

Manual de operação

Atualizado em 07/08/2017

Sumário

TGM – Toroidal Grating Monochromator	3
Abrindo a linha	3
Procedimento para alinhamento da óptica da linha / alinhamento do feixe	4
Medidas: Total Electron Yield (TEY)	14
Medidas: Excitação ou Fotoluminescência total	18
Medidas: Tempo de persistência luminescente	20
Medidas: Emissão – Espectro 3D	22
Tratamento dos dados	28
Observações importantes	38
Se houver queda de feixe	38
Se houver queda de energia	39

TGM – Toroidal Grating Monochromator

A TGM é uma linha dedicada à espectroscopia e opera na faixa do ultravioleta a ultravioleta de vácuo $(3 - 330 \text{ eV} / \sim 400 - 4 \text{ nm})$. Ela possui três grades, que operam da seguinte forma: Grade 1: 3 - 13 eVGrade 2: 13 - 100 eVGrade 3: 100 - 330 eV

OBS1: A troca de grade só pode ser realizada pela equipe da linha.

OBS2: software de controle geral e operação da linha é o CS-Studio, que está disponível no computador com Linux.

Abrindo a linha

1. Após a injeção e liberação de feixe pela sala de controle (acompanhar nos televisores ao longo do hall experimental – as injeções ocorrem às 8 e às 19h), ir até o painel de acionamento da linha, apertar o botão "2/3" "Abrir linha", conforme mostra a Figura 1.



Figura 1. Painel de acionamento da linha.

2. Na sequência, acionar os demais botões, de modo que todos os LEDs fiquem verdes, conforme mostrado na Figura 2.



Figura 2. Painel de acionamento da linha.

3. Aguardar aproximadamente 30 minutos, para que haja o aquecimento da óptica da linha. Enquanto aguarda ver procedimentos de 1-7 da próxima sessão.

Procedimento para alinhamento da óptica da linha / alinhamento do feixe

O que é isso?

É a otimização da óptica da linha para a maximização da intensidade do feixe usado para irradiar a amostra.

Quando fazê-lo?

- Após cada injeção;
- Aproximadamente a cada 3h (três horas) de medidas. Isso é importante de ser verificado, pois fatores como o decaimento natural do feixe e movimentação dos motores podem fazer com que haja perda significativa de fluxo. A otimização periódica garante o máximo fluxo ao longo do turno de medidas.

Qual o procedimento para o alinhamento?

- 1. Verificar os itens abaixo antes de iniciar o procedimento de alinhamento!
 - Se estiver usando filtros sólidos, tirá-los da frente do feixe. Se estiver trabalhando com o filtro de gases, mantê-lo como está.
 - 1.2. Para retirar os filtros sólidos: clicar na aba "Beamline Aligment", em "Solid filters", "Off Filter" conforme mostrado na Figura 3.



Figura 3: Interface do CSS – Aba "Beamline Alignment"

- 2. Se estiver realizando medidas de excitação/fotoluminescência total, baixar a tensão na fotomultiplicadora.
 - 2.1.Baixar lentamente, a cada 100 V, a tensão na fonte de alimentação da fotomultiplicadora, conforme marcado na Figura 4.



Figura 4: Aparato para medidas ópticas em modo de excitação ou resolvidos no tempo.

- 3. Selecionar para a ordem zero (modo de reflexão total da grade de difração):
 - 3.1. Na aba "Beamline Aligment" e em "Monochromator"
 - 3.2. Clicar em **ZERO ORDER**, conforme a Figura 5, e se os itens anteriores estiverem ok, confirmar a operação em "Yes"



Figura 5: Interface do CSS – Aba "Beamline Alignment"

- 4. Posicionar o fotodiodo (entre a câmara de amostras e o terceiro espelho), em frente ao feixe.
 - 4.1. Na aba "Beamline Alignment" clique me "I0 Detector" e escolha a opção "**PHOTODIODE**" conforme mostrado na Figura 6.



Figura 6: Interface do CSS – Aba "Beamline Alignment"

 Na aba "Detectors", escolher o detector K6514B e ajustar o fundo de escala ideal para o alinhamento, conforme a Figura 7.



Figura 7: Interface do CSS – Aba "Detectors"



6. Selecionar o K6514B como detector na aba "Beamline Alignment" (ver Figura 8).

Figura 8: Interface do CSS – Aba "Beamline Alignment"

- 7. Otimizar a corrente lida no detector **K6514B**:
 - 7.1. Ajustar o MONOCHROMATOR usando os sinais de +/ -
 - 7.2. Ajustar o FIRST MIRROR usando os sinais de +/-
 - 7.2.1. Os processos 7.1 e 7.2 devem ser realizados de forma ITERATIVA até o máximo sinal de corrente e a maior estabilidade seja alcançada. Sempre terminar com o ajuste do MONOCHROMATOR. Ver Figura 9.



Figura 9: Interface do CSS – Aba "Beamline Alignment"

- 7.3. Habilitar o botão e clicar (3 vezes) "DEFINE ZERO" conforme mostrado na Figura 10.
- 7.4. Salvar os parâmetros na caixa "OBS" (caixa de texto que fica abaixo do gráfico de observação da intensidade de corrente medida pelos detectores). Nesta aba, por favor, escreva o nome de quem realizou o alinhamento, a corrente medida, fendas e a corrente do anel. Tecle "Enter" e clique em: Write Position. Ver Figura 11.
- 7.5. Clicar em na aba "I0 Detector", selecionar a opção "Off beam" para retirar o fotodiodo da frente do feixe e liberar a linha para o experimento.



Figura 10: Interface do CSS – Aba "Beamline Alignment"

7.5.1. Atenção: o CURRENT POSITION e ENCODER devem ficar zerados após a definição do "ZERO". Caso não estejam zerados, clique DEFINE ZERO novamente.

7.5.2. X: NUNCA clique DEFINE ZERO fora do processo de alinhamento do feixe.

7.6. Depois de clicar em **DEFINE ZERO** desmarcar a caixa à direita, para desabilitar o botão.

TOM USER v12.opi 33 Describe Algment Detectors Hermonic Filter Scans Lifetime Temperature Motor scan Algment Geating	Cire Mentering Ecsentmental Grash Internetic fiber Internetic Alter 2016-04-05 Menager Central Password
Monsolhromation: INFINETE Current Grating: Grating 1 Current Position: 0 dieg ZERO ORDER: + - DEFINE ZERO Encoder: 0.0605	
Having: OFF STOP	8 2000 D.
Noving: OFF -	0.0006611 1.277866 1.2965 1.366 1.3166 1.3266 1.3266 1.3466 1.3566 1.3666 1.37786 1.37786 Time Carrert Measurement Detector Carrert Measurement Carrert Measurement
Relative Moving: Displacement: 0.00000 mm OFF	Cere ptaillions of Optical Elements: DBS Mariol-Single Burch Grade 1, Ianel=7.3mA, feedes 1000ure, PO J8=34.6uA Write Positions Write Positions Pressure Mario 1.20.10 ptar Pressure Hermonic's Latter and Pressure Exp. 5.50.0 ptar
Ring Current: 252.6 toA Game Shutter: 🥃 Beanline Status:	Pressure Henre: 3.72-30 willar Filter: L472-8 millar Chamber: 5.32-8 willar

Figura 11: Interface do CSS – Aba "Beamline Alignment"

Medidas: Total Electron Yield (TEY)

Que tipo de medidas é esse?

É a medida da corrente de reposição num sistema, após a ionização da amostra. Nesse modo de detecção o sinal obtido é diretamente proporcional à absorção da amostra.

OBS: É um tipo de medida dedicado a estudos sobre a absorção de amostras condutoras, quando estas são ionizadas pelo feixe de radiação síncrotron.

Na preparação da amostra, é necessário que esta seja presa ao porta-amostras através de um fita ou cola condutora e utilizável em condições de ultra alto-vácuo (pressões menores $< 10^{-6}$ mbar), a exemplo da fita de carbono ou fita prata para que não haja perda de sinal amostra. Caso a amostra esteja na forma de pó e se trate de um isolante, lembrar de que quando mais fina a amostra melhor poderá ser o sinal gravado. **OBS**: Na hora de montar o porta-amostras, certificar-se de que há continuidade elétrica entre a placa em que estão as amostras e o conector do sinal de TEY e descontinuidade entre a placa e a estrutura do porta-amostras e da estrutura em que o mesmo será preso. Em caso de dúvida, peça ajuda à equipe da linha.

Qual o procedimento para adquirir os dados no modo de TEY?

 Na aba "Scan" – "New Energy" digitar um valor entre 3 e 16 eV (faixa coberta pela Grade 1, por exemplo. Caso esteja trabalhando com outras grades, respeitar o intervalo de energia coberto por cada uma delas).

Name: Insert path mber of ranges: 1 Basic Ocean Optics final configuration date Photodisde (A) ringcurrent (mA) time 1 0.0 0.0 1.0 1.0	Current Energy (eV): WPINTE Calibrate Energy(eV): New Energy (eV): 0 15.26 STOP Current Grating: Grating 1 Calibrate Calibrate Grating 2: 3 - 13 eV Grating 2: 13 - 100 eV Grating 3: 100 - 330 eV
Start Scan	Graph 500 500 500 500 500 500 500 50
Stop Scan	Cray Grapht Detectors: Disable Pressure: Disable

Figura 10: Interface do CSS – Aba "Scans"

2. Selecionar a janela de trabalho – filtro usado na excitação:

Filtro	Posição (mm)	EInicial (eV)	E _{Final} (eV)
Vidro	- 25	3,0	5,0
Quartzo	- 35	4,5	8,5
MgF ₂	- 15	5,6	11,2
Kr	-	7,5	14,1
Ar	-	8,0	15,7
Ne	-	11,0	21,6
Misturas de gases	ou pink beam com filt	ros de gases – contate	a equipe da linha!

- 2.1. Se for trabalhar com filtros sólidos:
 - 2.1.1. Clicar na aba "Beamline Aligment" e em "Solid Filters"
 - 2.1.2. Selecionar o filtro desejado, conforme a Figura 11, clicar no filtro e aguardar 2 min até o posicionamento automático do mesmo.



Figura 11: Interface do CSS – Aba "Beamline Alignment"

2.2. Se for utilizar o filtro de gases, **veja o procedimento** para inserir e retirar filtro de gases na sessão correspondente!

e Name: Insert p inder of ranges: I inder of scans: I engy Range Configurat onge Start (cV) 1 0.0 3 4 5 6 7 8	ath 1 1 5600 Final (4W) 0.0	Step (eV)	Reset nan Optics Time (a) 1.0	Signal Configuration date Photodiode (A) ringcurrent (mA) time Select	Current Energy (eV): INFINITE New Energy (eV): 0 Current Grating: Grating 1 Mono Stopped OFF Crash	Calibrate ExerpteV)	STOP EVITON STOP Grating 1: 3 - 13 eV Grating 2: 13 - 100 eV Grating 3: 100 - 330 eV	
Stop Scan					Clear Grapht Detect	SignalPressure Iors: Disable Pre	ssure: Disable	

2.3. Ajustar as configurações da medida, na aba "Scans" (Figura13)

Figura 12: Interface do CSS – Aba "Scans"

- 2.3.1. Escolher nome da amostra .dat (não usar símbolos especiais, espaço, acentos, etc.) Teclar "Enter" ao final da escrita do nome da amostra, para que a operação seja salva.
- 2.3.2. Ajustar o número de "Scans"
- 2.3.3. Ajustar em RANGE os parâmetros Inicial (eV), Final (eV), Step (eV) eTime (s) (lembrar de sempre teclar "Enter")
- 2.3.4. Na aba "Detectors", de forma semelhante ao que foi feito durante o procedimento de alinhamento do feixe, selecionar o detector usado na aquisição dos dados: K6514A (TEY Total Electron Yield) e ajustar o fundo de escala.
- 3. Se estiver tudo Ok \rightarrow Apertar Start Scan.

Medidas: Excitação ou Fotoluminescência total

Que tipo de medidas é esse?

É o tipo de medidas que resulta da coleção de toda a luz emitida por uma amostra luminescente, na faixa do ultravioleta próximo, visível e infravermelho próximo (~200 a 900 nm), quando a amostra é exposta a uma forma de energia, a exemplo da luz ultravioleta extraída na linha TGM.

O sinal luminescente, referente à luminescência da amostra (~200 a 900 nm), numa varredura de energia, é integrado e convertido em corrente elétrica. Esse sinal varia em função da energia de excitação permitindo que regiões em que o material apresenta absorções/excitações sejam identificadas.

Esse conjunto de dados fornece informações sobre o perfil de excitação do material quando monitorada a luminescência total da amostra.

OBS: A emissão a ser integrada, pode ser selecionada a partir do uso de filtros passa bandas na emissão. Contate a equipe da linha para verificar quais filtros estão disponíveis e ter informações sobre a transmitância de cada um deles.

É importante, que pelo menos um filtro de vidro (corte Low Pass ~300 nm) seja usado na emissão para evitar artefatos oriundos da luz espalhada, caso a região de medidas seja na faixa de energia entre 3 e 6 eV.

Qual o procedimento para adquirir os dados no modo de excitação?

- 1. No computador com **LINUX**, de forma semelhante à medida de TEY, na aba "Scan" "New Energy" digitar um valor de energia coberto pela grade que estiver sendo utilizada para o experimento.
- Selecionar a janela de trabalho filtro usado na excitação. Ver procedimento na descrição para medidas de TEY (item 2).
- Se for usar filtro na emissão, escolher o filtro (na caixa preta que está sobre a mesa óptica, ao lado da maleta ou slides com filtro variável) e posicioná-lo no suporte entre as duas fibras ópticas que estão na maleta da fotomultiplicadora.
- Certificar-se de que todos os "View Ports" da Câmara estão fechados/cobertos e que o monocromador não está em Ordem Zero (ZERO ORDER).

 Subir lentamente a tensão na fotomultiplicadora (Figura 13), com passos de 100 V (em média, esperar ~30 s para subir mais 100 V).



Figura 13: Aparato para medidas ópticas em modo de excitação ou resolvidos no tempo.

- 6. Ajustar configurações da medida:
 - 6.1. Selecionar o detector usado na aquisição dos dados: K6514C (PL Total Fotoluminescência Total)
 - 6.2. Na aba "Detectors" ajustar o fundo de escala do detector.
 - 6.3. Na aba "Scan", escolher nome da amostra .dat (não usar símbolos especiais, espaço, acentos, etc.) Teclar "Enter" ao final da escrita do nome da amostra, para que a operação seja salva.
 - 6.4. Ajustar o número de "Scans"
 - 6.5. Ajustar em **RANGE** os parâmetros Inicial (eV), Final (eV), Step (eV) e Time (s) (lembrar de sempre teclar "Enter")
- 7. Se estiver tudo Ok \rightarrow Apertar Start Scan.

Medidas: Tempo de persistência luminescente

Que tipo de medidas é esse?

É o tipo de medidas em que são monitorados o *rise time* e o perfil de decaimento luminescente de um material persistente. Nesse modo de medidas, somente amostras com tempos de decaimentos maiores que alguns segundos são analisadas.

Qual o procedimento para adquirir os dados no modo de Lifetime?

fe Time	Graph								_
	1838 3					_		_	
Current Energy (#V): 99999999 Current Grating: Grating	9.5637								+-
	9637	++		-+-+					+-
File Name: Insert path	8.5837			-+-+					+
	8637								
Detector	7.5637								
13	7837								÷
Background Counting: -100.0	6.5£37								+-
Monochromatic Number	6E37								+
(x=0.1s)	€ 5.5837								+
line Step (s): 0.1	5 SE 37								+
	54.5237								÷
Inve Shutter OFF (s): 5.0	4637			-+-+					+-
	3.5837	++		+					+-
(<505)	3£37								
	2.5637								
tatus: INFINITE	2837								
	1.5837								+-
	1637								+-
O Start Acquisition	5636								
	0 5 10 15 20	25 30 35 4	3 45 50 55	60 65	70	75	ND P	50	95 10
			Time	,					
	######	-0	urrent Heasarement						
g Current: 0.7 mA Gama Shutter: 🍘 Beandine Sta	Pressure Mono: SE-10	vBar Pressure I Filter:	Harmonic's 1.66	4E-8 mBar	,	Charr	ure Exp. sber:	1.28.7	mBer

1. No computador com **LINUX**, na aba "Life Time", conforme a figura 16:

Figura 16. Interface CSS, aba "Life Time"

- 2. Definir:
 - 2.1. Nome do arquivo em "File name" e teclar *enter*.
 - 2.2. Energia de excitação para a medida de decaimento em "Energy"
 - 2.3. O "Background Counting" deve ser mantido em -100 ou num valor limite a ser alcançado pelo detector, considerando-se um sinal em que não haja mais luz emitida

pelo material. Tipicamente a fotomultiplicadora R928 opera com corrente de fundo da ordem de 20.10⁻⁹ A.

- 2.4. Accumulation Time (em segundos) representa o tempo que cada ponto na curva será acumulado. Esse valor precisa ser maior ou igual a 0.1 s.
- 2.5. Time Step (em segundos) representa o passo na escala temporal da curva de decaimento luminescente. Recomenda-se usar o valor mínimo de 0.1 s.
- 2.6. Time Shutter OFF (em segundos) representa o tempo em que a amostra não deve ser exposta antes de iniciar a curva de *raising time* e sequente curva de decaimento.
- 2.7. Time Shutter ON (em segundos) representa o tempo em que a amostra deve ser mantida sob exposição antes de monitorado o decaimento. Nessa função, é possível observar o *raising time* de uma amostra.
- 3. Ver procedimento na descrição para medidas de TEY (item 2).
- 4. Se for usar filtro na emissão, escolher o filtro (na caixa preta que está sobre a mesa óptica, ao lado da maleta ou slides com filtro variável) e posicioná-lo no suporte entre as duas fibras ópticas que estão na maleta da fotomultiplicadora.
- Certificar-se de que todos os "View Ports" da Câmara estão fechados/cobertos e que o monocromador não está em Ordem Zero (ZERO ORDER).
- Subir lentamente a tensão na fotomultiplicadora (conforme mostrado na seção de sobre medidas de Excitação), com passos de 100 V (em média, esperar ~30 s para subir mais 100 V).
- 7. Se estiver tudo Ok, no computador com LINUX, na aba "Life Time" \rightarrow Apertar Start Acquisition.
- 8. O botão **Stop Acquisition** deverá ser usado para encerrar a medida após um tempo "x" definido pelo usuário.

Tratamento de dados de tempo de persistência:

No Origin:

Criar duas colunas novas.

Na coluna F, adicionar a seguinte equação: (col(D) – valor da primeira linha da coluna D)/1440 Na coluna G, adicionar a seguinte equação: -col(A)/col(C), ou seja, - tensão da fotomultiplicadora dividido pelo valor da corrente do anel.

Plotar Col(F) = X e col(G) = Y

Medidas: Emissão – Espectro 3D

Que tipo de medidas é esse?

É o tipo de medida que resulta no perfil da emissão da luz emitida por uma amostra luminescente, na faixa do ultravioleta próximo, visível e infravermelho próximo (~200 a 900 nm), quando a amostra é exposta a uma forma de energia, a exemplo da luz ultravioleta.

Qual o procedimento para adquirir os dados no modo de Scan 3D?

1. Na aba **SCAN**, selecionar energia em que a aquisição da excitação e emissão irá ocorrer. E na aba **BEAMLINE ALIGMENT**, escolher o filtro de estado sólido que melhor atende o experimento (Quartzo ou MgF₂).

I Start (eV) Final (eV) Step (eV) Time (s) Step (eV) Ste	Current Energy (eV): 0 STOP BUTTON Herr Energy (eV): 0 15.26 STOP Current Grating: Grating 1 Calibrate Grating 1: 3 - 13 eV Mono Stopped OFF Grating 3: 100 - 330 eV
z 3 4 5 6 7 8 Stiert	Greph 200 30 30 30 30 30 30 30 30 30
© Stop Scan	Signal Pressure Clear Craph Detectors: Disable Pressure: Disable sure Monoj 3.7E-10 mBar Pressure Namonic's 1.467E-8 mBar Pressure Exp. 5.2E-8 mBar

2. Fechar o **SHUTTER**.

Pode ser por dois modos: na Aba LIFETIME e clicar no botão SHUTTER (figura da esquerda) OU ir no rack e apertar o botão OBTURADOR MONOCROMÁTICO (figura da direita).



3. Abrir software *OceanGUI* e *ScanOcean*.



4. No software OceanGUI. No campo INTEGRATION digitar o tempo de integração desejado (>

10s).



5. Com o SHUTTER fechado. No campo ACQUISITION MODE, selecionar DARK SPECTRUM. Ativar o campo DARK CORRECTION. Em seguida, clicar no botão ACQUIRE.



6. Mudar o campo **ACQUISITION MODE** para *Continuous*. E clicar em **ACQUIRE**. Verificar se a linha base está ao redor de 0.



7. Abrir o *shutter*, ir na aba *Lifetime* e clicar no botão *shutter* ou ir até o rack e apertar o botão Obturador monocromático.



8. Verificar se o espectro de emissão está dentro da escala (< 60000 contagens). Caso a intensidade do espectro de emissão da amostra seja maior que o limite de detecção do espectrômetro, diminuir o tempo de integração. E repetir os passos 3, 4 e 5. No **Acquisition mode** mudar para **SINGLE.**



9. No programa **ScanOcean**, ajustar parâmetros: *Initial (eV), Final (eV), Step (eV) e Counting time (s)*. Toda vez que for mudar um valor, apertar *Enter*.

10. Clicar em *Choose Path*.,

	and the second	An and the second second	
I		- 	
TOM CHANNELICSS			
26	Scan JOM		
	2001 - 1010	Seve Parameters	
Counter ocean	(+)	Load Parameters	
Path	Choose Pr	ath .	
Matar monu	0		
had been	(141) Black Cont	Taustine Test (c)	
1.4.5 0.8	0.05	10 STD1	
er (1.00		
		Training 1	
Time Expected: 0:00,00		Add Line	
Output:			
67.0000 7.8409 148,2470 1.0 98.0000 7.8409 148,2470 1.0	000 8366 0000 8366 0093 6	1000-0000 E300-0000 E300-0000	
09.0000 7.9499 149.2040 1.0 20.0000 7.9499 149.2040 1.0	000 5451,0000 5451,0000 5	5451.0000 5451.0000 5451.0000	
Evid time: 2017-08-01 03:020	15.185361		
			10

11. Escolher caminho de destino para salvar o arquivo da análise e clicar em *Open*.



12. Clicar em *Start* para iniciar a coleta dos dados.

		Annahanna ana	-		()caas	Optics - 084500	0 - PyDM				
		responsible to the	Rie View			abore deres					
6		_	Cauch far a day	dav						and Lines	
m's Home	TE		[surents a si	Scott - TOM						- Partie	-
_ 5		-		5048 - 10H	C On a Design			Dark Corr	ected Spectru	m	
		Counter acean		\$	Save Paran	HEATS	P)				
stanage					Lead Paran	veters	•				
		Path 0/2017/54	imestre_2@effersor	VLUC05 Choose	e Path		p -				
<u>~</u>		Motor mono									
		11010									
					i de stier Bernint I		[]				
A		Prilie HO	Piñal NIO	5060 GPV	Courting Tarrier Ist	Start	Ĩ.				
-			0	81.0010	174						
						Pause	200		600 760		***
						Paune	2 1000000000000000000000000000000000000	00 500	600 788	800 800	**
M logbook						Perre	2 mprinet.iken	aa saa	600 760	SCO SCO	
M logbook Solo		Time Expected: 0	:00.00		Add Line	Pause	a marine fuller	oo soo ce Path	500 700	Select	•••
M kopbenk		Time Expected: 0 Ovtput:	×00.00		Add Line	Paure	a <u>159.0</u>	oo Soo ce Path Pilename	and an and a second sec	Select	
M logteok S nri logteok		Time Expected: 0 Output: 69.0000 7.6469 1	100.00 21.29e0 L000 13	398.000 13398.0	Add Line	Pecre Pecre Resume	mathematical and a 200 4 mit Luminescen 159.0 159.0	oo soo e Path Pilename Runs	trop esultot	Select	
M koptensk Sen Koptensk		Time Expected: 0 Output: 68.0000 7.6468 1 13398.0000 71.0000 7.6588 1	100.00 21.2960 L.0000 13 21.2810 L.0000 11	268.0000 12266.0	Add Line	Pecre Pecre Resume	mathematical and a second	ce Path Pilenama Ruma	tmp eresult.txt . Average	Select	
M logbook Ni logbook		Time Expected: 0 Output: 68.0000 7.6468 1 1398.0000 75.0000 7.6468 1 13728.0000 Feed time: 2017.01	00.00 21.2960 L.000 13 21.2810 L.0000 11 8-32 00/03/20.813	298.0000 12296.0 729.0000 11729.0	Add Line 2000 12396.0000 13398 2000 11729.0000 11729	Deco A	8 martinet 1.3 m 260 4 mit Luminescen 3 159.0 3 159.0 3 159.0 4 159.0	ce Path Pilename Rums	tmp executor Average Aquire and 5	Select	
Af logbook South Cogbook South State South State South State South State South State South State South State South State South State		Time Expected: 0 Dutput: 69.00007.04692 13398.0000 70.00007.05092 13729.0000 End time: 2017-0	00.00 21.2000 L.0000 12 21.2010 L.0000 11 8-32.00:50.20:833	2968 8000 12356.0 729 0000 11729.0 996	Add Line	0000 0000	2 matrixed bits mit Luminescen 3 159.0 3 159.0 3 159.0 3 159.0 3 159.0	ce Path Pilename Pure	anisolation 600 tmp resulttet 1 Average Aquire and 5	Select	
M keytenk.		Time Expected: 0 Defpx1: 66.0000 7.9499 1 13398.0000 79.0000 7.9698 1 13728.0000 End time: 2013-0 End time: 2013-0	12 200 50 21 2000 1.0000 12 21 2010 1.0000 11 0.02 00:90 20 333 12 Dark Corrects	2008.0000 122000. 7229.0000 11729.0 000 an 🗌 Trigger	Add Line 2000 12366.0000 13368 2000 11729.0000 11729 Region 5	Pesure Pesure 0000 0000 200338 [9943	a 159.0 a 159.0 a 159.0 a 159.0 a 159.0 a 159.0 b 159.0	ce Path Pilename Rume	soo 760 (mp result of Average Aquire and 5	Select	
M keybook ev legbook wegsteattee cocket proj		Time Expected: 0 Dutput: 66.0000 7.5459 1 3398-0000 79.0000 7.9699 1 31728-0000 End time: 2017-0	100.00 21.2000 1.0000 12 21.2010 1.0000 11 6-32.00:50 20.835 52 Dark Corrects	2000. 0000 122000. 729.0000 11729.0 900 910 Thigger Account	Add Line 2000 12266.0000 13268 2000 11729.0000 11729 Region 5 Full Spectrum		a 159.0 a 159.0 a 159.0 a 159.0 a 159.0 a 159.0 b 159.0 b 159.0	en en di soa soa e Path Pienama Ruma	tmp execution Aquire and 5	Sere	
M koptook en koptook		Time Expected: 0 Oxfpxf: 13398-0000 75-0000 7 5098 B 11728-0000 End Sine: 2017-0 End Sine: 2017-0	00.00 21.2000 1.0000 12 21.2010 1.0000 11 0.02 00:50 20.833 12 Dark Corrects	2008.0000 122000.0 7229.0000 11729.0 900 arr Thigger Acquire	Add Line 2000 13366 0000 13368 2000 13729 0000 13729 Regich 5 Nil Spectrum	Pause Pesure Pesure 2000 200.318 964.3	a 199.0 a 199.0 a 199.0 a 199.0 a 199.0 a 199.0 b 199.0 199.0	e Path Pilename Rums	and the second s	sere	

Tratamento dos dados

 Importar os dados de excitação do Salicilato de Sódio. Dividir a coluna da PMT pela corrente do anel. (-col(B)/col(c))

2. Em outro worksheet, colar os resultados das divisões entre os valores da PMT pela corrente do anel e tirar a média.

3. Selecionar a col(A) [ENERGIA] e col(média) [do salicilato de sódio]. File \rightarrow Export \rightarrow ASCII...



4. Escolher o arquivo de destino e salvar.



5. Caso o arquivo do salicilato esteja com vírgula (,) como separador decimal, substituir por ponto (.) para garantir que o script funcione. Isso pode ser feito no Origin ou, manualmente, no Wordpad ou qualquer outro editor de texto.

6. Criar uma pasta no Desktop para alocar os documentos que serão tratados. O arquivo contendo os dados do salicilato de sódio deve estar nessa pasta.

7. Copiar o arquivo XXX.hdf da amostra 3D a ser tratada na pasta que está localizado no Desktop, não esquecer de renomeá-la.

8. Abrir Command Prompt, definir destino onde os arquivos estão alocados e digitar:

Python ..\normOcean.py SalicQuartz.dat nome_da_amostra.hdf Em seguida apertar *Enter*.



Observação: O nome do arquivo dos dados do salicilato de sódio pode variar, ao digitar o nome do arquivo no Command Prompt atente-se a este detalhe.

9. Ir na pasta onde o arquivo da amostra foi convertido e clicar duas vezes para abri-lo no software

PyMca.

- 10. Clicar duas vezes em:
- axis_energy;
- axis_ocean;
- data_standard.



11. Marcar as lacunas como demonstrado abaixo. Clicar em *add 2D*.



12. Clicar no ícone do disquete e clicar em *Image Data*.



- 13. Escolher destino para salvar o arquivo e *Enter*.

14. Abrir o Origin e importar o arquivo Amostra_XX.dat

15. Selecionar a coluna C(Y). Clicar com botão direito e seguir os seguintes passos: Set As \rightarrow Z.



16. Selecionar todas as colunas e seguir os passos: Worksheet \rightarrow Convert Matrix \rightarrow XYZ Gridding \rightarrow Last used.

\$2661+1 + #J	Las Success	A* A* 4*	
and the second	Che Reported.		
	Street Substant Dates	(Transportation)	
	And Opine that Series	AN	Water of States States States and
	ipti Poklashi.	Long Name and Design and Address of Manager	
	Querral Colorest.	Company Contract Contract	
	Nexe (alubritum.	Tarrent Control of Con	
	Asperdant.		
	[argen		
	Connet to got.	Coart +	
	100 loans view and	Extent	
	[202 Bridding start met-	A Designed by a	
	200 beams canada.	The last by the second second	
	Thread Drivers watching		
	§ Farmon Digitalized Form	11. CON 11. CO	
	Chempen Gelade	(1) (m/m)	
Els 130-14	attrest chartment-	Contraction of the second s	
	1 - 10 - 10 - 10 - 10 - 1 - 1 - 1 - 1 -	人名阿加 未得 化化物 未来 未 人名卡莱斯 人名英格兰 计计算机	and the second
/ · / · / · • • · [] · ·	······································	ノの図具構造など整備手車への六手関係展開に目前開展」	

17. Clicar em Matrix \rightarrow Set dimensions



18. Na janela Data Manipulation\Matrix:mdim digitar

First X: 4.5

Last X: 8

First Y: 200.31

Last Y: 994.85

Observação: Os valores de First X e Last X dependerão da faixa de energia do experimento.

Observação 2: Para o Quartzo: First X: 4.5 e Last X: 8.

Para o MgF₂: First X: 6.0 e Last X: 10.0





19. Selectionar todos os dados e seguir os seguintes passos: Plot \rightarrow 3D Surface \rightarrow Color Map Surface

20. Ajustas os eixos x e y. Minimizar a janela do gráfico e seguir os seguintes passos: Graph \rightarrow Speed Mode \rightarrow Last used.





21. Renomear os eixos para Excitação (eV) e Emissão (nm). Ajustar o eixo Z.

Observações importantes

- CUIDADO AO DEFINIR ORDEM ZERO (ZERO ORDER);
- NUNCA EXPOR A FOTOMULTIPLICADORA À ORDEM ZERO, LUZ AMBIENTE (abrir view port) ENQUANTO ESTIVER COM TENSÃO;
- SUBIR A TENSÃO NA FOTOMULTIPLICADORA DEVAGAR;
- NUNCA EXPOR OS FILTROS SÓLIDOS À ORDEM ZERO,;
- LIGAR O ESPECTRÔMETRO 1 HORA ANTES (127 V);
- TODA E QUALQUER OPERAÇÃO QUE ENVOLVER A FOTOMULTIPLICADORA DEVE-SE TOMAR CUIDADO COM A TENSÃO (se a tensão está ou não ligada).

Se houver queda de feixe

- ✓ Baixar a tensão na fotomultiplicadora (até 0 V)
- ✓ Fechar a válvula gate manual (entre o I0 e câmara de amostras)
- ✓ No computador com LINUX, na aba "Beamline Alignment"
 - Em "Solid Filters" \rightarrow clicar "off filter"
 - Em "Monochomator" → Clicar "Zero Order"

Se houver queda de energia

As soon as observed a power surge: **close** the **manual valve** between the Standard Sample Chamber and the I-zero of TGM beamline.





1. Turn on the thermal bath circulation;

2. Restart the vacuum pumps according to each specific procedure:

Differential pressure system

- a. Check if the pre-vacuum valve is open;
- b. Turn on the differential turbo pumps' electronics (DIF1 and DIF2) by pressing START;



- c. Wait until these pumps controllers reach 1500 Hz;
- d. Open the differential valves (1 and 2) at the beamline rack (VÁLVULA DIFERENCIAL 1 E VÁLVULA DIFERENCIAL 2).



Gás injection system

a. Check if mechanical pump is turned on;



- b. Turn on the turbo pump pressing START at the electronic of this pump;
- c. Wait until the turbo pump controller reaches 1500 Hz.

I-zero section

- ON OFF IUV 9 DTRONIK NT
- a. Check if mechanical pump is turned on;

- b. Open the pre-vacuum valve: press the "reset" button;
- c. Turn on the turbo pump pressing START at the electronic of this pump.

Standard Sample Chamber

a. Check if mechanical pump is turned on;



- b. Turn on the turbo pump pressing START at the electronic of this pump;
- c. Wait until the turbo pump controller reaches 1500 Hz.