APPAREIL DE PRESSION HYDROSTATIQUE POUR MESURES ÉLECTRIQUES

constituées de fils de cuivre et de fils supraconducteurs liés avec de l'indium. Le raccordement sur la bobine est également réalisé avec de la soudure d'indium.

La consommation pour le refroidissement de la bobine et de l'enceinte de 77 °K à 4,2 °K est de 8 1 d'hélium liquide. La consommation du cryostat avec le courant maximum parcourant la bobine est de 0,4 1 d'hélium liquide par heure soit 300 mwatts.

IV. Mesures électriques. — La chambre de mesure de l'enceinte de pression a pour dimensions 13 mm de diamètre et 30 mm de longueur environ. De plus pour les mesures d'effet Hall, le champ magnétique est perpendiculaire à l'échantillon, ce qui conditionne les dimensions très réduites et la forme de ce dernier qui doit s'inscrire dans une circonférence de 12 mm de diamètre maximum. Sur l'échantillon (Fig. 6) sont



(1) et (2) Prises de courant. (3) et (4) Voltage Hall. (3) et (5) Voltage résistif.

disposées des prises pour le voltage résistif et le voltage Hall sur lesquelles sont soudés électriquement par point des fils de cuivre de 0,2 mm de diamètre. Les prises ③ et ④ servant à mesurer le voltage Hall sont autant que possible perpendiculaires à l'axe de l'échantillon afin d'annuler le signal résistif. La méthode de découpage se fait en une seule opération parélectroérosion. L'échantillon est maintenu dans la chambre par un support en téflon fixé sur un des obturateurs (Fig. 6).

IV.1 MESURES DE RÉSISTIVITÉ. — La résistivité est mesurée par la méthode à 4 points en courant continu ou en courant alternatif basse fréquence (30 Hz).

En courant continu, le potentiel est mesuré par une méthode de zéro à l'aide d'un pont potentiométrique Tinsley (0,1 V à 0,1 μ V en 5 décades). Le courant est mesuré par le même appareil et une résistance étalon de 0,1 Ω .

Le courant alternatif est délivré par le générateur d'oscillations d'un détecteur synchrone (PAR 122) travaillant en mode interne. Ce courant commande un amplificateur qui sort un courant de 100 à 300 mA crête à crête qui est envoyé à l'échantillon (Fig. 7). La mesure du potentiel est faite par le détecteur synchrone relié à l'échantillon par l'intermédiaire d'un transformateur (PAR AM 1) dont la fonction est triple :



FIG. 6b. — Montage de l'échantillon dans l'enceinte.
(a) Echantillon. (b) Porte-échantillon. (c) Obturateur. (d) Immobilisation des fils par bourrage. (e) Vis de serrage. (f) Enceinte de pression.

— isoler du circuit mesure la masse correspondant à l'entrée du signal de la détection synchrone ;

— multiplier la tension reçue de l'échantillon dans un rapport d'environ 100 ;

— ramener l'impédance de source à une valeur proche de l'impédance optimale pour le bruit à la fréquence considérée.



FIG. 7. — Schéma de la mesure en courant alternatif.

Il faut noter que les conducteurs du circuit de mesure situés en amont du transformateur (notamment les descentes dans le cryostat) doivent avoir une résistance assez faible devant celle du primaire du transformateur (60Ω) pour conserver une valeur maximale au signal.

Dans cette méthode, la calibration est effectuée par comparaison avec les valeurs de résistance mesurées en courant continu. L'intérêt du courant alternatif est

735

de pouvoir enregistrer les variations de résistance de l'échantillon avec le champ magnétique.

IV.2 MESURE DU VOLTAGE HALL. — La mesure de l'effet Hall s'effectue en courant alternatif selon le dispositif décrit ci-dessus pour la résistivité. La difficulté de cette mesure sur les métaux réside dans le fait que l'effet Hall est très faible (10⁻⁹ m³/cb environ dans l'Ytterbium) et le signal peut si on ne prend pas de précautions devenir inférieur aux signaux parasites. Ces derniers déphasés d'environ 90° par rapport au signal Hall sont dus aux inductions mutuelles entre le circuit courant et le circuit potentiel et aux vibrations des fils de courant. Ils peuvent être éliminés en éloignant le plus possible les 2 circuits, en torsadant les deux conducteurs d'un même circuit et en immobilisant les conducteurs du circuit courant dans la zone du champ magnétique. Le bruit aléatoire qui se superpose au signal est d'environ 20 nanovolts et vient pratiquement du transformateur.

V. Conclusion. — Nous avons décrit un équipement pour mesures électriques et magnétiques sous pression hydrostatique. Cet appareil a permis de faire l'étude de la transition métal-isolant dans l'Ytterbium et les alliages Yb-Ba [12, 13]. Des pressions de 17 kbar ont été atteintes et maintenues sans fuites pendant plusieurs jours. Pour les expériences sur l'Ytterbium, nous avons utilisé l'isopentane comme transmetteur de pression. Le refroidissement de l'enceinte à volume constant conduit à une perte de pression de 4 kbar à la solidification estimée par une jauge située dans l'enceinte de pression [14]. Malgré tout, en procédant à un refroidissement suffisamment lent (10 °K/heure), nous n'avons pas remarqué d'écart à l'hydrostaticité dans les mesures à basses températures. Nous avons pu travailler avec de l'hélium comme transmetteur de pression seulement jusqu'à 11 kbar pour des raisons de sécurité et changer la pression à la température de l'azote liquide. Le domaine de travail avec l'hélium comme transmetteur sera étendu très prochainement jusqu'à 17 kbar.

Nous avons décrit un ensemble cryogénique pour mesures de résistivités dont le principe de fonctionnement est basé sur l'évaporation d'un bain d'hélium liquide (source froide) et l'échauffement d'une résistance au sommet de l'enceinte de pression (source chaude). Des températures entre 4,2 °K et 40 °K stabilisées à mieux que 0,1 °K près ont été atteintes.

Nous avons donné une description détaillée du montage des échantillons dans l'enceinte de pression ainsi que des obturateurs utilisés pour les mesures d'effet Hall sur des métaux.

L'utilisation de l'appareillage de mesures magnétiques sous pression sera étendue prochainement à l'effet de Haas van Alphen et à la résonance magnétique nucléaire.

Remerciements. — Nous tenons à remercier particulièrement D. Lefur pour l'aide aimable qu'il a toujours voulu nous accorder et l'intérêt constant qu'il a porté à cette réalisation.

Bibliographie

- [1] BRADLEY (C. C.), High pressure methods in Solid State Research Butterworths, London, 1969.
- [2] LANGER (D.) et WARSCHAUER (D. M.), Rev. Sci. Instrum., 1961, 32, 32.
- [3] GORÉE (W. S.) et SCOTT (T. A.), J. Phys. Chem. Solids, 1966, 27, 835.
- [4] ITSKEVICH (E. S.), VORONOVSKII (A. N.), GAVRILOV (A. F.) et SUKHAPAROV (V. A.), Cryogenics, 1967.
- [5] LANGER (D. W.), J. Phys. Chem. Solids, 1961, 21, 122.
- [6] DUGDALE (J. S.), Suppl. Nuovo Cimento 1958. Vol. IX, Série X, 27.
- [7] O'SULLIVAN (W. J.) et SCHIRBER (J. E.), Phys. Rev., 1966, 151, 484.

- [8] SCHIRBER (J. E.), Physics of Solids at high pressures. Ed. Tomizuka C. T.
- Emrick R. M., Acad. Press. New York, 1965. [9] MALFAIT (G.) et JEROME (D.), *Rev. Phys. Appl.*, 1969,
- 4, 467. [10] HUDDLESTON (R. L.), ASME 1964, Symposium on
- high pressure technology.
- [11] LAURIAT (J. P.) et PERIO (P.), Rev. Phys. Appl., 1968, 3, 185.
- [12] JÉROME (D.) et RIEUX (M.), Compte rendu de la conférence de Physique du Solide sous pression, Grenoble 1969 C. N. R. S.
 - RIEUX (M.) et JÉROME (D.), à paraître 1970.
- [13] JULLIEN (R.) et JÉROME (D.), J. Phys. Chem. Solids, à paraître.
- [14] RIEUX (M.), Thèse de 3^e Cycle, Orsay 1970.