

DOCUMENTATION DU GONIOMÈTRE VERTICAL DE DIFFRACTION DES RAYONS X, PHILIPS PW 1050/25

FICHE N° 4048

PRÉSERVER
SAUVEGARDER
VALORISER

Période de fabrication : 1950-1974

Fabricant : Philips

Domaines : Chimie, Physique

Sous-domaines : Cristallographie, Cristallographie

Organisme : Université de Rennes

Ville : Rennes

Modèle : PW 1050/25

Matériaux : Papier

Description

Le goniomètre vertical à poudre PW 1050/25 de diffraction des rayons a été fabriqué par la société Philips. Une documentation en anglais présente cet appareil, ses performances, son fonctionnement et ses accessoires.

Utilisation

Cette chambre de diffraction de poudre conçue par Philips était utilisée au laboratoire de cristallographie et de physique du solide de la Faculté des sciences de Rennes. Dans cet appareil, le spécimen étudié et le détecteur de radiation sont en rotation dans un rapport 1/2 grâce aux réglages et moteurs conçus spécialement. Cette vitesse de rotation est réglable de 1/8 de degrés à 2 degrés par minute. On a donc un goniomètre à deux cercles, c'est-à-dire que l'on détermine :

- θ , l'angle d'incidence du faisceau de rayons X sur la poudre (configuration Bragg-Brentano) ;

- 2θ , l'angle entre le faisceau incident et le faisceau détecté.

Dans cette configuration appelée « θ - 2θ » : le tube à rayons X est fixe, l'échantillon bouge d'un angle θ et le détecteur de rayons X d'un angle 2θ . L'affichage de ce dernier angle est réglable et apparaît sur la face avant du goniomètre.

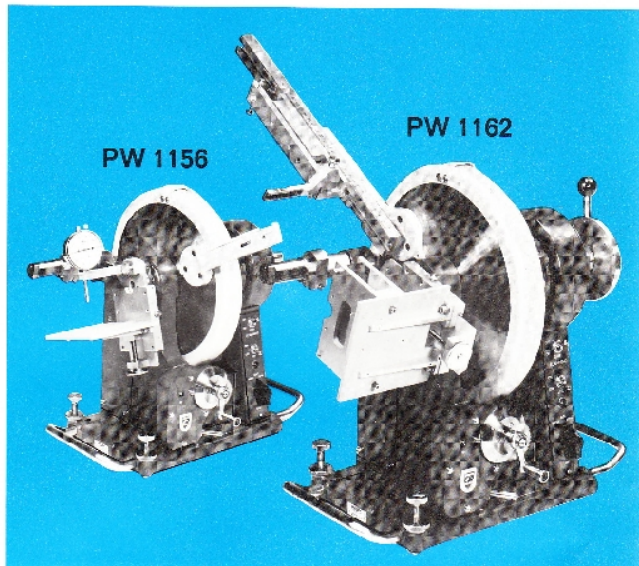
PW 1156 Metallurgical Kit with PW 1162 Stress Attachment

- ☐ For use with horizontal or vertical goniometer
- ☐ Increases usefulness of standard diffractometer to the metallurgist
- ☐ Accepts specimens as large as 10 cm (4 inches) in any dimension
- ☐ Allows precise measurement of residual stress
- ☐ Includes calibrated bending device for measuring additional stress and absolute stress
- ☐ Makes possible measurement of local stress through use of a pin hole collimator

These two attachments, in combination, provide the metallurgist with a simple, precise means of making X-ray diffraction studies on bulky specimens.

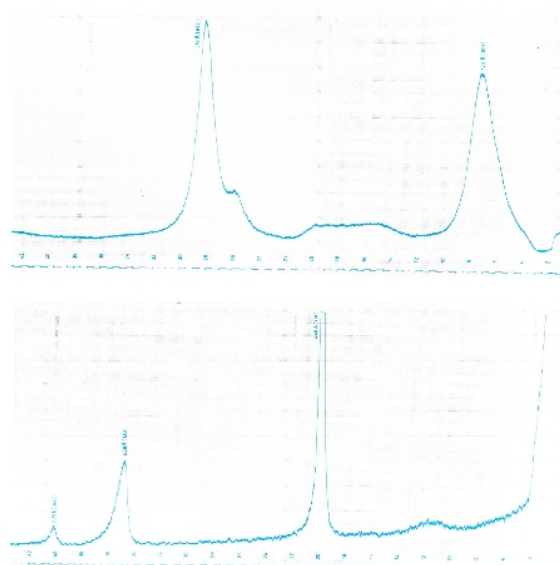
This kit includes a base plate to allow the goniometer to be moved back from the center line of the X-ray beam about 4.75 cm beyond its normal position, to accommodate bulky specimens. A fully adjustable extension fixture allows the slit assembly to be moved forward. A standard powder specimen holder with extra-long shaft is provided along with a large specimen holder. A special fixture is used to bring the specimen surface exactly into the goniometer axis. It consists of a centering pin that fits into the specimen holder shaft.

The stress attachment consists of a track and slide which connects the receiving slit-detector assembly to the goniometer arm. This replaces the block used for this purpose in the standard Metallurgical Kit. It is adjustable so that the receiving slit moves exactly along a radius of the goniometer. This unit allows the precise determination of the position of the diffraction line at two psi angles, and thus may be used to provide precise determinations of residual stress.



Also included is an attachment which allows the specimen holder shaft to be rotated rapidly to the desired psi angle, and another attachment which provides for calibration of additional stresses applied to the specimen while on the goniometer. Mounted on the specimen table, it is used to apply known stresses to a flat specimen, and thus determine the stress constant of the material.

For transmission diffractometry, the accessory offers a number of geometrical advantages. Intensity loss caused by the monochromator is partially compensated by larger apertures. Much smaller volumes are required for transmission specimens compared with the standard diffractometer set-up. For reflection patterns it is not necessary to remove the specimen holder. The specimen can be tilted over 90° , the crystal removed, and a normal arrangement for reflection work obtained, without extra specimen preparation and mounting.



OPERATING CONDITIONS

	Transmission	Reflection
Tube	Cu 50 kV — 40 mA	Cu 50 kV — 40 mA
Filter	None	Ni
Detector	Proportional + Discriminator	Proportional + Discriminator
Scale	4×10^2 cps	4×10^2 cps
Divergence slit	2°	1°
Scatter slit	None	1°
Receiving slit	0.3 mm	0.2 mm
Scanning speed	$\frac{1}{2}^\circ 2\theta/\text{min}$	$\frac{1}{2}^\circ 2\theta/\text{min}$
Paper speed	400 mm/h	400 mm/h
Time constant	4 s	4 s

PW 1075 Curved Crystal Focalizer

Typical applications of this accessory are studies of texture, measurement of large c-spacings, measurement of angular errors due to deviations of specimen surface, line profile studies, and investigations of limited quantities of material.

The accessory permits comparison of a transmission pattern with a reflect on pattern from a standard diffractometer. Effects of fluorescent radiation are eliminated.

The curved crystal focalizer consists of a flat plate of quartz (1011) elastically bent by two adjustment knobs on the crystal holder. The surface approximates a section of a logarithmic spiral.

The holder is mounted on the detector arm of the standard diffractometer, with the counter tube moved further out. Counter tube and specimen rotate in a 2 : 1 ratio as in the standard instrument. Focusing is adjusted by changing the curvature of the crystal. (Geometry is illustrated in figure 4).

☐ For use with vertical or horizontal goniometer

☐ For transmission diffractometry in a number of applications

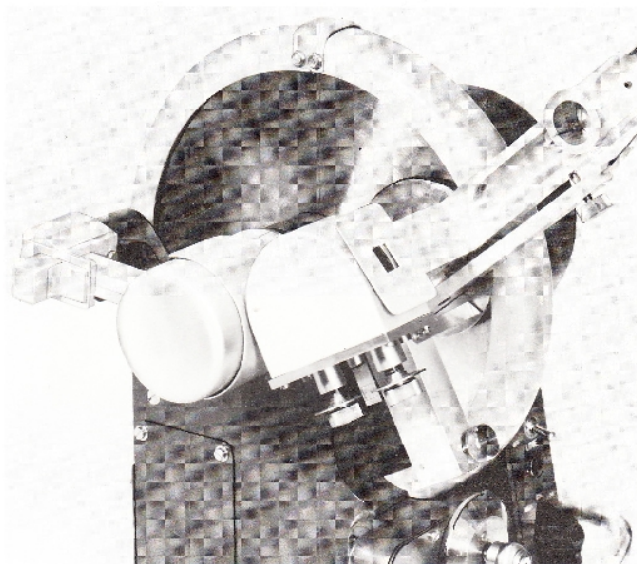


Figure 4.

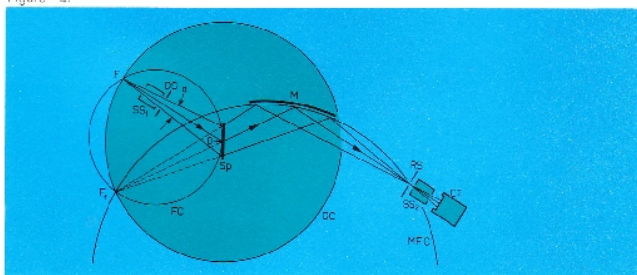


Figure 4

Sp — transmission specimen
M — curved crystal focalizer
F — virtual image of the source

α — angular aperture of the primary beam
CT — counter-tube
MFC — monochromator focussing circle
SS1 and SS2 — soler slits
DS — divergence slits
RS — receiving slit
FC — focussing circle
GC — goniometer circle

X-RAY OPTICAL ARRANGEMENT

The X-ray optical set-up has been designed for use with one of the line foci of a modern X-ray diffraction tube.

The angular aperture of the beam in the plane of Bragg focussing (sometimes called Brentano para-focussing) is indicated by the divergent lines. It is defined by a single divergence slit (D) which also limits the primary beam to the specimen area.

Apertures of various sizes are available from 2 minutes, for large d-spacing measurement, to 4 degrees for the back reflection region where the area of sample irradiated by the incident beam is small. A 1° aperture is normally used for general work in the front reflection region. The intensity increases with increasing angular aperture and the resolution is practically unaffected. The instrument is designed for flat specimens (S), 15 x 20 mm. Smaller specimens may be used by reducing the size of the divergence slit.

The receiving slit (R), in front of the Receiving Parallel Slit Assembly (RP), defines the width of the converging reflected beam from the sample to the detector. The resolution decreases slightly and peak intensity increases markedly when the slit width is increased. Various sizes are available.

Equally spaced thin metal foils (Parallel Slit Assembly) limit the divergence of the beam in the plane perpendicular to Bragg focussing to an angular aperture of 2 degrees $\pm$ 2 minutes.

Two sets are used; one between the X-ray source and specimen (P) and the other (PP) between the specimen and detector (SS). These slits make it possible to obtain high resolution and excellent line shape for the extended line source.

A scatter shield cylinder surrounds the specimen and a scatterer slit (H) is placed between the receiving parallel slit assembly and detector, to ensure the detector receiving only those rays diffracted from the specimen surface.

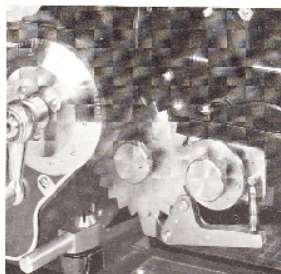
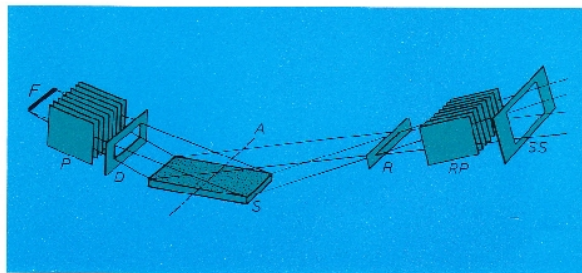
Step scanning

Step scanning with both goniometers becomes possible with:

- Step scanning device PW 1053/00, consisting of a mechanical unit with gear wheels for stepwise angular advancement of the goniometer with 0.01° , 0.02° and 0.05° (2°) per step
- Step scan control unit PW 1364/00, which provides the necessary start/stop signals for the stepwise advancement of the goniometers PW 1050 and PW 1380.

When the above two units are extended with the numerator PW 4253, printer control PW 4255 and the high speed digital printer PW 4202, the numerator produces a two digit sequence number by which analogue or digital measuring results or the individual steps can be identified.

Fig. 1 X-ray optical arrangement of both horizontal and vertical goniometers



TECHNICAL FEATURES

Precision of angular setting (2° Θ and ϕ)

$\pm 0.0025^\circ$

Reading accuracy of angular setting

$\pm 0.002^\circ$

Scanning

Unidirectional or oscillatory between

-38° to $+175^\circ$ (2°)

Scanning speeds

$1/8^\circ$, $1/4^\circ$, $1/2^\circ$, 1° , 2° (2°) per minute by using change gears PW 1059/00, $1/01$, $1/02$ which are included in the PW 1050/25

Scanning stops

Quickly adjustable limit switches for limiting scanning range to required value; also prevent overtravel at extreme of scale

Step scanning

Mechanical step scanning device

PW 1053/00 can be mounted so that goniometer advances at 0.01° , 0.02° or 0.05° per step, enables the measurement of fixed count line profile

Goniometer radius, i.e. also distance between focal spot tube and specimen

170 mm

Motor

Special synchronous fractional horse-power type

Alignment

Easily performed with the aid of fixtures, gauges and a standard silicon sample which are part of the equipment; with new set of alignment tools PW 1077 the alignment procedure is more accurate, simpler and shortened considerably.

PW 1050/25 Vertical Goniometer

- ☐ A wide-range high- and low-angle instrument
- ☐ High precision achieved by special worm drive system
- ☐ Unique, high-resolution optical arrangement provides extremely accurate measurement of diffraction angles and line intensities

The vertical PW 1050/25 wide-range goniometer is especially suited to standard powder diffractometry, in which the specimen and radiation detector are rotated and positioned in a fixed 1 : 2 ratio.

DESCRIPTION

Two concentrically-mounted shafts are driven in a 1 : 2 ratio by a precision worm wheel and worm drive. The radiation detector probe is attached radially to the worm wheel.

With each revolution of the worm drive, the detector moves 1° . A dial is fixed to the worm drive for direct readings of the angle two-theta. The reading accuracy of angular setting is $\pm 0.002^\circ$.

The specimen is placed in a holder carried by a hollow shaft positioned within the hollow bearing of the worm wheel and coupled to the wheel by a set of accurate herringbone gears. These gears rotate the specimen or crystal at exactly one-half the angular speed of the scanning arm carrying the detector probe. A set of interchangeable spur gears supplied with the goniometer allows a variety of scanning speeds.

Alignment time, using the Phillips alignment tool set, is less than 30 minutes. Full X-ray protection is provided during alignment.

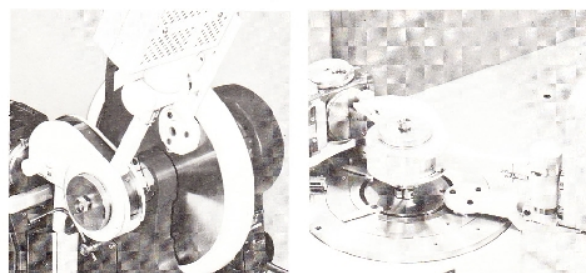
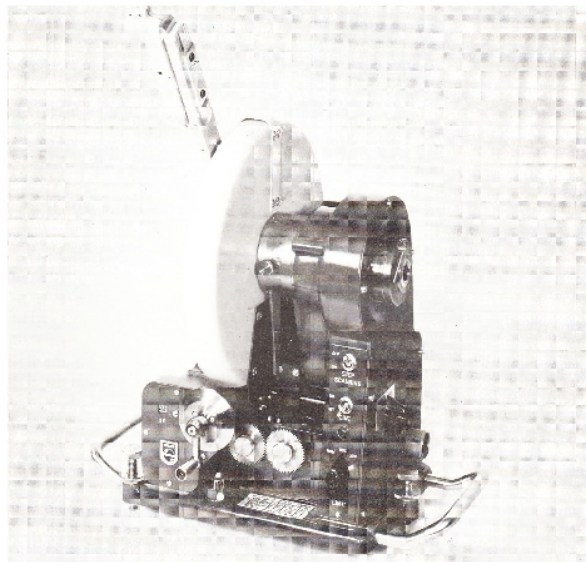
Diffractometer set

When used for X-ray powder diffractometry, the goniometer PW 1050 must be completed with the PW 1049/10 diffractometer set. This set includes all accessories which are required for doing powder diffractometry with the PW 1050.

For the PW 1380 the diffractometer set is included in the typenumber PW 1380.

Radiation protection

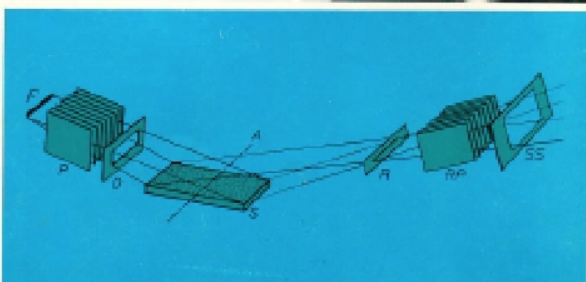
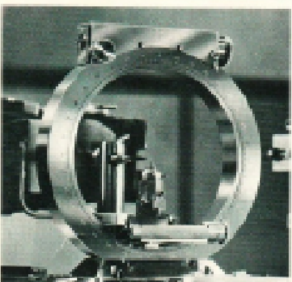
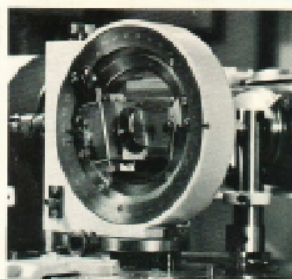
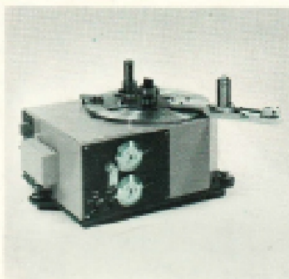
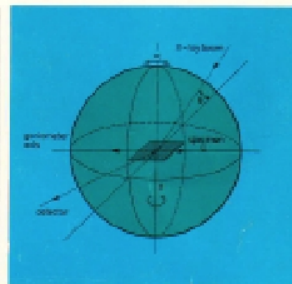
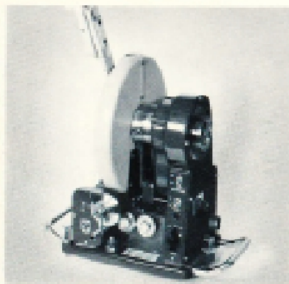
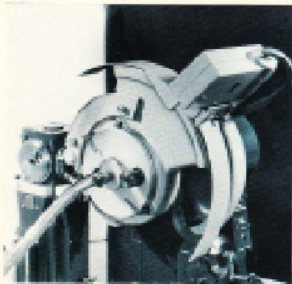
The radiation protection shield is an important part of the diffractometer set. It completely shields off the X-ray path during operation of the diffractometer; shuts off X-ray beam when cover shield is removed.





PHILIPS

X-ray Goniometers and Accessories



NUMEROS DE CODE

PW 1050/70 Goniomètre vertical avec moteur synchrone
 PW 1050/80 Goniomètre vertical avec moteur à impulsions
 PW 1349/30 Jeu d'accessoires pour diffractométrie (avec outils d'alignement)
 PW 1381/30 Jeu de protections

Accessoires optionnels

PW 1077/90 Accessoires de réglage du goniomètre (angle de sortie 3° et 6°)
 PW 1061/10 Ecran fluorescent pour réglage (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1062/10 Echantillon étalon de Silicium (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1066/10 Jeu de 5 porte-échantillons (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1386/00 Fente de divergence de 4° (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1386/01 Fente de divergence de 1° (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1386/02 Fente de divergence de 1/2°
 PW 1386/04 Fente de divergence de 1/4°
 PW 1386/06 Fente de divergence de 1/6°
 PW 1386/12 Fente de divergence de 1/12°
 PW 1386/20 Fente de divergence de 1/20°
 PW 1386/30 Fente de divergence de 1/30°
 PW 1386/50 Fente de divergence variable automatique
 PW 1387/00 Fente de diffusion de 4° (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1387/01 Fente de diffusion de 1° (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1387/02 Fente de diffusion de 1/2°
 PW 1387/04 Fente de diffusion de 1/4°
 PW 1387/06 Fente de diffusion de 1/6°
 PW 1387/12 Fente de diffusion de 1/12°
 PW 1387/20 Fente de diffusion de 1/20°
 PW 1387/30 Fente de diffusion de 1/30°
 PW 1388/11 Fente de réception de 0,1 mm (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1388/12 Fente de réception de 0,2 mm (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1388/13 Fente de réception de 0,3 mm (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1388/15 Fente de réception de 0,5 mm (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1385/00 Filtre Ni (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1385/02 Filtre Zr (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1385/03 Filtre Fe (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1385/04 Filtre Mn (inclus dans PW 1349/30)
 PW 1385/05 Filtre V (inclus dans PW 1349/30)

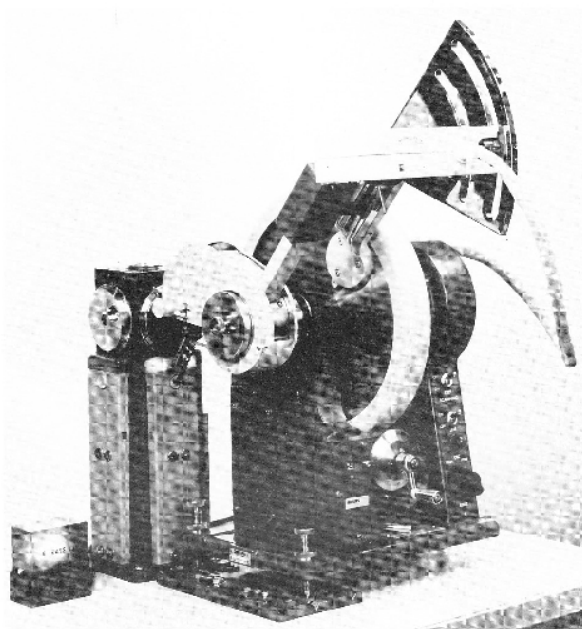


Fig. 3. Goniomètre vertical équipé du monochromateur arrière (graphite)

Compléments optionnels

PW 1152/40 Monochromateur arrière à cristal de graphite
 PW 1064/20 Porte-échantillon tournant
 PW 1133/01 Moteur pour PW 1064/20
 PW 1075/00 Dispositif d'étude par transmission avec focaliseur
 PW 1078/95 Goniomètre de texture
 PW 1089/00 Chambre sous vide
 Anton Paar Z2 100 Chambre haute température

Accessoires pour automatisation

PW 1394/10 Unité de pilotage du moteur à impulsions
 PW 1395/10 Programmeur
 PW 1396/10 Moteur à impulsions
 PW 1170/02 Passeur automatique d'échantillons
 PM 2458/02 Imprimante mosaïque
 PC 1409/00 Imprimante mosaïque à clavier

Le jeu de protections PW 1381/30 se compose essentiellement d'un capotage mobile qui canalise le faisceau et assure la sécurité absolue de l'utilisateur. Cette protection est couplée à l'ouverture de la fenêtre de la gaine et interdit toute ouverture de celle-ci tant que le couvercle permettant l'accès à l'échantillon n'est pas remis en place.

Alignement

Le réglage du goniomètre, simple et précis, est encore plus rapidement effectué grâce à l'emploi du jeu d'accessoires de réglage PW 1077.

Automatisation

L'automatisation complète du goniomètre PW 1050/70 peut être réalisée grâce à l'utilisation du moteur à impulsions PW 1386, de son unité de pilotage PW 1394 et du programmeur PW 1395. Ce système, couplé à un passeur automatique d'échantillons, permet l'utilisation en continu nuit et jour du goniomètre sans surveillance particulière.

L'unité de pilotage PW 1394 commande un moteur à impulsions couplé sur le mouvement 2θ du goniomètre. Il permet les mouvements continus ou en pas à pas, dans le sens montant, descendant ou en oscillation. Il permet également le positionnement rapide à un angle prédéterminé. Les limites angulaires sont sélectionnées sur le panneau avant de l'unité, la précision est de $0,001^\circ$ (2θ).

Le programmeur PW 1395, utilisé en complément de l'unité de pilotage, permet la mémorisation de 120 instructions (angles 2θ ou paramètres de mesure) et la confection de 15 programmes d'analyse.

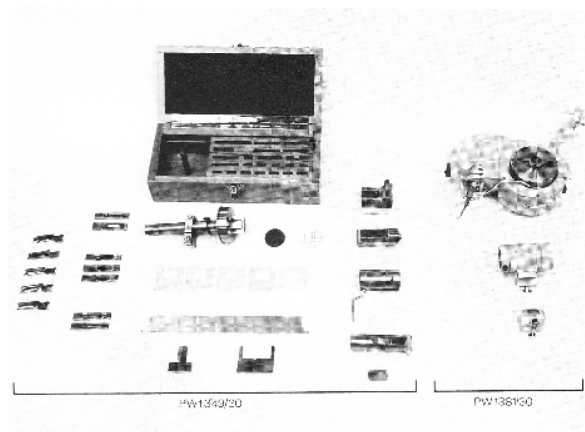


Fig. 2. Contenu du jeu d'accessoires PW 1349/30 et des protections PW 1381/30

FICHE TECHNIQUE

Reproductibilité : $\pm 0,0025^\circ$

Précision de lecture : $\pm 0,005^\circ$

Déroulement d'exploration : continu ou pas à pas (en option); sens croissant, décroissant, oscillation

Limites angulaires 2θ : du goniomètre : -38° à $+175^\circ$ en routine ; 0° à $+165^\circ$

Vitesses d'exploration en 2θ : $1/8, 1/4, 1/2, 1, 2^\circ$ en version normale; En plus, $4^\circ/\text{mn}$ en version automatique (PW 1050/83)

Largeur des pas : $0,01^\circ; 0,02^\circ; 0,05^\circ$ en 2θ en version normale avec pas à pas mécanique. En plus, $0,1; 0,2; 0,5^\circ$ en version automatique.

Limites angulaires : pré réglables, évitent les fausses manœuvres et limitent la plage d'exploration

Distance de focalisation : 173 mm

Moteur : synchrone ou à impulsions (PW 1050/86)

Surface standard de l'échantillon pour les poudres : 15 mm x 20 mm

De nombreux accessoires spécifiques sont adaptés sur ce goniomètre. La liste en est dressée en dernière page de cette notice. Ils permettent de traiter différents problèmes particuliers tels que l'étude des textures, celle des transformations de phases à haute ou basse température, les mesures des dimensions de particules, etc.

Pour les études de routine par enregistrements ou par mesures d'intensité, le goniomètre peut-être automatisé par l'adjonction d'un passeur automatique d'échantillons et d'un moteur à impulsions couplé à des unités de pilotage et de programmation.

Géométrie de faisceau

Ce goniomètre reprend la géométrie de Bragg-Brentano caractérisée par un faisceau incident divergent issu d'une source linéaire et irradiant l'échantillon S. Après diffraction, il est renvoyé sur une fente de réception R et capté par le détecteur. Les distances FA et AR sont égales. L'angle de divergence est fixé par la taille du foyer et la fente de divergence D : la fente de diffusion SS est choisie de même valeur que la fente de divergence, ce qui réduit les phénomènes de diffusion. Deux jeux de plans parallèles P et RP couramment appelés fentes de Soler limitent la divergence latérale du faisceau. La grande largeur utile du faisceau permet une irradiation maximum et garantit de hautes intensités.

La fente de divergence D détermine, pour un angle 2θ donné, la surface de l'échantillon irradiée. Cette fente peut être choisie dans une gamme allant de $1/30^\circ$ à 4° . L'utilisation d'une fente fine permet l'exploration des angles 2θ les plus proches du faisceau direct, là où l'échantillon a la plus grande surface apparente. A titre d'exemple, la fente de 1° est normalement utilisée pour les angles 2θ compris entre 18° et 84° .

La fente de réception R détermine, pour un angle 2θ donné, l'épaisseur utile du faisceau. Plus cette fente est large, plus les intensités reçues sont fortes, mais

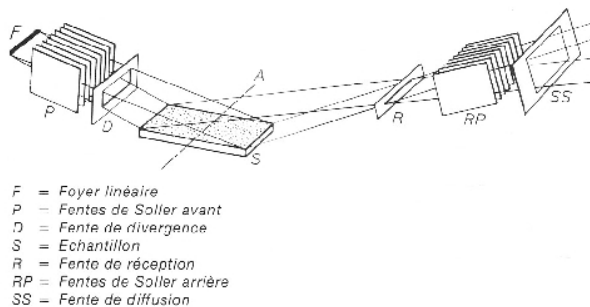


Fig. 1. Optique du goniomètre

moins bonne est la résolution. Elle sera donc choisie en fonction du problème à étudier. La gamme va de 0,1 à 0,5 mm.

La fente de diffusion (SS) est déterminée par le choix de la fente de divergence. Elle va de $1/30^\circ$ à 4° .

La fente de réception R et le filtre β peuvent être utilement remplacés par un monochromateur à cristal courbe de graphite. Celui-ci se fixe sur le bras du goniomètre et permet d'éliminer les rayonnements parasites sans diminuer l'intensité des raies de façon notable.

Exploration angulaire

Le mouvement 2θ est commandé par une vis sans fin entraînant une roue dentée de haute précision. Un tour de la vis sans fin correspond à une rotation de 1° de la roue 2θ . La lecture des angles se fait avec une précision de $\pm 0,005^\circ$ sur un compteur entraîné directement par la vis sans fin.

Le détecteur est monté sur un bras solitaire de la grande couronne. L'axe du porte-échantillon est entraîné quant à lui par une réduction d'engrenages de rapport 1/2.

La vis sans fin est entraînée par un moteur synchrone à une vitesse qui dépend du jeu d'engrenages choisi (soit $1/8$, $1/4$, $1/2$, 1 et $2^\circ/\text{mn}$). Un embrayage à friction permet de désaccoupler ce moteur et d'utiliser le goniomètre manuellement au moyen de la manivelle se trouvant sur le panneau avant.

Les déplacements peuvent être choisis soit en angles 2θ croissants, soit décroissants, soit en oscillation entre deux limites électro-mécaniques préréglées.

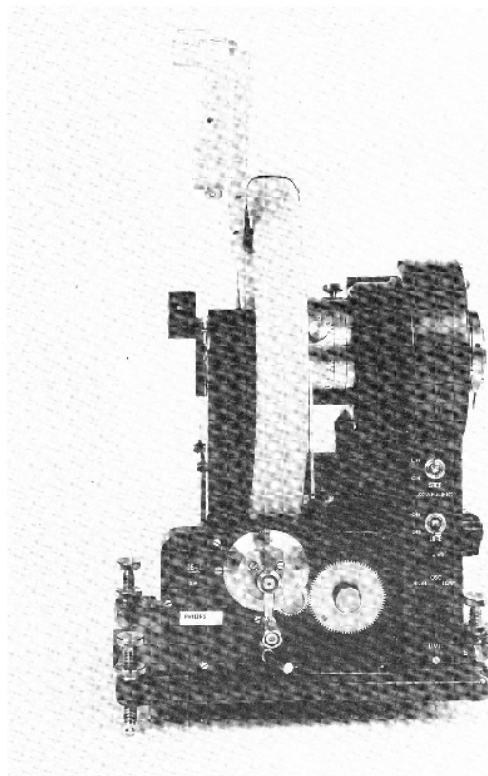
Couplé à une gaine de diffraction PW 1316/90, le goniomètre, en opération de routine, offre toute sécurité à l'utilisateur, grâce à l'emploi du jeu de protection PW 1381/30.

Accessoires et protections

En diffractométrie classique, le goniomètre PW 1050/70 doit être complété par un jeu d'accessoires PW 1349/30 et un jeu de protections PW 1381/30. Le jeu PW 1349/30 comprend tous les accessoires nécessaires au réglage et à l'utilisation du goniomètre, tels que fentes de Soler, porte-échantillon, fentes, filtres β , plaque de fixation, etc.

Goniomètre vertical PW 1050

HT :



Adaptable sur les générateurs de rayons X Philips.

Conçu pour la diffractométrie sur poudres ou sur échantillons massifs.

Engrenages de haute qualité assurant précision et reproductibilité.

Grande largeur du faisceau X assurant des intensités élevées.

Possibilité d'automatisation avec moteur à impulsions, programmeur, et passeur automatique d'échantillons (PW 1050/80).

Large gamme d'accessoires spécifiques.

Alignement rapide et précis.

Le goniomètre vertical PW 1050/70 constitue la base d'une installation de diffractométrie Philips dans le domaine de la recherche comme dans celui de l'industrie. Il a été conçu pour l'analyse qualitative de phases et la diffractométrie quantitative de haute précision, sur échantillons massifs ou en poudre.

Il permet la mesure précise des angles 2θ et des intensités diffractées selon la loi de Bragg, l'échantillon et la sonde détectrice tournant autour d'un axe horizontal, dans un rapport de vitesse 1/2. Le déplacement angulaire peut s'effectuer manuellement ou plus couramment par l'intermédiaire du moteur synchrone incorporé, dans le sens croissant, décroissant ou en oscillation entre deux butées réglables.



Analyse

PHILIPS

Pour nous citer :

Base de la Mission nationale de sauvegarde et de valorisation du patrimoine scientifique et technique contemporain, PATSTEC, Documentation du goniomètre vertical de diffraction des rayons X, Philips PW 1050/25 (Philips),

<https://www.patstec.fr/ressources/objets/detail?id=16066>, consulté le 2026-07-28