Cuve haute pression à fenêtres en diamant pour spectroscopie d'absorption en infrarouge lointain (16 à 250 cm⁻¹)

Ph. Marteau, H. Vu, B. Vodar

► To cite this version:

Ph. Marteau, H. Vu, B. Vodar. Cuve haute pression à fenêtres en diamant pour spectroscopie d'absorption en infrarouge lointain (16 à 250 cm⁻¹). *Revue de Physique Appliquée*, 1969, 4 (4), pp.463-465. 10.1051/rphysap:0196900404046300 . jpa-00243311

HAL Id: jpa-00243311

<https://hal.science/jpa-00243311>

Submitted on 1 Jan 1969

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

CUVE HAUTE PRESSION A FENÊTRES EN DIAMANT POUR SPECTROSCOPIE D'ABSORPTION EN INFRAROUGE LOINTAIN (16 à 250 cm^{-1})

Par PH. MARTEAU, H. VU et B. VODAR,

Laboratoire des Hautes Pressions, C.N.R.S., 1, place A.-Briand, 92-Bellevue.

(Reçu le 27 juin 1968, révisé le 7 mai 1969.)

Résumé. — L'étude spectroscopique des fluides comprimés sur tout le domaine spectral du spectromètre pour infrarouge lointain de Lecomte et Hadni (Cameca SI 36) (16 à 250 cm^{-1}) conduit à réaliser une cuve haute pression à fenêtres en diamant. La cuve comporte un système de serrage élastique contrôlé des fenêtres. Le trajet optique est entièrement assuré par des guides de lumière sous vide. On décrit un système de refocalisation du faisceau lumineux sur le détecteur à la sortie du guide.

Abstract. — In order to study compressed fluids throughout the entire frequency range of the Lecomte and Hadni far infrared spectrometer (Cameca SI 36), we have found necessary to construct a high pressure cell with diamond windows. We describe in this article the high pressure cell with its accessories, as well as the focalisation of the beam on the detector.

Introduction. — Dans une précédente publication [1], il a été décrit une adaptation du spectromètre pour l'infrarouge lointain de Lecomte et Hadni (Cameca SI 36) en vue d'étudier l'absorption induite dans les fluides comprimés jusqu'à des pressions atteignant 2 000 bars à diverses températures entre 77 °K et 500 °K. Ce montage a permis d'étudier les perturbations apportées par la pression aux raies de rotation pure de quelques molécules et a même été repris par d'autres auteurs [2]. Cependant, la faible transmission des fenêtres en quartz, forcément épaisses pour résister à ces pressions, rend impossible toute étude sous haute pression dans la région allant de 100 à 250 cm^{-1} , alors que des fenêtres en diamant permettent d'utiliser l'appareil sur tout son domaine spectral de 16 à 250 cm^{-1} . La figure 1 représente les transmissions respectives du

quartz et du diamant dans cette région pour une même épaisseur de 5 mm.

Des mesures de résistance à la pression ont été effectuées au laboratoire sur des échantillons de quartz naturel taillé perpendiculairement à l'axe, utilisés comme fenêtres optiques sur des cuves haute pression. Les essais ont été poussés jusqu'à la rupture afin d'évaluer le coefficient de sécurité d'une formule [3] couramment utilisée pour déterminer l'épaisseur de la fenêtre en fonction de la pression maximum et de son diamètre non supporté. Les résultats ont été rassemblés dans une partie d'un mémoire [3]. Il en est résulté que l'épaisseur de quartz devait être telle que la fenêtre n'était optiquement utilisable qu'en dessous de 100 cm^{-1} . L'emploi d'autres matériaux tels que l'iodure de césium ou le polyéthylène ne convient pas non plus ici, que ce soit pour des raisons de transmission ou pour des raisons de résistance mécanique. Enfin, des fenêtres en germanium ou en silicium, qui éventuellement peuvent être utilisées, présentent l'inconvénient notable de ne pas être transparentes au rayonnement visible.

Finalement, la fenêtre en diamant semble devoir être la seule à posséder simultanément toutes les propriétés nécessaires aux études spectroscopiques sous haute pression dans un très large domaine spectral de l'infrarouge lointain : très bonne résistance mécanique, transparence à 65 % à partir de 8 μ (pour le diamant du type II), transparence dans le visible, inertie aux gaz corrosifs (il est à signaler que nous avons pu effectuer avec ces fenêtres des mesures d'absorption sur le fluor comprimé jusqu'à 200 bars) [4].

Étant donné la très grande importance du facteur pression dans les mesures d'absorption et le grand développement actuel de la spectroscopie en infrarouge

FIG. 1. — Transmissions comparées du quartz et du diamant pour une même épaisseur de 5 mm en infrarouge lointain.

lointain, nous décrivons ici une cuve d'absorption pouvant supporter une pression de 2 kbars, à des températures variables entre 77 °K et 500 °K, et équipée de fenêtres en diamant. L'étendue du faisceau étant nécessairement limitée par la taille réduite des fenêtres, nous décrivons un procédé de propagation de ce faisceau à travers des cuves pouvant atteindre 25 cm de longueur, et éventuellement davantage, ainsi que le système de refocalisation sur le détecteur de Golay à la sortie de la cuve.

CUVE HAUTE PRESSION A FENÊTRES EN DIAMANT. — Le schéma de montage des fenêtres en diamant sur la cuve haute pression est représenté sur la figure 2.

FIG. 2. — Cuve haute pression à fenêtres en diamant :

A, Corps de cuve en inox ; B, Arrivée de gaz ; C, Joint en argent plat (épaisseur, 0,1 mm) ; D, Fenêtre en diamant ; E, Bague de centrage ; F, Disque en bakélite ; G, Embase, guide de lumière ; H, Rondelles ressorts ; I, Écrou d'appui sans action directe de serrage ; J, Vis de serrage (six).

Le diamant D possède deux faces planes parallèles et une surface latérale brute, il est serti dans un disque de bakélite F de même épaisseur que lui (5 mm) et dont le seul rôle est d'assurer le centrage de la pierre à l'aide de la bague E. Deux joints plats en argent C (1/10 de mm d'épaisseur, diamètre intérieur 4 mm et extérieur 9 mm) assurent l'étanchéité, à la pression du côté de la cuve A, et au vide du côté de l'embase G. Ils sont maintenus en place grâce à un léger emboutissage sur les alésages internes de la cuve et de l'embase. L'étanchéité se fait sur le diamant seul et en aucun cas sur la bakélite. L'écrou I est amené en butée sur le corps de cuve A. Le serrage progressif très doux des six vis J provoque l'écrasement des rondelles ressorts H qui communiquent sur l'embase, donc sur la fenêtre, une force à peu près proportionnelle à leur écrasement. Bien que le montage ne soit pas autoserreur, l'étanchéité est assurée jusqu'à au moins 2 kbars de pression dans la cuve, car : la surface de diamant sur laquelle s'exerce la pression du fluide comprimé dans la cuve n'étant que de 12,5 mm² (diamètre 4 mm), la force répulsive exercée à 2 000 bars n'est que de 250 kgf. Par ailleurs, pour un écrasement, grâce aux vis J, des

rondelles ressorts égal aux 3/4 de leur flèche, on obtient une force de plaquage du diamant sur la cuve d'environ 750 kgf. Finalement, la fenêtre est plaquée sur ses joints par une force résultante d'environ 500 kgf. La surface d'appui sur le joint étant petite, il se trouve très fortement comprimé et de ce fait assure une bonne étanchéité. Il faut en outre remarquer que l'effort de serrage peut être à tout moment contrôlé.

Il faut noter également que les valeurs numériques de la pression de serrage des diamants sur les joints ne sont pas des valeurs limites imposées par la résistance des diamants. Des expériences antérieures réalisées à basse température ont prouvé qu'il était capable de résister à des efforts mécaniques considérables, tels que, serré fortement entre deux pièces d'inox, il y imprime sa trace sur plus d'un dixième de millimètre de profondeur.

La valeur maximum de la pression admissible n'est pas imposée par le corps de cuve dont le rapport des diamètres intérieur et extérieur peut être augmenté, de sorte que la pression de 2 000 bars à laquelle nous travaillons n'est pas une valeur limite.

Ce montage à serrage élastique s'est révélé efficace à bien des égards :

— Aux basses températures (jusqu'à 77 °K), les rondelles ressorts amortissent la différence de contraction importante entre le diamant et l'acier, évitant ainsi la pénétration, de sorte que, lors du retour à la température ambiante, l'effort de compression subsiste et l'étanchéité est toujours assurée.

— Pour une longueur de 10 cm, le volume n'est que de 1,25 cm³. Le rapport volume interne-longueur optique de la cuve est ainsi particulièrement intéressant pour l'étude des gaz onéreux sous forte densité (phase solide par exemple).

— Les alésages internes de la cuve et des embases servent de guides de lumière. Ils sont dorés intérieurement et ne sont interrompus dans ce montage que par la traversée des fenêtres, d'où un meilleur rendement lumineux.

— Enfin, les forces mises en jeu sont faibles, comparées à celles d'un montage autoserreur avec étanchéité sur embase et permettent un matériel plus léger.

L'intérieur des guides de lumière est maintenu sous vide ou sous une atmosphère d'un gaz rare pour éviter l'absorption atmosphérique. La cuve elle-même est plongée dans un cryostat.

FOCALISATION D'UN FAISCEAU TRÈS OUVERT A LA SORTIE D'UN GUIDE DE LUMIÈRE. — A la sortie du monochromateur, le faisceau est focalisé sur l'entrée du guide de lumière (∅ : 4 mm). Son ouverture est de 60° et se retrouve à la sortie de sorte qu'il a fallu mettre au point un système de miroirs pour refocaliser le faisceau sur le détecteur de Golay. Cette partie du montage est représentée sur la figure 3. Les deux miroirs sont réglés de façon à constituer un système presque afocal, de grandissement très voisin de 1. Certains rayons lumineux peu inclinés sur l'axe ris-

FIG. 3. — Système afocal de deux miroirs pour refocalisation du faisceau sur le détecteur à la sortie du guide de lumière.

quant de se perdre sur l'armature avant du détecteur, on peut remédier à cet inconvénient, soit en plaçant un guide conique sur le détecteur lui-même, soit en diminuant l'ouverture du guide par un très petit cône pour obliger ces rayons à tomber sur les miroirs.

Ce montage à deux miroirs laisse un espace vide entre le guide et le détecteur et permet d'intercaler un miroir plan escamotable pour observation du fluide dans la cuve lors d'une liquéfaction ou d'une solidification à basse température sous haute pression par exemple; tout le compartiment de détection (guide de lumière, miroirs et Golay) se trouve sous atmosphère d'hélium refroidi à la température stabilisée de 15 °C.

Il a en effet été observé des variations de sensibilité du détecteur en fonction de sa température qui s'élève par échauffement propre [3].

Enfin, pour des manipulations à basse température, il y a lieu d'éviter le givrage des fenêtres lors de l'ouverture du spectromètre (changement des réseaux). C'est pourquoi il est rempli alors à une atmosphère d'azote ou d'hélium, l'arrivée du gaz se faisant par le guide de lumière dans lequel une surpression est maintenue pendant tout le temps de l'ouverture. Une deuxième solution également utilisée dans notre montage consiste à isoler cette partie du guide de lumière par une fenêtre mince et à la remplir à 1 atmosphère d'hélium de façon permanente.

Conclusion. — Nous avons réalisé une cuve optique travaillant à 2 kbars, pression suffisante pour nos propres études à l'heure actuelle, mais dont la limite supérieure d'utilisation peut être repoussée. Elle présente l'avantage de pouvoir travailler dans un très large domaine de l'infrarouge lointain, sous pression et à basse température. En fait, cette cuve pourrait être également chauffée pour des études à températures élevées (500 °K). Les longueurs optiques actuellement utilisées vont de 10 à 25 cm mais peuvent largement varier. L'ensemble du montage est actuellement associé à un spectromètre Cameca SI 36 de Lecomte et Hadni et semble pouvoir s'adapter à d'autres modèles de spectromètres. Les résultats obtenus jusqu'à présent ont déjà prouvé son efficacité [5].

BIBLIOGRAPHIE

- [1] MARTEAU (Ph.), VU (H.) et VODAR (B.), *Rev. Phys. Appl.*, 1965, **26**, 215 A.
- [2] POURCIN (J.), BACHET (G.) et COULON (R.), *C. R. Acad. Sci. Paris*, 1967, **264**, 975.
- [3] MARTEAU (Ph.), Diplôme d'Études Supérieures.
- [4] MARTEAU (Ph.), OSTORERO (J.), VU (H.) et VODAR (B.), *Optics communications* 1969, **1**, 31.
- [5] MARTEAU (Ph.), GRANIER (R.), VU (H.) et VODAR (B.), *C. R. Acad. Sci. Paris*, 1967, **265**, 685.
MARTEAU (Ph.), VU (H.) et VODAR (B.), *C. R. Acad. Sci. Paris*, 1968, **266**, 1068.