

CRG-FAME MODE D'EMPLOI

7 juillet 2016

Le mode d'emploi est en ligne à l'adresse :

<http://www.esrf.fr/UsersAndScience/Experiments/CRG/BM30B/ModeOp.pdf>

Site de la ligne : <http://www.esrf.fr/UsersAndScience/Experiments/CRG/BM30B/BM30Bb-en.html>

Table des matières

1	Description de la ligne	11
1.1	L'optique	11
1.2	Fentes de délimitation de faisceau	12
1.2.1	Fentes propres à l'optique, fentes dites « Patisson »	12
1.2.2	Fentes propres à l'expérience « JJ-Xray »	12
1.2.3	Ouvertures et offset des fentes	12
1.3	Monochromateur	12
1.4	Miroirs	14
1.5	Pourquoi... l'intensité du faisceau n'est-elle pas uniforme ?	15
1.6	Les stations d'expérience	16
2	Démarrage d'une expérience	18
2.1	Ouverture / fermeture du faisceau	18
2.2	Paramètres de la session EXAFS	18
2.2.1	Paramètres des fichiers	19
2.2.2	Paramètres du monochromateur	20
2.2.3	Paramètres de mesure	20
2.2.4	Paramètres de scan	20
2.2.5	Différents détecteurs	22
2.3	Pourquoi... l'avant-seuil d'un spectre mesuré en fluorescence décroît ?	23
2.4	Commandes utiles	24
2.4.1	Changement d'énergie / obtention de l'énergie	24
2.4.2	Arrêt d'un scan : Ctrl C	24
2.4.3	Mouvements d'un moteur / scan	24
2.4.4	Choix du détecteur pour l'affichage	25
2.4.5	Positionnements de l'échantillon et du détecteur	25
2.4.6	Paramètres des réglages de la ligne	26
2.4.7	Quelques macros simples	27
2.4.8	Lancement de l'acquisition d'un spectre EXAFS	28
2.4.9	Acquisition de spectres de fluorescence	29
2.4.10	En résumé...	30
3	Station micro-faisceau	31
3.1	Lancement de la session micro-faisceau	31
3.2	Principe général et implantation	31
3.3	Mouvements et motorisations	32
3.4	Cartographie de fluorescence X	33
3.4.1	Mise en œuvre	33
3.4.2	Exemple d'utilisation (sous forme de macro par exemple)	33

4	Spectromètre à cristaux analyseurs	34
4.1	Spectromètre à cristaux analyseurs	34
4.1.1	Sélectivité en énergie	34
4.1.2	Géométrie de Johann	35
4.2	Description du spectromètre	36
4.2.1	Mouvements	36
4.2.2	Pilotage des moteurs	37
4.3	Paramètres de l'expérience	38
4.3.1	Choix des cristaux	38
4.3.2	Paramètres de mesure	40
4.3.3	Mouvements de l'échantillon	40
4.4	Réglage du spectromètre	41
4.4.1	Alignement sans faisceau	41
4.4.2	Point de focalisation	42
4.4.3	Principe général du réglage	42
4.4.4	Pour commencer : le cristal de référence	43
4.4.5	Poursuite du réglage	44
4.4.6	Les amplitudes des scans : exemples de profil	44
4.4.7	Commandes utiles	45
5	Dépannage de la ligne	46
5.1	Ouverture du faisceau	46
5.2	Perte de faisceau : angle entre les deux cristaux du monochromateur	47
5.2.1	A l'aide du moteur acc	47
5.2.2	A l'aide du piézoélectrique	47
5.3	Messages d'erreur dans la session EXAFS	47
5.3.1	Alimentation des moteurs éteintes	47
5.3.2	Erreur de serveur	47
5.3.3	Erreur de serveur (bis)	48
5.3.4	Erreur sur le serveur du MCA	48
5.4	Démarrage des applications de la station de contrôle	49
5.5	Problèmes liés à la détection	50
5.5.1	Si le nombre de coups mesuré par les diodes est très faible	50
5.5.2	Si aucun des détecteurs ne mesure des coups	50
5.5.3	Si le détecteur Canberra ne mesure pas de coups, ou mal	50
5.6	Arrêt d'un spectre en cours d'acquisition	51
5.6.1	Arrêt causé par un problème réseau	51
5.6.2	Arrêt causé par l'activation d'une sécurité	51
5.7	En résumé, si le spectre s'arrête ou ne peut démarrer	52
5.8	Redémarrage complet de la ligne après une coupure électrique	52
5.8.1	A faire pendant la coupure (ou si possible avant)	52
5.8.2	Redémarrage des ordinateurs	52
5.8.3	Redémarrage des pompes ioniques	54
5.8.4	Redémarrage des coffrets de jauges	55
5.8.5	Redémarrage du PLC safety shutter	55
5.8.6	Redémarrage des systèmes de refroidissement du miroir et des fentes	55
5.8.7	Réouverture des vannes, de l'absorbeur...	56
5.8.8	En résumé, dans l'ordre...	57

6	Réglage de la ligne	58
6.1	Rôle des différents éléments optiques	58
6.2	Schématisation des étapes du réglage	59
6.3	Réglage du monochromateur	60
6.3.1	Commandes utiles	60
6.3.2	Calibration en énergie	61
6.3.3	Réglages du 2nd cristal	61
6.4	Hauteur de la table EXAFS	73
6.4.1	La table EXAFS	73
6.4.2	Les fentes EXAFS « verticales »	73
6.4.3	Suivi en hauteur de la table EXAFS durant un spectre	73
6.5	Réglage des miroirs	76
6.5.1	Généralités	76
6.5.2	Positionnement « manuel »	76
6.5.3	Positionnement automatisé	77
6.5.4	Affinement des réglages	77
6.5.5	Choix de l'angle d'incidence des miroirs	80
6.6	En résumé...	82
6.7	Bilan dans le logbook	82
6.8	Réglages automatiques	83
7	Systèmes de détection	84
7.1	Mesures des intensités des faisceaux transmis	84
7.1.1	Principe de la mesure	84
7.1.2	Cas d'un diffuseur en kapton	84
7.1.3	Utilisation de gaz comme diffuseur	86
7.1.4	Changement de gamme	87
7.1.5	Valeurs mesurées	87
7.1.6	Artefacts de mesure : faisceaux parasites	88
7.1.7	Spécificités des réglages pour les mesures en transmission	88
7.2	Détecteur solide Germanium (Canberra 30-éléments)	88
7.2.1	Généralités	88
7.2.2	Lancement de l'application Canbgui	90
7.2.3	La fenêtre de dialogue	91
7.2.4	La fenêtre graphique	92
7.2.5	Programmation des fenêtres	92
7.2.6	Paramètres des cartes 2016	94
7.2.7	Vue d'ensemble	95
7.3	Détecteur solide Silicium (Vortex, mono-élément)	95
7.3.1	Généralités	95
7.3.2	Branchement du Vortex	95
7.4	Détecteur solide NaI (photo-multiplicateur, "PM")	96
7.4.1	Généralités	96
7.4.2	Branchement du photomultiplicateur	97
8	Notices	98
8.1	Visualisation des graphes	98
8.1.1	Lancement de l'application	98
8.1.2	Opérations simples sur les courbes	100
8.2	Correction des spectres de fluorescence	101
8.3	Aide technique en ligne	102
8.3.1	Dans la session exafs	102

8.3.2	Dans le site web de la ligne	102
8.4	Mémo : les principales commandes	102
8.5	Entête d'un fichier	103
8.6	Liste des moteurs	106
8.7	OBSOLETE : cartes DPAP	107
8.8	Utilisation des cartes Icepap	108
8.8.1	Généralités sur les moteurs, les icepap (et comparaison avec les dpap)	108
8.8.2	Sous icepapcms	109
8.8.3	Sous spec	111
8.9	Alignement d'un échantillon	111
8.10	Fixation et taille d'échantillon	112
8.11	Procédures d'ouverture/fermeture/réchauffage du monochromateur	113
8.11.1	Ouverture	113
8.11.2	Fermeture	114
8.11.3	Réchauffage seul	114
8.11.4	Refroidissement seul	114
8.12	Fonctionnement du cryostat orange type ILL	115
8.12.1	Accessoires	115
8.12.2	Description des éléments	116
8.12.3	Mise en œuvre	119
8.12.4	Remarque : le remplissage d'hélium peut se faire en même temps que le remplissage d'azote.	122
8.12.5	Tarage des eurotherm	122
8.12.6	Lecture des températures	122
8.12.7	Changement d'échantillon	122
8.12.8	Arrêt du refroidissement	125
8.13	Utilisation du mini-cryostat He liquide	125
8.13.1	Connexions	125
8.13.2	Installation	125
8.13.3	Première mise en froid d'échantillon	126
8.13.4	Mise en froid du cryostat	126
8.13.5	Réchauffage de l'échantillon	126
8.13.6	Nouvelle mise en froid d'échantillon	127
8.13.7	Arrêt du cryostat	127
8.14	Fonctionnement de la régulation de l'autoclave	127
8.14.1	Description du système	127
8.14.2	Principales commandes	128
8.14.3	Remarques importantes	128
8.15	Protocole de ronde incluant la ronde laser	129
8.16	Glossaire des termes SPEC de la session EXAFS	129

9 Index

136

Table des figures

1.1.1 Schéma de principe de la ligne	11
1.1.2 Analogie avec l'optique géométrique	11
1.2.1 Fentes « Patisson » (optique, gauche) et JJ X-ray (table d'expérience, droite)	12
1.3.1 Montage des deux cristaux du monochromateur	13
1.3.2 Refroidissement du premier cristal. Montage (gauche) et schématisation des effets d'un mauvais refroidissement (bump thermique, droite)	14
1.3.3 Température de la sortie d'azote (dans le double-paroi et bas du tube).	14
1.4.1 Premier miroir. Gauche. Schéma de principe du refroidissement. Droite. En cours d'installation, avant la pose de l'enceinte. Appuis du courbeur en laiton, barres de refroidissement et barreau de silicium recouvert de rhodium	15
1.5.1 Images du faisceau à l'écran en présence de fentes au point focal, verticales (gauche) ou horizontales (droite)	16
1.5.2 Effets des contrepoids sur l'erreur de pente des miroirs M1 (gauche) et M2 (droite) (P. Jeantet, SERAS)	16
1.6.1 Cabane expérimentale	17
2.1.1 Shutter dans OH1 (impact du faisceau blanc sur le bloc de cuivre refroidi)	18
2.2.1 Menu de la session EXAFS	19
2.2.2 Schéma de principe des systèmes de détection de la station XAS	20
2.2.3 Schématisation des paramètres de scan dans le cas d'un spectre à 3 zones	21
2.2.4 Menu des paramètres de scan	21
2.2.5 Comptage : valeurs des différents détecteurs	22
2.2.6 Comptage : valeurs des différents détecteurs détaillés pour le Canberra	23
2.3.1 Evolution schématique des contributions au signal mesuré par le détecteur de fluorescence (gauche). Conséquence sur l'avant-seuil du spectre XAS mesuré en mode fluorescence	24
2.4.1 Station XAS. Mouvements de l'échantillon, fentes et détecteurs	25
2.4.2 Positions des moteurs "échantillons"	26
2.4.3 Paramètres de réglage de la ligne	27
2.4.4 Estimation du bruit ("noise", gauche) et du saut de seuil ("nbc", droite)	28
2.4.5 Menu de paramétrage de l'exafs rapide	29
3.2.1 Schéma de principe de la focalisation du faisceau en mode micro-faisceau	31
3.3.1 Positions des moteurs "KB"	32
3.3.2 Montage Kirkpatrick-Baez	32
3.4.1 Menu du Multi Channel Analyser, <i>mcasetup</i>	33
4.1.1 Bande spectrale des photons incidents sur un monochromateur dans l'optique de la ligne (haut à gauche, source : aimant de courbure), pour un cristal analyseur -haut à droite, source : émission d'un échantillon). Principe de la sélection en énergie suivant la loi de Bragg (en bas à gauche), une seule énergie de photons étant sélectionnée dans les deux cas (en bas à droite).	35
4.1.2 Géométrie de Johann – cercle de Rowland	36

4.2.1 Spectromètre à cristaux analyseurs sur la ligne, installation (gauche) et représentation schématique (droite)	37
4.2.2 Position des moteurs du spectromètre : <i>wcas</i>	37
4.2.3 Boîtiers de contrôle Wago. Il faut s'assurer que les limites des différents moteurs du spectromètre ne sont pas activées avant d'allumer les WAGO	38
4.3.1 Evolution de l'énergie d'analyse des cristaux en fonction de l'angle α et de leur nature	38
4.3.2 Saisie d'écran de la feuille de calcul Excel. Exemple pour une énergie d'analyse proche de la $K\beta$ du fer avec la réflexion Si(440)	39
4.3.3 Représentation des compteurs de part et d'autre de l'échantillon en position "CAS"	40
4.3.4 Mouvements du porte-échantillon	41
4.4.1 Angles et positions des cristaux à optimiser au préalable	42
4.4.2 Principe général du réglage des cristaux	43
4.4.3 Exemples de profils de scans des moteurs 'x' et 'z'	44
4.4.4 Exemples de profils de scans des moteurs 'teta' et 'tilt'	45
4.4.5 Exemple de profil de scan du moteur 'hauteur détecteur'	45
5.1.1 Application vide, montrant les vides typiques de la ligne.	46
5.5.1 Coffret de l'AIM (au centre) avec à droite le coffret de l'ADC et 2 coffrets 2016 de part et d'autre.	50
5.8.1 Organigramme des ordinateurs de la ligne.	53
5.8.2 Application McaAIM	54
5.8.3 Coffrets des pompes ioniques (gauche) et des jauges de vide (droite)	54
5.8.4 Baie PLC, dans le couloir	55
5.8.6 Diagnostic vide	56
5.8.5 Automate de contrôle du refroidisseur du 1er miroir	56
5.8.7 Schématisation des étapes du redémarrage	57
6.1.1 Eléments optiques de la ligne, vue de côté (gauche) et du dessus (droite)	59
6.2.1 Schématisation des bandes passantes des photons au niveau des différents éléments	60
6.3.1 Position des moteurs du monochromateur : <i>we</i>	60
6.3.2 Configuration du monochromateur : <i>confmono</i>	61
6.3.3 Interpolation des positions du monochromateur entre deux énergies : <i>focuscal</i>	62
6.3.4 Principe du suivi de la courbure	62
6.3.5 Définition du point de focalisation : <i>setfocalpoint</i>	63
6.3.6 Configuration du courbeur du 2nd cristal du monochromateur : <i>focus</i>	63
6.3.7 Exemple de profil (ancien 2nd cristal en 2002-2003, actuellement nous avons une tâche double, en bonnet d'âne)	64
6.3.8 Représentation schématique du faisceau à l'écran, sans (gauche) ou avec (droite) les fentes d'alignement	64
6.3.9 Focalisation sur l'échantillon	65
6.3.10 Exemple de profil élargi symétrique / Représentation schématique du faisceau à l'écran	66
6.3.11 Exemple de profil élargi symétrique / Représentation schématique du faisceau à l'écran	66
6.3.12 Principe de l'optimisation automatique de l'angle entre les cristaux du monochromateur	67
6.3.13 Capture d'écran de l'application "regul"	68
6.3.14 Représentation schématique d'un mauvais réglage du tilt	69
6.3.15 Influence du tilt sur la focalisation	70
6.3.16 Réglage du gamma	70
6.3.17 Représentation schématique du faisceau à l'écran pendant un déplacement de l' <i>acc</i> ou du <i>DAC</i> lorsque le gamma est mal réglé	71
6.3.18 Fenêtre de l'application. En rouge : évolution de la température du monochromateur sur une heure. En vert : évolution de la puissance apportée au 1er cristal pour pouvoir réguler.	72
6.3.19 Fenêtre de dialogue pour changer la température de consigne et l'ouverture de la vanne	72

6.4.1 Déviation du faisceau dans le monochromateur deux cristaux	74
6.4.2 Valeur du gap pour avoir un décalage de hauteur de faisceau de 14mm	74
6.4.3 Evolution de la hauteur du faisceau sur 1,2keV sans changement de gap du monochromateur	75
6.5.1 Influence de l'angle des miroirs sur la hauteur des différents éléments.	76
6.5.2 Inclinomètres (en haut) et rack DPAP des moteurs des miroirs (en bas)	78
6.5.3 Représentation schématique d'un mauvais réglage en hauteur de M2	78
6.5.4 Illumination du 1er miroir : valeurs des ouvertures verticales des fentes (gap)	79
6.6.1 Récapitulatif de la procédure d'alignement	82
7.1.1 Principe de la mesure de l'intensité des faisceaux transmis (diffuseur kapton)	84
7.1.2 Absorption (gauche) et transmission (droite) du kapton en fonction de l'énergie	85
7.1.3 Figure éclatée des porte-diodes. Deux parties du montage : la bride « porte-kapton » (à droite) et l'enceinte avec la bride « porte-diodes » (à gauche). Pour changer l'épaisseur du kapton, il suffit de dévisser le cadre aluminium et de le remplacer.	85
7.1.4 Evolution de l'intensité délivrée par les diodes en fonction de la position du faisceau	86
7.1.5 Principe de la mesure de l'intensité des faisceaux transmis (diffuseur : air)	87
7.1.6 Boîtier MCCE permettant le dialogue avec les têtes de conversion Novelec d'une part, la lecture directe des courants mesurés par les diodes d'autre part.	88
7.2.1 Schéma de la position des 30 éléments du détecteur (haut) et baie d'électronique du détecteur (droite).	89
7.2.2 Carte haute tension du détecteur (gauche) et amplificateur 2016 (droite)	90
7.2.3 Menu déroulant de lancement rapide (gauche). Fenêtre graphique de l'application canberragui (droite).	90
7.2.4 Fenêtre de contrôle de l'application Canberragui	91
7.2.5 Courbes de linéarité entre l'ADC (programmation des ROIs) et le SCA (échelle des pics de fluorescence), à gauche. Fichier récapitulatif des ROIs, à droite	93
7.2.6 Détecteur Canberra en fonctionnement	95
7.3.1 Intérieur, faces avant et arrière de la carte 2016, face arrière du Vortex	96
7.4.1 Photo-multiplicateurs et électronique associée (Cyberstar X2000)	96
7.4.2 Face avant, arrière et interne du module Cyberstar X2000	97
8.1.1 XMGR : Menus File et Data	98
8.1.2 XMGR : Fenêtre Results	99
8.1.3 XMGR : Fenêtre Read SPEC file	100
8.1.4 XMGR : outils	100
8.1.5 XMGR : Fenêtres différences et opérations	100
8.2.1 Programme canb.py	101
8.3.1 Help local	102
8.5.1 Entête d'un fichier	103
8.5.2 Entête d'un fichier	104
8.7.1 DPAPs dans leur rack	107
8.7.2 Intérieur d'une carte DPAP	108
8.9.1 Représentation schématique de l'alignement d'un échantillon	112
8.10.1 Côtes et schéma du porte-échantillon	113
8.12.1 Schéma du cryostat	116
8.12.2 à monter sur le vase d'hélium liquide	117
8.12.3 Modules Eurotherm servant pour la mesure des niveaux d'azote (à gauche) et d'hélium (au centre) et la régulation de la vanne froide (à droite)	117
8.12.4 Pompe de mise en pression du vase d'hélium liquide	117
8.12.5 Banc de pompage	118
8.12.6 Module de régulation de la température	118
8.12.7 Principe de fonctionnement de la vanne 3 voies	118

8.12.8	Connexions à réaliser (figures du haut : en fonctionnement normal ; figure du bas : pour la purge)	121
8.12.9	Positionnement de l'échantillon dans le cryostat	124
8.12.10	Plan du porte-échantillon du cryostat	124
8.13.1	Connexions du mini-cryostat	126

Introduction

Ce mode d'emploi de la ligne FAME est schématiquement divisé en trois grandes parties. La première partie regroupe les informations nécessaires pour faire fonctionner la ligne réglée, en condition classique d'utilisation. Les différents éléments de la ligne sont décrits (§ I) Les commandes nécessaires au démarrage d'une expérience sont explicitées (§ II), La seconde partie est un peu plus technique (et optique). La station micro-faisceau (§ III), le spectromètre à cristaux analyseurs (§ IV) Les principales sources d'erreurs (et les dépannages associés) sont recensées (§ V). Puis, les différents réglages nécessaires à l'optimisation de la ligne sont expliqués, que ce soient les réglages des éléments optiques (monochromateur et miroirs, § VI) ou le réglage des détecteurs (§ VII). Enfin, une dernière partie (§ VIII) regroupe divers outils utiles sur la ligne : xmgr, l'aide en ligne et diverses « fiches pratiques » récapitulatives regroupant les principales commandes et opérations. N'hésitez pas à l'annoter, le raturer, le compléter... et faites-nous part de vos remarques.

Quatre références pour la ligne, le proceeding du congrès XAFS12 de Juin 2003, l'article dans *Journal of Synchrotron Radiation* sur le refroidissement du monochromateur et deux sur les cristaux analyseurs (avec également une description du détecteur solide Canberra actuel dans Hazemann et al.).

1. Proux O., X. Biquard, E. Lahera, J.-J. Menthonnex, A. Prat, O. Ulrich, Y. Soldo, P. Trévisson, G. Kapoujvan, G. Perroux, P. Taunier, D. Grand, P. Jeantet, M. Deleglise, J.-P. Roux and J.-L. Hazemann, "FAME : A new beamline for X-ray absorption investigations of very-diluted systems of environmental, material and biological interests", *Physica Scripta* **115** (2005) 970-973
2. Proux O., Nassif V., Prat A., Ulrich O., Lahera E., Biquard X., Menthonnex J.-J. and Hazemann J.-L., "Feedback system of a liquid nitrogen cooled double-crystal monochromator : design and performances", *Journal of Synchrotron Radiation* **13** (2006) 59-68
3. Hazemann J.-L., Proux O., Nassif V., Palancher H., Lahera E., Da Silva C., Braillard A., Testemale D., Diot M.-A., Alliot I., Delnet W., Manceau A., Gélébart F., Morand M., Dermigny Q. and Shukla A., "High Resolution Spectroscopy on an X-ray Absorption Beamline", *Journal of Synchrotron Radiation* **16** (2009) 283-292
4. Llorens I., Lahera E., Delnet W., Proux O., Braillard A., Hazemann J.-L., Prat A., Testemale D., Dermigny Q., Gelebart F., Morand M., Shukla A., Bardou N., Ulrich O., Arnaud S., Berar J.-F., Boudet N., Caillot B., Chaurand P., Rose J., Doelsch E., Martin P., Solari P.-L., "High energy resolution five-crystal spectrometer for high quality fluorescence and absorption measurements on an x-ray absorption spectroscopy beamline", *Review of Scientific Instruments* **83** (2012) 063104.

Chapitre 1

Description de la ligne

1.1 L'optique

L'ensemble des moteurs des éléments optiques est récapitulé figure 1.1.1. Le schéma de la ligne peut être également représenté en analogie avec la représentation en optique géométrique à l'aide de lentilles convergentes et de diaphragmes (figure 1.1.2).

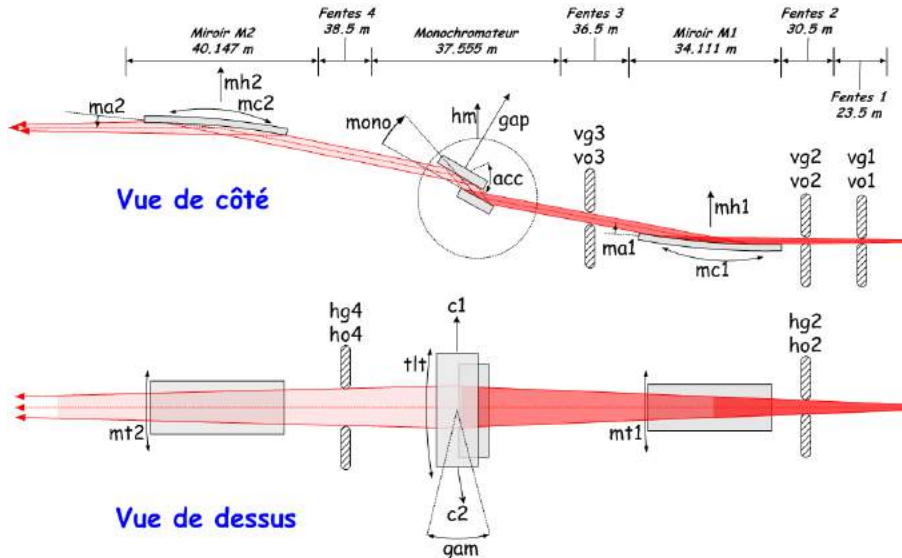


FIGURE 1.1.1 – Schéma de principe de la ligne

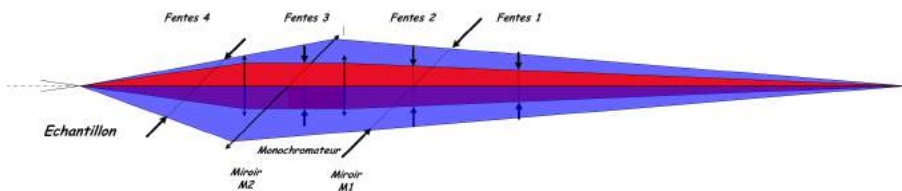


FIGURE 1.1.2 – Analogie avec l'optique géométrique

1.2 Fentes de délimitation de faisceau

1.2.1 Fentes propres à l'optique, fentes dites « Patisson »

- 1 moteur par lèvre, (su(p)1, sd(own)1, sf(ront)1, sb(ack)1...)
- 2 pseudo-moteurs pour délimiter le gap (hg1, vg1...) et l'offset (ho1, vo1...)



FIGURE 1.2.1 – Fentes « Patisson » (optique, gauche) et JJ X-ray (table d'expérience, droite)

1.2.2 Fentes propres à l'expérience « JJ-Xray »

- 1 moteur pour le gap (*hg5, vg5...*)
- 1 moteur pour l'offset (*ho5, vo5...*)

1.2.3 Ouvertures et offset des fentes

pour avoir accès aux valeurs des positions de toutes les fentes, taper wl :

```
1790.EXAFS> wl
      vg1   vo1   vg2   hg2   vo2   ho2
User  4.8000  0.1800  4.5000  40.0000  0.4000  0.0000
      vg3   vo3   hg4   ho4   vg5   hg5
User  4.6025  19.9138  6.0775  10.7538  2.0000  3.1975
      vg6   hg6   vg7   hg7   vg8   hg8
User  2.0000  3.0000  2.0000  3.0000  2.0000  3.0000
```

1.3 Monochromateur

Le monochromateur est un « deux-cristaux sortie libre » (pseudo-channelcut). Le 2nd cristal est courbable, autorisant une focalisation sagittale (horizontale) dynamique.¹ Pour avoir accès aux paramètres du monochro-

1. Pour plus de détails sur la focalisation sagittale, cf. l'article : Hazemann J.L., Nayouf K. and de Bergevin F., « Modelisation by finite elements of sagittal focusing » *Nucl. Instr. and Meth. B*, **97** 547-550 (1995)

mateur, taper we :

```
1791.EXAFS> we
      mono  acc  foc  gam  tlt  c1  c2  gap
Motor 8.7480 1.0316 0.6499 -0.8776 -0.0171 0.7006 0.5993 7.000
      hm  ht
      13.078 865.21
E= 13.0000 Kev
```

Le refroidissement du 1er cristal est effectué par de l'azote liquide, via des tresses en cuivre de manière à filtrer les vibrations. La température du 1er cristal s'établit alors à environ -175°C , en fonction de l'intensité du courant dans l'anneau et de l'ouverture des fentes. Deux résistances chauffantes, situées de part et d'autres du cristal permettent de réguler la température à -165°C . La qualité du refroidissement est primordiale, et à cette température, la conductivité thermique du silicium est maximale, sa dilatation minimale. L'effet d'un échauffement peut effectivement se traduire par un « bump », un gonflement, thermique, préjudiciable, puisque qu'il entraîne une augmentation de la divergence du faisceau diffracté par le 1er cristal. Le 2nd cristal ne peut pas alors accepter simultanément tous les rayons, la résolution en énergie se dégrade et la brillance maximale du monochromateur se détériore².



FIGURE 1.3.1 – Montage des deux cristaux du monochromateur

2. Donald H. Bilderback, Andreas K. Freund, Gordon S. Knapp and Dennis M. Mills, “The historical development of cryogenically cooled monochromators for third-generation synchrotron radiation sources”, *J. Synchrotron Rad.* **7** (2000). 53-60

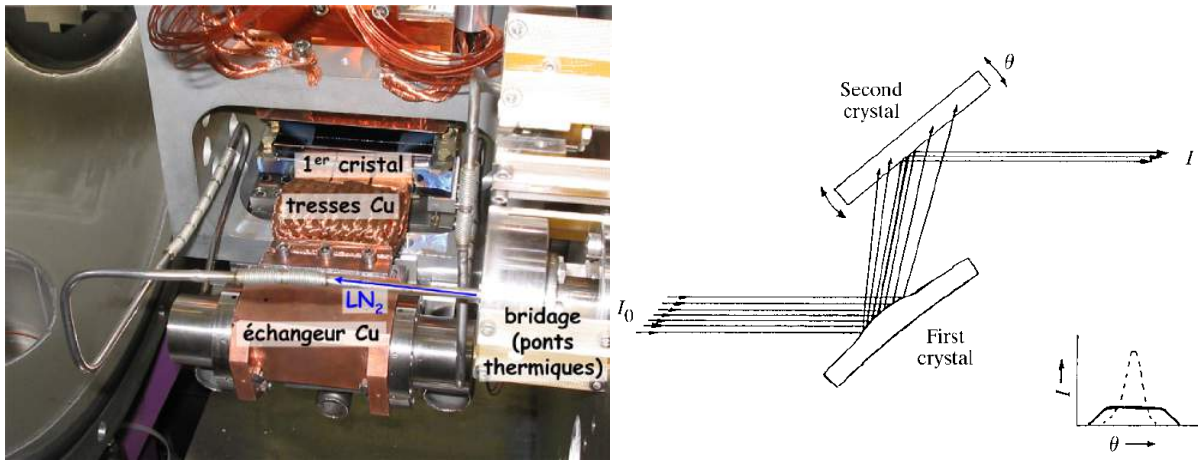


FIGURE 1.3.2 – Refroidissement du premier cristal. Montage (gauche) et schématisation des effets d'un mauvais refroidissement (bump thermique, droite)

La température de la sortie d'azote est suivie par deux eurotherm et un régulateur placés dans une baie dans le couloir.



FIGURE 1.3.3 – Température de la sortie d'azote (dans le double-paroi et bas du tube).

1.4 Miroirs

Les angles d'incidence des miroirs peuvent varier de 3 à 7 mrad, en fonction de l'énergie de coupure désirée.

- 1er miroir : collimation du faisceau sur le 1er cristal du monochromateur
- 2nd miroir : focalisation verticale sur l'échantillon

Pour avoir accès aux positions des miroirs, taper wx; pour avoir accès à tous les paramètres des miroirs (positions + températures), taper wq :

```

1792.EXAFS> wq
      mh1  ma1  mt1    mc1    mh2    ma2    mt2    mc2
Motor   0.4000  4.0000  -0.00500  127.9950  62.9240  4.0000  2.0000  84.9987
Encoder                               84                               108
Delta T M1 = 0.51 degree C
Setpoint T M1 = 0 degree C
Temp Ga M1 = 17.74 degree C
Temp chiller = 6.0 degree C

```

Le refroidissement du miroir est effectué via un alliage liquide qui permet de filtrer les vibrations pouvant être apportées par le circuit d'eau réfrigérée. Pour changer la température de consigne du chiller de M1 :

```

p_neslab_write("REGULM1", "SS", temperature ).

```

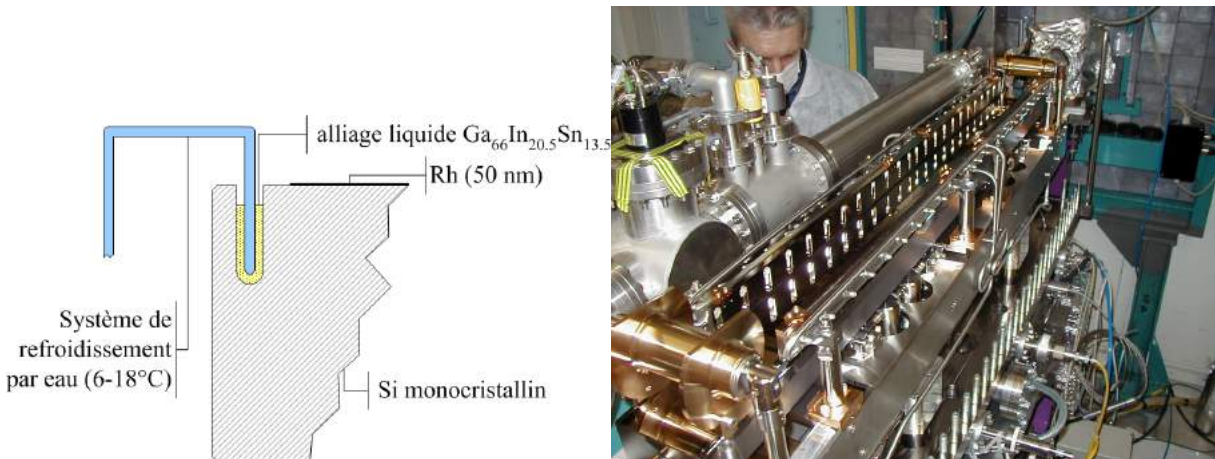


FIGURE 1.4.1 – Premier miroir. Gauche. Schéma de principe du refroidissement. Droite. En cours d'installation, avant la pose de l'enceinte. Appuis du courbeur en laiton, barres de refroidissement et barreau de silicium recouvert de rhodium

1.5 Pourquoi... l'intensité du faisceau n'est-elle pas uniforme ?

L'intensité du faisceau à l'écran n'est pas uniforme et on peut schématiquement observer :

- verticalement, de nombreuses lignes contrastées,
- horizontalement, des ondulations assez larges.

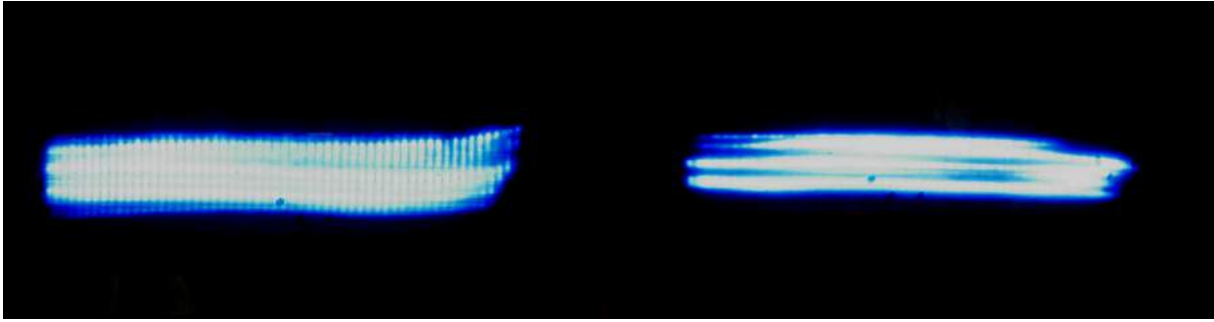


FIGURE 1.5.1 – Images du faisceau à l'écran en présence de fentes au point focal, verticales (gauche) ou horizontales (droite)

Les lignes verticales sont dues aux ailettes du 2nd cristal du monochromateur qui servent à le rigidifier dans une direction et donc à limiter l'effet anticlastique. La présence d'une ailette perturbe la surface diffractante du cristal : contraintes résiduelles qui modifient la distance interplanaire, rayon de courbure très différent. . . les propriétés de diffraction de ce 2nd cristal varient selon la direction horizontale. Les lignes horizontales sont dues aux fluctuations de la forme des miroirs focalisants par rapport au profil idéal. Pour compenser la courbure des miroirs sous leur propre poids, des contrepoids sont utilisés (4 paires par miroir). L'erreur de pente résultante est de l'ordre de $2\mu\text{rad}$. Cette valeur est faible mais engendre malgré tout des fluctuations légères des propriétés de réflectivité des miroirs, principalement visibles lorsque l'on ferme les fentes dites verticales au voisinage du point de focalisation verticale.

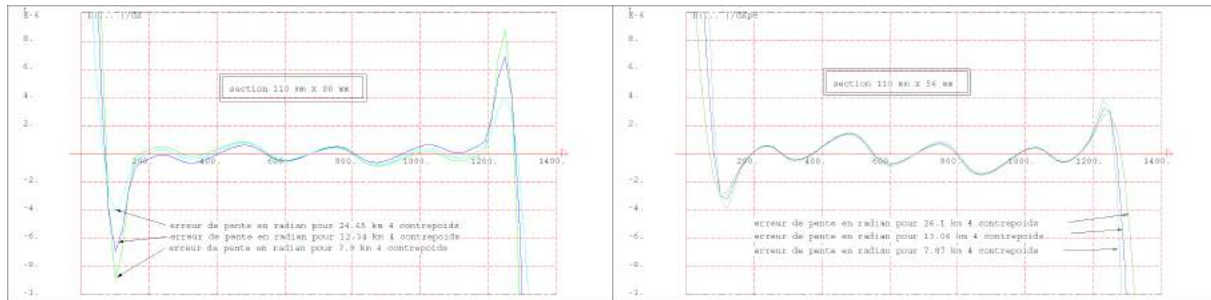


FIGURE 1.5.2 – Effets des contrepoids sur l'erreur de pente des miroirs M1 (gauche) et M2 (droite) (P. Jeantet, SERAS)

1.6 Les stations d'expérience

La cabane d'expérience est divisée en 3 stations :

- La station XAS "classique"
- Le spectromètre à cristaux analyseurs
- Le montage Kirkpatrick-Baez pour les mesures en micro-faisceau

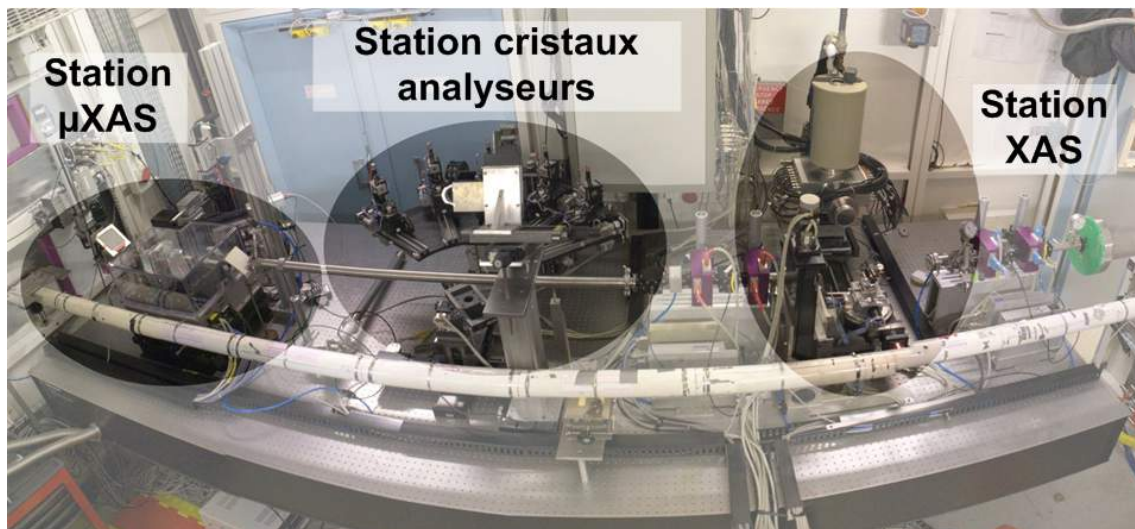


FIGURE 1.6.1 – Cabane expérimentale

Chapitre 2

Démarrage d'une expérience

2.1 Ouverture / fermeture du faisceau

Les portes des différents hutchs étant fermées (PSS interlocked), il faut manœuvrer les shutters pour avoir le faisceau :

shop 1 (shutter OH1)

shop 2 (shutter EH2)

ATTENTION. Pour la fermeture du faisceau, il ne faut jamais fermer le front-end sans l'accord de FIP. En cas de problème sur l'optique (température du 1er miroir qui augmente par exemple), c'est l'absorbeur qu'il faut fermer pour couper le faisceau, cf. § 5.1.

Pour pouvoir accéder dans les hutchs de FAME :

shcl 1 (shutter OH1)

shcl 2 (shutter EH2)



FIGURE 2.1.1 – Shutter dans OH1 (impact du faisceau blanc sur le bloc de cuivre refroidi)

2.2 Paramètres de la session EXAFS

Pour avoir accès aux principaux paramètres qui définissent la session EXAFS, il faut taper :

m (pour menu)

Pour changer les différentes valeurs, taper les lettres en caractère gras et bleu.

2.2.1 Paramètres des fichiers

Save and Read settings : permet de mémoriser et de lire l'ensemble des paramètres de la session EXAFS dans un fichier « .set » (ici, Fe.set).

data file : nom du fichier où seront sauvegardés tous les spectres. ex. exafs.17Jun15 dans dossier data. De plus, tous les spectres EXAFS seront sauvegardés dans un fichier séparé : pour chaque spectre, le détail des coups de fluorescence (fenêtre SCA1) mesurés par chacun des 30 éléments du Canberra est effectué. ex. exafs.17Jun15.canb dans dossier data. Pour avoir en plus le détail des coups totaux mesurés pour chaque élément (SCA2), il faut le préciser à ce niveau là (save **SCA2** <YES> ou <NO>).

file : entête du nom de fichier sous lequel seront séparément sauvegardé tous les spectres EXAFS, l'indexation (**index**) étant automatique ex. prochain spectre : TLJR000.DAT dans dossier EXAFS

N.B. Cet enregistrement séparé n'est actif que si l'*auto save* est actif

disp : permet de choisir quel compteur on souhaite tracer pendant les spectres.

bef et *aft* : permettent de définir le temps d'attente en début et fin de spectre.

```
EXAFS SETUP
#####
FILE
  00 Save mono & det settings in file <Fe.set>
  01 Read mono & det settings in file <Fe.set>
  00 data file <./data/exafs.17Jun15>
    00 save sca2 <NO>
  01 write scans in file <TLJR>
    00 auto save <YES>
    01 canb.dat auto save <NO>
    00 next index <0>
    01
MONOCHROMATOR
  00 Sagittal focusing <enable>
  01 --> focusing position (sample, CAS, slit5, slit6) <sample>
  00 during scans exafs table <doesn't move>
  01 during scans exafs acc <moves>
MONITOR
  00 Detector for I0 <Monitor>
  01 Offset for I0 <995228>
  00 Detector for I1 <I1>
  01 Offset for I1 <1.00401e+06>
  00 Detector for I2 <I2>
  01 Offset for I2 <1.01393e+06>
  00 During scan check Beam <No>
  01 Measure Offsets
DETECTION 1 (abs1)
  00 mode <Fluorescence>
  01 Detector absorption 1 <canb>
  00 Detector for normalization 1 <Monitor>
DETECTION 2 (abs2)
  00 mode <Transmission>
  01 Detector absorption 2 <I1>
  00 Detector for normalisation 2 <Monitor>
EXAFS SCANS
  00 Edit exafs scan parameters
  01 Detector to display <abs2>
  00 Sleep before start (s) <30>
  01 Sleep after end (s) <10>
#####
Enter highlighted key or 0 to exit (0)?
```

FIGURE 2.2.1 – Menu de la session EXAFS

2.2.2 Paramètres du monochromateur

Sagittal focusing : focalisation dynamique du 2nd cristal du monochromateur.

exafs table : déplacement de la table exafs durant un scan, le monochromateur n'étant pas en sortie fixe (pseudo channelcut).

2.2.3 Paramètres de mesure

Choix des différents détecteurs et définition de la mesure d'*abs1* et d'*abs2* (2.2.2). Ce choix est crucial pour la définition des différents moniteurs (en général, il ne faut rien changer). Pour la définition d'*abs1* et d'*abs2*, cela est moins grave car l'ensemble des détecteurs sont sauvegardés donc il est toujours possible de recalculer une absorption différemment de ce qui est initialement prévu.

Offsets : le retrait des offsets sur les diodes est automatique; c'est à ce niveau qu'il est possible de les mesurer (indispensable après avoir changé de gamme sur les détecteurs).

Check Beam : sécurité permettant d'arrêter une acquisition s'il n'y a plus de faisceau ou si la température du monochromateur augmente trop.

pour valider ou dévalider cette sécurité en dehors du menu *m* :

set_beam_mode 0 (dévalider)

set_beam_mode 1 (valider)

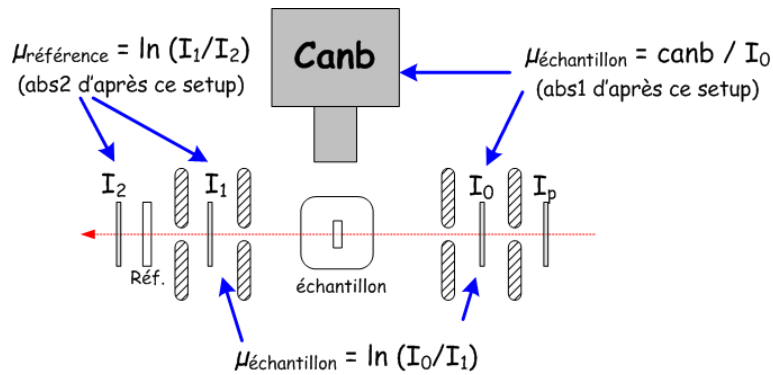


FIGURE 2.2.2 – Schéma de principe des systèmes de détection de la station XAS

2.2.4 Paramètres de scan

Les paramètres de scan peuvent être modifiés en passant par le menu ou en tapant directement *scan* sous le prompt exafs. Le scan EXAFS peut être défini en 5 zones (**area**) maximum (2.2.3), la zone EXAFS (pas constants en vecteur d'ondes) est toujours la dernière. Dans le cas d'un spectre à 3 zones, les paramètres sont :

- avant-seuil (*area 1*) : de **start** à **stop1** (énergie en keV) avec des pas en énergie de **step1** (en eV), et un temps de comptage **t1** (en s)
- seuil (*area 2*) : de **stop1** à **stop2**, avec des pas de **step2** et un temps de comptage **t2**
- zone EXAFS (*area 3*) : de **stop2** à **end** par pas de **step3** (constant en énergie) au début et de **K** (constant en vecteur d'ondes,) dès que possible, avec un temps de comptage croissant linéairement de **t3** à **te**. Le passage à l'espace des vecteurs d'ondes s'effectue à partir de la relation $k = \sqrt{\frac{2m_e}{\hbar} (E - E_{seuil})}$ où E_{seuil} est renseigné à partir de la valeur de **threshold energy**.

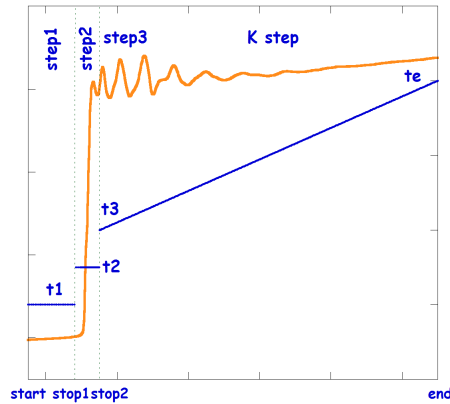


FIGURE 2.2.3 – Schématisation des paramètres de scan dans le cas d'un spectre à 3 zones

Ces paramètres de scan peuvent être sauvegardés ou lus sous la forme d'un fichier « .scan ». Attention : lorsque l'on sauvegarde une session (ici **Br.set**), c'est le fichier sauvegardé de scan qui est associé (ici **Br.scan**) et non l'ensemble des paramètres. A ce niveau, SPEC ne gère pas les caractères autres que ceux qu'il attend. Il ne faut pas, par exemple, indiquer les unités des grandeurs quand cela n'est pas explicitement demandé. Spec n'aime pas non plus lorsque l'on efface des caractères pour en remettre d'autres (si à l'écran cela paraît correctement écrit, en pratique il y a beaucoup de caractères parasites) En pratique, cela ne l'est que pour l'indication de fin du spectre (end) qui peut être donné soit en énergie (préciser keV) ou en vecteur d'ondes (préciser A-1). Une fausse manœuvre peut complètement bloquer le système du scan.

```

EXAFS SCANS SETTINGS
.....
FILE: Br.scan modified
  ♦ Save          ♦ Read scan settings
SCAN
  ♦ starting energy <13.35>
  ♦ threshold energy <13.474>
  ♦ ending energy <14.3231> Kev
  ♦ number of area <3>
AREA 1
  ♦ stop1 <13.435>
  ♦ step1 <5>
  ♦ counting time (sec) t1 <2>
AREA 2
  ♦ stop2 <13.4924>
  ♦ step2 <0.7>
  ♦ counting time (sec) t2 <3>
AREA 3
  ♦ step3 <2>
  ♦ K step <0.05>
  ♦ counting time (sec) t3 <4>
  ♦ counting time (sec) at the end te <8>
E (key)   1      2      s      3      k      4
          13.3500 13.4350 13.4740 13.4924 13.4924 14.3231
k (A-1)   -      -      0      2.2082  2.2082  15.0000
Nbr pts   : 356 points      18      82      0      256
Total : 356 points      time : 26.7 minutes
.....
Enter highlighted key or 0 to exit (0)?

```

FIGURE 2.2.4 – Menu des paramètres de scan

Il est possible de lire directement un fichier de paramètres de scan, sous le prompt EXAFS : *exafsscan* *Br*, (sans l'extension « .scan ») pour garder le même exemple que précédemment, si le fichier *Br.scan* n'est

pas erroné. Si c'est le cas, ne pas hésitez à relire un tout autre fichier (Cu.scan ...) correct, pour débloquer la situation, et ensuite re-rentrez « à la main » les paramètres désirés.

2.2.5 Différents détecteurs

Les mesures des intensités des faisceaux transmis sont effectuées via des diodes en silicium, *monitor* (I_0), après l'échantillon (I_1) et après la référence (I_2) (2.2.2) et la mesure des intensités de fluorescence par le détecteur solide Canberra. Pour avoir accès aux différentes valeurs des détecteurs :

ct (1 seconde par défaut)

ct n (n secondes)

```
1434.EXAFS> ct 1
Thu Feb 27 15:47:06 2003
Seconds = 1
Monitor = 7.7071e6 (7707/s)
I1 = 957423 (9574/s)
I2 = 639543 (6395/s)
dum = -180.872 (-180.872/s)
icr = 7 (7/s)
abs1 = 1.24225 (1.24225/s)
abs2 = 0.403535 (0.403535/s)
canb = 142641 (142641/s)
canb1 = 355958 (355958/s)
temp = 0 (0/s)
pres = 0 (0/s)
```

FIGURE 2.2.5 – Comptage : valeurs des différents détecteurs

- *Seconds* : temps de comptage
- *dum* : compteur « ajustable » via la commande *ontemp* (ici, la température du 1er cristal du monochromateur)
- *icr* : nombre de coups total reçus par un détecteur du Canberra, B5
- *abs1* et *abs2* : coefficients d'absorption définis dans le menu (m)
- *canb* : nombre de coups de fluorescence mesurés pas les 30 détecteurs (SCA1)
- *canb1* : nombre total de coups mesurés pas les 30 détecteurs (SCA2)

Pour pouvoir visualiser, en plus des autres détecteurs, le nombre de coups de fluorescence et nombre total de coups mesurés par chaque élément du détecteur multi-éléments Canberra :

ctl (1 seconde par défaut)

ctl n (n secondes)

La répartition des nombres de coups par détecteur (D1, D3, D6...) n'est pas aléatoire : elle suit la distribution spatiale des éléments sur le nez du Canberra. Le détecteur Canberra reste linéaire lorsque le nombre total de coups mesurés par chaque élément est inférieur à 30 000 cps/s (shaping time : 500 ns) ou 80 000 cps/s (shaping time : 125 ns). Si ce n'est pas le cas, différentes solutions s'offrent à nous, par ordre d'importance et en fonction des « écoles » :

1) Limiter l'influence du faisceau diffusé en mettant des masques en plomb pour que le Canberra ne « voit » que la fluorescence de l'échantillon (ce qui est toujours valable, même lorsque le détecteur ne sature pas).

2) Eloigner le détecteur : *mvr ttd n*, i) l'air jouant un rôle de filtre et ii) l'intensité du faisceau diffusé (minimum à 90° du faisceau incident) étant alors minimum

3a) Mettre des filtres : filtres Al (devant le Canberra, pour atténuer l'ensemble des coups), filtres spécifiques (le plus près possible de l'échantillon, pour atténuer plus spécifiquement l'intensité de certains photons de fluorescence). Inconvénient : le signal mesuré est d'autant plus perturbé (augmentation du faisceau diffusé principalement) que l'absorbance des filtres sera grande. Deux séries de filtres spécifiques sont sur la ligne, correspondant respectivement à 3 et à 6 longueurs d'absorption (3μ et 6μ)

3b) Fermer les fentes 4 (*mvr hg4 -5*) jusqu'à ce que le détecteur ne sature plus. Inconvénient : il ne faut pas trop fermer (minimum ≈ 10 mm) car la non-saturation du détecteur s'obtient au détriment de la statistique sur I_0 .

ATTENTION. La position du détecteur et le nombre de filtres sont optimisés pour un certain courant dans l'anneau, surtout pour des modes de faisceau comme le 16bunchs. Lorsque l'on effectue une série de spectres sur le même échantillon pour améliorer la statistique, il est nécessaire de ré-optimiser tous les 2 spectres environ, en enlevant 1 ou 2 filtres (pour retrouver le nombre de coups/sec maximum autorisé). Il est nettement préférable de ne pas rapprocher le détecteur pour effectuer cette nouvelle optimisation, de manière à ne pas changer la fraction de l'angle solide vue par le Canberra.

ATTENTION. La présence d'une raie blanche au niveau du seuil d'absorption doit être impérativement prise en compte lors de l'optimisation.

```

1435.EXAFS> ct1 1
Thu Feb 27 15:47:24 2003
Seconds = 1
Monitor = 7.706e6 (7706/s)
  I1 = 956932 (9569/s)
  I2 = 638843 (6388/s)
  dum = -180.798 (-180.798/s)
  icr = 28946 (28946/s)
  abs1 = 1.24176 (1.24176/s)
  abs2 = 0.404107 (0.404107/s)
  canb = 143187 (143187/s)
  canbl = 356336 (356336/s)
  temp = 0 (0/s)
  pres = 0 (0/s)
D1: 13567 | D3: 13901 | D6: 18889 | A5: 15013 | A3: 11098 | A1: 10867 |
26789 | 32678 | 30753 | 29991 | 25671 | 28176 |
D2: 14098 | D5: 16364 | D7: 15603 | A7: 12456 | A4: 12123 | A2: 12141 |
28456 | 30666 | 32143 | 29087 | 25432 | 28019 |
D4: 17507 | C6: 12098 | D8: 17845 | B8: 12924 | A6: 19086 | B4: 14640 |
26675 | 31167 | 31908 | 28073 | 34567 | 27191 |
C2: 13098 | C4: 13094 | C7: 12467 | B7: 13671 | B5: 12902 | B2: 11098 |
31509 | 31780 | 27561 | 27456 | 30917 | 27114 |
C1: 22427 | C3: 14897 | C5: 12114 | B6: 11063 | B3: 14150 | B1: 10891 |
32151 | 31908 | 31907 | 31860 | 29178 | 30189 |

```

FIGURE 2.2.6 – Comptage : valeurs des différents détecteurs détaillés pour le Canberra

2.3 Pourquoi... l'avant-seuil d'un spectre mesuré en fluorescence décroît ?

Le spectre XAS est mesuré en mode fluorescence en intégrant l'intensité du pic de fluorescence $K\alpha$ (pour un seuil K) dans la fenêtre « SCA1 » programmée en conséquence. Or, quelques centaines d'eV avant-seuil, le pic caractéristique des photons diffusés élastiquement et inélastiquement, dont la position moyenne est directement corrélée à l'énergie des photons incidents sur l'échantillon, « mord » dans cette fenêtre, donnant ainsi des coups dans la fenêtre d'intégration.

Plus l'énergie des photons incidents augmente, en se rapprochant du seuil d'absorption, plus la position du pic diffusé se décale vers les hautes énergies. Le nombre de coups dans la fenêtre « SCA1 » diminue... jusqu'à l'arrivée du pic de fluorescence proprement dit.

Cette évolution est d'autant plus vraie que :

- la concentration de l'élément est faible,
- la fraction de faisceau diffusé est importante (d'où la nécessité d'avoir un échantillon le plus transparent possible même en fluorescence).

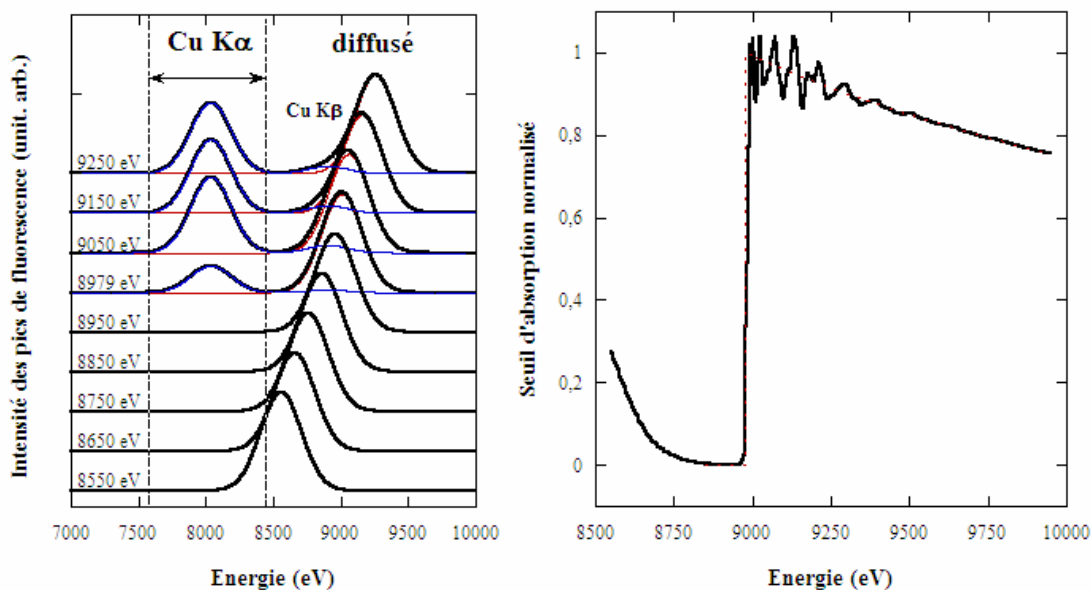


FIGURE 2.3.1 – Evolution schématique des contributions au signal mesuré par le détecteur de fluorescence (gauche). Conséquence sur l'avant-seuil du spectre XAS mesuré en mode fluorescence

2.4 Commandes utiles

2.4.1 Changement d'énergie / obtention de l'énergie

```
moveE E (keV)
getE
```

2.4.2 Arrêt d'un scan : Ctrl C

Pour sauver un scan dans un fichier séparé :

```
save_scan (itération automatique en fonction du nom générique fixé dans le menu, par exemple BRDT61.DAT dans le cas présenté)
save_scan TEST.DAT (pour imposer un nom, ici TEST.DAT)
```

2.4.3 Mouvements d'un moteur / scan

```
dscan motor -x y interval time (scan relatif, x et y en mm, time en sec.)
ex. dscan he -3 3 30 1
ascan motor x y interval time (scan absolu)
ex. ascan he 0 6 30 1
mvr motor x (déplacement relatif)
ex. mvr he -3
mv motor x (déplacement absolu)
ex. mv he 3.5
ex. mv he CEN (après un scan, position du barycentre du pic). Equivalent à la commande cen, qui trace en plus la position cible sur le graphe.
```

ex. `mv he pl_xMAX` (après un scan, position du maximum du pic). Equivalent à la commande `cen`, qui trace en plus la position cible sur le graphe.

2.4.4 Choix du détecteur pour l'affichage

Avant le démarrage de l'acquisition

```
plotslect detector
ex. plotslect abs2
```

Une fois l'acquisition terminée

```
plotslect detector
plot (pour actualiser l'affichage du scan écoulé)
```

En cours d'acquisition

Utiliser les boutons du clavier F1 (1er compteur déclaré) à F12 (12ème compteur)

2.4.5 Positionnements de l'échantillon et du détecteur

échantillon
tte : translation transverse *be1* : berceau transverse
he : hauteur *be2* : berceau longitudinal
re : rotation

détecteur
ttd : translation transverse
table EXAFS
ht : hauteur *tt* : translation transverse

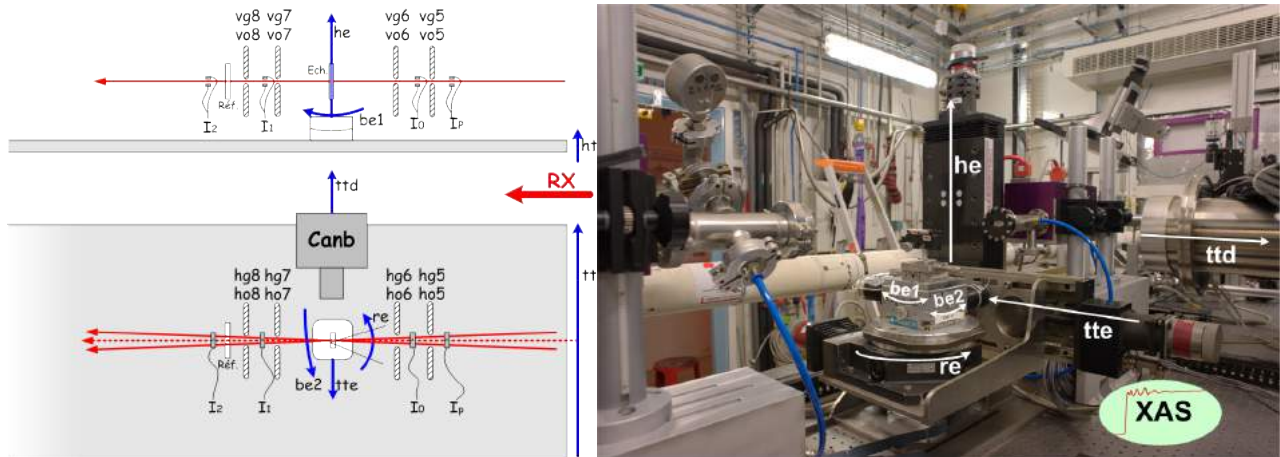


FIGURE 2.4.1 – Station XAS. Mouvements de l'échantillon, fentes et détecteurs

Exemple : réglage de la hauteur de l'échantillon en mode fluorescence

```
moveE Eaprès-seuil
plotslect canb
dscan he -5 5 50 1
mv he CEN (centre du pic caractéristique de l'échantillon : attention à bien vérifier que la valeur du CEN,
affichée dans le graphique, correspond réellement au centre de l'échantillon)
ou mv he VALEUR
```

Valeurs des positions

Pour avoir accès à toutes les positions des moteurs « échantillon », taper *ws*

```
1793.EXAFS> ws
```

User	<u>he</u> 0.0000	<u>tte</u> 0.0000	<u>be1</u> 0.0000	<u>be2</u> -1.7650	<u>re</u> 0.0000
User	<u>hcam</u> -60.3684	<u>hfluo</u> -2.1128	<u>ttfluo</u> 0.1352		

FIGURE 2.4.2 – Positions des moteurs “échantillons”

2.4.6 Paramètres des réglages de la ligne

Lorsque les réglages de la ligne sont finis, il est souhaitable d'imprimer toutes les positions et valeurs significatives des éléments optiques de la ligne, à l'aide de la commande *wsettings* dans la session EXAFS :

```

929.EXAFS> wsettings
PRINTER LOGFILE at Tue Feb 1 13:35:16 2005 from fame
Motor  mono      acc      foc      gam      tilt      c1      c2      gap
Encoder 16.0942    6.1818    0.4619   -0.2509  -0.0592   0.4831   0.4407  7.7497
Motor    hm      ht      tt
Encoder 28.8121   -11.9800  -1.0500
E= 11.6468 KeV
monochromateur

Motor    mh1      ma1      mt1      mc1      mh2      ma2      mt2      mc2
Encoder 1.0800    4.0000    0.0000   4.9790   62.7426   4.0000    0.0000  195.5246
Encoder                                68                                170
Delta T M1 = 0.37 degree C
Setpoint T M1 = 10 degree C
Temp Ga M1 = 15.07 degree C
Temp chiller = 10.0 degree C
miroirs

User      vg1      vo1      vg2      hg2      vo2      ho2
          4.0003   0.3713   4.4999   50.0000   0.6225   0.0000
User      vg3      hg3      vo3      ho3      hg4      ho4
          9.9975   55.0000  21.4838   1.7437   49.9999   0.8000
User      vg5      hg5      vo5      ho5      vg6      hg6
          2.0000   6.0000  -0.0000  -2.9500   2.0000   7.0050
User      vo6      ho6
          0.0000  -2.8000
fentes

Mono d-spacing : 1.920040
Exafs table : moves GAPOFFSET=0.000000
acc : doesn't move
Energy range : 11.6-12.7 keV
nature des cristaux
configuration des mouvements du monochromateur
domaine en énergie des spectres EXAFS
paramètres de focalisation :
Energy  C1[enc]  C2[enc]  ACC[enc]  GAM[enc]
16 11.5008 0.478204[ 16.329] 0.435371[ 7.4309] 6.18176[ 12.8213] -0.250947[ 12.7196]
17 11.9995 0.495053[ 16.5641] 0.453677[ 7.66952] 6.18176[ 13.2376] -0.250947[ 12.7215]
18 12.4995 0.514133[ 16.8374] 0.469069[ 7.87214] 6.18176[ 13.2402] -0.250947[ 12.7207]
19 13.0003 0.533054[ 17.1068] 0.484073[ 8.07058] 6.18176[ 13.271] -0.250947[ 12.7205]

```

FIGURE 2.4.3 – Paramètres de réglage de la ligne

2.4.7 Quelques macros simples

Estimation du « bruit » absolu de la ligne

do noise (macro : bruit sur I0) ou

noise I0 .1 10 (bruit sur I0, 0,1s/pt pendant 10s, soit 100pts) ou

noise I1 I0 1 50 (bruit sur I1 et I0, 1s/pt pendant 50s)

En fonction de l'énergie, du remplissage de l'anneau et de la stabilité de la ligne, le « noise » sur I0 varie de 0,02 à 0,1% environ. Une fois le *noise* mesuré pour un détecteur, il est possible de l'obtenir directement pour d'autres détecteurs :

snoise DETECTEUR (noise sur le détecteur indiqué, I0, I1...)

snoise allcanb (noise sur tous les détecteurs du Canberra)

Estimation du saut d'absorption

Contraste entre le nombre de coups 100 eV avant et 100 eV après le seuil :

do nbc

ATTENTION. La valeur de l'énergie du seuil est celle qui est indiquée dans les paramètres de scan.

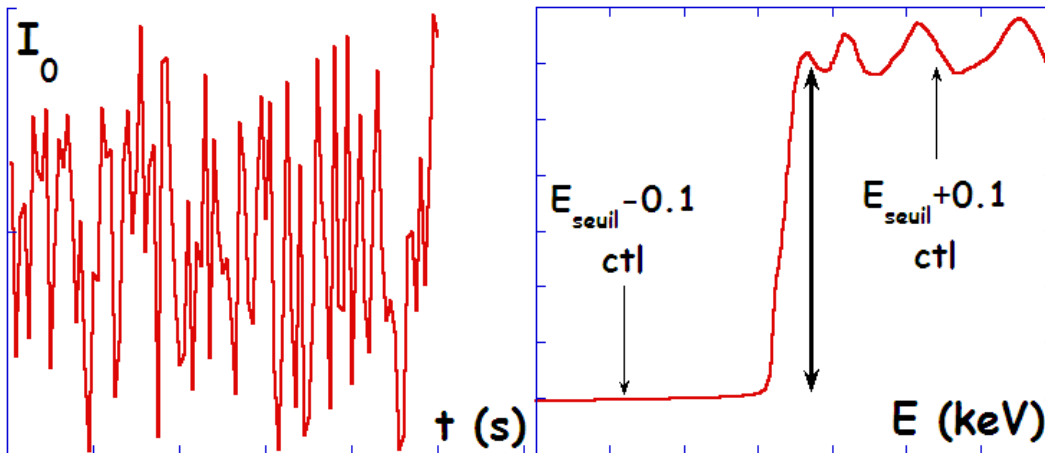


FIGURE 2.4.4 – Estimation du bruit ("noise", gauche) et du saut de seuil ("nbc", droite)

Remplissage du séparateur de phase du monochromateur

refill dans la fenêtre EXAFS.

Cette commande permet de lancer le cycle de remplissage du séparateur de phase du monochromateur, cycle qui se décompose comme suit :

- fermeture de la vanne pilotable
- remplissage du séparateur
- ouverture de la vanne à 100% (pour évacuer d'éventuelles bulles d'azote gazeux) pendant un temps t (variable uniquement à partir de l'eurotherm)
- fermeture de la vanne à sa valeur initiale

2.4.8 Lancement de l'acquisition d'un spectre EXAFS

Pour lancer une acquisition, taper :

exafs (scan classique) ou

spectre, macro regroupant différentes opérations, dans l'ordre et de manière non-exhaustive :

moveE ESTART-0.005 (on vérifie que l'on est au début du spectre)

sleep(...) (attente de la stabilisation)

exafs (lancement de l'acquisition)

moveE ESTART-0.005 (retour au début du spectre)

Il est également possible de créer soit même une macro, simple fichier texte placé dans le répertoire «home» : Fichier *nuit* dans $|home|fame$

spectre

spectre

spectre

spectre

refill

sleep(300)

pour lancer la macro : *do nuit*

EXAFS rapide (QEXAFS)

Pour avoir accès aux paramètres de scan en EXAFS rapide (mouvement continu du monochromateur et de tous les moteurs associés) : *qscan*

```
QUICK EXAFS SCANS SETTINGS
.....
FILE   file:
  ♦ Save           ♦ Read scan settings
SCAN
  ♦ starting energy <13.3>
  ♦ threshold energy <13.474>
  ♦ ending energy <14.3231> Key
QUICK SCAN
  ♦ Number of points <500>
  ♦ Scan duration (s) <30>
  ♦ Integration time (ms) <10>
QUICK SCAN EXTRA SETTINGS
  ♦ Motor synchronisation ratio : <1>
  ♦ Minimum table movement : <0.005>
  ♦ Automatic optimal integration time : <no>
  ♦ Display debug information : <yes>

Starting angle=8.549177 Ending angle=7.934444
Vitesse monochromateur : 1639 pas/sec
Division pour synchro comptage : 98
Division pour synchro moteur : 98
Nbr max de pas sur (c1,c2) : 6 ==> TDepCour =12.7 ms
TintMax = 60.0 ms
TintMaxDep = 60.0 ms
Tint = 10.0

Energie au point 499 : 14.31686 Key
.....
Enter highlighted key or 0 to exit (0)?
```

l'axe du mono bouge avec une vitesse angulaire constante : les points ne sont donc pas équidistants en énergie mais en angle

Tint doit être inférieur à environ $\frac{3}{4}$ TintMax pour que tout se passe bien

FIGURE 2.4.5 – Menu de paramétrage de l'exafs rapide

pour lancer un spectre en EXAFS rapide : *qexafs*

ATTENTION. Même si normalement tout est prévu pour, mieux vaut éviter de faire un « CTRL C » pour arrêter un spectre rapide. Au cas où il est nécessaire d'arrêter l'acquisition (les qexafs s'enchaînent sans interruption dans une macro pour des heures et des heures), il ne faut faire qu'UN seul « CTRL C », pendant le spectre et non pendant la synchronisation des moteurs à la fin. L'arrêt prend alors un certain temps (le temps justement de synchroniser les moteurs).

2.4.9 Acquisition de spectres de fluorescence

Il est possible d'acquérir des spectres de fluorescence entre deux spectres exafs, ou lors d'un scan de l'échantillon. Il faut :

1. Dans la fenêtre Canberragui, cliquer sur l'élément du Canberra avec lequel on veut travailler (on ne peut enregistrer qu'un seul élément).
2. Arrêter le Canberragui par CTRL+C dans la session SPECMCA (sinon, la mémoire du mca n'est pas vidée les coups de fluorescence s'acculent dans le même spectre pendant toutes les acquisitions).

3. Dans la session EXAFS :

- (a) taper *mcasetup* pour changer le nom de fichier si besoin.
- (b) taper *mcaon* (cela permet de passer, en ligne de commande, en mode AUTO-RUN sur *ct/scan* dans le menu *mcasetup*).
- (c) lancer un *ct* (A VERIFIER) ou un *mesh* si on souhaite faire un mapping (*mesh motor1 pos_i pos_f intervals motor2 pos_i pos_f intervals counting_time*)
- (d) *mcaoff* (afin de ne pas sauver un spectre de fluorescence en chaque point d'un scan exafs ou d'alignement...).

2.4.10 En résumé...

Ouverture de la cabane	
Fermeture du shutter qui isole la cabane d'expérience	<i>shcl 2</i>
Positionnement de l'échantillon	Alignement « à l'œil »
Fermeture de la cabane	
Ouverture du shutter de la cabane d'expérience	<i>shop 2</i>
Alignement précis de l'échantillon	
Mesure du bruit après-seuil	<i>moveE E_{après-seuil}</i> <i>do nbc</i>
Alignement en hauteur	Ex. <i>dscan he -5 5 50 .1</i> <i>cen</i>
Alignement latéral	Ex. <i>dscan tte -5 5 50 .1</i> <i>cen</i>
Ne pas hésiter à visualiser ces spectres sous <i>xmgr</i> en fonction des différents détecteurs (I1, canb...) pour définir précisément le centre de l'échantillon	
Optimisation du détecteur de fluorescence	
Après seuil	<i>ctl</i>
Si le nombre total de coups reçus par chaque détecteur (2ème ligne, en noir) est trop élevé, éloigner le détecteur	<i>mvr ttd 10; ctl</i>
Jusqu'à ce que cela soit bon. Et inversement si le nombre de coups est inférieur à cette limite	
A la fin de l'optimisation, pour connaître le nombre de « bons coups »	<i>do nbc</i>
Démarrage de l'acquisition	
Choix des paramètres de scan (si besoin)	<i>scan</i>
Lancement d'un spectre	<i>exafs</i> ou <i>spectre</i> , ou <i>do nuit</i>

Chapitre 3

Station micro-faisceau

3.1 Lancement de la session micro-faisceau

Les moteurs qui gèrent les miroirs de micro-focalisation se pilotent depuis une session SPEC différente de la session principale : dans une fenêtre X, taper *KB*

3.2 Principe général et implantation

Le but de la station micro-faisceau est de diminuer la taille du faisceau, en refocalisant le faisceau focalisé par l'optique principale de la ligne (Figure 15). L'image de la source du faisceau (au niveau de l'aimant de courbure) par l'optique principale de la ligne devient une source secondaire pour l'optique du KB. Pour pouvoir diminuer la taille du faisceau, il faut :

- avoir la taille de source secondaire la plus petite possible, et la mieux défini possible,
- avoir la plus grande distance possible entre la source et l'élément focalisant.

Pour cela, mieux vaut focaliser avec le monochromateur et le 2nd miroir sur les fentes 5, les plus éloignées des KB. Bien penser à changer la table focus pour cela (setfocalpoint). Cela permettra également d'éventuellement diaphragmer au niveau du point focal, en fermant les fentes *vg5* et *hg5*.

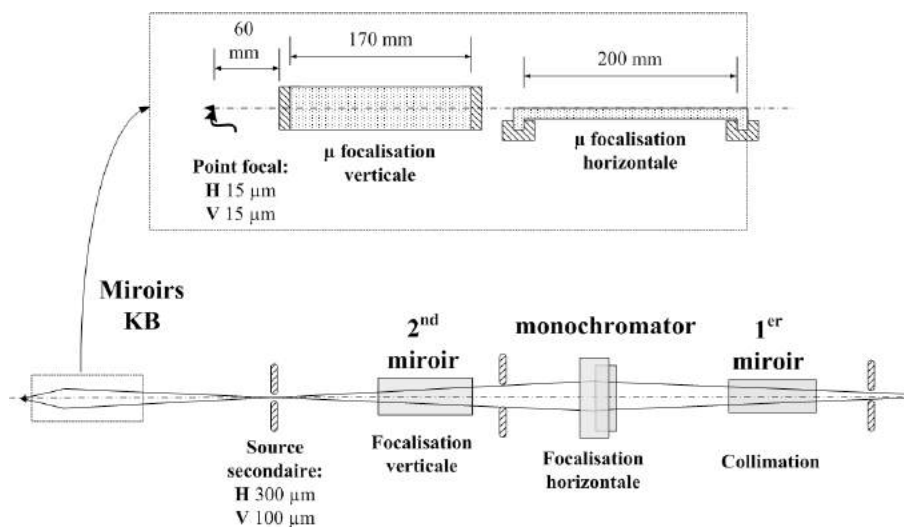


FIGURE 3.2.1 – Schéma de principe de la focalisation du faisceau en mode micro-faisceau

3.3 Mouvements et motorisations

Les principes généraux mis en œuvre pour la conception des courbeurs sont identiques à ceux utilisés pour le courbeur du 2nd cristal du monochromateur de FAME, à savoir :

- mouvements angulaires précis par l'utilisation de charnières de type "points faibles",
- forme des miroirs en U de manière à les fixer sur les mâchoires des courbeurs à l'aide d'un alliage métallique (alliage de French), de manière à limiter au maximum les contraintes sur le miroir dues à leur fixation,
- utilisation de vérins pas-à-pas spéciaux, conçus et validés sur le monochromateur (courbures des miroirs).

Les mouvements des différents moteurs du KB sont représentés Figure 16. Pour avoir accès aux positions des moteurs, taper *wa* dans la fenêtre *KB*.

Current Positions (user, dial)							
<u>kbva</u>	<u>kbvtlt</u>	<u>kbvgam</u>	<u>kbvtv</u>	<u>kbha</u>	<u>kbhltl</u>	<u>kbhgam</u>	<u>kbhtv</u>
2.5000	-0.0689	1.0000	0.1000	2.9011	1.2500	0.0020	-0.0728
4.0821	0.0062	-0.7449	12.1446	-17.2455	0.6805	0.0020	27.8807
kbvc1	kbvc2	kbhc1	kbhc2	kbvtt	kbdiode	kbdetec	
kbvc1	kbvc2	kbhc1	kbhc2	kbvtt	kbdiode	kbdetec	
0.0312	0.1433	0.1881	0.0600	-1.1400	0.4800	0.0000	
0.1143	-0.1247	-0.3131	0.2148	0.3600	4.1859	1041.2200	

FIGURE 3.3.1 – Positions des moteurs “KB”

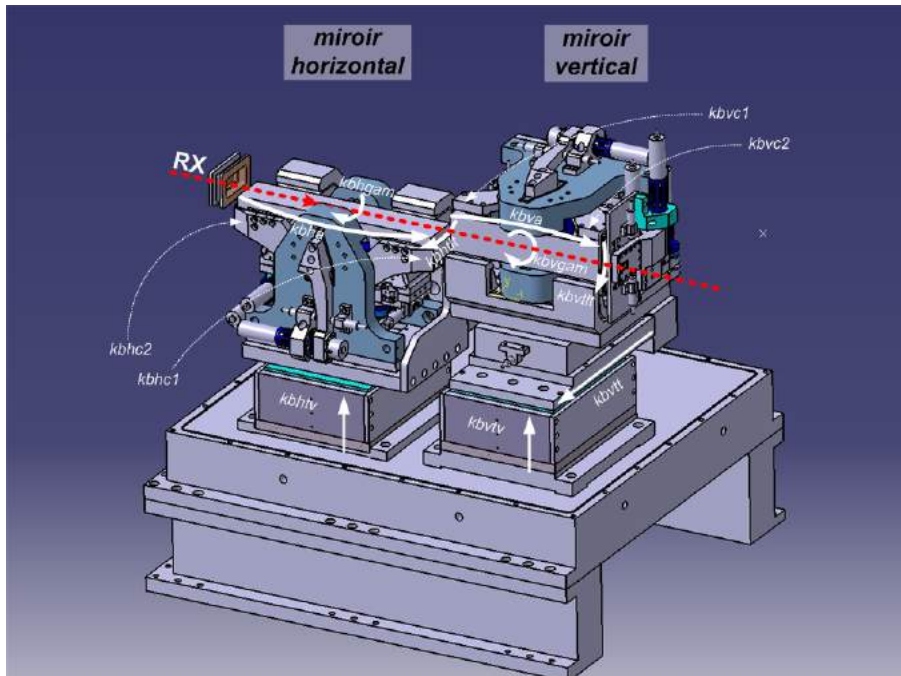


FIGURE 3.3.2 – Montage Kirkpatrick-Baez

3.4 Cartographie de fluorescence X

Le but d'une telle cartographie n'est pas d'effectuer un simple maillage de l'échantillon en enregistrant tous les compteurs en chaque point, mais qu'en chaque point l'ensemble du spectre MCA (Multi Channel Analyzer) soit enregistré.

3.4.1 Mise en œuvre

Pour avoir accès au menu de dialogue du dispositif, taper *mcasetup* :

```
MULTI CHANNEL ANALYSER SETUP
.....
DEVICE <D30B/mca/10> idle

ADC <1> |
GROUP size <4096> | active <1>
TIME mode <Real> | SYNCHRO <Internal>

AUTO-RUN in ct/scan <disabled> | BACKGROUND subtraction <OFF>
AUTO-MEMORY-CLEAR <ON> | PLOT update interval in sec. <0>

SAVE spectrum during scans <YES> | after ct or mcaacq <NO>
binning factor <1> | data format <%16C>
SAVE to <./data/SYNTH_000.mca> and <./data/SYNTH_215_871.mca> (mca files types)

GUI <ON>

.....
go to cplot menu
.....
```

FIGURE 3.4.1 – Menu du Multi Channel Analyser, *mcasetup*

- AUTO-RUN ("disabled" dans l'exemple) qui permet de sauver automatiquement les spectres MCA durant les scans (1 spectre / point du scan). Pour l'activer taper le mot en bleu. Autre moyen pour activer / désactiver cet auto-run en ligne de commande (hors du *mcasetup*) :

```
929.EXAFS> mcaon
```

```
930.EXAFS> mcaoff
```

- certains paramètres de sauvegarde, i.e. dossier et nom des fichiers (actuellement dossier "inclusion3" et nom de fichier "SYNTH") se choisissent en tapant "to" dans "mcasetup". Attention, il faut que le dossier existe, le programme ne le créera pas. L'itération précédée de "_" est automatique.

3.4.2 Exemple d'utilisation (sous forme de macro par exemple)

- *moveE 9.1* (bien penser à se mettre à énergie fixe, après-seuil)
- *mcaon*
- *mesh he 12.5 15.5 30 tte 0 3 30 1* (rappel : les valeurs indiquées dans un mesh sont des valeurs absolues)
- *mcaoff*

Chapitre 4

Spectromètre à cristaux analyseurs

4.1 Spectromètre à cristaux analyseurs

4.1.1 Sélectivité en énergie

Le principe général d'un spectromètre à cristaux analyseurs est simple : un monocristal est placé de manière à être en conditions de Bragg pour une énergie de photons données. Chaque cristal est donc un monochromateur simple cristal. La différence par rapport au monochromateur principal de la ligne est uniquement le spectre en énergie des photons incidents, spectre blanc pour la ligne (figure 4.1.1, gauche), spectre polychromatique plus ou moins complexe pour le cristal analyseur (4.1.1, droite). Dans les deux cas la sélection se fait selon la loi de Bragg.

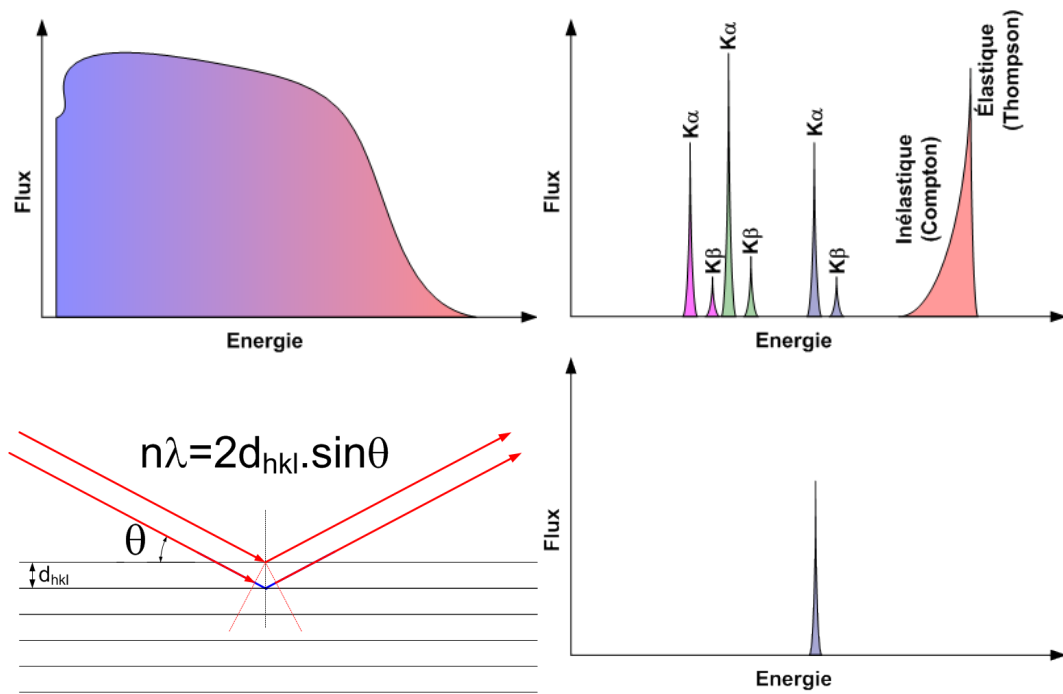


FIGURE 4.1.1 – Bande spectrale des photons incidents sur un monochromateur dans l’optique de la ligne (haut à gauche, source : aimant de courbure), pour un cristal analyseur -haut à droite, source : émission d’un échantillon). Principe de la sélection en énergie suivant la loi de Bragg (en bas à gauche), une seule énergie de photons étant sélectionnée dans les deux cas (en bas à droite).

4.1.2 Géométrie de Johann

L’échantillon, le cristal et le détecteur sont situés sur un même cercle, le cercle de Rowland (figure 4.1.2). Le spectromètre est conçu suivant la géométrie de Johann, i.e. le rayon de courbure du cristal est le double du rayon du cercle de Rowland. Le cristal utilisé est placé de telle façon que la normale à la tangente passe par le point O ; une autre manière de voir est de dire que cette même tangente est la médiatrice du segment [échantillon ; détecteur]. Dans cette géométrie, l’angle d’incidence α est tel que $\alpha = \frac{\pi}{2} - \theta$: Cette valeur d’incidence est cependant une moyenne, et n’est valable stricto sensu qu’au centre du cristal. Il y a une légère erreur angulaire sur les autres points du cristal, relativement faible :

- les rayons ne se focalisent pas strictement ponctuellement (dégradation spatiale),
- l’angle étant légèrement différent, la sélectivité en énergie sera légèrement différente (dégradation spectrale).

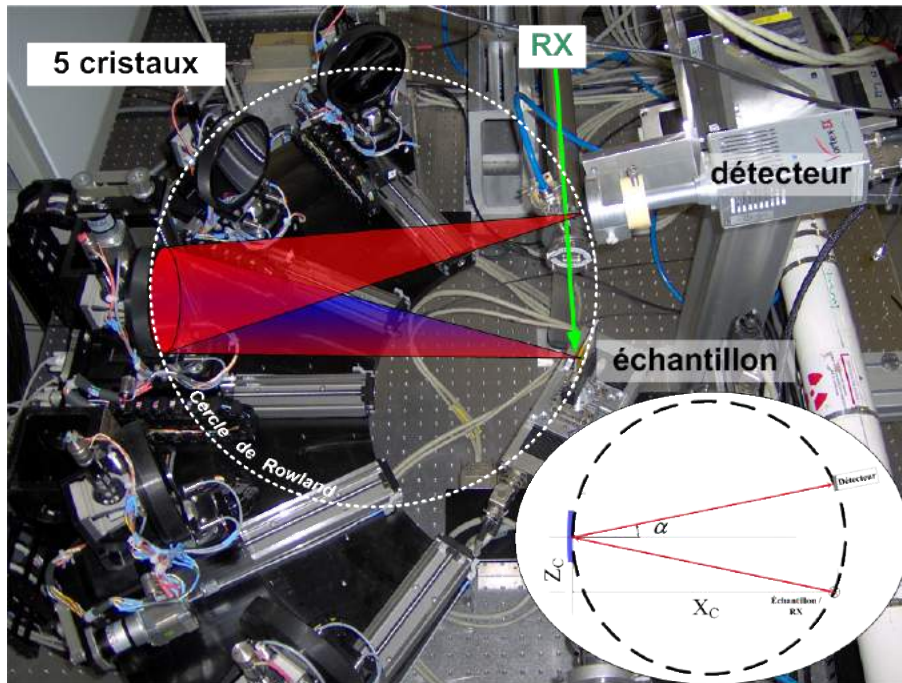


FIGURE 4.1.2 – Géométrie de Johann – cercle de Rowland

4.2 Description du spectromètre

4.2.1 Mouvements

Notre spectromètre comporte 5 cristaux, en éventail autour de l'axe échantillon-détecteur. L'ensemble des moteurs du spectromètre est présenté sur la figure 4.2.1. Les cristaux sont numérotés CA1 à CA5 dans le sens sur faisceau X incident. Chaque cristal possède 4 mouvements :

- une translation horizontale, x , de course totale 250 mm,
- une translation verticale, z , dont la course totale est de 12 mm,
- un mouvement de rotation verticale, tilt, qui permet de faire varier la position du faisceau sur le détecteur de $\pm 2^\circ$ soit $\pm 2,86$ mm (1 mm $\leftrightarrow 0,702^\circ$ et $1^\circ \leftrightarrow 1,43$ mm),
- un mouvement de rotation horizontale, θ , directement relié à l'angle de Bragg. θ varie sur $\pm 1,7$ mm soit $\pm 2^\circ$ (1 mm $\leftrightarrow 1,176^\circ$ et $1^\circ \leftrightarrow 0,85$ mm).

L'ensemble des 5 cristaux est disposé sur une plaque possédant un mouvement de translation verticale, z_{eq} , de 250 mm. Enfin, le détecteur possède 3 mouvements linéaires suivant les 3 directions : x_{det} , le long du faisceau X incident ; y_{det} , transverse au faisceau X incident ; z_{det} , la translation verticale.

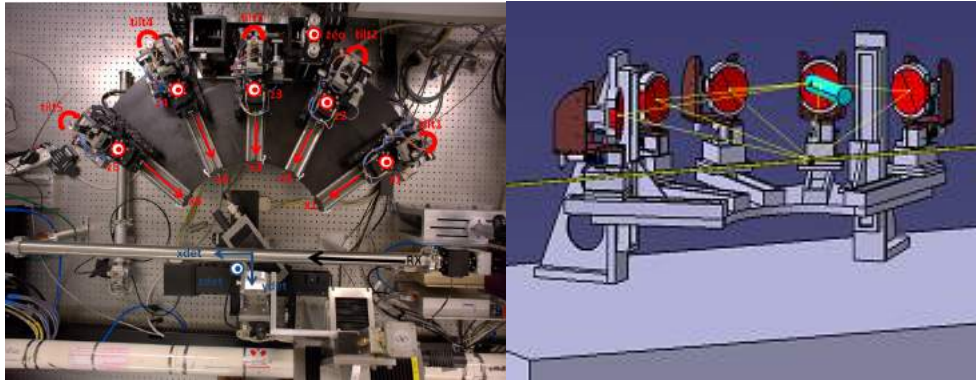


FIGURE 4.2.1 – Spectromètre à cristaux analyseurs sur la ligne, installation (gauche) et représentation schématique (droite)

Les positions de l'ensemble des moteurs du spectromètre peuvent être obtenues par la commande *wcas*.

```
3721.EXAFS> wcas
```

User	teta1	tilt1	z1	x1	teta2	tilt2
	0.0000	-0.0031	205.0000	457.6050	-0.2370	-1.4645
User	z2	x2	teta3	tilt3	z3	x3
	205.0000	435.4000	0.0000	-0.3000	205.0000	435.4000
User	teta4	tilt4	z4	x4	teta5	tilt5
	0.7254	-0.5500	205.0000	460.2400	38.7258	2.2505
User	z5	x5	zsq	zdet		
	205.0000	457.8950	362.7110	45.0000		

FIGURE 4.2.2 – Position des moteurs du spectromètre : *wcas*

4.2.2 Pilotage des moteurs

Les moteurs du spectromètre sont contrôlés par des boîtiers WAGO, qui, comme les cartes DPAP, combinent alimentation de puissance et pilotage des moteurs. Chaque boîtier permet de piloter 8 moteurs. La 4.2.3 montre un boîtier WAGO allumé comme l'indiquent les voyants verts en haut des boîtiers.

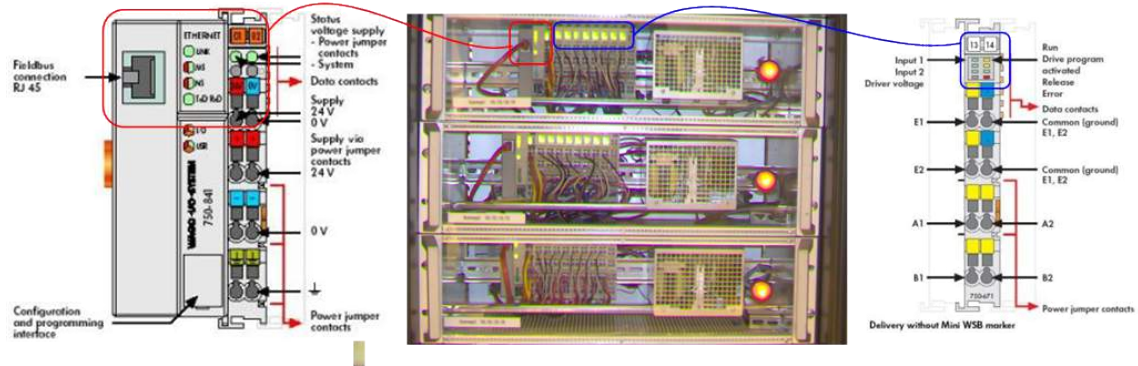


FIGURE 4.2.3 – Boitiers de contrôle Wago. Il faut s’assurer que les limites des différents moteurs du spectromètre ne sont pas activées avant d’allumer les WAGO

4.3 Paramètres de l’expérience

4.3.1 Choix des cristaux

La valeur de l’énergie d’émission analysée dépend directement de la valeur de l’angle de Bragg, θ , et donc de l’angle de l’analyseur, $\alpha = \frac{\pi}{2} - \theta$:

$$E_{analyse} \simeq \frac{12.39842}{2 \times d_{hkl} \times \sin(\theta)} = \frac{12.39842}{2 \times d_{hkl} \times \cos(\alpha)}$$

La Figure 21 représente pour différentes natures de cristal, l’énergie d’analyse en fonction de l’angle α de l’analyseur.

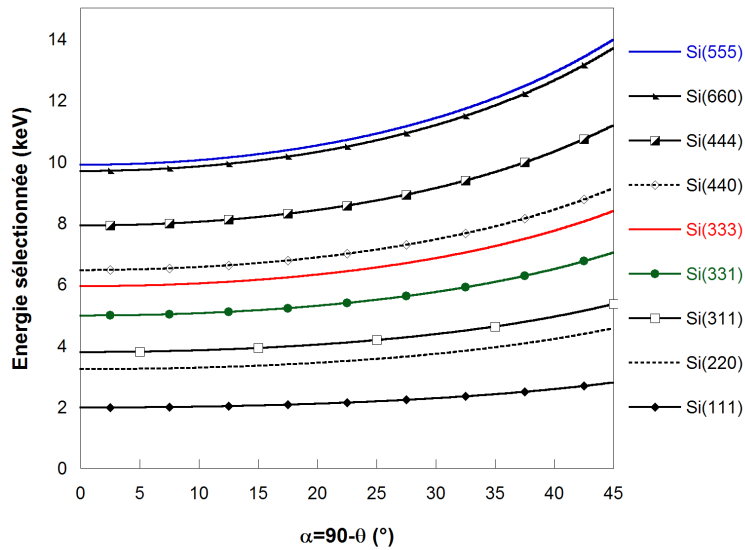


FIGURE 4.3.1 – Evolution de l’énergie d’analyse des cristaux en fonction de l’angle α et de leur nature

Dans le cas d'un cristal idéal, la résolution en énergie s'exprime ainsi ¹ :

$$\Delta E_{total}(\alpha) = \frac{2E}{\pi R_{cristal} \times \tan(\frac{\pi}{2} - \alpha)} \int$$

De cette expression, on peut déduire après intégration que pour que la résolution soit la meilleure possible, il faut un angle de Bragg le plus proche de 90° (angle de l'analyseur, α , le plus proche de 0°).

Pour déterminer quel cristal sera le mieux adapté pour l'expérience, il faut donc combiner deux paramètres, à savoir :

- que l'énergie d'analyse soit possible avec le cristal choisi
- que l'angle α soit le plus petit possible.

Une feuille de calcul Excel (figure 4.3.2) permet de déterminer la nature du cristal, la position des moteurs du spectromètre ainsi que le calcul de la résolution théorique de la mesure. Ce calcul tient également compte de la résolution intrinsèque de la ligne, de la taille verticale du faisceau...

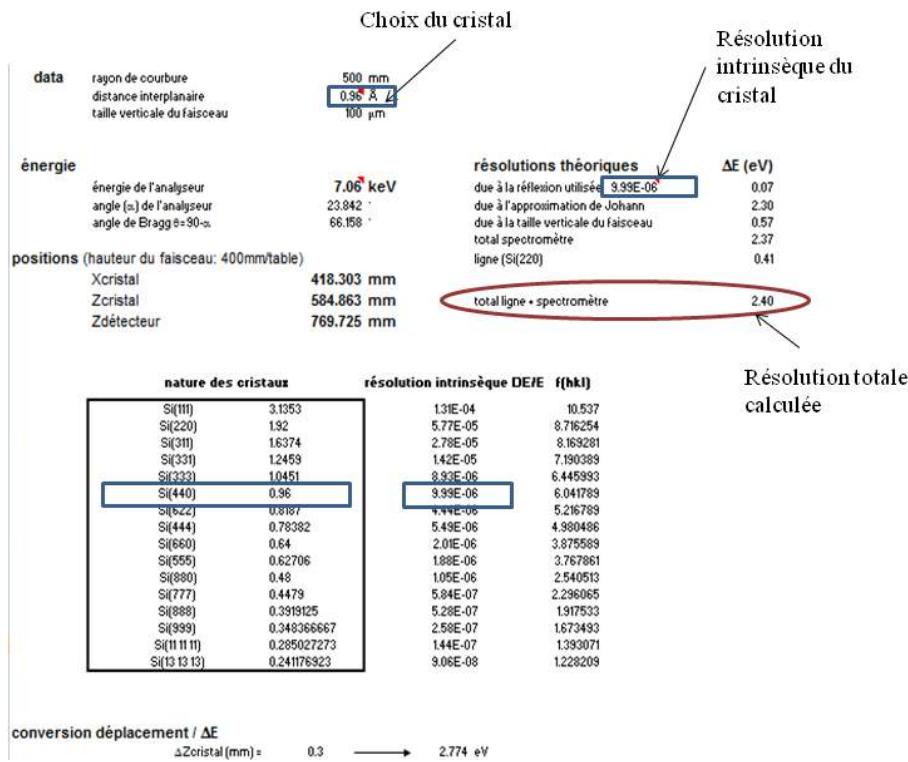


FIGURE 4.3.2 – Saisie d'écran de la feuille de calcul Excel. Exemple pour une énergie d'analyse proche de la $K\beta$ du fer avec la réflexion Si(440)

La commande *confspectro* permet de définir dans la session EXAFS le type de cristal utilisé (Ge ou Si) et la réflexion (indices de Miller), ce qui définit le d-spacing utilisé dans les macros servant à changer l'énergie d'émission par exemple. NB : si le point de focalisation est "sample", il utilise un seul cristal, si le point de focalisation est "CAS", il pose des questions pour savoir le(s)quel(s) des 5 cristaux on souhaite utiliser.

1. Aurélien BRAILLARD, rapport de stage d'école ENSMM (2006)

4.3.2 Paramètres de mesure

Comme pour la session EXAFS, il faut faire le choix des différents détecteurs et la définition de la mesure d'abs1 et d'abs2. La mesure des photons diffractés par le spectromètre peut être effectuée soit avec un Vortex SDD (silicon drift detector – détecteur au silicium à effet de champ) soit avec un photomultiplicateur.

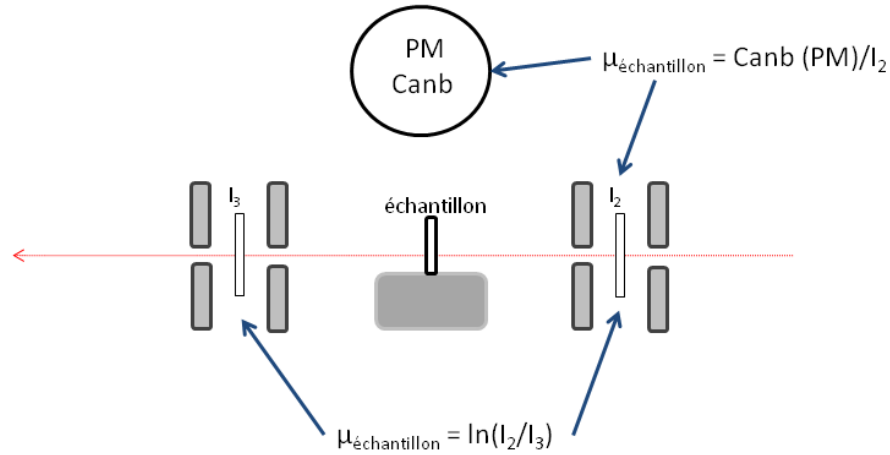


FIGURE 4.3.3 – Représentation des compteurs de part et d'autre de l'échantillon en position "CAS"

4.3.3 Mouvements de l'échantillon

L'alignement de l'échantillon sur le faisceau se fait grâce aux moteurs décrits figure 4.3.4.

- Xech translation longitudinale (sens + dans le sens du faisceau)
- Yech translation transverse au faisceau (sens + vers le tube de FIP)
- Zech hauteur (sens + vers le haut)
- Rech rotation (sens + dans le sens trigonométrique)
- TRech translation (sens + à droite du faisceau, TRight)
- TLech translation (sens + à gauche du faisceau, TLeft)

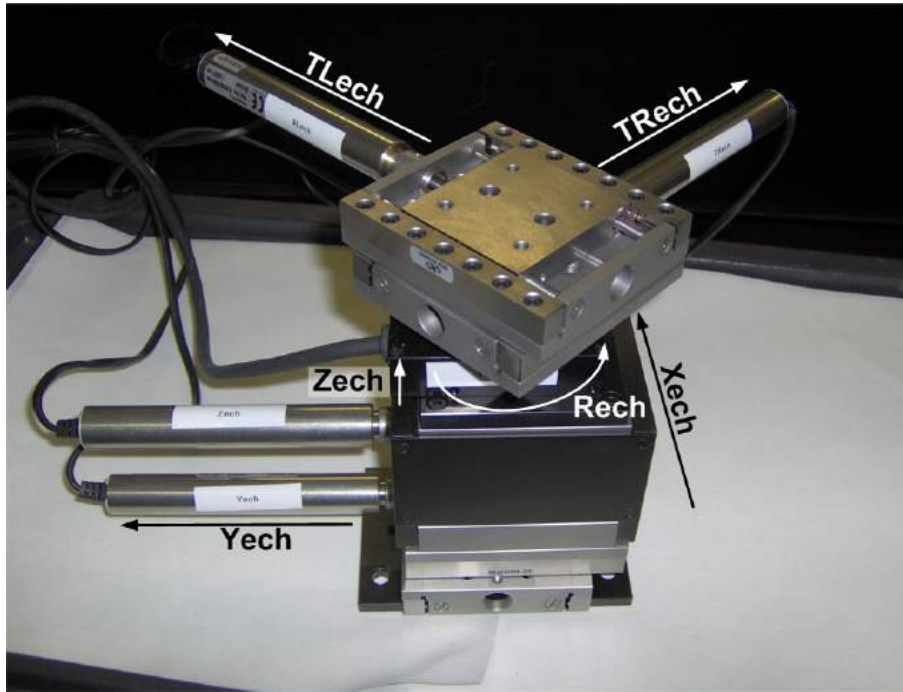


FIGURE 4.3.4 – Mouvements du porte-échantillon

4.4 Réglage du spectromètre

4.4.1 Alignement sans faisceau

Avant de commencer le réglage du spectromètre avec le faisceau, il faut impérativement l'aligner correctement d'un point de vue mécanique. Il faut :

- faire attention au positionnement des cristaux sur leur support (ils doivent être bien plaqués sur leur support),
- vérifier que les angles tilt et θ soient bien nuls,
- aligner le détecteur à l'aplomb de l'échantillon/faisceau incident (axe faisceau = axe détecteur),
- vérifier que les distances $x_1 \dots x_5$, $z_1 \dots z_5$ correspondent à ce qui est attendu par le calcul, les modifier en conséquences,
- vérifier que tous les cristaux sont à la même hauteur (changer les "petits z" en conséquence) en réglant l'horizontalité entre eux.

Pour tout cela, un réglet, un niveau à bulle et un fil à plomb suffisent.

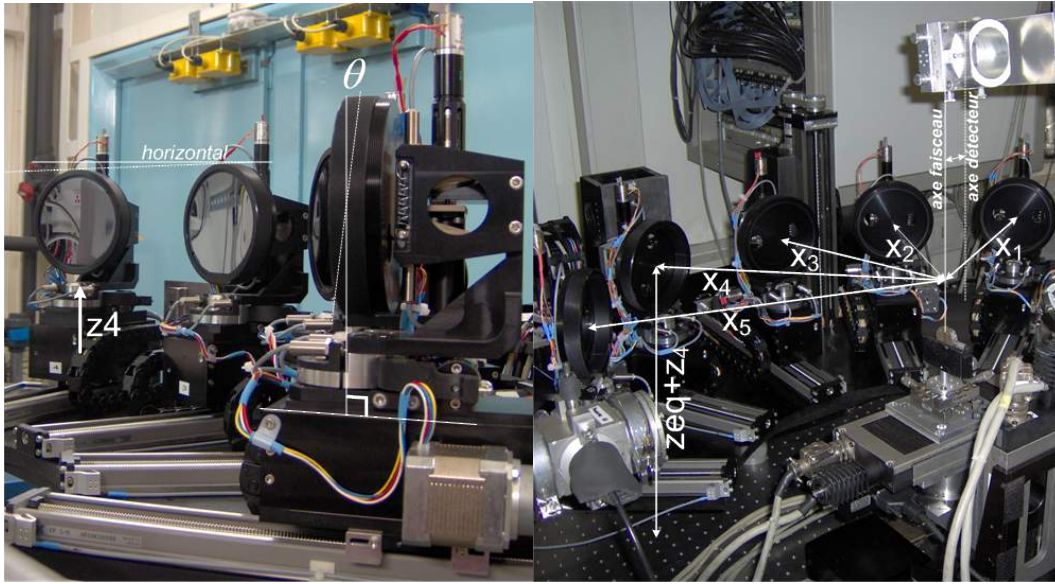


FIGURE 4.4.1 – Angles et positions des cristaux à optimiser au préalable

4.4.2 Point de focalisation

Il est nécessaire de focaliser le faisceau au centre du spectromètre.

Horizontalement, la focalisation change en fonction de l'énergie. D'un point de vue SPEC, il faut indiquer ce changement de point de focalisation via la macro *setfocalpoint* et choisir la table focus *CAS*. En général, on se trouve sur la table *SAMPLE*. Il faut bien penser au domaine en énergie du réglage : si l'on souhaite faire une mesure du pic élastique, il faut intégrer la valeur d'énergie correspondante dans la table *focus*.

Verticalement, la qualité de la focalisation est importante car elle conditionne la résolution en énergie de l'analyseur. En effet, la géométrie de la diffraction étant verticale, la taille verticale du faisceau induira une largeur angulaire d'émission ΔE_{taille} . La composante sur la résolution en énergie s'obtient par simple différentiation de la loi de Bragg :

$$\Delta E_{taille} = E \times \cotan(\theta_{bragg}) \times \delta\theta_{taille}$$

L'angle étant petit, on a :

$$\delta\theta_{taille} = \frac{\text{taille verticale du faisceau}}{\text{distance cristal-échantillon}}$$

Cette composante de la résolution est calculée dans la fiche Excel.

4.4.3 Principe général du réglage

Il est parfois plus facile de régler le spectromètre sur la raie de fluorescence $K\alpha_1$ ou $K\alpha_2$ de l'élément à analyser ou de l'élément 'Z-1' dans le cas d'un réglage sur la zone des raies $K\beta$. Une fois le réglage effectué, on l'affinera en se plaçant sur le « pic élastique » (scan en énergie autour de l'énergie sélectionnée). Très schématiquement, la logique du réglage est décrite figure 4.4.2.

- On pourra commencer par le cristal qui se trouve à 90° , CA3 et masquer les autres cristaux avec les « masques en plomb » prévus à cet effet.
- En ce qui concerne le détecteur, pour le début, il est préférable d'utiliser le photomultiplicateur pour sa plus grande surface de détection ($1,1 \text{ cm}^2$ contre 50 mm^2 pour le Vortex). Par ailleurs, l'avantage d'utiliser le Vortex est qu'il est résolu en énergie ($\Delta E \approx 250 \text{ eV}$ pour un shaping time de 500ns) et qu'en passant par l'électronique du Canberra, il est possible de visualiser le spectre d'émission enregistré par

le détecteur via l'application CANBERRAGUI. Ce qui est donc très pratique pour diagnostiquer de « mauvais » réglages.

ATTENTION. Il ne faut se mettre à scanner tous les mouvements pour essayer de converger, en général cela ne marche pas, il faut faire confiance en la mécanique et en l'alignement préalable des cristaux.

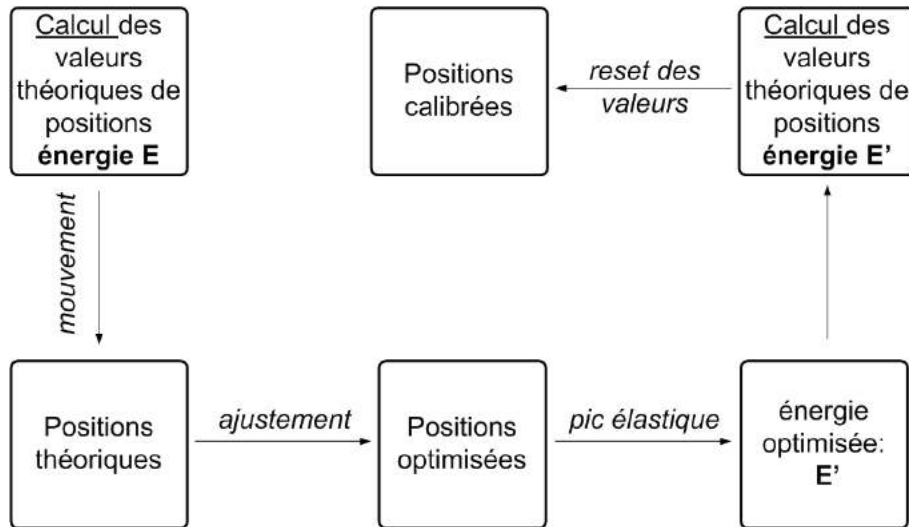


FIGURE 4.4.2 – Principe général du réglage des cristaux

4.4.4 Pour commencer : le cristal de référence

Une fois l'échantillon au point de focalisation, l'énergie du faisceau incident adaptée à ce que l'on veut faire (supérieur au seuil d'absorption pour une optimisation sur une fluorescence, égale à l'énergie analysée pour une mesure sur le pic élastique), on choisit un cristal de référence (CA3 par exemple). Il faut "accrocher" le pic de diffraction sur le détecteur. Pour cela :

- se déplacer en *zeq* (sur une gamme assez étendu, $\pm 5\text{mm}$ par exemple),
- se déplacer en *x3* (sur une gamme assez étendu, $\pm 5\text{mm}$ par exemple),
- se déplacer en hauteur du détecteur (sur une gamme assez étendu, $\pm 5\text{mm}$ par exemple)
- si rien n'apparaît, il ne faut pas trop s'acharner, il faut bien vérifier que les cotes des différentes positions sont correctes. Si besoin est, le vérifier avec un laser représentant le trajet d'un photon, cela permet en général de corriger certains gags, d'optimiser le tilt du cristal..

Recommencer les scans de position jusqu'à ce qu'un pic apparaisse, se mettre au maximum ou au centre des profils obtenus pour tous ces moteurs :

- *zeq* (hauteur générale de l'ensemble des cristaux)
- *x3*
- *tilt3*
- *htd* (hauteur du détecteur)

Ne pas scanner dans un premier temps

- *z3* (hauteur fine du cristal CA3)
- *teta3* (angle de Bragg du CA3, la verticalité de l'angle a été vérifiée mécaniquement)
- *tld* (translation longitudinale du détecteur, dans l'axe du faisceau) et *ttd* (translation transverse du détecteur, perpendiculaire à l'axe du faisceau), ces deux positions ayant été fixées lorsque l'on a mis le détecteur à l'aplomb de l'échantillon.

Une fois que l'on est optimisé, faire une mesure du pic élastique et "reseter" les valeurs des moteurs aux valeurs calculées pour l'énergie optimisée. La commande *setEmi Eréel* permet de le faire automatiquement pour tous les moteurs en une fois.

4.4.5 Poursuite du réglage

Une fois le premier cristal optimisé, il faut en toute logique poursuivre par les autres. Tous les moteurs ne seront pas à bouger car le réglage du 1er cristal impose maintenant des contraintes. Ainsi, les positions du détecteur sont fixes, ainsi que la hauteur de l'ensemble des cristaux, *zeq*. Pour chaque cristal, il faut optimiser :

- le petit *z*
- *x*
- *tilt*
- *teta* éventuellement

et suivre la même procédure de calibration que précédemment.

4.4.6 Les amplitudes des scans : exemples de profil

Typiquement, les scans d'alignement du spectromètre sont les suivants : $x \pm 5\text{mm}$ et $z \pm 5\text{mm}$ (figure 4.4.3); *tilt* $\pm 1^\circ$ et *teta* $\pm 1^\circ$ (figure 4.4.4) et *htd* $\pm 5\text{mm}$ (figure 4.4.5).

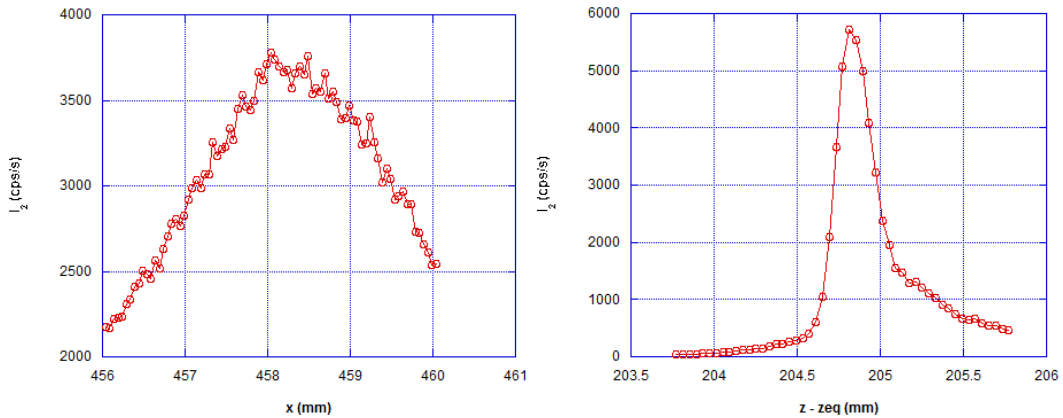


FIGURE 4.4.3 – Exemples de profils de scans des moteurs 'x' et 'z'

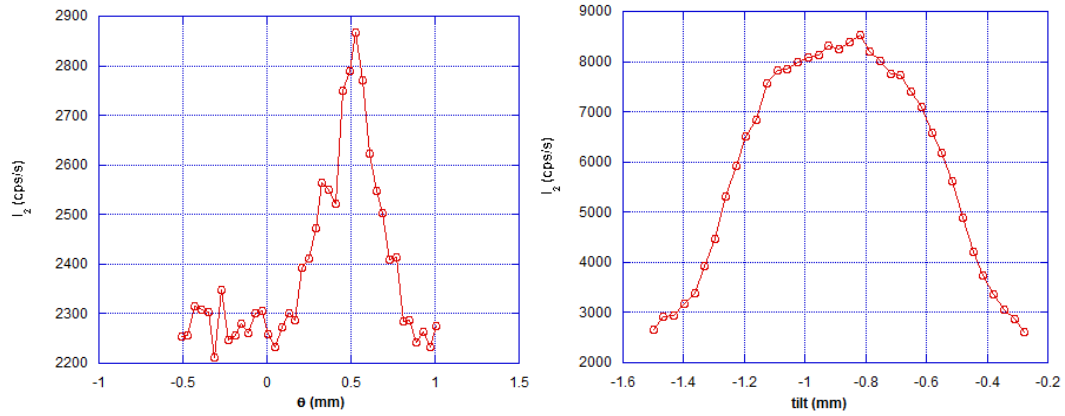


FIGURE 4.4.4 – Exemples de profils de scans des moteurs ‘*teta*’ et ‘*tilt*’

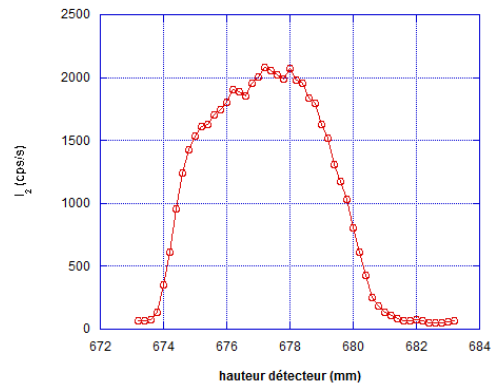


FIGURE 4.4.5 – Exemple de profil de scan du moteur ‘hauteur détecteur’

4.4.7 Commandes utiles

getEmi pour connaître quelle est l’énergie d’émission sélectionnée (en keV).

moveEmi pour changer l’énergie d’émission (en keV).

Emiscan Eini Efin Nbinterval Tint pour faire un spectre d’émission. NB : comme un Escan, cette commande ne permet pas d’utiliser *cen*, *pic* ou *curs*.

Chapitre 5

Dépannage de la ligne

5.1 Ouverture du faisceau

Les portes des différentes hutches étant fermées, il n’y a toujours pas de faisceau après avoir manœuvré les shutters :

1. Est-ce que le front-end commun FAME/FIP est bien ouvert ? Est-ce qu’il y a du faisceau ? cf. application



« jidappli ». Cliquer sur l’icône dans la barre de tâche ou taper *jidappli* dans une fenêtre X.

2. Est-ce que notre absorbeur est bien ouvert ? Est-ce que toutes les vannes sont bien ouvertes ? *fvacuum* montre le synoptique de la ligne. Cliquer sur l’icône dans la barre de tâche ou taper *fvacuum* dans une fenêtre X. Si l’application est lancée, cliquer sur l’onglet “Commands” puis “Update”. La figure 5.1.1 présente les vides typiques de la ligne. En haut, la couleur des éléments renseigne sur l’état des vannes et absorbeurs (Vert : élément ouvert ; Violet : élément fermé mais rien n’interdit son ouverture ; Bleu : élément fermé et non manoeuvrable (« search » non fait, problème de vide . . .) ; Rouge : élément en mouvement). En cliquant sur la vanne ou l’absorbeur, une fenêtre de dialogue s’ouvre (bas). Si la sécurité n’est plus active, ces deux éléments peuvent être réouverts. Sinon, un message renseigne sur l’état de la sécurité (bas à gauche). De même, cette application sert à fermer les éléments (bas à droite). Dans le cas de la figure 5.1.1, les vannes situées de part et d’autre du monochromateur sont fermées, de même que l’absorbeur de l’enceinte 1. Un affichage en bas à droite indique l’état des sécurités.

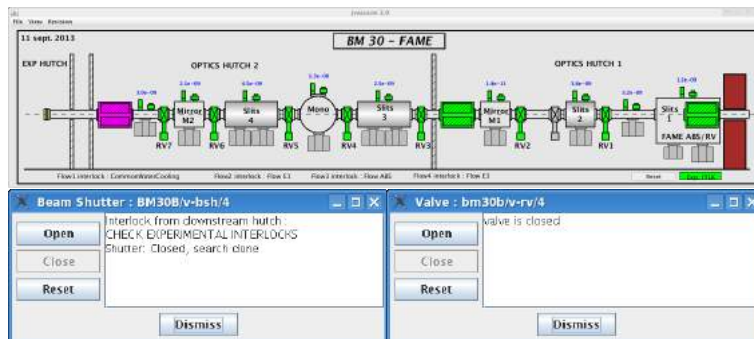


FIGURE 5.1.1 – Application vide, montrant les vides typiques de la ligne.

3. Est-ce que la température du 1er cristal du monochromateur est correcte ? Une hausse de la température entraîne un dérèglement de l'accord entre les deux cristaux. Dans ce cas, le faisceau peut ne pas être visible à l'écran mais on doit compter quelques coups sur le I0. Pour connaître la température du 1er cristal, regarder l'indication de l'Eurotherm situé en bas de la baie de droite. Il faut alors :
 - attendre que le mono se refroidisse après avoir réglé le problème en i) ouvrant un peu plus la vanne d'azote liquide ou ii) fermer un peu le gap hg2 pour réduire la charge thermique.
 - régler l'*acc* « à la main » si l'écart est important.

5.2 Perte de faisceau : angle entre les deux cristaux du monochromateur

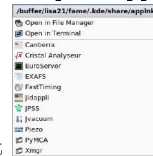
5.2.1 A l'aide du moteur acc

mvr acc ±0.001

Pour retrouver « manuellement » le maximum de flux si l'optimisation automatique ne marche pas.

5.2.2 A l'aide du piézoélectrique

L'ajustement du parallélisme est automatique lorsque l'application suivante est lancée :



- lancer l'application piezo du menu déroulant (ou taper *ssh mona2* dans une fenêtre X puis *spec*) puis éventuellement *regul* (si l'application ne se lance pas automatiquement)
- passer en mode auto (*a*) et mettre la valeur de la consigne (*C*) à 0 (la barre d'espace permet de naviguer entre la consigne *C* et les 3 valeurs de *P*, *I* et *D*).

Cette application permet un ajustement en fonction du signal mesuré par la diode. Seule contrainte, il faut que la valeur de la tension sur le piezo (DAC), qui varie de 0 à 10V, permette l'ajustement (une valeur du DAC entre 2 et 8V est raisonnable). Si ce n'est pas le cas, il faut bouger l'*acc* jusqu'à ce que la valeur soit correcte : *mvr acc « valeur »* dans la fenêtre *EXAFS*.

5.3 Messages d'erreur dans la session EXAFS

5.3.1 Alimentation des moteurs éteintes

```
Error moving motor on motor 1, unit 4, "moteur".
Error on "d30b/vpap_mono/01" sending DevMoveRelative.
  command not allowed in this device state (58).
ESRF motor controller is in FAULT state.
Now doing a board-level reset ...
Reset fails! Is Vpap motor enable switch off?
Error programming motor move. Giving Up.
Motion canceled.
```

Le rack RPAP du moteur en cause est éteint : le rallumer et tourner la clef sur « enable ». Toutes les cartes DPAP sont étiquetées, trouver le rack ne doit pas trop poser de problème.

5.3.2 Erreur de serveur

```
Can't import "d30B/serveur/numéro".
Device has not been fully imported yet, (hint : start the device
server)...
```


Le nom du serveur et le numéro associé sont variables. Concrètement, les device servers tournent sur 5 machines :

Nom de la machine	Localisation	Utilisation	Procédure de redémarrage
angelod30	PC windows	mcaAIM : serveur du canberra	cf. le § «Redémarrage complet de la ligne...», rubrique «Redémarrage des ordinateurs»
d3003	VME de la baie du détecteur	moteurs de la canne du cryostat (hca, rca)	« reseter » le VME, attendre 2-3 minutes et taper <i>reconfig</i> dans la
mona2	PC Linux de la baie dans le couloir	- database pour les VME - liaisons séries connectées sur le RocketPort : jauges, sondes, lock-in, mcce...	session EXAFS (la session récupère toutes les informations pour pouvoir dialoguer avec les différents serveurs)
sienne	PC Linux de la baie de droite	eurotherm du monochromateur	

Pour connaître sur quelle « machine » (ordinateur ou VME) le serveur tourne (ou plutôt ne tourne pas), il faut se connecter sur les machines les unes après les autres.

- Pour se connecter sur un VME, *telnet d3001* puis *root rt*. Puis taper *procs* pour connaître les processus qui tournent, *ls* pour voir ceux qui devraient tourner, *kill num_process* pour tuer un process et *mon_process.startup* pour démarrer celui qui manque. *list mon_process.startup* permet de voir le contenu du fichier.
- Pour se connecter sur mona2, taper dans une fenêtre X : *ssh blissadm@mona2*. Pour connaître la liste des serveurs qui tournent : *bliss_dserver status*. Pour redémarrer un serveur : *bliss_dserver stop nom_du_service* puis *bliss_dserver start nom_du_service*. Ou plus simplement *bliss_dserver restart nom_du_service*.
- Pour savoir quelles ressources sont enregistrées sur mona2, se connecter sur mona2, aller dans /home/blissadm/local/taco *ls* montre les ressources utilisées par l'ensemble des machines. *more Serial_mona2.res* montre les propriétés des liaisons séries gérées par mona2.
- Pour redémarrer un serveur taco sur mona2, aller dans ~/local/taco/D30B et taper *taco_db update nom_du_service.res*.

5.3.3 Erreur de serveur (bis)

```
Can't move UNUSABLE motor 4, unit 0, "moteur".
```

Ce problème est très proche du précédent : le serveur qui gère le moteur le gère mal, ou pas du tout. Il faut dans un premier temps identifier quel VME gère le moteur en défaut, avant de le reseter et faire un *reconfig* dans la session EXAFS. En pratique, tous les moteurs sont gérés par le VME d3002, qui gère tous les racks DPAP de la baie de gauche. Les exceptions sont :

- les moteurs avec codeur (su3, sd3 ,hm, gap & mono) gérés par d3001,
- les moteurs de la canne du cryostat (hca et rca) gérés par d3003.

5.3.4 Erreur sur le serveur du MCA

```
Error clearing on MCA.
Error on "d30b/mca/10" sending DevMcaClearMemory.
Lost connection to the device server (12).
```

À la place de “clearing”, il peut y avoir également “selecting time mode” ou “reading data” ou “getting ADC info”. Le McaAIM est arrêté sur AngeloD30 : relancer l’application.

5.5 Problèmes liés à la détection

5.5.1 Si le nombre de coups mesuré par les diodes est très faible

1. Re-régler le [parallélisme](#) (dans la fenêtre *regul*), ouvrir les fentes,
2. Changer de [gammes](#) :
 - (a) mcce i0 range 1e-8 par exemple
 - (b) refaire les offsets après coup (*detoffset* ou O dans le menu *m*)

5.5.2 Si aucun des détecteurs ne mesure des coups

1. Est-ce qu'il y a bien du [faisceau](#)? Est-ce que la table EXAFS est à la bonne hauteur? Est-ce que les angles des miroirs sont bien choisis?
2. Est-ce que tous les [racks de la baie détecteur](#) sont bien allumés? Même si le détecteur Canberra n'est pas utilisé, tous ses racks doivent être allumés car les signaux des diodes transitent par celui du bas.
3. Est-ce que le [VME de la baie détecteur](#) n'est pas planté? Si c'est le cas, un message d'erreur s'affiche. Faire un reset, attendre 1 ou 2 min. et taper *reconfig* dans *exafs*.

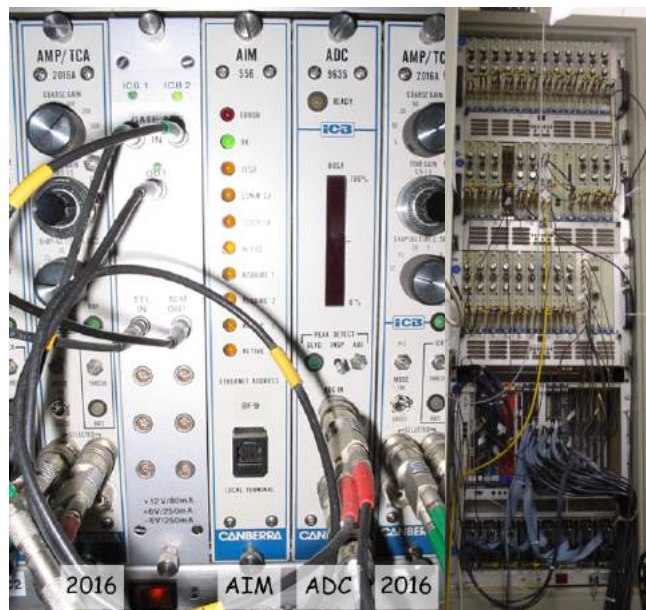


FIGURE 5.5.1 – Coffret de l'AIM (au centre) avec à droite le coffret de l'ADC et 2 coffrets 2016 de part et d'autre.

5.5.3 Si le détecteur Canberra ne mesure pas de coups, ou mal

1. Est-ce que la haute tension (1,30 kV) est bien mise?
2. Est-ce que les fenêtres SCA1 et SCA2 sont bien programmées?
3. Les éléments sont peut-être « disable ». Dans ce cas, dans l'application Canberragui, cliquer sur All dans la boîte Apply to, puis cocher « enable »

4. La fenêtre SCA2 peut être programmée avec un nombre de canaux dépassant 4096
5. Est-ce que la protection plastique+plomb est bien enlevée?
6. Est-ce que l'application McaAIM, qui tourne sur le PC sous windows (AngeloD30) est bien lancée, pas plantée? Sinon, relancer l'application en cliquant sur l'icône. Si ça ne marche toujours pas, il faut enlever le boîtier de l'AIM (situé dans la baie détecteur dans le 2ème rack en partant du bas), le rebrancher, attendre quelques minutes et relancer l'application. (UNIQUEMENT PAR LE LOCAL CONTACT)

5.6 Arrêt d'un spectre en cours d'acquisition

5.6.1 Arrêt causé par un problème réseau

Parfois, ce message d'erreur s'affiche (le moteur mis en cause peut changer) :

```
Error moving motor on motor 2, unit 4, "acc".
Error on "d30b/vpap_mono/02" sending DevMoveRelative.
RPC client call timed out (2)...
```

Soit le spectre continue, si le "timed out" ne dure pas trop longtemps, soit il s'arrête. Dans ce cas, un moyen de ne pas perdre les données est de continuer l'acquisition en tapant : *resume*

N.B. 1 : Dans ce cas, si le spectre en cours est un spectre EXAFS, il ne sera pas sauvegardé automatiquement. Ne pas oublier de taper *save_scan* pour le faire (à vérifier, mais il doit y avoir 2 lignes de commentaire à supprimer au niveau de l'interruption).

N.B. 2 : Si le spectre n'en est qu'à son début, que la zone EXAFS n'est pas commencée, mieux vaut recommencer complètement l'acquisition...

5.6.2 Arrêt causé par l'activation d'une sécurité

La valeur du monitor I0 est quasi-nulle



```
13.4365 8.46175 125113 2.45304e+06 1.66103e+06 -168.937 4087 [...] 1.10128e+06
13.4372 8.4613 125117 2.45157e+06 1.66186e+06 -168.979 4135 [...] 1.10143e+06
13.4379 8.46086 125122 2.45456e+06 1.66205e+06 -168.936 4074 [...] 1.10069e+06
Beam lost : mon = 13 (chk_thresh for 1 sec is 1000) temp=-168.830101))
```

La température du 1er cristal augmente, la limite étant fixé dans ce cas à -150°C.

```
13.4365 8.46175 125113 2.45304e+06 1.66103e+06 -148.937 4087 [...] 1.10128e+06
13.4372 8.4613 125117 2.45157e+06 1.66186e+06 -149.279 4135 [...] 1.10143e+06
13.4379 8.46086 125122 2.45456e+06 1.66205e+06 -149.936 4074 [...] 1.10069e+06
Beam lost : mon = 1.10069e+06 (chk_thresh for 1 sec is 1000) temp=-150.130101))
```

Dans les deux cas, il faut remédier au problème après l'avoir diagnostiqué (il peut s'agir de la réinjection pour la chute de I0). SPEC va alors attendre 2-3 minutes avant de relancer le spectre, le temps que l'optique soit thermalisée.

5.7 En résumé, si le spectre s'arrête ou ne peut démarrer

Problème	Procédure	Commandes associées
Sécurité activée (§5.6.2)		
Température 1er cristal du monochromateur (<i>Beam lost : [...]</i> temp=-135)	Vérifier le remplissage du séparateur de phase	
	Ouvrir la vanne "azote liquide" avant le mono	
Pas de faisceau	Courant dans l'anneau ?	 (jidappli)
	Problème vide ou vannes ?	 (jvacuum) puis application web de diagnostic PLC sur joconde si besoin
	Problème température ?	application web de diagnostic PLC sur joconde et <i>ontemp dum ...</i>
	Problème d'interlock PSS ?	jps
	Déplacement d'un élément optique, de la table EXAFS ?	<i>wx</i> , <i>we</i> et comparer avec les valeurs de début d'expérience
	Fentes fermées ?	<i>wl</i>
	Parallélisme entre les cristaux ?	valeur du <i>DAC</i> dans <i>regul</i> bloquée à 10 ou 0 ; bouger acc
Problème informatique		
Communication réseau (<i>[...] timed out</i>)	cf §5.6.1	<i>resume</i> ou redémarrage du spectre
Non-définition des paramètres de scan	cf §2.2.4	taper <i>scan</i> pour lire ou définir des paramètres

5.8 Redémarrage complet de la ligne après une coupure électrique

Après une coupure électrique de la ligne (prévue ou non), tous les éléments ne redémarrent pas forcément automatiquement. Voici une liste la plus exhaustive possible des opérations à effectuer.

5.8.1 A faire pendant la coupure (ou si possible avant)

Pour éviter toute dégradation du matériel lors de leur remise sous tension, il est bon d'éteindre la plupart des appareils lorsqu'il y a une coupure électrique, pour pouvoir les redémarrer après, une fois le courant revenu :

- éteindre les différents racks des baies (sauf la baie vide),
- éteindre la haute tension du Canberra (coffret d'alimentation dans le rack du bas de la baie détecteur, dans EH1, interrupteur sur OFF, la haute tension descend progressivement en suivant une rampe de 1,3kV, sa tension de fonctionnement, à 0).

5.8.2 Redémarrage des ordinateurs

1. Redémarrage de l'ordinateur Mona2 (baie dans le couloir, figure 5.8.1) : login fame, password fame. Cela va permettre un redémarrage correct des VME (images de boot), il faut donc attendre 2-3 minutes avant de continuer.
2. Redémarrage de l'ordinateur de pilotage (sienne) : login fame, password fame puis cf. §5.4.

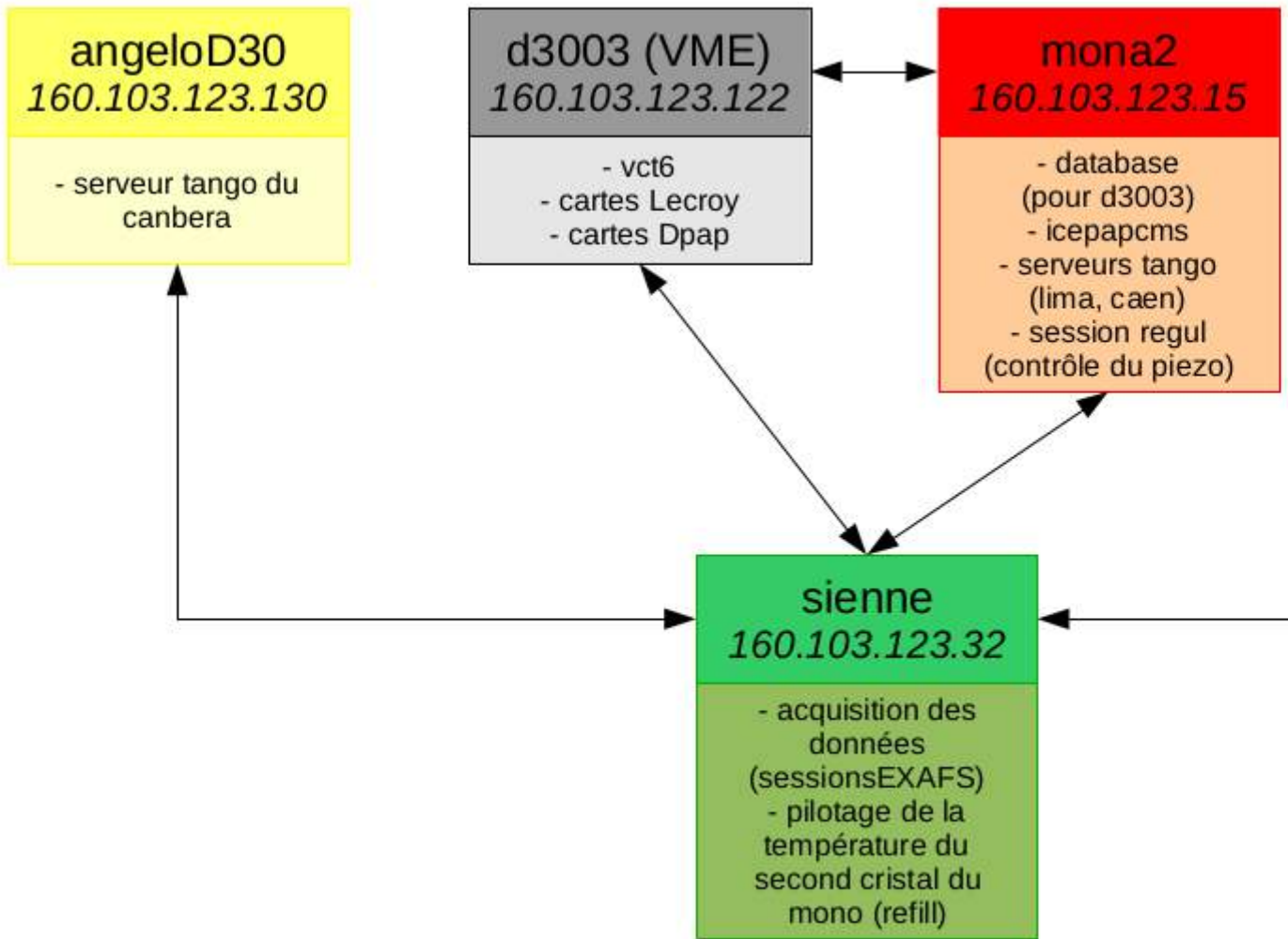


FIGURE 5.8.1 – Organigramme des ordinateurs de la ligne.

3. Redémarrage du PC sous windows (AngeloD30), login FAME Local Contact, password mousfa et démarrage de l'application McaAIM (cf. §5.8.2).



FIGURE 5.8.2 – Application McaAIM

4. Reset du VME. En effet, le redémarrage des VME étant automatique, il a redémarré avant Mona2 et donc sans les informations indispensables à son démarrage correct (image de boot absente).

5.8.3 Redémarrage des pompes ioniques

Les coffrets « Dual Controller » des pompes ioniques se trouvent dans la baie vide à l'extérieur de la cabane de contrôle (figure 5.8.3 gauche). Si les pompes sont arrêtées (cas de la voie 1 sur la figure), il faut appuyer sur « HV1 ON/OFF ». La haute tension s'applique (voyant vert ON) et va augmenter progressivement jusqu'à -7000 V puis, lorsque le vide est suffisamment bon (et le courant de la ionique suffisamment bas), descend à -3000 V (cas de la voie 2).

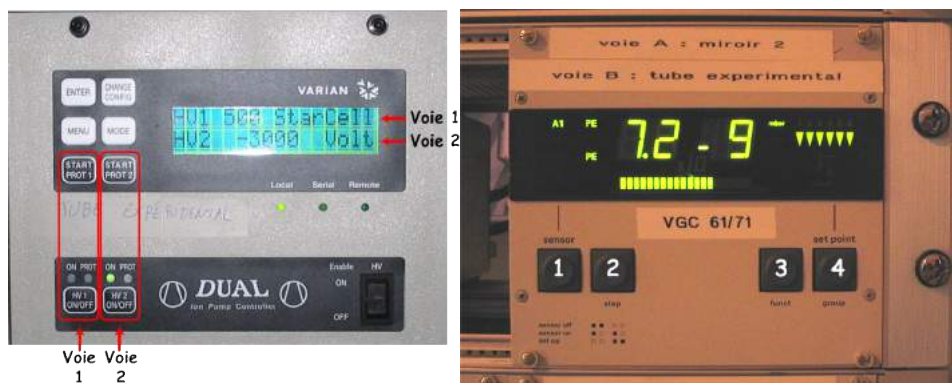


FIGURE 5.8.3 – Coffrets des pompes ioniques (gauche) et des jauges de vide (droite)

5.8.4 Redémarrage des coffrets de jauges

Il faut réactiver la mesure de vide par les coffrets de jauge (indispensable car le système de sécurité, le PLC, a besoin de l'information "vide"). Chaque coffret (figure 5.8.3 droite) permet de gérer 4 jauges (2 secondaires, dites Penning, A1 et B1, et 2 primaires, dites Pirani, A2 et B2). Faire défiler les jauges (bouton 1) et les activer (boutons 3 puis 1, en maintenant le bouton 3 appuyé).

5.8.5 Redémarrage du PLC safety shutter

Après une coupure électrique, le système PLC (Programmable Logical Controller) est parfois dans un état qui ne permet pas l'ouverture du front-end (message "experimental interlock" en rouge dans le "status" du front-end). Il faut dans ce cas redémarrer le PLC (ouverture/fermeture du système de fusible) pour le PLC safety shutter et ses deux extensions (figure 5.8.4).

ATTENTION. Le PLC est commun avec BM30A/FIP, il ne faut pas redémarrer le PLC sans s'assurer qu'ils ont le même problème, le même message d'erreur.

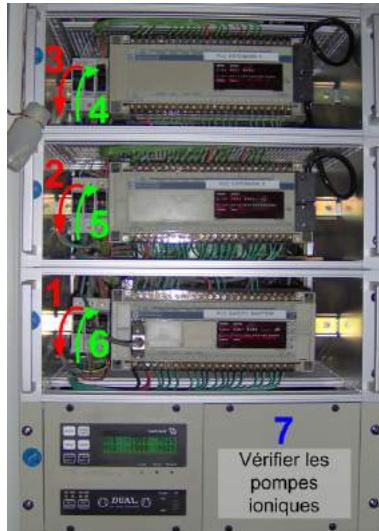


FIGURE 5.8.4 – Baie PLC, dans le couloir

5.8.6 Redémarrage des systèmes de refroidissement du miroir et des fentes

Le 1er miroir est refroidi grâce à un « chiller », localisé dans OH1. Le contrôle de ce chiller est effectué via un petit boîtier Crouzet, qui permet de visualiser l'état du chiller (ici « ON ») ainsi que son débit (ici 3,48 l/min). En cas de coupure brutale du courant, le boîtier peut être en mode erreur. Il faut valider (flèche rouge vers le haut) pour qu'il passe en mode OFF, puis appuyer (flèche rouge vers le bas) pour qu'il devienne actif (mode ON). Le chiller se met alors en route et le débit d'eau dans le circuit augmente alors.

Les fentes sont refroidies par un deuxième chiller situé en dessous du séparateur de phase du monochromateur, dans le couloir commun avec ID31, juste après notre seconde cabane optique OH2.

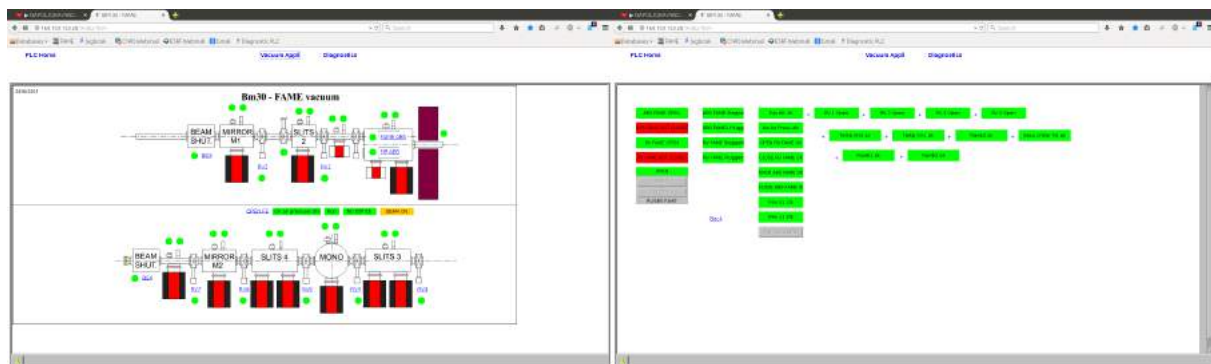


FIGURE 5.8.6 – Diagnostic vide



FIGURE 5.8.5 – Automate de contrôle du refroidisseur du 1er miroir

5.8.7 Réouverture des vannes, de l'absorbeur...

Une application web sur joconde “diagnostic vide” permet de visualiser l’état de toutes les sécurités, vide, température, verrouillage des hutchs... Elle est à l’adresse 160.103.123.28. Cliquer sur Vacuum Appli et se logger comme opd30 (tonic30). Après l’initialisation de Java, cliquer sur Run. En cliquant sur les noms soulignés, on obtient des informations sur l’état des sécurités de chacun des éléments. Il faut ensuite cliquer sur la clé jaune en bas à gauche pour agir (reset...).

5.8.8 En résumé, dans l'ordre...

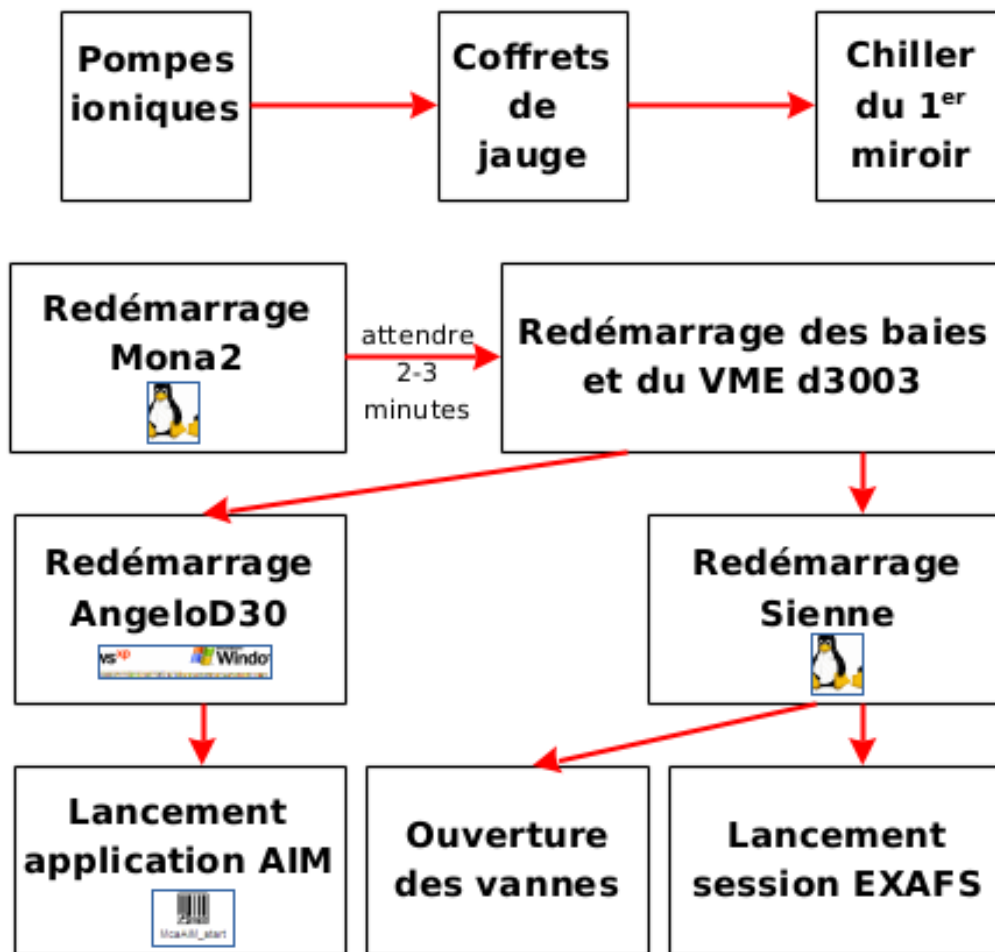


FIGURE 5.8.7 – Schématisation des étapes du redémarrage

Chapitre 6

Réglage de la ligne

6.1 Rôle des différents éléments optiques

- **Source** : aimant de courbure (0,8T)
 - divergence horizontale : 2 mrad
 - divergence verticale : 0,3 mrad
- **Fentes 1 et 2** : délimitation du faisceau, choix de l'axe optique
- **1er miroir**
 - filtre passe-bas en énergie ($E_{coupure}$ fonction de m)
 - collimation du faisceau (adaptation de la divergence verticale)
- **Fentes 3** : coupure du faisceau diffusé par le miroir
- **Monochromateur**
 - choix d'une énergie de photons (1er cristal)
 - focalisation horizontale (2nd cristal courbe)
- **Fentes 4 horizontales** : limitation de la taille du faisceau monochromatique
- **2nd miroir**
 - amélioration du taux de réjection d'harmoniques (10^{-3} avec 1 seul miroir, 10^{-6} avec 2)
 - focalisation verticale du faisceau sur l'échantillon
- **Fentes 5 et 6** : Délimitation du faisceau incident, avant et après la mesure de I_0
- **Fentes 7 et 8** : élimination du faisceau transmis, avant et après la mesure de I_1

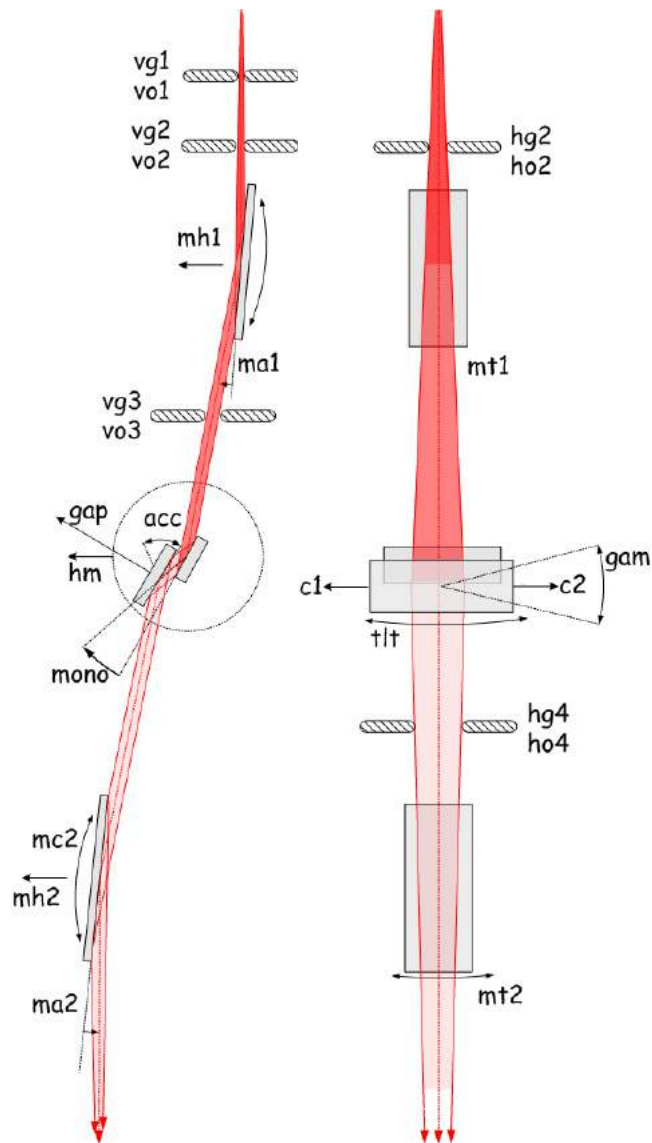


FIGURE 6.1.1 – Eléments optiques de la ligne, vue de côté (gauche) et du dessus (droite)

6.2 Schématisation des étapes du réglage

Pour des énergies supérieures à 22 keV, les miroirs (recouverts de Rhodium) doivent être enlevés. Sinon, l'angle d'incidence des 2 miroirs doit être ajusté pour choisir une énergie de coupure supérieure à l'énergie du faisceau fondamental (ici 12 keV) et l'énergie de la 1ère harmonique (ici 36 keV).

1. Mise en place des miroirs (plans)
2. Réglage des fentes 1, 2 et 3 (ouverture verticale fonction de l'acceptance angulaire du 1er miroir)
3. Choix de l'énergie de travail : réglage du monochromateur (calibration, focalisation sagittale par le 2nd cristal)

4. Focalisation avec le 1er miroir : collimation du faisceau sur le 1er cristal du monochromateur pour améliorer la résolution en énergie
5. Focalisation avec le 2nd miroir : réduction de la taille du faisceau sur l'échantillon sans perte de flux.
6. Réglage en hauteur de la table EXAFS
7. Alignement des fentes EXAFS
8. Réglage des détecteurs, alignement de l'échantillon...

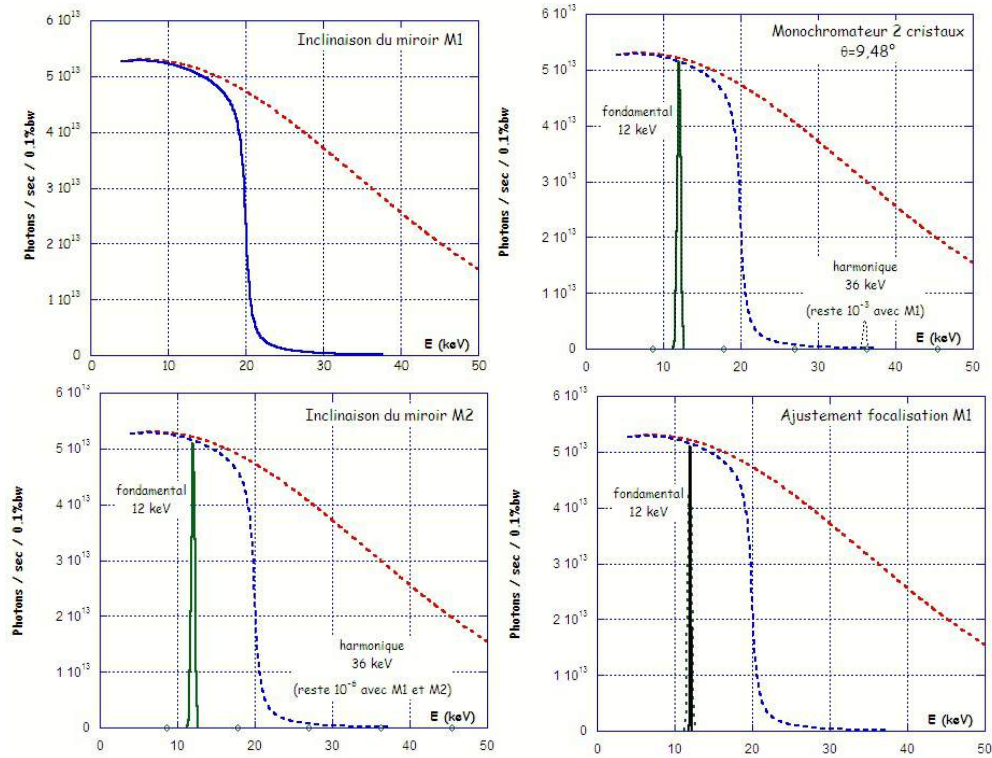


FIGURE 6.2.1 – Schématisation des bandes passantes des photons au niveau des différents éléments

6.3 Réglage du monochromateur

6.3.1 Commandes utiles

Pour avoir accès à toutes les positions des moteurs du monochromateur et les valeurs des codeurs associés, taper *we* :

```
1788.EXAFS> we
Motor  mono  acc      foc      gam      tlt      c1      c2      gap
Motor  16.0942  6.1818  0.4619  -0.2509  -0.0592  0.4831  0.4407  7.7497
Motor   hm    ht      tt
E= 11.6468 Kev
```

FIGURE 6.3.1 – Position des moteurs du monochromateur : *we*

Pour avoir accès à la configuration du monochromateur, taper *confmono* :

```
3550.EXAFS> confmono
Sagittal focusing (yes) or (no)           : (YES)?
Enter focalisation position (slit5,sample,slit6,CAS) (sample)?
Move exafs table (yes) or (no) during scans : (NO)? y
    monochromator gap offset              : (-2.6)?
Move acc (yes) or (n)                    : (YES)?
```

FIGURE 6.3.2 – Configuration du monochromateur : *confmono*

sagittal focusing : focalisation sagittale par le 2nd cristal

Focalisation position : sample correspond à la station canberra, CAS aux cristaux.

Move exafs table : déplacement de la table EXAFS en cours de spectre (Yes à basse énergie, No à haute énergie, au-delà de 17-18keV environ)

monochromator gap offset : offset pour affiner le déplacement de la table durant un scan (en mm)

Move acc : déplacement de l'acc en cours de spectre pour que le piezo évolue dans une gamme restreinte de tension

6.3.2 Calibration en énergie

Lors des réglages

La calibration en énergie du monochromateur doit être effectuée préalablement au réglage de la focalisation, même grossièrement. Cette calibration est effectuée à l'aide de références (en général, une référence connue de l'élément étudié). La position expérimentale du seuil d'absorption est mesurée (E_{exp}). Par convention, cette position est prise au 1er maximum de la dérivée du seuil. Cette position en énergie est ensuite recalée à la valeur tabulée du seuil d'absorption.

moveE Eexp (keV)

setE Eseuil (keV)

En cours d'expérience

La référence utilisée pour la calibration initiale du monochromateur peut être positionnée entre la diode I_1 et I_2 . Si l'échantillon est « transparent », l'absorption de la référence pourra être mesurée :

$$\mu_{ref} \times d = \ln \left(\frac{I_1}{I_2} \right)$$

Il sera donc possible de vérifier pour chacun des spectres si tout décalage de seuil est dû à l'échantillon « inconnu » ou à un dérèglement de la ligne.

6.3.3 Réglages du 2nd cristal

Paramètres du monochromateur entre deux énergies

Focuscal. Les réglages du monochromateur s'effectuent aux deux énergies extrêmes du spectre EXAFS. Les grandeurs sont extrapolées entre ces 2 énergies comme indiqué dans la macro *focuscal*.

```

1433.EXAFS> focuscal
Make the calibration in between two energies.
Enter values of C1 and C2 for the two energies.
The settle time is the time to wait after each C1 or C2 movement.
Don't forget to enter the right sample distance.
E0 ? : (14.5)?
E1 ? : (13.3)?
C1 value at energy E0 (14.5 Kev) : (0.7939)?
C1 value at energy E1 (13.3 Kev) : (0.7183)?
C2 value at energy E0 (14.5 Kev) : (0.6914)?
C2 value at energy E1 (13.3 Kev) : (0.6165)?
ACC value at energy E0 (14.5 Kev) : (1.0303)
ACC value at energy E1 (13.3 Kev) : (1.0313)
GAM value at energy E0 (14.5 Kev) : (-0.456)
GAM value at energy E1 (13.3 Kev) : (-0.581)
Sleep (settle) time after each focal adjustment (s) : (0)?

```

focalisation
parallélisme
gamma

FIGURE 6.3.3 – Interpolation des positions du monochromateur entre deux énergies : *focuscal*

Cette extrapolation est globalement correcte pour le parallélisme et le gamma. Pour la focalisation horizontale, la taille du faisceau diverge si la gamme en énergie est trop importante. Actuellement, nous fonctionnons en échantillonnant la gamme en énergie tous les 0,5keV, et le suivi du gamma est dé-validé.

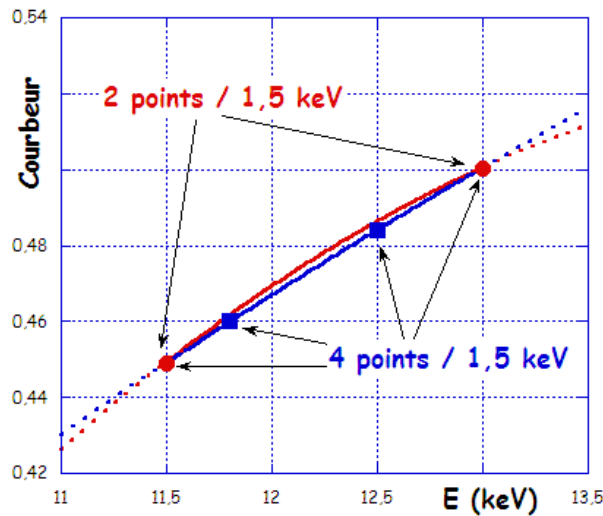


FIGURE 6.3.4 – Principe du suivi de la courbure

Focus. Cette application permet d’effectuer un réglage entre deux points extrêmes en définissant des points intermédiaires. Entre chacun des points intermédiaires, l’extrapolation est gérée comme dans le *focuscal*. La figure 6.3.4 schématise les différences entre les deux modes : l’écart entre les deux courbes extrapolées est faible mais peut entraîner une augmentation de la taille de la tache focale d’environ 20%.

Point de focalisation. Il est nécessaire de préciser en quel point la focalisation est effectuée, via la macro *setfocalpoint* (figure 6.3.5). Cette définition permet de sauvegarder les paramètres du *focus* dans l’un des 4 fichiers, (slit5, sample, slit6, CAS) de manière à se servir, d’une fois sur l’autre, des valeurs des moteurs à différentes énergies. On définit ainsi une courbe d’étalonnage des différents moteurs pour chaque point de focalisation.

```
EXAFS> setfocalpoint
Enter focalisation position (slit5,sample,slit6, CAS) sample (sample)?
```

FIGURE 6.3.5 – Définition du point de focalisation : *setfocalpoint*

Saisie des positions. Par rapport au *focuscal*, les valeurs des moteurs à chaque énergie peuvent être saisies à la fois « à la main » ou automatiquement, par l'intermédiaire de la macro *memfoc*. Les valeurs de la table ainsi mémorisées peuvent être visualisées et sauvegardées en tapant *focus* (figure 6.3.6).

```
1433.EXAFS> focus
Focalisation setup to focalise on : sample
Parallelism optimisation is made at : 11.5 keV
use space bar to change selection
```

	Energy	C1	C2	ACC	GAM
0	11.5000	0.448866	0.519291	0.99252	-7.61507
1	11.8000	0.459970	0.529401	0.98686	-7.61507
2	12.5000	0.483930	0.552852	0.9705	-7.11555
3	13.0000	0.500460	0.571818	0.96274	-6.71593
4	13.2000	0.501279	0.561982	0.96374	-6.9122

```

Action :
Add   Add Current  Modify  Delete  Read settings  Write settings  Hide Encoder
Set   Para energy  Quit
```

FIGURE 6.3.6 – Configuration du courbeur du 2nd cristal du monochromateur : *focus*

Add Current : équivaut à *memfoc*

Write settings : permet de sauvegarder les paramètres du *focus*

Set Para energy : pour définir l'énergie à laquelle l'optimisation du parallélisme est effectuée par l'ancienne macro *para* (obsolète)

ATTENTION. Pour que les réglages effectués à un certain moment puissent être réutilisés facilement, il est impératif de ne pas effectuer des « set » radicaux sur les valeurs de ces moteurs.

ATTENTION. Pour éviter de définir des points à des énergies trop proches, nous avons défini la différence minimale entre deux énergies égales à 0,1keV.

Diagnostics de la qualité de la focalisation

Par un scan des fentes Pour « imager » la tache focale dans le cas d'une focalisation au niveau des fentes :

```
plotsselect I1
```

```
set_beam_mode 0
```

```
dscan tte -0.5 0.5 50 .1
```

```
set_beam_mode 1
```

La tache doit être le plus possible symétrique et la taille la plus petite possible (actuellement environ 300µm)

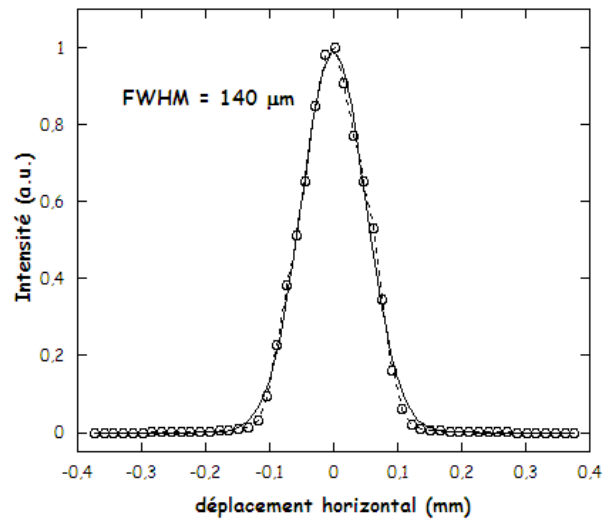


FIGURE 6.3.7 – Exemple de profil (ancien 2nd cristal en 2002-2003, actuellement nous avons une tâche double, en bonnet d'âne)

Visuellement, sur la caméra Plein flux (figure 6.3.8, gauche), toutes fentes expérimentales ouvertes (hg5 et hg6 de l'ordre de 5 mm), on délimite l'emplacement du faisceau au niveau de l'écran (en rouge). Si l'on est bien focalisé, en présence d'une paire de fentes, la taille du spot sur l'écran ne doit pas diminuer (figure 6.3.8, droite). Le flux de photons étant plus faible, on ne saturate plus la caméra et l'on distingue clairement les zones diffractantes situées sous les ailettes.

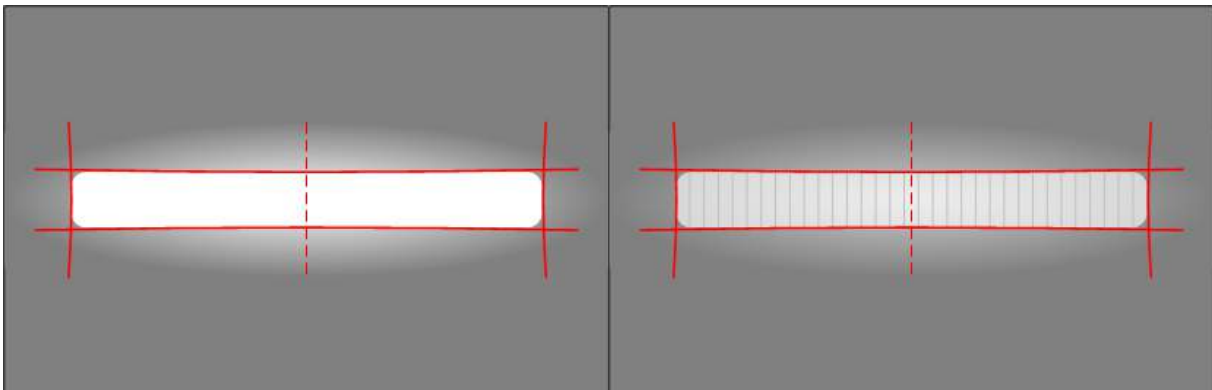


FIGURE 6.3.8 – Représentation schématique du faisceau à l'écran, sans (gauche) ou avec (droite) les fentes d'alignement

Remarque 1 : la largeur de la tâche lumineuse sur l'écran dépend de l'ouverture des fentes primaire (hg2) et secondaire (hg4), i.e. de la divergence que l'on prend

Remarque 2 : la largeur de la tâche lumineuse sur l'écran dépend de la position du point de focalisation : plus on focalise près de l'écran, plus la taille apparente est petite car l'on intercepte une divergence constante à une plus faible distance.

Courbeur, c1 et c2

Focalisation sur l'échantillon

Pour préciser l'indication du point de focalisation : `setfocalpoint`
`enter focalisation position (slit5,sample,slit6,CAS) sample`

Focalisation sur une fente Le but du réglage est de focaliser, pour une énergie donnée, l'ensemble de la nappe horizontale de rayons X dans une fente fixe verticale, située à la place de l'échantillon.

`moveE E0` où $E0$ est la première énergie de la gamme à optimiser

`mvr foc 0.001` : courbure symétrique du 2nd cristal, $foc=(c1+c2)/2$

identique à : `mvr c1 0.001`; `mvr c2 0.001`

pour les réglages fins : `mvr c1 ±0.0002` puis `mvr c2 ±0.0002`

La tache focale au niveau de l'échantillon se mesure en scannant les fentes (figure 6.3.9) :

`plotslect I1`

`dscan tte -0.5 0.5 50 .1`

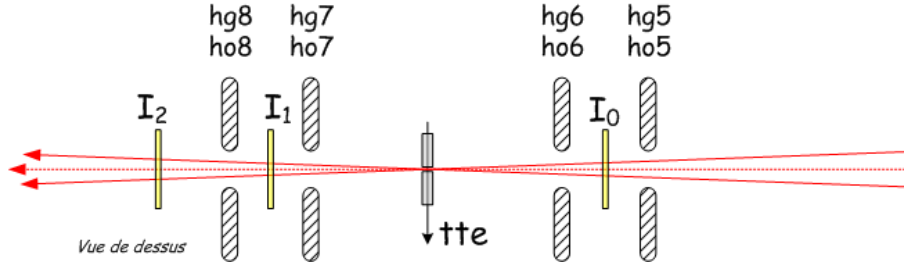


FIGURE 6.3.9 – Focalisation sur l'échantillon

Mauvaise focalisation “symétrique”

La tache est large mais symétrique (figure 6.3.10) : Le point focal est sur l'axe optique mais pas au niveau des fentes.

`mvr foc +0.001`

ou

`mvr foc -0.001`

Remarque : Actuellement, l'image de la tâche focale est constituée de 2 contributions distantes de 100 μm

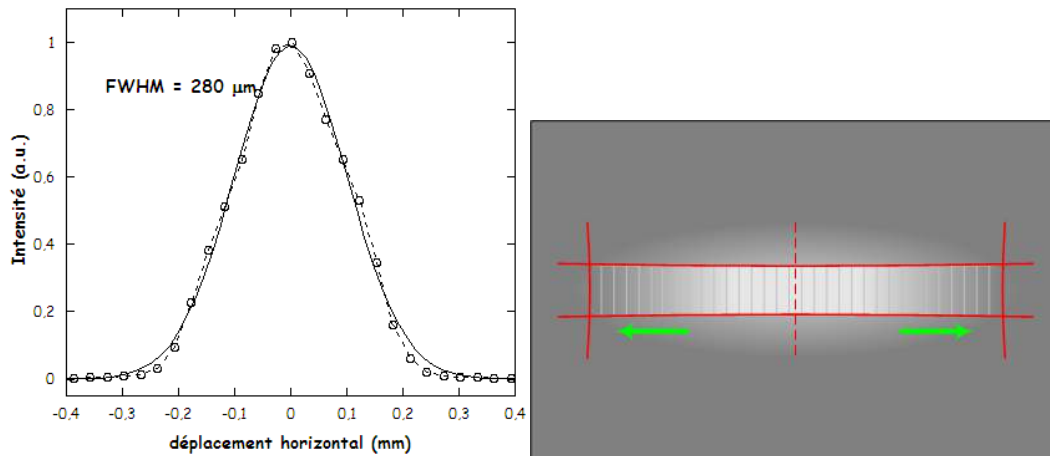


FIGURE 6.3.10 – Exemple de profil élargi symétrique / Représentation schématique du faisceau à l'écran

Mauvaise focalisation “asymétrique”

La tache est asymétrique (figure 6.3.11) : le point focal n'est plus sur l'axe optique.

mvr c1 +0.001 (autant de fois qu'il le faut) puis *mvr c2 -0.001*

ou

mvr c1 -0.001 (autant de fois qu'il le faut) puis *mvr c2 +0.001*

Remarque : il ne faut pas hésiter à choisir franchement une direction ($c1 \ll + \gg$ et $c2 \ll - \gg$ par exemple) pour voir si l'on améliore ou non la focalisation

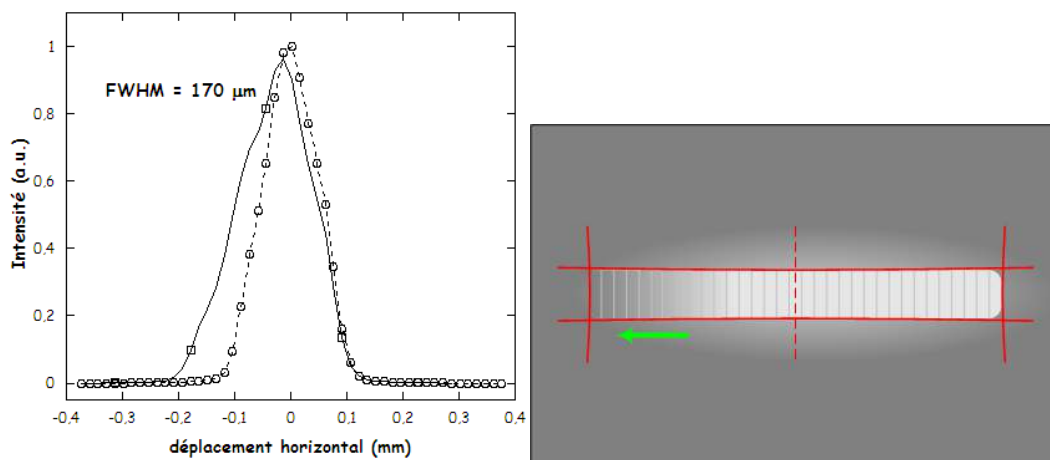


FIGURE 6.3.11 – Exemple de profil élargi asymétrique / Représentation schématique du faisceau à l'écran

Mémoriser les paramètres de focalisation Lorsque les paramètres $c1$ et $c2$ sont déterminés, pour l'énergie $E0$, ils doivent être insérés dans le focus (commande *memfoc*).

Parallélisme entre les cristaux : rôle du moteur acc

En phase de réglage ou de redémarrage de la ligne, il est souvent nécessaire de retrouver le faisceau, le parallélisme entre les 2 cristaux du monochromateur étant très sensible 1) aux variations de température et 2) à l'angle de Bragg :

$$mvr \text{ acc } \pm 0.001$$

jusqu'à ce que l'on retrouve le faisceau.

Parallélisme entre les cristaux : suivi par le piézoélectrique

Principe La température du 1er cristal (environ -165°C) étant différente de celle du 2nd (environ 0°C), les distances interplanaires des deux cristaux diffèrent légèrement. Il est donc nécessaire de faire varier l'accord entre ces cristaux au cours du spectre.

Les déplacements mécaniques étant très faibles au cours d'un scan EXAFS, le recours à un système piezoélectrique s'avère être une bonne solution pour effectuer un accord précis du parallélisme pendant ce scan. L'implantation du piezo permet de garder le vérin (moteur acc) pour les réglages « grossiers » (retrouver le faisceau), le piezo permettant d'affiner et d'optimiser automatiquement le parallélisme, via un système de détection synchrone. Lorsque le faisceau est trouvé, l'asservissement automatique permet de se maintenir au maximum du flux :

- fréquence d'oscillation du piezo aux alentours de 440 Hz
- amplitude d'oscillation du piezo : 1 ou 2 mV RMS (soit 4-8 nm ou 0,1-0,2 μrad)
- fréquence de mesure du flux : 1 kHz (limite des MCCE)

L'ajustement se fait en minimisant l'amplitude du signal à 1 fois F_{OSC} (ce qui revient à optimiser le signal à 2 fois F_{OSC}). L'intérêt de minimiser la valeur est qu'en cas de perte de faisceau (scan de la table, perte de faisceau dans l'anneau, scan des fentes...) le système ne se dérègle pas (la valeur est nulle).

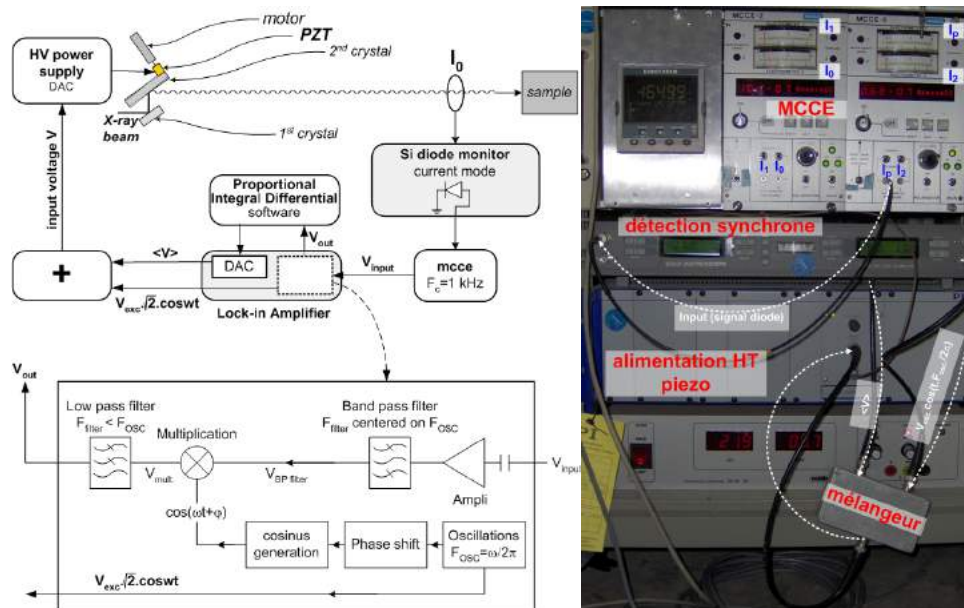


FIGURE 6.3.12 – Principe de l'optimisation automatique de l'angle entre les cristaux du monochromateur

Lancement de l'application Lancer l'application piezo du menu, ou, dans une fenêtre X, taper :

`ssh blissadm@mona2`

Une fois la session SPEC démarrée (taper `spec`), taper `regul` si l'application ne se lance pas automatiquement. Une fenêtre (figure 6.3.13) s'ouvre permettant de connaître les différents paramètres de l'asservissement.

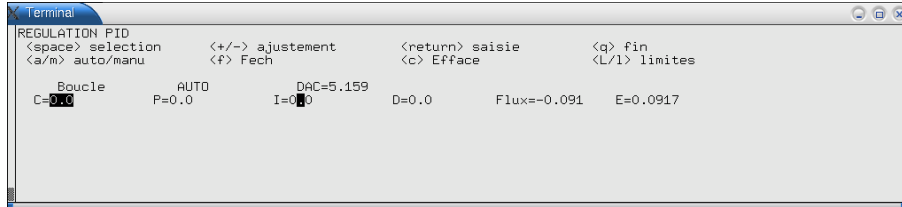


FIGURE 6.3.13 – Capture d'écran de l'application "regul"

1. En mode manuel (taper "m"), augmenter la tension (DAC) du piezo jusqu'à environ 5V (pour être au milieu de la gamme) et retrouver le faisceau avec l'acc.
2. Passer en mode automatique (taper "a"), mettre la consigne (C) à 0 et le terme proportionnel du PID (P) à la valeur optimale (la plus grande possible sans que la réponse de la détection synchrone n'oscille, entre 0.01 et 0.2 classiquement)
3. Sous spec, il est possible de changer la fréquence de vibration du piezo : `mv freq 440` par exemple (`wa` sous cette session spec pour connaître la valeur, après avoir quitter l'application regul par un "CTRL C")

Suivi en fonction de l'énergie Lorsque ce système est actif, il peut être également utile de faire suivre le parallélisme avec le verin, surtout lorsque les déplacements sont importants (à basse énergie). Dans les paramètres de focus, les valeurs d'acc en fonction de l'énergie doivent être ajustées pour que la valeur du DAC soit toujours de l'ordre de 5V (milieu de gamme). Pour chaque énergie d'optimisation, la valeur de l'acc est automatiquement sauvegardée lorsque l'on fait "memfoc".

En cas d'erreur... En cas de « plantage » du système d'ajustement du parallélisme, il faut revenir à la fenêtre « REGULATION PID ».

1. Passer en mode manuel
2. La valeur de tension sur le piezo (DAC) étant fautive (0, 10 ou autre), la changer (valeur C de la boucle), en remettant la valeur précédente si elle est visiblement fautive et/ou en la changeant à la main (+/-)
3. Repasser en mode automatique et remettre la valeur de consigne (C) à 0.

Réglage du tilt

Le faisceau est réglé sur l'axe optique de la ligne lorsque, en changeant d'énergie, sa position demeure inchangée. Si ce n'est pas le cas, il faut faire varier le tilt (tlt) du 2nd cristal du monochromateur, en recentrant la table (tt) en parallèle.

Comment trouver le sens dans le quel il faut bouger le tilt ? Si entre l'énergie de départ et l'énergie de fin du spectre, le centre du faisceau se décale (en valeur *tte*) en **positif**, le *tlt* doit bouger en **néga**tif, la table (*tt*) en **positif**. **Et inversement**. Une fois trouvé le sens de variation de *tlt* pour que l'écart de position du faisceau diminue, il faut trouver le minimum de déplacement entre les deux énergies.

```
plotsselect I1
moveE E0; dscan tte -0.5 0.5 50 .1
```

```
moveE E1; dscan tte -0.5 0.5 50 .1
```

Détermination de l'écart en position

```
mvr tlt .0001
```

```
moveE E0; dscan tte -0.5 0.5 50 .1
```

```
moveE E1; dscan tte -0.5 0.5 50 .1
```

Est-ce que l'écart a diminué? On s'arrête d'optimiser quand l'écart est de l'ordre de 5 à 10 μ m.

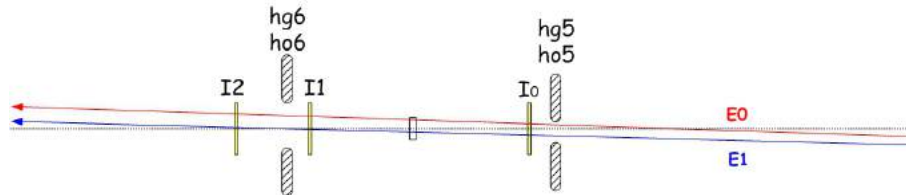


FIGURE 6.3.14 – Représentation schématique d'un mauvais réglage du tilt

Réglage du tilt : influence sur la focalisation

1er cas : Le tilt est bien réglé (figure 6.3.15 a), la focalisation est symétrique (les efforts produits par C1 et C2 sont similaires). L'image du faisceau sur l'écran fluo montre que les ailettes du 2nd cristal sont équidistantes.

2ème cas : le tilt est mal réglé (figure 6.3.15 b) : pour « redresser » le 2nd cristal, on va rendre asymétrique la courbure, en courbant plus d'un côté que de l'autre (figure 6.3.15 c). Dans ce cas, sur l'écran fluo, 1) les ailettes ne semblent plus équidistantes et 2) toute la nappe de rayons X ne peut plus être focalisée.

Solution : pour décorrélérer les effets du tilt et de la focalisation, le plus efficace est de régler le tilt en position « cristal plan ». Ce réglage n'est cependant nécessaire que si le mauvais réglage du tilt est vraiment flagrant.

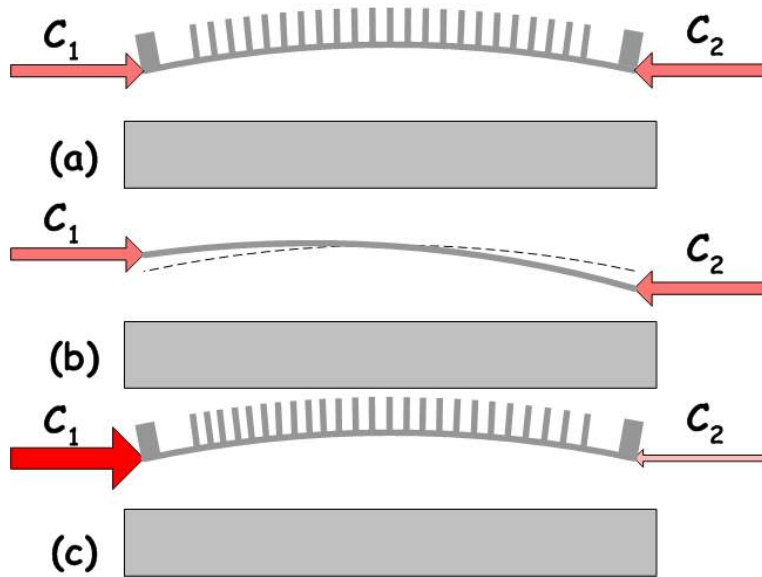


FIGURE 6.3.15 – Influence du tilt sur la focalication

Réglage du gamma

Le moteur gamma permet la maîtrise de l'angle entre l'axe optique de la ligne et l'axe « moyen » du 2nd cristal (figure 6.3.16). Un bon moyen de diagnostiquer un mauvais réglage de l'angle gamma est de suivre, à l'écran, de quelle manière le faisceau « s'éclaire » durant une variation du parallélisme entre les deux cristaux du mono.

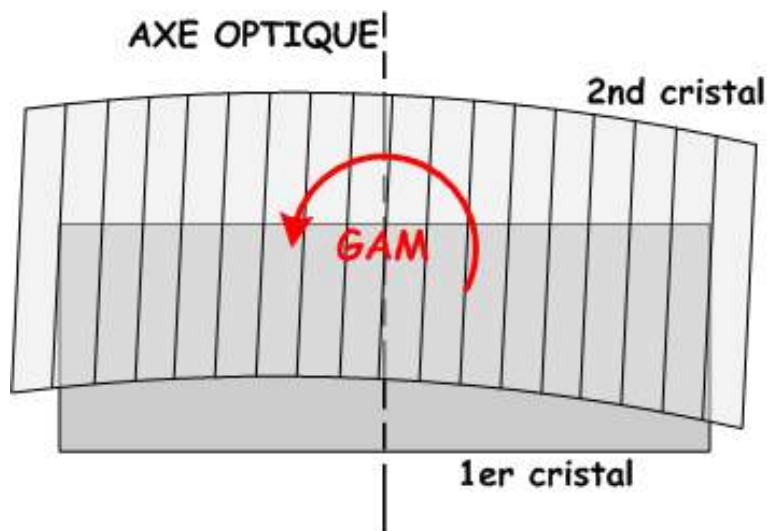


FIGURE 6.3.16 – Réglage du gamma

Schématiquement, l'évolution est représenté figure 6.3.17 lorsque le gamma est mal réglé. Pour régler : $mvr\ gam \pm 0.1$ jusqu'à obtenir une tache homogène. Cette valeur de déplacement est typique du Si(220); pour le Si(111), l'incrément est de l'ordre de 0.005.

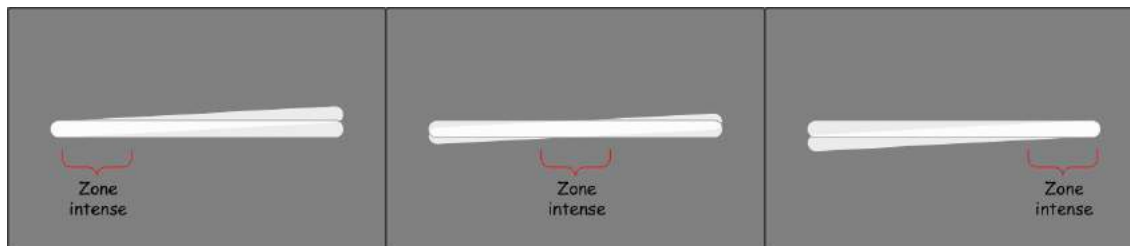


FIGURE 6.3.17 – Représentation schématique du faisceau à l'écran pendant un déplacement de l'*acc* ou du *DAC* lorsque le gamma est mal réglé

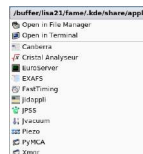
Dans certains cas, il peut être nécessaire de faire suivre le gamma pendant un spectre EXAFS, lorsque les réglages au début et à la fin du spectre sont vraiment différents. Cette fonction est désactivée mais les valeurs du gamma sont enregistrées avec *memfoc*.

Température du monochromateur

La température du 1er cristal du monochromateur est régulée pour une meilleure stabilité de la ligne (principalement pour s'affranchir des déplacements du faisceau, en position ou en énergie, en fonction du courant dans l'anneau donc de la charge thermique sur ce cristal). Pour lancer l'application permettant de

visualiser cette régulation, lancer l'application *EuroServer* du menu.

La fenêtre suivante «Regul temp mono» s'ouvre (figure 6.3.18).



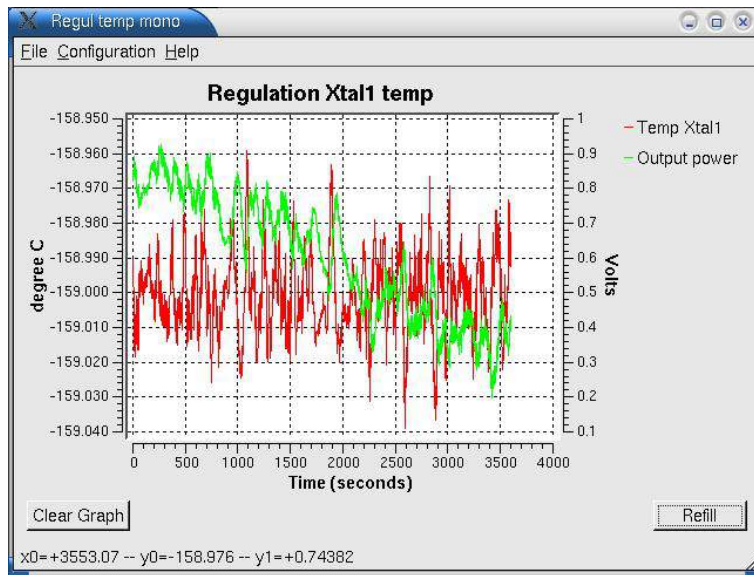


FIGURE 6.3.18 – Fenêtre de l’application. En **rouge** : évolution de la température du monochromateur sur une heure. En **vert** : évolution de la puissance apportée au 1er cristal pour pouvoir réguler.

- le défilement progresse comme sur un oscilloscope, à partir de la gauche
- sur l’exemple présenté figure 6.3.18, on voit clairement qu’au cours du temps, la puissance apportée augmente, l’intensité du courant dans l’anneau (donc la puissance apportée par le faisceau) diminuant.

A partir de cette fenêtre, il est possible de lancer un remplissage du séparateur de phase (bouton «Refill» en bas à droite) et de changer la température de régulation, dans le menu «Configuration» et la rubrique «Set point» (figure 6.3.19). Dans cette même fenêtre, il est possible de modifier l’ouverture de la vanne d’azote liquide, à partir du curseur ou directement en entrant une valeur (7% semble être un minimum).

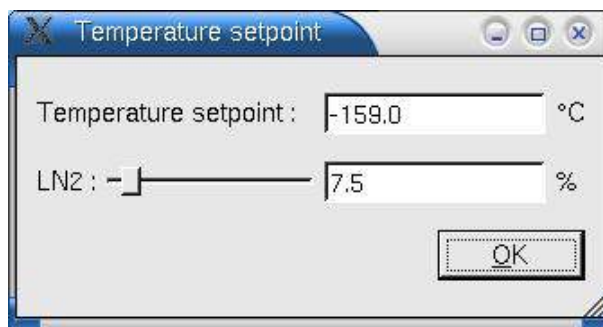


FIGURE 6.3.19 – Fenêtre de dialogue pour changer la température de consigne et l’ouverture de la vanne

6.4 Hauteur de la table EXAFS

6.4.1 La table EXAFS

Les angles d'incidence du faisceau sur les miroirs pouvant être ajustés, il est impératif d'aligner la table EXAFS sur le faisceau, la position moyenne du faisceau par rapport aux fentes étant définie par construction. Ce réglage doit se faire avec les fentes verticales 5 et 6 grandes ouvertes, pour que rien ne limite le faisceau. La procédure à suivre est la suivante :

```
set_beam_mode 0 (il faut enlever la sécurité sur la mesure de I0 lors du scan),
mv vg5 5 vg6 5 hg5 5 hg6 5,
plotsselect I0,
dscan ht -3 3 60 0.1,
set_beam_mode 1 (il faut remettre la sécurité),
mv ht CEN (au centre, CEN, ou à une valeur que l'on trouve ad hoc),
ztable (pour associer à une position en énergie une valeur de hauteur de table).
```

Un bon moyen de voir si la ligne est bien réglée est de superposer les 3 courbes obtenues avec les 3 détecteurs I0, I1 et I2 : si l'ensemble de la ligne ainsi que les blocs de fentes sur la table EXAFS sont bien réglés, les 3 courbes doivent avoir parfaitement la même forme.

6.4.2 Les fentes EXAFS « verticales »

Une fois la table réglée, il est possible de centrer les fentes verticales EXAFS par rapport au faisceau. Exemple pour les fentes 5 :

```
mv vg5 .2 vg6 6
plotsselect I0
set_beam_mode 0
dscan vo5 -2 2 40 .1
set_beam_mode 1
mv vo5 CEN
mv vg5 2 vg6 2
```

6.4.3 Suivi en hauteur de la table EXAFS durant un spectre

Le monochromateur fonctionne en permanence en mode "sortie variable" :

fixed ouput (yes) or no (no) : (NO) ?

La hauteur du faisceau à la sortie du monochromateur est décalée par rapport à la hauteur d'entrée (figure 6.4.1). Ce décalage est fonction du gap entre les cristaux et de l'angle d'incidence : $\Delta H = 2 \times gap \times \cos(\theta)$

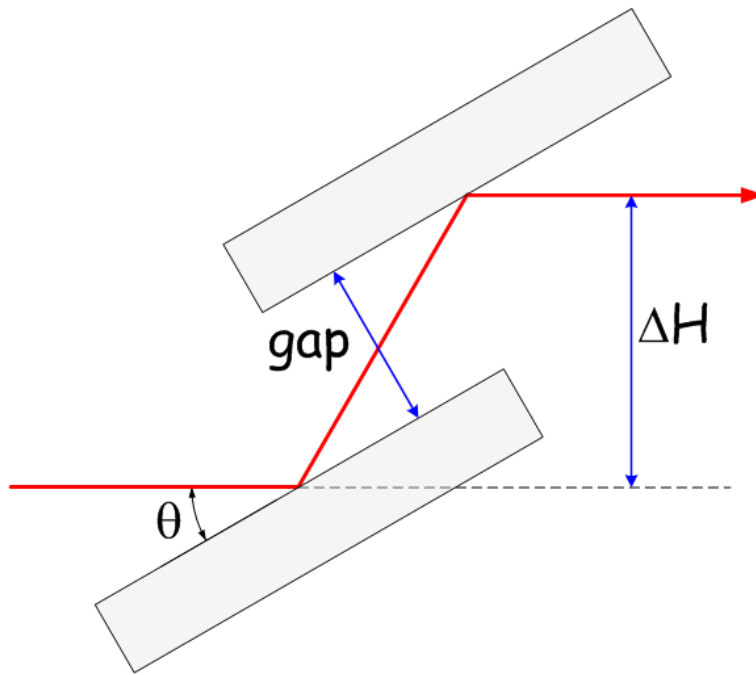


FIGURE 6.4.1 – Déviation du faisceau dans le monochromateur deux cristaux

Toute la construction de la ligne a été pensée de manière à ce que la déviation ΔH du faisceau par le monochromateur soit de 14 mm. De ce fait, en fonction de l'énergie de travail, donc de l'angle de Bragg, il est nécessaire d'ajuster légèrement le gap : $gap = \frac{\Delta H}{2\cos(\theta)}$

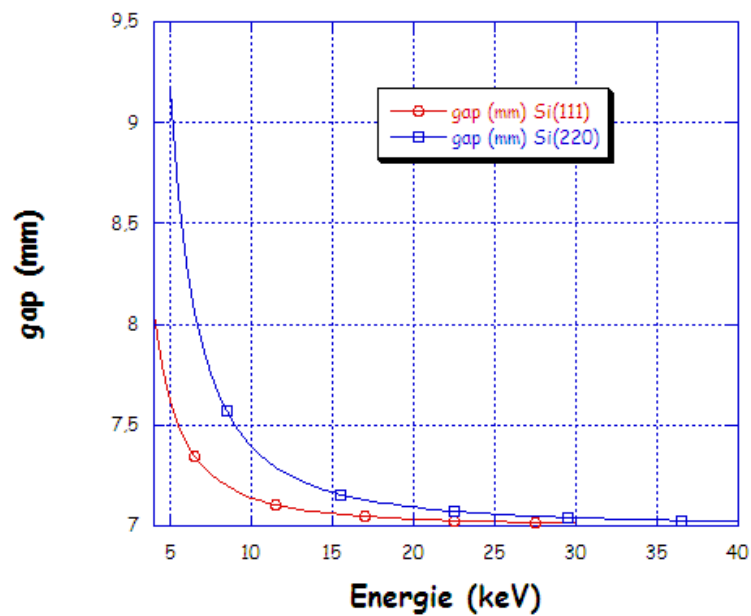


FIGURE 6.4.2 – Valeur du gap pour avoir un décalage de hauteur de faisceau de 14mm

Cet ajustement permet de centrer le faisceau diffracté par le 1er cristal du monochromateur sur le 2nd cristal. Toutefois, cette optimisation n'étant valable qu'à une certaine énergie, le faisceau va changer de hauteur en cours de spectre : $variation = (\Delta H)_{fin} - (\Delta H)_{début}$. En optimisant le gap au début du spectre, la déviation de hauteur de faisceau 1,2keV après (gamme moyenne en énergie d'un spectre EXAFS) est représentée figure 6.4.3.

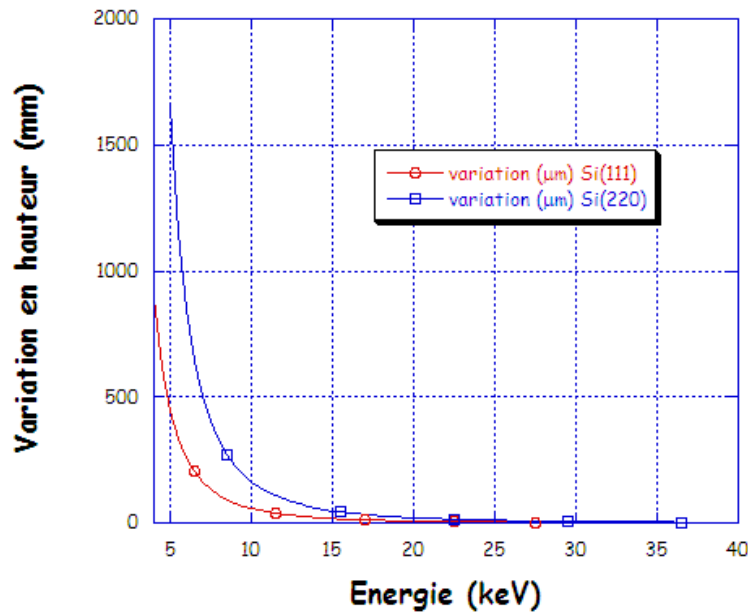


FIGURE 6.4.3 – Evolution de la hauteur du faisceau sur 1,2keV sans changement de gap du monochromateur

En fonction de l'importance de la variation de hauteur, il faut donc que la table EXAFS bouge en cours de spectre :

Move exafs table (yes) or (no) during scans : (YES) ?

Une série d'opérations simples permet de vérifier que ce mouvement est correct.

1. à $E_{début}$, aligner la table puis centrer les fentes d'alignement positionnées horizontalement, comme indiqué précédemment
2. z_{table} (cette valeur $E_{début}$ est la référence pour la hauteur de table)
3. $moveE E_{fin}$: vérifier si ces fentes sont toujours centrées (si c'est le cas, cela veut dire que le mouvement de la table est correct, sinon...)
4. ajouter un offset au gap du monochromateur pour corriger le « mauvais » calcul du mouvement de la table : *monochromator gap offset (0) ? 0.5* (par exemple)
5. $moveE E_{fin}$ pour que le programme prenne en compte la nouvelle valeur d'offset dans le calcul du déplacement, et vérifier le centrage des fentes
6. changer le gap offset jusqu'à ce que la valeur de position verticale des fentes à E_{fin} soit égale à la valeur à $E_{début}$

6.5 Réglage des miroirs

6.5.1 Généralités

L'installation des miroirs sur la ligne entraîne une déviation angulaire verticale du faisceau. De ce fait, la hauteur des éléments optiques situés après M1 est modifiée, ainsi que l'angle d'incidence du faisceau sur le 1er cristal. La figure 6.5.1 schématise ces déviations ainsi que les moteurs utiles pour ce réglage.

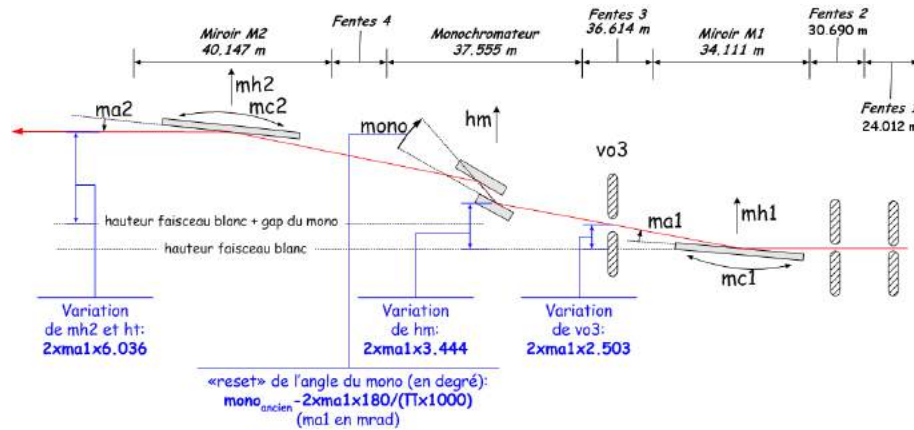


FIGURE 6.5.1 – Influence de l'angle des miroirs sur la hauteur des différents éléments.

Trois objectifs principaux pour les miroirs :

- Limiter le taux d'harmoniques dans le faisceau monochromatique (M1 et M2)
- Collimater le faisceau blanc sur le 1er cristal du monochromateur (M1)
- Focaliser le faisceau monochromatique sur l'échantillon (M2)

N.B. Pour les changements d'angle, la mise en place et le retrait des miroirs, il est préférable de fermer l'absorbeur, de manière à être sûr que le faisceau blanc ne "touche" pas le 2nd cristal du monochromateur.

6.5.2 Positionnement « manuel »

Changement de l'angle d'incidence des miroirs

Une variation de l'angle d'incidence du 1er miroir de $\delta ma1$ entraîne un changement de la position relative des éléments suivants :

- hauteur M1 : $mh1$ inchangé
- angle d'incidence de M1 : $mvr\ ma1\ \delta ma1$
- hauteur fentes verticales 3 : $mvr\ vo3\ 2*\delta ma1*2.503$
- hauteur monochromateur : $mvr\ hm\ 2*\delta ma1*3.444$
- angle du mono : $set\ mono\ (A/bragg) - 2*\delta ma1/1000*180/PI$
- hauteur M2 : $mvr\ mh2\ 2*\delta ma1*6.036$
- angle d'incidence de M2 : $mvr\ ma2\ \delta ma1$
- hauteur table EXAFS : $mvr\ ht\ 2*\delta ma1*6.036$

Retrait et mise en place des miroirs

Pour retirer les miroirs, il faut appliquer les relations précédentes en considérant un angle final nul. Toutefois, les hauteurs respectives des miroirs M1 et M2 seront alors telles qu'ils seront rasant par rapport

au faisceau (plus précisément, si la ligne est réglée de manière optimale, les barreaux intercepteront la moitié verticale de la nappe de photons. De ce fait, il faut, par rapport à la position pour un angle nul :

- baisser le miroir M1 : *mvr mh1 -5*
- remonter le miroir M2 : *mvr mh2 10*

Ces deux valeurs de -5 et de 10 sont suffisantes pour permettre au faisceau de passer au dessus de M1 et au dessous de M2. Il est préférable de toujours utiliser ces valeurs pour que la remise en place des miroirs soit facilitée.

Pour remettre en place les miroirs avec un angle $\delta ma1$, il faudra donc faire la procédure inverse, à savoir :

- remonter le miroir M1 : *mvr mh1 5*
- baisser le miroir M2 : *mvr mh2 -10*
- appliquer les relations précédentes.

6.5.3 Positionnement automatisé

Ces opérations de changement d'angle, de mise en place et de retrait des miroirs sont longues et peuvent conduire facilement à des erreurs en cas de fautes de frappe. Pour y remédier, 3 macros SPEC permettent d'effectuer rigoureusement la même chose :

- Changement d'angle : *moveM1M2angle [value, en mrad]*
- Mise en place des miroirs : *insertM1M2 [value, en mrad]*
- Retrait des miroirs : *removeM1M2*

6.5.4 Affinement des réglages

Ces différentes opérations, qu'elles soient effectuées manuellement ou via les macros, sont parfois un peu « grossières ». Il est très souvent bon de vérifier ses réglages en jouant légèrement sur les différentes hauteurs en regardant à l'écran si cela améliore la qualité du faisceau.

Angles des miroirs

Par construction, la précision et la répétabilité des mouvements angulaires des miroirs sont de 0,2 et 0,1 mrad respectivement.¹ Ces grandeurs ne sont parfois pas suffisantes pour un réglage optimal de l'ensemble de la ligne. Une manière d'affiner ce réglage est de contrôler les angles à l'aide d'inclinomètres qui mesurent directement les angles d'incidence.

Deux moyens de mesurer les angles d'incidence (figure 6.5.2) : 1) à l'aide de la valeur "moteur", que l'on obtient en tapant *wx*, 2) à l'aide des inclinomètres. Si les valeurs diffèrent, il faut corriger légèrement la valeur moteur pour que la valeur inclinomètre soit correcte.

1. Cf Cahier des Clauses Techniques Particulières, disponible sur le site internet de la ligne : <http://www.esrf.fr/UsersAndScience/Experiments/CRG/BM30B/Sub-Systems/Mirror/CCTP/>

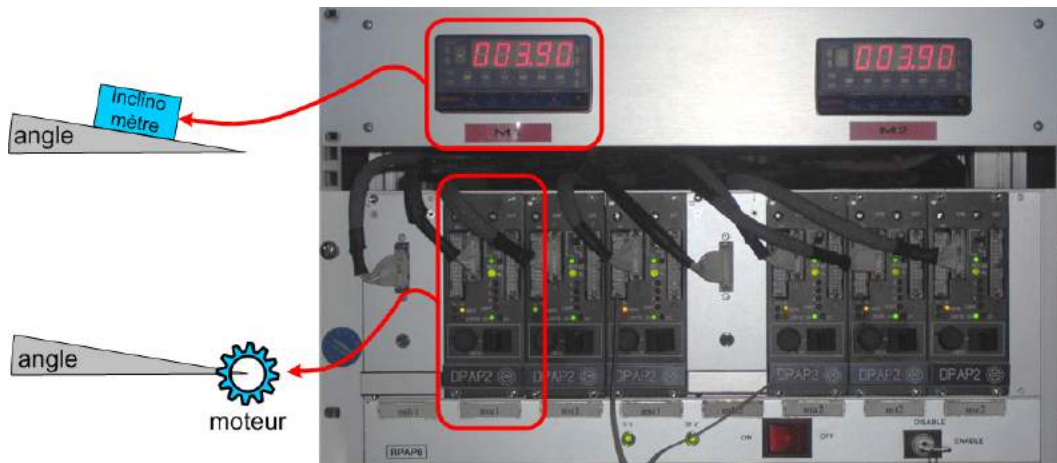


FIGURE 6.5.2 – Inclinomètres (en haut) et rack DPAP des moteurs des miroirs (en bas)

Hauteur de M2

Le mauvais réglage de la hauteur de M2 est le plus facilement visible. En effet, les fentes verticales 5 et 6 étant ouvertes (vg5 et vg6 de l'ordre de 5), des lobes de diffusion apparaissent si mh2 est mal réglé : mvr $mh2 \pm 0.1$ jusqu'à faire disparaître les lobes.

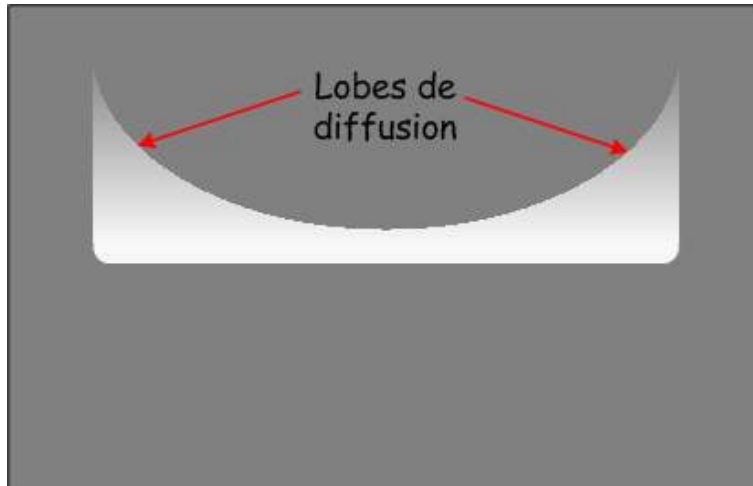


FIGURE 6.5.3 – Représentation schématique d'un mauvais réglage en hauteur de M2

Courbure de M2

Un fichier (`/home/blissadm/local/spec/usercfg/mc2table.par`, mis à jour pendant l'utilisation de la macro `vertical_alignment`) conserve les valeurs de mc2 pour différentes valeurs de ma2. `moveM1M2angle` amène mc2 à la bonne valeur si elle existe (point de départ pour une optimisation ultérieure) et ne bouge pas mc2 si la valeur de ma2 souhaitée n'existe pas encore dans la table.

Calibration en énergie

La précision sur les mouvements des angles des miroirs est correcte pour choisir précisément l'énergie de coupure, mais n'est pas suffisante pour pouvoir se permettre d'éviter de recalibrer le monochromateur après le changement d'angle des miroirs.

Hauteurs des différents éléments après un arrêt machine

Après un arrêt machine (MDT), la hauteur du faisceau à la sortie de l'aimant de courbure peut avoir été modifiée, parfois de manière drastique (jusqu'à quelques millimètres!). Il est donc bon de vérifier s'il n'est pas possible d'augmenter le nombre de photons en jouant sur les hauteurs des miroirs, du monochromateur et de la table EXAFS.

Ouverture des fentes verticales primaires

Il faut adapter ces ouvertures à l'angle d'incidence θ des miroirs, de manière à n'illuminer que leur partie réfléchissante, et ainsi éviter la réflexion sur les bords (faisceaux diffusés parasites). Le réglage des ouvertures des fentes $vg1$, $vg2$ et $vg3$ est également effectué dans la macro *moveMIM2angle*.

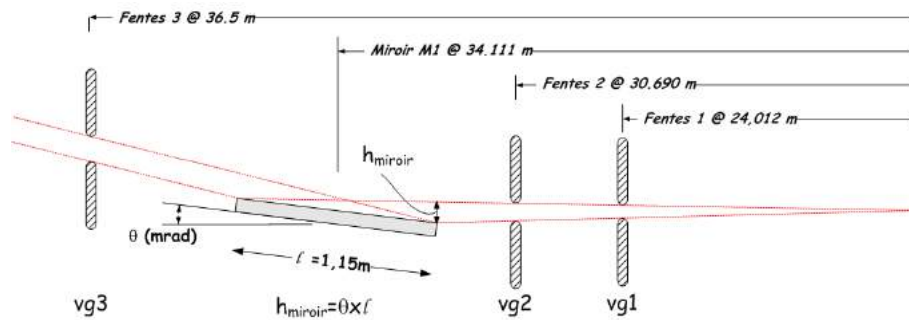


FIGURE 6.5.4 – Illumination du 1er miroir : valeurs des ouvertures verticales des fentes (gap)

Avant le 1er miroir, le faisceau est divergent depuis sa source. Les distances à considérer sont celles entre les éléments optiques et l'aimant de courbure, les dimensions verticales sont les gaps verticaux des fentes ainsi que la projection de la longueur du miroir incliné sur l'axe vertical. Les équations suivantes découlent directement :

$$vg1 = \theta \times l \times \frac{\text{distance fentes 1 / source}}{\text{distance miroir 1 / source}}$$

et

$$vg2 = \theta \times l \times \frac{\text{distance fentes 2 / source}}{\text{distance miroir 1 / source}}$$

d'où en valeur numérique :

$$vg1 = \theta (mrad) \times 1,15 \times \frac{24,012}{34,111}$$

et

$$vg2 = \theta (mrad) \times 1,15 \times \frac{30,690}{34,111}$$

Après le 1er miroir, le faisceau est collimaté (tous les rayons sont parallèles). Sa section verticale est donc invariante, l'ouverture verticale des fentes 3 est donc indépendante de sa position mais uniquement de la hauteur définie par le miroir :

$$vg3 = \theta \text{ (mrad)} \times 1,15$$

En fermant les fentes 3 (codées) à cette valeur nous avons un moyen de vérifier la qualité de la collimation par le miroir. Si en fermant à la valeur nominale les lèvres des fentes :

- mordent franchement dans le faisceau, la courbure de M1 n'est pas assez importante,
- ne mordent pas dans le faisceau, la courbure de M1 est trop importante,
- effleurent le faisceau, c'est tout bon!

6.5.5 Choix de l'angle d'incidence des miroirs

L'inclinaison des miroirs (θ), recouverts de rhodium, peut varier de 2.8 à 7.5 mrad. Elle conditionne directement leur énergie de coupure :

$$E_{\text{coupure}} \text{ (keV)} = 69,065 / \theta \text{ (mrad)}$$

Le choix de l'énergie de coupure est fonction de l'énergie de travail maximale (à la fin du spectre), en se donnant une certaine marge. Cela peut se traduire par :

$$\theta \text{ (mrad)} = 0,8 \times 69,065 / E_{\text{coupure}} \text{ (keV)}$$

Etant donnée la nature du revêtement du miroir, l'énergie de travail maximale est d'environ 22 keV, le seuil d'absorption K du rhodium étant 23,22 keV. Par rapport à un calcul théorique prenant en compte la densité "bulk" du rhodium, un écart entre l'énergie de coupure "théorique" et l'énergie de coupure réelle est clairement visible. Ceci est dû au fait que la densité de la couche déposée est inférieure à celle du massif, de 80% environ. la relation précédente s'écrit donc :

$$\theta \text{ (mrad)} = 0,8 \times 0,8 \times 69,065 / E_{\text{coupure}} \text{ (keV)}$$

Le tableau 6.1 récapitule les valeurs d'angles "idéales" en fonction de l'énergie de travail, et inversement l'énergie de coupure en fonction de l'angle d'incidence.

$E_{travail} (keV)$	$\theta(mrad)$	$\theta(mrad)$	$E_{coupure} (keV)$
4	7.50	2.8	24.7
4.5	7.50	2.9	23.8
5	7.50	3.0	23.0
5.5	7.50	3.1	22.3
6	7.37	3.2	21.6
6.5	6.80	3.3	20.9
7	6.31	3.4	20.3
7.5	5.89	3.5	19.7
8	5.53	3.6	19.2
8.5	5.20	3.7	18.7
9	4.91	3.8	18.2
9.5	4.65	3.9	17.7
10	4.42	4.0	17.3
10.5	4.21	4.1	16.8
11	4.02	4.2	16.4
11.5	3.84	4.3	16.1
12	3.68	4.4	15.7
12.5	3.54	4.5	15.3
13	3.40	4.6	15.0
13.5	3.27	4.7	14.7
14	3.16	4.8	14.4
14.5	3.05	4.9	14.1
15	2.95	5.0	13.8
15.5	2.85	5.1	13.5
16	2.80	5.2	13.3
16.5	2.80	5.3	13.0
17	2.80	5.4	12.8
17.5	2.80	5.5	12.6
18	2.80	5.6	12.3
18.5	2.80	5.7	12.1
19	2.80	5.8	11.9
19.5	2.80	5.9	11.7
20	2.80	6.0	11.5
20.5	2.80	6.1	11.3
21	2.80	6.2	11.1
21.5	2.80	6.3	11.0
22	2.80	6.4	10.8
		6.5	10.6
		6.6	10.5
		6.7	10.3
		6.8	10.2
		6.9	10.0
		7.0	9.9
		7.1	9.7
		7.2	9.6
		7.3	9.5
		7.4	9.3
		7.5	9.2

TABLE 6.1 – Angle d’incidence en fonction de l’énergie de travail (gauche). Energie de coupure en fonction de l’angle d’incidence

6.6 En résumé...

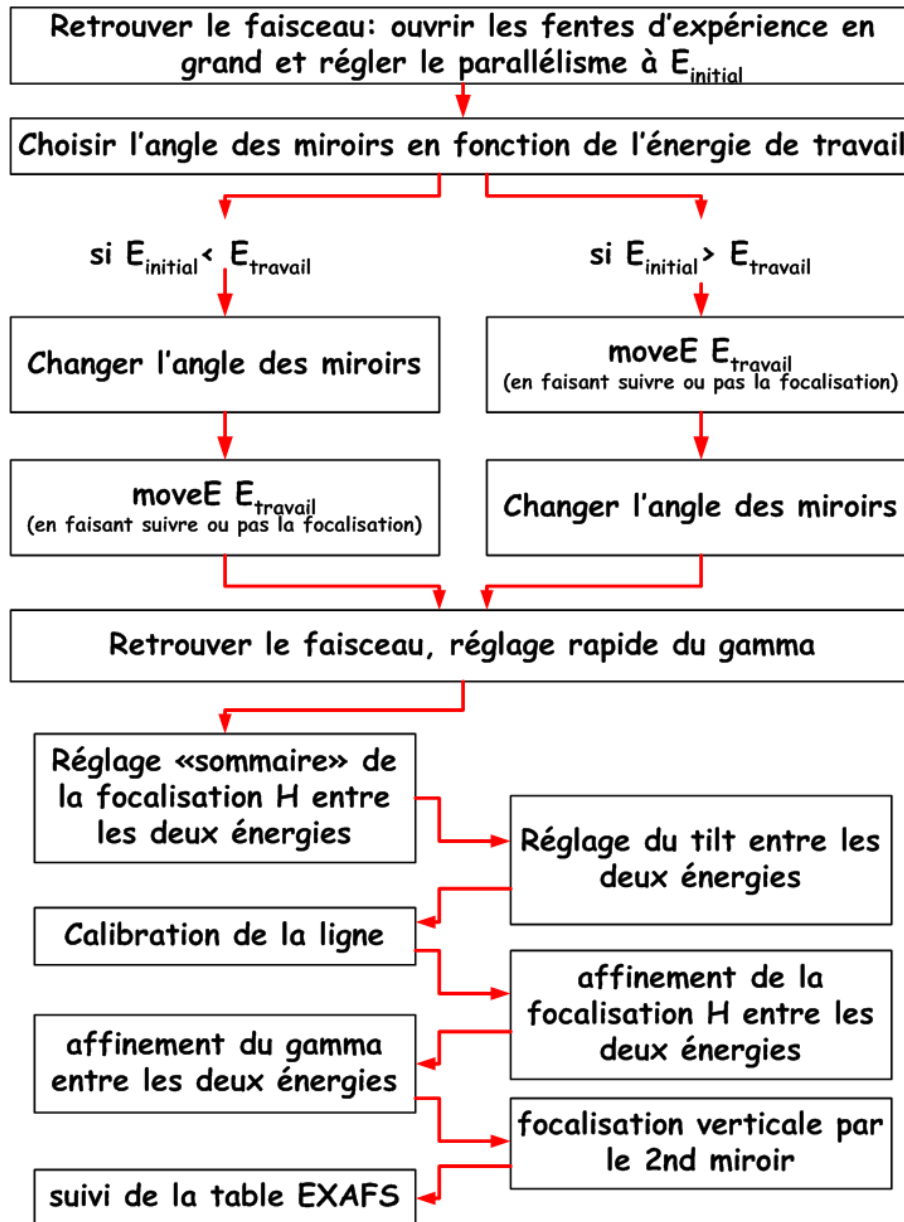


FIGURE 6.6.1 – Récapitulatif de la procédure d'alignement

6.7 Bilan dans le logbook

A la fin du réglage, on consigne les valeurs suivantes sur la page internet jlogbook (login esrf) :

- fichier réglages
- gamme réglage
- gap mono
- angle miroirs
- taille de spot horizontale et variation en tte entre début et fin de scan
- taille de spot verticale et variation en he entre début et fin de scan
- ztable @ ...keV ht=... - suivi table gap offset ...
- courant
- mc1et mc2 (valeurs moteur et jauge)
- noise
- ouvertures verticales
- ouvertures horizontales
- refroidissement mono
- regulation piezo
- calibration
- lignes de base
- détecteur : shaping time et gain

6.8 Réglages automatiques

Des macros permettent le réglage automatique de acc, foc, c1, c2, tlt, tt, mc2, ztable et gapoffset. Les macros peuvent être utilisées quelle que soit la station expérimentale choisie : détecteur 30 éléments, spectromètre à cristaux, micro-faisceau (pas encore testée). Un fichier retraçant toutes les étapes de l'alignement, les paramètres choisis, les scans utilisés et les caractéristiques de faisceau obtenues est généré au fur et à mesure de la procédure d'alignement automatique dans le répertoire /home/fame/Align.

Les différentes étapes du réglage automatisé sont données dans un fichier dédié de la page web.

Présentation de la démarche

Etape de réglage et objectifs

Réglage de l'énergie de coupure: modifier l'angle d'incidence des miroirs et bouger les fentes en conséquence

Choix de la gamme d'énergie : définir toutes les valeurs nécessaires à l'alignement

Maximisation du flux : ajuster le parallélisme des deux cristaux du monochromateur pour toute la gamme d'énergie

Focalisation verticale : ajuster la courbure du second miroir

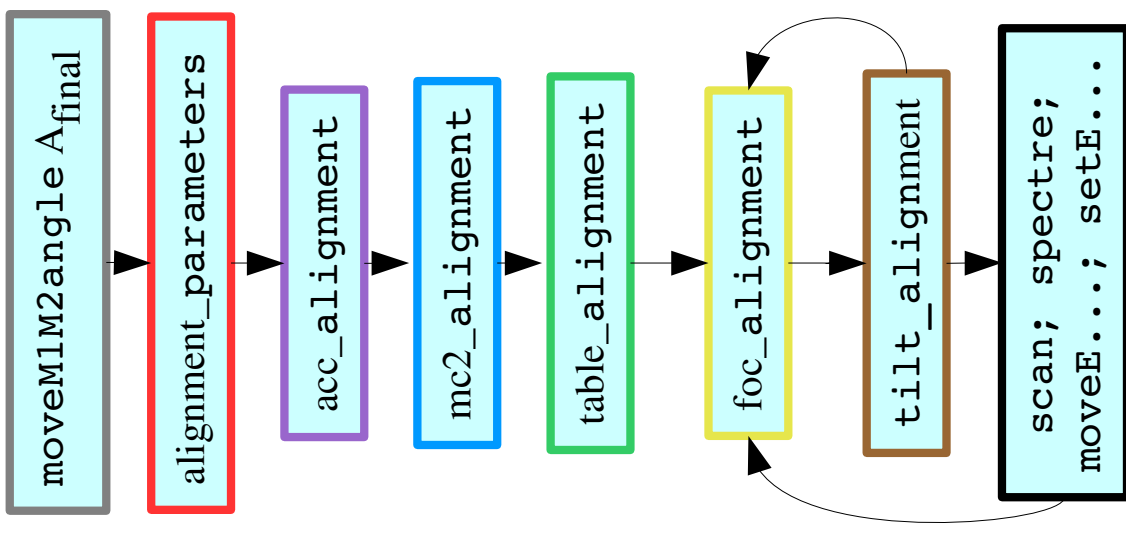
Position verticale : ajuster la variation de hauteur de la table pendant les spectres pour suivre le faisceau

Focalisation horizontale : ajuster la variation de courbure du second cristal du monochromateur sur toute la gamme d'énergie

Position horizontale : ajuster le tilt du second cristal du monochromateur pour toute la gamme d'énergie

Calibration de l'énergie : recalcr la valeur en énergie sélectionnée par le monochromateur

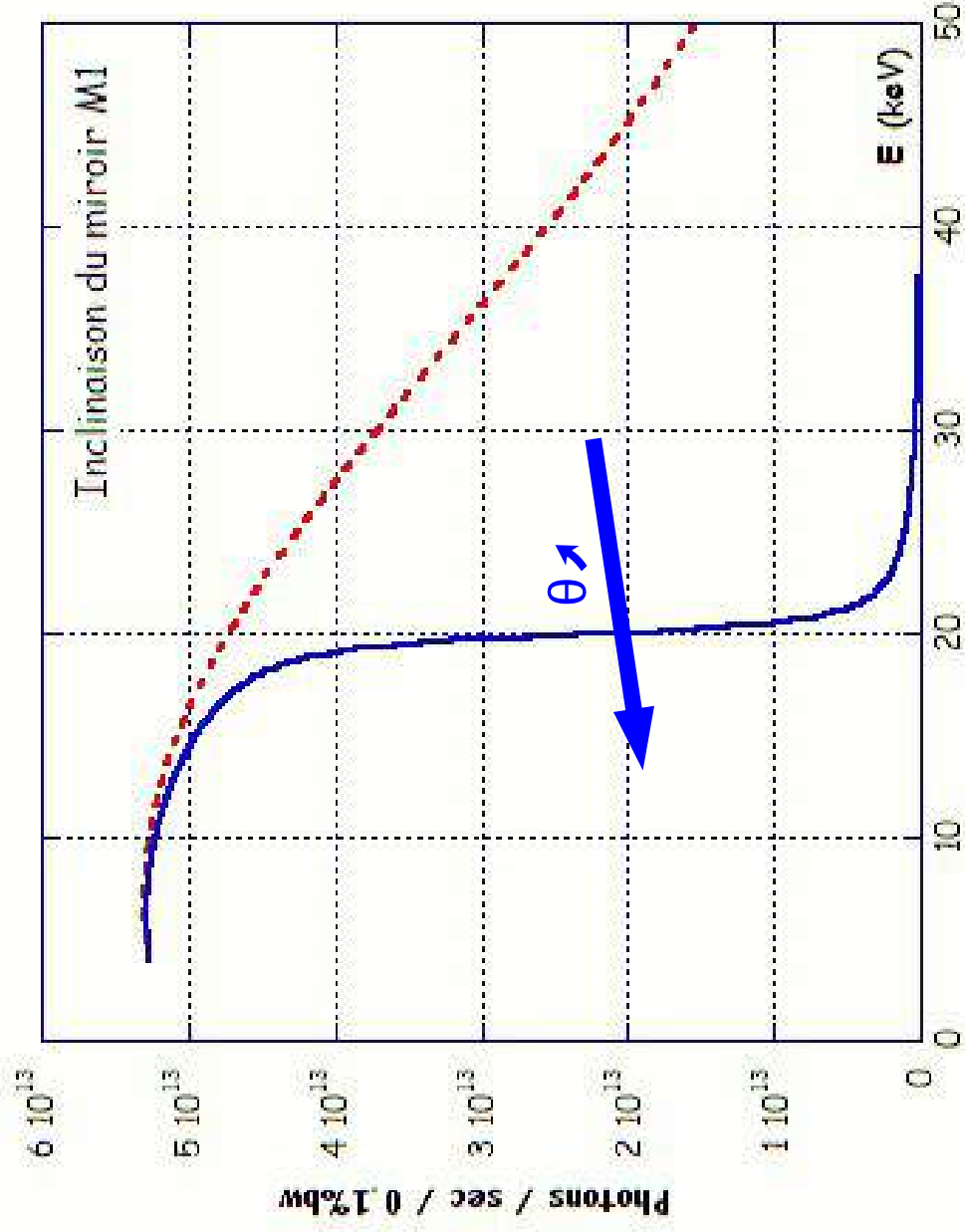
Commande



Réglage de l'énergie de coupure: modifier l'angle d'incidence des miroirs et

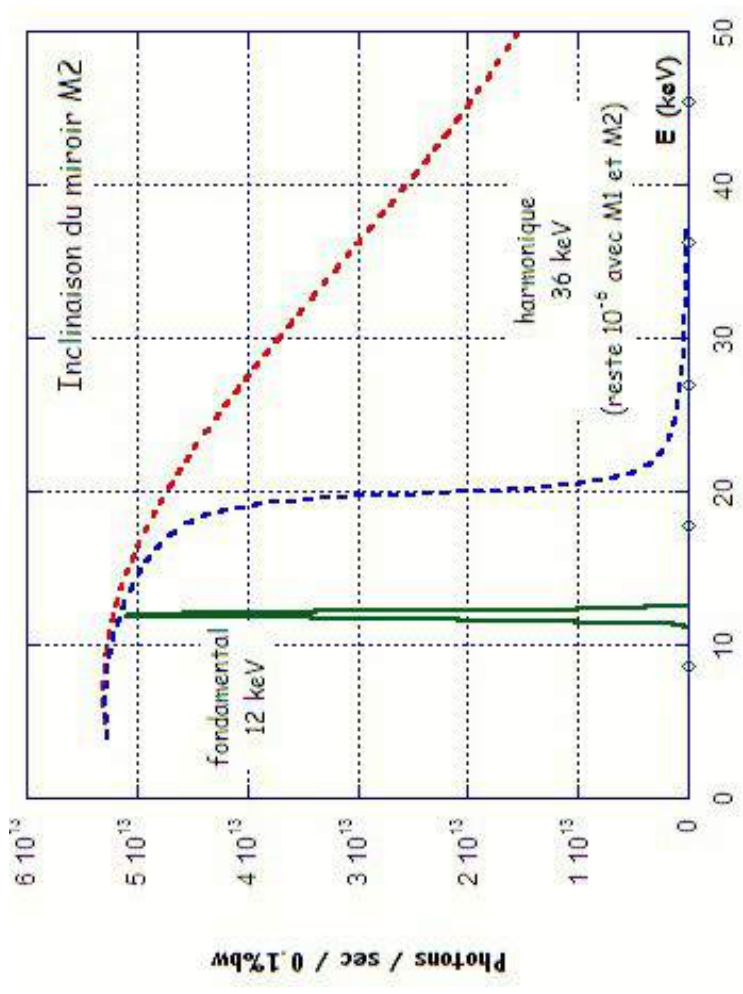
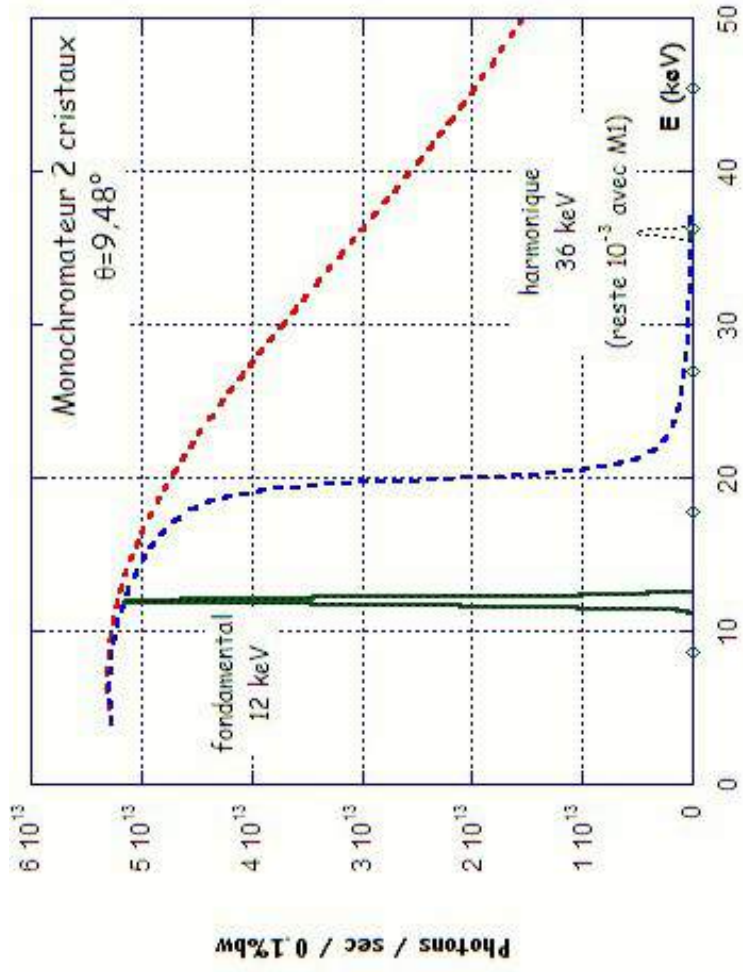
bouger les fentes en conséquence

moveM1M2angle A_{final}



Réglage de l'énergie de coupure: modifier l'angle d'incidence des miroirs et
bouger les fentes en conséquence

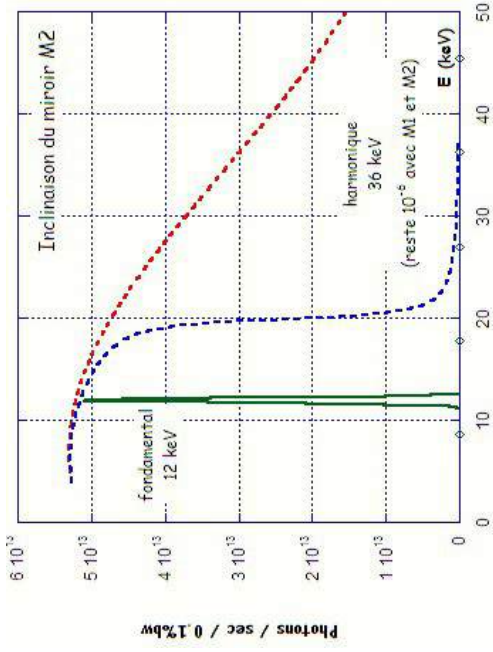
moveM1M2angle A_{final}



Réglage de l'énergie de coupure: modifier l'angle d'incidence des miroirs et

moveM1M2angle A_{final}

bouger les fentes en conséquence



Choix de l'angle :

- le spectre s'étend jusqu'à 1 keV après le seuil
- il faut se laisser une marge (+ 2 keV après la fin du spectre)

$$\theta_{\text{miroir}} = 59/E_{\text{fin}} = \dots\dots\dots \text{ mrad}$$

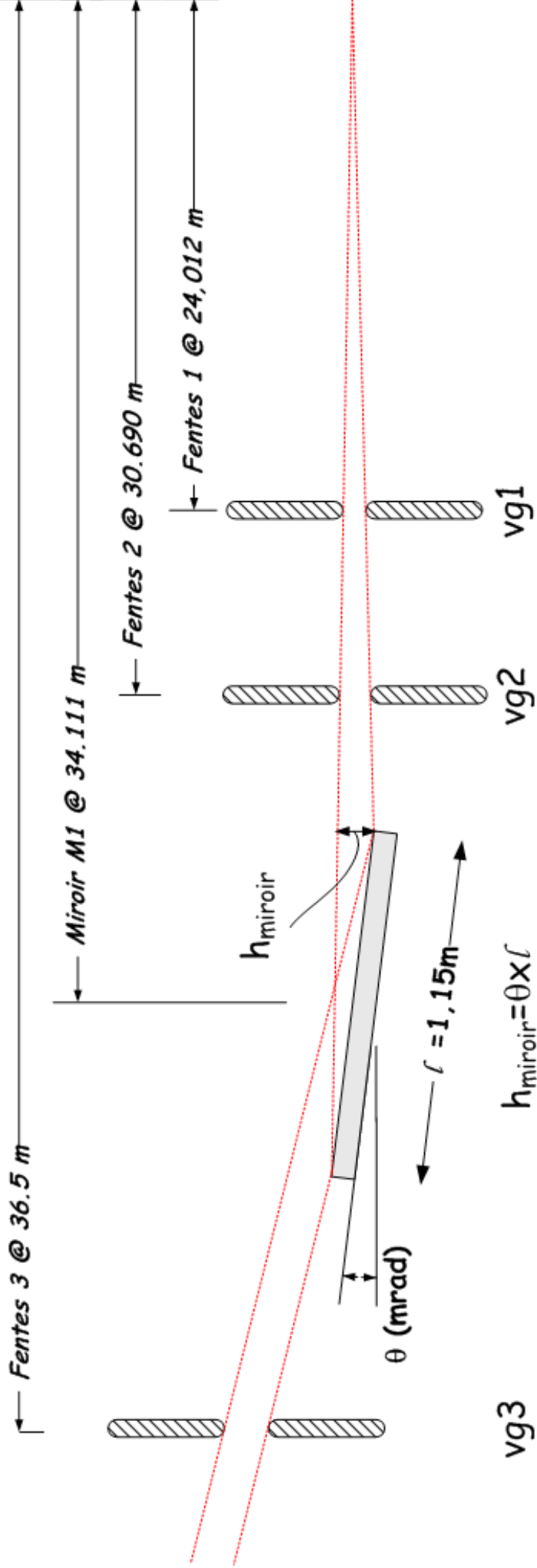
moveM1M2angle

Contrôler les angles à l'aide des inclinomètres qui mesurent directement les angles d'incidence et corriger les valeurs moteurs de ma1 et ma2.

Réglage de l'énergie de coupure: modifier l'angle d'incidence des miroirs et

bouger les fentes en conséquence

moveM1M2angle A_{final}



$$vg1 = \theta \cdot l \cdot D_{\text{fentes1-source}} / D_{M1\text{-source}}$$

$$vg2 = \theta \cdot l \cdot D_{\text{fentes2-source}} / D_{M1\text{-source}}$$

$$vg3 = \theta \cdot l$$

θ en mrad, l en m
 → ouvertures en mm

Choix de la gamme d'énergie : définir toutes les valeurs nécessaires à l'alignement

alignment_parameters

```
1959.EXAFS> alignment_parameters
Energy of the absorption edge (keV) (7.112)? 8.979
Start energy of the spectra (keV) (7)? 8.7
Ending energy of the spectra (keV) (7.9)? 10
mc2 optimization will be done at 8.979 keV.
Table and tilt alignments will be done between 8.700000 and 10.000000 keV.
acc, foc, c1, c2 will be done for:
8.5 keV
9.0 keV
9.5 keV
10.0 keV
File name for alignment parameters (align.01Oct14)? align.15Oct14
Alignment parameters will be saved in /home/fame/Align/align.15Oct14
Do you want to write the focus parameters (if not, all the optimization you already did will
be lost)? (YES)?
Enter focalisation position (slit5,sample,slit6,CAS) (sample)?

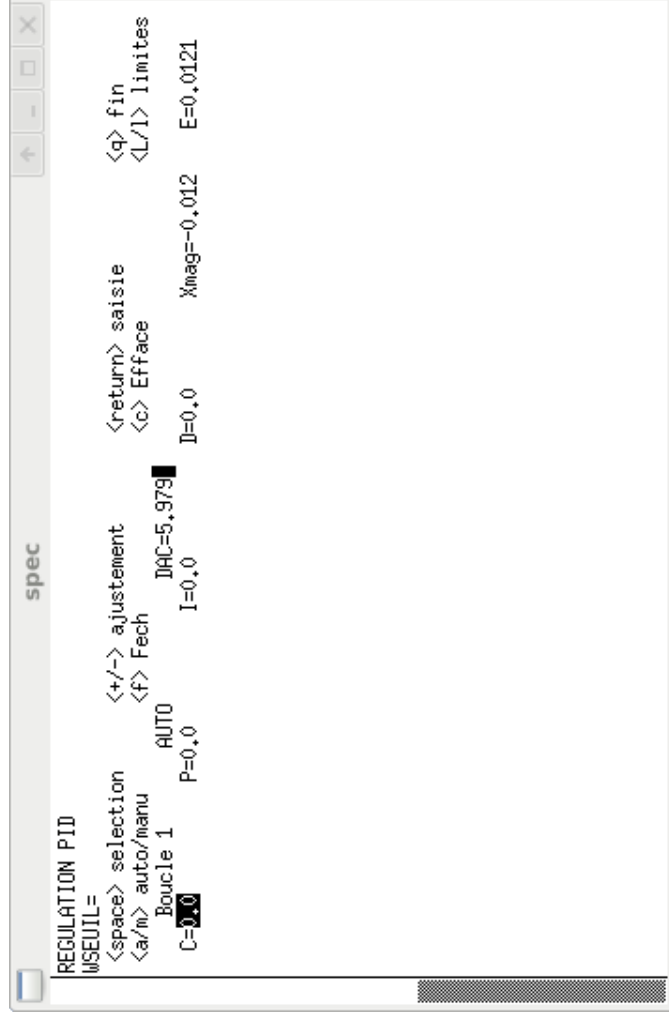
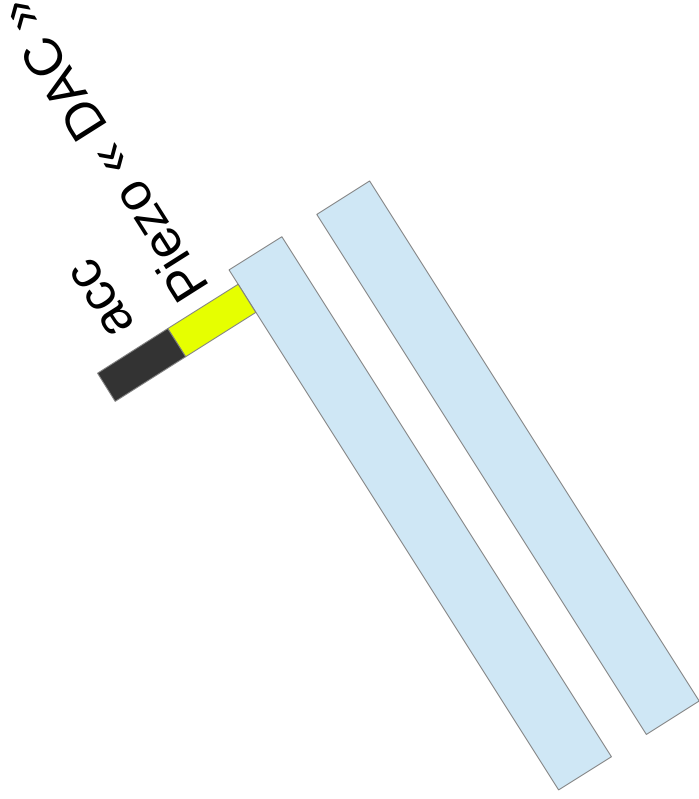
Do not forget: - to check the CONFMONO configuration: sag. foc., table and acc should move.
               - to go to start energy: 8.5 keV.
```

tail -f Align/align.15Oct14

```
**** New automatic alignment - Wed Oct 01 09:54:53 2014 ****
Initial energy: 8.50013 keV
Initial parameters:
mono=22.324 foc=0.529419 acc=4.95237 alignment_motor(tte or Xech)=22.324
hg5=4 hg6=4 hg7=5 hg8=4.99984
c1=0.855241 c2=0.203596 tlt=-5.34394 tt=-2.10551
```

Maximisation du flux : ajuster le parallélisme des deux cristaux du monochromateur pour toute la gamme d'énergie

acc_alignment



1960.EXAFS> `acc_alignment`

acc will be optimised for:

8.5 keV

9.0 keV

9.5 keV

10.0 keV

Alignment parameters will be saved in `/home/fame/Align/align.15Oct14`

Please check that you are already at 8.5 keV.

Do you want to proceed? (NO)?

Focalisation verticale : ajuster la courbure du second miroir

mc2_alignment

```
1961.EXAFS> mc2_alignment
```

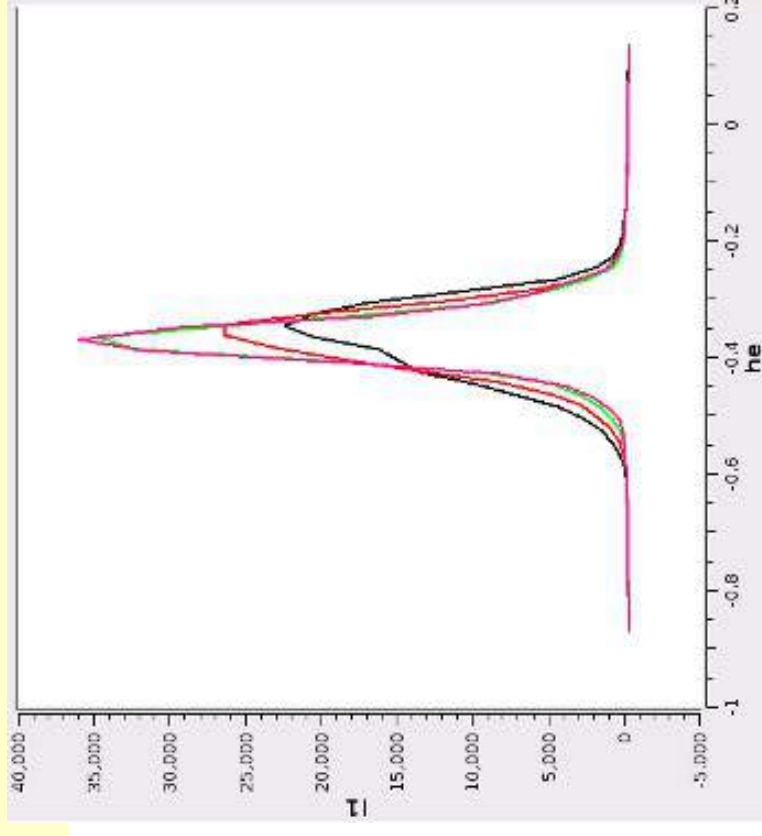
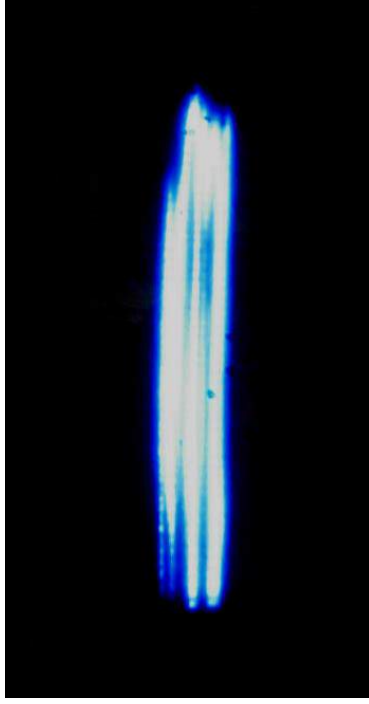
mc2 optimization will be done at 8.979000 keV with motor he.

Alignment parameters will be saved in /home/fame/Align/align.15Oct14

Be sure that:

- the beam goes through the alignment slits!
- gam is correct.

Do you want to proceed? (NO)?



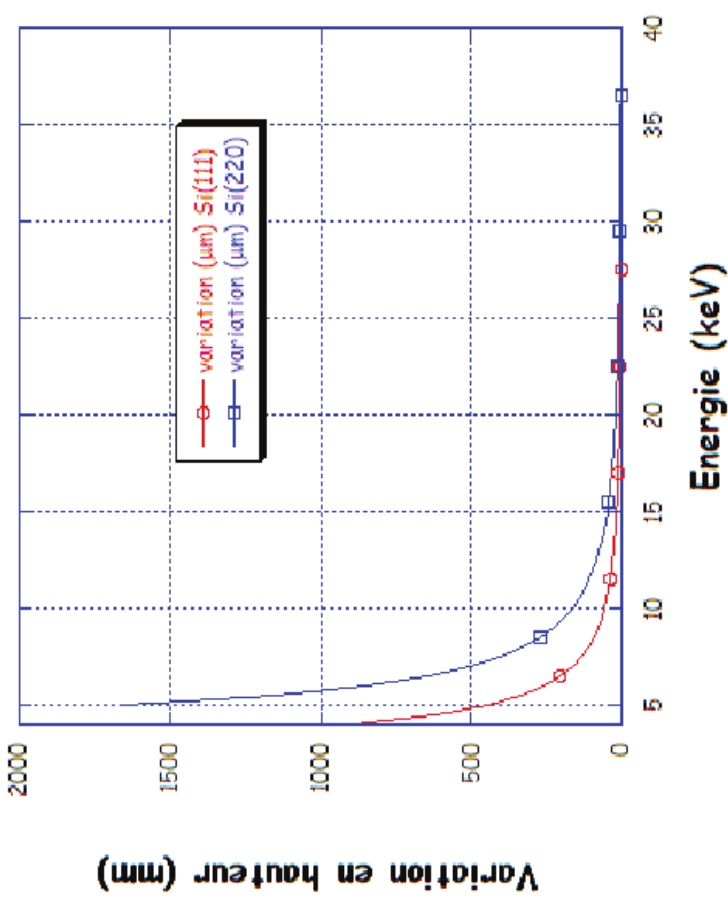
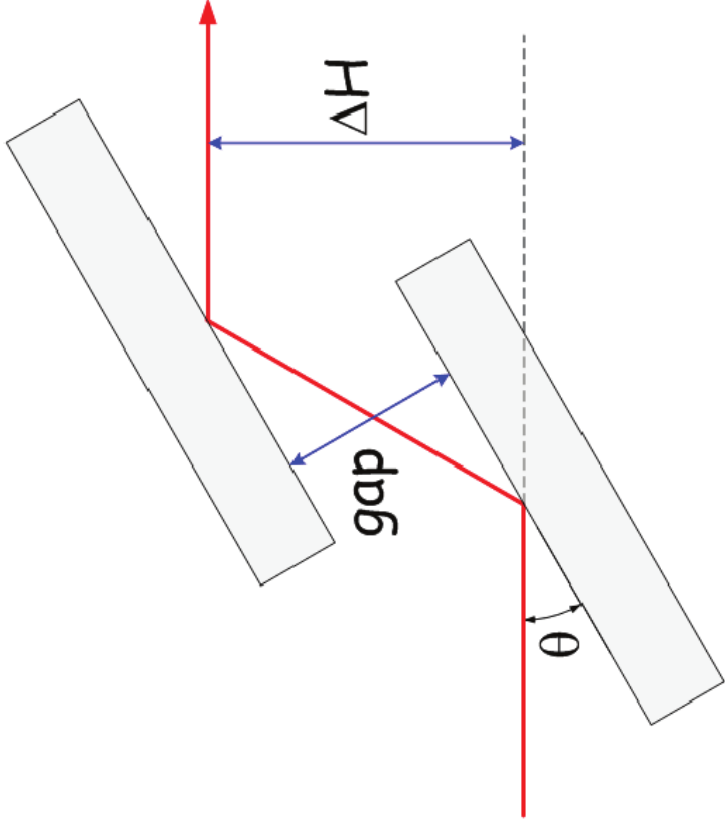
```
***** mc2 optimization at 8.979000 keV *****
```

- For mc2=385, FWTM is: 0.223 and FWHM is: 0.118513
- For mc2=390, FWTM is: 0.263 and FWHM is: 0.151232
- For mc2=385, FWTM is: 0.220 and FWHM is: 0.119
- For mc2=380, FWTM is: 0.184 and FWHM is: 0.084
- For mc2=375, FWTM is: 0.179 and FWHM is: 0.078
- For mc2=370, FWTM is: 0.204 and FWHM is: 0.109

After alignment, beam height (FWHM) is 0.079 mm with mc2=375

Position verticale : ajuster la variation de hauteur de la table pendant les spectres pour suivre le faisceau

table_alignment

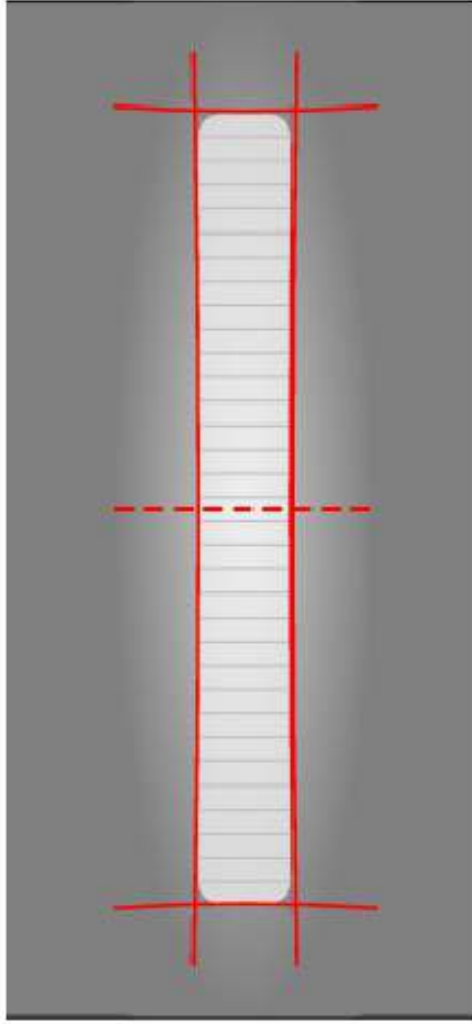
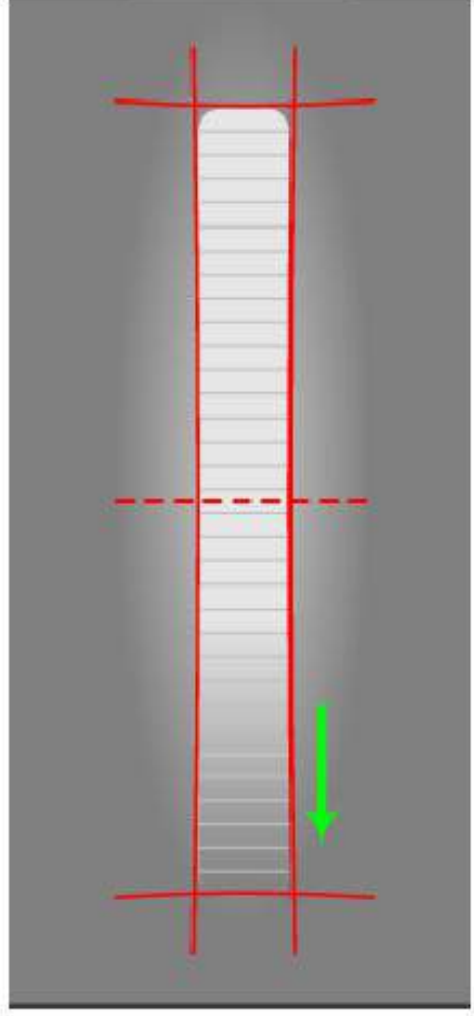
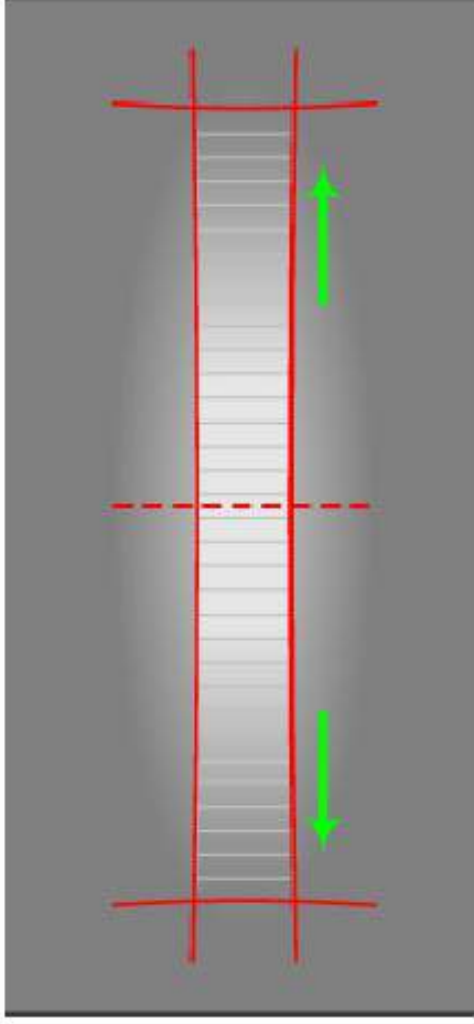
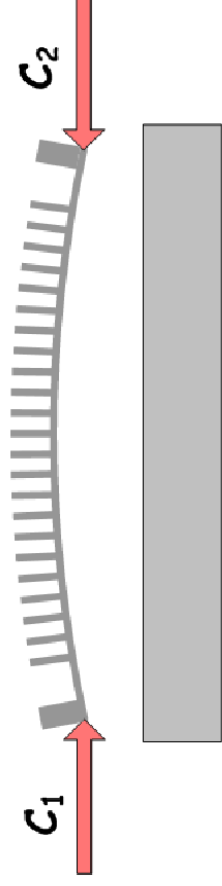


$$\Delta H = 2 \cdot (g + \text{gapoffset}) \cdot \cos(\theta)$$

1962.EXAFS> table_alignment
Table alignment will be done between 8.700000 and 10.000000 keV with motor he.
Alignment parameters will be saved in /home/fame/Align/align.15Oct14
Do you want to proceed? (NO)?

Focalisation horizontale : ajuster la variation de courbure du second cristal du monochromateur sur toute la gamme d'énergie

foc_alignment



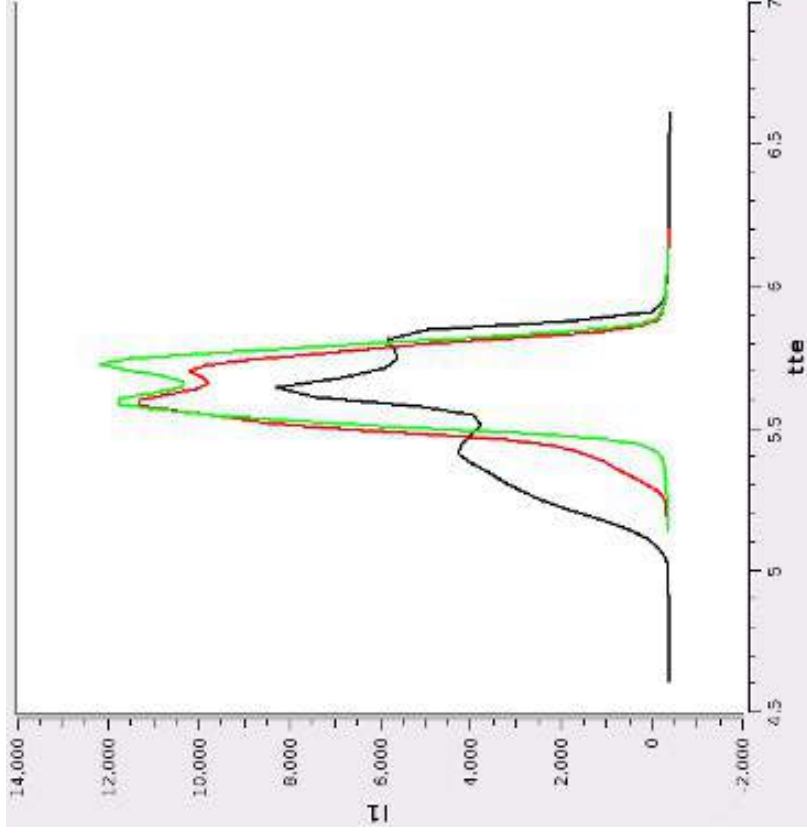
Focalisation horizontale : ajuster la variation de courbure du second cristal du monochromateur sur toute la gamme d'énergie

foc_alignment

```
**** foc optimisation for 9.00006 keV ****
Before alignment, foc=0.54941 and FWHM=0.313
After alignment, foc=0.546814 and FWHM=0.306

**** c1, c2 optimisation for 9.00006 keV ****
For scan 15:
- FWHM is: 0.306093
- FW10M is: 0.453521
- Intensity difference between the two maxima: 10 %
  Iteration 1:
c1=0.872636 c2=0.220991
--- Iteration 1 for c1-c2 :
For scan 16:
- FWHM is: 0.281775
- FW10M is: 0.420258
- Intensity difference between the two maxima: 14 %
  Iteration 2 for c1-c2 :
For scan 17:
- FWHM is: 0.288842
- FW10M is: 0.433128
- Intensity difference between the two maxima: 6 %
  Iteration 1 for -c1+c2 :
For scan 18:
- FWHM is: 0.301188
- FW10M is: 0.460042
- Intensity difference between the two maxima: 11 %
  Iteration 1 for c1 positive:
For scan 19:
- FWHM is: 0.295375
- FW10M is: 0.381726
- Intensity difference between the two maxima: 3 %

New values: c1=0.876644 c2=0.218988
```



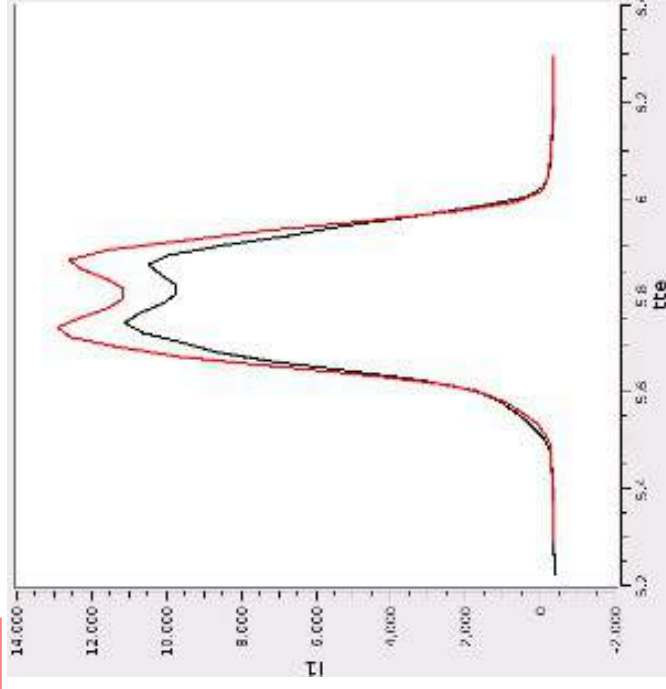
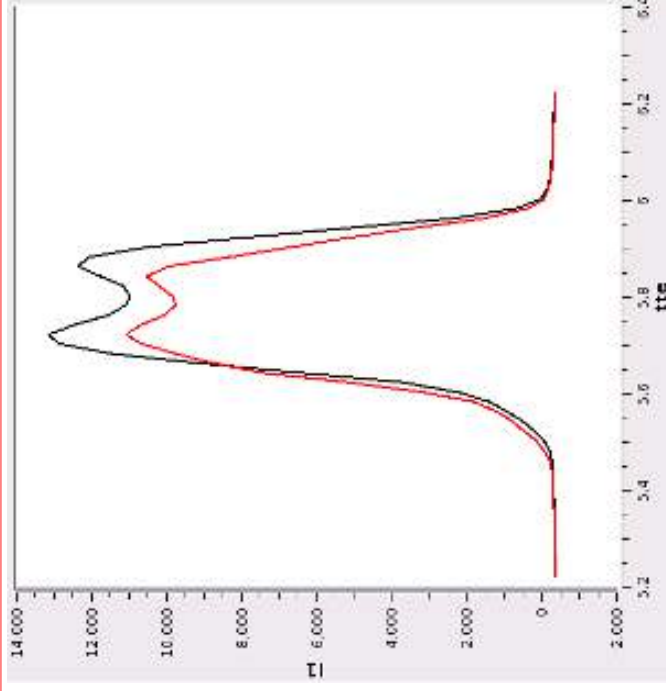
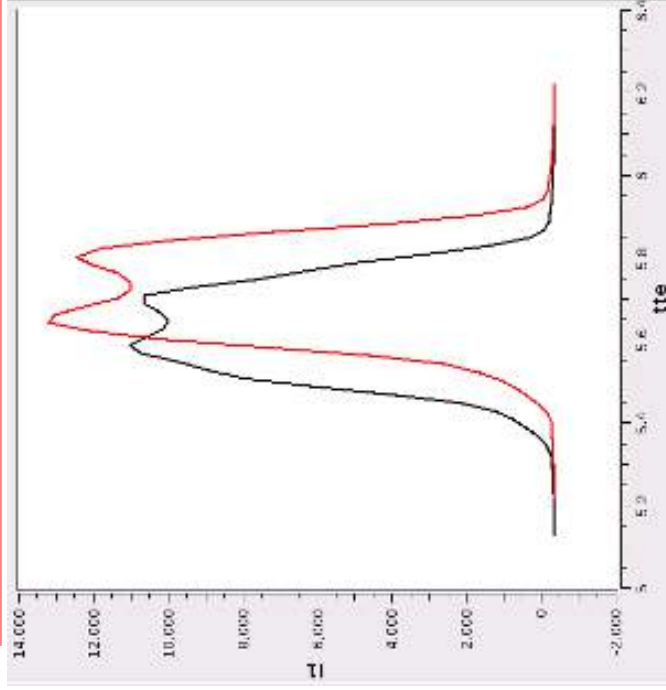
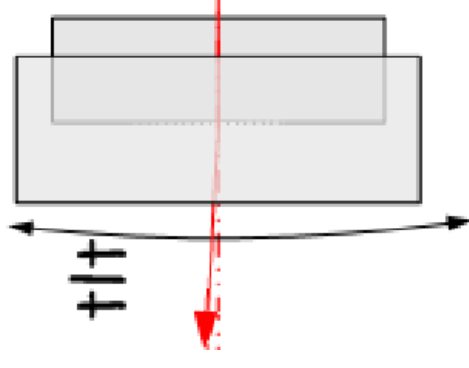
Position horizontale : ajuster le tilt du second cristal du monochromateur pour toute la gamme d'énergie

tilt_alignment

```
**** Tilt optimisation between 8.700000 and 10.000000 keV ****
- Iteration 1:
  tilt=-5.34394   tt=-2.10551
  Center for 8.700000 keV (scan 27): 5.631050
  Center for 10.000000 keV (scan 29): 5.721817
  Shift between 8.700000 and 10.000000 keV: 0.090767 mm

- Iteration 2:
  tilt=-5.34802   tt=-1.69701
  Center for 10.000000 keV (scan 30): 5.788253
  Center for 8.700000 keV (scan 31): 5.771852
  Shift between 8.700000 and 10.000000 keV: 0.016400 mm

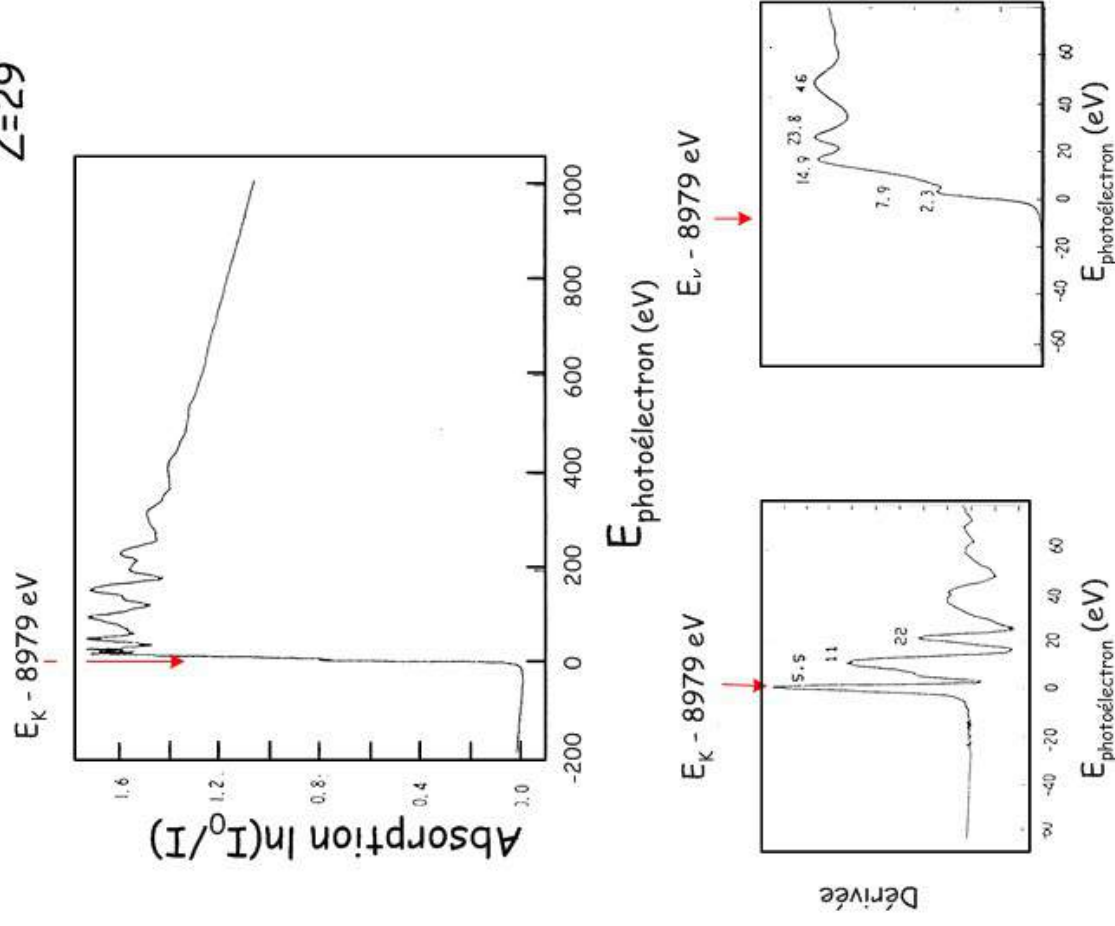
- Iteration 3:
  tilt=-5.34875   tt=-1.62326
  Center for 8.700000 keV (scan 32): 5.793403
  Center for 10.000000 keV (scan 33): 5.793969
  Shift between 8.700000 and 10.000000 keV: 0.000566 mm
```



Calibration de l'énergie : recalculer la valeur en énergie sélectionnée par le monochromateur

```
scan; spectre;  
moveE...; setE...
```

seuil K Cu
Z=29



On définit les paramètres de scan :

```
1980.EXAFS> scan
```

On enregistre le spectre jusqu'au seuil :

```
1981.EXAFS> spectre
```

On visualise le spectre avec PyMCA.

Dérivée du seuil → détermination du E0

Recherche du seuil sur la page web

```
1982.EXAFS> moveE E0
```

```
1983.EXAFS> setE Eseuil
```

Chapitre 7

Systemes de détection

7.1 Mesures des intensités des faisceaux transmis

7.1.1 Principe de la mesure

Les mesures des intensités des faisceaux transmis ne nécessitent pas à proprement parler de réglage, si ce n'est le choix soit de l'épaisseur du kapton à 45° diffusant soit de la nature du gaz diffusant (ou fluorescent). Le principe de la mesure est simple. Deux diodes en silicium encadrent un élément et récoltent les photons diffusé : la somme des 2 courants générés est transmis à la « tête » (les boîtiers plats sur la table) qui va convertir ce courant en fréquence. Les coffrets MCCE permettent alors de lire ces courants et de régler les gains des têtes.

7.1.2 Cas d'un diffuseur en kapton

Actuellement, ce type de mesure n'est plus utilisé sur la ligne.

L'épaisseur de la feuille de kapton est le seul paramètre ajustable du système. Il faut qu'elle soit suffisamment petite pour que la transmission soit la plus grande possible (il ne faut pas que le flux transmis soit trop fortement affecté par la mesure) et en même temps suffisamment épaisse pour que le flux de photons diffusé soit significatif. C'est l'importance de ce flux de photons, et donc l'importance du courant mesuré par les diodes, qui détermine la statistique de mesure.

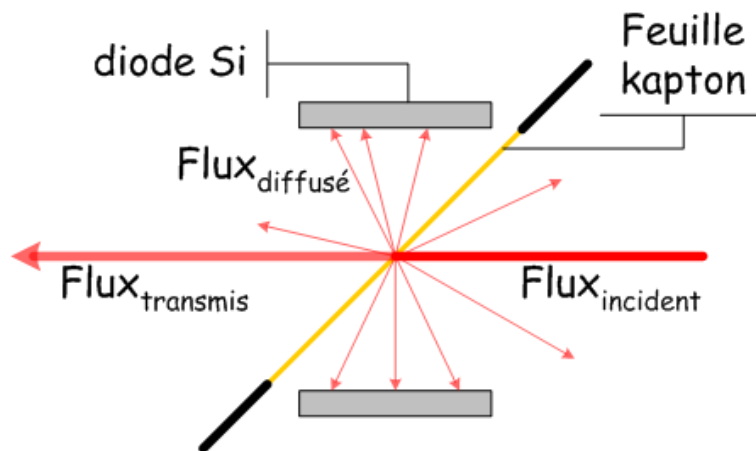


FIGURE 7.1.1 – Principe de la mesure de l'intensité des faisceaux transmis (diffuseur kapton)

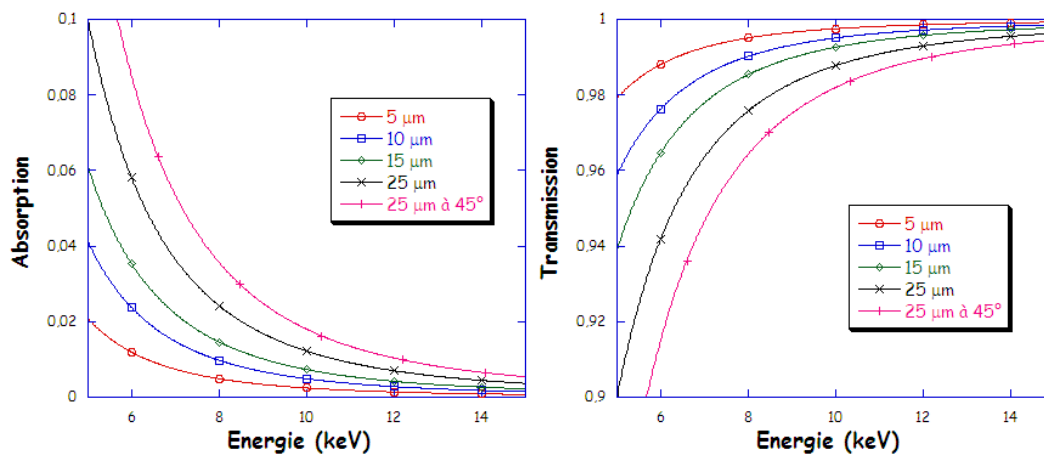


FIGURE 7.1.2 – Absorption (gauche) et transmission (droite) du kapton en fonction de l'énergie

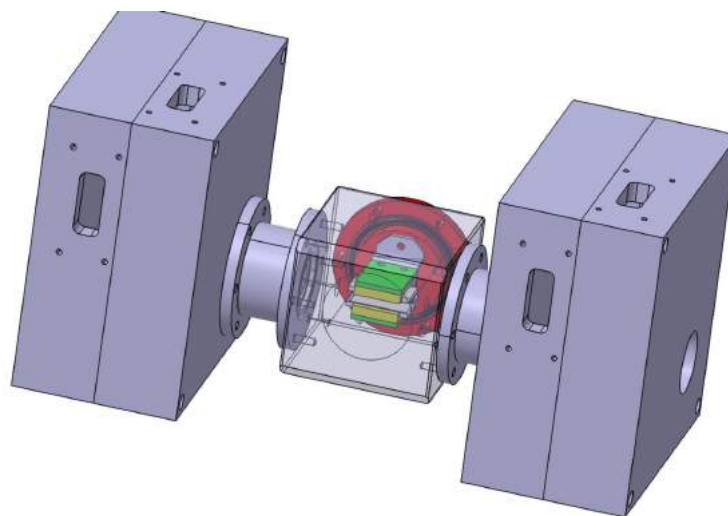


FIGURE 7.1.3 – Figure éclatée des porte-diodes. Deux parties du montage : la bride « porte-kapton » (à droite) et l'enceinte avec la bride « porte-diodes » (à gauche). Pour changer l'épaisseur du kapton, il suffit de dévisser le cadre aluminium et de le remplacer.

Influence de la position verticale du faisceau

Ce système à deux diodes permet d'avoir un courant globalement indépendant de la position du faisceau. Le principe des diodes est schématisé figure 7.1.4 droite, où d est la distance entre le centre du kapton et la diode et x l'écart à ce centre. On suppose de plus

1. que l'intensité du faisceau diffusé est isotrope,

2. que l'intensité du courant délivré par les diodes est simplement proportionnelle à l'angle défini par le point d'impact et la dimension latérale de la diode (L),
3. que l'intensité est symétrique selon la direction longitudinale,
4. que l'absorption du faisceau diffusé par le kapton est négligeable : les courants mesurés par les diodes sont symétrique, $I_{haut}(x) = I_{bas}(-x)$

L'intensité du courant total s'exprime alors :

$$I_{total} \propto \theta + \theta' = \operatorname{invtan}\left(\frac{x+\frac{L}{2}}{d-x}\right) + \operatorname{invtan}\left(\frac{-x+\frac{L}{2}}{d-x}\right) + \operatorname{invtan}\left(\frac{x+\frac{L}{2}}{d+x}\right) + \operatorname{invtan}\left(\frac{-x+\frac{L}{2}}{d+x}\right)$$

Pour $L=10\text{mm}$ et $d=6\text{mm}$, ce calcul montre que l'intensité est constante à mieux que 0,1% pour une déviation inférieure à $\pm 0,8\text{mm}$ (figure 7.1.4 gauche).

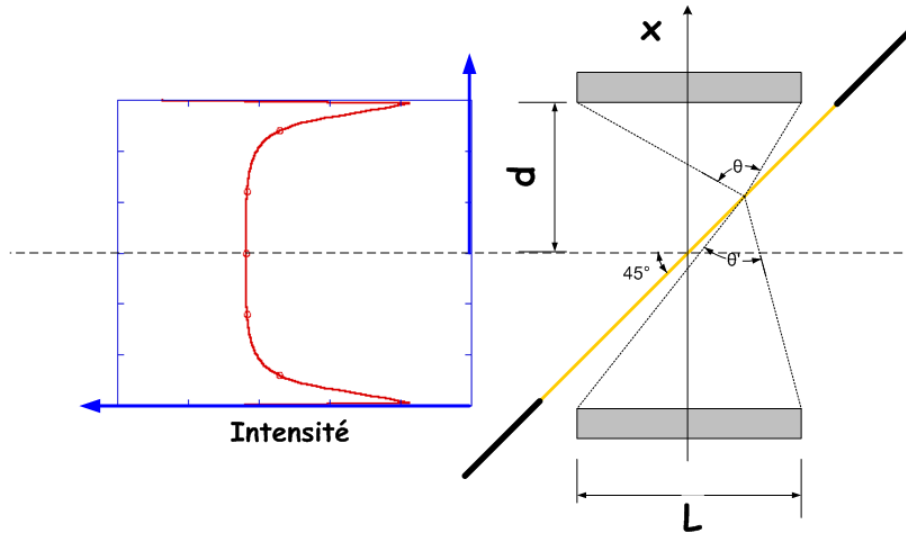


FIGURE 7.1.4 – Evolution de l'intensité délivrée par les diodes en fonction de la position du faisceau

7.1.3 Utilisation de gaz comme diffuseur

Pour avoir une mesure beaucoup plus précise, indépendante à la fois des inhomogénéités du kapton et des effets de variation de hauteur du faisceau, les mesures des courants pour I_p , I_0 , I_1 et I_2 s'effectuent avec un gaz en tant qu'élément diffuseur. Le principe de la mesure est alors le même que précédemment si ce n'est que le contrôle de la mesure ne se fait qu'en changeant la nature du gaz (air dans la plupart des cas).

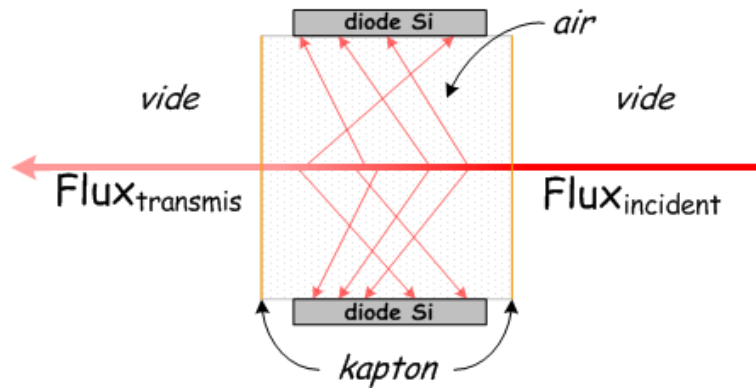


FIGURE 7.1.5 – Principe de la mesure de l'intensité des faisceaux transmis (diffuseur : air)

7.1.4 Changement de gamme

Le changement de gamme des diodes est nécessaire lorsque le nombre de coups dépasse 9×10^6 (10×10^6 moins 1×10^6 d'offset, la diode est overload et la lead rouge en haut à gauche du boîtier mcce s'allume) ou lorsque le nombre de coups devient trop faible :

- *mcce [nom du détecteur]* : pour savoir sur quelle gamme on est
 - *mcce i0* par exemple
- *mcce [nom du détecteur] [range]* : pour savoir quelles gammes sont accessibles
 - *mcce i0 range* par exemple
- *mcce [nom du détecteur] [range] [gamme]* : pour changer
 - *mcce i0 range 1e-8* par exemple

Il faut impérativement remesurer les offsets après coup : *detoffset* ou *O* dans le menu (*m*).

7.1.5 Valeurs mesurées

Pour chaque diode, 2 valeurs sont significatives : le nombre de coups tel qu'on le mesure lors d'un « ct » et l'intensité du courant. Cette dernière valeur (3.48×10^{-8} sur la figure 7.1.6) est la seule réellement significative de la statistique de comptage, puisque par un simple jeu de changement de gamme on peut multiplier d'un ou plusieurs ordres de grandeur la valeur du nombre de coups pour un même nombre de photons diffusés.



FIGURE 7.1.6 – Boîtier MCCE permettant le dialogue avec les têtes de conversion Novelec d’une part, la lecture directe des courants mesurés par les diodes d’autre part.

7.1.6 Artefacts de mesure : faisceaux parasites

Chaque diode mesure l’intensité du flux de photons reçus quelles qu’en soient leurs origines. Toutes les contributions non désirées doivent être limitées, principalement en collimatant au maximum le faisceau principal :

1. faisceau diffusé par l’ensemble des éléments optiques de la ligne (fermer les fentes vg_5 au plus près du faisceau direct),
2. faisceau retrodiffusé (pour I_0) ou diffusé (pour I_1) par l’échantillon (collimater par des masques au plomb sur les fenêtres en béryllium, après avoir précisé la position du faisceau avec du papier rose),
3. faisceau diffracté par l’échantillon.

7.1.7 Spécificités des réglages pour les mesures en transmission

Pour une expérience en transmission, il est indispensable de s’assurer de deux choses :

1. les distances diode I_0 – échantillon et échantillon – diode I_1 doivent être égales,
2. le faisceau doit être focalisé sur l’échantillon.

De cette manière les divergences vues par les deux diodes sont rigoureusement équivalentes et la compensation entre les deux intensités I_0 et I_1 la meilleure possible.

7.2 Détecteur solide Germanium (Canberra 30-éléments)

7.2.1 Généralités

1. Le détecteur doit être en froid (77K) depuis au moins 24h avant de pouvoir l’utiliser.

2. De plus, les 3 racks de la baie détecteur qui contiennent les cartes 2016 doivent être allumés depuis également 24 h pour que l'électronique soit à la bonne température. Il ne doivent être allumés que si le détecteur est froid.
3. La HT doit être montée progressivement à maximum 1,3 kV.
4. Chaque carte 2016 (les initiés prononcent « vingt-seize ») présente 1 bouton de sélection du shaping time et 2 boutons de réglage de Gain (le réglage des gains est fait pour un shaping time donné). Normalement, la led verte "rate" clignote au rythme des photons détectés. Mais il se peut que celle-ci soit allumée en continu : l'électronique associée à cet ou ces éléments est saturée. Pour y remédier, manœuvrer alors le "Gain grossier" d'un cran vers les valeurs supérieures puis revenir à la position d'origine. Cette saturation est souvent associée à un élément n'enregistrant que du bruit de fond, ou bien encore un signal très faible et constant, un spectre en énergie de forme "étrange", un spectre dont les pics se "baladent" en énergie. . .

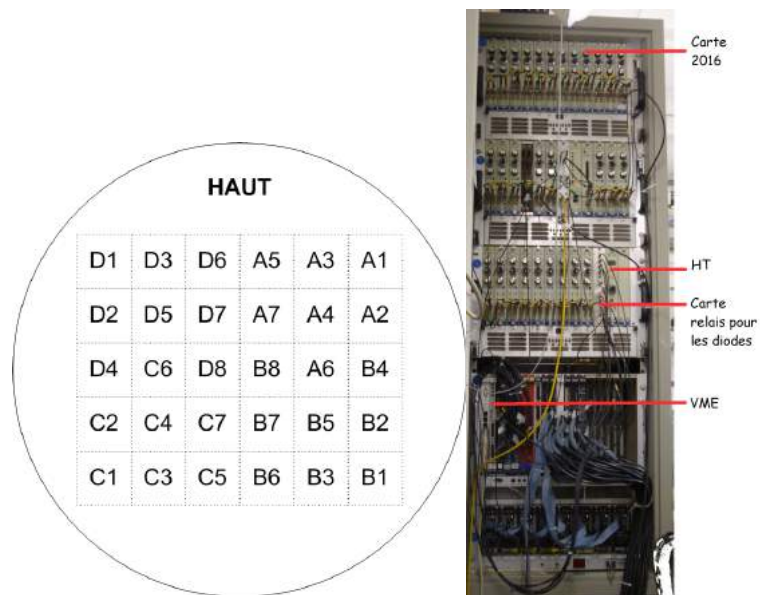


FIGURE 7.2.1 – Schéma de la position des 30 éléments du détecteur (haut) et baie d'électronique du détecteur (droite).

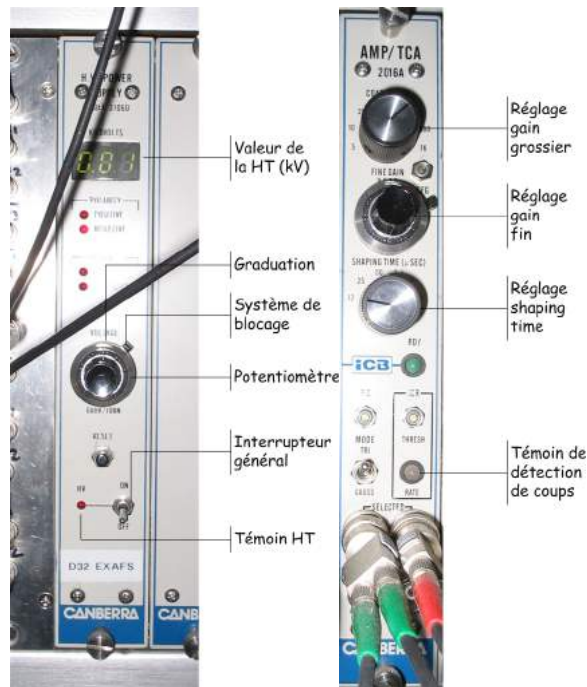


FIGURE 7.2.2 – Carte haute tension du détecteur (gauche) et amplificateur 2016 (droite)

7.2.2 Lancement de l'application Canbgui

Le réglage du détecteur de fluorescence Canberra s'effectue maintenant sous canbgui. Pour lancer la session, cliquer sur Canberra dans le menu déroulant de la barre de tâches. Autre solution, taper dans une session SPECMCA : *canberra*.

Deux fenêtres apparaissent alors, la fenêtre de dialogue canbgui et la fenêtre graphique (figure 7.2.3).

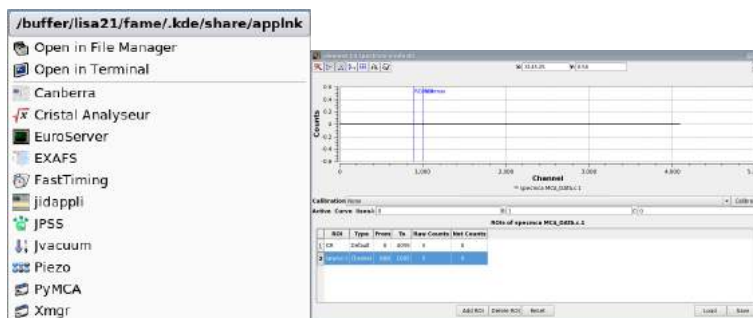


FIGURE 7.2.3 – Menu déroulant de lancement rapide (gauche). Fenêtre graphique de l'application canberragui (droite).

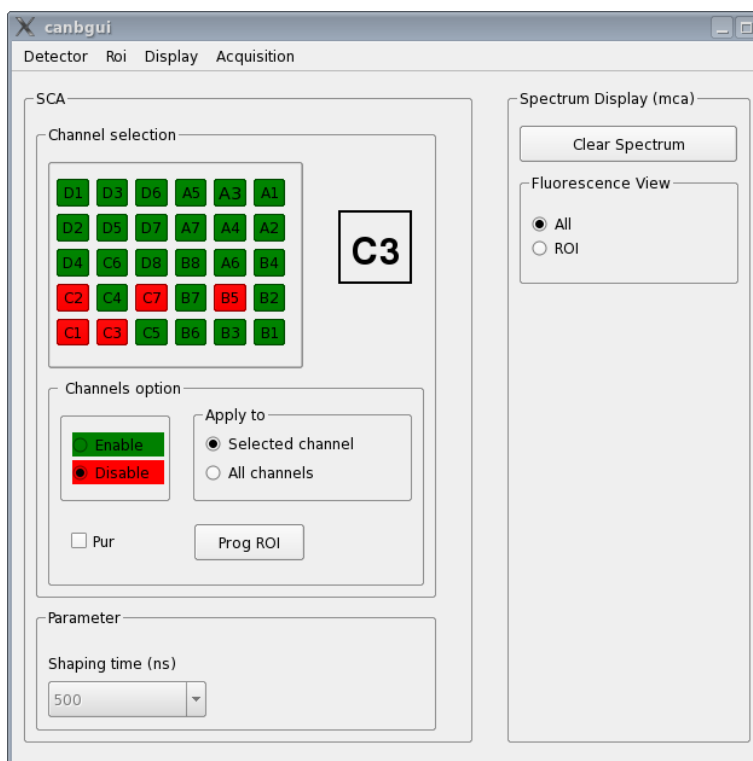


FIGURE 7.2.4 – Fenêtre de contrôle de l’application Canberragui

7.2.3 La fenêtre de dialogue

Boîte *Channel selection*

Dans le cadre, le nom de l’élément sélectionné (ici C3). Pour changer, cliquer sur un autre des éléments représentés. La disposition de ces 30 éléments respecte leur disposition réelle, le faisceau arrivant par la droite. Les éléments en rouge (cas de C1, C2, C3, C7 et B5 ici) ne sont pas actifs (“disable”).

Boîte *Spectrum display*

Clear Spectrum : effacement du spectre dans la fenêtre graphique

Fluorescence View : **All**, spectre total des photons recueillis par le détecteur sélectionné, ou **ROI**, spectre dans la fenêtre

Boîte *Channels option*

Apply to : les opérations que l’on effectue à partir de cette fenêtre s’appliquent au seul module sélectionné (case *Selected channel* cochée, comme c’est le cas ici), ici le C3, ou à tous les modules (case *All channels* cochée). Pour éviter toute fausse manœuvre, lorsque l’on sélectionne All, ce n’est que pour une seule opération : on rebascule ensuite automatiquement sur Selected.

Prog ROI : après avoir sélectionné une région particulière dans le spectre de fluorescence (cf. application graphique), on peut programmer cette ROI (Region Of Interest), pour un (Selected) ou pour tous (All) les éléments.

PUR : à cocher lorsque l'on veut utiliser la fonction de réjection automatique des empilements (utilisation très rare).

Enable : pour activer ou non (Disable) le détecteur sélectionné

Boîte *Parameter*

Affiche le shaping time choisie (cf ci dessous).

Menu *Detector*

Init2016 : réinitialisation des 2016 (ou canbinit dans une fenêtre X)

Shaping : permet de sélectionner le shaping désiré, 125ns ou 500ns par exemple. Le choix du shaping time ne se fait pas "physiquement" ici. L'indication que l'on fait sert juste au programme à savoir quel temps de mise en forme est choisi sur les cartes 2016 pour pouvoir prendre en compte les fichiers appropriés : se servir de l'interrupteur "shaping time".

Pour un shaping time de 500ns, le nombre total de coups par seconde ne doit pas dépasser 30 000 par élément, pour 125ns, c'est 80 000.

Menu *ROI*

Read window setting : pour lire des anciennes fenêtres

Save window setting : pour sauver toutes les fenêtres

Show window setting : pour les visualiser

Prog window setting : pour programmer le nombre de coups total (SCA2)

Menu *Display*

Enable SCA2 : activer le SCA2 (*mesure du nombre de coups totaux reçus par chaque élément*)

Disable SCA2 : désactiver le SCA2

Menu *Acquisition*

Integration time : temps d'intégration pour l'acquisition d'un spectre de fluo avant de le sauvegarder (Save Spectrum ou icône disquette de la fenêtre graphique)

7.2.4 La fenêtre graphique

Le nom de la fenêtre graphique rappelle le détecteur sélectionné ainsi que le mode d'affichage (all ou ROI).

Lock X ou Y : arrêt de la mise à l'échelle automatique en X ou Y

7.2.5 Programmation des fenêtres

Lecture des fichiers existants

Dans le menu Detector, lire le fichier de calibration. Dans le menu ROI, lire les fenêtres déjà programmées pour la fluorescence désirée. Si les fenêtres sélectionnées sont correctes, c'est fini, sinon. . .

Programmation des fenêtres

Pour visualiser la fenêtre caractéristique de la fluorescence que l'on veut mesurer, il faut invalider la fenêtre SCA 2 pour tous les modules :

– *Menu Display : Disable SCA 2*

Positionner une ROI sur le pic de fluorescence :

– *Apply to : All*

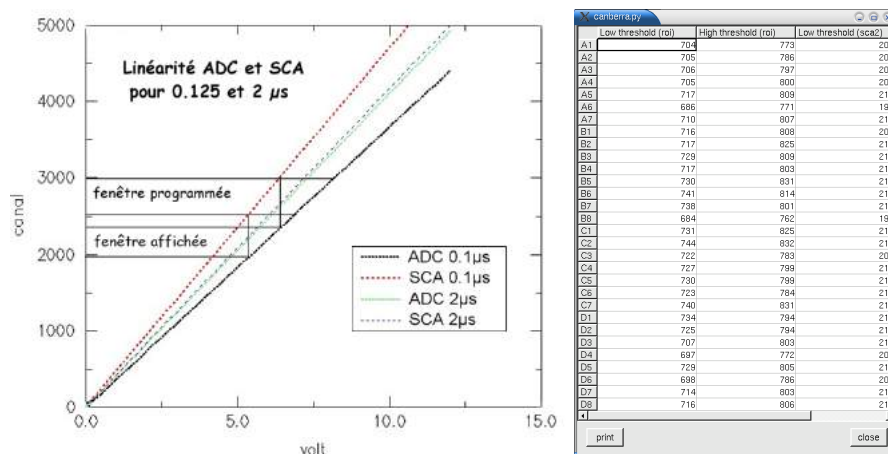


FIGURE 7.2.5 – Courbes de linéarité entre l’ADC (programmation des ROIs) et le SCA (échelle des pics de fluorescence), à gauche. Fichier récapitulatif des ROIs, à droite

- Fluorescence View : *All* (visualisation de tous les pics)
- Sélection du 1er élément : A1, en haut à droite
- Positionnement de la fenêtre ROI autour de la fluorescence/ Prog ROI
- Fluorescence View : ROI (visualisation du pic de fluo « isolé »)

Tous les modules sont maintenant programmés avec la même ROI pour le 1er SCA. Cependant, il est toujours préférable de vérifier ce réglage, module par module.

- Apply to : Selected
- Sélection du 2ème élément : A2
- Fluorescence View : *All* (visualisation de tous les pics)
- Fluorescence View : ROI (visualisation du pic de fluo « isolé »)

Est-ce que le pic de fluo dans le spectre total est correctement « isolé » ? Si besoin est, on programme une nouvelle ROI Sélection du 3ème élément : A3 etc jusqu’au module 29 (module D8). A chaque fois que l’on programme une ROI, le fichier récapitulatif canberra.py est mis à jour et s’affiche automatiquement.

Décalage visualisation / programmation

La position idéale de la ROI peut être décalée par rapport au pic de fluorescence. Ce n’est gênant que pour la facilité de programmation des fenêtres et n’a aucune influence sur le résultat final. Cette différence provient de la différence de calibration des gains entre le SCA (échelle des « pics de fluorescence ») et l’ADC (échelle des ROI) comme illustré figure 7.2.5. Plus le shaping time est faible, plus la différence entre les deux échelles est importante.

A chaque fois que l’on programme une ROI, le fichier récapitulatif canberra.py est mis à jour et s’affiche automatiquement.

Choix des fenêtres SCA2

Cette fenêtre va nous permettre de compter le nombre de coups total reçu par chaque module (2nde ligne de la liste des éléments dans un ctl).

- Positionnement d’une fenêtre ROI de 100 à environ 3000
- Menu ROI : Prog total count limits

Il est préférable de commencer vers le canal 100 pour filtrer le bruit électronique (si l'on commence dès le canal 0, il y aura des coups sur le SCA2 même sans faisceau). il est impératif que le n° du canal supérieur du SCA2 (dernière colonne de la fenêtre canberra.py) soit inférieur à 4096 (212)

Sauvegarde des paramètres

Menu ROI : Save window settings

Lecture des ROI depuis la session EXAFS

On peut lire des ROI déjà réglées directement depuis la session EXAFS avec la commande *confcanb* (*confcanb 500 Fe* pour charger les ROI du fer avec un shaping time de 500ns). Remarque : cela ne les change pas dans l'application graphique!

7.2.6 Paramètres des cartes 2016

Mesure des pics

Pour connaître la position moyenne de tous les pics de fluorescence, la macro canberra est utilisée sous SPECMCA :

- *mcaguioff*, pour que l'affichage s'effectue dans une fenêtre spec
- *mcaroi*, éventuellement, pour limiter le domaine (en canaux) affiché
- *ECAL*=valeur en eV par canaux (de l'ordre de 10) pour calibration
- *canberra n*, où n est le nombre de secondes d'acquisition par élément

Dans le répertoire temporaire, le fichier canberra.rap est créé, fichier regroupant, pour chaque élément, la position de la raie principale et la largeur (en énergie) de cette raie. Pour imprimer :

- *u lp /tmp/canberra.rap*

Si toutes les raies sont globalement à la même position (à ± 5 canaux), c'est bon, sinon il faut régler les gains.

Ne pas oublier de revenir sur la ROI contenant tous les canaux (via *mcaroi*) avant de reprendre dans canberragui, sinon la définition des ROI peut être incompatible.

Réglage des gains

Pour régler les gains, élément par élément, on utilise la macro *canbgain*, qui permet de visualiser dans une fenêtre spec le pic de fluorescence sélectionné (en général la raie $K\alpha$ du Mn délivré par une source de Fe_{55})

- *mcaguioff*
- *canbgain tps d'acquisition module, canbgain 2 5* par exemple, pour visualiser l'élément 5, A4, avec une acquisition de 2 s

En fonction du shaping time...

L'ADC a deux modes de fonctionnement : le mode Peak Detect et le mode Delayed. Dans le premier, l'électronique de l'ADC active un signal (porte linéaire) entre les moments où le signal d'entrée dépasse le seuil bas de l'ADC et le moment où la valeur pic est détectée. Dans le second mode l'ADC active ce signal pour une durée déterminée à partir du moment où le signal d'entrée dépasse le seuil bas. La durée de ce signal est réglable avec un tournevis par le potentiomètre en face avant. Pour qu'une conversion soit validée il faut que le signal gate de l'ADC arrive pendant la porte linéaire. Pour les constantes de temps de mise en forme 0.125, 0.250 et 0.5 μ s le mode Peak Detect convient. Pour les autres constantes il faut passer en mode Delayed est ajuster la durée de la porte.

Lorsque le shaping time est important (à partir de 1 μ s), il est également nécessaire de passer en mode "anti-coïncidence" :

- *91.SPECMCA > adcctl* (état des lieux)
- *Current settings : [pha] [coincidence] [early] [auto] [overlap] [nonLTCPUR]*
- *92.SPECMCA > adcctl anti* (pour passer en mode anti-coïncidence)

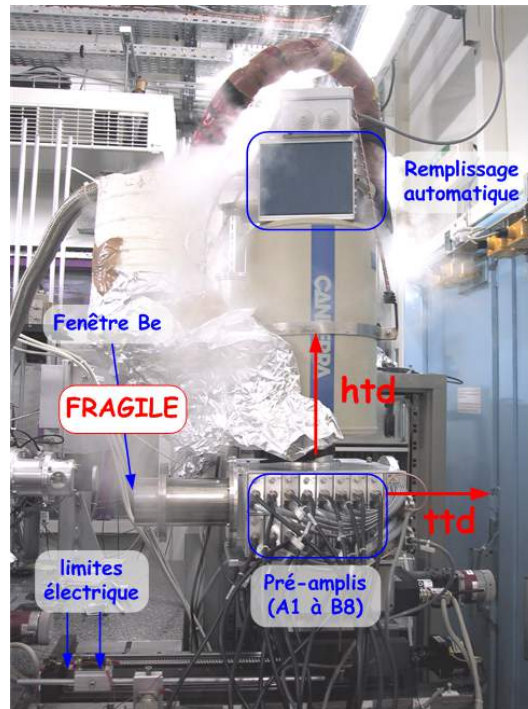


FIGURE 7.2.6 – Détecteur Canberra en fonctionnement

- *93.SPECMCA > adccctl coinc* (pour passer en mode coïncidence)

7.2.7 Vue d'ensemble

La fenêtre d'entrée en béryllium du détecteur est fragile mais elle est prévue pour fonctionner avec le détecteur sous vide. Le plus important est surtout, avant de commencer une expérience, de vérifier :

- l'alignement du détecteur longitudinalement au faisceau, de manière à positionner la normale au détecteur sur l'échantillon
- le bon fonctionnement des limites électriques, surtout celles du côté de l'échantillon. En cas d'utilisation d'un dispositif imposant, il faut bien régler la limite « réglable » pour prendre en compte l'encombrement du porte-échantillon, en gardant à l'esprit que ce même porte-échantillon peut se déplacer.

7.3 Détecteur solide Silicium (Vortex, mono-élément)

7.3.1 Généralités

Le détecteur Vortex est un détecteur solide silicium (SDD : silicon drift diode) résolu en énergie mono-élément. Son fonctionnement est sur certains aspects identique au Canberra (nous utilisons la même électronique), sur d'autres différent (refroidi par effet Peltier, il n'a pas besoin d'être mis en fonctionnement très longtemps en avance, quelques minutes suffisent).

7.3.2 Branchement du Vortex

L'utilisation du Vortex nécessite l'utilisation de l'électronique du Canberra via les cartes 2016 des voies B5 et / ou C2, dont la polarité a été changée (de positive pour le détecteur Canberra à négative pour le

Vortex, figure 7.3.1 gauche). Le schéma de câblage est décrit sur la figure 7.3.1 (droite). Il est possible donc de régler des ROI en activant le SCA2 (menu Display, Enable SCA2). L'enregistrement des ROI se fait dans le menu ROI, Prog total count limits.



FIGURE 7.3.1 – Intérieur, faces avant et arrière de la carte 2016, face arrière du Vortex

7.4 Détecteur solide NaI (photo-multiplicateur, "PM")

7.4.1 Généralités

Le principe d'un "PM" est schématiquement le suivant. Les photons dont l'on souhaite mesurer le flux sont en premier lieu collectés par un scintillateur (NaI dans notre cas). Le scintillateur est couplé à un photo-détecteur qui convertit les photons émis par le scintillateur en électrons, après avoir amplifié le signal (d'où le nom de photo-multiplicateur).



FIGURE 7.4.1 – Photo-multiplicateurs et électronique associée (Cyberstar X2000)

7.4.2 Branchement du photomultiplicateur

Les faces avant et arrière de l'électronique du photomultiplicateur sont présentées sur la figure ci-dessous. Un point important à vérifier est que la sortie de l'électronique connectée à la VCT6 délivre un signal NIM. Pour cela, il y a différents cavaliers sur la carte correspondant aux différentes sorties (SIGNAL OUT, DISCRI OUT, UPPER LEVEL et LOWER LEVEL) :

- SW102 → Saturation output (sortie SIGNAL OUT)
- SW105 → upper level single channel analyser output (sortie UPPER LEVEL)
- SW106 → lower level single channel analyser output (sortie LOWER LEVEL)
- SW107 → Discrimination level single channel analyser output (sortie DISCRI OUT).

Par défaut, tous les cavaliers sont sur la position haute, ce qui permet de délivrer un signal TTL ; il faut donc changer la position du cavalier de la sortie choisie pour les mettre en position basse et donc permet de délivrer un signal NIM.

Les sorties DISCRI OUT, UPPER LEVEL et LOWER LEVEL sont configurées pour délivrer un signal NIM ; la sortie SIGNAL OUT permet de délivrer un signal TTL. Le câble qui permet d'obtenir le signal du PM relié à la VCT6 est connecté sur la sortie DISCRI OUT.

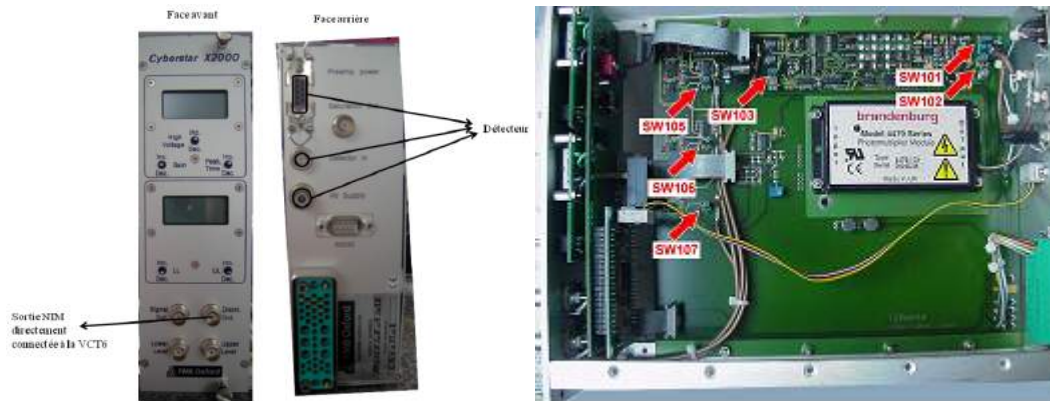


FIGURE 7.4.2 – Face avant, arrière et interne du module Cyberstar X2000

Chapitre 8

Notices

8.1 Visualisation des graphes

Plusieurs applications sont installées sur l'ordinateur pour pouvoir lire les courbes (spectres, scans de l'échantillon...) : newplot, xmgr et PyMCA. Ci-dessous, nous détaillons le fonctionnement de xmgr, mais si vous préférez les autres, pas de soucis !

8.1.1 Lancement de l'application

Dans une fenêtre X, taper :

`xmgr &`

Le « & » permet de fermer cette fenêtre X une fois l'application lancée. Une grande fenêtre s'affiche en premier lieu, vierge initialement.

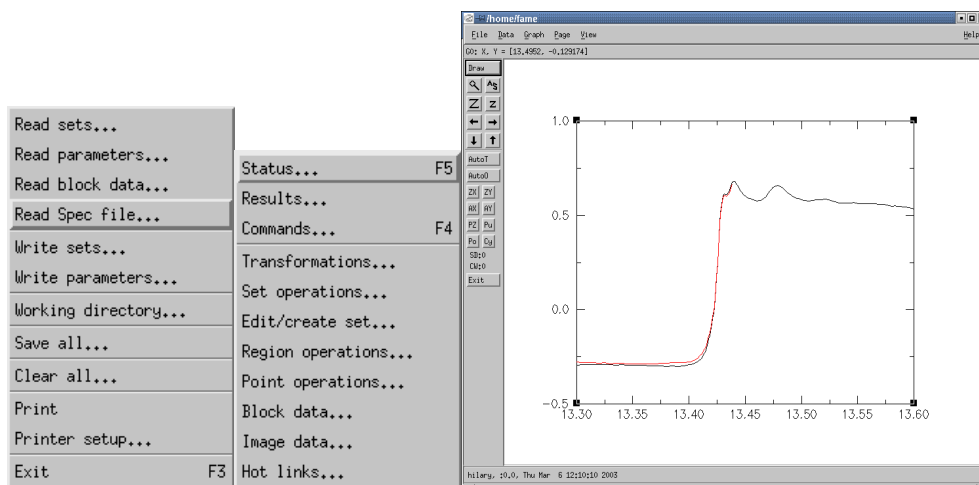


FIGURE 8.1.1 – XMGR : Menus File et Data

Menu File

Dans ce menu, 4 rubriques fréquemment utilisées :

Read Spec File... : indispensable pour commencer à jouer avec xmgr, c'est ici que l'on peut lire les fichiers spec (*data/exafs.05Mar03* ou *data/exafs.05Mar03.canb* par exemple).

Read block data... : pour pouvoir lire de simples fichiers (*EXAFS/BRDTnn.DAT* par exemple).

Clear all et Print : no comment

Deux fenêtres se sont ouvertes une fois le fichier SPEC lu, *Read Spec file* et *Results*.

Results

Cette fenêtre (figure 8.1.2) liste tous les scans contenus dans le fichier SPEC ouvert. En général, elle n'est pas utilisée mais il faut la garder à l'écran : la réduire au maximum (double-clic sur la barre de titre) et la mettre dans un coin.

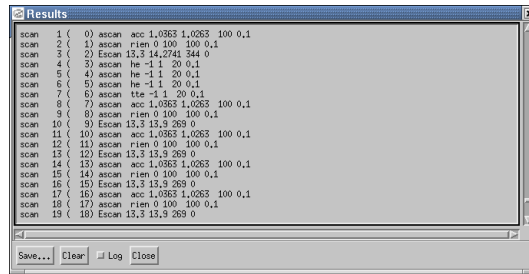


FIGURE 8.1.2 – XMGR : Fenêtre Results

Read Spec file

Scan : chaque scan est caractérisé par un *numéro* (ici, n°108) et un *Index* (Index = n°(Scan) - 1, l'index du scan 108 est 107). Si l'on veut tracer des courbes à partir du #132, il faut taper : Scan : 132 « Return »

Reindex : pour forcer la relecture du fichier Spec (ici, le fichier /home/fame/data/exafs.05Mar03), il faut : Index : -1 Reindex « Clic »

X from column : choix de l'abscisse

Y from column : choix de l'ordonnée

to column : pour tracer plusieurs courbes à partir du même scan

Normalize with column : permet de renormaliser la colonne Y par une autre colonne (par exemple, si l'on veut tracer l'évolution du *Monitor* (I_0), il faut normaliser par le temps de comptage (*Seconds*) pour pouvoir réellement se rendre compte de l'évolution).

Load to set : permet de superposer différentes courbes sur le même graphique, en choisissant un numéro de « set » différent pour chaque courbe. Attention, par défaut, le set est automatiquement itéré (load to set : next) donc si le même graphique est rechargé plusieurs fois (ce que l'on fait lorsque l'on suit l'évolution d'une courbe en cours d'acquisition par exemple) la même courbe sera présente pour plusieurs sets, jusqu'à saturation.

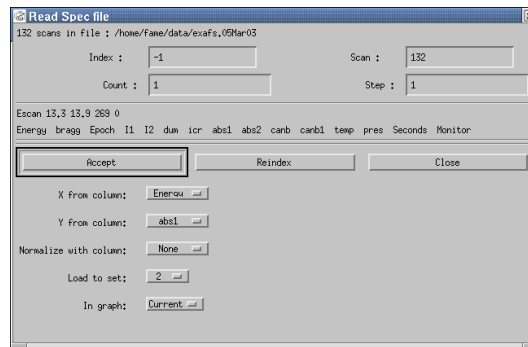


FIGURE 8.1.3 – XMGR : Fenêtre Read SPEC file

8.1.2 Opérations simples sur les courbes

Outils dans la barre de gauche

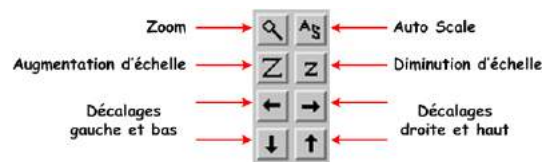


FIGURE 8.1.4 – XMGR : outils

Couleurs / symboles

Un double-clic sur le graphique permet d'ouvrir une fenêtre autorisant des modifications des tracés des courbes.

Opérations sur les courbes

Dérivée : Menu Data / Transformations / Differences

Opérations : Menu Data / Transformations / Evaluate Expression

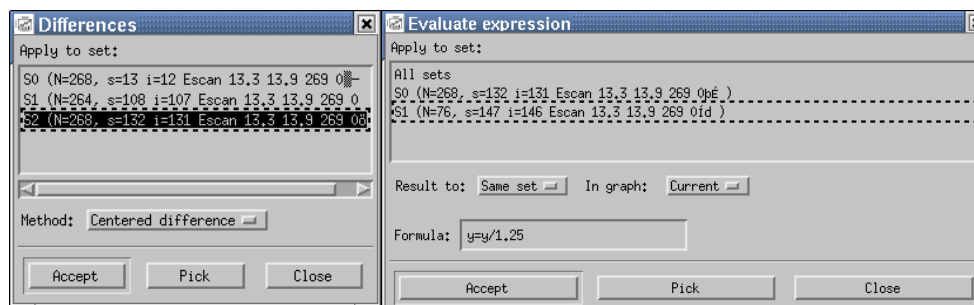


FIGURE 8.1.5 – XMGR : Fenêtres différences et opérations

Exemples d'opérations en « langage xmgr » :

S0 sélectionné, Result to : *Same set* : $a=y$

la courbe S0 est copiée dans la mémoire "a"

S1 sélectionné, Result to : *New set* : $y=y/a+1$

la courbe S1 est normalisée par la courbe S0 et décalée d'une unité

Menu Graph

Ce menu regroupe les différentes opérations de mise en page des courbes, lorsque l'on veut soigner la présentation

World scaling : choix des axes

Problèmes récurrents

L'impression ne marche pas : il faut que dans le "Printer setup", la case "generate eps" soit cochée.

Le spectre tracé ne correspond pas à ce que l'on pense... parce que l'on a oublié de faire "Return" pour valider le numéro de scan ou l'index voulu

8.2 Correction des spectres de fluorescence

Un programme python permettant de lire les spectres de fluorescence afin de les corriger (élément défaillant, pics de Bragg...) est disponible sur l'ordinateur **joconde**. Ce programme lit les fichiers « .canb » générés lors de l'acquisition de spectres. Il faut donc transférer les fichiers .canb de lisa2 (répertoire /buffer/lisa21/fame/data) vers joconde (répertoire /home/fame/Utilisateur).

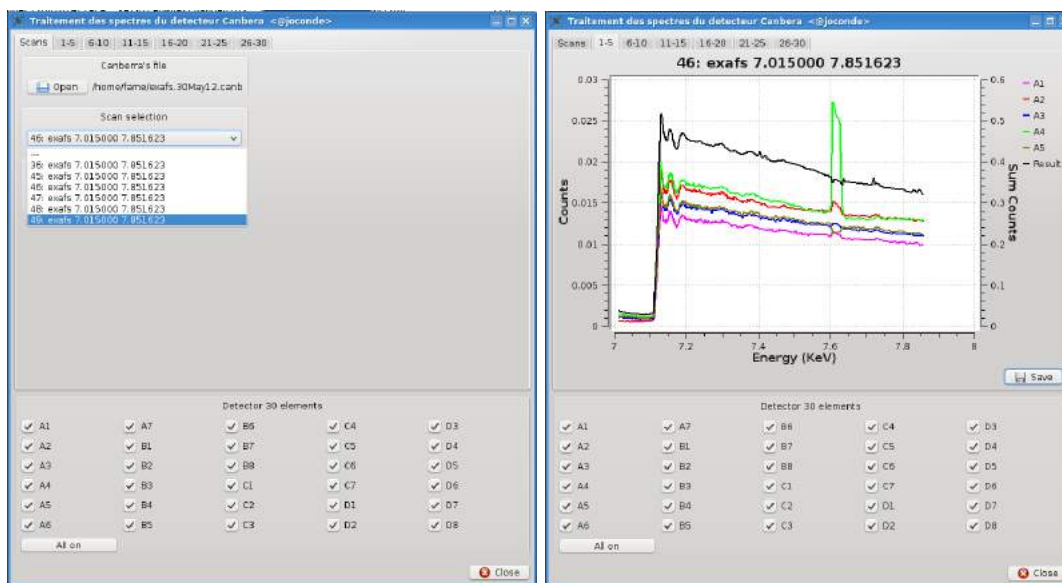


FIGURE 8.2.1 – Programme canb.py

1. Lancer le programme via l'icone canb.py du bureau.

2. Cliquer sur Open pour sélectionner un fichier .canb.
3. Choisir un scan EXAFS dans la liste.
4. Vérifier que tous les éléments du détecteur sont cochés.
5. Cliquer sur l'onglet 1-5 pour voir les 5 premiers éléments, éliminer ceux qui ne conviennent pas.
6. Passer à l'onglet suivant et ainsi de suite. Le spectre noir est la moyenne des spectres restant sélectionnés.
7. Cliquer sur Save pour enregistrer le spectre résultant.

8.3 Aide technique en ligne

8.3.1 Dans la session exafs

Macros « paramétrables »

Lorsque l'on ne tape pas correctement ou complètement une commande, SPEC indique de quelle manière on doit le faire.

```
4705.EXAFS> mcce
usage : mcce [setup/io/i1/i2/off] [on/off/range/leakage/filter] [value]
```

Help local

Pour avoir le détail des macros SPEC : *help local*

```
4702.EXAFS> help local
The following macro sets are available on your beamline
ace                lin2th                psearch
adc                lineup                pseudo
atte               lock                pseudoE
bac24              machinfo             putconf
balzer             madc                 qexafs
[...]
isg                pm600orig            waveguide
isgdevice          pm600V0             wika
joy                pmb                 xrii
k2001              prema               xscans
kscan              ps                  zapdiag
Enter the macro name you would like to get help on
```

FIGURE 8.3.1 – Help local

8.3.2 Dans le site web de la ligne

Cf. les rubrique Vacuum et Control Command du site pour retrouver des infos sur l'organisation des baies...

http://www.esrf.fr/exp_facilities/BM30B/BM30Bb-en.html

8.4 Mémo : les principales commandes

Lignes P0 à P8 : positions des moteurs au début du spectre selon cette logique, récapitulée au début du fichier SPEC (figure 8.5.2)¹

3 lignes C : récapitulatif des paramètres du monochromateur

4 lignes C : récapitulatif des paramètres de scan

#P0	bragg	SlitUp1	SlitDown1	SlitUp2	SlitDown2	SlitBack2	SlitFront2	SlitUp3
#P1	SlitDown3	SlitOff7	SlitGap7	HeightMono	vg1	vo1	vg2	hg2
#P2	vo2	ho2	vg3	vo3	tlt	gam	acc	c1
#P3	c2	foc	gap	HeightTable	SlitBack4	SlitFront4	hg4	ho4
#P4	M1Height	M1Angle	M1Tilt	M1Bender	M2Height	M2Angle	M2Tilt	M2Bender
#P5	HorGap5	HorOff5	VerGap5	VerOff5	HorGap6	HorOff6	VerGap6	VerOff6
#P6	TabTransF	TabTransB	TransTab	RotTab	he	tte	be1	be2
#P7	re	ttd	htd	hca	rca	Xech	Zech	Yech
#P8	HautCamera	HautFluo	TransTFluo	rien	DtM1	tcel	pres	pcel

FIGURE 8.5.2 – Entête d’un fichier

1. Le descriptif est donné à titre indicatif, puisque l’entête change au fur et à mesure que l’on ajoute des moteurs dans la configuration. Mieux vaut reprendre le descriptif dans le fichier de votre expérience.

8.6 Liste des moteurs

Nom SPEC	Moteur	Position	Valeur typique de déplacement
<i>acc</i>	accord 2nd cristal du mono	<i>we</i>	0.001
<i>be1</i>	1er berceau de l'échantillon	<i>ws</i>	0.1
<i>be2</i>	2nd berceau de l'échantillon	<i>ws</i>	0.1
<i>c1</i>	foc. asymétrique 2nd cristal	<i>we</i>	0.001
<i>c2</i>	foc. asymétrique 2nd cristal	<i>we</i>	0.001
<i>foc</i>	foc. symétrique 2nd cristal	<i>we</i>	0.001
<i>gam</i>	gamma 2nd cristal du mono	<i>we</i>	0.001
<i>gap</i>	gap 2nd cristal du mono	<i>we</i>	0.05 (mm)
<i>hca</i>	hauteur canne du cryostat	<i>ws</i>	(mm)
<i>he</i>	hauteur de l'échantillon	<i>ws</i>	(mm)
<i>hg2/hg4...8</i>	gap des fentes horizontales 2, 4 à 8	<i>wl</i>	(mm)
<i>ho2/ho4...8</i>	offset des fentes horizontales 2, 4 à 8	<i>wl</i>	(mm)
<i>ht</i>	hauteur table EXAFS	<i>we</i>	0.1 (mm)
<i>hm</i>	hauteur mono	<i>we</i>	0.1 (mm)
<i>ma1</i>	angle 1er miroir	<i>wx</i>	à adapter (mrad)
<i>ma2</i>	angle 2nd miroir	<i>wx</i>	à adapter (mrad)
<i>mc1</i>	courbure 1er miroir	<i>wx</i>	5
<i>mc2</i>	courbure 2nd miroir	<i>wx</i>	5
<i>mh1</i>	hauteur 1er miroir	<i>wx</i>	0.1 (mm)
<i>mh2</i>	hauteur 2nd miroir	<i>wx</i>	0.1 (mm)
<i>mt1</i>	tilt 1er miroir	<i>wx</i>	0.01 (mrad)
<i>mt2</i>	tilt 2nd miroir	<i>wx</i>	0.01 (mrad)
<i>mono</i>	angle de Bragg	<i>we</i>	(°)
<i>rca</i>	rotation canne du cryostat	<i>ws</i>	(°)
<i>re</i>	rotation de l'échantillon	<i>ws</i>	(°)
<i>rt</i>	rotation de la table EXAFS		0.1
<i>sb2/sb4</i>	fentes gauches 2/4	<i>wl</i>	(mm)
<i>sd1/sd2/sd3</i>	fentes inférieures 1/2/3	<i>wl</i>	(mm)
<i>sf2/sf4</i>	fentes droite 2/4	<i>wl</i>	(mm)
<i>su1/su2/su3</i>	fentes supérieures 1/2/3	<i>wl</i>	(mm)
<i>teta1...teta5</i>	angle de Bragg du cristal analyseur 1...5	<i>wcas</i>	(°)
<i>tilt1...tilt5</i>	angle de tilt du cristal analyseur 1...5	<i>wcas</i>	(°)
<i>TLech</i>	motorisation porte-échant. "KB" / "CAS"	<i>wcas</i>	(mm)
<i>tlt</i>	tilt 2nd cristal du mono	<i>we</i>	0.001
<i>TRech</i>	motorisation porte-échant. "KB" / "CAS"	<i>wcas</i>	(mm)
<i>tt</i>	translation de la table EXAFS		0.1 (mm)
<i>tt1</i>	translation 1er pied de la table EXAFS		0.1 (mm)
<i>tt2</i>	translation 2nd pied de la table EXAFS		0.1 (mm)
<i>ttd</i>	translation du détecteur	<i>ws</i>	(mm)
<i>tte</i>	translation de l'échantillon	<i>ws</i>	(mm)
<i>vg1...vg8</i>	gap des fentes verticales 1...8	<i>wl</i>	(mm)
<i>vo1...vo8</i>	offset des fentes verticales 1...8	<i>wl</i>	(mm)
<i>x1...x5</i>	position longitudinale cristaux analyseurs 1...5	<i>wcas</i>	(mm)
<i>Xech</i>	motorisation porte-échant. "KB" / "CAS"	<i>ws</i>	(mm)
<i>Yech</i>	motorisation porte-échant. "KB" / "CAS"	<i>ws</i>	(mm)
<i>z1...z5</i>	hauteurs cristaux analyseurs 1...5	<i>wcas</i>	(mm)
<i>Zech</i>	motorisation porte-échant. "KB" / "CAS"	<i>ws</i>	(mm)
<i>zeq</i>	hauteur équerre des cristaux analyseurs	<i>wcas</i>	(mm)

TABLE 8.1 – Liste des moteurs

8.7 OBSOLETE : cartes DPAP

Les cartes DPAP permettent de contrôler les différents moteurs. Ces cartes combinent alimentation de puissance et pilotage. Elles sont localisées dans des racks RPAP.

- alimentation électrique des racks : bouton On/Off
- activation / désactivation des cartes DPAP : clef Enable/Disable
- 2 modes de fonctionnement pour les moteurs :
 - en mode local (cas du DPAP de gauche), l'interrupteur est en position basse, les mouvements du moteur se font manuellement à l'aide du bouton du bas
 - en mode « pilotable à distance », le cas le plus fréquent, l'interrupteur est en position haute (cas du 2ème DPAP)
- visualisation de l'état du moteur, en limite ou non (leds verte et orange pour les limites basses et hautes)
- dans certains cas (DPAP de droite), les 2 leds des limites sont allumées. Il y a une discontinuité dans le contrôle des limites, caractéristique dans ce cas précis d'un câble de limites débranché.

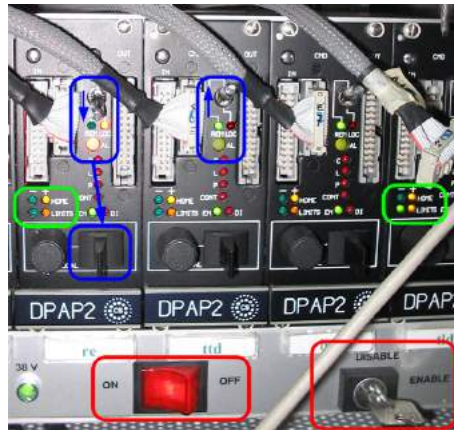


FIGURE 8.7.1 – DPAPs dans leur rack

Une DPAP permettant à la fois l'alimentation et le pilotage des moteurs, un certain nombre de réglage vont permettre de régler :

- les courants d'alimentation des moteurs, en mode de fonctionnement normal, au début du mouvement pendant l'accélération (boost) et le courant de maintien (off),
- la logique des limites basse (CW), haute (CCW) et de la référence (home),
- la logique de la sécurité (normalement ouvert ou normalement fermé).

La figure ci-dessous représente l'intérieur de la carte avec la position des principaux cavaliers et potentiomètres utiles "au jour le jour", la plupart d'entre eux ne devant pas être touché. Les deux tableaux explicitent les réglages.

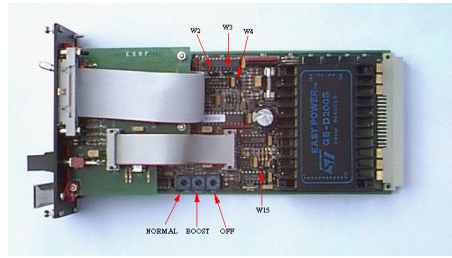


FIGURE 8.7.2 – Intérieur d'une carte DPAP

Potentiomètres: courants (A)				Cavaliers (soulignés: fixes)	
Position	Normal	Boost	Off	Nom	Fonction
0	0.430	0.430	0.114	<u>W1</u>	Vers le bas (CC133)
1	0.450	0.450	0.124	<u>W2</u>	Chang ^{nt} de polarité (CW)
2	0.550	0.550	0.135	<u>W3</u>	Chang ^{nt} de polarité (CCW)
3	0.600	0.600	0.148	<u>W4</u>	Continuité du cablage (normalement ouvert /fermé)
4	0.900	0.900	0.164	<u>W5/W6</u>	Vers le haut (CC133)
5	1.010	1.010	0.184	<u>W7</u>	Chang ^{nt} de polarité (home)
6	1.080	1.080	0.209	<u>W8</u>	Vers le bas
7	1.250	1.250	0.244	<u>W9</u>	On (watchdog extension)
8	1.290	1.290	0.273	<u>W10</u>	Off (On pour liaison RS422)
9	1.520	1.520	0.300	<u>W12</u>	Réglage pour le mode normal
A	1.680	1.680	0.333	<u>W13</u>	Réglage pour le mode boost
B	2.000	2.000	0.374	<u>W14</u>	Réglage pour le mode off
C	2.190	2.190	0.684	<u>W15</u>	Chang ^{nt} de direction du mouvement
D	2.420	2.420	0.883	(W11 selon modèle)	
E	2.500	2.500	1.247		
F	unused	unused	unused		

TABLE 8.2 – Réglage d'une DPAP

Exemple de réglage : quand le moteur se déplace dans une direction et que l'on s'éloigne de la limite qui permettrait d'arrêter le mouvement, il faut :

- changer le cavalier W15 de position,
- changer le signe du user*dial dans la configuration des moteurs sous SPEC (pour que le sens du mouvement soit toujours le même en apparence).

8.8 Utilisation des cartes Icepap

Pour configurer les nouvelles cartes de pilotage des moteurs (cartes icepap), on utilise le logiciel icepapcms sur mona2 en tant que blissadm (lien direct depuis le menu Fame de sienne).

8.8.1 Généralités sur les moteurs, les icepap (et comparaison avec les dpap)

- Pour un moteur "2 phases", un cycle de tension fait 4 pas.
- Une DPAP fonctionnant en pas entiers fait 200 pas moteurs par tour (quel que soit le moteur...).
- Une DPAP fonctionnant en demi-pas fait 400 pas moteurs par tour. Sous spec, on peut voir le mode de fonctionnement de la DPAP en tapant plusieurs fois m dans la liste des moteurs. 0=full, 1=half. ATTENTION, s'il n'y a rien, c'est half!
- Les icepap doivent rester chaînés dans le même ordre.

- Si on change une carte, la config qui prime est celle de la database. On n'a pas les droits pour écrire d'une carte vers la database. Donc, si on veut mettre une carte qui a déjà une config qui convient, il faut sauver cette config (bouton save), déplacer la carte, accepter de charger la config de la database (fausse pour nous) puis recharger la config qu'on avait sauvée.
- Pour le moment, les icepap ne gèrent pas les freins. Il faut trouver une autre solution (boîtier wago? Ricardo cherche pour ID06).
- On pourra reconfigurer l'exafs rapide (revoir Ricardo).
- Fonctionnement avec codeur :
 - on peut fonctionner en boucle fermée. Le moteur est alors alimenté en permanence. On définit une fenêtre dans laquelle spec rend la main, et une fenêtre plus petite dans laquelle le moteur doit rester. Si on veut faire ça, rappeler Ricardo.
 - si on fonctionne en boucle ouverte, la position codeur ne va pas dans A[] (ie wm affiche la valeur moteur et non pas la valeur codeur).
- Pour condamner un moteur (équivalent d'une dpap en local) : motor_disable "nom_du_moteur" Pour le "décondamner" : motor_enable "nom_du_moteur".
- Pour débrancher un moteur :
 - pour condamner un moteur, actionner le levier enable/disable de la carte correspondante jusqu'à ce que le voyant STATUS devienne rouge.
 - pour réactiver un moteur, actionner le levier enable/disable de la carte correspondante jusqu'à ce que le voyant STATUS devienne verte. Il faut ensuite faire un reconfig!!!
- Le voyant "AUX SUPPLY" correspond à l'alimentation du codeur. Il faut actionner le levier enable/disable plus longtemps pour agir dessus : lors d'un disable, STATUS devient rouge puis AUX SUPPLY s'éteint ; lors d'un enable, AUX SUPPLY s'allume puis STATUS devient vert. Cela sert si on veut débrancher le codeur.

8.8.2 Sous icepapcms

- Lancer icepapcms en tant que blissadm sur mona2 (il y a un lien direct depuis le menu Fame de sienne)
 - Redémarrer icepapcms quand il est resté inactif "trop longtemps"...
- CONFIGURATION D'UN AXE :
- Onglet "motor" :
 - Ce sont les paramètres physiques du moteur. Seule une mauvaise valeur de courant peut casser un moteur. Les autres erreurs feront juste que ça ne marche pas.
 - Nb of pole pairs=(nb_steps_per_turn rentré sur la page axis)/4 (à cause des 4 pas par cycle).
 - Tension : c'était 48V dans les DPAP. On peut éventuellement mettre un peu plus si on a du mal à atteindre la vitesse souhaitée. Il faut aussi jouer avec les PID).
 - Courant : configuré comme sur la DPAP. Boost si possible à 0.
 - PID : on peut choisir le gain entre low, medium, high et custom. Ils servent à moduler la façon dont le courant et la tension sont envoyés au moteur. Ils dépendent de l'inductance du moteur. Pour 2-5mH, il faut choisir medium. Pour une inductance plus grande, il faut prendre high. Si c'est trop faible, le moteur ne pourra pas bien tourner, surtout si on cherche à aller vite. Si c'est trop fort, le moteur risque de vibrer et il va chauffer.
 - Onglet "axis" :
 - le nombre de pas par tour moteur est forcément un entier (d'où la case en dessous, où on peut mettre 10 si on veut une précision du dixième de pas par tour). Ce nombre peut être déterminé de deux façons :
 - On met comme c'était en DPAP (ie 400, ou 200 si on était en pas entiers). Toutes les valeurs de config spec restent alors correctes. Si on avait un moteur à 24 pas par tour, il tournait déjà à 200, donc il sait faire, donc pas besoin de tout changer, ni de se priver de cette résolution.
 - On met la vraie valeur (par exemple 24 pas par tour). Il faut alors bien mettre 6 pour nb of pole pairs. Dans ce cas, on doit recalculer le nb de pas par mm/degree de spec et la vitesse. Cette solution est à privilégier dans le cas de nouveaux moteurs, car on est cohérent, on ne rajoute pas

le facteur "arbitraire" (lié à la DPAP) de 200. Si on veut plus de résolution, on peut mettre 240 ou 480...

- Vitesse : c'est celle qui est utilisée pour les tests manuels (avec le panneau de droite). Elle est aussi utilisée dans certains cas par spec ==> il faut mettre une valeur raisonnable. On la détermine en utilisant le panneau de droite et en vérifiant que le moteur tourne correctement. Bien noter que quand on change la vitesse et qu'on fait "send to board", il recalcule le temps d'accélération. Il faut donc le remettre, refaire "send to board" puis "validate".
- Acceleration time : comme dans spec, mais en s, pas en ms!!
- Motor direction : il faut choisir entre normal et inverted pour faire en sorte que la limite positive s'active lors d'un mouvement positif.
- Limits : c'est le mode de câblage (normalement ouvert ou normalement fermé).
- Cadre de droite en haut : sert à tester le moteur manuellement
- Cadre de droite en bas : sert à envoyer les configs à la carte. Cela se fait en deux étapes : send to board et validate. Ne pas oublier la deuxième...
- Menus du haut : boutons sauver et charger. Bien le faire pour chaque moteur et à tout changement de carte! On peut sauver une config et la charger pour d'autres moteurs.
- Exemple du moteur escap 0.45A :
 - tensions : 12V et 6V
 - nb pole pairs : 50
 - nb steps per turn : 400 (même si c'est un 24 pas par tour)
 - gain high

CONFIGURATION D'UN CODEUR :

- Onglet "encoders" :
 - Il faut donner le nombre de pas codeur par tour moteur. A récupérer de la config spec (pour mono, ça doit faire 700).
- Onglet "tune and testing" :
 - Sert entre autres à vérifier la valeur codeur par rapport à la valeur moteur et le sens de l'un par rapport à l'autre. Ils doivent s'incrémenter soit en positif tous les deux, soit en négatif tous les deux. Une fois que c'est bon, on peut faire un set à la valeur réelle (en mm multiplié par le facteur de conversion mm/pas codeur). Le mettre en négatif s'il y a un -1 dans la config spec du moteur. Ex : -922000 pour ht si ht=922mm.

CONFIGURATION DE L'ASSERVISSEMENT :

- Onglet "axis" :
 - Dans Fonctionnal Encoders, mettre Target encoder à EncInc.
 - Start Velocity : il faut une vitesse suffisante pour que la cible puisse être atteinte, mais pas trop grande pour que le moteur accroche bien. Cette vitesse s'ajoute à la vitesse "de croisière".
- Onglet "motor" :
 - Idle current doit être assez grand car c'est de lui dont on se sert pour l'asservissement. Mais pas trop grand pour ne pas chauffer le moteur.
- Onglet "closed loop" :
 - Maximum error : par exemple 1000, assez grand pour que ça ne plante pas si on a un faible écart entre moteur et codeur.
 - Dead band : zone dans laquelle il ne régule plus.
 - Settle window : zone à partir de laquelle, s'il y reste au moins <settle time>, il rend la main.
 - Settle time : temps pendant lequel il doit rester dans la <settle window> avant de rendre la main.
 - En pratique, on peut mettre la résolution du codeur pour les deux limites.
- Lorsque l'on asservit, les valeurs moteur et codeur tendent à devenir identiques. Il faut donc faire un set de la valeur moteur à ce qui nous convient pour spec. Bien faire attention aux signes! Pour faciliter les "comptes", on peut mettre le nombre de pas par tour du moteur à une valeur multiple simple du nombre de pas par tour du codeur. 10 fois plus par exemple.

8.8.3 Sous spec

- Charger la macro ice.mac
- Pour configurer un moteur, dans config :
 - Sur la page "Motor and Counter Device Configuration (Not CAMAC)", ajouter un MOTOR :
 - type=macro motors
 - device=icepap
 - adresse=nom du master (ex : iced30b1)
 - num=159 (c'est le nb maximum de moteurs qui peuvent être gérés)
 - Dans la liste des moteurs, changer
 - le type (ES_VAP devient MAC_MOT)
 - Unit/module/channel : unit est la position du serveur de macro-moteurs dans la liste de la page précédente (en commençant à 0) ; module est le numéro du rack icepap (affichage en rouge) et channel le numéro de la carte sur le rack (en commençant à 1).
 - Les autres paramètres doivent rester valides, sauf si on a changé le nombre de pas par tour dans icepapcms, auquel cas, il faut recalculer les conversions de déplacements et de vitesse.
- Pour configurer un codeur, dans config :
 - Sur la page "Motor and Counter Device Configuration (Not CAMAC)", ajouter un SCALER :
 - type=macro counters
 - device=icepapenc
 - adresse=nom du master (ex : iced30b1)
 - num=158 (c'est le nb maximum de codeurs qui peuvent être gérés)
 - Dans la liste des compteurs :
 - Ajouter un compteur
 - MAC_CNT
 - Unit : 1 (position du serveur de macro-compteurs dans la liste de la page précédente, en commençant à 0)
 - Channel : concaténation de module et channel (ex : 22 pour gam)
 - Factor : le signe et le nombre de pas codeur par mm
 - p pour accéder aux paramètres supplémentaires :
 - NAME : encoder
 - VALUE : inc (pour incrémental) ou p _icepap_query("iced30b1 :5000","4",sprintf("?ENC %s", ICEPAP_ENCCMD["inc"]))

8.9 Alignement d'un échantillon

L'alignement de l'échantillon sur le faisceau peut être fait de manière simple, ce quel que soit le mode de détection utilisé, après l'avoir « grossièrement » aligné (au laser, à l'aide de la caméra, à l'œil...).

he : hauteur (sens + vers le haut)

tte : translation (sens - vers le détecteur)

re : rotation (sens + sens trigo)

mvr moteur déplacement : mouvement relatif

mv moteur valeur : mouvement absolu

ou

- *moveE* $E_{\text{après-seuil}}$ pour avoir un maximum de contraste

- *plotslect* II ou canb en fonction du mode de détection utilisé

- *dscan he -5 5 25 1* (resp. *tte* ou *re*) *mv he valeur* (resp. *tte* ou *re*)

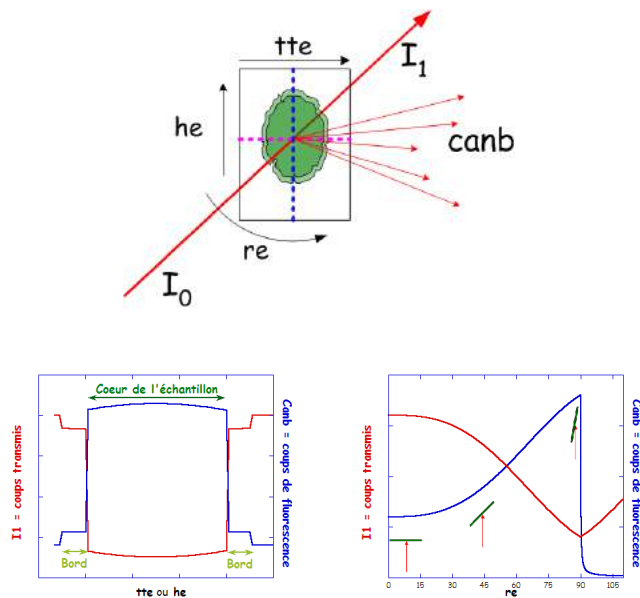


FIGURE 8.9.1 – Représentation schématique de l’alignement d’un échantillon

La position « idéale » de l’échantillon est estimée en traçant les courbes signal(déplacement) à l’aide de xmgr par exemple. Quelques valeurs calculées par spec peuvent être utilisées : CEN (centre du pic, estimé à partir de sa mi-hauteur) ou pl_xMAX (maximum du pic). Ces valeurs sont accessibles en tapant les commandes *cen* ou *pic* (équivalentes à mvr moteur_du_dernier_scan CEN ou resp. pl_xMAX). Enfin, la commande *curs* permet de “se promener” sur le dernier scan pour trouver la valeur moteur d’un point intéressant.

La macro *nbc* permet d’estimer le saut de seuil (100 eV avant et 100 eV après l’énergie de seuil indiquée dans les paramètres de scan).

8.10 Fixation et taille d’échantillon

Le porte-échantillon peut-être fixé sur la tête goniométrique en utilisant les trous taraudés schématisés ci-dessous. De même, les débattements autorisés sont schématisés dans l’autre figure. Le trou central de la tête goniométrique a une profondeur de 12mm. Il peut être utilisé pour des montages simples à l’ambiante.

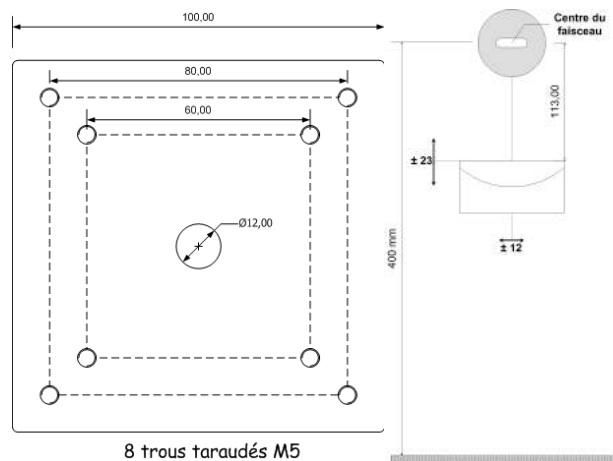


FIGURE 8.10.1 – Côtes et schéma du porte-échantillon

8.11 Procédures d'ouverture/fermeture/réchauffage du monochromateur

8.11.1 Ouverture

1. FAIRE UN PERMIS DE TRAVAIL
2. Fermeture des vannes E3 / Mono et Mono / E4
3. Imprimer les positions des moteurs du mono (we). Pour toute intervention sur le câblage du mono, sur les tuyaux de LN2 (risque de toucher les câbles), il faut bien penser à éteindre les 2 racks des moteurs (acc, c1, c2, gam et tilt pour le 1er rack, gap pour le 2nd)
4. Couper la tension du piezo (coffret d'alimentation et détection synchrone)
5. Eteindre l'alimentation de chauffage du 1er cristal.
6. Mettre en route les pompes primaire et turbo et ouvrir la vanne correspondante.
7. Réchauffage :
 - (a) coupure du coffret de remplissage du séparateur de phases
 - (b) vannes LN2 ouverte au maximum
 - (c) coupure du réchauffeur du séparateur de phases
 - (d) mise en place de la circulation azote gazeux
 - (e) attendre que la T° du 1er cristal soit remontée (4-5 h)
8. Vérifier que l'angle du mono est inférieur à 10° (risque de collision)
9. Mettre en place des équerres de soutien de la porte (oreilles)
10. Arrêter le pompage :
 - (a) pompe primaire, interrupteur sur le côté de la baie vide
 - (b) pompes turbo, interrupteurs derrière les coffrets
 - (c) pompe ionique, coffret Varian en bas de la baie
11. Desserrer

- (a) les vis des patins sur les rails
 - (b) les écrous de la cuve
12. Casser le vide à l'azote (vanne de séparation avec la pompe turbo ouverte).
 13. Si on doit travailler sur la sortie d'azote, éteindre le réchauffeur (rack au dessus des racks de l'autoclave).

8.11.2 Fermeture

1. Bien vérifier que tous les moteurs fonctionnent correctement (déplacement et valeur des jauges) ainsi que les thermocouples.
2. Fermeture de la cuve (APRES VERIFICATION PAR LA SAFETY) : attention à ne pas pincer un câble (surtout au niveau des thermocouples).
3. Pompage : le vide dans l'enceinte doit être de l'ordre de 10^0 mbar lorsque la turbo de l'axe a pris ses tours (1500 Hz), 10^{-4} mbar pour la turbo de la cuve (833 Hz). Relancer le pompage ionique lorsque le vide est de l'ordre de 10^{-6} mbar.
4. Mise en froid : rebrancher le réchauffeur et le coffret de remplissage du séparateur de phase, une fois que le vide est suffisamment bon (au minimum 10^{-5} mbar, l'idéal étant 10^{-6} mbar, après 12 h de pompage).
5. Vérifier que la température en sortie se stabilise vers 100°C .

8.11.3 Réchauffage seul

1. Fermeture des vannes E3 / Mono et Mono / E4
2. Couper la tension du piezo (coffret d'alimentation et détection synchrone)
3. Démarrer la pompe turbo et la primaire.
4. Quand la turbo a pris ses tours, ouvrir la vanne mono/turbo.
5. Arrêter la pompe ionique.
6. Arrêter le coffret LN2 (l'Eurotherm bascule en mode remplissage : la vanne s'ouvre donc en mode remplissage).
7. Ouvrir la vanne du Refill (V1) à 100% en mode remplissage.
8. Arrêter le réchauffeur (disjoncteur sous le séparateur de phase).
9. Si on a peu de temps, pousser avec de l'azote gazeux en bouchant la sortie (bas du tube) et en ouvrant la vanne rouge à fond et récupérer l'azote liquide dans un dewar à la sortie du mono.

8.11.4 Refroidissement seul

1. Allumer la pompe ionique et la faire dégazer (monter en tension progressivement jusqu'à -7000V en l'éteignant à chaque fois que la tension plafonne).
2. Vérifier que la vanne V1 de l'Eurotherm est ouverte à 100% y compris en mode Refill.
3. Purger le circuit avec de l'azote gazeux (fermer le bouchon sous la vanne rouge et ouvrir cette vanne à fond). La pression monte vers 1.5bar.
4. Attendre plusieurs heures.
5. Fermer la vanne rouge et enlever le bouchon. Allumer le séparateur de phases (réchauffeur de l'évent). Allumer le coffret LN2.
6. Vérifier que le réchauffeur de sortie de tube est allumé.
7. Quand le niveau atteint 77%, pousser le liquide avec du gaz (fermer le bouchon sous la vanne rouge, ouvrir un peu cette vanne et éteindre le séparateur de phases).
8. Allumer l'alimentation des résistances.

9. Quand la température est proche de -165°C , arrêter de pousser le liquide (fermer la vanne rouge, enlever le bouchon et rallumer le séparateur de phases).
10. Vérifier que la température se stabilise vers -165°C .
11. Vérifier que la température en sortie se stabilise vers 100°C .
12. Remettre la valeur de la vanne pendant le remplissage à 0 dans l'interface euro (PID, set parameters).
13. Quand on a remis du faisceau, fermer la vanne entre la turbo et le mono et arrêter la turbo et la primaire.

8.12 Fonctionnement du cryostat orange type ILL

8.12.1 Accessoires

Toujours en place :

- Boîtier de mesure de température
- Boîtier de mesure du niveau d'hélium
- Boîtier de mesure du niveau d'azote
- Tuyau inox souple ("tombac") pour récupération hélium gazeux
- Système de remplissage azote liquide
- Pompe primaire avec tuyau caoutchouc
- Pompe primaire pour le remplissage automatique de LHe (mise en pression du vase)
- Câbles à connecter :
 - sondes de température cryostat et canne
 - mesure des niveaux d'azote et d'hélium
 - moteurs rca et hca
 - air comprimé pour la vanne froide
 - azote pour les fenêtres

A installer :

- Cryostat
- Canne porte-échantillon
- Canne de transfert d'azote
- Canne de transfert d'hélium
- Vase 100l hélium liquide
- Groupe de pompage turbo pour l'enceinte d'isolement (vanne V1)

8.12.2 Description des éléments

- V1 : Mise sous vide
- V2 : Vanne d'échappement d'hélium gazeux
- V3 : Pompage queue
- V4 : Vanne froide
- V5 : Gaz d'échange
- V6 : Vanne chaude
- V8 : Régulateur de pression
- 9 : Echangeur
- 10 : Puits échantillon
- 11 : Remplissage azote liquide
- 12 : Remplissage hélium liquide
- 13 : Prise régulation
- 14 : Prise échantillon
- 15 : Récupération d'hélium

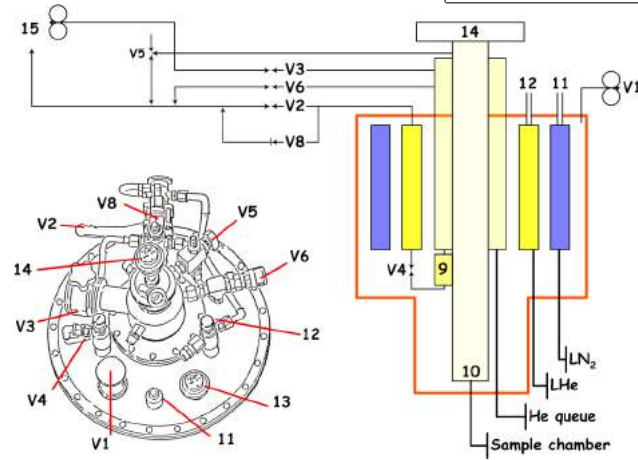
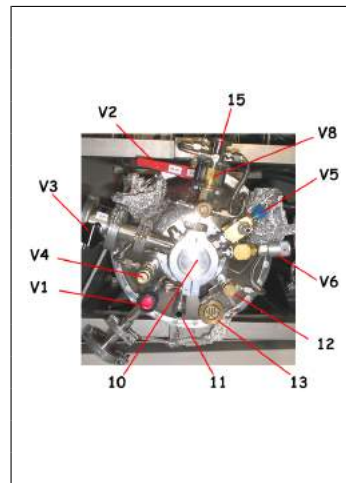


FIGURE 8.12.1 – Schéma du cryostat



FIGURE 8.12.2 – T à monter sur le vase d'hélium liquide



FIGURE 8.12.3 – Modules Eurotherm servant pour la mesure des niveaux d'azote (à gauche) et d'hélium (au centre) et la régulation de la vanne froide (à droite)



FIGURE 8.12.4 – Pompe de mise en pression du vase d'hélium liquide



FIGURE 8.12.5 – Banc de pompage

Le contrôleur de température permet de visualiser les températures de l'échangeur (le cryostat) et de l'échantillon (la partie cuivre du porte-échantillon). Il est localisé dans la baie de droite, en haut. De plus, ce contrôleur permet de régler, de chauffer, à une température de consigne prédéfinie (bouton "set point"). Pour chauffer :

- appuyer sur "heater range" (bouton du haut dans le cadre bleu)
- choisir la puissance de chauffe avec les flèches haut et bas (cadre rouge) et sélectionner (Enter dans le cadre rouge). 2 ou 20W suffisent.
- pour arrêter, appuyer sur le bouton "Heater off"



FIGURE 8.12.6 – Module de régulation de la température

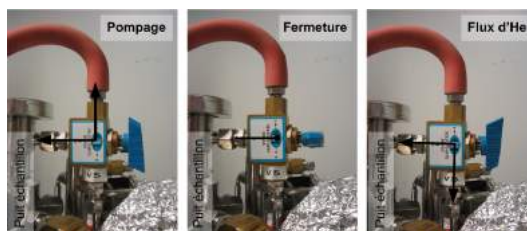


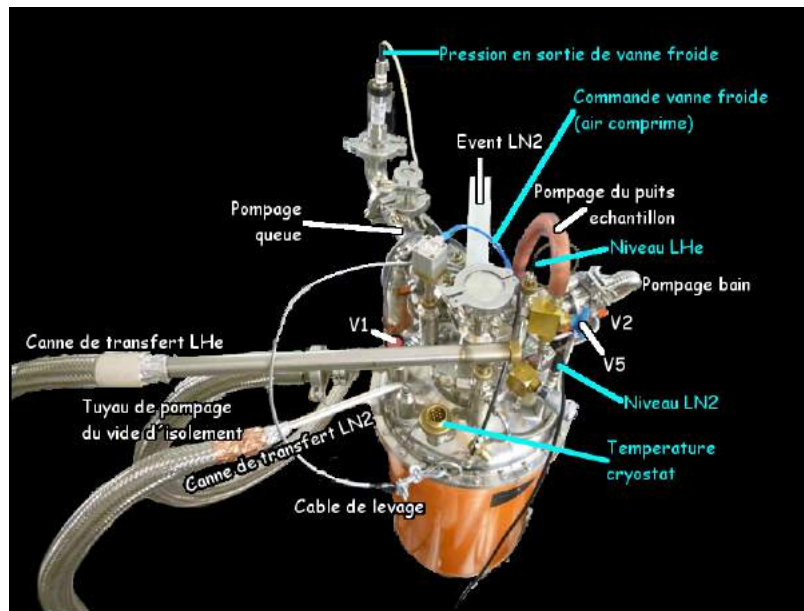
FIGURE 8.12.7 – Principe de fonctionnement de la vanne 3 voies

8.12.3 Mise en œuvre

Les figures sont à la fin de la procédure.

1. Pomper l'enceinte d'isolement du cryostat (vanne **V1**) au minimum 72h avant le début de l'expérience, à l'aide d'un groupe turbo (10^{-5} mbar).
2. Connecter la pompe primaire sur la vanne trois voies (**V5**), les mesures de température (échangeur et échantillon) et de niveau (azote et hélium), la commande air comprimé de la vanne froide, les moteurs hca et rca (vérifier que le rack correspondant est bien éteint avant de brancher). Allumer le rack des moteurs.
3. Mettre un T avec vannes sur l'échappement gazeux du vase d'hélium liquide.
4. Connecter l'échappement gazeux du vase d'hélium liquide sur
 - (a) l'entrée d'hélium liquide du cryostat (**12**) à l'aide de la feuille anglaise.
 - (b) la pompe de remplissage automatique (et ouvrir sa vanne sur le T)
5. Vérifier que le banc de pompage est connecté à la récupération d'hélium gazeux (sur le mur sous les boutons verts du search) et ouvrir la vanne. Au même endroit, fermer la vanne entre la récupération d'hélium gazeux et la feuille anglaise (qui part vers la pompe de remplissage automatique).
6. Ouvrir les vannes du circuit d'eau de refroidissement de la pompe.
7. Connecter la vanne **V2 (15)** au groupe de pompage (branche Bath).
8. Connecter la vanne **V3** au groupe de pompage (branche Tail).
9. Démarrer le banc de pompage (POWER vers ON) et sa pompe (PUMP vers ON). Quelques remarques :
 - (a) Les vannes sont fermées lorsque le trait est en position horizontale.
 - (b) La led blanche est allumée dès lors que le banc est branché. Cela ne veut pas dire qu'il est allumé...
 - (c) Les boutons reviennent automatiquement en position verticale.
10. Allumer l'Eurotherm de droite (vanne froide) et accepter l'erreur (appui simultané sur les deux boutons de gauche) due au fait que le circuit est à pression atmosphérique. Ouvrir la vanne complètement (0%). **Attention**, lors de la mise en route l'Eurotherm la vanne reprend la dernière position avant arrêt, il y a donc un risque d'abîmer le pointeau si la vanne était préalablement fermée (100%). Pour mémoire, la vanne se ferme à partir de 50%.
11. Ouvrir **V2** et **V3**. Mettre **V5** en position basse (puits ouvert sur le bain).
12. Purger/pomper l'ensemble 3 fois :
 - (a) pomper à l'aide du banc en ouvrant les vannes "**Pumping Bath**" et "**Pumping Tail**" jusqu'à ce que les jauges de pression indiquent 0 (cela prend quelques secondes). La feuille anglaise s'aplatit jusqu'à la bouteille et la petite pompe LHe. Garder les vannes "**Helium Recovery Bath**" et "**Helium Recovery Tail**" fermées. Si cela prend plus de temps, c'est que certaines vannes ne sont pas ouvertes (vanne froide?..).
 - (b) refermer les 2 vannes du banc et vérifier que le vide reste stable (le vide du bain peut se dégrader : la feuille anglaise n'est pas étanche).
 - (c) ouvrir l'échappement du vase l'hélium et laisser remonter à pression atmosphérique. Cela prend quelques secondes pour le bain et quelques minutes pour la queue.
 - (d) refermer l'échappement et recommencer au point (a). A la troisième fois, fermer l'échappement et laisser le cryostat sous hélium.
13. Remplir l'azote liquide (**11**) "à la main" (entonnoir et dewar). Allumer l'Eurotherm correspondant pour suivre le niveau. A la fin, ne pas oublier de remplacer l'entonnoir par la canne de transfert d'azote.
14. Pincer la feuille anglaise (pince, noeud...) pour la déconnecter de l'échappement du vase et boucher le T.

15. Fermer **V5**.
16. Plonger progressivement la canne de transfert d'hélium dans le vase. Quand l'hélium liquide arrive à l'autre bout, remplacer la feuille anglaise par la canne de transfert. Allumer l'Eurotherm correspondant pour suivre le niveau.
17. Ouvrir la vanne "**Pumping Tail**" et fermer progressivement la vanne froide. Lorsque le cryostat est froid, le débit sur la vanne froide est de 2.4mbar. Cela correspond à une ouverture de 33% environ.
18. Ouvrir la vanne "**Helium Recovery Bath**".
19. Allumer la pompe de remplissage automatique LHe.
20. Brancher le système de ventilation (azote gazeux) des fenêtres kapton, pour limiter la condensation externe.



Note : la pression en sortie de vanne froide est désormais mesurée au niveau du banc de pompage et non plus au niveau de V3 comme sur la photo.

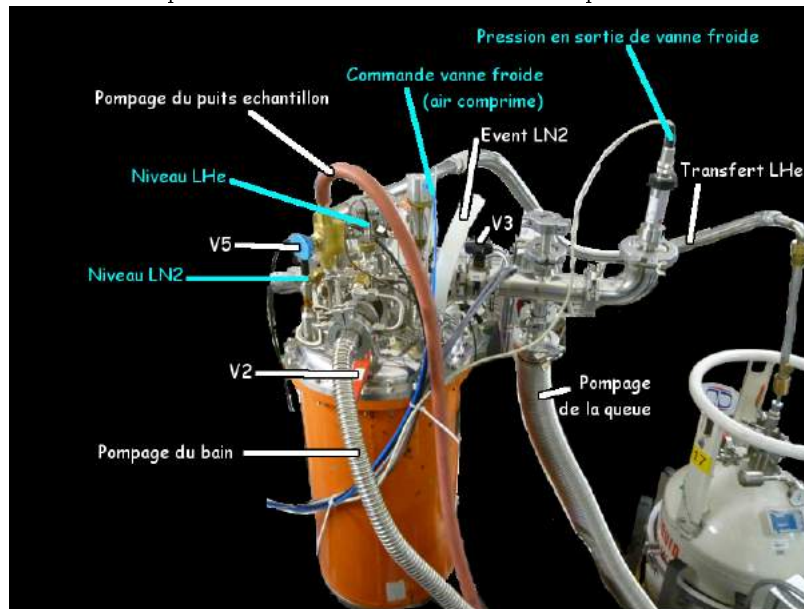


FIGURE 8.12.8 – Connexions à réaliser (figures du haut : en fonctionnement normal ; figure du bas : pour la purge)

8.12.4 Remarque : le remplissage d'hélium peut se faire en même temps que le remplissage d'azote.

Les remplissages suivants (azote et hélium) se feront automatiquement, un peu moins que 2 fois par 24h. On peut toutefois les faire manuellement en appuyant sur la commande refill des eurotherm azote et hélium. Il faut alors s'assurer que le remplissage d'hélium n'est pas stoppé par une alarme (si le niveau d'hélium passe sous 20% pendant le début du remplissage). Si le remplissage s'arrête, il faut acquitter l'erreur (deux boutons de gauche) puis relancer le refill.

En début de mise en froid, à 10K, la vanne froide est ouverte à 33% pour un débit de 2.4mbar.

8.12.5 Tarage des eurotherm

1. Quand le cryostat est vide, mettre l'eurotherm d'azote en mode tarage : appuyer sur la touche de gauche (rectangle rayé) assez longtemps jusqu'à ce que level apparaisse. Passer sur level 2 avec les flèches. Attendre que Pass apparaisse. Toujours à l'aide des flèches, mettre pass sur 2.
2. Appuyer sur le rectangle rayé plusieurs fois jusqu'à voir Low level puis appuyer sur Enter longtemps jusqu'à ce que l'affichage passe sur 0.
3. Remplir d'azote.
4. Répéter le point 2 avec High level quand l'azote gicle par l'évent.
5. Revenir en mode mesure en appuyant longtemps sur le rectangle rayé et en remettant level sur 1.
6. Procéder de la même façon pour l'hélium.

8.12.6 Lecture des températures

Il est possible de lire la température du cryostat (voie A) et la température de l'échantillon (voie C) via la commande *ct*. Pour cela, il faut activer la mesure avec les commandes *tcon cryoA* ou *tcon cryoC*. Ces mesures sont désactivées par défaut car elles ralentissent le système si le Lakeshore est éteint (lecture d'une liaison série inactive). Quand elles sont actives, les mesures s'affichent dans les compteurs cryoA et cryoC. Pour les désactiver, il faut utiliser les commandes *tcoff cryoA* et *tcoff cryoC*.

8.12.7 Changement d'échantillon

L'objectif de toute la procédure est de ne pas faire rentrer d'air ni d'eau dans le puits. Le changement de canne peut se faire sans réchauffer l'échantillon au préalable. Néanmoins, réchauffer à 100K peut permettre de limiter la formation de givre dans le cryostat.

Retrait de la canne porte-échantillon

1. Mettre la consigne à 100K et chauffer (Heater range) progressivement de 20mW à 20W.
2. Mettre le capuchon sur le nez du détecteur et le reculer au maximum.
3. Mettre hca à 0.
4. Préparer le bouchon, le palan (pas juste au dessus du cryostat, sinon, on ne peut pas sortir la canne...) et mettre la pompe primaire en route.
5. Quand la température est à 100K, inonder le puits d'hélium gaz (**V5** vers le bas).
6. Enlever le collier qui maintient la canne porte-échantillon.
7. Quand le gaz commence à s'échapper (sifflement), extraire la canne, en faisant bien attention aux écrans thermiques.

8. Remettre le bouchon.
9. Si on ne pense pas remettre la canne rapidement, mettre le collier, refaire le vide en tournant **V5** vers le haut
10. Accrocher la canne au palan
11. Dévisser le porte-échantillon et sécher « soigneusement » la canne
12. Sécher le porte-échantillon et remplacer les échantillons ...

Mise en place de la canne porte-échantillon

1. Remplir le puits échantillon avec l'hélium gaz du bain (**V5** vers le bas).
2. Enlever le bouchon et introduire la canne porte-échantillon, en faisant particulièrement attention aux écrans thermiques. La canne doit être parfaitement sèche avant l'introduction, en faisant particulièrement attention aux écrans thermiques situés au dessus du porte-échantillon.
3. Mettre le collier en place, pomper le puits par la vanne 3 voies (**V5** en haut), quelques instants, introduire un peu d'hélium gaz du bain (**V5** en bas très rapidement) avant d'isoler le puits (**V5** horizontale).
4. Choisir la température de consigne ou rien (on met alors Heater Off).
5. Sur l'eurotherm de la vanne froide, mettre le setpoint à 15. Lorsque la température approche 20K, passer à 1.5 (valeur qui permet de réguler à 16-17K). Passer à 2.3 si on souhaite réguler à 10K.
6. L'alignement vertical des échantillons peut se faire à partir de 70K (sur l'échantillon) environ.

Mouvements de l'échantillon

- **he** : translation verticale du cryostat
- **tte** : translation transverse du cryostat
- **re** : rotation du cryostat
- **hca** : translation verticale de l'échantillon (course de -30 à 0)
- **rca** : rotation de l'échantillon
- largeurs des ouvertures (FWHM) :
 - **re** : 13,8°
 - **tte** : 13,4 mm
 - **he** : 4,9 mm (à froid)
- sens des mouvements :
 - **he** et **hca** : sens + vers le haut
 - **tte** : sens + s'éloigne du détecteur
 - **re** et **rca** : sens + sens trigo
- position des moteurs : **wy** ou **ws**

Pour régler l'angle de l'échantillon, **rca**, il faut faire coïncider le plan d'analyse du porte-échantillon avec le centre de la fenêtre de fluorescence (comme sur le schéma 8.12.9), appeler cette valeur "zéro" (*set rca 0*) et positionner ensuite l'angle à la valeur désirée (*mv rca 45* par exemple).

- En première approximation, sur les porte-échantillons à 5 trous, les échantillons se trouvent en hca entre :
- -30 et -28
 - -25.5 et -21.5
 - -19.5 et -16
 - -14 et -10
 - -8 et -4.5

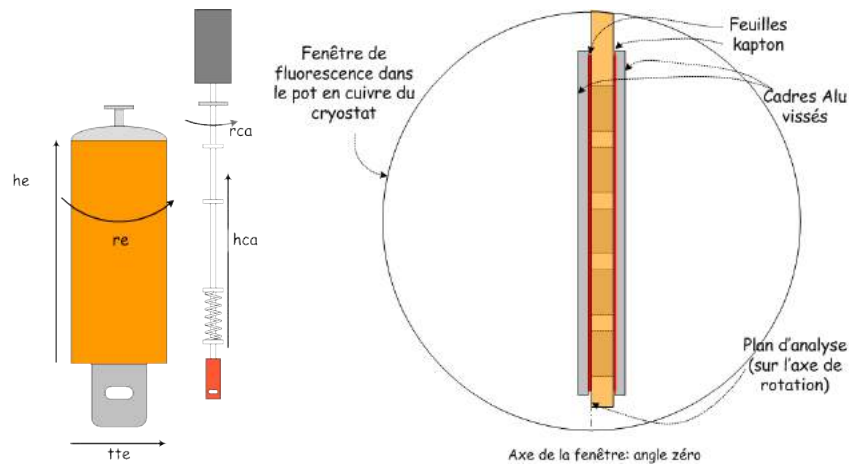


FIGURE 8.12.9 – Positionnement de l'échantillon dans le cryostat

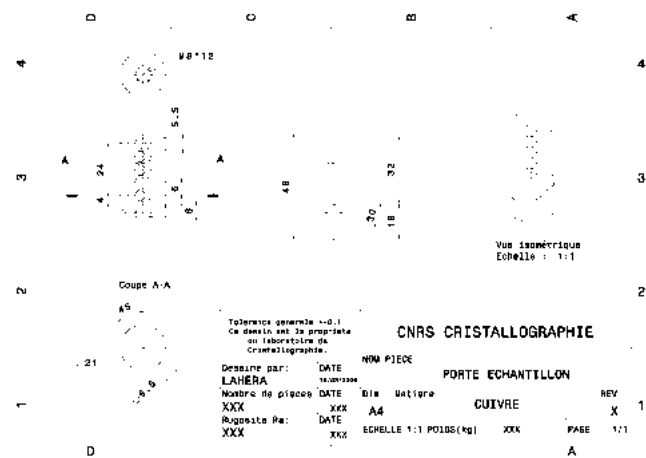


FIGURE 8.12.10 – Plan du porte-échantillon du cryostat

Une fois le cryostat aligné, il faut **dévalider les moteurs** he, re, be1 et be2, pour éviter tout incident (passer en mode "local", cf le § sur le fonctionnement de la carte DPAP). Il faut impérativement **vérifier les limites du détecteur de fluorescence** en ttd : l'encombrement du cryostat peut limiter le déplacement. Dans ce cas, régler la limite électrique "ajustable" pour que tout risque de collision soit exclu (en n'oubliant pas que le cryostat peut bouger en latéral, en tte, de $\pm 13\text{mm}$).

Blocage de la canne

Le principal problème pouvant intervenir est un blocage de la canne, en cours d'expérience (bien entendu au milieu de la nuit...) ou au moment du retrait de la canne. Inutile de forcer, de la glace s'est formée (CO₂, azote...). Seule solution : réchauffer le cryostat.

1. Mettre la T°consigne à 300K

2. Attendre que la température remonte
3. Pomper le puits échantillon pour évacuer le gaz résultant de la fonte de la glace (ne pas pomper en permanence, cela force le passage d'hélium liquide dans l'échangeur et limite le réchauffage)
4. Essayer de bouger la canne... et continuer à chauffer si nécessaire. Pour être sûr que le mouvement en hca s'effectue correctement, la mesure du déplacement réel et non simplement la valeur moteur peut être effectuée en haut de la canne. Visuellement, on peut également regarder par la fenêtre de fluorescence (valable aussi pour rca).

8.12.8 Arrêt du refroidissement

A la fin de la manip, veiller à arrêter le pompage de la queue avant que la bouteille d'hélium ne soit totalement vide, sinon, on fait entrer de l'air dans le bain, et on devra réchauffer complètement le cryostat et le purger avant de pouvoir s'en servir à nouveau.

1. Arrêter les eurotherm LN2 et LHe ainsi que la pompe LHe.
2. Ouvrir la vanne froide (10%) afin de ne pas l'endommager lors du redémarrage suivant. Eteindre l'eurotherm.
3. Fermer la vanne "**Pumping Tail**" et **V3** (sauf si on dispose de peu de temps : laisser pomper jusqu'à ce que le niveau d'hélium soit bas).
4. Quand il n'y a plus d'hélium, fermer la vanne "**Helium Recovery Bath**" et **V2**.
5. Fermer la récupération d'hélium gazeux (sur le mur).
6. Fermer **V1** et arrêter de pomper le vide d'isolement.
7. Vérifier que **V5** est en position horizontale (fermée) et déconnecter la pompe.
8. Tout déconnecter (arrêter le rack des moteurs du cryostat et le lakeshore avant de débrancher les moteurs et les sondes de température) et laisser le cryostat se réchauffer.

8.13 Utilisation du mini-cryostat He liquide

8.13.1 Connexions

Cf image ci-dessous.

1. connecter la canne de transfert hélium à la pompe hélium (entrée de la pompe sur le dessus) via le tombac DN20
2. connecter la récupération d'hélium gazeux au T en sortie de la pompe hélium et ouvrir la vanne de la récup
3. connecter la sortie de la bouteille d'hélium au T en sortie de la pompe hélium et ouvrir la vanne de la bouteille
4. connecter la pompe du groupe turbo à la chambre échantillon

8.13.2 Installation

1. ouvrir d'un tour la vanne de régulation He située en haut de la canne pour purger le capillaire.
2. introduire progressivement la canne de transfert dans la bouteille d'hélium liquide. La canne doit se refroidir lentement et la pression dans la bouteille doit rester à 0.
3. ouvrir le by-pass. Ainsi, le circuit et la récupération LHe sont en communication, ce qui évite la surpression.
4. connecter la canne sur le cryostat (pas de surpression car le by-pass est toujours ouvert).
5. allumer le manomètre d'opération (bleu) avec le bouton en haut à droite derrière.

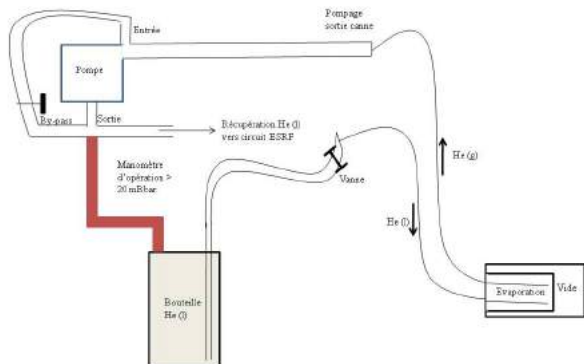


FIGURE 8.13.1 – Connexions du mini-cryostat

8.13.3 Première mise en froid d'échantillon

1. mettre en place l'échantillon.
2. mettre en place le capot.
3. pomper jusqu'à atteindre quelques $1e-5$ mbar.
4. mettre en froid le cryostat comme indiqué ci-dessous.

8.13.4 Mise en froid du cryostat

Il faut aspirer l'hélium liquide de la bouteille.

1. fermer le by-pass et allumer la pompe : le manomètre d'opération descend à zéro.
2. ouvrir la vanne de la canne (aspiration du bouchon gazeux) : la température augmente un peu et au bout de 6 minutes, la température diminue rapidement (si le capillaire n'est pas bouché).
3. refermer la vanne de la canne progressivement de façon à obtenir la température souhaitée. Le manomètre bleu indique une pression entre 8 et 10 mbar pour avoir environ 18K (dépend du vide dans la chambre échantillon).

8.13.5 Réchauffage de l'échantillon

1. fermer la vanne sur la canne : on arrête ainsi la circulation d'hélium (les pompes hélium et échantillon sont toujours en marche).
2. mettre progressivement de la puissance sur le four avec le bouton heater range : low jusqu'à 40K puis medium, puis high jusqu'à 300K (le setpoint doit être à 300K).
3. arrêter la pompe turbo.
4. quand elle ne tourne plus, casser le vide à l'azote.
5. ouvrir le capot et retirer l'échantillon.
6. sécher le corps du cryostat à l'air comprimé.
7. on peut alors soit remettre un échantillon, soit arrêter le cryostat (voir les deux paragraphes ci-dessous).

8.13.6 Nouvelle mise en froid d'échantillon

1. mettre en place l'échantillon.
2. mettre en place le capot.
3. pomper jusqu'à atteindre quelques 1e-5mbar.
4. arrêter le chauffage (bouton heater range sur off).
5. ouvrir la vanne de la canne : au bout de 2-3 minutes, la température diminue rapidement.
6. refermer la vanne de la canne progressivement de façon à obtenir la température souhaitée. Le manomètre bleu indique une pression entre 8 et 10 mbar pour avoir environ 18K (dépend du vide dans la chambre échantillon).

8.13.7 Arrêt du cryostat

1. Retirer l'échantillon comme indiqué ci-dessus.
2. arrêter la pompe hélium et ouvrir le by-pass : circulation d'hélium gazeux dans tout le circuit et réchauffage de toute la circulation jusqu'à la vanne de la canne.
3. retirer la canne au niveau du cryostat.
4. mettre la protection sur le bout de la canne et le bouchon avec la soupape sur le cryostat.
5. retirer la canne de la bouteille.
6. bien sécher la canne si on doit remettre en froid (cas d'un changement de bouteille en cours de manip).

8.14 Fonctionnement de la régulation de l'autoclave

La température et la pression de l'autoclave sont régulées par des modules Eurotherm 3504. L'essentiel des commandes se fait via spec.

8.14.1 Description du système

Température

Un Eurotherm contrôle la température. Deux thermocouples localisés dans le four sont lus, l'un d'entre eux est utilisé dans une boucle de régulation qui commande un groupe d'alimentation TDK-lambda. Le groupe d'alimentation est constitué d'une unité maître et d'une unité esclave. L'unité maître est inhibée par une sécurité si le système de refroidissement de l'enceinte de l'autoclave (chiller) n'a pas un débit suffisant.

Pression

Trois Eurotherm sont utilisés pour la pression : deux afficheurs simples et un 3504. Un des afficheurs donne la pression dans la bouteille d'hélium (avec une alarme si elle est inférieure à 70 bars), l'autre la pression au niveau de l'autoclave. La régulation de pression est faite par le 3504 qui gère deux boucles. Une première boucle maintient la pression à une valeur de consigne dans un volume tampon (appelé réservoir) en commandant le compresseur. La seconde boucle régule la pression dans l'autoclave en commandant deux vannes : une vanne de charge (située entre le réservoir et l'autoclave) et une vanne de décharge (située entre l'autoclave et l'extérieur). Le système de régulation est basé sur des PID. Afin d'optimiser au mieux à la fois la vitesse de changement de pression et la stabilité de régulation, la valeur du proportionnel P diffère selon que l'on change la pression ou que l'on régule à une valeur constante. Ce point est presque transparent du point de vue de l'utilisateur mais peut avoir des conséquences néfastes qui sont détaillées dans le paragraphe "Remarques importantes".

8.14.2 Principales commandes

- Définition de la tolérance de stabilité en température et en pression (cette commande inclut `euro3504_on`) : `confeuroHP`.
- Activation des macros permettant de lire et de contrôler les valeurs de pression et température : `euro3504_on`.
- Changement des valeurs de consigne : ce sont des “moteurs”, on peut en bouger plusieurs à la fois pour éviter une des boucles d’attente de stabilisation. Ex : `mv tcel 10 pcel 1`. Pour passer de la pression ambiante à 500 bars, cela prend environ 1/4h. Pendant l’attente, s’affiche un tableau de différentes valeurs :

```
3447.EXAFS> mv tcel 10 pcel 1
```

	T_cel	P_cel
Value	18.8	326.0
Delta	8.8<>1	325.0<>3
Youtput	0.0	-57.3
Waiting time	>10 s	

- Affichage de toutes les consignes, valeurs courantes et puissances de sortie (pourcentage de puissance vers l’alimentation du four et ouverture des vannes de charge (si >0) ou de décharge (si <0)) : `whp`.

	SETPOINT	CURRENT VALUE	YOUTPUT
Tcel	10	24.2	0%
Tcel2		24.3	
Pcel	1.0	10.0	-63.2%
Pres	1200.0	1197.3	

- Désactivation des macros permettant de lire et de contrôler les valeurs de pression et température : `euro3504_off`.

8.14.3 Remarques importantes

Comme indiqué plus haut, les paramètres de régulation diffèrent selon que l’on change la pression (paramètres dits “de rampe”) ou que l’on régule autour d’une constante (paramètres dits “de consigne”). Changer la pression alors que les paramètres sont ceux de consigne endommage les vannes. A l’inverse, réguler avec les paramètres de rampe donne une moins bonne stabilité. Quelques règles simples doivent donc être suivies.

- Dans certains cas, on peut être amené à travailler en mode manuel sur les Eurotherm. Pour cela, il est important de suivre la procédure ci-dessous :
 - `euro3504_PID_rampe`
 - `euro3504_off`
 - passer l’eurotherm de pression en mode manuel
 - une fois qu’on a fini, passer l’eurotherm de pression en mode auto (vérifier qu’il prend la valeur courante comme setpoint)
 - `euro3504_on`
 - si besoin, remettre les PID pour une valeur stationnaire en pression : `euro3504_PID_consigne`
- Lorsque l’on change les valeurs de pression ou de température via spec et que l’on fait un Ctrl^C pendant l’attente, bien réfléchir avant de continuer. Par exemple :
 - on est à 300 bars. `mv pcel 0` puis Ctrl^C avant que la pression cible ne soit atteinte (0 dans cet exemple), puis `mvr tte 1`. Alors les vannes de charge ou décharge claquent. Explication : après le Ctrl^C, la pression n’est pas atteinte. L’eurotherm continue sa descente avec les paramètres de rampe. Quand on fait un mouvement d’un autre moteur (`mv`, `mvr`, `ascan`, `dscan`, `spectre`), on ne fait pas l’attente mais on passe en paramètres de consigne. Et les vannes claquent!!! Si on veut absolument faire ces mouvements, on doit d’abord faire `euro3504_off` et remettre `euro3504_on` quand on a fini. Il ne faut pas passer en manuel sur l’Eurotherm pendant ce temps, sinon, le changement de pression ne se fait plus.

- autre exemple problématique : *mv pcel 300* puis *Ctrl^C* avant que la pression cible ne soit atteinte (300 dans cet exemple) puis *mv pcel 300* à nouveau car la pression n'est toujours pas atteinte. Les vannes claquent également. Explication : la consigne n'ayant pas changé, on ne fait pas l'attente, mais on passe en paramètres de consigne. Astuces : *mv pcel 301* ou *mv tcel 21...*
- par contre, on peut faire un *timescan* (ou *loopscan*) pendant la montée/descente en pression, et suivre ainsi l'évolution pendant l'attente.

8.15 Protocole de ronde incluant la ronde laser

Pour mettre le laser en marche dans la cabane :

1. Brancher le laser classe 3B ou 4 sur le système alimentation PSS laser.
2. Positionner le ou les rideaux dans ses contacts.
3. A l'intérieur de la hutch, tourner la clef dans le boîtier PSS laser (pas de son).
4. Retirer la clef.
5. Sortir de la hutch.
6. Fermer la porte de la hutch.
7. A l'extérieur de la hutch, appuyer sur Final Search du système PSS LASER, bouton jaune.
8. La porte se verrouille immédiatement, et le laser est alimenté.

Pour rentrer dans la cabane en mode Bypass :

1. Mettre ses lunettes de protection laser.
2. Appuyer sur le Start Search du système PSS.
3. Tourner la clef bypass dans le système PSS LASER (extérieur de la hutch), la porte se déverrouille. Il est maintenant possible de rentrer dans la hutch pendant 20".
4. Retirer la clef, la garder avec vous.
5. Ouvrir la porte de la hutch.
6. Entrer dans la hutch.
7. Refermer la porte de la hutch derrière vous.
8. Passer le rideau sans enlever les connections (contacts).
9. Allez faire le search PSS dans la hutch.
10. Appuyer sur le bouton vert (bypass près de la porte de la hutch) du système PSS LASER afin de vous donner le droit de ressortir de la hutch.
11. Passer le rideau et ouvrir la porte de la hutch pour sortir.
12. Sortir de la hutch.
13. Refermer la porte de la hutch.
14. Appuyer sur le bouton Final Search du Système PSS.

Attention : Si le Search PSS LASER ne marche pas, vérifier que les contacts des rideaux sont bien en place et bien connectés.

8.16 Glossaire des termes SPEC de la session EXAFS

Pour plus de détails concernant ces macros, vous pouvez vous reporter aux différents chapitres du manuel (cf. index).

ascan : pour effectuer un scan d'un moteur, les valeurs des bornes du déplacement étant des valeurs absolues (en cas d'arrêt ou à la fin, le moteur reste là où il s'est arrêté) : `ascan moteur x y nbre de points temps de comptage` ex. `ascan he 0 6 30 1`

bench : permet de connaître le temps mis par une commande : `bench ct`.

canberragui : dans la session EXAFS, cette commande permet de faire des comptages en boucle. Dans une session SPEC, elle permet de lancer l'application nécessaire pour régler le détecteur de fluorescence Canberra.

canbinit : dans une session SPEC, cette macro permet de réinitialiser les réglages des fenêtres du détecteur de fluorescence Canberra.

cen : après un scan, position du barycentre du signal tracé. Taper `cen` pour envoyer le moteur du dernier scan au centre.

CEN : après un scan, position du barycentre du signal tracé. Très utile pour un alignement : `mv motor CEN`.

center : macro servant à placer une cellule à enclumes diamant sur l'axe de rotation de Rech (manip KB). A faire à chaque rechargement de cellule.

centerxy : macro servant à placer l'axe de rotation Rech dans le faisceau, à l'aide d'une cellule (manip KB). A faire en début de manip.

config : pour accéder aux paramètres des moteurs et des détecteurs

confcanb : permet de changer les ROI du détecteur de fluorescence depuis la session EXAFS (et en particulier dans une macro). ex. `confcanb 500 Fe`.

confeuroHP : pour définir les tolérances sur la température et la pression de l'autoclave par rapport aux cibles `tcel` et `pcel`. Charge également les macros pour lire les valeurs de température et pression.

confmono : pour définir la configuration du monochromateur (focalisation sagittale ou non, déplacement de la table pendant le spectre)

confspectro : pour définir les cristaux utilisés et pouvoir se servir des macros du spectro. NB : si le point de focalisation est "sample", il utilise un seul cristal, si le point de focalisation est "CAS", il pose des questions pour savoir le(s)quel(s) des 5 cristaux on souhaite utiliser.

ct : pour faire un comptage de l'ensemble des détecteurs de base (1 seconde par défaut, sinon il faut préciser, `ct 5` par exemple)

ctf : idem qu'un `ct`, sauf que l'on détaille l'ensemble des coups mesurés par chaque élément du détecteur de fluorescence.

ctu : fait des `ct` en boucle jusqu'à un `Ctrl^C`.

curs : permet de faire défiler les positions du moteur du dernier scan en se déplaçant sur le graphe. (Le moteur ne bouge pas)

detoffset : pour mesurer les offsets des diodes (environ 10^6 cps/s)

dscan : pour effectuer un scan d'un moteur, les valeurs des bornes du déplacement étant des valeurs relatives (en cas d'arrêt ou à la fin, le moteur revient à la position initiale) : dscan moteur x y nbre de points temps de comptage ex. *dscan he -3 3 30 1*

Emiscan : pour faire un spectre d'émission : *Emiscan Eini Efin Nbinterval Tint* .

euro3504_PID_consigne : envoie à l'eurotherm de régulation de pression les paramètres PID optimaux pour un plateau. Attention, ces paramètres font claquer les vannes si on les garde pour changer manuellement la pression. Si on change la pression via spec, les bons paramètres sont automatiquement pris en compte.

euro3504_off : désactive les macros de lecture de température et pression de l'autoclave.

euro3504_on : active les macros de lecture de température et pression de l'autoclave.

euro3504_PID_rampe : envoie à l'eurotherm de régulation de pression les paramètres PID optimaux pour une variation de pression.

exafs : pour lancer l'acquisition d'un spectre EXAFS

exafsscan : pour pouvoir lire des paramètres de scan déjà enregistrés. ex. *exafsscan Br*

focus : macro récapitulant les différents paramètres permettant l'extrapolation des réglages de la focalisation par le 2nd cristal du monochromateur en fonction de l'énergie (cf. memfoc)

getE : pour connaître l'énergie du faisceau monochromatique via la lecture de la position du moteur de l'axe, la valeur indiquée étant en keV

getEmi : pour connaître l'énergie d'émission sélectionnée.

insertM1M2 : pour insérer les miroirs à un angle donné. ex. *insertM1M2 4* (valeur en mrad).

loopscan : comme timescan, mais on doit préciser le nombre de points, le temps de comptage et le temps d'attente restent facultatifs : *loopscan 10 2 5* fait 11 points pour lesquels il compte 2s et attend 5s entre 2 points.

lsdef : liste toutes les macros. *lsdef *M1** liste toutes les macros contenant M1.

m : menu global de la ligne : pour changer de nom de fichier, configurer les détecteurs...

mcaoff : pour ne pas sauver les spectres de fluorescence en cours de ct ou scan.

mcaon : pour sauver les spectres de fluorescence en cours de ct ou scan.

mcasetup : pour définir les paramètres d'acquisition de spectres de fluorescence.

mcce : interface permettant de régler les gains des convertisseurs courant/fréquence. ex. *mcce i0 range 1e-8*

memfoc : permet de sauvegarder les paramètres nécessaires à la focalisation dans le focus

mesh : permet de faire un maillage de deux mouvements. Les valeurs indiquées dans le mesh sont des valeurs absolues, comme pour un ascan

motor_disable : permet de condamner un moteur pour ne pas pouvoir le bouger accidentellement. ATTENTION : ne permet pas de débrancher le moteur. Pour cela, il faut actionner le levier de la carte icepap.

motor_enable : permet de revalider un moteur après un motor_disable. Ne nécessite pas de reconfig.

moveE : pour changer l'énergie du faisceau monochromatique, la valeur indiquée est en keV

moveEmi : pour changer l'énergie d'émission sélectionnée.

moveM1M2angle : pour changer l'angle des miroirs. *ex. moveM1M2angle 4* (en mrad)

mv : pour effectuer un mouvement absolu d'un moteur, la valeur indiquée étant une valeur absolue : mv motor x. *ex. mv he 3.13*

mvr : pour effectuer un mouvement relatif d'un moteur, la valeur indiquée étant la valeur relative du déplacement : mvr motor x. *ex. mvr he -3*

newfile : permet de changer de fichier spec.

noise : pour estimer le « bruit » absolu de la ligne : noise detector tps de comptage tps d'intégration. *ex. noise I0 .1 10*

ontemp : permet de lire les cartes CVP : températures des fentes et du gallium (ainsi que les jauges de contrainte des miroirs et les températures du second cristal du mono). *ontemp dum nom_de_la_fente* (su1, su2, sb2, sd2, sf2, su3, sb3, sd3, sf3, M2) mettra la valeur dans le compteur dum du ct. On ne peut en lire qu'un par ct.

offtemp : pour ne plus lire les températures des fentes.

pic : après un scan, position du maximum du pic. Taper *pic* pour envoyer le moteur du dernier scan au maximum.

pl_xMAX : après un scan, position du maximum du pic. Très utile pour un alignement : *ex. mv motor pl_xMAX.*

plot : permet de tracer le graphe du dernier scan avec les options choisies dans plotsselect et setplot.

plotsselect : permet de choisir quel compteur afficher dans la fenêtre de scan.

pon/poff : permet d'imprimer le texte tapé entre pon et poff : *pon ;wa ;poff* permet d'imprimer les positions de moteurs.

pplot : imprime le dernier scan.

prdef : affiche le contenu d'une macro et le fichier dans lequel elle est définie.

qexafs : pour lancer l'acquisition d'un spectre QEXAFS

qscan : interface permettant de choisir les paramètres du spectre QEXAFS

reconfig : commande permettant d'activer les paramètres nécessaires à la session exafs.

refill : remplit le séparateur de phase du monochromateur.

removeM1M2 : pour retirer les miroirs du faisceau

resume : pour continuer un spectre interrompu

save_scan : pour sauver un spectre dans un fichier séparé :
 - *save_scan* (itération automatique en fonction du nom générique fixé dans le menu).
 - *save_scan TEST.DAT* (pour imposer un nom, ici TEST.DAT)

scan : interface permettant de choisir les paramètres du spectre EXAFS

set_beam_mode : pour activer ou désactiver la sécurité sur l'intensité du faisceau (quand le moniteur ne reçoit aucun coups, aucun mouvement n'est possible) : *set_beam_mode 0* pour désactiver, 1 pour activer.

set_lm : permet de changer les limites soft d'un moteur : *set_lm moteur limite_basse limite_haute*.

setE : pour calibrer le monochromateur, la valeur indiquée étant en keV

setEmi : permet de reseter les valeurs moteurs des cristaux pour qu'elles correspondent à l'énergie effectivement sélectionnée.

setplot : permet de choisir les options de tracé graphique.

shaping : shaping time, temps de mise en forme du signal de fluorescence. Concrètement, plus le temps est court, plus le nombre de coups maximum est élevé mais moins la résolution en énergie est bonne.

shcl : ferme le shutter spécifié (*shcl 1* pour la cabane optique, *shcl 2* pour la cabane expérimentale) ou le dernier shutter manoeuvré.

shop : ouvre le shutter spécifié (*shop 1* pour la cabane optique, *shop 2* pour la cabane expérimentale) ou le dernier shutter manoeuvré.

sleep : attend le nombre de secondes spécifié : *sleep(10)*.

snoise : pour connaître le bruit sur un autre détecteur que celui définit pendant le noise. ex. *snoise I1*

ssh : commande unix (donc à taper dans une fenêtre où spec n'est pas lancé!) permettant de se connecter à distance sur un ordinateur, de manière sécurisée (remplace la connexion de type telnet)

tempmono : pour lancer la lecture de la température du 1er cristal.

timescan : scan pendant lequel aucun moteur ne bouge. On peut éventuellement préciser le temps de comptage et le temps d'attente entre 2 points : *timescan 2 5* comptera 2s par point et attendra 5s entre 2 points. S'arrête par un ctrl+c.

umv : comme mv avec l'indication de la position du moteur au fur et à mesure du mouvement

umvr : comme mvr avec l'indication de la position du moteur au fur et à mesure du mouvement

wa : liste la position de tous les moteurs, valeurs user et valeurs dial.

wcas : liste la position des moteurs des cristaux analyseurs.

wd : donne la position du détecteur : ttd et htd.

we : liste la position des moteurs du monochromateur et l'énergie.

wenc : pour connaître toutes les valeurs codeur.

where : donne la position courante du moteur du dernier scan.

whp : donne un résumé des valeurs des eurotherm de régulation de l'autoclave.

wl : liste la position des fentes.

wm : donne la position du moteur spécifié, valeurs user, dial et limites, ainsi que la valeur codeur si pertinent.

wq : liste la position des miroirs et leur température.

ws : donne la position de l'échantillon.

wt : donne la position de la table.

wu : liste la position de tous les moteurs, valeurs user uniquement.

ww : comme wu, en plus joli...

wx : liste la position des miroirs.

wy : donne la position de la canne du cryostat : hca et rca.

ztable : pour associer à une énergie une valeur de hauteur de table

pour tuer un process sous linux

- ouvrir une fenêtre X
- éventuellement se connecter sur la station sur laquelle le process doit être tué : ssh lisa2 par exemple
- ps -e (pour lister tous les process)
- repérer le numéro du process à tuer (par exemple le process correspondant à xmgr...)
- kill -9 Numéro

pour fermer la session X

- Ctrl + Alt + backspace (attention c'est un arret radical!!)

Chapitre 9

Index

Index

- abs1, 22
- abs1, 20
- abs2, 22
- abs2, 20
- acc, 13, 47, 67
- angelod30, 48
- anti-coincidence, 94
- ascan, 24

- be1, 25
- be2, 25
- bliss_dserver, 48

- c1, 13, 65, 66
- c2, 13, 65, 66
- canb, 22
- canb1, 22
- Canberra : cartes 2016, 89, 95
- Canberra : haute tension, 89
- Canberra : réglages, 90
- Canberra : refroidissement, 88
- Canberra : shaping time, 92
- canberragui, 90
- CEN, 24
- cen, 112
- check beam, 20
- chiller, 15, 55
- coffrets de jauges, 55
- collimation, 14
- confcanb, 94
- confeuroHP, 128
- confmono, 61
- confspectro, 39
- cryoA, 122
- cryoC, 122
- ct, 22
- ctl, 22
- curs, 112

- d3003, 48
- data file, 19
- detoffset, 50
- diagnostic vide, 56
- Diodes : artefacts, 88
- Diodes : courants, 87
- Diodes : gamme, 87
- Diodes : offsets, 20
- Diodes : principe, 84
- DPAP, 107
- dscan, 24

- Emiscan, 45
- euro3504_off, 128
- euro3504_on, 128
- euro3504_PID_consigne, 128
- euro3504_PID_rampe, 128
- Eurotherm, 47
- exafs, 28
- exafsscan, 22

- foc, 13, 65
- focalisation horizontale, 13, 20
- focalisation verticale, 14
- focus, 62, 63
- focuscal, 61, 63

- gam, 71
- gam, 13
- gap, 13, 61
- getE, 24
- getEmi, 45

- he, 111
- he, 25
- help local, 102
- hg2, 12
- hg4, 12, 23
- hg5, 12
- hg6, 12
- hg7, 12
- hg8, 12
- hm, 13, 76
- ho2, 12
- ho4, 12
- ho5, 12
- ho6, 12
- ho7, 12
- ho8, 12

ht, 13, 20, 25, 76

icepapcms, 108

icr, 22

insertM1M2, 77

jidappli, 46

Johann, 35

jvacuum, 46

KB, 31

m, 19, 50

ma1, 14, 76

ma2, 14, 76

mc1, 14

mc2, 14

MCA, 33

mcaoff, 30

mcaoff, 33

mcaon, 30

mcaon, 33

mcaroi, 94

mcasetup, 30

mcce, 50, 87, 102

memfoc, 63, 71

mesh, 30

mesh, 33

mh1, 14, 76

mh2, 14, 76

mona2, 48

monitor, 22

mono, 13, 76

monochromateur, 20

motor_disable, 109

motor_enable, 109

moveE, 24, 61

moveEmi, 45

moveM1M2angle, 77

mt1, 14

mt2, 14

mv, 24

mvr, 24

nbc, 27

noise, 27

ontemp, 52

Photo-multiplicateur, 96

piézoélectrique, 47

pic, 112

pl_xMAX, 25

PLC safety shutter, 55

plotsselect, 25, 63

pompes ioniques, 54

qexafs, 29

réglage automatique, 83

re, 111

re, 25

refill, 28

regul, 47

removeM1M2, 77

Rowland, 35

sagittal focusing, 61

save_scan, 24

sb2, 12

sb4, 12

scan, 20

sd1, 12

sd2, 12

sd3, 12

set_beam_mode, 20, 63

setE, 61

setEmi Eréel, 44

setfocalpoint, 42, 62, 65

sf2, 12

sf4, 12

shcl, 18

shop, 18

sienne, 48

snoise, 27

spectre, 28

su1, 12

su2, 12

su3, 12

table exafs : suivi, 20

tcoff, 122

tcon, 122

Température M1, 15

Température Monochromateur, 13

tlt, 13

tt, 25

ttd, 22, 25

tte, 111

tte, 25

vg1, 12, 79

vg2, 12, 79

vg3, 12, 80

vg5, 12

vg6, 12