

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE
Centre de Bruyères-le-Châtel

Groupe Hautes Pressions

10/12/62

ETALONNAGE DE 0 à 100 kbar DE DIVERS APPAREILS
GENERATEURS DE PRESSION STATIQUE EN MILIEU SOLIDE

M. CONTRE
C. ROUX
M. RAPIN

ETALONNAGE DE 0 à 100 KB DE DIVERS APPAREILS
GENERATEURS DE PRESSION STATIQUE EN MILIEU SOLIDE.

- - - - -

SOMMAIRE

Pour étalonner en pression nos différents appareils, nous avons reproduit diverses transitions allotropiques connues du Bi (25,3 - 26,8 - 89 Kb), du Tl (37 Kb).

Nous avons par ailleurs mesuré la résistance du Hg de 50 à 100 kb, celle de l'Iode de 0 à 50 kb, et obtenu une température de 1400° dans un milieu soumis à une pression de 55 Kb).

Diverses études sont d'ores et déjà en cours de 0 à 100 Kb et de 0 à 1500° C.

A/ NECESSITE DE L'ETALONNAGE

Le groupe possède divers appareils générateurs de pression statique en milieu solide (1), inspirés d'appareils semblables mis au point aux Etats-Unis (2).

Dans tous ces appareils la mesure directe de la pression est irréalisable. On ne peut que mesurer une grandeur (en général la pression primaire d'huile dans un pot de presse) dont on sait seulement que la pression à mesurer en est une fonction croissante.

Il faut donc établir une correspondance entre la pression primaire et la pression réelle, c'est-à-dire étalonner chaque appareil à l'aide de points fixes de l'échelle des pressions, déterminés dans des appareils de types différents.

Précisons immédiatement qu'un étalonnage n'est valable que pour un montage bien déterminé sur un appareil particulier.

B/ POINTS FIXES DE L'ECHELLE DES PRESSIONS

Plusieurs laboratoires aux Etats-Unis (NBS Washington DC et UCLA Los Angeles - California) s'emploient à établir avec précision des points fixes repérés dans l'échelle des pressions (3). Jusqu'à présent ces points sont ceux auxquels ont lieu des transitions allotropiques de métaux. Mais l'incertitude sur les valeurs est encore grande pour tous les points autres que ceux correspondant aux deux premières transitions du bismuth (Bi I \rightarrow Bi II, Bi II \rightarrow Bi III)

Bi I \rightarrow Bi II 25,3 Kb

Bi II \rightarrow Bi III 26,8 Kb

Les autres transitions utilisées sont :

Tl II \rightarrow III 37 Kb

Cs I \rightarrow II 41,8 Kb

Ba II \rightarrow III 59 Kb

Bi VI \rightarrow VIII 89 Kb

mais les valeurs des pressions diffèrent souvent de 30 % d'un auteur à l'autre. Les valeurs indiquées sont celles de la référence 3.

C/ RESULTATS EXPERIMENTAUX

Ces diverses transitions ont été retrouvées pour nos appareils dans les conditions que nous décrivons maintenant.

1- Chambre à piston unique

-Transitions I \rightarrow II et II \rightarrow III du bismuth (courbe I).

L'échantillon, un fil de 10/10 mm de diamètre et de 20 mm de longueur, est placé dans un cylindre de talc (Pyrénées) noyé dans la pyrophyllite.

La chambre d'expérience est un cylindre de 13 mm de diamètre et de 26 mm de hauteur.

2- "Belt"

-Transitions I \rightarrow II, II \rightarrow III et VI \rightarrow VIII du bismuth (courbes 2 et 3).

-Transition II \rightarrow III du thallium (courbe 4).

L'échantillon de Bismuth ou de Thallium est un ruban dont les dimensions sont 7 x 2 x 0,1 mm.

La chambre d'essai, où la pression est sensiblement hydrostatique, est un cylindre de 10 mm de diamètre et de 10 mm de hauteur. La troisième transition (90000atm) correspond au passage Bi VI \rightarrow Bi VIII.

3- "Belt à pistons coniques".

-Transitions I \rightarrow II et II \rightarrow III du bismuth (courbe 5)

-Transition II \rightarrow III du thallium (courbe 6).

L'échantillon (ϕ 15/10 mm - longueur 15 mm) est coulé dans un cylindre en pyrophyllite de 12,5 mm de diamètre et 21 mm de longueur.

Les contacts sont assurés par les pistons coniques et par des lames de cuivre.

Dans ces conditions on obtient facilement les transitions I \rightarrow II et II \rightarrow III.

Toutefois, l'amplitude de la variation de résistivité au moment des transitions est un peu inférieure à la valeur généralement admise.

4- Enclume simple

-Transitions I \rightarrow II et II \rightarrow III et VI \rightarrow VIII du bismuth (courbe 7)

-Transition II \rightarrow III du thallium (courbe 8).

Ce dispositif nous a permis d'obtenir facilement les 3 transitions du bismuth.

L'échantillon était placé soit verticalement, soit horizontalement au centre du joint en pyrophyllite de 5 à 10/10 mm d'épaisseur.

L'échantillon de thallium (ϕ 10/10 mm, hauteur 5/10 mm) est placé verticalement au centre d'un joint en pyrophyllite. Les contacts avec les pistons sont assurés par des rondelles en platine. La transition Tl I \rightarrow Tl II a été obtenue aisément.

5- Enclume tétraédrique

-Transitions I \rightarrow II et II \rightarrow III du bismuth (courbe 9)

-Transition II \rightarrow III du thallium (courbe 10).

Les deux premières transitions Bi I \rightarrow Bi II et Bi II \rightarrow Bi III ont été obtenues en plaçant l'échantillon (un fil de ϕ 10/10 mm et de longueur 5 mm) dans un tétraèdre de 19 mm d'arête.

Les contacts avec les enclumes étaient assurés par des lamelles de cuivre.

Avec ce dispositif, nous avons pu faire des essais de chauffage sous pression (température atteinte 700°C), ce qui nous a permis d'obtenir quelques points du diagramme d'état (P, T) du bismuth.

L'échantillon de thallium est placé au centre d'un tétraèdre en pyrophyllite dans un logement cylindrique de 10/10 ème de mm de diamètre et de 7 mm de haut. Des disques en platine assurent les contacts avec l'échantillon. La liaison avec les enclumes est réalisée par des cavaliers en cuivre.

Pour plus de précisions, on utilise un couple d'enclume pour l'amenée du courant, l'autre couple servant aux mesures.

La transition Tl I \rightarrow Tl II est obtenue normalement.

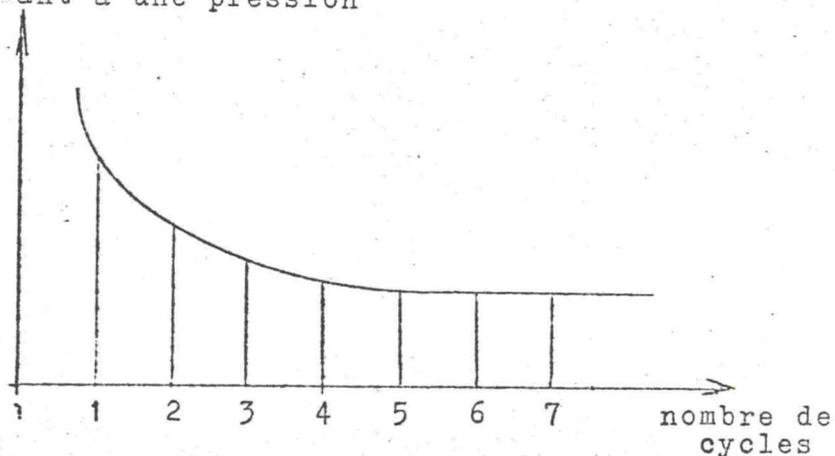
Courbes d'étalonnage

Ces divers essais nous ont conduits aux conclusions suivantes :

Une courbe d'étalonnage ne doit être établie que :

- 1°) après plusieurs cycles de montée et de descente en pression;
la valeur de la pression primaire nécessaire pour produire une pression donnée dans le volume utile tend à se stabiliser.

pression primaire
correspondant à une pression
donnée



- 2°) pour des pressions croissantes
- 3°) dans un domaine de pression bien défini (limites inférieures et supérieures fixées)
- 4°) dans des conditions identiques de montage, en particulier avec un système de joints bien déterminé (voir rapport à paraître).

La position de l'échantillon a également une grande importance, car les milieux utilisés (pyrophyllite, talc), ne transmettent pas la pression de façon rigoureusement hydrostatique.

On peut utiliser des phénomènes autres que les transitions pour établir des courbes d'étalonnage, citons entre autres la variation de la résistance d'un fil de platine pour mesurer des pressions supérieures à 200 Kb.

La courbe 12 représente les courbes d'étalonnage obtenues avec l'enclume tétraédrique.

Essais divers

1°) Essais à température variable

Les essais ont été effectués avec l'enclume tétraédrique. Le problème était de chauffer un volume de quelques dizaines de millimètres cube (dimensions du four : \varnothing 3 mm et hauteur 7 mm).

Ce four en nickel chauffé par effet Joule nous a permis d'atteindre une température de 1400°C, avec une puissance d'alimentation de 650 watts.

Le courant était alors de 320 ampères.

Les mesures de températures ont été effectuées à la surface du four à l'aide d'un thermocouple Platine-Platine rhodié, les enclumes tétraédriques étant refroidies par circulation d'eau.

Rappelons que le four était contenu dans un tétraèdre en pyrophyllite de 19 mm d'arête.

2°) Mise en évidence d'une transition de l'iode

Les essais ont été effectués dans l'appareil dit "enclume tétraédrique".

La composition des cristaux d'iode utilisés (PROLABO) est la suivante :

Iode	99,8
Impuretés insolubles dans SO ₂ à 5 %	0,005
Résidu non volatile	0,01
Cl + Br	0,05
SO ₄	0,002
CN	Essai négatif.

L'échantillon, un petit cylindre d'iode de 3 mm de long et de 15/10 ème mm de diamètre, était placé au centre d'un tétraèdre en pyrophyllite de 19 mm d'arête. Les contacts électriques étaient en cuivre.

La résistance apparente de l'échantillon est passée de plus de 100 MΩ à la pression ordinaire, à 2 MΩ pour une pression de 25 Kb.

La courbe de la figure 13 établie avec "l'enclume tétraédrique", a été également obtenue avec le dispositif dit "Enclume simple".

Le rapport du Centre de Vaujours du 26 Juin 1962 (5) signale une diminution de résistance apparente de l'iode sous l'effet d'une pression dynamique de 20 Kb et prévoit que l'on devrait retrouver un phénomène analogue sous une pression statique de 235 Kb.

Cette dernière valeur est donc très différente de celle que nous avons trouvée.

3°) Autres essais

Nous avons mesuré les variations de la résistivité du mercure et du fer.

Le mercure, très difficile à contenir, n'a encore jamais pu être étudié sous pression d'une façon satisfaisante. Nous avons retrouvé entre 50.000 et 100.000 atm la même pente de la courbe $\frac{\Delta R}{R}$ en fonction de P, que celle donnée par BRIDGMAN (4),

$$\frac{R_{50} - R_{100}}{R_{20}} = 0,097$$

Le fer a ensuite été utilisé pour obtenir un point élevé de la courbe d'étalonnage puisqu'il présente, d'après DRICKAMER, une transition à 133.000 atm. L'étude est en cours.

D/ CONCLUSION

Les expériences faites sur des métaux dont les changements de phases en fonction de la pression sont particulièrement bien connus, nous ont permis de connaître les possibilités de nos appareils à milieu transmetteur solide et d'en définir les limites d'utilisation.

Nous sommes en mesure actuellement de faire des mesures dans les domaines de pression suivants :

Piston unique	0 à 30 000 atm
Belt	20 à 120000 atm
Enclume tétraédrique	20 à 160000 atm
Enclume simple	20 à 3 ou 400 000 atm (?)

Dans la plupart de ces appareils, il est possible :
-de chauffer jusqu'à une température de l'ordre de 1500°.
-de faire des mesures de résistivité et d'analyse thermique.
-parfois de mettre en évidence des discontinuités de compressibilité.

M. CONTRE
C. ROUX

R E F E R E N C E S

- (1) "Activités du groupe Hautes Pressions" - Communication privée -
- (2) Rapport de mission aus U.S.A. - Communication privée -
- (3) Publication n° 195 -Institute of Geophysics - UCLA 1960 -
G.C. KENNEDY . P.N. LAMORI .
- (4) Proceedings of Amer. Acad. Arts Sciences - vol 81 n° 4 mars 1952 P 201
P.W. BRIDGMAN .
- (5) Théorie de la conductibilité électrique sous choc (transition métallique
de l'iode) - communication privée -

PISTON UNIQUE
 Transitions du Bismuth

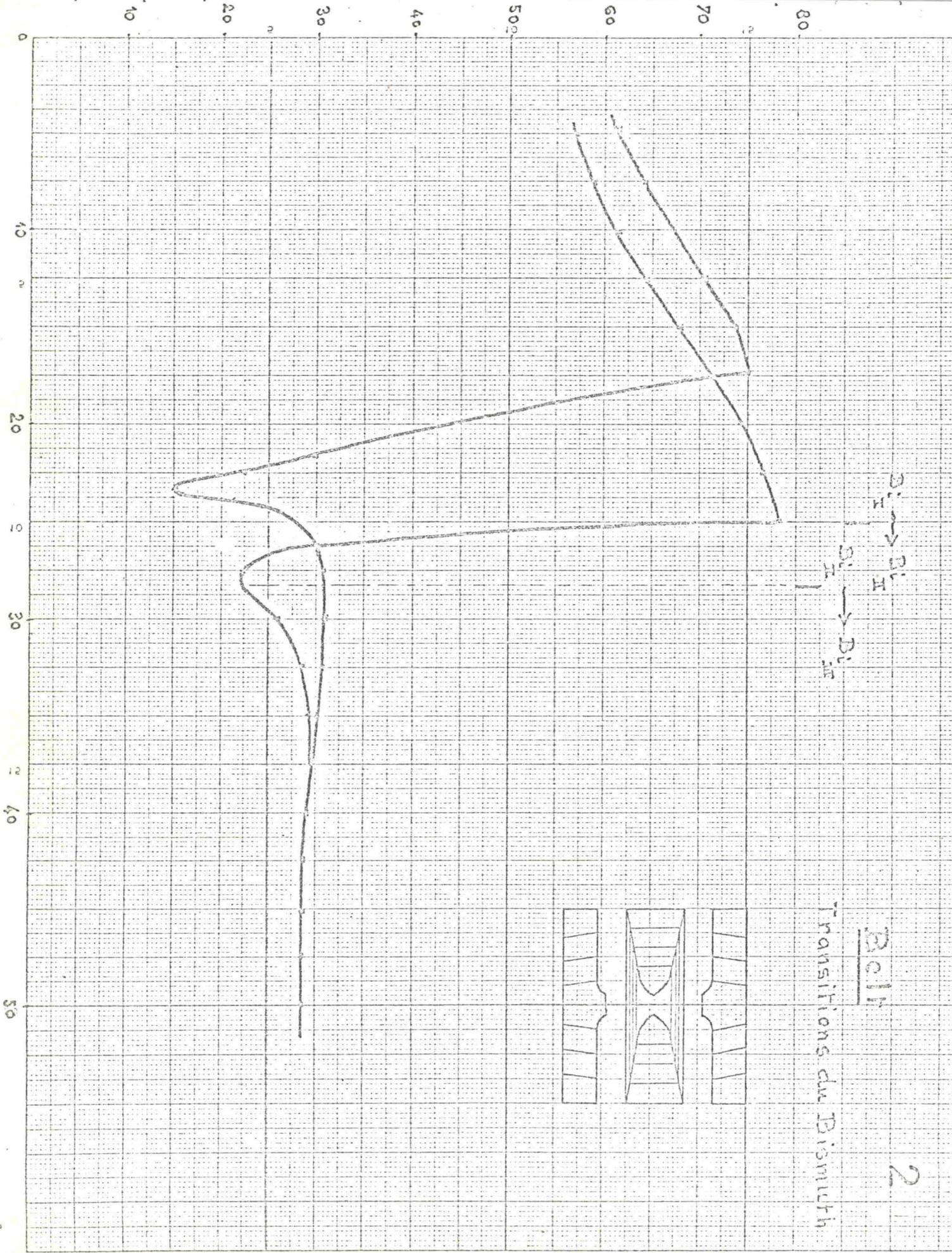
1

— 1^{er} cycle
 - - - 2^{ème} cycle



Pression Kbars
 P théorique Kbars
 P primaire kg/cm^2

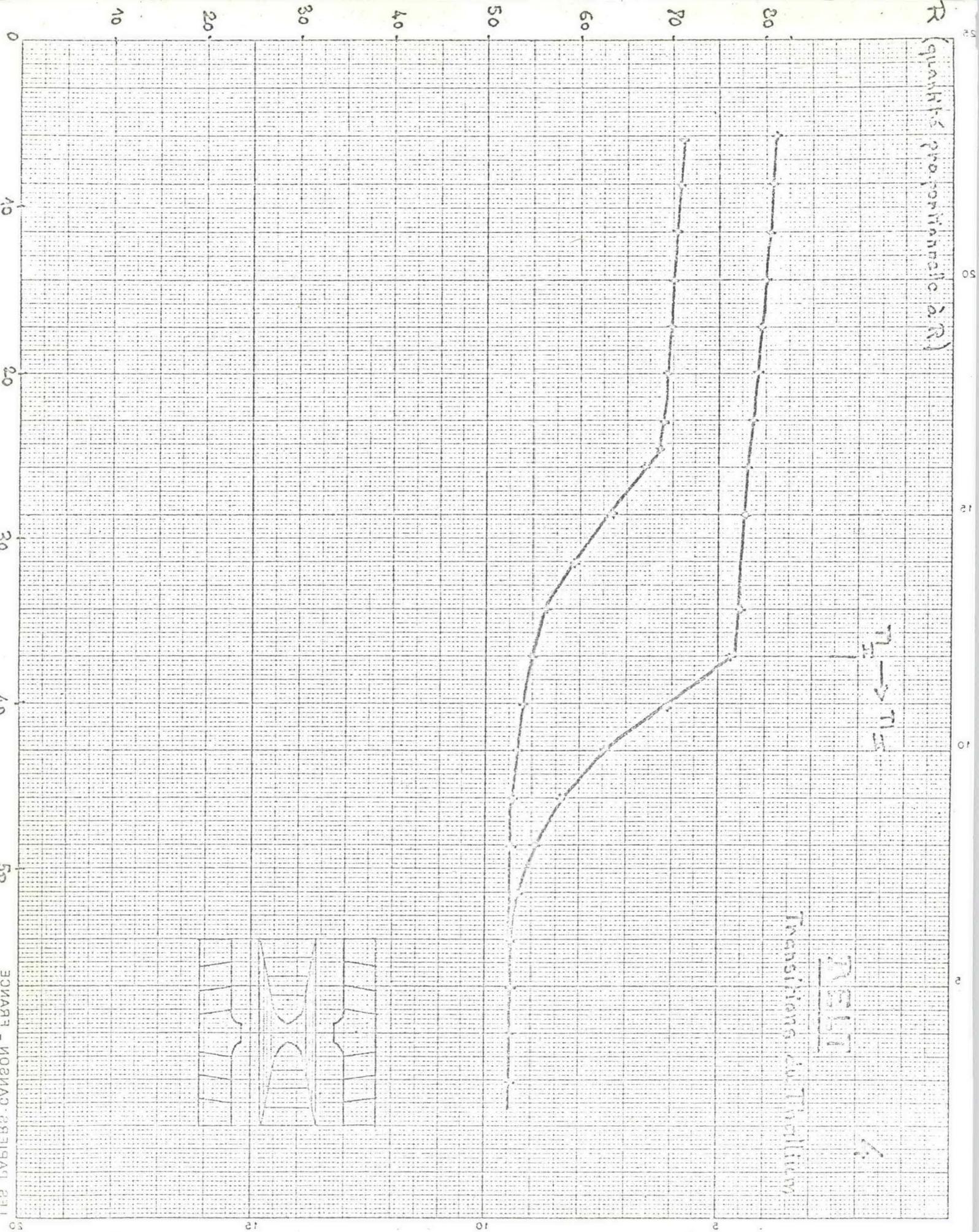
R (unités arbitraires)



2

$2 \cdot 10^3$ cm.

R (quarkts proportionale ΔR)



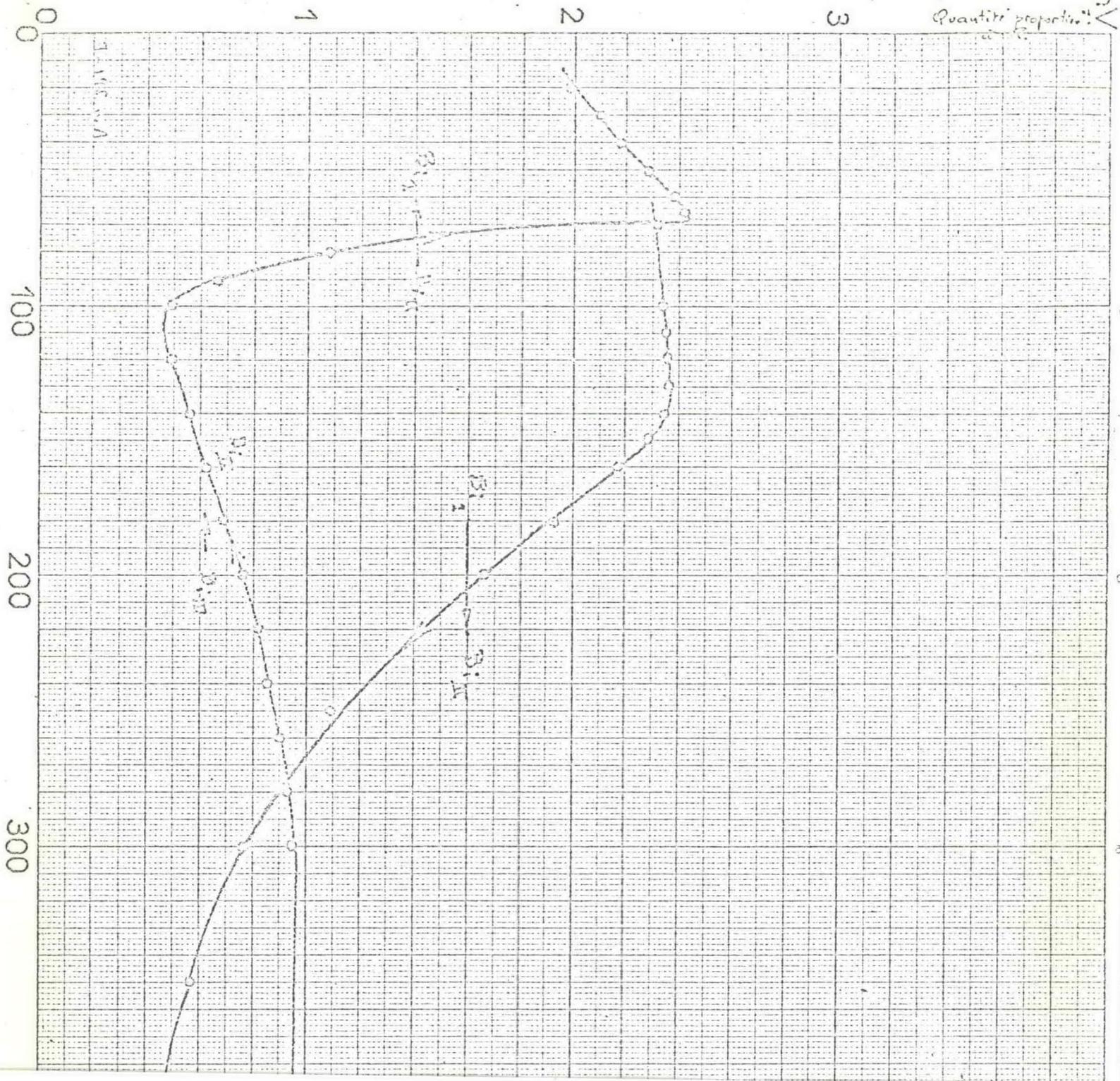
$\pi \rightarrow \pi$

REBIT

Transitions zu Teilchen

4

ESNARE - NOSIND - SPENAV 821
P. 103 dfm.



BELT CONIQUE

Transition de Thalhim

6

$T_{II} \rightarrow T_{Ic}$

0,3

0,2

200

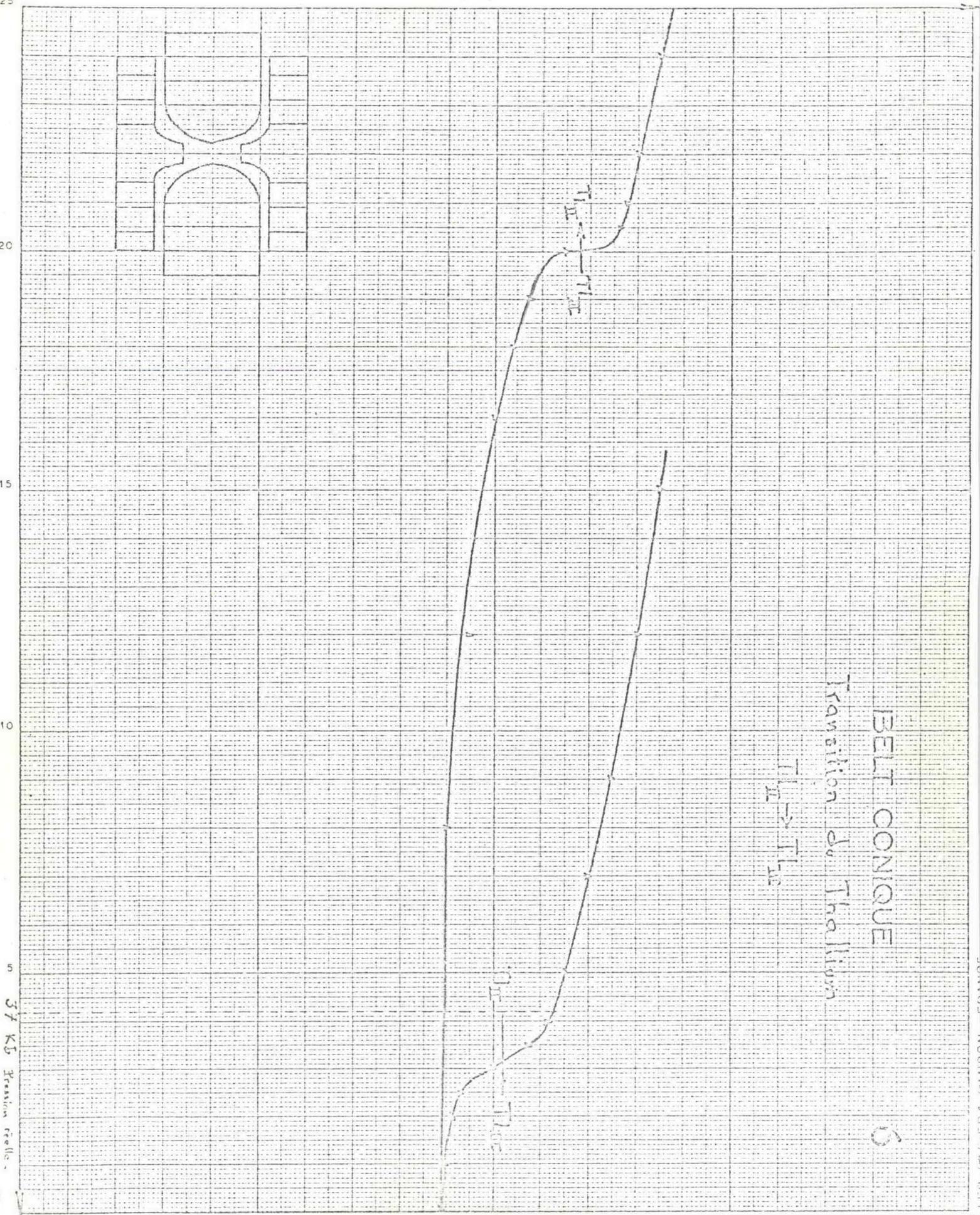
300

400

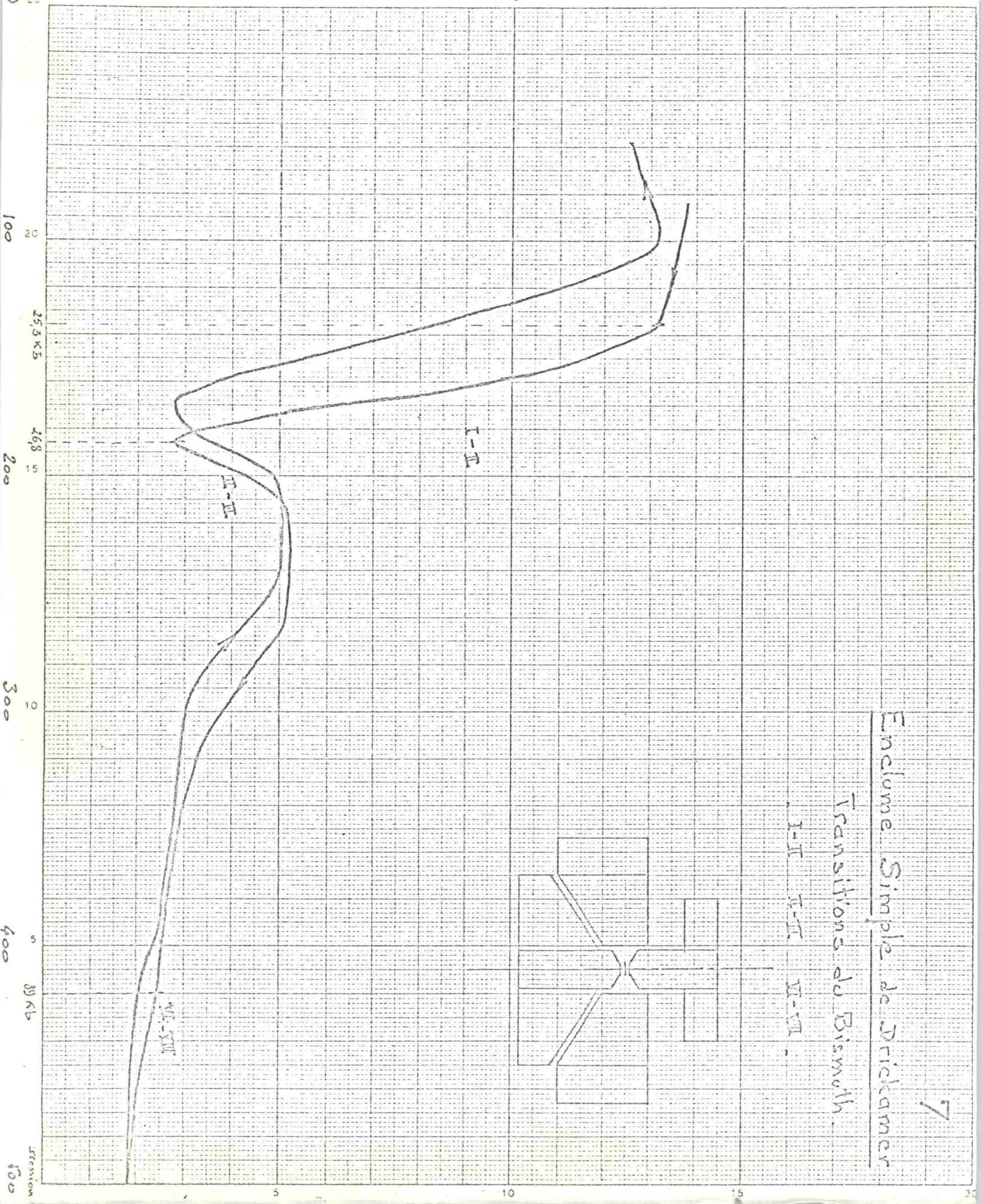
500

600

700



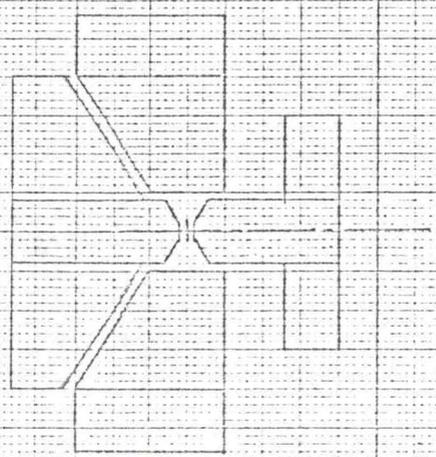
37 KJ Transition Privaire Kg/cm²



Enclume Simple de Driclamer

Transitions du Bismuth.

I-II II-III

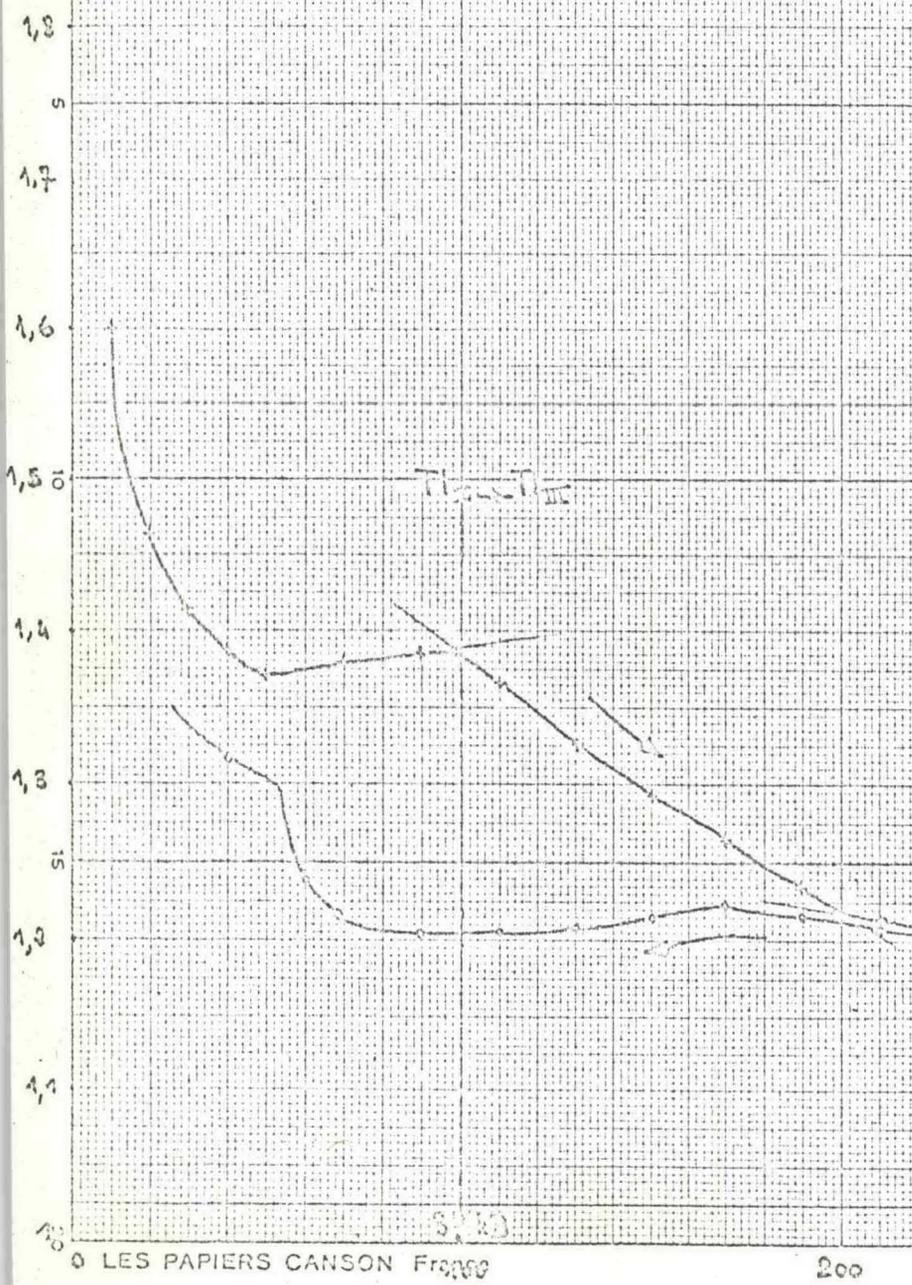
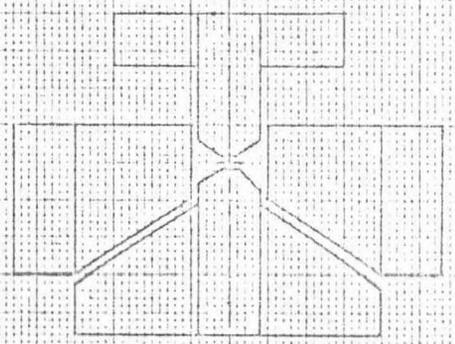


Quantité proportionnelle λ^2

ENCLUME SIMPLE

8

Transition II-III du Thallium à 20°C.



ENCLUME TÉTRAÉDRIQUE

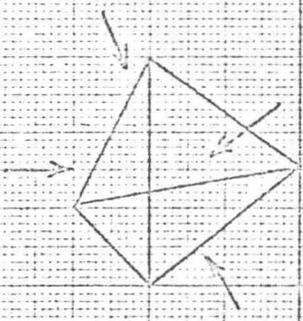
9

Bismuth

Manganèse

Bismuth

Manganèse



Transitions du Bismuth
 $\alpha_0 = 20^\circ \text{C}$

50
 20
 10
 5
 10
 20
 30
 40
 50
 60
 70
 80
 90
 100

1cc

200 Vol/km³

10 T

Foam

Division 1000

Résistances de contact

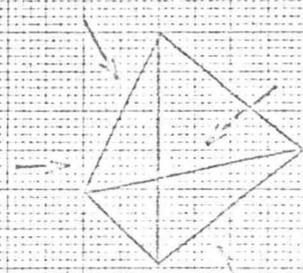
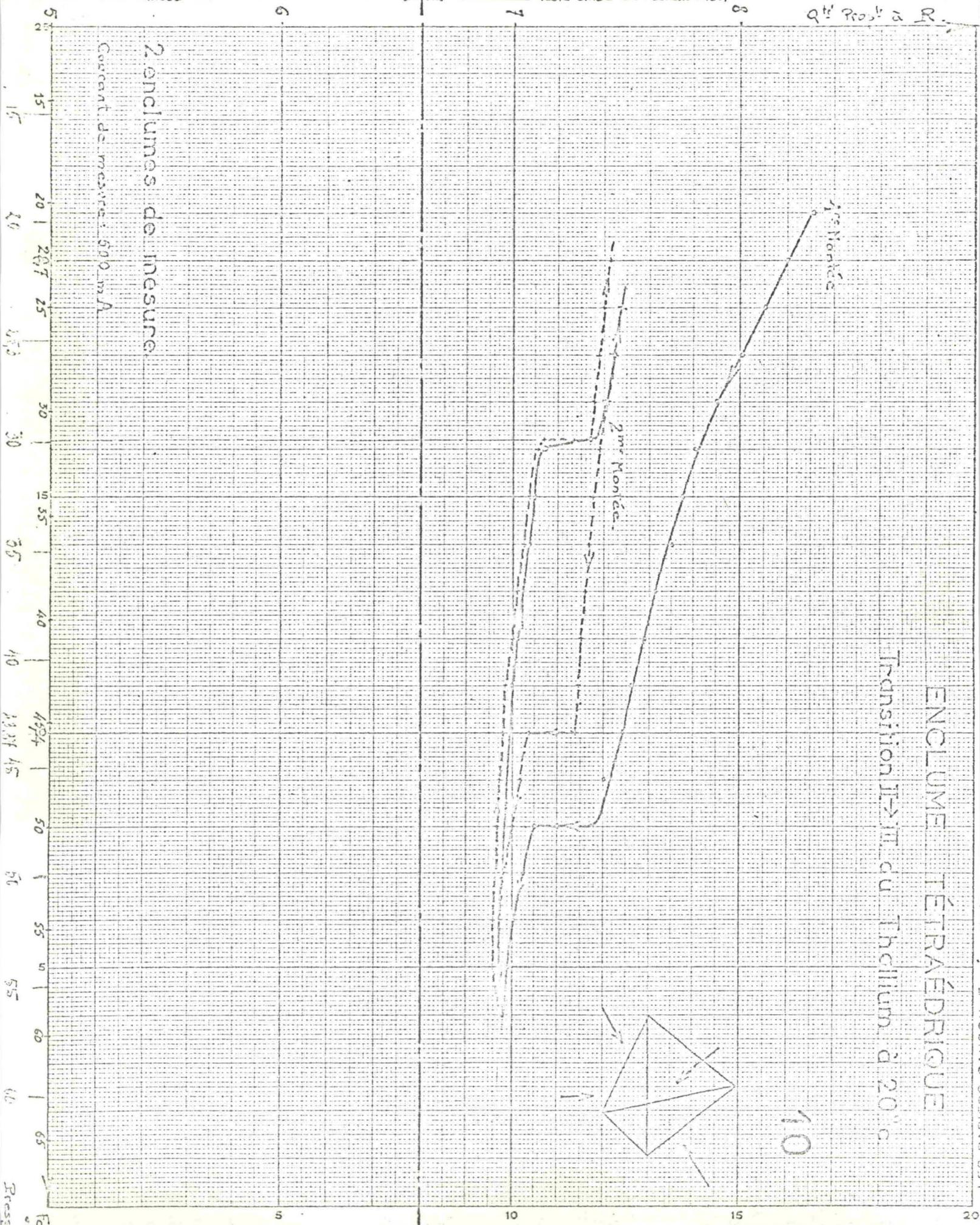
Résistance de l'échantillon

9th Prod. à 20

2 enclumes de mesure

Courant de mesure: 500 mA

ENCLUME TÉTRAÉDRIQUE
Transition III-IV du Tellurium à 20°C



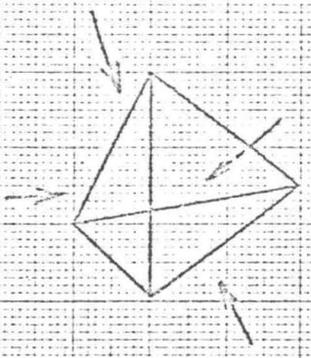
10

For on Resist

ENCLUME TÉTRAÉDRIQUE
Transition I→II du Thallium à 20°C

3me Montée (courbes arrêtées de 24h sous 20T)

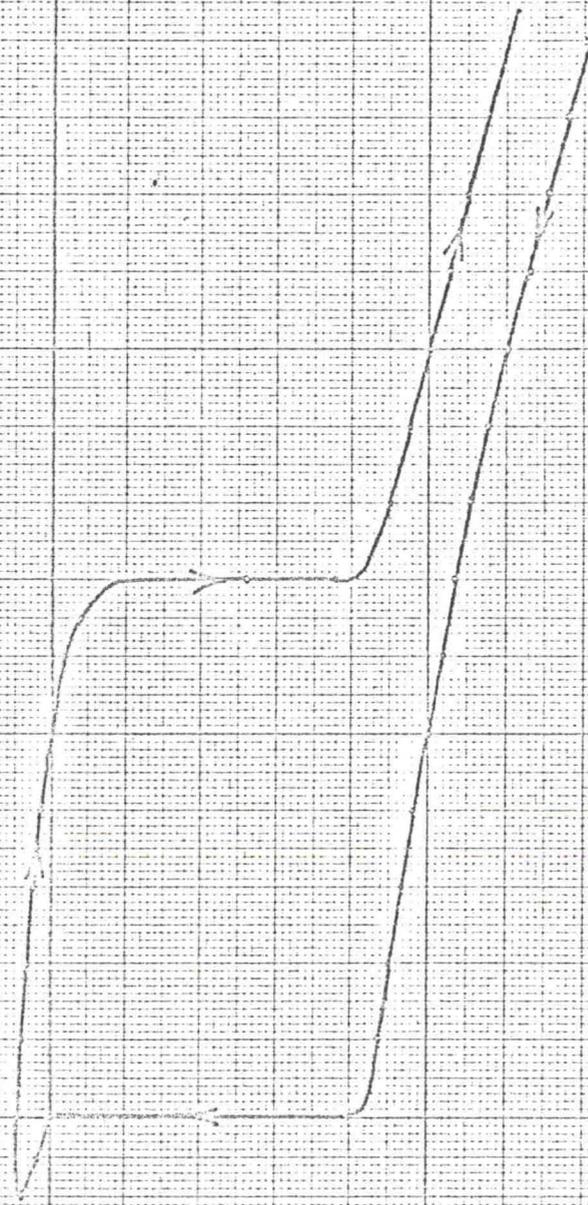
11



Enclumes de mesure

Courant de mesure : 2,65 A

5 15 20 25 30 35 40 45 50 55 60
19,7 19,5 18, 17,3 16,3 15,3 14,5 13,5 12,5 11,5 10,5 9,5 8,5 7,5 6,5 5,5 4,5 3,5 2,5 1,5 0,5
Press



ENCLUME TETRAEDRIQUE

courbe d'étalement

