacka, M. Manuela M. Raposo, R. Batista, P. Parpot, K. Biernacki, A. L. Magalhães, A. M. Fonseca, I. C. Neves, 2016, "*Highly efficient heterogeneous catalysts for phenol oxidation: Binuclear pyrrolyl-azine metal complexes encapsulated in NaY zeolite*", Microporous and Mesoporous Materials 227 pp. 272-280;

Artigos publicados em *Proceedings*

1. S.A.C. Carabineiro, M. Konsolakis, E. Papista, G.E. Marnellos, P.B. Tavares, F.J. Maldonado-Hodar, 2016, "*Catalytic decomposition of N₂O over Au/oxides*", 5th World Congress on Materials Science & Engineering, Alicante, Spain, 13-15 June 2016, p.26 (ORAL PRESENTATION).
2. E. C. Queirós, A. F. Cardoso, J. R. Fernandes, V. S. Amaral, P. B. Tavares, 2016, "*Deposition of thin films of the Lu-Fe-O system using MOCVD and RF-Magnetron Sputtering*", XXII Encontro Luso-Galego de Química, 9-11 nov 2016, IPB, Bragança, p.62. ISBN 978-989-8124-17-3 (ORAL PRESENTATION).
3. L. C. Ferreira, J. R. Fernandes, J. Rodríguez-Chueca, M. S. Lucas, J. A. Peres, P. B. Tavares, 2016, "*Photodegradation of anthocyanins by UV-A*

LEDs/TiO₂”, XXII Encontro Luso-Galego de Química, 9-11 nov 2016, IPB, Bragança, p.37. ISBN 978-989-8124-17-3 (ORAL PRESENTATION).

4. S.A.C. Carabineiro, M. Konsolakis, E. Papista, G.E. Marnellos, P.B. Tavares, F.J. Maldonado-Hódar, 2016, “*Nitrous oxide decomposition catalysed by supported gold nanoparticles*”, ISN²A 2016, International Symposium on Nanoparticles / Nanomaterials and Applications, 18-21 jan 2016, Caparica, p.99 (ORAL PRESENTATION).

Patente

M.C.Oliveira, P. B. Tavares, R. Videira, J. R. Fernandes, “*Method of preparation of graphene quantum dots with electrochemical and optical tenability*”; (2016) Patent pending nº 108168.

Análise das atividades desenvolvidas e estratégias de melhoramento

Durante o ano sob consideração as atividades relacionadas com o Microscópio Eletrónico de Varrimento continuaram comprometidas. Ao longo do ano, este equipamento manteve a falha de comunicação com o computador de suporte o que impossibilitou o seu funcionamento, mantendo-se avariado.

No mês de dezembro (dias 12 e 13) o equipamento de DRX sofreu manutenção técnica contratualizada com a empresa PAN'alytical, sem registo de nenhuma anomalia, tendo apenas sido mudados os filtros e efetuada a limpeza e alinhamento dos seus componentes.