



HAL
open science

Céramiques et matériaux pour l'optique

Jean-Claude Chervin

► **To cite this version:**

Jean-Claude Chervin. Céramiques et matériaux pour l'optique. Mottin, Stéphane and Lelièvre, Gérard. Matériaux et joints d'étanchéité pour les hautes pressions, 18, MRCT-CNRS, pp.121-148, 2011, Intégrations des savoirs et des savoir-faire, 978-2-918701-04-0. 10.5281/zenodo.400490 . hal-01472114

HAL Id: hal-01472114

<https://hal.science/hal-01472114>

Submitted on 30 Mar 2023

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.



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0 International License

[Cliquer sur le sommaire pour parcourir plus vite ce document.](#)

<u>Céramiques et matériaux pour l'optique</u>	121
<u>1 – Céramiques</u>	121
<u>1 – 1. Céramiques usinables</u>	121
<u>1 – 2. Pyrophyllite</u>	123
<u>2 – Matériaux pour l'optique</u>	124
<u>2 – 1. Saphir</u>	126
<u>2 – 2. Diamant</u>	132
<u>2 – 3. La moissanite</u>	140
<u>2 – 4. Zircon</u>	143
<u>2 – 5. Béryllium</u>	144
<u>2 – 6. Nitrure de bore</u>	146
<u>2 – 7. Autres matériaux pour l'optique sous pression</u>	148
<u>3 – Bibliographie</u>	148

Liens : <https://doi.org/10.5281/zenodo.400490>
<http://www.sudoc.fr/155436619>
<https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-01472114>
<https://hal.archives-ouvertes.fr/INTEGRATIONS/page/materiaux-et-joints-etancheite-pour-les-hautes-pressions>
<https://zenodo.org/communities/integrations>

Référence au format BibTeX :

```
@inbook{10materiaux18_2011,
location = {Meudon},
edition = {{3e éd.}},
title = {Céramiques et matériaux pour l'optique},
isbn = {978-2-918701-04-0},
url = {http://www.sudoc.fr/155436619},
series = {Intégrations [des savoirs et des savoir-faire]},
abstract = {Préface / Dominique Leguillon P. 17. Introduction générale / Patrick Boissinot, Patrick Langlois, Agílio A.H. Pádua P. 21. Introduction au dimensionnement / Agílio A.H. Pádua 1 — Définition du problème 2 — Dimensionnement 3 — Obturateurs 4 — Conclusion P. 31. Frettage et autofrettage / Patrick Langlois 1 — Considérations préliminaires au frettage 2 — Frettage d'une enceinte bloc 3 — Frettage d'une enceinte multibloc 4 — Formulation de l'autofrettage 5 — Modes de réalisation de l'autofrettage 6 — Conclusion P. 55. Méthodes d'éléments finis en calcul de structures élastiques / Joël Frelat 1 — Introduction 2 — Rappel de la formule théorique 3 — Formulation variationnelle 4 — Formulation numérique 5 — Etapes d'une mise en œuvre pratique 6 — Conclusion — Extension aux problèmes non linéaires P. 65. Les matériaux sidérurgiques et les hautes pressions / Jean-Paul Dichtel 1 — Caractérisation mécanique des aciers 2 — Métallurgie des aciers et superalliages 3 — Commentaires : la Directive Européenne Appareils à Pression P. 77. Les métaux non ferreux – Alliage cuivre-béryllium et titane / Jean-Pierre Petitot 1 — Introduction 2 — Le cuivre-béryllium 3 — Le titane P. 85. Les Carbures cémentés (WC)-Co / Emmanuel Pauty 1 — Les procédés de fabrication 2 — Les propriétés des carbures cémentés 3 — Conclusions P. 99. Choix et usinage des carbures de tungstène / Jacques Calzas 1 — Choix des carbures de tungstène 2 — Usinage du carbure de tungstène P. 111. Céramiques et matériaux pour l'optique / Jean-Claude Chervin 1 — Céramiques 2 — Matériaux pour l'optique P. 141. Types de joints et de montage / Roger Argoud et Jacques Roux 1 — Introduction 2 — Généralités 3 — Joints à basse pression 4 — Joints cône sur cône 5 — Joints Bridgman Champignon 6 — Joints annulaires auto-serrés 7 — Joints coniques d'Amagat 8 — Autres joints 9 — Conclusion P. 161. Joints hautes pressions pour la compression de gros volumes solides / Sylvie Le Floch 1 — Joints solides utilisés dans les différents types d'enceintes hautes pressions 2 — Matières premières des joints 3 — Assemblages (HP)-(HT) P. 173. Le matériel standard / Jean-Pierre Petitot 1 — Tubes, conduites et raccords 2 — Les vannes 3 — Quelques types d'enceintes commercialisées 4 — Les générateurs de pression 5 — Le matériel moins standard P. 187. Assemblages haute pression / Gérard Hamel 1 — Montage des raccords de pressions 2 — Montage de quelques passages électriques 3 — Les passages de thermocouple 4 — Les passages optiques, montage des fenêtres 5 — Montage des joints et des obturateurs sur une cellule haute pression P. 197. Usinage / Jean-Pierre Michel 1 — Introduction 2 — Les joints de faible épaisseur 3 — Les bagues anti-extrusion à 45° 4 — Les joints à 45° 5 — Les joints « double Bridgman » 6 — Les joints plats en élastomères 7 — Les joints en indium (étanchéité en hélium et azote liquide 8 — Joints métal-métal type Lens ring 9 — Les passages du courant 10 — Usinage de matériaux exotiques P. 211. Les règles de sécurité / Patrick Boissinot 1 — Dangers présentés par les appareils à pression 2 — Appareils à pression rencontrés dans les laboratoires et facteurs de risques 3 — Principes généraux de prévention et réglementation 4 — Moyens de protection 5 — Conclusion},
pages = {107--137},
number = {18},
booktitle = {Matériaux et joints d'étanchéité pour les hautes pressions},
publisher = {{MRCT}-{CNRS}},
author = {Chervin, Jean-Claude},
bookauthor = {Boissinot, Patrick and Langlois, Patrick and Pádua, Agílio},
editor = {Mottin, Stéphane and Lelièvre, Gérard},
editorb = {Mottin, Stéphane},
editorbtype = {redactor},
date = {2011},
langid = {french},
keywords = {Hautes pressions -- Matériaux, Joints d'étanchéité, Matériaux -- Effets des hautes pressions}, doi = {10.5281/zenodo.400490},
}
```

Céramiques et matériaux pour l'optique

Jean-Claude Chervin

Laboratoire de Physique des Milieux Condensés
Université Pierre et Marie Curie
4 place Jussieu - 75252-Paris Cedex 05

1 – Céramiques

1 – 1. Céramiques usinables

Depuis peu, avec l'apparition des céramiques usinables, on utilise ces matériaux pour la fabrication des enceintes haute pression. Le problème majeur des céramiques usinables est la variation des dimensions avec la température de traitement et d'utilisation.

Les propriétés de quelques céramiques usinables sont résumées dans le Tableau 1.

Tableau 1 – Propriétés physiques de quelques céramiques.

Caractéristiques générales	AL-500 *	AL-300*	AL-995*
Densité (g/cm ³)	3.67	3.76	3.86
Absorption d'eau (%)	0 étanche au vide	0 étanche au vide	0 étanche au vide
Caractéristiques thermiques	AL-500 *	AL-300*	AL-995*
Température limite (°C)	1600	1650	1725
Coefficient de dilatation linéaire (K ⁻¹)	25-200°C : 6.3.10 ⁻⁶ 800-1000°C : 9.1.10 ⁻⁶	6.9.10 ⁻⁶ 9.0.10 ⁻⁶	6.9.10 ⁻⁶ 9.4.10 ⁻⁶
Conductibilité thermique (W/m.K)	20.5	26.8	29.3
Caractéristiques mécaniques	AL-500 *	AL-300*	AL-995*
Dureté Rockwell 45N	78	75	81
Résistance à la compression (MPa)	>2070	>1720	>2070
Résistance à la flexion (MPa)	345	296	310

Caractéristiques électriques	AL-500 *	AL-300*	AL-995*
Rigidité diélectrique(kV/mm)	25.6	43.3	31.5
Constante diélectrique à 10 MHz	25°C : 9.07 500°C : 9.91	9.53 10.14	9.58 10.20
Facteur de perte 10 MHz	500°C : 337.10 ⁻⁴	52.10 ⁻⁴	41.10 ⁻⁴
Résistivité à 25°C (Ω.m)	>10 ¹²	>10 ¹²	>10 ¹²
Résistivité à 600°C (Ω.m)	4.6.10 ⁶	2.3.10 ⁸	6.0.10 ⁶
Caractéristiques générales	Macor*	9020**	9600**
Densité (g/cm ³)	2.52	2.3	3.8
Absorption d'eau (%)	0	2.5	
Caractéristiques thermiques	Macor*	9020**	9600**
Température limite (°C)	1000	650°C-1150°C cuite	1650
Coefficient de dilatation linéaire (K ⁻¹)	400°C : 9.4.10 ⁻⁶ 600°C : 11.10 ⁻⁶	100°C : 2.9.10 ⁻⁶ 600°C : 3.6.10 ⁻⁶	7.7.10 ⁻⁶
Conductibilité thermique (W/m.K)			5.77
Caractéristiques mécaniques	Macor*	9020**	9600**
Dureté Rockwell (45N)			
Résistance à la compression (MPa)		175	420
Résistance à la flexion (MPa)		70	266
Caractéristiques électriques	Macor*	9020**	9600**
Rigidité diélectrique (kV/mm)		25°C-1 MHz 5.3	8
Constante diélectrique à (10 MHz)	10 kHz 5.92		1 MHz 9
Facteur de perte (10 MHz)	25°C-10kHz 30.10 ⁻⁴	25°C-1MH 32.10 ⁻⁴	1 MHz 16.10 ⁻⁴

De nombreuses entreprises proposent leurs services pour la fourniture de céramiques usinables. Vous pouvez contacter:

- pour les céramiques repérées * dans le Tableau 1
METRACERAM - Mme P. Forhan
21, rue G. Lebigot
94815-Villejuif Cedex
Tél : 01 47 26 05 52 – Fax : 01 46 78 29 31.
- pour les céramiques repérées ** dans le Tableau 1
- SPI-KAGER
49, rue du Maire G. Rupp
B.P. 83 STEINSELTZ
67160-Wissembourg
Tél : 03 88 94 94 17 – Fax : 03 88 94 18 44.

1 – 2. Pyrophyllite

Ce n'est pas réellement une céramique. C'est une pierre naturelle extraite en carrière, un silicate d'alumine ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$). Il existe deux types de pyrophyllite, l'une grise provenant d'Afrique du Sud ou d'Australie, appelée plus communément stumatite, et l'autre rouge provenant de l'Utah (USA) d'un site nommé « Pipe Stone » ; les amérindiens s'en servaient pour fabriquer le fourneau de leur « calumet de la paix ».

La pyrophyllite est utilisée dans les ensembles HP quasiment depuis le début de la technologie des enceintes HP, comme isolant électrique, isolant thermique, joint (multi-encumes, Belt,...) et comme milieu transmetteur de pression. Cette pierre est « facilement » usinable par les machines-outils traditionnelles. Pour les faibles épaisseurs, un travail soigné et rigoureux est nécessaire, avec un retrait en cuisson à haute température faible et constant. On réalise des pièces avec des tolérances d'usinage beaucoup plus restreintes que pour les céramiques. Lors de l'usinage, il est conseillé, soit de protéger les parties mobiles des machines-outils, soit d'aspirer directement au niveau de l'outil. Les propriétés de la pyrophyllite sont résumées dans le Tableau 2.

Tableau 2 – Propriétés physiques (stumatite).

Caractéristiques générales	Non cuite	Cuite à 1050°C	Cuite à 1300°C
Structure	presque compacte	presque compacte	compacte
Densité g/cm ³	2.6	2.4	2.5
Absorption d'eau %	1.5...2.0	2...3	0
Caractéristiques thermiques			
Température limite °C		1050	1300
Coefficient de dilatation linéaire K ⁻¹)	6.8 10 ⁻⁶	2.0 10 ⁻⁶	7.2 10 ⁻⁶
	8.3 10 ⁻⁶	2.8 10 ⁻⁶	7.4 10 ⁻⁶
Conductibilité thermique mth/m/h/°C		1.2	2.3
Caractéristiques mécaniques			
Dureté Mohs	2...3	5...6	7...8
Résistance à la traction MPa	5...7	18...20	32...44
Résistance à la compression MPa	60...65	120...150	800...900
Résistance à la flexion MPa	12...15	25...30	80...100
Résilience Joules/cm ²	0.11...0.13	0.18...0.2	0.21...0.25
Module d'élasticité GPa			70...80
Caractéristiques électriques			
Rigidité diélectrique à 50 Hz kV/mm	9...1.	6...7	12...17
Constante diélectrique à 1MHz			6.1
Facteur de perte à 1MHz			86.19 ⁻⁴
Résistivité à 20°C Ω.m	10 ⁷ ...10 ⁸	10 ⁸ ...10 ⁹	10 ¹⁰ ...10 ¹¹
Résistivité à 600°C Ω.m	10 ⁵ ...10 ⁶	10 ⁵ ...10 ⁶	10 ⁴ ...10 ⁵

La pyrophyllite résiste aux alcalis et acides à 20°C, sauf à l'acide fluorhydrique. Pour la réalisation de vos pièces, il est souhaitable d'utiliser le graphe de la Figure 1.

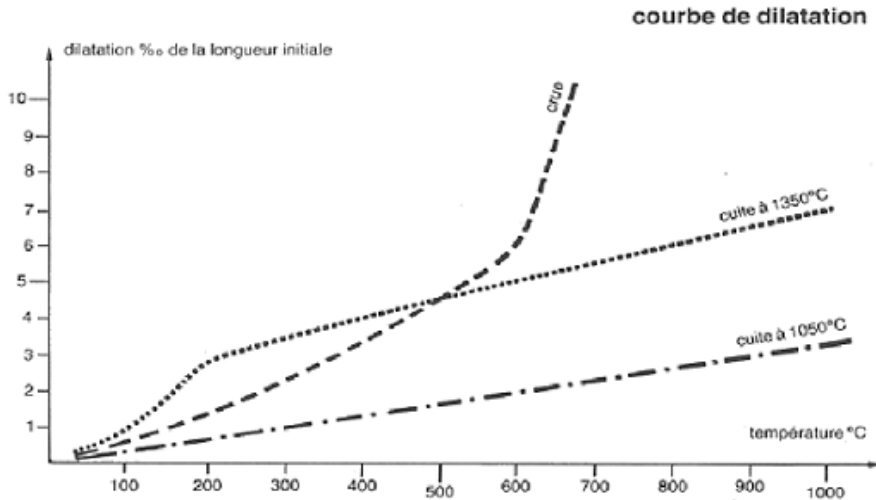


Figure 1 – Courbes de dilatation thermique de la pyrophyllite.

La Société STUMAT peut vous fournir de la pyrophyllite grise, réaliser des prototypes et des petites séries. Contacter :

M. C. Burel
 B.P. 1
 26240 Saint Barthélemy de Vals
 Tél : 04 75 03 96 32 – Fax : 04 75 03 98 06

2 – Matériaux pour l'optique

Nous traiterons dans cette partie de ce que l'on appelle communément les « fenêtres sous pression », qui permettent l'observation visuelle (biréfringence, changement de phase, etc.), ou les mesures optiques au sens large (Raman, Brillouin, absorption visible et Infra-rouge, absorption X et neutrons, diffraction X et neutrons). Dans la Figure 2 sont indiquées quelques possibilités de montage des fenêtres sous pression. Le module d'élasticité et la dureté de matériaux utilisés en hautes pressions sont comparés dans la Figure 3.

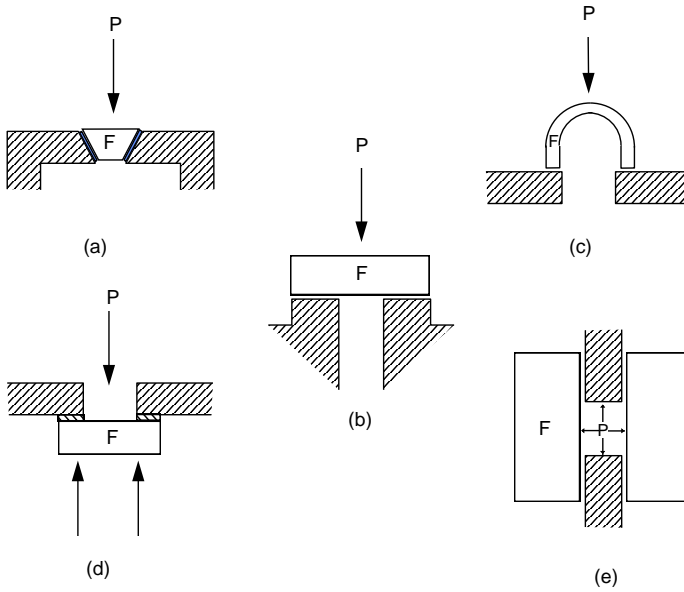


Figure 2 – Possibilités de montage de fenêtres (F) sous pression (P) : (a) type Amagat, (b) type Poulter, (c) type tube inversé, (d) force opposée, (e) enceinte transparente.

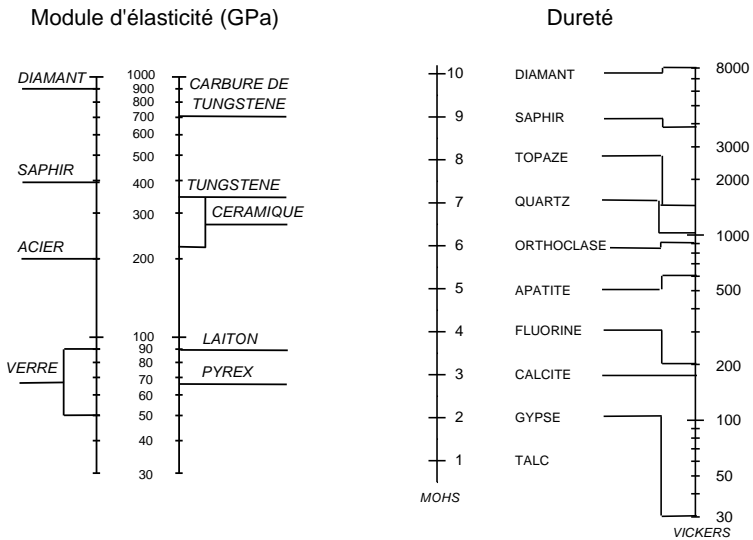


Figure 3 – Comparaison du module d'élasticité et de la dureté de quelques matériaux utilisés en HP.

2 – 1. Saphir

La synthèse des pierres est obtenue par la calcination en continu d'alun d'ammonium. Ce procédé a été mis au point en 1904 par L. Verneuil. Le saphir de formule chimique Al_2O_3 a une structure cristalline rhomboédrique (système trigonal holoèdre, groupe d'espace D^6-R3c). Quelques propriétés physiques et optiques du saphir sont données dans les Tableaux 3 et 4.

Tableau 3 – Propriétés physiques du saphir

Caractéristiques générales		
Densité g/cm^3		3.986
Absorption d'eau %		0
Caractéristiques thermiques		
Température limite °C	2000	fusion 2040
Coefficient de dilatation linéaire K^{-1}	$5.3 \cdot 10^{-6}$ // axe c 300 K	$8.9 \cdot 10^{-6}$ // axe c 1300 K
Conductibilité thermique $W/m.K$	40 à 300 K	10^4 à 30 K, 4 à 1500 K
Caractéristiques mécaniques		
Dureté		
Module de rupture MPa		400 à 300 K
Résistance à la compression MPa		2100 à 300 K
Résistance à la flexion MPa		350 à 300 K
Module de rigidité GPa		190 à 300 k
Module d'élasticité GPa		440 à 300 K
Caractéristiques électriques		
Rigidité diélectrique à 60 Hz V/m		$48 \cdot 10^6$
Constante diélectrique à 1 MHz	10.6 // axe c	$8.6 \perp$ axe c
Tangente de perte		$< 10^{-3}$ à 300 K
Résistivité à 20 °C $\Omega.m$		10^{14}
Résistivité à 600 °C $\Omega.m$		10^9
Résistivité à 1000 °C $\Omega.m$		10^4

Tableau 4 – Propriétés optiques du saphir..

Indice de réfraction à $0.5893 \mu m$	1.760 // à l'axe c (n_e)- $1.768 \perp$ à l'axe c (n_o)
Emittance à 1150 K	< 0.02 de 2.6 à $3.7 \mu m$
Pouvoir dispersif ($n_f - n_c$)	0.011 : $\lambda_f = 0.4861 \mu m$, $\lambda_c = 0.6563 \mu m$
Transmission de 0.165 à $6 \mu m$	$> 50 \%$ pour une épaisseur de $1 mm$
de 0.28 à $5 \mu m$	$> 80 \%$ pour une épaisseur de $1 mm$
dn/dT	$13 \cdot 10^{-6} K^{-1}$

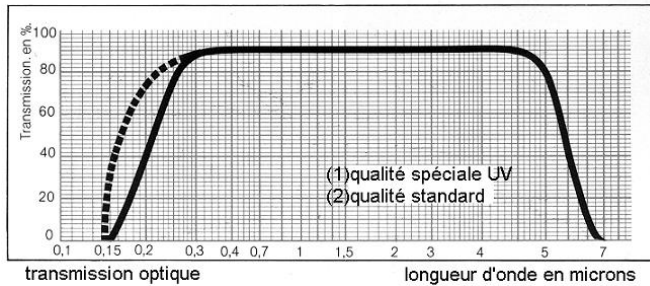


Figure 4 – Transmission optique du saphir.

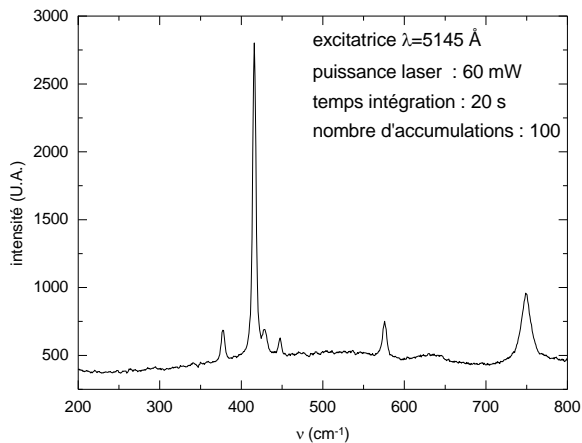


Figure 5 – Spectre Raman d'un hublot de saphir (spectromètre DILOR XY 500).

Montage. Dans le montage type Poulter, utilisé dans la série d'expériences d'explosion des fenêtres de saphir décrite dans le paragraphe suivant, le saphir est en appui directement sur le support, son état de surface doit être « poli optique » (Chervin 1993).

Qu'est-ce qu'un poli optique ? C'est l'aspect physique de la surface équivalent à un miroir, que les mécaniciens appellent rugosité sans piqûres (points restant visibles dûs à un manque d'usure), rayures (raies visibles à l'oeil nu) et frayures ou filandres (fines raies visibles à la binoculaire).

Si nécessaire la profondeur de ces défauts peut être mesurée au profilomètre ($\cong 10 \text{ \AA}$).

L'aspect optique est l'examen de la planéité. On réalise cet examen à l'aide de calibres étalons. A $\lambda = 0,5 \text{ \mu m}$ et en incidence normale, 1 \mu m de concavité concave ou convexe est équivalent à 4 franges.

Le schéma de la Figure 6 nous donne les principaux éléments du montage type Poulter d'une fenêtre sur un obturateur.

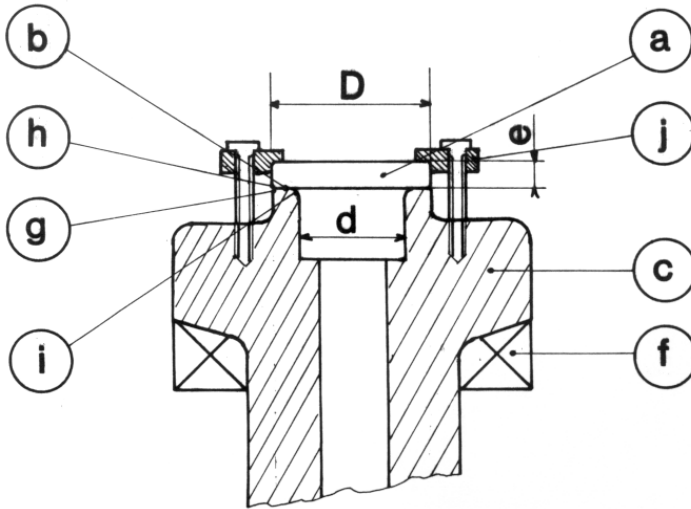


Figure 6 – Montage d'une fenêtre en saphir. (a) saphir monocristallin $D = 12 \text{ mm}$, (b) support poli optique, (c) obturateur en Marval 18 (Aubert et Duval) dureté 52 Hrc, (f) joints d'étanchéité type Bridgman, (g) et (h) chanfrein extérieur sur l'obturateur et la fenêtre, (i) sur l'obturateur un rayon d'environ 0.3 mm , (j) anneau de centrage maintenant en place la fenêtre à $p = 0$.

Lors des essais systématiques de rupture de 75 fenêtres de saphir, nous avons obtenu trois types de rupture (voir Figures 8, 9 et 10) et étudié la tenue en fonction:

- de l'orientation suivant l'axe c des faces ($//$ ou \perp).
- du traitement thermique.
- de l'épaisseur.
- de la surface supportée (d/D).

Les abaques suivantes offrent une synthèse des résultats obtenus pour des fenêtres avec l'axe $c \perp$ aux faces.

La pression maximale de tenue est donnée par:

$$p_{\max} = (360 - 2160 \frac{d}{D}) \frac{e}{D} + (40450 - 45000 \frac{d}{D}) (\frac{e}{D})^2 \quad (1)$$

dans le domaine $100 \text{ MPa} < p < 600 \text{ MPa}$.

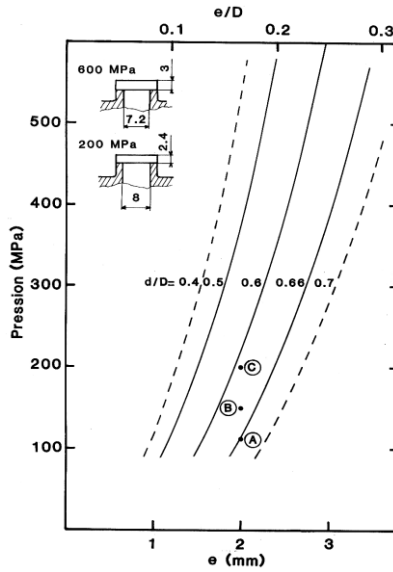


Figure 7 – Un test de fatigue a été réalisé sur une fenêtre de saphir à axe c // faces non recuite: Point A: abaque de limite d'explosion. Point B: 100 cycles montée-descente à une vitesse de 3 MPa/min jusqu'à 150 MPa. Point C: explosion type II à 195 MPa.

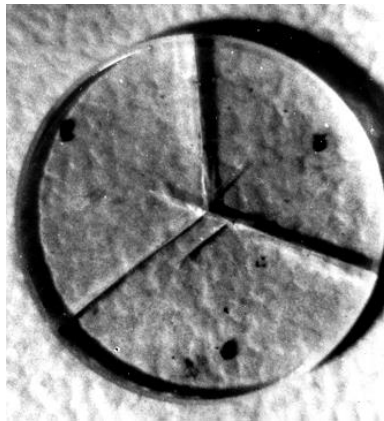


Figure 8 – Fracture de type I (type soupape), axe $c \perp$ aux faces pour des pressions de l'ordre de 100 MPa et une faible épaisseur < 2 mm. L'axe trigonal apparaît clairement suivant les plans de clivage.

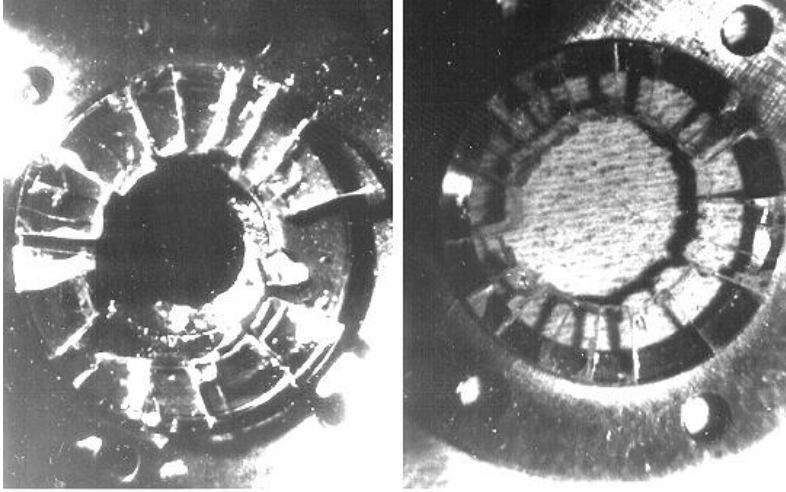


Figure 9 – Fracture de type II, la partie de fenêtre non supportée est pulvérisée

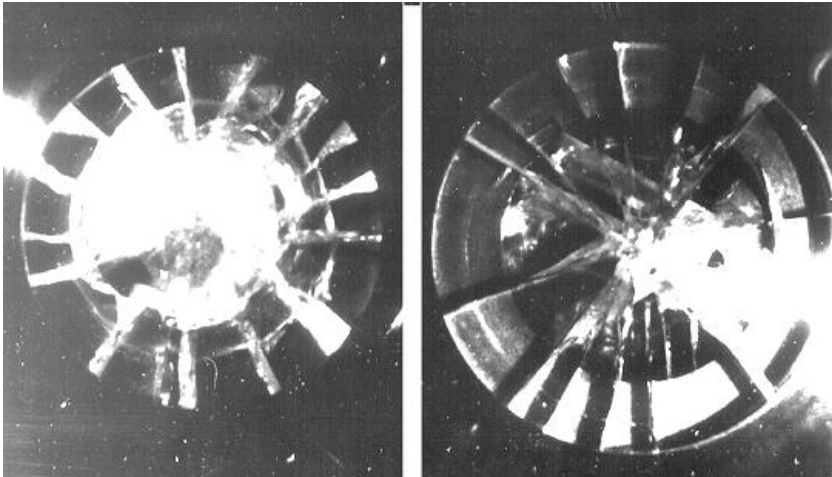


Figure 10 – Fracture de type III (type lenticulaire ou arche de pont), la fenêtre se fracture et la partie dans l'enceinte HP reste en place, la partie extérieure est enlevée sous la forme d'une lentille.

Dans la Figure 11 est illustré un exemple de fenêtre en tube inversé; pour plus de précisions, contacter R. Argoud.

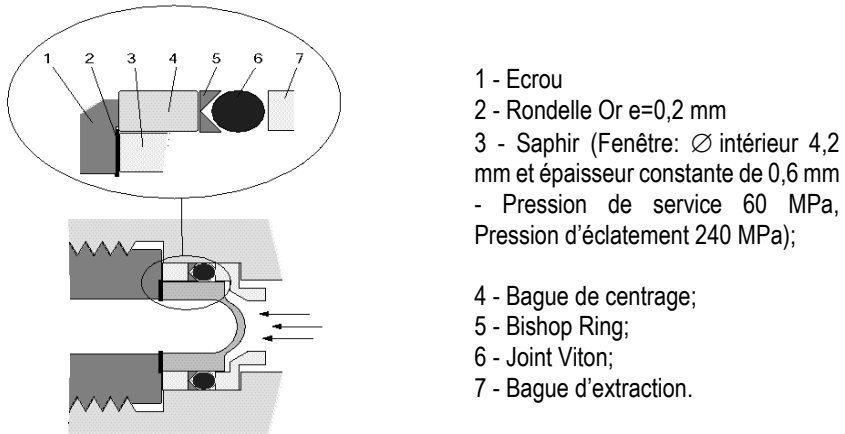


Figure 11 – Fenêtre pour la diffraction X en saphir orient.
Laboratoire de Cristallographie, Grenoble.

Lorsque l'on veut utiliser le saphir comme enclume, nous recommandons la forme suivante :

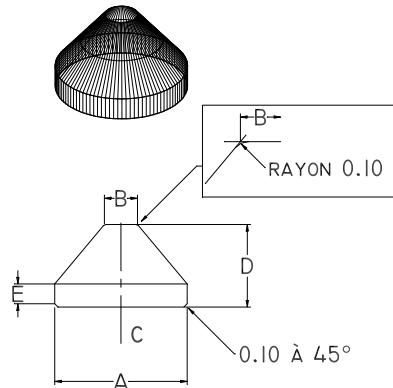


Figure 12 – Forme et dimensions d'une enclume de saphir

Plusieurs entreprises peuvent vous fournir des saphirs aux dimensions et formes souhaitées.
Vous pouvez contacter :

M. M. Mancinelli

RSA (rubis synthétique des alpes) LE RUBIS

BP 16

38560 Jarrie

Tél: 04 76 68 53 19 Fax: 04 76 68 66 50.

STOP (Société Technique d'Optique de Précision)

7 avenue Galibert - ZAC des châtaigniers - BP 2

95151 Taverny

Tél: 01 30 40 97 97 Fax: 01 39 60 41 06.

SEITZ représentée par les établissements G. ZEHR S.A.
63 rue de Gergovie
75014 Paris
Tél: 01 45 42 13 36 Fax: 01 45 42 58 18

SOGEMET
BP 147
161 avenue Charles De Gaulle
92202 Neuilly/seine
Tél: 01 46 43 86 83 Fax: 01 47 45 85 50

Et sans doute bien d'autres entreprises (surtout d'optique).

2 – 2. Diamant

Les diamants utilisés en HP sont des diamants naturels à plus de 99.9%. Le diamant est composé d'éléments de carbone, sa structure cristalline est cubique (groupe d'espace $Fd3m-O^7$). Les diamants sont classés en quatre grands groupes :

type IA. Contient de l'azote et des impuretés en quantité substantielle (~ 0.1%) sous forme d'agrégats et de plaquettes. La plupart des diamants naturels sont de ce type (voir spectre absorption IR, Figure 13).

type IB. Contient de l'azote comme impuretés mais sous forme substitutionnelle. Presque tous les diamants synthétiques sont de ce type.

type IIA. Sans impureté d'azote (voir spectre d'absorption IR, Figure 14). Très rares dans la nature, ils sont très appréciés pour leur propriétés optiques et thermiques.

type IIB. Très purs et généralement de couleur bleue, ils sont extrêmement rares dans la nature. Ils possèdent des propriétés semi-conductrices qui sont attribuées à la présence de bore.

Dans chaque groupe d'autres critères peuvent intervenir :

- la couleur (jaune, blanc, blanc brillant, bleu,...).
- la luminescence (faible luminescence, très faible luminescence,...).
- la biréfringence.

Un résumé des propriétés du diamant est donné dans le Tableau 5. Les propriétés optiques de ce matériau sont données dans le Tableau 6 et les divers spectres Raman de diamants IA de très faible luminescence et jaune dans les Figures 15 à 20.

Tableau 5 – Propriétés physiques du diamant.

Caractéristiques générales			
Densité g/cm ³	3.51		
Thermiques			
Température limite °C	600 en présence O ₂ *	1500 atmosphère inerte *	
Coefficient de dilatation linéaire K ⁻¹	à 293 K	0.8.10 ⁻⁶	à 400 K 1.5.10 ⁻⁶
	à 193 K	0.4.10 ⁻⁶	à 1200 K 4.8.10 ⁻⁶
Conductibilité thermique W/m.K	à 293 K type IA 600-1000	à 80 K type IA 2000-4000	
	type II 2000-2100	type IIA 1-5. 10 ⁴	
Caractéristiques mécaniques			
Dureté			
Mohs	10		
Knoop	5700 - 10400 **		
Vickers	8000		
Module de cisaillement GPa	0.3-8.7***		
Résistance à la compression GPa	8.68-16.53		
Module de rupture GPa			
Module de rigidité GPa	10.3-13.7****		
Module d'élasticité GPa	1050-1208 (Ruoff 1979)		à plus 99.9 %,
Caractéristiques électriques			
Constante diélectrique	5.7		
Résistivité à 20°C Ω.m	>10 ¹⁴		

*problème de graphitisation.

** dépend de l'orientation cristallographique.

***variable suivant les méthodes (le diamant est trop sensible aux plans de clivage).

****variable selon les défauts, les inclusions et les impuretés.

Tableau 6 – Propriétés optiques du diamant.

Indice de réfraction	
0.48613 μm	2.43554
0.5461 μm	2.4237
0.58929 μm	2.41726
0.65628 μm	2.40990

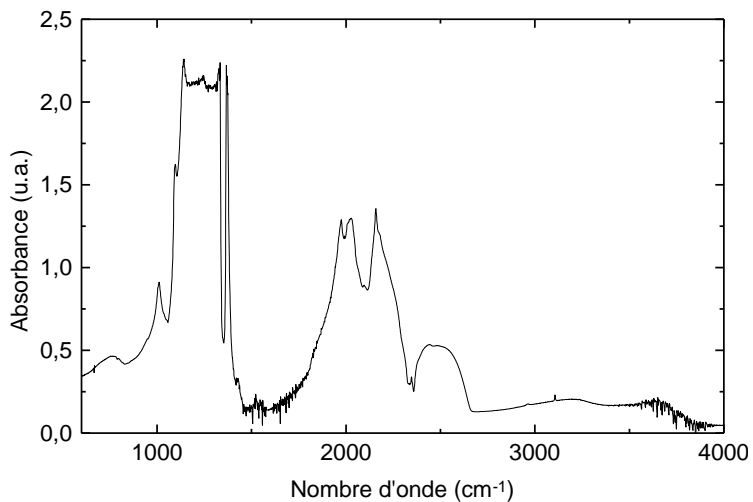


Figure 13 – Spectre IR diamant IA - microscope FTIR 1600 Perkin Elmer.

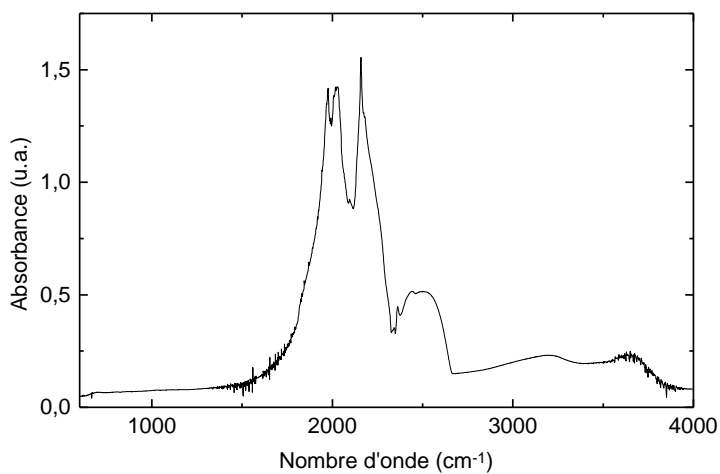


Figure 14 – Spectre IR diamant IIA - microscope FTIR 1600 Perkin Elmer.

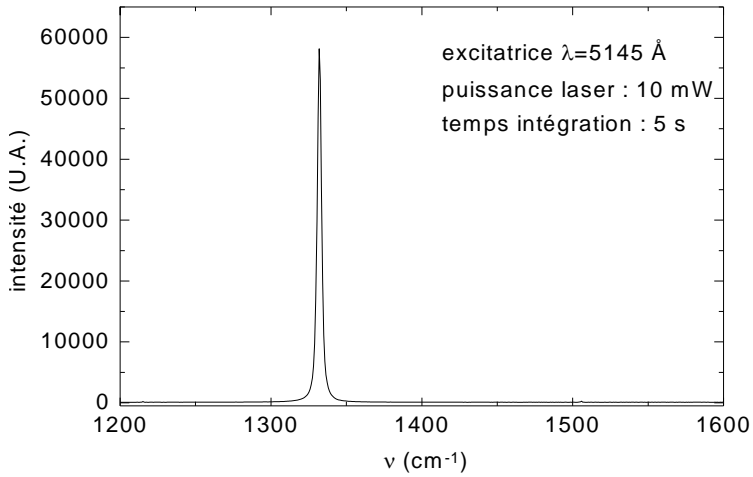


Figure 15 – Spectre Raman 1^{er} ordre d'un diamant IA très faible luminescence à $P=0$.

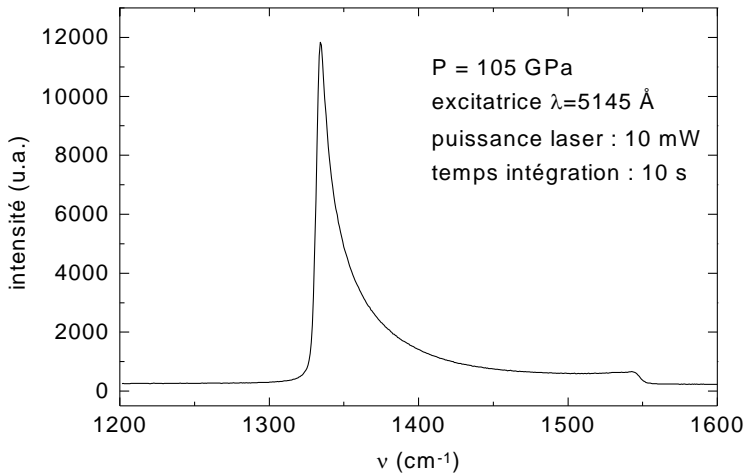


Figure 16 – Spectre Raman 1^{er} ordre d'un diamant IA très faible luminescence sous pression; ce spectre permet d'évaluer la pression à l'intérieur de la cellule.

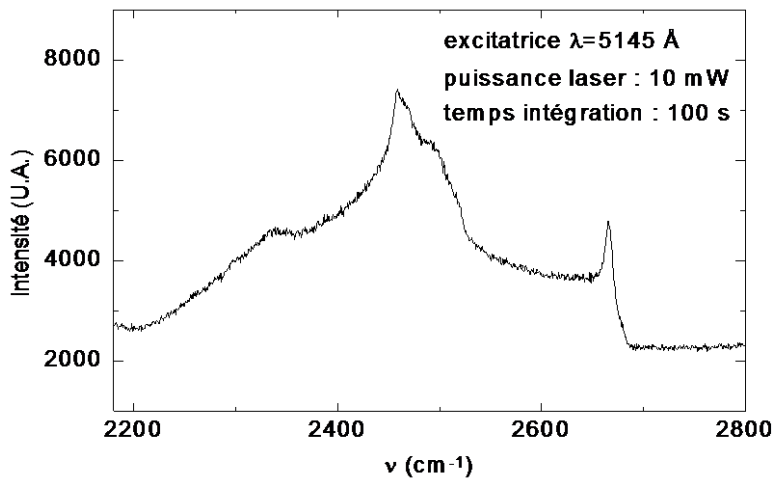


Figure 17 – Spectre Raman 2^{ème} ordre d'un diamant IA très faible luminescence.

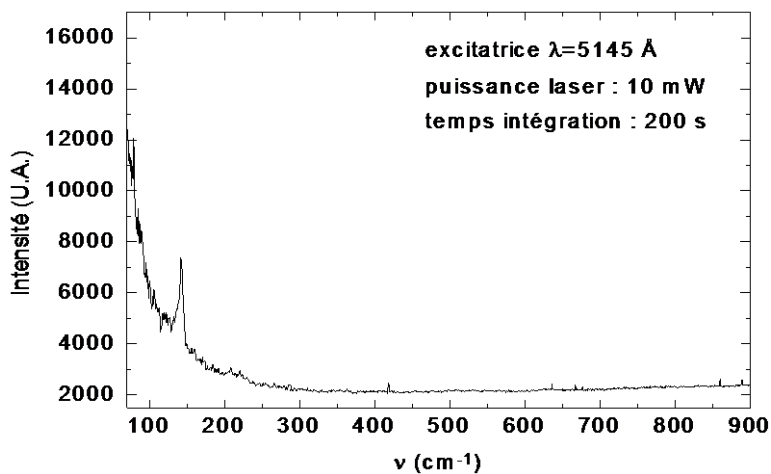


Figure 18 – Spectre Raman basse fréquence d'un diamant IA très faible luminescence.

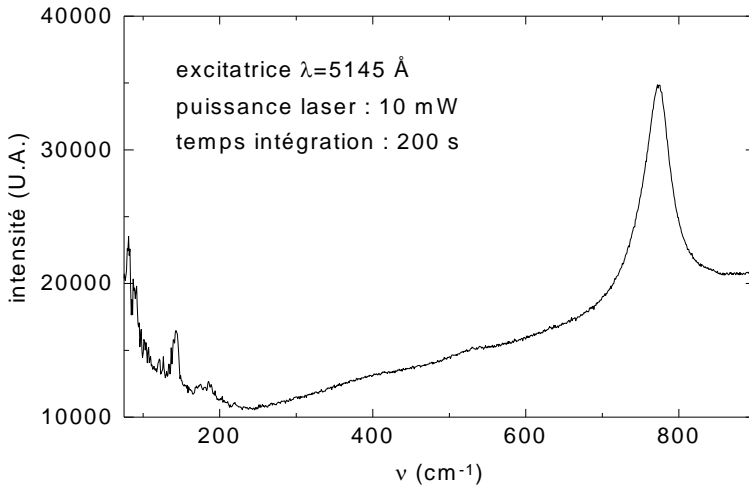


Figure 19 – Spectre Raman basse fréquence d'un diamant IA jaune; à noter le fort signal de luminescence vers 775 cm^{-1} dû à une impureté.

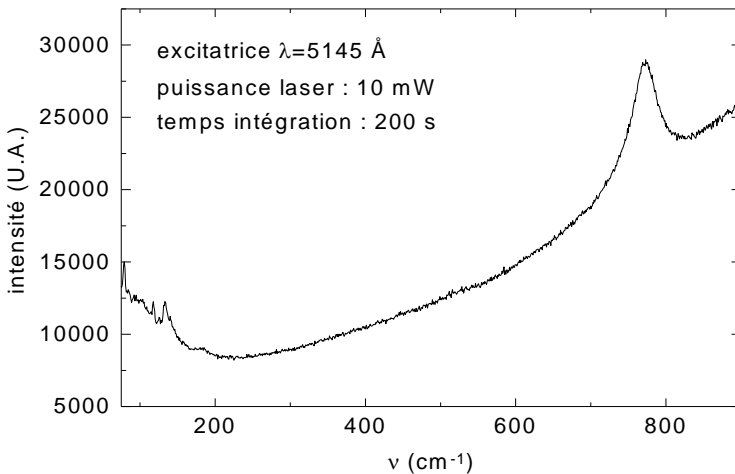


Figure 20 – Spectre Raman basse fréquence d'un diamant IA jaune; une impureté provoque un signal de luminescence très large.

Montage. Les diamants peuvent être montés comme des fenêtres traditionnelles type Poulter par exemple (Besson 1974). Les difficultés de réalisation tiennent à la rareté de pierres de dimensions appropriées et à leur coût (1 fenêtre de diamètre 18.2 mm pour la sonde Pioneer). Les expériences de rupture systématique comme pour le saphir n'ont pas été réalisées.

Dans les cellules à enclumes de diamant, les pierres sont les éléments déterminants de l'enceinte de pression. Un diagramme de cellule est représenté Figure 21.

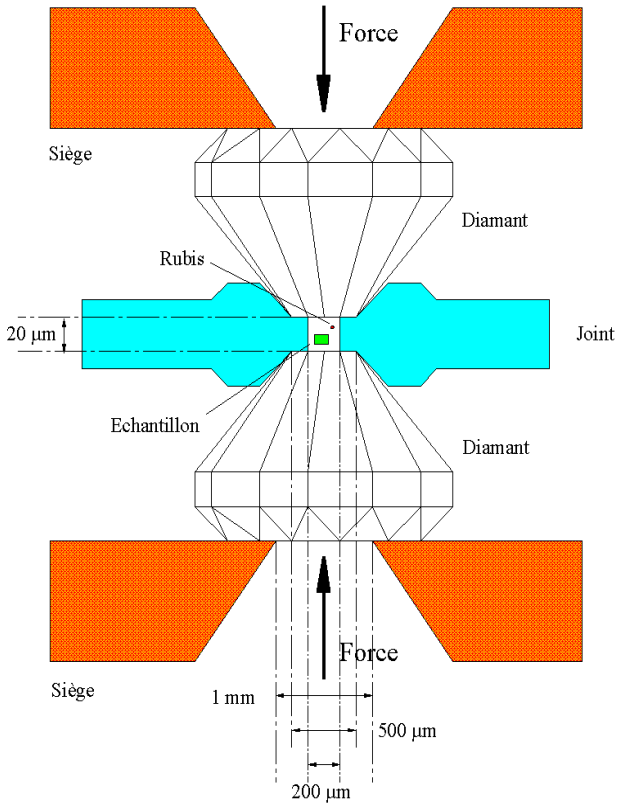


Figure 21 – Cellule à enclumes de diamant.

L'optimisation de la forme des enclumes a été étudiée par D.M. Adams et A.C. Shaw (1982) qui proposent une forme d'enclume optimisée appelée standard Drukker. La forme, le choix du type et la taille des enclumes dépendent des expériences que l'on veut réaliser. Différents types de taillage des pierres sont illustrés Figure 22.

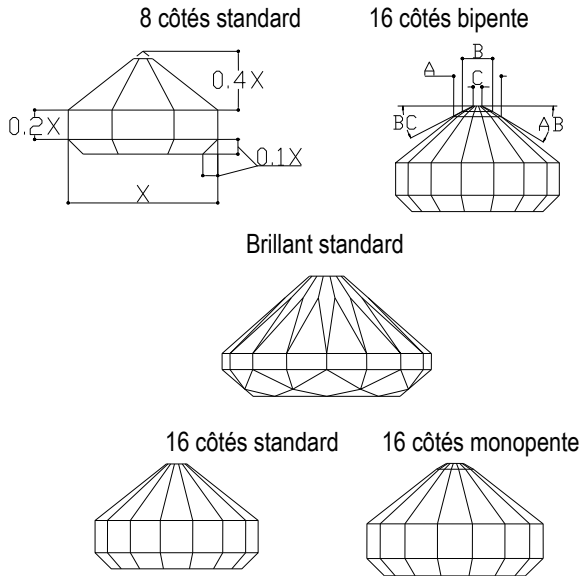


Figure 22 – Taillages de diamants.

Pour une expérience :

- en IR on choisira un type IIA (le plus cher).
- en Raman ou Brillouin on choisira un type IA blanc brillant de faible luminescence et même de très faible luminescence.
- pour des très hautes pressions > 80 GPa il faudra travailler avec des doubles pentes et une culasse de petite dimension $< 150 \mu\text{m}$.
- en diffraction X, dispersion angulaire (LURE, ESRF, ou votre diffractomètre) l'épaisseur la plus faible est conseillée (pour les dimensions suivantes : $X = 4$ mm, $h = 1.5$ mm et une culasse bipente de $100/300 \mu\text{m}$ sur un trou de diamètre 1.4 mm, la pression maximale obtenue avant rupture est de 136 GPa avec D_2O comme milieu transmetteur).

On peut aussi envisager l'utilisation de diamants synthétiques à un prix équivalent ou supérieur au diamant naturel coloré. Le prix d'enclumes sans impuretés est par contre très élevé et reste dans la catégorie des matériaux stratégiques. Les principaux fabricants industriels sont Sumitomo Electric (Japon) et General Electric (USA).

Parmi les entreprises qui peuvent fournir des diamants se trouvent :

DRUKKER-INTERNATIONAL est représenté en France par
 TECH INTER contacter M. Chirade :
 Immeuble SEZAC - Bât B.
 1 rond-point Pariwest 78310 Maurepas
 Tél : 01 30 51 66 99 Fax : 01 30 62 20 19
 RAPHAEL
 1 rue de Châteaudun 75009 Paris
 Tél: 01 42 81 43 05 Fax: 01 42 80 62 71

COLGEM - LTD
 52, bezalel st, 10 TH FL
 RAMAT-GAN 52521 ISRAEL
 Tél: 972-3-7519628,7516866 Fax: 972-3-7526298

ALMAX INDUSTRIES
 Wagenmakerijstraat 5
 8600 Diksmulde
 Belgique
 Tél: 32 51 555637 Fax: 32 51 555638 E-mail: info@almax-industries.com

SUMIMOTO ELECTRIC Harthmetall
 Parc technologique
 22, rue du parc Chaland
 91029 Evry
 Tél : 01 69 89 83 83 Fax : 01 60 86 23 16

2 – 3. La moissanite

Le chimiste Henri Moissan (1904) a découvert dans le cratère du Diablo Canyon en Arizona une petite quantité d'un nouveau minéral provenant d'une ancienne météorite. Ce minéral extrêmement brillant et très dur est un carbure de silicium. Il est maintenant fabriqué industriellement et son coût de fabrication le fait utiliser en substitution du diamant aussi bien en joaillerie que dans les utilisations industrielles. Le carbure de silicium sera appelé moissanite en reconnaissance des travaux sur les carbures artificiels et leur fabrication par Henri Moissan qui obtint le prix Nobel de chimie en 1906. Il existe plusieurs polytypes de moissanite (environ 170) selon K. Nassau (1997) les principaux sont :

- β -SiC cubique (3C)
- α -SiC hexagonal (2H, 4H, 6H, 8H, 10H, etc...)
- α -SiC rhomboédrique (15R, etc...)

Quelques propriétés particulières de la moissanite :

- bonne stabilité thermomécanique
- bonne résistance aux chocs thermiques
- bonne résistance à la corrosion par les vapeurs acides
- oxydation sous air : formation d'une couche de silice protectrice
- semi-conducteur électrique

Les propriétés physiques et optiques de la moissanite sont données dans les Tableaux 7 et 8 respectivement et leurs spectres Raman dans les Figures 23 et 24.

Tableau 7 – Propriétés physiques de la moissanite.

Caractéristiques générales		
Densité g/cm ³		3,1
Thermiques		
Température limite °C		1700
Température de fusion °C		2800 (hexagonale) 2950 (cubique)
Coefficient de dilatation linéaire K ⁻¹		4,5 à 5,8.10 ⁻⁶
Chaleur massique J/kg.K		700
Conductibilité thermique W/m.K		90 à 120
Caractéristiques mécaniques		
Dureté	Mohs	9,25
	Knoop en GPa	24
	Vickers kg/mm ²	3000
Module de cisaillement	GPa	
Résistance à la compression	GPa	3,5 à 4,5
Module de rupture	GPa	
Module de rigidité	GPa	
Module d'élasticité	GPa	400 à 500
Caractéristiques électriques		
Constante diélectrique		10,2
Rigidité diélectrique	KV/mm	
Résistivité à 20°C	W.cm ?	10 ⁵

Tableau 8 – Propriétés optiques de la moissanite

Indice de réfraction	β-SiC cubic	2,652
	α-SiC hexagonal - 2H	n _o =2,633 et n _e =2,707
	α-SiC hexagonal - 4H	n _o =2,659 et n _e =2,712
	α-SiC hexagonal - 6H	n _o =2,648 et n _e =2,691
	α-SiC Rhomboh.- 15R	n _o =2,650 et n _e =2,697
Pouvoir dispersif (n _i - n _e)	β-SiC cubic	0,112
	α-SiC hexagonal - 2H	0,106
	α-SiC hexagonal - 4H	0,122
	α-SiC hexagonal - 2H	0,104
	α-SiC Rhomboh.- 15R	0,108

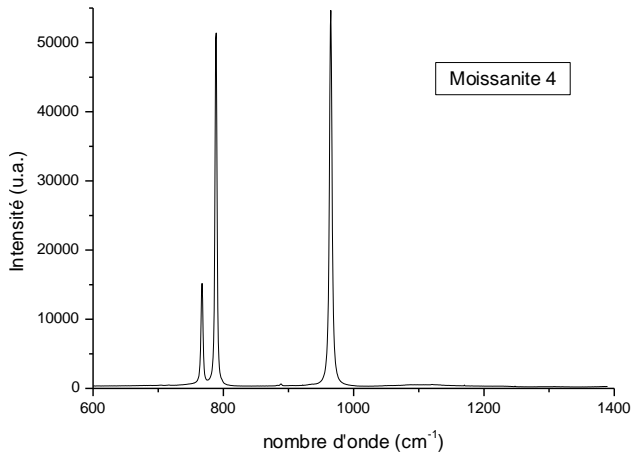


Figure 23 - Spectre Raman 1^{er} ordre d'une moissanite P=0

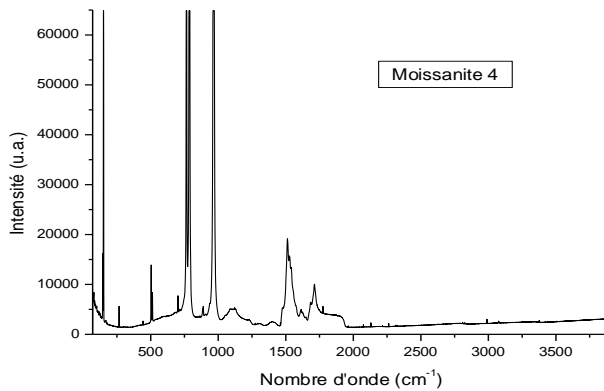


Figure 24 - Spectre Raman avec le 2^{ème} ordre d'une moissanite

J.A. Xu et H.K. Mao (2000) proposèrent les premiers d'utiliser la moissanite pour remplacer les diamants, afin d'effectuer des études sous pression dans l'infrarouge dans la zone où se situent les bandes d'absorption du diamant.

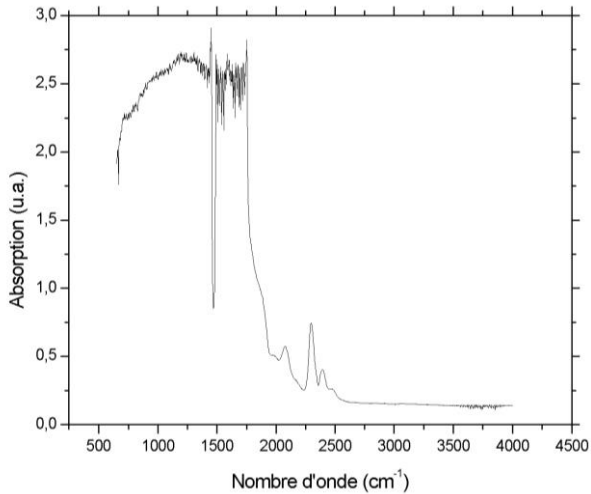


Figure 25 - Transmission optique de la moissanite.

Les pierres sont principalement de deux qualités :

- une qualité dite Gem qui est transparente
- l'autre dite non-Gem qui est colorée. La couleur est fonction des impuretés elle peut être vert clair, jaune ou grise.

Les formes des enclumes peuvent être aussi de deux types :

- une forme conique (voir saphir)
- une forme à facettes (voir diamant)

Adresse

CHARLES & COLVARD, Ltd
3800 Gateway Blvd. Suite 310
Morrisville, NC 27560, USA

Tél: 919 468 0399 Fax: 919 468 0486 E-mail: Anvil@moissanite.com

Web: www.moissanite.com

2 – 4. Zircone

L'utilisation de la zircone ZrO_2 dopée yttrium est justifiée en remplacement du diamant avec des performances mécaniques bien inférieures sous pression mais permettant d'effectuer des mesures IR dans la zone 2200-20000 cm^{-1} où la transmittance est quasi-constante alors que le diamant possède une bande d'absorption. Les mesures de Raman peuvent aussi être effectuées (pas de problème de luminescence) (Patterson 1990, Russel 1997).

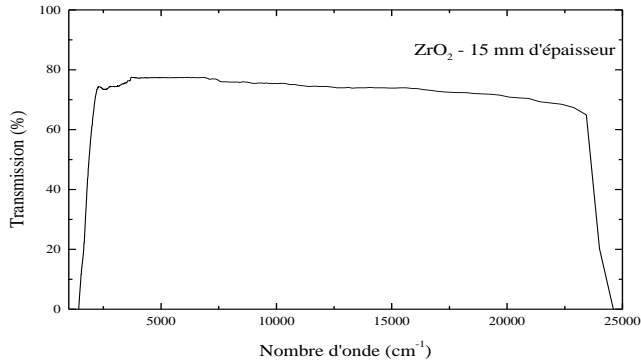


Figure 26 - Transmission d'une lame de 15 mm d'épaisseur de ZrO_2 en fonction du nombre d'onde

Nous conseillons la forme d'enclume et les spécificités reportées Figure 27.

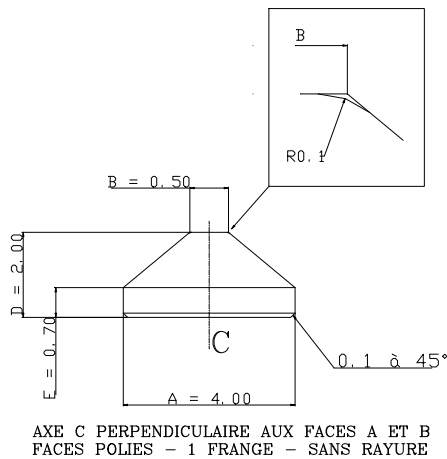


Figure 27 - Forme et dimensions d'une enclume de zircon

Adresse

NEYCO s.a .

84, rue de Lévis

75017 Paris

tél : 01 40 53 07 53 fax : 01 40 53 07 52 E-mail : neyco@neyco.fr Web : www.neyco.fr

2 – 5. Béryllium

Le bore et le béryllium sont utilisés comme fenêtres ou comme supports d'enclumes diamant pour les expériences de diffraction, d'absorption, utilisant les sources de rayons X.

Les formes demi-sphériques sont utilisées pour avoir la même épaisseur de béryllium traversée sous un faisceau X (cellule à enclumes de diamants à genouillère Keller 1997).

Tableau 9 – Propriétés physiques du béryllium.

Caractéristiques générales			
Structure cristallographique	hexagonale 6/mmm		
Densité	g/cm ³		1.827
dureté	Vickers	recuit	150
		dur	200
Caractéristiques thermiques			
Température de fusion	°C		1288
Coefficient de dilatation linéaire	K ⁻¹	à 20°C	3.61.10 ⁻⁶
		à 260°C	4.17.10 ⁻⁶
		à 538°C	4.72.10 ⁻⁶
conductibilité thermique	W/ m.K	à 20°C	180
		à 260°C	138
		à 538°C	96
chaleur spécifique	J/ kg.K	à 20°C	543
		à 260°C	710
		à 538°C	840
Caractéristique électrique			
Résistivité	Ω.m		4,1.10 ⁻⁸
Caractéristiques mécaniques			
Module d'élasticité	GPa	à 20°C	299
		à 260°C	265
		à 538°C	177
Module de rupture	GPa	à 20°C	0.544
		à 260°C	0.422
		à 538°C	0.231

Concernant le montage, manipuler le béryllium n'est pas dangereux. L'usinage donne lieu à de l'oxyde, qui lui, est extrêmement dangereux. Son usinage est soumis à des restrictions très strictes de sécurité. Il faut faire appel à des sociétés spécialisées dans le travail de cet élément.

Testemale et Argoud (à paraître) proposent une fenêtre béryllium qui équipe une cellule de fluorescence (Figure 28). Pour une épaisseur de 1.5mm, l'ouverture utile est de 10mm, elle casse à 300 MPa.

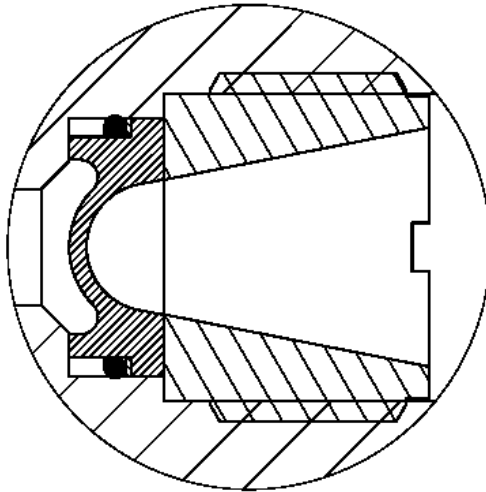


Figure 28 – Fenêtre Béryllium montée dans une cellule de fluorescence X

Les entreprises qui peuvent fournir et usiner du béryllium sont :

METRACERAM (voir céramiques). Fournisseur ESRF

BFI IBEXSA ELECTRONIQUE S.A.(Mme Moreau ou Mme Poret)
1, rue Lavoisier 91430 Igny
Tél: 01 69 33 74 00 Fax: 01 69 33 74 99

GOODFELLOW SARL
76 boulevard J-B. Lebas
59000 Lille
Tél: 03 20 85 17 51 Fax: 03 20 52 14 25

2 – 6. Nitrure de bore

Le nitrure de bore est une céramique. Il existe plusieurs phases cristallines de nitrure de bore. La phase hexagonale h-BN, le phase rhomboédrique r-BN et deux phases plus denses la phase lonsdaléite (wurtzite) w-BN et la phase cubique (blende) de structure diamant c-BN. C'est cette phase qui nous intéresse car elle est la plus dure connue après le diamant. On en fabrique industriellement (Voir adresses ci-dessus) plusieurs dizaines de tonnes par an mais on part toujours de la structure h-BN en poudre que l'on soumet à un traitement isobarique de typiquement 6 GPa et 1700°C [Le Godec 1999].

Comme pour beaucoup de céramiques, on peut réaliser toutes sortes de formes (moulage), par contre les filetages ne sont pas conseillés.

La couleur (jaune, orange, noir, marron, bleu profond) varie suivant les impuretés.

Le c-BN possède des propriétés remarquables :

- grande dureté et résistance à l'usure
- bonne conductibilité thermique
- grande inertie chimique
- à la différence du diamant, c'est un semi-conducteur qui peut être dopé p et n.
- Les principales applications industrielles sont:
 - outils de coupe, notamment pour les métaux ferreux (où le diamant est inefficace)
 - abrasifs
 - drains thermiques en microélectronique
 - dans un avenir proche, comme composants pour l'électronique de puissance.

Dans le domaine des hautes pressions, on utilise le nitrure de bore comme support d'enclumes. Sa transparence aux rayons X contribue à son utilisation pour les expériences de diffraction X.

Tableau 10 – Propriétés physiques du nitrure de bore.

Caractéristiques générales			
Densité	g/cm ³	3.48	
Thermiques			
Température limite	°C	985 en présence O ₂ *	2000 atmosphère inerte*
Température de fusion	°C	3030	
Coefficient de dilatation linéaire	K ⁻¹	De 0 à 1000 °C	4.8.10 ⁻⁶
Chaleur massique	J/kg.K	800	
Conductibilité thermique	W/m.K	260	
Caractéristiques mécaniques			
Dureté	Mohs	9	
	Knoop en GPa	60-70	
	Vickers kg/mm ²	4500	
Module de cisaillement	GPa	275	
Résistance à la compression	GPa	0.62	
Module d'élasticité	GPa	700	
Caractéristiques électriques			
Constante diélectrique		4.1	
Rigidité diélectrique	KV/mm	370	
Résistivité à 20°C	ohm.cm	10 ¹⁰	

Adresses

Général Electric (USA), GE superabrasives, voir <http://www.abrasivesnet.com/en/>

De Beers (Afrique du sud), DE BEERS INDUSTRIAL DIAMONDS (DEBID), Voir <http://www.debid.com>

Linatec (Ukraine), 2 Avtozavodskaya str., 254074, Kiev, Ukraine.

2 – 7. Autres matériaux pour l'optique sous pression

J.M. Besson et al. (1974) ont étudié d'autres fenêtres pour l'IR avec comme difficulté supplémentaire la non-transparence dans le visible. Les fenêtres sont montées selon le type Poulter. Des essais sur MgF_2 , ZnS , CaF_2 , $ZnSe$, MgO , Ge et Silicium ont été réalisés.

Pour des expériences utilisant les sources de neutrons, il peut être nécessaire d'utiliser un alliage TiZr (52.5%Ti, 47.5%Zr) d'apparence similaire à l'acier avec une densité de 5.23 g/cm³ et une température de fusion de 1540 °C. Cet alliage est pyrophore, son usinage doit donc être effectué en prenant le maximum de précautions pour l'environnement, le personnel et le stockage des déchets (Harwell Laboratory).

3 – Bibliographie

- J.C. Chervin, G. Syfosse, J.M. Besson Mechanical strength of sapphire windows under pressure, *Rev. Sci. Instrum.*, **1993**, 65, 2719. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1145206>
- J.M. Besson, J.P. Pinceaux, R. Piotrkowski Optics under pressure to 25 kilobars, *High Temperatures-High Pressures*, **1974**, 6, 101.
- D.M. Adams, A. Shaw A computer-aided design study of the behaviour of diamond anvils under stress, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **1982**, 15,1609. <http://dx.doi.org/10.1088/0022-3727/15/9/006>
- F.F.H. Moissan, *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, **1904**,139, 773.
- K. Nassau, S. F. McClure, S. Elen and J.E. Shigley, *Gems & Gemology*, **Winter 1997**, 260-275. <http://dx.doi.org/10.5741/gems.33.4.260>
- J.A. Xu and H.K. Mao, *SCIENCE*, **2000**, 290, 783-785. <http://dx.doi.org/10.1126/science.290.5492.783>
- D.E. Patterson, J.L. Margrave Use of Gem-Cut Cubic Zirconia in the Diamond Anvil Cell, *Phys. Chem*, **1990**,. 94, 1094. <http://dx.doi.org/10.1021/i100366a014>
- T.P. Russell, G.J. Piermarini A high pressure optical cell utilizing single crystal cubic zirconia anvil windows, *Rev. Sci. Instrum.*,**1997**, 68, 1835. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1147955>
- R. Keller, W.B. Holzapfel, *Rev. Sci. Instrum.*, **1997**, 48, 517. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1135065>
- D. Testemale, R. Argoud, O. Geamond et J-L. Hazemann, *Rev. Sci. Instrum.* **48**, 5, **1977**, <http://dx.doi.org/10.1063/1.1135065>
- Le GodecY.(1999)Thèse.Etude du nitrure de bore sous hautes pression et température,Univ D. Diderot.
- Harwell Laboratory, safety data sheet – Precautions to taken when working with Zirconium or Zirconium alloys – HL80/1503.

Références Générales

- W. Paul, W.M. de Meis, J.M. Besson (1968) Windows for Optical Measurements at High Pressures and Long Infrared Wavelengths; *Rev. Sci. Instrum.* **39** : 928. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1683546>
- D.S. Tsiklis (1968) Handbook of techniques in high pressure research and engineering, Plenum Press, New York. http://dx.doi.org/10.1007/978-1-4684-8360-4_6
- J. Fournier, J.M. Besson(1970)Tenue mécanique de fenêtres de saphir sous hautes pressions hydrostatiques,*Revue Physique Appliquée* **5** :333. <http://dx.doi.org/10.1051/rphysap:0197000502033300>
- W.F. Shermann, A.A. Stadtmuller (1987) Experimental Techniques in High-Pressure Research, John Wiley & Sons, Chichester. <http://dx.doi.org/10.1002/nadc.19880361119>
- M.I. Eremets (1996) High Pressure Experimental Methods, Oxford University Press, New York.