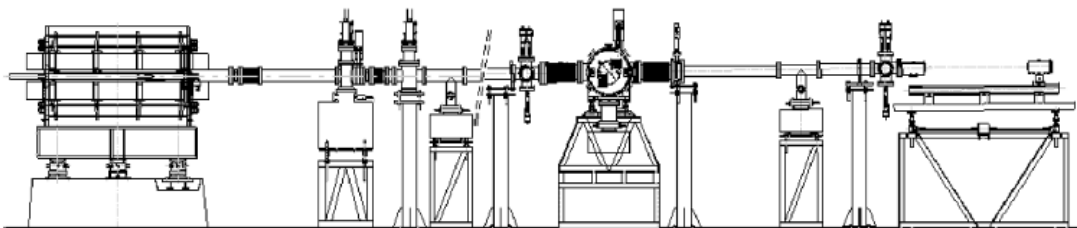


Manual de operação D04B – XAFS1



Laboratório Nacional
de Luz Síncrotron



Índice

1) Procedimento para abrir a linha.....	03
2) Lista de motores	04
3) Posicionando o porta-amostras	05
4) Selecionando a energia do feixe de raios-X.....	06
5) Calibração das câmaras de ionização.....	07
6) Varredura em energia.....	09
7) Varredura com motor.....	11
8) Calibração em energia.....	12
9) Spec – Janela gráfica.....	13
10) Newplot.....	14
11) Fornos.....	15
12) Extraíndo dados.....	18
13) Comandos úteis.....	19
14) Macros.....	20

OBS.: Todos os comandos relacionados à energia são definidos em keV.

1) Procedimento para abrir a linha.

1. - Desbloquear Gama – para isso acionar no painel o botão “Abre/Fecha Linha”. O led em “Bloqueio Gama” passará de vermelho para verde.

Obs.: O Gama é bloqueado automaticamente nas injeções.

- 1.2 - Ao acionar “Abre/Fecha Linha”, a “Válvula Gate Anel” e o “Obturador Feixe Branco” abrem automaticamente nesta seqüência.

- 1.3 - O “Obturador Monocromático” poderá ser acionado. Mas isso somente poderá ser feito após a Busca.

- 1.4 - Busca: Retirar a chave Procura (de número 1) do quadro. Verificar se não há ninguém dentro da cabana; isso significa que as outras três chaves deverão estar no quadro. Colocar a chave Procura no “Tambor de Procura” – dentro da cabana. Girá-la uma vez, voltar e removê-la. Após isso temos 10 segundos para fechar a porta e apertar o botão verde da porta. Uma sirene tocará.

- 1.5 - Colocar a chave Procura no quadro e quando a sirene parar, acionar o botão “Obturador Monocromático”.

OBS: Após este procedimento, não é necessário acionar o “Abre/Fecha Linha” toda vez que precisar entrar na cabana. Para isso basta desapertar o “Obturador Monocromático” e fazer o procedimento a partir do item 4. Isto evita que a Válvula Gate e o Obturador de Feixe Branco abram e fechem inúmeras vezes sem necessidade.

2) Lista de motores

Motor	Nome (alto nível)
Porta-amostra horizontal	sh1h
Porta-amostra vertical	sh1v
Porta olho de raios-X horizontal	sh2h
Porta olho de raios-X vertical	sh2v
Porta criostato horizontal	crioh
Porta criostato vertical	criov

3) Posicionando o porta-amostras.

Comandos para movimentar relativamente o porta-amostras nas direções horizontal e vertical:

Direção horizontal:

FOURC> *umvr sh1h (+/- valor em mm)*

Direção vertical:

FOURC> *umvr sh1v (+/- valor em mm)*

Direção Vertical	
+	↑
-	↓
Direção Horizontal	
+	←
-	→

Observe que o feixe visualizado no monitor se atenuará ou desaparecerá quando o mesmo estiver sobre a amostra.

Encontrada a posição ideal do porta-amostras em ambas as direções, recomenda-se definir os valores destas coordenadas como (0,0) = (x, y) = (posição horizontal, posição vertical).

Para setar as coordenadas da posição como 0:

Direção horizontal: *FOURC*> *set sh1h 0*

Direção vertical: *FOURC*> *set sh1v 0*

4) Selecionando a energia do feixe de raios-X.

Selecionar a energia do feixe antes da borda de absorção (em torno de 0.02 keV) do elemento químico de interesse.

Para visualizar a energia atual:
FOURC> getE

FOURC> moveE
Exemplo: *FOURC> moveE 7.100*

5) Calibrando das câmaras de ionização.

Antes de iniciar a calibração, verifique as contagens das câmaras de ionização pré e pós-borda (em torno de 0.04 keV) do elemento químico de interesse.

FOURC> ct

- As contagens de I_0 , I_1 e I_2 devem ser inferiores a 650.000 cts/s. A faixa ideal é em torno de 300.000 cts/s.

A calibração deve ser feita, caso necessário, para todas as câmaras de ionização. O procedimento abaixo se refere à calibração da segunda câmara de ionização (I_1) - parâmetro "1" na calibração. O ajuste de I_0 e I_2 é realizado da mesma maneira, mudando somente o parâmetro que se refere às respectivas câmaras de ionização.

Obs.: os parâmetros referentes ao ajuste do I_0 , I_1 e I_2 são, respectivamente, 0, 1 e 2.

```

root@XAFS1: /home/userxafs1/2011/Marco
Arquivo Editar Ver Terminal Ajuda
1822.FOURC> moveE 5.8
Thu Mar 31 10:25:26 2011. Monochromator moved to E = 5.80007 KeV.
1823.FOURC> ct
Thu Mar 31 10:25:29 2011
Segundos = 1
I0 = 79031 (79031/s)
I1 = 125792 (125792/s)
I2 = 135670 (135670/s)
Amostra = -0.46479 (-0.46479/s)
Referencia = -0.540385 (-0.540385/s)
1824.FOURC> calib 1
500 uA/V -> I0: 78845 I1: 0 I2: 135188
200 uA/V -> I0: 78838 I1: 0 I2: 135099
100 uA/V -> I0: 78948 I1: 0 I2: 135358
50 uA/V -> I0: 78896 I1: 0 I2: 135266
20 uA/V -> I0: 78860 I1: 248 I2: 135244
10 uA/V -> I0: 78885 I1: 360 I2: 135278
5 uA/V -> I0: 78853 I1: 975 I2: 135316
2 uA/V -> I0: 78862 I1: 2830 I2: 135293
1 uA/V -> I0: 78830 I1: 6101 I2: 135267
500 nA/V -> I0: 78914 I1: 12495 I2: 135490
200 nA/V -> I0: 78840 I1: 31600 I2: 135406
100 nA/V -> I0: 78860 I1: 62622 I2: 135386
50 nA/V -> I0: 78904 I1: 125609 I2: 135465
20 nA/V -> I0: 78774 I1: 314243 I2: 135232
10 nA/V -> I0: 78886 I1: 620103 I2: 135452
5 nA/V -> I0: 78868 I1: 719445 I2: 135465
2 nA/V -> I0: 78774 I1: 720283 I2: 135244
1 nA/V -> I0: 78778 I1: 642671 I2: 135199
500 pA/V -> I0: 78802 I1: 719483 I2: 135179
200 pA/V -> I0: 78773 I1: 720297 I2: 135181
100 pA/V -> I0: 78784 I1: 643454 I2: 135192
50 pA/V -> I0: 78745 I1: 719489 I2: 135149
20 pA/V -> I0: 78798 I1: 720329 I2: 135189
10 pA/V -> I0: 78767 I1: 720356 I2: 135159
5 pA/V -> I0: 78813 I1: 720382 I2: 135246
2 pA/V -> I0: 78763 I1: 720391 I2: 135182
1 pA/V -> I0: 78868 I1: 720414 I2: 135362
1825.FOURC>

```

Figura 1 – Calibração da segunda câmara de ionização.

Simulação: Calibração da I_1

Exibe todos os ganhos e as respectivas contagens da segunda câmara de ionização.

FOURC> *calib 1*

Setando o valor do ganho:

FOURC> *stanford(1,"sens",valor)*

Exemplo: *FOURC*> *stanford(1,"sens",20)*

Setando a unidade em nA, pA, μ A ou mA:

FOURC> *stanford(1,"unisens","n, p, u ou m")*

Exemplo: *FOURC*> *stanford(1,"unisens", "n")*

6) Varredura em energia.

- `FOURC> qxscan Eb t`
(veja abaixo como configurar e definir os parâmetros da varredura pelo comando `qxscan_setup`)

E_b = valor de energia da borda de absorção em keV.
t = fator multiplicativo de tempo.

ou

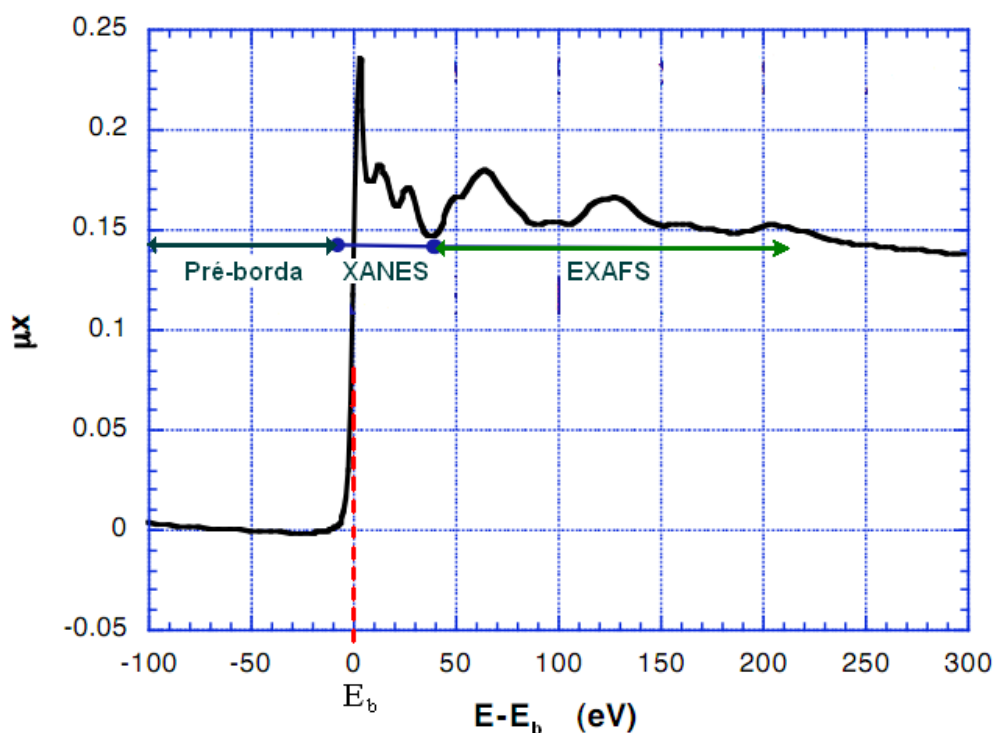
- `FOURC> Escan Ei Ef pontos t`

E_i = valor inicial da varredura em energia em keV.
 E_f = valor final da varredura em energia em keV.
pontos = relacionado ao passo em energia = $(E_f - E_i)/\text{passo}$
t = tempo de exposição em cada energia.

Geralmente, utiliza-se a macro `Escan` para varreduras em energia de testes e a macro `qxscan` para varreduras em várias faixas de energia.

Para definir a configuração da macro `qxscan`, utiliza-se o comando:
`FOURC> qxscan_setup`

Obs.: Pode-se definir até 3 regiões diferentes para EXAFS (em k).



Para obter duas ou mais varreduras com o mesmo setup:
FOURC> repita y; qxscan E_b t }

ou

FOURC> repita y (tecle Enter)
more> qxscan E_b t }

y = número de repetições desejadas.

Importante: Não se esqueça de colocar o símbolo de “fechar chaves” ao final do comando.

Exemplo: 5 aquisições com o mesmo setup.
FOURC> repita 5; qxscan 7.112 1}

7) Varredura com motor.

Varredura com motor

FOURC> ascan motor p_i p_f pontos t

motor = nome do motor.

p_i = posição inicial.

p_f = posição final

pontos = $(p_f - p_i)/\text{passo}$

t = tempo de exposição ao feixe em cada posição.

8) Calibração em energia.

Para calibrar a linha de luz deve-se colocar entre às câmaras de ionização longa e média uma folha metálica do elemento químico de interesse (referência). Realize a seguinte varredura em energia:

```
FOURC> Escan ( $E_b - 0.05 \text{ keV}$ ) ( $E_b + 0.1 \text{ keV}$ ) 150 1
```

E_b = valor de energia da borda de absorção em keV.

Utilize o software NewPlot para observar a curva de absorção gerada na varredura em energia, obtenha a curva derivada e anote o valor de energia experimental onde ocorre o ponto de inflexão, que denominaremos energia de borda experimental - E_{be} .

E_{be} = valor de energia da borda obtida experimentalmente, em keV.

Execute os comandos:

```
FOURC> moveE  $E_{be}$ 
```

```
FOURC> setE  $E_b$ 
```

Setamos a energia de borda experimental (E_{eb}) para a energia de borda teórica (E_b), com uma faixa de erro de ± 1 eV.

Para realizar um ajuste fino na calibração, realize uma varredura em energia com um passo de 0.5 eV.

```
FOURC> Escan ( $E_b - 0.01 \text{ keV}$ ) ( $E_b + 0.02 \text{ keV}$ ) 60 1
```

Obtenha o valor da borda experimental, E_{eb}' e atribua a esta energia o valor da energia de borda teórico, E_b .

```
FOURC> moveE  $E_{be}'$ 
```

```
FOURC> setE  $E_b$ 
```

9) Janela gráfica – Spec.

Ao realizar alguma varredura, seja em energia ou com motores, observaremos uma janela gráfica no Spec. Este gráfico pode estar exibindo:

Contagem na primeira câmara de ionização – I0.

Contagem na segunda câmara de ionização – I1.

Contagem na terceira câmara de ionização – I2.

Espectro da amostra – In.


Espectro da referência metálica – In2.

Para setar um dos gráficos acima, antes de iniciar a varredura, deve-se utilizar o seguinte comando:

```
FOURC> plotselect {  
    i0  
    i1  
    i2  
    In  
    In2
```

10) NewPlot.

Ao realizar uma varredura em energia, a mesma será salva em um arquivo geral (denominado previamente). Na Figura 2, este arquivo geral é o **xafs1_n**. Todas as varreduras serão salvas neste arquivo com os seus respectivos números de scan.

Para visualizar o espectro obtido na varredura basta selecionar o número do scan correspondente. Para localizar a borda de absorção basta clicar no botão  para obter a curva derivada do espectro e observar onde ocorre o ponto de inflexão.

- Comando para criar um arquivo geral:

FOURC> newfile diretório/nome_arquivogeral

Exemplo:

diretório

arquivo geral

FOURC> newfile /home/userxafs1/2011/setembro/Junior/Junior

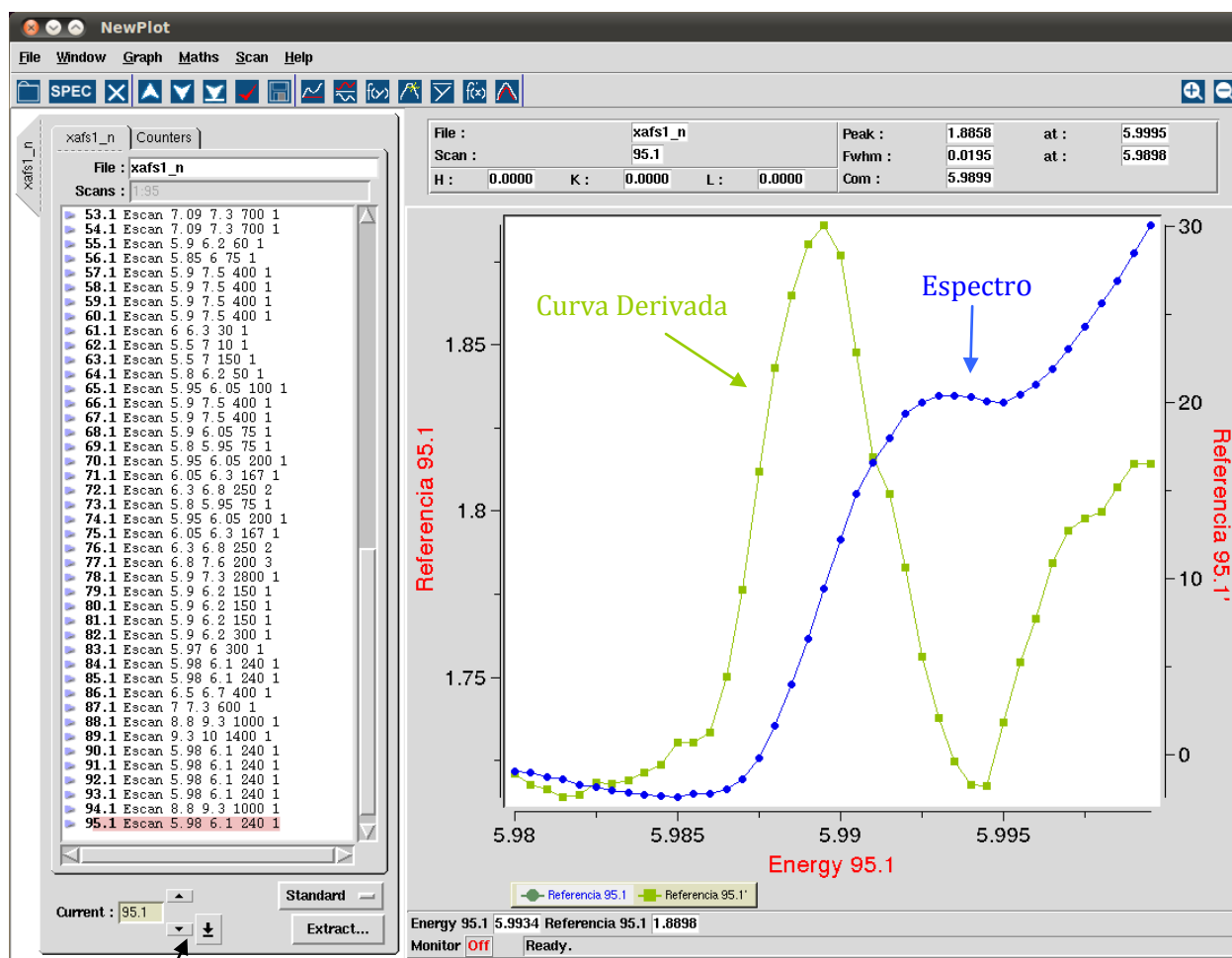


Figura 2 – Software de análise gráfica - NewPlot.

Atualizar

11) Forno.

Os experimentos podem ser realizados utilizando o forno tubular ou o forno capilar. Os valores ideais de PID para as diversas faixas de temperatura estão definidos em seus respectivos macros. Para carregar todos os macros, inclusive os macros dos fornos, execute o comando:

```
FOURC> newmac
```

Realizando o download da configuração do forno:

Forno tubular: *FOURC> tdevice tubular*

Forno capilar: *FOURC> tdevice capilar*

*Para definir a pasta de configuração do forno deve-se definir a Work Folder.
Por exemplo:*

```
WORK_FOLDER= "/home/userxafs1/2011/julho/Junior/testeforno"
```

Para checar qual a Work Folder corrente execute: *p WORK_FOLDER*

Varredura em energia com temperatura fixa (patamar).

- 1) Definir a taxa de aquecimento (taxa de aquecimento máxima = 10°C/min).

```
FOURC> setramp taxa
```

taxa = taxa de aquecimento (°C/min)

- 2) Definir a temperatura alvo:

```
FOURC> atingetemp setpoint x t
```

setpoint = temperatura alvo (°C).

x = limite de variação de temperatura para que a mesma seja considerada estável (°C).

t = tempo de espera para a estabilização da temperatura (s).

- 3) Definir a temperatura alvo com posterior varredura em energia:

```
FOURC> atingetemp setpoint x t; Escan Ei Ef pontos t
```

- 4) Definir a temperatura alvo com posteriores varreduras em energias, cada qual com um passo em energia distinto, podendo fazer uma ou mais aquisições:

```
FOURC> atingetemp setpoint x t; repita y; qxscan Eb t}
```

Exemplo 1: a temperatura irá subir até atingir 150°C, e será considerada estável quando estiver dentro da tolerância de $\pm 10^\circ\text{C}$ por 60 segundos. A seguir serão realizadas 3 aquisições de determinadas varreduras em energia.

```
FOURC> atingetemp 150 10 60; repita 3; Escan 7.020 7.080 30 1; Escan  
7.080 7.180 200 1; Escan 7.180 7.800 620 1}
```

Exemplo 2: a temperatura irá subir até atingir 300°C, em uma taxa de 10°C/min (programada pelo setramp) e será considerada estável quando estiver dentro da tolerância de $\pm 5^\circ\text{C}$ por 60 segundos. A seguir será realizada uma varredura em energia para a obtenção de um espectro.

```
FOURC> setramp 10; atingetemp 300 5 60; qxscan 7112 1
```

Varredura em energia com variação simultânea de temperatura (rampa).

- Realizar varredura em energia durante o aquecimento.
FOURC> setramp T_f taxa; repita y; qxscan E_b t}

*T_f = temperatura final desejada ($^\circ\text{C}$)
taxa = taxa de aquecimento ($^\circ\text{C}/\text{min}$)*

Desativar o forno:

Desligar o forno:
FOURC> toff

Desativar as macros:
FOURC> tdisp none

Outras linhas de comando:

- Parar o forno momentaneamente:
FOURC> tpause

- Retornar ao funcionamento do forno:
FOURC> tcont
- Exibir setpoint/temperatura na amostra/taxa
FOURC> te

Importante: caso precise interromper os comandos “*atingetemp*” ou “*setramp*”, utilizando “Ctrl C” (veja o item 12), é necessário executar posteriormente o comando de desligar o forno (*FOURC> toff*). Somente assim a interrupção será realizada integralmente.

12) Extraindo os dados.

Sair do ambiente Spec:

```
FOURC> u
```

Extrair os arquivos:

```
spec2ascii -1 localdodiretório
```

Exemplo de um local do diretório:

```
/home/userxafs1/2011/Mes/MinhaPasta/ArquivoGeral
```

Retornar ao ambiente Spec:

```
exit
```

No computador ERX23, abra o programa WinSCP.

Host name: 10.0.4.101 (para obter o host name use o comando ifconfig)

User name: xafs

Password: XAFS*04

File protocol: SCP


Fazer o login, e transferir os arquivos de dados para a análise para o computador ERX23.

13) Linhas de comando úteis.

Abaixo estão algumas linhas de comando que poderão ser úteis durante o experimento. **Qualquer dúvida ou insegurança ao realizar determinada ação procure o staff da linha de luz.**

- Contagem de tempo durante comando(s). Ao final da execução do comando será exibido o tempo gasto.

Comando que será executado

FOURC> t0; ; tf

Exemplo: FOURC> t0; repita 3; qxscan 8333 1}; tf

- Interromper qualquer comando em execução (ex.: varredura em energia, movimento de motores, calibração das câmaras de ionização, etc.)

FOURC> Ctrl C

FOURC> sync

* **Sempre** executar este comando após teclar Ctrl+C.

Obs.: Cuidado com os comandos “atingtemp” e “setramp”. Para interrompê-los totalmente deve-se executar logo após o “Ctrl C” o comando para desligar o forno, “toff”.

- Verificar a posição de todos os motores:

FOURC> wa

- Verificar a posição de determinado(s) motor(es):

FOURC> wm motor

Exemplos: *FOURC> wm sh1v*

FOURC> wm sh1v sh1h

14) Macros.

Obs.: Qualquer dúvida ou insegurança ao realizar determinada ação procure o staff da linha de luz.

Para construirmos um macro devemos ter em mente qual a nossa necessidade para a construção da mesma.

Abra o Gedit (ou qualquer outro editor de texto de sua preferência) e digite, linha a linha, todos os comandos necessários. Salve seu macro com a extensão .mac .

Para executar o macro devemos executar o seguinte comando:

FOURC> qdo diretório/nomemacro.mac

Exemplo: *FOURC> qdo /home/userxafs1/2011/Junior/macro1.mac*

Exemplo de construção de um macro:

Finalidade do macro: Realizar três varreduras em energia em uma amostra onde o átomo absorvedor é o Fe ($E_k = 7112$ eV): a primeira varredura para XANES, a segunda para EXAFS até $k = 16$ (aproximadamente, 980 eV depois da borda de absorção) e a terceira para EXAFS até $k = 19$ (aproximadamente, 1400 eV depois da borda de absorção). Após estas varreduras em energia, queremos aquecer a amostra (que está em um forno tubular, inicialmente em temperatura ambiente) deixando-a com 300°C. Após o aquecimento, queremos repetir as varreduras em energia feitas anteriormente, e desligar o forno.

Macro:

```
Escan 7000 7350 700 1  
Escan 7000 7980 980 1  
Escan 7000 8400 1400 1  
setramp 300 10  
Escan 7000 7350 700 1  
Escan 7000 7980 980 1  
Escan 7000 8400 1400 1  
toff
```

Nome do macro: exemplo_macro1.mac