

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.

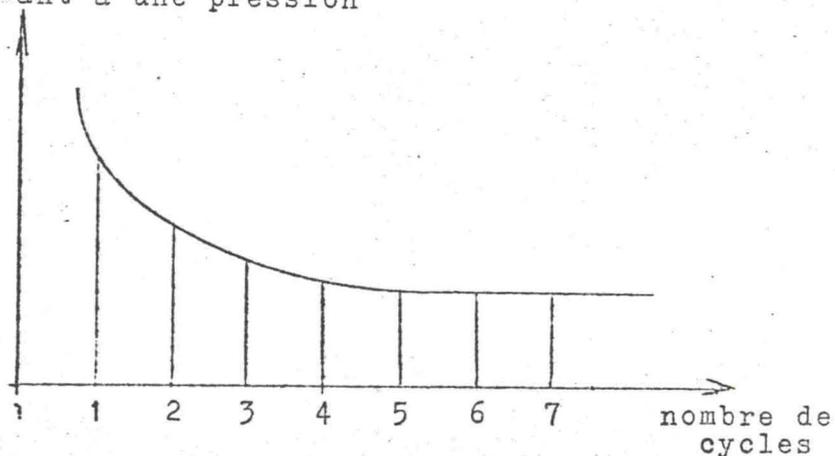
#### Courbes d'étalonnage

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 <sub>2</sub> à 5 %	0,005
Résidu non volatile	0,01
Cl + Br	0,05
SO <sub>4</sub>	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 -

° ° °

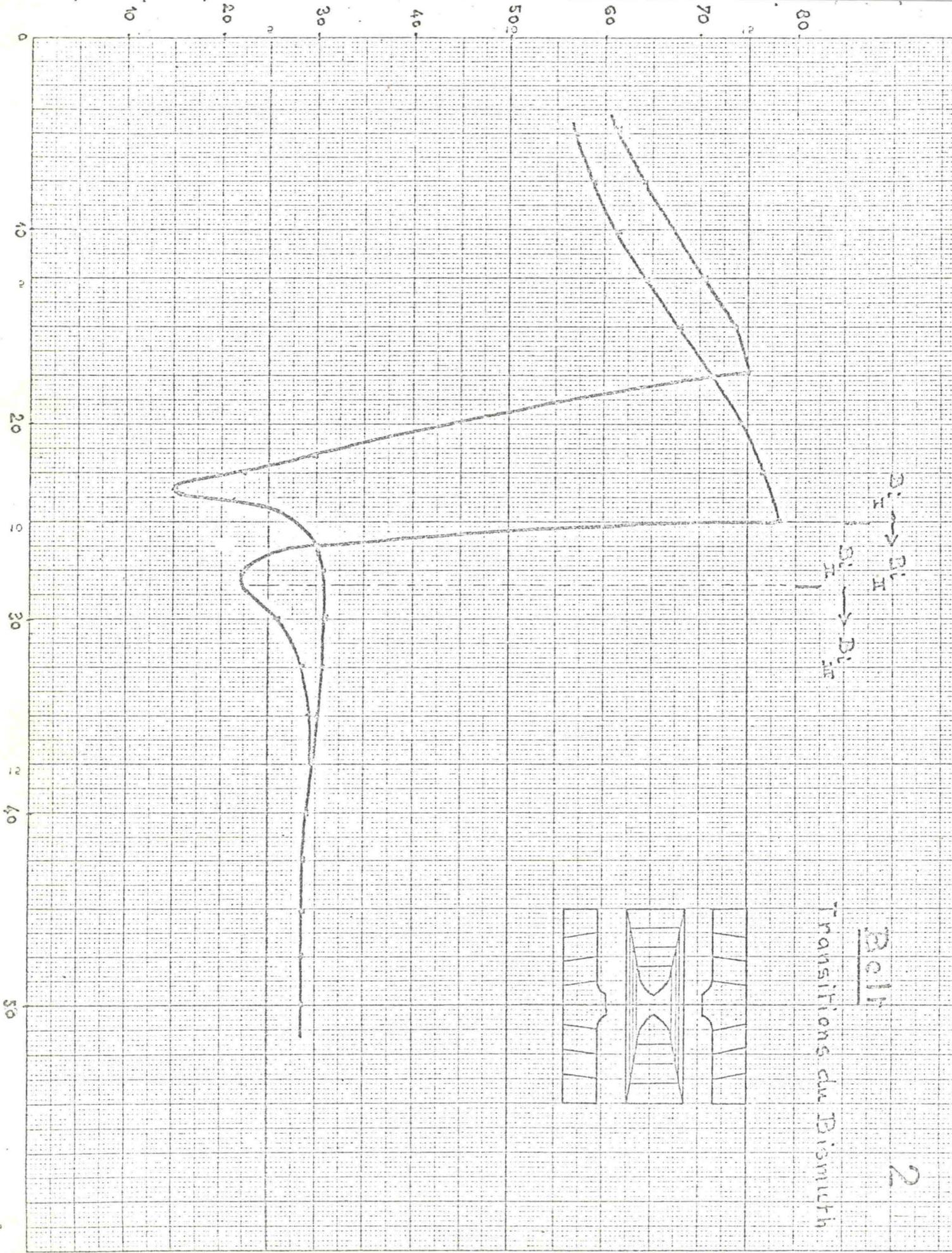
PISTON UNIQUE  
 Transitions du Bismuth

1

1<sup>er</sup> cycle  
 2<sup>ème</sup> cycle



R (unités arbitraires)

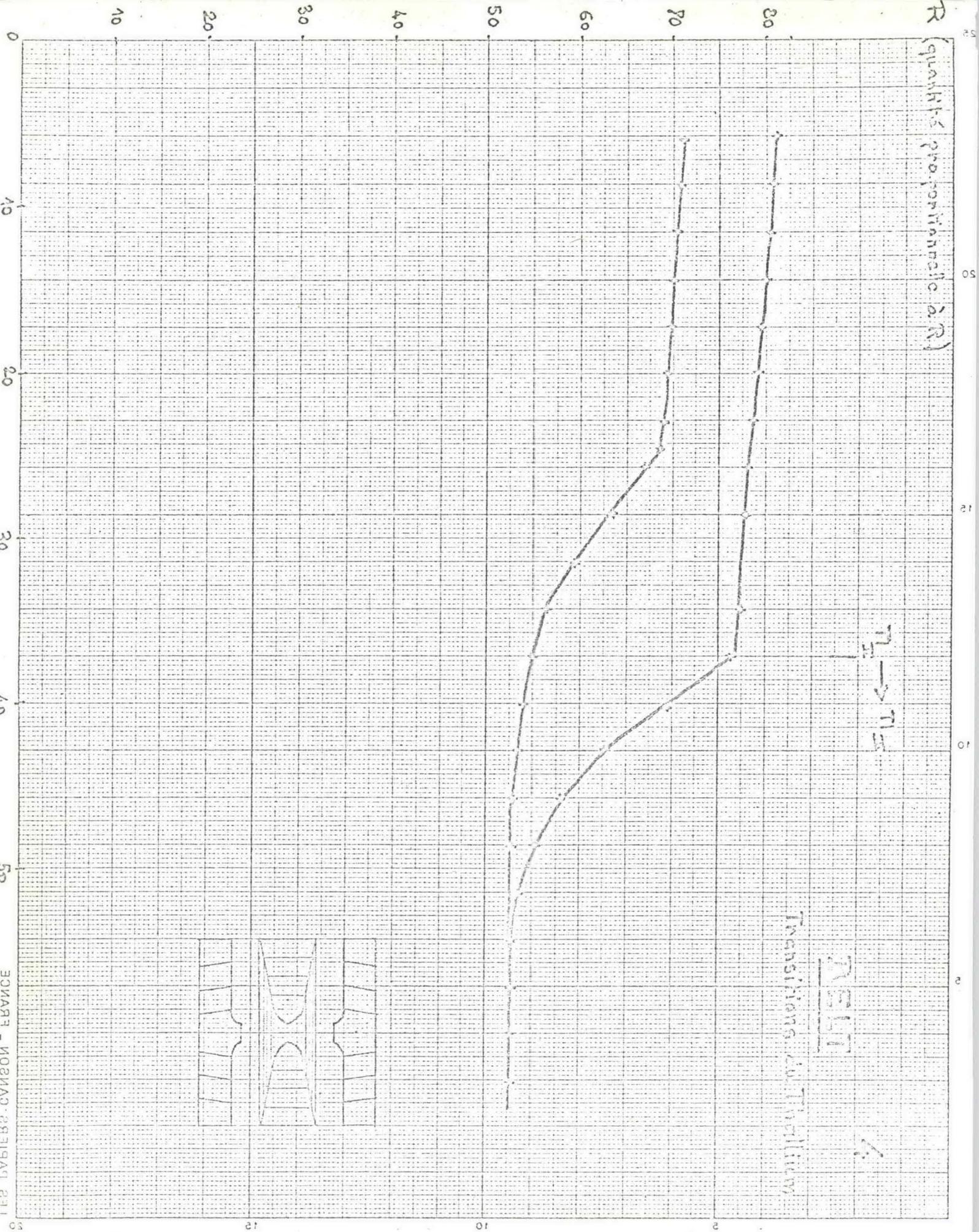


2

$2 \cdot 10^3$  cm.

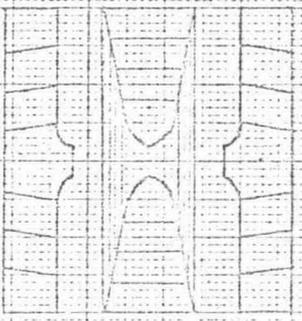


R (quarkts proportionale  $\Delta R$ )

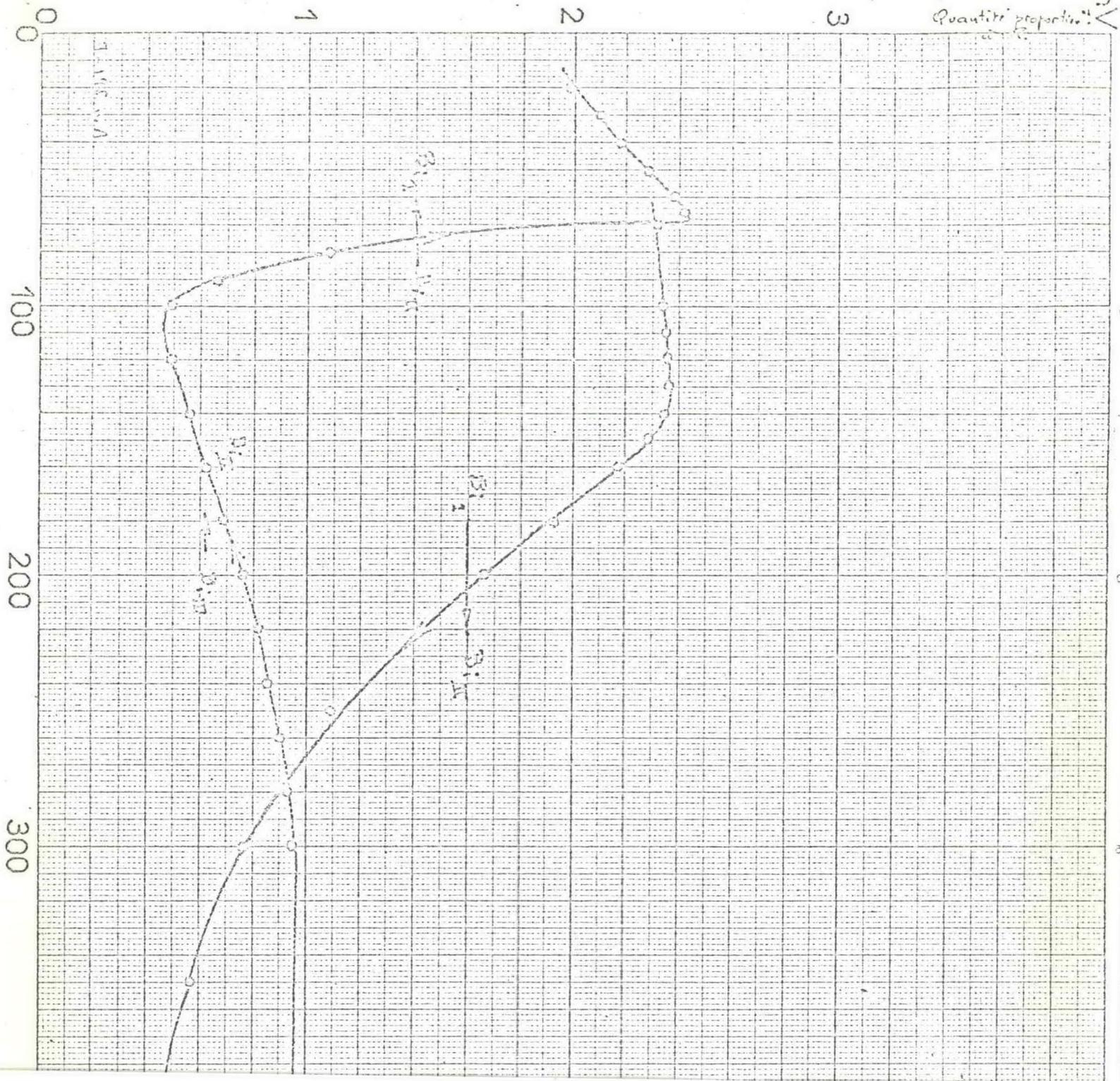


REBIT

Transitions zu T(11111)



ESNARE - NOSIND - SPENAV 211  
P. 103 dfm.



# BELT CONIQUE

6

Transition de Thalium

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

0,3

$T_{II} \leftarrow T_{Ic}$

$T_{II} \leftarrow T_{Ic}$

0,2

25

200

400

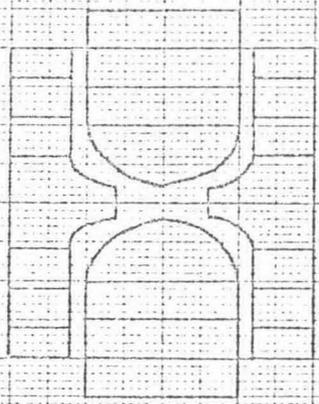
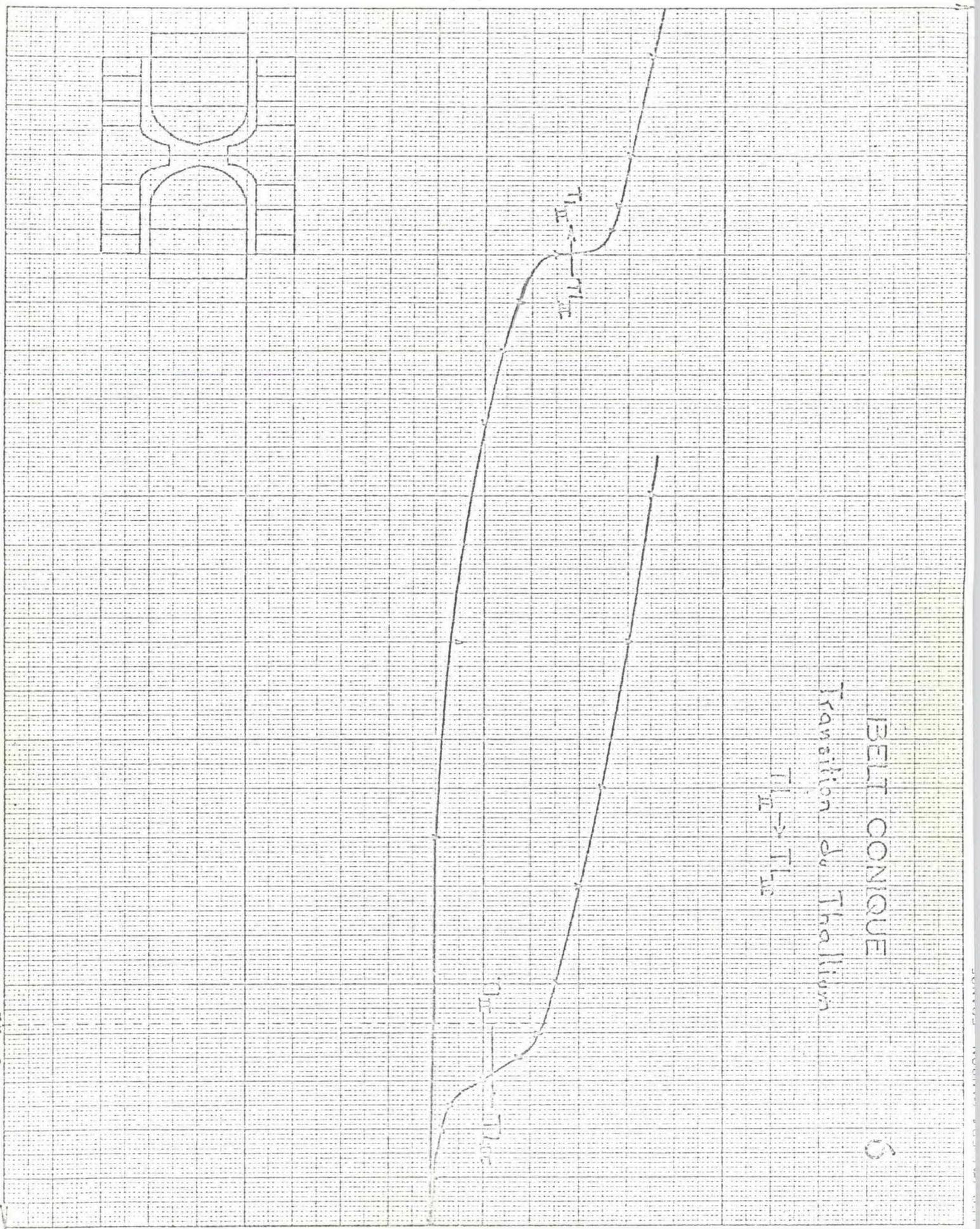
500

600

37 KJ Pression réelle

700

Transition Privaire  $K_{g,conv}$



5

10

15

20

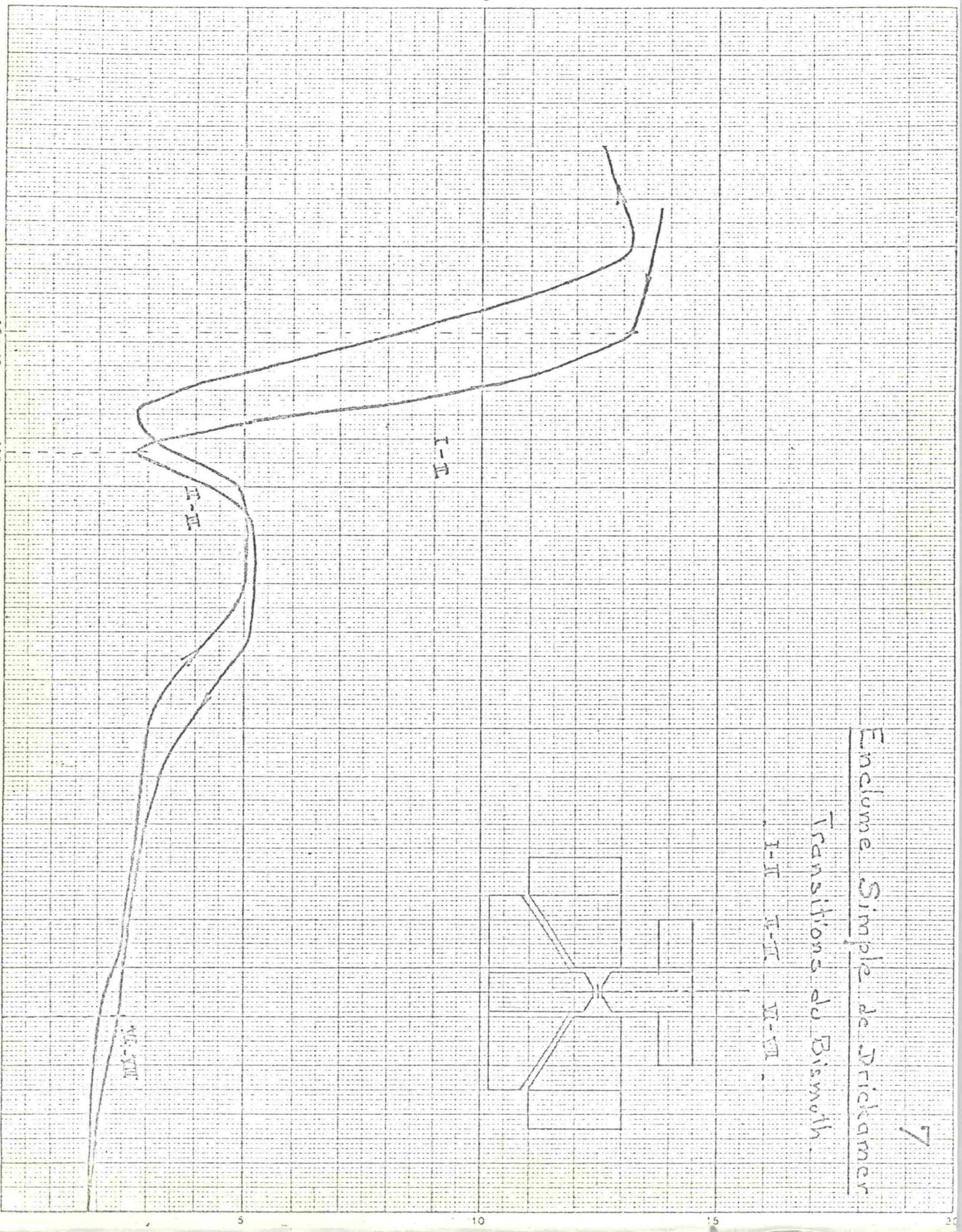
0 2 4 6 8 10 12 14 16 18 20

0 100 200 300 400 500

0 100 200 300 400 500

0 100 200 300 400 500

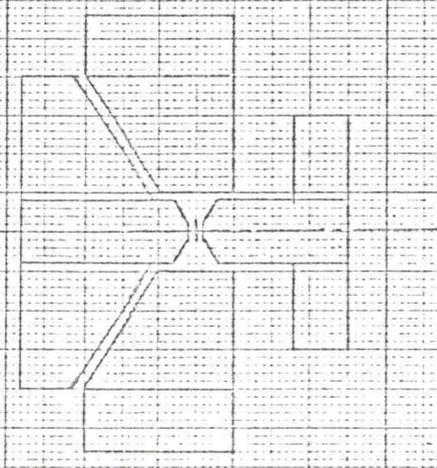
0 100 200 300 400 500



Enclume Simple de Driekamer

Transitions du Bismuth.

I-II III-IV

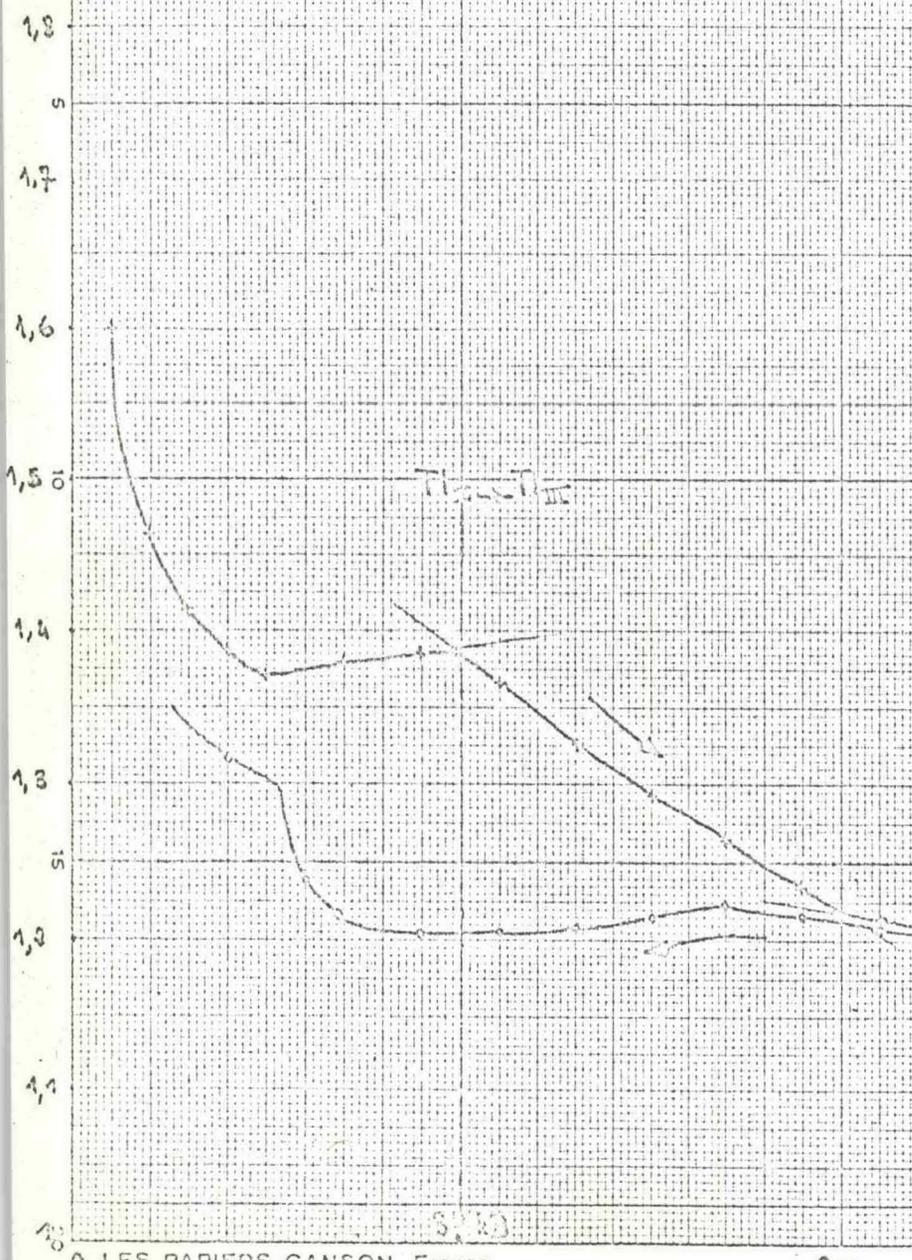
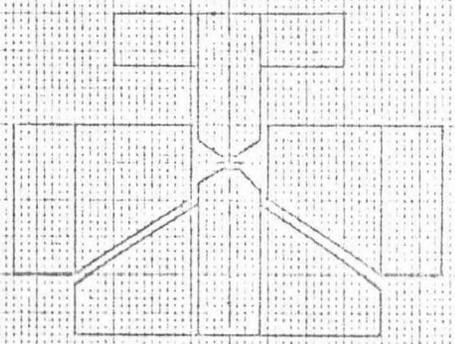


Quantité proportionnelle  $\lambda^2$

# ENCLUME SIMPLE

8

Transition II-III du Thallium à 20°C.



ENCLUME TÉTRAÉDRIQUE

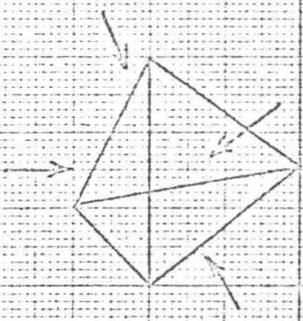
9

Bismuth

Manganèse

Bismuth

Manganèse



Transitions du Bismuth  
 $\lambda_0 = 200 \text{ m}\mu$

5

20

15

20

10

50

5

10 T

Foote

100

100

100

Résistances de contact

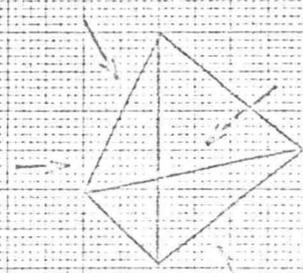
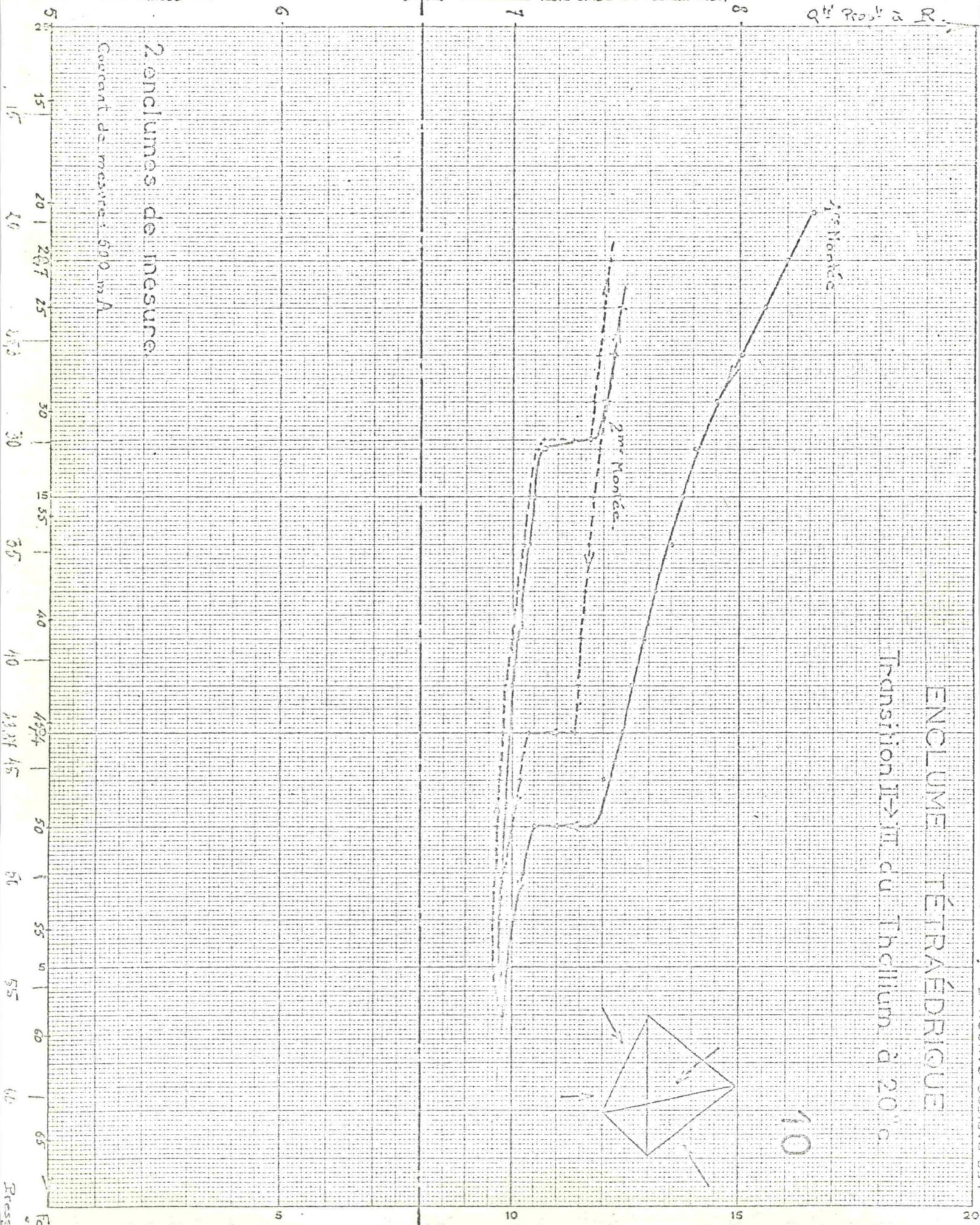
Résistance de l'échantillon

9<sup>th</sup> Prod. à 20

2 enclumes de mesure

Courant de mesure: 500 mA

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



10

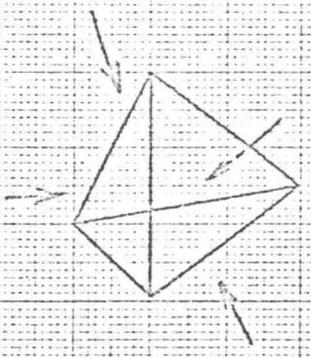
For on Resist

# ENCLUME TÉTRAÉDRIQUE

## Transition I→II du Thallium à 20°C

3<sup>me</sup> Montée (courbes arrêtées de 24h sous 20T)

11



Enclumes de mesure

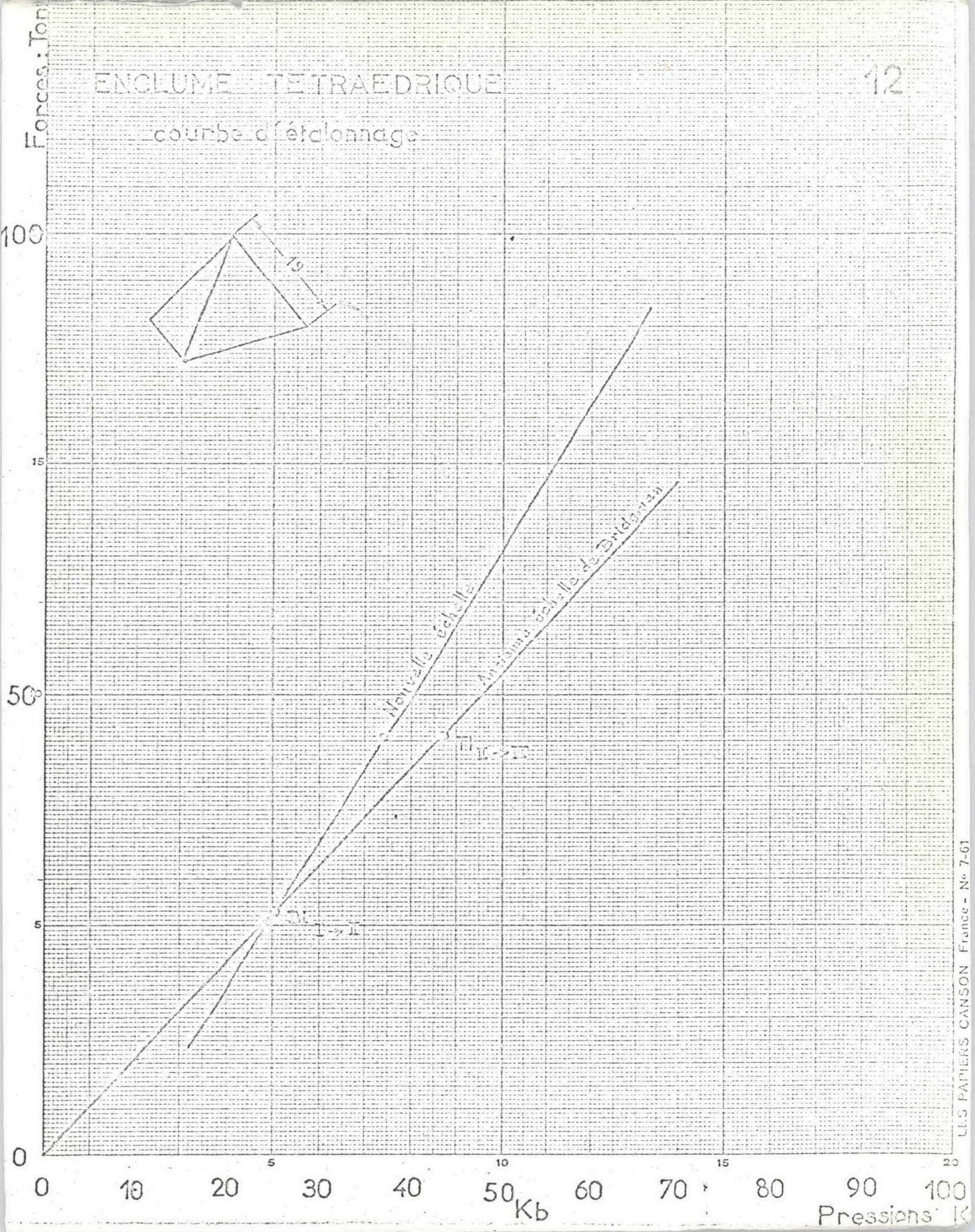
Courant de mesure : 2,65 A

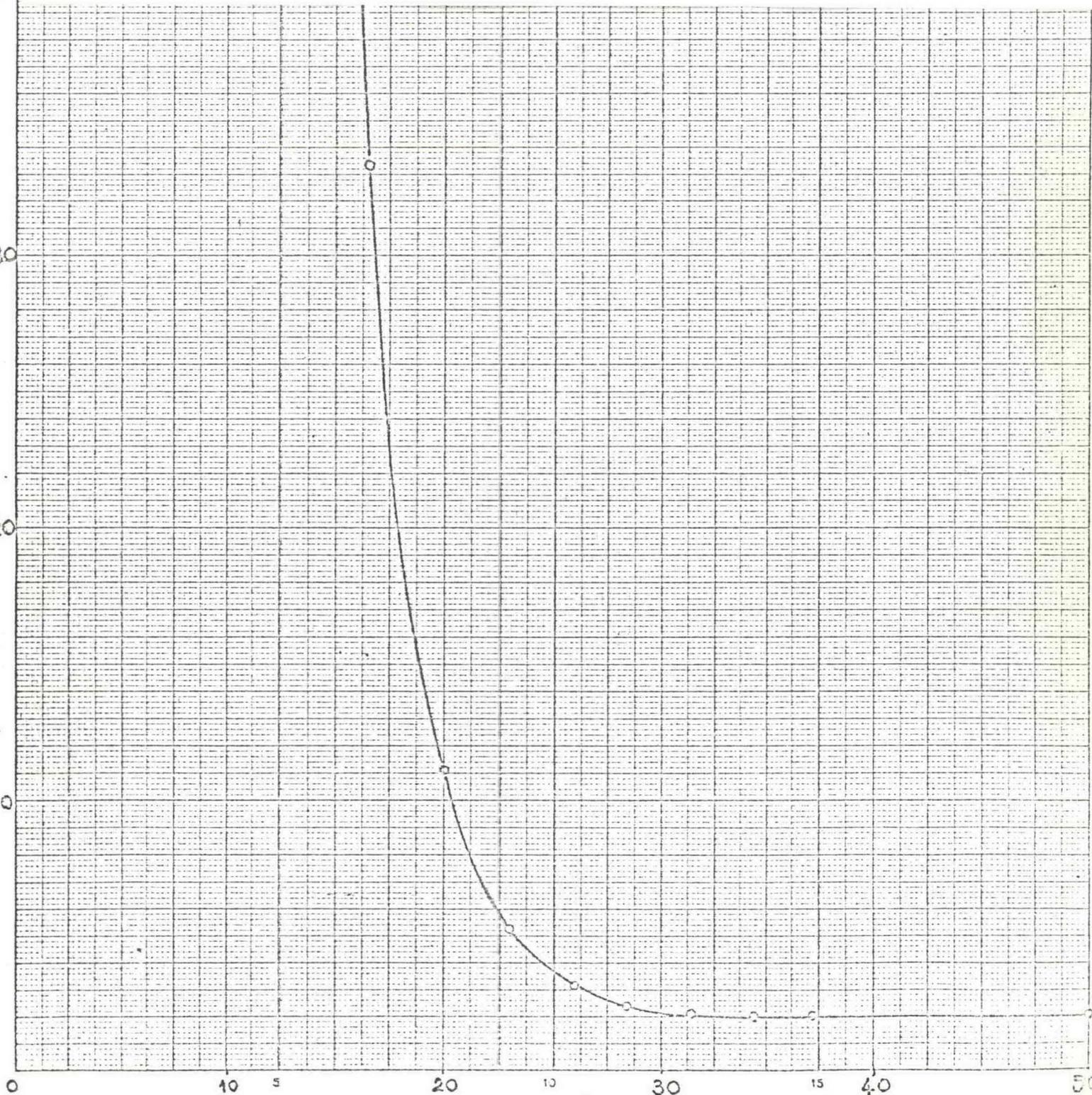
19.7 15 20 25 30 35 40 45 50 55 60  
19.7 19.5 19.3 19.1 18.9 18.7 18.5 18.3

PRESS

# ENCLUME TETRAEDRIQUE

courbe d'étalement





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

Groupe Hautes Pressions

4/4/63

ETUDE SYSTEMATIQUE  
D'UN APPAREIL GENERATEUR DE HAUTES PRESSIONS STATIQUES DANS UN MILIEU SOLIDE

• • •

Le "Belt" à pistons tronconiques

M. CONTRE

" Intrandum est in rerum naturam et  
penitus quid ea postulet,  
pervidendum".

CICERON, (De finibus V. 16)

- PLAN DE L'ETUDE -

- I.- Introduction
- II.- Constitution d'une cellule haute pression
- 1°/ Le corps cylindrique
  - 2°/ Les joints
  - 3°/ Choix d'une substance pour la cellule
- III.- Etude systématique
- 1°/ Intérêt et but d'une telle étude
  - 2°/ Description de l'appareil utilisé
  - 3°/ Montage expérimental adopté
  - 4°/ Mode opératoire
  - 5°/ Résultats expérimentaux - Discussion.
- IV.- Conclusion.

## S O M M A I R E

-----

L'introduction d'un milieu transmetteur solide dans le domaine des hautes pressions statiques, due en grande partie aux travaux de P.W. BRIDGMANN, ne s'est produite que tardivement. Des considérations de compressibilité et de friction interne président au choix de ce milieu solide.

Ce choix fait, il importe de connaître l'influence de différents paramètres sur le comportement de la cellule haute pression, afin de se placer dans les meilleures conditions de rendement.

La reproductibilité de la pression est aussi très importante pour l'établissement d'une courbe d'étalonnage, d'où l'intérêt d'étudier le mécanisme de formation des joints et la stabilité.

Une étude systématique de ces problèmes, tout en portant sur un matériel bien défini, permet de tirer des conclusions générales.

## I.- INTRODUCTION

Les très hautes pressions statiques présentent un intérêt indéniable, tant pour la recherche scientifique que pour l'industrie. Pour beaucoup, leur importance est liée à la réussite de la synthèse du diamant ; c'est pourtant là un aspect bien restreint. En Physique, en Chimie, en Géophysique, en Médecine, même, leur contribution est aussi fructueuse que celle des hautes températures, des ultravides ou des sources à hautes énergies.

Certains laboratoires sont d'ores et déjà parvenus à maintenir des substances à des pressions égales et même supérieures à 200.000 atmosphères. Dans de telles conditions, les forces d'interaction atomique de la plupart des solides sont contrebalancés. L'action combinée de la température permet d'obtenir de nombreuses transformations et synthèses qui, parfois, sont thermodynamiquement stables dans les conditions normales : la synthèse du diamant en est un exemple. La réalisation de matériaux plus durs permet aussi le perfectionnement des appareils générateurs des hautes pressions eux-mêmes.

L'obtention de ces pressions nécessite un appareillage parfaitement étudié du fait des contraintes énormes auxquelles il est soumis. La littérature donne de nombreux exemples de réalisation, mais la plupart du temps, les tours de mains et les particularités de montage sont passés sous silence. Pour éviter un tâtonnement hasardeux et un choix empirique des paramètres, nous avons entrepris une étude systématique qui, tout en faisant le point sur les possibilités d'un appareil bien déterminé, doit nous permettre de tirer des conclusions plus générales.

La réalisation de pressions élevées et par surcroît hydrostatiques, au sein d'un solide n'est à priori pas très logique. Des trois états : gazeux, liquide, et solide, le plus dense et le moins hydrostatique est le dernier. Ainsi, l'eau à la température ambiante bout sous une pression de 20 mm de mercure, devient liquide à la pression normale et solide sous 7 à 8 000 atmosphères. L'état solide apparaît donc comme le résultat final d'une compression.

Gaz et liquides transmettent la pression d'une manière parfaitement hydrostatique et c'est à eux que l'on pense tout d'abord comme milieu transmetteur des pressions. Leur utilisation présente néanmoins de grosses difficultés notamment en ce qui concerne l'étanchéité des cellules. La pression est réalisée le plus souvent au moyen du déplacement d'un piston dans un cylindre. Les charges appliquées sur le piston sont forcément limitées par la tenue mécanique de celui-ci. Pratiquement on ne peut guère dépasser 30.000 kg/cm<sup>2</sup> dans ce genre d'appareil.

C'est au Dr P.W BRIDGMAN que l'on doit l'originalité de l'introduction dans ce domaine du milieu solide. Bien d'autres savants avant lui ont essayé de soumettre des solides, notamment des poudres à des compressions : WARTMANN, (1859) AMAGAT (1869). SPRING (1880) fut des premiers à atteindre des pressions de l'ordre de 7.000 kg/cm<sup>2</sup> ; avant BRIDGMAN, la pression la plus élevée atteinte, ne dépassait pas 10.000 kg/cm<sup>2</sup> (1904) EVE et ADAMS obtinrent 22.000 kg/cm<sup>2</sup> en 1907. C'est donc à juste titre que l'on qualifie BRIDGMAN de "pionier" car son oeuvre dans le domaine des hautes pressions est colossale. Rappelons qu'elle lui a valu le Prix Nobel de Physique en 1946. Grâce à l'enclume \*

---

\* Enclume : terme couramment utilisé pour désigner les parties d'un appareil qui sont directement en contact avec la zone de très haute pression.

qui porte son nom, il a atteint des pressions de l'ordre de 200.000 kg/ cm<sup>2</sup>. Son appareil, simple, se composait de deux pistons tronçonniques qui, dans leur déplacement l'un vers l'autre, comprimaient un disque de catlinite (pipestone) contenant l'échantillon (fig. 1).

Cet appareil fut repris et modifié par différents chercheurs. HALL lui fit subir, lui aussi, un certain nombre de transformations qui le firent aboutir à l'appareil dit "Belt" (fig. 2)<sup>(2)</sup> instrument de la réussite de la synthèse du diamant en 1953. Avec ce genre d'appareil on dépasse couramment la pression de 100.000 kg/ cm<sup>2</sup> dans un volume de quelques millimètres cube.

DRIGKAMER a porté cette limite à 600 000 kg/cm<sup>2</sup> avec un appareil dérivé de l'enclume de BRIDGMAN, mais, dans un volume plus faible (fig. 3)<sup>(2)</sup>.

L'introduction du milieu solide dans le domaine des hautes pressions a effectué une véritable révolution puisque la limite supérieure des pressions obtenues en laboratoire est passée de quelques milliers d'atmosphères à des centaines de milliers. Les progrès réalisés en métallurgie sur les aciers spéciaux et les matériaux nouveaux, très durs, tel que le carbure de tungstène, l'alumine fritté et le borazon, ont également contribué à étendre le domaine de ces pressions.

A noter que les matériaux qui entrent dans la composition des enclumes travaillent à des taux très supérieurs à leur résistance à la compression qui est au mieux pour les aciers très durs 250 kg/mm<sup>2</sup> et pour le carbure de tungstène 400 kg/mm<sup>2</sup>.

Comment se fait-il alors que l'on puisse réaliser des pressions plus de 10 fois supérieures à leur limite ?

C'est ce que nous verrons plus loin.

## II.- CONSTITUTION D'UNE CELLULE HAUTE PRESSION

Parmi les nombreux appareils générateurs de haute pression nous allons examiner l'âme du dispositif imaginé par le Dr H.T. HALL : le "Belt" (\*). Nous ne décrirons pas en détail cet appareil (fig. 2) qui est constitué de 2 enclumes ou pistons ( $P_1$ ), ( $P_2$ ) qui se déplacent l'un vers l'autre en comprimant une cellule (C) enserrée dans une chambre annulaire (A). Pistons et chambre sont en carbure de tungstène.

La cellule (fig.4) qui nous intéresse plus particulièrement ici, peut être décomposée en trois parties.

- le joint supérieur
- le corps cylindrique
- le joint inférieur.

l'ensemble est de révolution autour de  $yy'$  et présente une symétrie par rapport au plan perpendiculaire à  $yy'$  en O.

Le corps cylindrique renferme le volume laboratoire.

Nous parlerons plus loin des matériaux qui entrent dans la fabrication de cette cellule. A priori, disons qu'il s'agit d'un agglomérat de grains très fins et durs. Ce solide est le milieu transmetteur de la pression.

Sous l'action des efforts axiaux  $F_1$ ,  $F_2$ , les pistons  $P_1, P_2$  compriment l'ensemble de la cellule et se rapprochent l'un de l'autre. Le frottement des grains du solide entre eux - "friction interne" - et le frottement de ces mêmes grains sur les surfaces des enclumes et de la chambre créent un gradient de pression. Cello-ci augmente progressivement de l'extérieur vers l'intérieur: c'est ce que nous cherchions.

---

(\*) "Belt" mot anglais qui signifie ceinture, anneau.