

APPAREIL DE PRESSION HYDROSTATIQUE POUR MESURES ÉLECTRIQUES JUSQU'À 17 KBAR A TRÈS BASSE TEMPÉRATURE (*)

G. DELPLANQUE, G. MALFAIT, M. RIEUX et D. JÉROME

Laboratoire de Physique des Solides (**),
Faculté des Sciences, 91, Orsay

(Reçu le 12 mai 1970)

Résumé. — Nous décrivons un ensemble : cellule de pression hydrostatique, cryostat permettant de faire des mesures de résistivité entre 1,2 °K et 300 °K jusqu'à 17 kbar, et d'effet Hall jusqu'à 16 kbar à la température de l'hélium liquide.

Le milieu transmetteur de pression est habituellement de l'isopentane, mais on peut aussi utiliser l'hélium. Cet ensemble est d'une utilisation pratique et sûre. Il a permis d'effectuer une étude de la transition métal-isolant dans l'Ytterbium sous pression.

Abstract. — We shall describe an equipment : pressure vessel-cryostat for resistivity measurements under hydrostatic pressure up to 17 kbar. between 1.2 and 300 °K and Hall effect measurements at liquid helium temperature.

The pressure medium is usually isopentane. We could as well work with helium. This very convenient equipment has been used for the study of the metal to insulator transition in Yb under pressure.

I. Introduction. — L'objet de cet article est de décrire un ensemble cryostat-enceinte de pression qui a été construit en vue de servir à des mesures sous pression hydrostatique jusqu'à 17 kbar dans un large domaine de températures (1,2 °K-300 °K). Les expériences possibles avec cet ensemble sont : des mesures de résistivité sur des métaux ou des mesures magnétiques telles que effet Hall, magnétorésistance, effet de Haas van Alphen et résonance magnétique jusqu'à 20 kgauss.

La seule manière d'obtenir une pression hydrostatique sur l'échantillon étudié consiste à placer cet échantillon dans une enceinte de pression. Un fluide comprimé contenu par l'enceinte transmet la pression à l'échantillon.

Les fluides couramment utilisés sont soit des liquides (alcools ou isopentane), soit des gaz comme l'hélium ou l'argon [1]. La pression de fusion de l'isopentane à 300 °K est comprise entre 20 et 30 kbar suivant les auteurs. Par contre l'hélium dans les mêmes conditions ne se solidifie qu'à des pressions supérieures à 100 kbar.

Dans l'appareil que nous décrivons, le fluide est comprimé dans l'enceinte de pression à la température ambiante. L'enceinte est ensuite refroidie provoquant la solidification du fluide comprimé. Le principe de notre appareillage est très proche de celui utilisé par

Langer et Warschauer [2] ou Goree et Scott [3]. Le fluide liquide ou gaz est comprimé jusqu'à 17 kbar dans un multiplicateur de pression relié à l'enceinte de mesure par l'intermédiaire d'un capillaire haute pression flexible.

Il y a d'autres méthodes permettant d'obtenir des hautes pressions hydrostatiques à basse température. Citons la méthode de « clamp » où le fluide est comprimé directement dans l'enceinte à température ambiante à l'aide d'un dispositif piston-cylindre. Le piston pénétrant dans l'enceinte est alors bloqué. L'enceinte est séparée de la presse et placée dans un cryostat à basse température [4]. Les avantages de la méthode du multiplicateur par rapport à celle du « clamp » sont les deux genres : d'une part on évite la manipulation dangereuse d'enceintes de pression, d'autre part la méthode du multiplicateur permet de travailler avec de l'hélium gazeux comme transmetteur de pression. A titre indicatif, la pression de solidification de l'hélium à 77 °K est de 14,1 kbar [5]. Le domaine des pressions rigoureusement hydrostatiques est donc déterminé par la courbe de fusion de l'hélium [6].

Lors du refroidissement de l'enceinte de pression, la solidification peut être effectuée soit à volume constant, soit à pression constante si on prend beaucoup de précautions afin que le fluide comprimé se solidifie d'abord dans la cellule et non dans le capillaire [7] [8]. Dans le dispositif que nous décrivons, nous n'avons pas pris jusqu'à présent de précautions spéciales et la solidification s'effectue à volume constant. Nous avons utilisé comme milieu transmetteur soit de l'isopentane, soit de l'hélium.

(*) Ce développement technique a été rendu possible grâce au contrat D. R. M. E. 403-67.

(**) Laboratoire associé au C. N. R. S.

Dans la partie II nous décrivons une enceinte de pression non magnétique pour 17 kbar, dans la partie III l'ensemble cryogénique permettant de travailler à température stabilisée entre 4,2 °K et 40 °K. Nous décrivons enfin dans la partie IV le principe de mesures de résistivité et d'effet Hall sous pression.

II. Enceinte de pression. — Dans un précédent article [9], nous avons décrit l'appareil de pression hydrostatique pour travailler en pression jusqu'à 17 kbar et en température de 300 °K à 2 °K. Une bombe de pression en acier permettait des mesures de résistivité. Dans le but d'effectuer des mesures en champ magnétique nous avons mis au point une enceinte de pression non magnétique en cuivre-béryllium ⁽¹⁾ avec laquelle nous avons pu atteindre des pressions supérieures à 16 kbar.

II.1 ENCEINTE DE PRESSION NON MAGNÉTIQUE. — La figure (1a) décrit l'enceinte de pression, le milieu transmetteur utilisé étant de l'isopentane. Le cuivre au béryllium est traité thermiquement à 140 kg/mm²

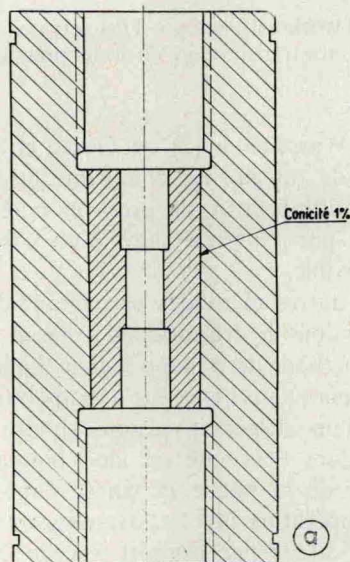


FIG. 1a. — Enceinte de pression non magnétique.

au maximum. Cette caractéristique mécanique et des raisons de sécurité ont conduit à choisir une enceinte à 2 enveloppes frettées. L'âme a été traitée thermiquement à 140 kg/mm² et la frette à 130 kg/mm². Pour déterminer le rayon de l'âme et le serrage, nous avons utilisé les diagrammes de frettage de Huddleston [10]. Pour un diamètre intérieur de chambre de 14 mm, nous avons obtenu un diamètre de l'âme de 41 mm et choisi un serrage de 3/10 mm sur le diamètre. La chambre de mesure a ainsi un volume de 4,5 cm³. Pour le frettage, afin d'éviter de

⁽¹⁾ Berylco 25, de Beryllium Corporation.

chauffer trop fortement la pièce extérieure, l'âme et l'alésage de la frette ont été usinés avec une conicité de 1 %.

Cette enceinte est restée plusieurs fois en pression au-dessus de 15 kbar pendant plusieurs jours et nous n'avons pas noté de déformation permanente des enveloppes.

II.2 PASSAGES ÉLECTRIQUES. — Lors des premières expériences, les obturateurs et passages électriques en cuivre-béryllium étaient semblables à ceux décrits dans [9]. Cependant nous avons constaté que l'obturateur des 4 passages électriques sous fortes pressions se creusait au niveau des joints au droit de chaque passage et gonflait d'environ 4 à 5/10 mm dans la partie cylindrique située derrière les joints. Ces déformations étaient à l'origine de fuites brusques lors des montées en pression au-dessus de 13 kbar et des difficultés pour extraire l'obturateur de l'enceinte après montée en pression. Nous avons attribué ces déformations à l'affaiblissement provoqué par les 4 passages électriques. Nous avons préféré une nouvelle disposition : (Fig. 1b) les cônes des passages sont inclinés de 20° sur

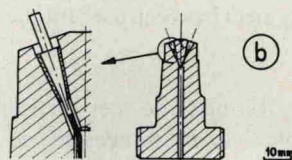


FIG. 1b. — Disposition des passages électriques dans l'obturateur.

l'axe de l'obturateur et les fils électriques passent ainsi dans un trou unique central de 2 mm de diamètre. D'autre part cette disposition permet d'augmenter le nombre des passages sans affaiblir notablement la tête de l'obturateur. Nous avons pu conserver pendant plusieurs jours une pression supérieure à 16 kbar avec ce type d'obturateur sans noter de déformation permanente importante.

En conclusion, avec cet équipement nous avons pu effectuer de nombreuses expériences d'effet Hall et de magnétorésistance en pression et à froid et nous avons obtenu des performances équivalentes à celles réalisées avec des enceintes en acier sans noter de déformations importantes aux pressions les plus élevées.

III. Cryogénie. — Nous décrivons un cryostat à température réglable entre 4,2 °K et 50 °K fonctionnant avec l'enthalpie de l'hélium pour des mesures de résistivité dans l'enceinte de pression. La température de l'enceinte est réglable par un dispositif de régulation automatique commandé à partir d'une diode en arsénure de gallium utilisée comme capteur. La température est stabilisée à mieux que 0,1 °K près. La consommation d'hélium liquide est de 0,3 à 0,55 l par heure en régime permanent.