

Classification
 Physics Abstracts
 0.632

APPAREILLAGE HAUTE PRESSION HYDROSTATIQUE $0 < P < 40$ kbar BASSE TEMPÉRATURE $500 \text{ K} > T > 1,4 \text{ K}$

R. DELAPLACE, G. MALFAIT et D. JÉROME

Laboratoire de Physique des Solides (*),
 Université Paris-Sud, Bât. 510, 91405 Orsay, France

(Reçu le 30 septembre 1975, accepté le 27 novembre 1975)

Résumé. — Nous présentons une enceinte de pression *double étage* en acier, destinée aux expériences sous hautes pressions hydrostatiques $0 < P < 40$ kbar, dans la gamme des températures $1,4 < T < 500$ K. L'étage haute pression utilise la technique des cellules téflon. Nous montrons que, sous certaines conditions, cette cellule fonctionne en joint automatique, tout comme le joint Bridgman, ce qui donne un maximum de garanties en ce qui concerne les problèmes liés à l'étanchéité du liquide sous pression.

Les cycles Pression-Température réalisés sur des jonctions AsGa-Pb et AsGa-Bi, particulièrement fragiles en présence de tout état de contraintes anisotropes, prouvent les bonnes qualités d'hydrostaticité de la pression.

Un volume utile de $1,5 \text{ cm}^3$ sous 40 kbar et un passage électrique comportant 8 fils de mesure, permettent d'envisager l'utilisation de cet appareillage à de nombreuses expériences de physique, sur tous matériaux, aussi fragiles soient-ils.

Abstract. — We describe a double stage steel pressure cell delivering high hydrostatic pressure up to 40 kbar between 500 and 1.4 K. The high pressure stage uses the teflon cell technique. We have shown that under certain circumstances this teflon cell acts as an automatic pressure seal like the Bridgman seal and is therefore very reliable.

Pressure and temperature cycling have been performed with AsGa-Pb and AsGa-Bi junctions which are especially sensitive to the presence of anisotropic stress. The results have proved the good homogeneity of the stress field. The working volume of 1.5 cm^3 at 40 kbar together with the 8 leads electrical feedthrough allows the use of this equipment for numerous experiments even on very fragile samples.

1. Introduction. — Les premiers travaux fondamentaux sur la technologie des hautes pressions ont été développés, pour l'essentiel, par P. W. Bridgman [1]. Les techniques qu'il mit au point lui ont valu d'être l'un des tous premiers expérimentateurs à effectuer des mesures physiques sur des solides, des liquides et des gaz soumis à de très hautes pressions.

Par la suite, de nombreux laboratoires de chimie, de géologie et de physique ont repris les principes de base de ces techniques et les ont adaptés à leurs travaux de recherche, fondamentale ou appliquée.

En physique des solides, l'utilisation de la pression, en tant que paramètre fondamental, s'impose comme le moyen le plus propre et le plus efficace pour étudier l'évolution des propriétés physiques de matériaux, qui se trouvent être intimement liées aux variations des distances interatomiques.

Le plus souvent, les expérimentateurs s'efforcent de faire agir simultanément, sur les matériaux étudiés, les

effets des hautes pressions avec ceux des hautes et basses températures. Du côté des hautes températures on utilise en général des micro fours placés à l'intérieur de la cellule sous pression. On a réalisé ainsi la synthèse du diamant sous $p = 80$ kbar et $T = 1\,700$ K [2].

Pour descendre en température un échantillon sous pression, on thermalise l'ensemble : échantillon + enceinte de pression, dans un cryostat. On peut ainsi descendre à quelques milli-degré K avec des micro bombes et réaliser, par exemple, des expériences d'orientation nucléaire sous pression [3].

Le domaine des pressions et des températures à explorer, la qualité de la pression à réaliser [4] conditionnent le choix du type d'appareillage à utiliser. Ces exigences conduisent à scinder le domaine des pressions en trois catégories.

1.1 DOMAINE DES TRÈS HAUTES PRESSIONS DYNAMIQUES. — Ces pressions sont obtenues par les ondes de choc, provenant en général d'explosifs classiques, dont la propagation conduit à des pressions sensiblement isotropes. On peut ainsi obtenir des pressions de 10 Mbar pendant quelques micro-secondes. Par ce

(*) Laboratoire associé au C. N. R. S. Ce travail a été effectué avec l'aide du contrat D. G. R. S. T. n° 70-02-275.

principe, pression et température ne sont plus deux paramètres indépendants, car le solide se comporte alors de façon adiabatique.

1.2 DOMAINE DES TRÈS HAUTES PRESSIONS STATIQUES. — Dans ce domaine, où pression et température sont deux paramètres indépendants, on peut conserver la pression pendant plusieurs jours sans difficultés particulières.

L'échantillon, noyé dans un milieu transmetteur de pression très plastique mais néanmoins solide, est soumis à une pression d'autant plus proche d'une pression hydrostatique que la résistance au cisaillement de ce milieu est faible. On dit fréquemment que les pressions réalisées dans ces conditions sont quasi hydrostatiques. Les principaux milieux transmetteurs de pression utilisés sont : la pyrophilite, le talc, le chlorure d'argent.

Ces hautes pressions sont obtenues à l'aide de quatre principaux types d'appareillages.

a) Les enclumes de Drickamer (jusqu'à 500 kbar) [5].

b) Les enclumes de Bridgman (jusqu'à 250 kbar) [6].

Leur adaptation aux très basses températures a notamment permis de mettre en évidence que certains éléments deviennent supraconducteurs sous pression [7].

c) Les appareils en ceintures, ou *Belts* développés par Hall [8] aux Etats-Unis, qui peuvent atteindre 150 kbar.

Plus récemment les enclumes en diamant avec joints toriques métalliques ont été utilisés avec succès par différents groupes jusqu'à 150 kbar [9].

d) Les appareils tétrahédriques [10], à enclumes multiples, actionnées ensemble par un vérin hydraulique ; ils donnent des performances sensiblement équivalentes aux *Belts*.

Avec ces appareils les variations en température s'effectuent, le plus souvent, après montée en pression à la température ambiante.

1.3 DOMAINE DES HAUTES PRESSIONS STATIQUES. — C'est celui où les pressions peuvent être parfaitement hydrostatiques. Les échantillons sont alors soumis à des contraintes parfaitement isotropes. Le fluide utilisé peut être :

— *Un gaz*, généralement l'hélium ou l'argon, dont la pression limite se situe actuellement vers 15 kbar de par les difficultés techniques que pose le maintien, sans fuites, d'un gaz sous très haute pression. Cependant, un gaz devient le fluide indispensable lorsque les échantillons sont facilement polluables ou que les mesures physiques nécessitent des changements de pression aux basses températures [11]. Avec l'hélium, la pression maximum hydrostatique réalisable est donnée par sa courbe de fusion qui, à titre indicatif, se situe à 14,1 kbar [12] à la température de 77 K.

— *Un liquide*, dont les plus couramment utilisés sont l'isopentane et le mélange, de rapport 1 : 1, isopentane-

alcool isoamilique qui, à la température ambiante se solidifient : pour le premier vers 25 kbar et pour le second vers 40 kbar. Jayaraman [13] a construit un appareillage permettant d'atteindre 40 kbar en pression hydrostatique, mais il ne peut descendre au-dessous de 100 K de par les dimensions de son ensemble. Il obtient ces températures par circulation d'azote liquide autour de sa chambre sous pression.

C'est ce domaine des pressions hydrostatiques que nous avons cherché à développer afin d'étendre notre gamme de pression qui, jusqu'alors était limitée à 17 kbar [14]. La raison pratique de cette limite résultait essentiellement de la résistance mécanique du capillaire souple en acier inoxydable, transmetteur de pression entre le générateur et la bombe placée dans le cryostat.

Cette disposition — générateur, capillaire souple, bombe de pression — s'étant avérée très *commode* aux cours des expériences, nous avons cherché à étendre notre gamme de pression tout en conservant cette facilité de manipulations.

Ceci nous a amené à étudier une enceinte de pression *double étage*. L'étage basse pression, réuni au générateur par le capillaire souple, est relié à l'étage haute pression par un piston différentiel. La technique des cellules téflon a été utilisée dans l'étage haute pression. Les expériences sous pression étant toujours un peu *lourdes*, nous avons particulièrement travaillé la fiabilité de cet ensemble, laquelle est intimement liée au problème de l'étanchéité qui reste le problème tout à fait fondamental des pressions hydrostatiques.

A ce sujet nous avons isolé le liquide sous pression par des joints qui sont toujours automatiques, c'est-à-dire que la pression dans le système assurant l'étanchéité est toujours supérieure à la pression régnant dans le fluide sous pression, quelle que soit la valeur de cette pression.

Actuellement, nous réalisons, sans problèmes particuliers, des pressions allant jusqu'à 40 kbar et nous décrivons des cycles de température depuis la température ambiante, jusqu'à 1,4 K dans un cryostat conventionnel. Nous allons décrire l'ensemble de notre appareillage ainsi que les expériences originales qu'il nous a permis de réaliser.

2. Description du dispositif expérimental. —

L'ensemble de notre enceinte de pression est représentée sur la figure 1. Dans le but d'éclaircir sa description, nous allons la subdiviser arbitrairement en trois parties essentielles de façon à présenter la réalisation et le fonctionnement de chacune d'entre elle. Ainsi nous étudierons successivement : la réalisation de l'ensemble double étage, la description et le principe de fonctionnement des cellules téflon, et, pour terminer, la technique utilisée pour les passages électriques.

2.1 ENSEMBLE DOUBLE ÉTAGE. — Il se compose de deux enceintes vissées I et II au travers desquelles coulisse un piston différentiel en carbure de tungstène (1), de rapport de section : $S_I/S_{II} = 4$ et de