

serrage cellule-chambre réalisé, qui est voisin de 0,1 mm.

Au cours de la descente en température de cet ensemble, qui, rappelons-le, est soumis à un effort sensiblement constant  $F$ , le rapport  $P_1/P_2$  variera comme les variations relatives de  $\chi_1(T)/\chi_2(T)$  mais également comme celle du rapport des coefficients de dilatation thermique  $\lambda_2(T)/\lambda_1(T)$  du téflon et de son contenu. Nous ne pouvons évaluer  $P_1$  avec précision à basse température par ces calculs de par la méconnaissance de ces coefficients. Il semble cependant raisonnable, par le fait que la cellule téflon et son contenu ont vraisemblablement des variations relatives pas trop différentes, de dire que la pression devrait varier assez peu entre la température ambiante et celle de l'hélium liquide. Un étalonnage pourrait d'ailleurs être envisagé à partir de l'étude des variations de la température supraconductrice de métaux tels que le plomb en fonction de la pression qui a été effectuée par ailleurs.

L'obturateur supportant la cellule est en acier Maraging traité à 180 kbar.

**2.2.2 Rôle des différents joints.** — L'ensemble des différents joints représentés sur la figure 3 — joint en bronze, en téflon, en CuBe — ont essentiellement pour effet d'empêcher un éventuel fluage de la cellule lorsque la chambre se dilate sous l'effet de la pression. La bague en carbure de tungstène sert de tampon entre le piston et le CuBe. Nous avons en effet constaté qu'une rupture éventuelle de cette bague préservait le piston.

Le jeu entre la chambre et ces différents joints est voisin de 0,02 mm au montage.

**2.3 PASSAGES ÉLECTRIQUES.** — Parmi différentes géométries possibles nous avons adopté celle utilisée par [18] qui présente l'avantage d'une grande facilité d'exécution. Le passage électrique que nous avons réalisé est représenté sur la figure 7.

Dans notre montage actuel 8 fils de  $\varnothing 0,2$  mm, débouchent à l'intérieur de la cellule. Six d'entre eux, en cuivre, sont réservés à des mesures électriques : deux pour mesurer la pression avec une jauge managane étalonnée et quatre pour des mesures résistives sur les échantillons par la méthode quatre points. Les deux autres fils : l'un en cuivre, l'autre en constantan, forment la soudure à température variable d'un thermocouple Cu-constantan. Ces fils sont noyés dans de la poudre de pyrophyllite selon le processus suivant :

a) Mise en place d'environ 0,3 mm de poudre de pyrophyllite tassée, épousant la géométrie du cône, à l'aide d'un poinçon de même angle.

b) Positionnement des 8 fils à l'aide d'un montage approprié.

c) Mise en place d'une seconde épaisseur de pyrophyllite par le même processus qu'en a) (épaisseur 0,3 mm).

d) Emmanchement du coin. C'est un simple cône, en acier Maraging traité à 180 hbar.

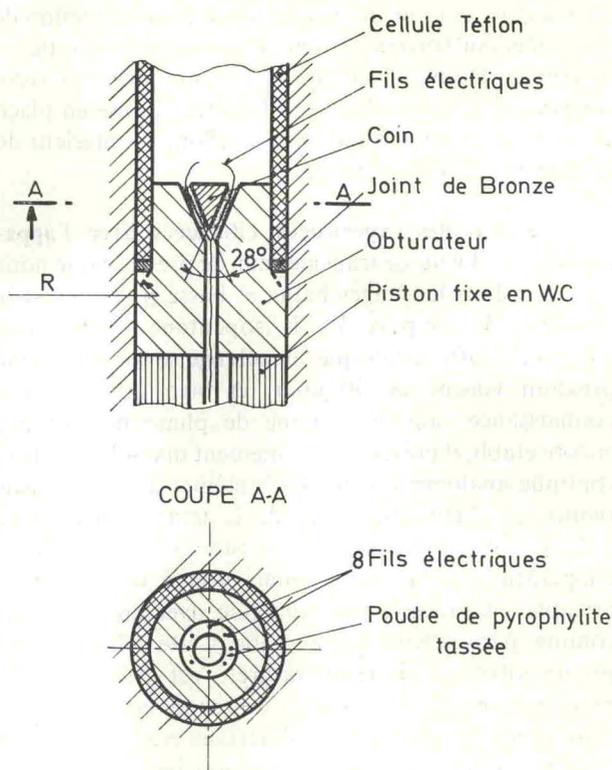


FIG. 7. — Passage électrique.

Nous constatons que ce système fonctionne en joint automatique. La pression de contact obturateur-pyrophyllite, laquelle conditionne l'étanchéité du passage, est assurée au départ par l'effort exercé pour l'emmanchement du coin.

Au cours de la montée en pression, elle est proportionnelle à la pression qui règne dans la cellule.

La réalisation de ces passages demande quelques montages mécaniques pour effectuer la mise en place pyrophyllite-fils-pyrophyllite avant l'emmanchement du coin. Ceux-ci, bien que très simples, sont cependant nécessaires si l'on veut être assuré d'une bonne reproductibilité pour la fabrication de ces obturateurs. On peut d'ailleurs, très certainement envisager des expériences nécessitant plus de 8 fils avec cette technique.

Dans le domaine des pressions réalisées, l'isolement électrique, au cours des montées en pression reste excellent : supérieur à 1 M $\Omega$ .

Il est cependant nécessaire, après un cycle de pression, d'effectuer une passe de tour, sur le diamètre  $\varnothing 15$  de l'obturateur, qui subit un gonflement de 0,1 à 0,2 mm. Il est également constaté, après plusieurs cycles de pression (trois ou quatre) que celui-ci présente une amorce de rupture au voisinage de la partie soumise à la surpression au droit du contact obturateur cellule téflon (selon la ligne pointillée R sur la Fig. 7). Cette rupture, constatée après démontage, n'a jamais constitué une gêne en cours d'expérience. Ceci est vraisemblablement dû au fait que l'obturateur est soumis, sur son pourtour, hormis la surface de l'orifice de passage des fils, à une pression *quasi hydrostatique*.

Le fluage du joint en bronze évite à la cellule téflon de s'extruder au travers du jeu réalisé entre obturateur-chambre, lequel, bien qu'étant minimum, s'avère cependant indispensable pour faciliter la mise en place de l'ensemble, obturateur-cellule téflon, à l'intérieur de la chambre lors du montage.

**3. Résultat des expériences effectuées avec l'appareillage.** — Le fluide transmetteur de pression que nous utilisons dans les étages haute et basse pression est le mélange, de rapport 1 : 1 isopentane, alcool iso-amilique. Outre le fait que ce mélange se solidifie à une pression voisine de 40 kbar, et bien que, à notre connaissance, son diagramme de phase ne soit pas encore établi, il présente certainement une solidification continue analogue à celle des systèmes à deux constituants, car l'enregistrement de la température de ce mélange lors des montées en pression, puis descente en température, ne nous a jamais donné de transition brusque analogue à celle obtenue avec un corps pur comme, par exemple l'isopentane. Cette solidification, sur un intervalle de température, s'est avérée être de première importance lorsque des expériences de physique sont réalisées sur des matériaux particulièrement fragiles comme par exemple les couches minces. Elle minimise vraisemblablement les gradients de pression, qui ne manquent certainement pas de se produire lors de la solidification d'un corps pur.

Nous présentons ci-dessous les résultats de quelques-unes des expériences effectuées avec notre appareillage. Les figures 8 et 9 représentent des enregistrements effectués sur un monocristal de bismuth de  $\varnothing$  1 mm et de longueur 3 mm, montrant les transitions du 1<sup>er</sup> ordre solide  $\rightleftharpoons$  solide du bismuth : Bi I Bi II à 25,4 kbar et Bi II Bi III à 27,5 kbar détectées, pour la figure 8, par une mesure résistive à 4 points et, pour la figure 9, par la détection des chaleurs latentes de transformation obtenue très simplement en collant, à la laque d'argent, le monocristal sur la pointe du thermo-couple cuivre-constantan. La figure 10 représente la variation de la résistance de l'Ytterbium en fonction de la pression, celle-ci étant détectée par la jauge manganine. La tran-

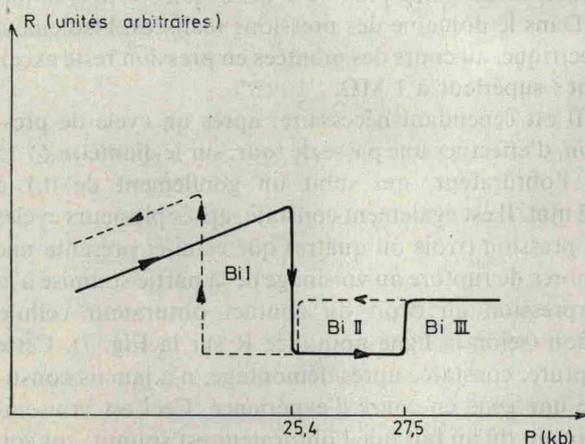


FIG. 8. — Transitions Bi I  $\rightleftharpoons$  Bi II et Bi II  $\rightleftharpoons$  Bi III du bismuth obtenues par la méthode résistive.

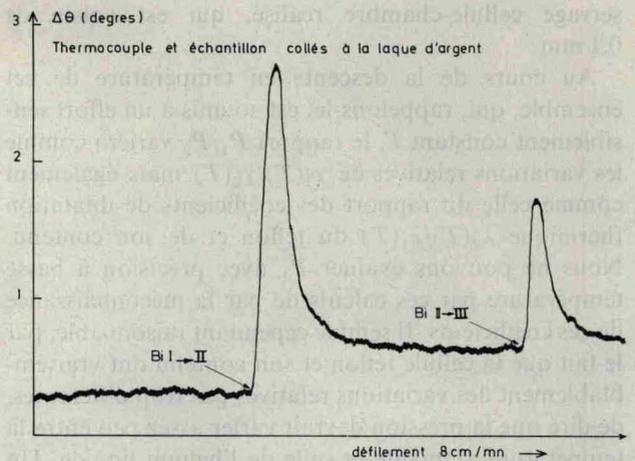


FIG. 9. — Transitions Bi I  $\rightleftharpoons$  Bi II et Bi II  $\rightleftharpoons$  Bi III du bismuth obtenues par l'enregistrement des chaleurs latentes de transformation.

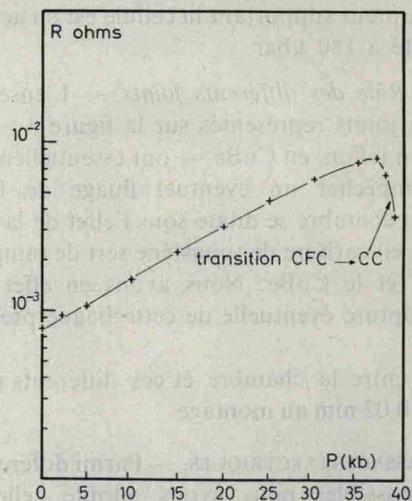


FIG. 10. — Variation de la résistance électrique de l'Ytterbium sous pression. Mise en évidence de la transition C. F. C.  $\rightarrow$  C. C.

sition C. F. C.  $\rightarrow$  C. C. apparaissant vers 38 kbar est en accord avec les résultats obtenus par Mc Whan [20].

Nous avons par ailleurs travaillé sur des couches minces AsGa-Pb et AsGa-Bi [19]. Le parfait état de ces jonctions, particulièrement fragiles à tout état de contraintes non parfaitement isotropes, prouve la très bonne hydrostaticité de la pression ce qui est tout à fait indispensable pour ce genre d'expériences.

Bien qu'il soit assez difficile d'apprécier la valeur de la pression à basse température, on peut cependant penser qu'avec un tel montage, à deux étages, la perte de pression doit être minimum par le fait que le mélange, côté basse pression, se solidifie à une température plus basse que celui du côté haute pression et qu'il est alors possible de maintenir une pression constante dans cet étage à l'aide du générateur de pression.

On peut négliger la contraction thermique du milieu compresseur entre le point de solidification et la température de l'hélium liquide (lorsqu'on évalue la pression à la jauge manganine). Cette hypothèse est justifiée