



Manual de preparação de amostras

SPINNER: Capilar de kapton



CNPem
Centro Nacional de Pesquisa
em Energia e Materiais

MINISTÉRIO DA
CIÊNCIA, TECNOLOGIA
E INOVAÇÃO

GOVERNO FEDERAL
BRASIL
UNIÃO E RECONSTRUÇÃO

Sumário

Informações importantes	3
1. Tipo de experimento	3
2. Comprimento do capilar	3
3. Posição de incidência do feixe.....	3
Preparativos iniciais.....	4
1. Lista de materiais	4
2. Cuidados IMPORTANTES	4
Preparando o capilar	5
1. Cortar o capilar de kapton.....	5
2. Selar uma das extremidades	6
3. Preencher o capilar com a amostra.....	6
4. Finalização	7
Inserir o capilar no PIN	8



Informações importantes

1. Tipo de experimento

Neste manual, você encontrará todas as informações e instruções necessárias para preparar capilares de Kapton. Esse tipo de capilar é utilizado em experimentos com o porta amostras SPINNER na linha de luz Paineira.

2. Comprimento do capilar

Algumas amostras são sensíveis aos raios X, se esse for o caso da sua amostra converse com o *local contact* e deixe essa informação clara.

O SPINNER foi projetado para mudar a posição de incidência do feixe no capilar durante o experimento. Então, amostras com sensibilidade precisam ser preparadas com um comprimento adequado. Veja o exemplo da Figura 1.

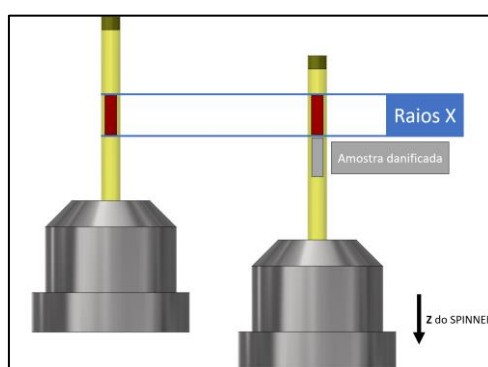


Figura 1 – Mudança na posição de incidência do feixe

3. Posição de incidência do feixe

Conforme a Figura 2, o feixe incide à uma distância de 6,5mm da face do PIN, então garanta que sua amostra esteja homogênea, principalmente, nessa região.

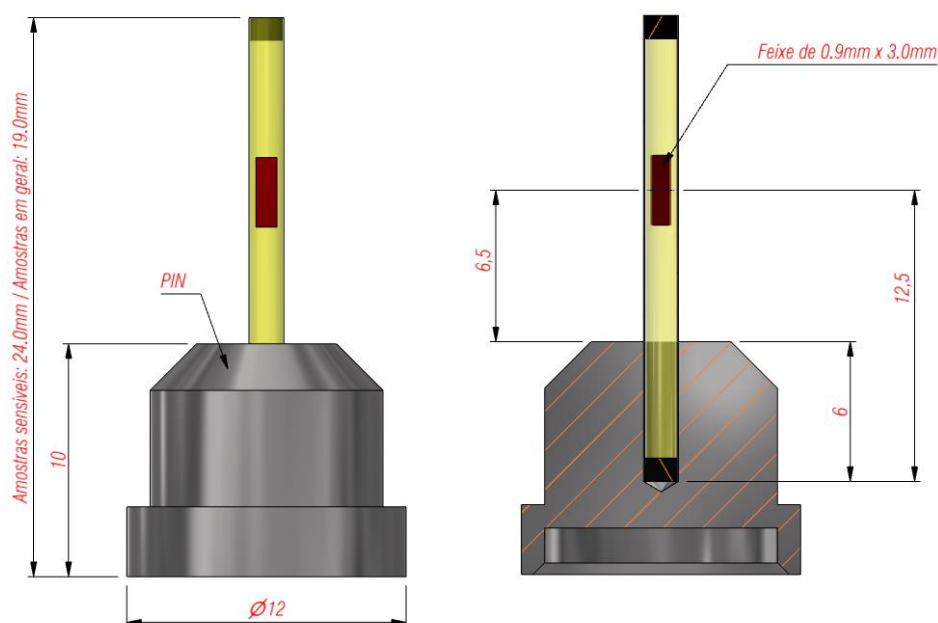


Figura 2 - Principais dimensões e posição de incidência do feixe



Preparativos iniciais

1. Lista de materiais

- Capilar do diâmetro desejado
- Amostra
- Epoxi em massa: Durepoxi
- Caneta marcadora
- Paquímetro
- Tesoura
- Almofariz
- Espátula com uma colher pequena



Figura 3 - Materiais necessários para a preparação da amostra

2. Cuidados IMPORTANTES

Antes de começar a preparar o capilar, vale relembrar alguns cuidados básicos que devem ser tomados:

- O uso de luvas é OBRIGATÓRIO;
- Cubra a mesa para facilitar a limpeza e diminuir a chance de contaminação (idealmente com papel alumínio);
- Limpe todo o ferramental que será utilizado com álcool isopropílico.



Preparando o capilar

1. Cortar o capilar de kapton

Conforme dito anteriormente, foram definidos dois comprimentos para os capilares, sendo um para amostras em geral e o outro para amostras sensíveis aos raios X.

 - a. Amostras em geral: Cortar capilares com 15.0mm de comprimento
 - b. Amostras sensíveis a raios X: Cortar capilares com 20.0mm de comprimento

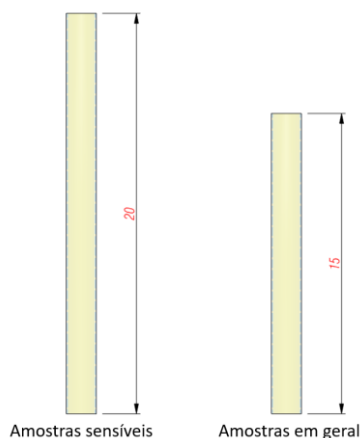


Figura 4 - Tipos de amostras relacionadas ao comprimento do capilar

- c. Ajuste no paquímetro o comprimento determinado e em seguida com a caneta marcadora faça um risco no capilar, como apresentado na Figura 5.



Figura 5 - Capilar marcado

- d. Após marcar o capilar, corte ele com a tesoura.



Figura 6 - Capilar cortado



2. Selar uma das extremidades

Preparação da Durepoxi: Separe uma quantidade igual de cada componente da caixa e misture até obter uma massa homogênea.

Antes de iniciar a selagem, se atente aos seguintes pontos:

- **Não dobre o capilar**, isso formará um vinco e deixará o capilar levemente torto. Com isso, a rotação ficará fora de centro.
- **Não deixe sobra de massa do lado externo do capilar**, essa sobra de massa vai impossibilitar o encaixe do capilar no PIN.

Procedimento indicado:

- I. Faça uma bolinha de massa;
- II. Aperte a bolinha, para ela ficar um círculo plano;
- III. Pressione levemente o capilar contra a massa e vá rodando o capilar delicadamente;
- IV. Puxe-o de volta rotacionando delicadamente;
- V. O capilar deve ficar com massa somente do lado interno, conforme a Figura 7.



Figura 7 - Capilar com uma extremidade selada

Obs.: Não colocar o capilar com o DUREPOXI molhado no PIN. Aguardar a secagem completa.

3. Preencher o capilar com a amostra

- a. Deposite uma pequena porção de amostra no almofariz esterilizado com álcool (Figura 8);



Figura 8 - Almofariz com amostra de MgO



- b. Segure o capilar com os dedos indicador e polegar ou com uma pinça;
- c. Mergulhe o capilar na amostra e vá “pescando” a amostra;
- d. Bata, levemente, o capilar contra a mesa para ela descer e compactar;
- e. Repita os passos **c** e **d** até que o capilar esteja completamente preenchido;
- f. Bata, levemente, o capilar contra a mesa por, pelo menos, 1 minuto completo. Dessa forma a amostra vai compactar;
- g. Se necessario, complete com mais amostra e repita o passo **f**;
- h. Na Figura 9, é apresentado um exemplo de capilar preenchido.



Figura 9 - Capilar preenchido com amostra

Obs.: É muito importante preencher o capilar completamente para o feixe não passar em espaços com ar ou em partes com pouca amostra.

4. Finalização

Selar a outra extremidade, seguindo o mesmo procedimento passado anteriormente, segue novamente:

Preparação da Durepoxi: Separe uma quantidade igual de cada componente da caixa e misture até obter uma massa homogênea.

- I. Faça uma bolinha de massa;
- II. Aperte a bolinha, para ela ficar um círculo plano;
- III. Pressione levemente o capilar contra a massa e vá rodando o capilar delicadamente;
- IV. Puxe o capilar de volta rotacionando delicadamente;
- V. O capilar deve ficar com massa somente do lado interno, conforme a Figura 10.

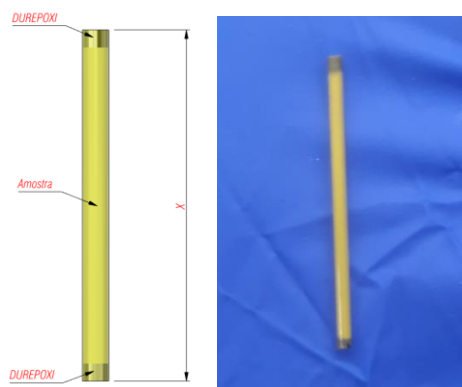


Figura 10 - Capilar finalizado



Inserir o capilar no PIN

Importante: A extremidade do capilar que estiver em contato com o PIN deve estar com a DUREPOXI **seca**.

Com cuidado, insira o capilar no PIN correspondente ao diâmetro do capilar. Na

Figura 11 é apresentado um exemplo.



Figura 11 - Capilar no PIN e pronto para iniciar o experimento

