

MÉTROLOGIE. — *Détermination des pressions élevées aux basses températures : étalonnage d'une cellule pour spectrométrie Raman à 4,2 K et sous pression.* Note (*) de M^{lles} Denise Fabre, Marie-Madeleine Thiéry et M. Boris Vodar, présentée par M. René Lucas.

Une méthode de détermination de pression basée sur la variation d'une fréquence de luminescence, principalement développée récemment pour des mesures aux températures normales, a été étendue aux basses températures (4,2 K) en utilisant la luminescence des fenêtres mêmes de la cellule. Discussion des résultats.

L'exploitation des résultats sur les propriétés physiques de solides aux basses températures en fonction de la pression nécessite la connaissance soit de la densité, soit de la pression, qui sont généralement difficilement accessibles. Dans le cas actuel il s'agit d'expériences réalisées à l'aide d'une cellule de type piston-cylindre (*fig. 1*) munie de quatre

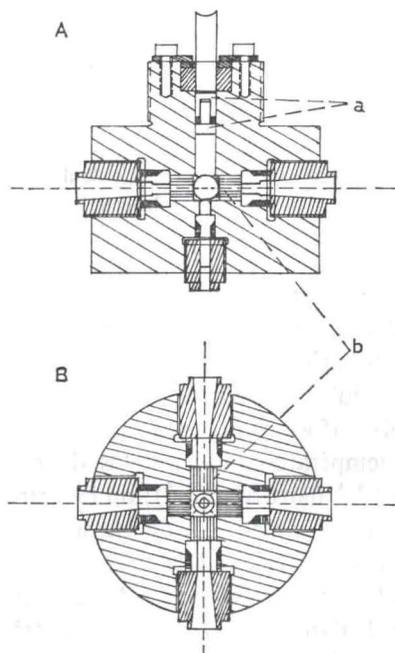


Fig. 1. — Cellule de mesure.

A, courbe verticale; B, coupe horizontale; a, piston; b, fenêtre de saphir.

fenêtres en corindon (saphir blanc) analogue à celle utilisée en infrarouge (¹). Étant donné qu'un appareil de ce type n'est pas adapté à une mesure directe de la densité, notamment en raison de la présence des fenêtres, nous discuterons ici uniquement la détermination de la pression.

Dans le cas d'études d'absorption en infrarouge de l'hydrogène solide, la pression était déterminée *in situ* par l'observation du déplacement du bord d'absorption d'un semi-conducteur (GaSb) noyé dans l'échantillon ⁽²⁾. Cette méthode n'est cependant applicable que dans le domaine spectral infrarouge.

On sait que la difficulté principale de la détermination de la pression aux basses températures vient des frottements, et que l'on est obligé de recourir à la méthode des cycles selon Bridgman [⁽³⁾, ⁽⁴⁾]. On dispose ainsi d'un moyen d'étalonnage applicable à un détecteur dont le signal sera utilisé comme repère de pression dans des expériences ultérieures dont les conditions se prêtent mal à la réalisation de cycles de pression.

Nous avons d'abord tenté de repérer la pression dans la cellule par ses effets sur le spectre Raman librationnel des fenêtres; mais l'intensité de diffusion du saphir est trop faible pour permettre des mesures précises. En revanche, la fluorescence des fenêtres,

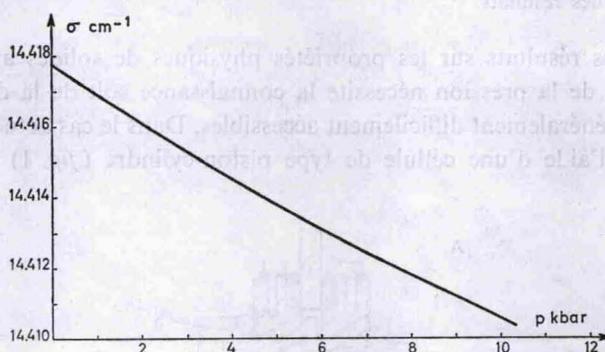


Fig. 2. — Courbe d'étalonnage. σ = nombre d'onde de la raie de fluorescence R_1 des fenêtres de saphir; p = pression dans la cellule.

excitée par la lumière incidente, a une intensité notable et son déplacement spectral sous l'effet de la pression peut être mesuré avec précision. La méthode utilisée rejoint alors celle de Barnett, Block et Piermarini ⁽⁵⁾ qui utilisent les raies de fluorescence R_1 et R_2 d'un rubis introduit dans la cellule : l'étalonnage de ce détecteur a été fait à température ambiante à l'aide de points fixes (fusion ou transition de phase solide) et n'est pas directement utilisable à très basse température. Les raies R du rubis correspondent aux transitions ${}^2E - {}^4A_2$ de l'ion Cr^{+++} dans Al_2O_3 ⁽⁶⁾; on les retrouve dans le spectre de fluorescence des fenêtres de saphir qui renferment du chrome à l'état de trace : nous avons vérifié que leur largeur est alors plus faible, à la même température, que dans le cas d'un rubis; en outre, à 4,2 K, seul se peuple, au cours de la première étape de désexcitation, le niveau inférieur de 2E , et il n'apparaît que la raie R_1 , très fine : la largeur du profil enregistré se réduit à la largeur instrumentale ($0,8 \text{ cm}^{-1}$).

La courbe étalonnage (fig. 2) a été établie en prenant comme milieu transmetteur de pression, de l'hélium solide pour assurer des conditions de pression hydrostatiques; en effet, si l'on déplace le piston à 4,2 K sur de l'azote, par exemple, très peu plastique à cette température, la contrainte uniaxiale se conserve et entraîne un dédoublement de la raie R_1 (fig. 3). La valeur de la pression portée sur la figure 2 a été prise selon la référence ⁽⁴⁾ comme correspondant à la moyenne des charges dans les cycles de compression et décompression; l'on doit noter que cette valeur moyenne est très voisine (± 40 bar)