

High Temperatures - High Pressures, 1969, volume 1, pages 339-356

Presse spéciale à enclumes hexaédriques

M. Contré

Commissariat à l'Énergie Atomique, Centre de Bruyères-le-Châtel, Groupe Hautes-Pressions,
B.P.511, 92 Montrouge, France
Received 9 April 1969

Abstract. The design and performance of a new hexahedral press are described. The symmetry elements of the compressed solid, in the shape of an isosceles hexahedron with an unobstructed mirror plane, are ideally suited to transmission and reflexion X-ray diffraction studies. The press allows these studies to be carried out at high and low temperatures under very favourable conditions. The pressures obtained are comparable with those reached in tetrahedral or cubic presses. Calibration curves for three different anvil sizes are given. The optimisation of the cell volume, and the homogeneity and distribution of pressure are discussed in detail.

Résumé. Une presse hydraulique originale à enclumes hexaédriques est décrite. Les éléments de symétrie du solide comprimé qui est un hexaèdre-isoceles possédant un plan de symétrie dégagé, sont parfaitement adaptés aux études de diffraction des rayons X en transmission et en réflexion. Cette presse offre en outre la possibilité de faire ces études à haute et basse températures dans de très bonnes conditions.

Les pressions réalisées sont comparables à celles obtenues dans les presses tétraédrique et cubique. Les courbes d'étalonnage pour trois tailles différentes d'enclumes sont présentées. L'optimisation du volume de la cellule, l'homogénéité et la répartition de la pression sont étudiées en détail.

Introduction

Les appareils qui permettent les études de diffraction des rayons X sous pression en milieu transmetteur solide peuvent se classer en trois catégories suivant qu'ils dérivent:

- 1 des appareils à chambre et piston cylindriques (Jamieson, 1961; Jamieson et Lawson, 1962a)—dispositif de Kasper ou de Boyd
- 2 de l'enclume de Bridgman—dispositif de Jamieson et Lawson (1962b) et de Drickamer *et al.* (1964) ou enclume diamant du NBS (Weir *et al.*, 1962)
- 3 des enclumes polyédriques—tétraèdre de Hall *et al.* (1963, 1964), ou de Zeitzlin (1961).

La première catégorie d'appareils permet d'engendrer des pressions hydrostatiques qui ne dépassent guère 25 à 30 kbar. Les deux autres catégories d'appareils offrent la possibilité d'atteindre et même de dépasser 100 kbar mais les conditions d'obtention de la pression sont très différentes. Si l'enclume de Bridgman se prête assez bien à une application aux techniques de diffraction des rayons X par les poudres (Debye-Scherrer), le caractère uniaxial de la compression, ainsi que les gradients de pression dans la cellule nuisent à la précision des résultats qui est de l'ordre de 0,05 à 0,005 Å. Par contre, le plan d'analyse parfaitement dégagé et la petitesse du dispositif sont des facteurs intéressants.

Les dispositifs polyédriques, tétraédriques ou cubiques, du fait de la multiplicité des axes de poussée engendrent des pressions plus homogènes et permettent des études à très hautes températures. Par contre, ils sont encombrants et l'équipement de diffraction des rayons X, souvent solidaire du bâti, est d'un réglage délicat car les joints ne sont pas coplanaires. C'est pourquoi la précision n'excède pas 0,002 à 0,001 Å.

C'est dans le double but d'obtenir à la fois une pression homogène et un plan d'analyse complètement dégagé que l'appareil décrit ci-après a été réalisé. De cette