COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE Centre de Bruyères-le-Châtel

Groupe Hautes Pressions

22/9/64

REPARTITION DE LA PRESSION DANS LA CELLULE D'UNE ENCLUME ANNULAIRE DE TYPE "BELT"

INFLUENCE DES CONSTITUANTS DE CETTE CELLULE SUR L'ETALONNAGE

- - -

M. CONTRE

PLAN -----

CHAPITRE I	1	Introduction
CHAPITRE II	-	<u>Sorties des fils de mesure</u>
CHAPITRE III	I	Répartition de la pression dans la cellule
CHAPITRE IV	1	Influence des constituants de la cellule sur l'étalonnage
CHAPITRE V	1	Conclusion
CHAPITRE VI	-	Bibliographie

le 22 Septembre 1964

M. CONTRE

REPARTITION DE LA PRESSION DANS LA CELLULE D'UNE ENCLUME ANNULAIRE DE TYPE "BELT"

INFLUENCE DES CONSTITUANTS DE CETTE CELLULE SUR L'ETALONNAGE

I - INTRODUCTION

Pour réaliser de très hautes pressions statiques supérieures à 15 ou 20 kb, on préfère comprimer un solide plutôt qu'un fluide pour différentes raisons : étanchéité, compressibilité, sécurité, etc.... Par ailleurs, l'état solide est atteint très rapidement pour bon nombre de fluides.

L'utilisation d'un solide comme agent transmetteur de la pression présente un inconvénient majeur : les pressions réalisées ne sont que très approximativement hydrostatiques. Dans le meilleur des cas [1] il existe toujours, en effet, au sein du solide utilisé, un gradient de pression qui peut être très important dans certaines zones de la cellule. Il importe donc, si on veut placer un échantillon dans les meilleures conditions, de connaître exactement la répartition de la pression et de voir également dans quelle mesure l'échantillon et d'une manière générale, les constituants de la cellule, perturbent l'étalonnage. Il est bien évident que ce gradient dépend non seulement du solide utilisé, en l'occurence la pyrophyllite, mais aussi de l'appareil qui sert à le comprimer.

Cette étude a été faite à l'aide d'une enclume annulaire du type "Belt" dont la surface conique de travail des pistons est à génératrice rectiligne.

Cet appareil a déjà fait l'objet d'une étude systématique [1] tendant à déterminer les meilleures conditions d'emploi : c'est-à-dire composition et dimensions optima des joints et du corps de la cellule. Rappelons, sans nous étendre, que nous étions arrivés aux résultats suivants :

1 1	épaisseur du joint : 6 mm diamètre du joint en pyrophyllite	(ø)ø	intérieur extérieur	:	12,5 15	mm mm
1	diamètre de la bague en téflon	(ø)ø	intérieur extérieur	:	15 24	mm mm

Ce joint est dit " mixte " par opposition au joint dit " sandwich " généralement utilisé dans les laboratoires américains.

Précisons également qu'entre deux valeurs limites de la charge appliquée sur l'appareil :

 $F_{mini} \longleftrightarrow F_{maxi} \qquad F_{mini} \gg 10 \text{ tonnes}$

la courbe d'étalonnage : P = f(F) devient stationnaire au bout de quatre cycles. Toutefois, du fait du basculement très défavorable de la courbe d'étalonnage dès le deuxième cycle, basculement dû vraisemblablement au manque d'élasticité de la pyrophyllite, on a intérêt à faire tous les essais à charge croissante au cours de la première montée. On peut par contre faire des paliers à charge constante et refaire croftre ensuite cette dernière sans perturber outre mesure la pression. La stabilité de la charge au cours du palier n'est pas très importante, elle peut décroftre légèrement sans que la pression tombe pour autant; par contre, si elle croft, il faut modifier la valeur de la pression.

- 3 -

Ces caractéristiques et ces données étant précisées, il nous a fallu des sorties de fils de mesure à travers les joints. Aussi verrons-nous tout d'abord rapidement la solution apportée à ce problème avant d'aborder la partie essentielle de cette étude. La cellule haute pression étant destinée à recevoir un échantillon, il est indispensable de pouvoir y effectuer les mesures classiques de température, de potentiel ou d'intensité, de constante diélectrique etc.....

- 4 -

Toutes les autres grandeurs physiques mesurables devront presque nécessairement être ramenées à une grandeur électrique. Il est donc très important de pouvoir introduire des fils conducteurs au sein de la cellule sous pression et de réaliser les contacts sur l'échantillon.

1°/ La traversée du joint

Dans la configuration du joint retenue à la suite de l'étude systématique [1] déjà mentionnée dans l'introduction (Fig. 2-1), il est pratiquement impossible de réaliser des sorties de fils.

Les principaux points de rupture se situent à la jonction pyrophyllite/ téflon du joint, ou à la jonction cellule/joint.

- a) La rupture à la jonction pyrophyllite/téflon est sans doute provoquée par un cisaillement dû au renversement indiqué par la flèche (Fig. 2-1) et au glissement provoqué par le fluage qui s'effectue pendant la compression. Pour pallier cet inconvénient, il a fallu modifier le profil du joint et de la bague en téflon et leur donner la forme indiquée par la Figure 2-2.
- b) La rupture à la jonction corps de la cellule/joint est également provoquée par un cisaillement. La proximité du rebord C (Fig. 2-2) de la chambre est néfaste et il semble qu'il faille l'éviter en faisant passer les fils à mi-épaisseur du joint.



Fig, 2 -1 Points de rupture.

Fig. 2 -2 Joints adoptés.



En pratique, le fil de mesure est placé au fond d'une saignée usinée le long du corps de la cellule (Fig. 2-3). Il est maintenu en place par un ciment composé de poudre de pyrophyllite et de colle "Tatnall G.A.1 Contact Cement Kit" (Instruments Division - The Budd Company - Phoenixville - Pennsylvania).

Signalons à ce propos que les laboratoires américains utilisent un ciment constitué par un mélange d e silicate de sodium $(Na_2 Si O_3)$ et d'eau. Le passage du fil dans le joint se fera grâce à un trou percé à mi-épaisseur à l'aide d'un foret d'un diamètre légèrement supérieur à celui du fil conducteur utilisé (Fig. 2-3).

Pour les fils de mesure de faible résistance mécanique (Pt, Cu), il faut percer un trou un peu plus grand et graisser au bisulfure de molyb dène (S₂ Mo) ces fils avant leur mise en place. La rupture dans ce cas n'est pas due à un effort de cisaillement mais au fluage du joint qui en entraînant le fil provoque sa rupture par traction et striction. Lorsque le fil a une résistance mécanique suffisante (Ni, Fe, Chromel, Alumel), le joint, dans sa première phase de fluage, ne l'entraîne pas, il glisse sur le fil et c'est en favorisant ce glissement par l'emploi d'une graisse q ue l'on obtient de bons résultats.

2°/ Contacts sur l'échantillon

Dans la zone du volume laboratoire, volume dans lequel l'échantillon prendra plac e, les fils de mesure plongent dans la cellule soit directement si c'est un essai à la température ambiante, soit pas l'intermédiaire d'une perle en alumine frittée de 1 mm de \emptyset extérieur pour les essais à haute température. La traversée du cylindre chauffant est très délicate. Celui-ci, généralement creux et en métal ou en graphite, provoque la rupture de la perle isolante et établit un court-circuit entre le fil et le four. Pour pallier cet inconvénient le four est scindé longitudinalement en deux demi-cylindres. Les fils empruntent alors l'espace isolant laissé entre les deux parties du four (Fig. 2-4).

- 6 -

Nous n'apporterons aucune autre précision quant au montage, chaque essai nécessitant une mise au point particulière.

Cette technique une fois acquise, il importe de savoir où et comment placer l'échantillon, de connaître les dimensions et le volume à lui donner et, d'une façon générale, de définir le volume utile ou laboratoire disponible dans la cellule.

1°/ Nécessité d'une telle étude

La pyrophyllite, utilisée pour transmettre la pression à l'échantillon, n'est pas dénuée de friction interne; on peut avoir cisaillement. Ce milieu solide n'est pas hydrostatique, il existe un gradient de pression dans tout le volume du corps de la cellule.

- 7 -

Comme, d'autre part, il est nécessaire pour les études d'avoir un milieu aussi hydrostatique que possible, il est bon d'essayer de localiser, dans tout ce volume, la zone ou la région dans laquelle les gradients sont les plus faibles. Il sera ensuite possible, dans cette zône, d'intégrer la pression autour de l'échantillon en le plaçant dans un milieu plus hydrostatique (talc, Cl Ag, etc...) sans trop perturber pour autant la répartition initiale de la pression. Ce sera dans cette région que les déformations seront les plus faibles.

2°/ Répartition axiale de la pression

Cette étude a été réalisée en mesurant la différence de charge qu'il fallait appliquer sur l'appareil pour passer de la transition d'un échantillon de bismuth (Bi) placé au centre à celle d'un autre échantillon placé à une certaine distance du centre.

Le montage adopté est représenté par la Figure 3-1. L'échantillon test de Bi, petit cylindre de 0,5 mm de Ø et de 6 mm de long, fut placé successivement à 2, 4 et 6 mm de l'échantillon de référence, de mêmes dimensions, placé au centre.

Dans ce montage, il n'est pas nécessaire de sortir des fils pour faire les



Contact intermédiaire Cylindres corps en pyrophyllite en cuivre en pyrophyllite Filde Bismuth contact superieur en Que contact inférieur en Cu.

piston en acier trempé

Figure 3-1. Montage utilisé pour l'étude de la répartition axiale de la pression dans la cellule.

mesures, la chambre et les deux pistons suffisent. Le contact commun des deux échantillons montés en série est relié à la chambre tandis que les extrémités sont reliées aux pistons. A l'aide d'un enregistreur à deux voies, type MECI, on surveille l'apparition des transitions à 25,3 et 26,8 kb du Bismuth par discontinuité de la résistivité en notant à chaque fois la charge appliquée.

- 8 -

Le tableau 3-1 donne les résultats obtenus:

h mm	Nature de la transition du bismuth	Charge pour laq appa au centre F tonnes c	uelle la transition rait : en haut F _h tonnes	∆F=F _c -F _h en tonnes	Précision en tonnes
Ġ	I> II	29,6 ± 0,45	25,3 ± 0,45	+4,3	± 0,9
± 0,5	II> III	32,8 ± 0,45	28,6 ± 0,45	+ 4,2	± 0,9
4	I ->II	28,6 ± 0,45	24,7 ± 0,45	+3,9	±0,9
+ 0,5	11> III	31,7 ± 0,45	27,9 ± 0,45	+3,8	± 0,9
2	I> II	28,3 ± 0,45	29,3 ± 0,45	- 0 _s 5	+ 0,9
±0,5	II> III	31,2 ± 0,45	32,3 + 0,45	- 1,1	± 0,9

Tableau 3 - 1

erreur de lecture $\stackrel{+}{-}$ 450 kg.

On constate d'après ce tableau que la pression au centre de la cellule est inférieure à celle des zones proches des pistons. Par contre, il y aurait une légère dépression à proximité du centre. Nous reviendrons un peu plus loin sur ces résultats pour essayer de tracer les isobaresdans la cellule. La courbe (Fig. 3-2)

 $\Delta F = f(h)$

illustre les résultats consignés dans le tableau ci-dessus.

3°/ Répartition radiale de la pression

Le montage adopté est celui représenté par la Figure 3-3. Comme précédemment on repère successivement, par rapport à la charge appliquée, l'apparition des transitions des échantillons central et latéral en Bismuth.

L'échantillon latéral a été placé successivement à 2, 3 et 4 mm de l'axe. Comme précédemment, les trois électrodes que constituent la chambre et les pistons suffisent. Les résultats sont consignés dans le tableau 3-2:

r mm	Nature de la transition du bismuth	Charge pour laqu appara l'échantillon central F _c tonnes	elle la transition aft sur : l'échantillon latéral F _r tonnes	∆F=F _c -F _r	Précision en tonnes
9	I> II	30,8 - 0,45	32,3 ± 0,45	- 1,5	±0,9
	II> III	40,2 ± 0,45	41,8 - 0,45	- 1,6	± 0,9
	I> II	30,5 ± 0,45	33 ± 0,45	- 2,5	± 0,9
3	II> III	40 + 0,45	42,5 + 0,45	- 2,5	± 0,9
	I> II	30,5 ± 0,45	34 - ± 0,45	- 3,5	±0,9
4	II> III	40,5 ± 0,45	44,1 + 0,45	- 3,6	± 0,9

Tableau 3-2

m 9 m





Montage de l'ensemble

piston cylindrique en acier Stub trempé

contact en cuivre sur le piston supérieur

cylindre en pyrophyllite avec échantillon de Bismuth contact en cuivre sur la chambrecontact en cuivre sur

le piston inférieur _

corps en pyrophyllite.



piston cylindrique en acier Stub trempé

Fig. 3 -3 Montage pour étude de la répartition radiale de la pression dans la partie centrale de la cellule On constate d'après ce tableau que la pression va en décroissant du centre vers les parois de la chambre. La courbe (Fig. 3-4) $\Delta F = f(r)$ illustre les données de ce tableau.

<u>Remarques sur la précision</u> : L'erreur principale qui est faite est l'erreur de lecture sur le manomètre. La plus petite division de celui-ci correspond à une pression de 10kg/cm^2 . En admettant que l'on apprécie le quart de division , on fait une erreur absolue de 5 kg/cm^2 . L'erreur d'étalonnage est négligeable d'autant plus que c'est ici un facteur de transformation. Une pression d'huile de 5 kg/cm^2 équivaut à une force de 900 kg. Donc, en écrivant :

$$\Delta F = F + F_{test}$$

on commet une erreur de $\vdots \delta$ (Δ F) = δ F + δ F test lecture

 δ (Δ F) = 900 + 900 = 1800 kg.

4°/ Essai de mise en évidence des déformations

Avant de tenter de figurer les isobares dans le corps de la cellule, nous allons nous aider en observant les déformations que subissent les deux montages suivants :

a) - Dans un premier montage (Fig. 3-5) nous avons tronçonné la cellule en 8 disques plats (6 disques de 2 mm d'épaisseur et 2 disques de 1 mm) de même diamètre que la chambre. Au montage, nous avons intercalé entre chaque disque une mince feuille d'aluminium. La charge appliquée sur l'appareil, 70 tonnes, correspondait à une pression interne de 45 kb. Après décompression, un soin particulier a été apporté à l'extraction de la cellule de la chambre.

- 10 -







Fig. 3 -5 Montage des disques pour l'essai de mise en évidence des déformations.



La cellule libérée des joints a été immergée dans un bain d'araldite. Après la prise de cette colle, une section par l'axe de la cellule a été réalisée, suivie d'un polissage. La photo 3-6 donne le résultat obtenu.

b) - Dans un deuxième montage (Fig. 3-7) la cellule a été constituée par une série de cylindres concentriques, de diamètres extérieurs égaux à 2, 4, 6, 8 et 12,5 mm emmanchés les uns dans les autres avec interposition d'une mince feuille d'aluminium. La même charge que précédemment a été appliquée sur l'appareil: 70tonnes. A près démontage et enrobage à l'araldite, une section par l'axe a été réalisée ainsi qu'un polissage. La photo 3-8 montre le résultat obtenu.

c) - Conclusion de ces essais de déformation

La photo 3-6 montre qu'il y a eu, au cours de la compression, migration de matière du centre vers la périphérie et dans l'espace compris entre les pistons et la chambre.

Les deux disques de la partie médiane ne se sont presque pas déformés et leur épaisseur au centre n'a presque pas varié. La zone la plus perturbée est celle située au voisinage de l'arête des pistons et du raccordement joint/corps de la cellule.

La photo 3-8 montre et confirme la migration de matière vers la zone comprise entre les pistons et la chambre. Le cylindre dont le diamètre coïncide avec celui du piston^{*}, a nettement évolué vers le joint. La partie centrale, tout en ayant diminué de hauteur (sa hauteur est passée de 15 mm à 11 mm) est restée sensiblement cylindrique.



Fig. 3 -7 Montage des cylindres concentriques pour l'essai de mise en évidence des déformations.

La Figure 3-9 montre ce que donne la superposition des figures dessinées par les photos 3-6 et 3-8. Peut-on en déduire l'allure des courbes isobares et des courbes qui leur sont orthogonales?

On peut penser se servir de la Figure 3-9 pour essayer d'évaluer la pression moyenne engendrée dans un élément de volume en partant des déformations et écrire :

$$\frac{dV}{V} = kp$$

En fait, les déformations que l'on constate sont celles que la pyrophyllite, matériau pratiquement inélastique, conserve après décompression. Les zones les plus bouleversées ne sont pas celles qui ont subi, contrairement à ce que l'on peut penser, les compressions les plus intenses. Leurs déformations sont dues essentiellement au fluage de la matière des zones à haute pression vers les zones à pression moindre. Nous avons néanmoins essayé de chiffrer la déformation permanente de chacun des volumes élémentaires en supposant que ceux-ci ont gardé, si on peut dire, l'empreinte de la pression. Nous ne sommes pas arrivés à un résultat cohérent. Nous avons donc raisonné directement sur l'allure des courbes de déformation et sur les mesures directes de la pression suivant deux axes rectangulaires (cf. paragraphe précédent) pour atteindre la répartition de la pression dans la cellule.

Il semble que les isobares se répartissent de la façon indiquée par la Figure 3-10. Sur cette figure, nous n'avons représenté, du fait des symétries que le quart de la cellule. Nous avons porté en regard les courbes des Figures 3-2 et 3-4 qui nous permettent de connaître avec assez d'exactitude ce qui se passe le long de l'axe et dans le plan diamétral passant par le centre de la cellule.

Il ressort de cette représentation que la zone centrale est celle où les gradients de pression sont les plus faibles. On voit que dans un cylindre



plan de symétrie

12

Fig. 3.9 - Déformations dans la cellule d'après les photos 3.6 (montage des disques plats) et 3.8 (montage des cylindres concentriques). de 1 mm de \emptyset et de 4,5 mm de hauteur, ΔF ne varie pas de plus de $\frac{+}{-}$ 0,25 tonnes ce qui correspond à une variation de pression de $\frac{+}{-}$ 0,1 kb à 25 kb (cf. courbe d'étalonnage Fig. 4-1).

En fait, le volume laboratoire pourra être un peu plus important; en admettant un $\triangle P = 0,8 \text{ kb}$, soit 3% à 25 kb, on obtient les dimensions suivantes : $\emptyset = 3 \text{ mm}$ h = 5 mm.

Il sera en outre facile de rendre la pression plus homogène dans ce volume en le remplissant d'une matière plus hydrostatique telle que : talc , Ag Cl, Naphtaline, voire même d'un liquide (pétrole). L'échantillon sera placé au sein de ce matériau qui aura de plus l'avantage d'absorber les déformations qui apparaissent au début de la compression. La distance comprise entre les deux pistons d'acier diminue en effet de 25 à 30 % au cours de la première montée en pression.

Pour terminer ce paragraphe qui nous a permis de définir les dimensions du volume laboratoire, signalons que pour éviter les effets des arêtes des pistons nous avons modifié leur forme en les rendant légèrement coniques -(Fig. 3-11). La pression réalisée dans un appareil dépend non seulement des joints mais de la compressibilité globale de la cellule. En effet, la force absorbée pour comprimer les joints dépend de la course des pistons.Or, cette course, pour une pression donnée, dépend : de la compressibilité des divers constituants qui entrent dans la cellule et également des jeux d'usinage.

En admettant que l'usinage soit très soigné il importe, pour conserver un étalonnage, que les caractéristiques de la cellule ne varient que très peu. Cette faible variation peut être obtenue soit en ne faisant occuper à l'échantillon qu'une très faible partie du volume total, soit en procédant par compensation.

En effet, si par nécessité l'échantillon est assez volumineux et de compressibilité différente de celle de la pyrophyllite, on le placera au sein d'un matériau de compensation de telle façon que la variation de volume : échantillon + corps de compensation, soit égale à celle qu' aurait le même volume de pyrophyllite.

- Si V, k, représentent le volume et la compressibilité de l'échantillon,
 - V_c , k_c représentent le volume et la compressibilité du corps de compensation.

On devra remplacer le volume $V_e + V_c$ de pyrophyllite de compressibilité k par les volumes V_e de l'échantillon et V_c du corps de compensation de façon à ce que la relation :

$$(V_e + V_c) k_p = V_e k_e + V_c k_c$$
 soit satisfaite.

Plus généralement : $V k_p = \sum_i V_i k_i$

Il est évident que pour pouvoir faire une compensation il faut connaître les compressibilités des différents éléments. A ce sujet, P.W. Bridgman a mesuré les compressibilités de nombreux métaux et composés [2], [3] et [4], ce qui permet d'avoir une idée plus ou moins exacte de ce que l'on cherche. En fait, une compensation rigoureuse est impossible car le coefficient de compressibilité est une fonction complexe de la pression qui peut se développer sous la forme :

 $k = a + bp + cp^2 + \dots$

Dans le cas présent on ne tiendra compte que du terme constant.

Comme substance de compensation il faudra un corps plus ou moins compressible que la pyrophyllite suivant la nature de l'échantillon. On aura intérêt, par exemple, à prendre un corps transmettant mieux la pression et dent le volume ne devra pas excéder les limites du volume laboratoire que nous avons déjà définies. A titre indicatif, nous donnons ci-après les compressibilités d'un certain nombre de matériaux couramment utilisés dans le domaine des hautes pressions.

Tableau 4-1

Substance	Compressibilité à la température ambiante
Pyrophyllite	$-\Delta V = 19,5 \ 10^{-7} p - 17,43 \ 10^{-12} p^2$
Talc	$-\Delta V = 18 \ 10^{-7} \text{ p} - 8,1 \ 10^{-12} \text{ p}^2$
Ag Cl (monocristal)	$-\Delta V \simeq 22 \ 10^{-7} \text{ p}$
MgO	$-\Delta V \simeq 5,7 \ 10^{-7} p$
Naphtaline	$-\Delta V \approx 80 \ 10^{-7} \text{ p} - 120 \ 10^{-12} \text{ p}^2$
H Li	$-\Delta V \simeq 14 \ 10^{-7} p$
Cs Cl	$-\underline{\Delta V} \simeq 46 \ 10^{-7} \text{ p}.$
Na Cl (monocristal)	$- \underbrace{\Delta V}_{V} \approx 41,82 \ 10^{-7} \text{ p} - 50,4 \ 10^{-12} \text{ p}^{2}$



De même, lorsqu'on a besoin de faire des essais à haute température la nature et les dimensions du four sont susceptibles de faire plus ou moins basculer la courbe d'étalonnage. A cette fin, nous avons réalisé une succession de montages destinés à mettre en évidence ces différences en utilisant des fours constitués par des cylindres en nickel ou en graphite, la montée en température étant généralement obtenue par effet Joule. Les dimensions de ces fours sont :

four en nickel : Ø extérieur 6 mm, épaisseur de toile 2,5/10

four en graphite : \emptyset extérieur 6 mm; épaisseur de toile 5/10.

Les étalonnages ont été obtenus en repérant par rapport à la force appliquée les points de transition du bismuth (25,3 kb), du thallium (37 kb) et du baryum (59 kb).

Le tableau ci-dessous donne les valeurs obtenues au cours de la première montée en pression :

Tableau 4-2

Charge appliquée sur l'appareil en tonnes	Bi _{1→2} (25,3kb)	Bi ₂₃ (26,8kb)	Tl (37 kb)	Ba (59 kb)
Cellule sans four	37	44	68	128
Cellule avec four en Ni	36	42	57	90
Cellule avec fo ur en graphite	35	43	61,5	108

Le schéma de la cellule est donné par la Figure 4.2. L'échantillon a été placé directement dans la pyrophyllite.

Les courbes d'étalonnage obtenues sont celles de la Figure 4-1.

Nous voyons qu'en remplaçant une partie du volume de pyrophyllite par du nickel ou du graphite, moins compressibles, il y a relèvement de la courbe d'étalonnage (Tableau 4-3):

T	a	b	le	au	ı 4	-3
1000	-	-	-	-	-	

	Compressibilité à la température ambiante		
Pyrophyllite	$-\Delta V = 19,5 \ 10^{-7} \text{ p} - 17,43 \ 10^{-12} \text{ p}^2$		
Graphite	$-\Delta V = 1,8 \ 10^{-7} \text{ p}$		
Nickel	$-\Delta V = 5,29 \ 10^{-7} \text{ p} - 2,1 \ 10^{-12} \text{ p}^2$		

L'inversion des courbes du nickel et du graphite est due au fait que le graphite utilisé n'est pas très compact. Signalons que les volumes des fours étaient :

> Four en Ni $V = 6 \text{ mm}^3$ Four en C (graphite) $V = 14 \text{ mm}^3$

En considérant le volume de pyrophyllite compris au départ entre les deux pistons, on a :

$$V_{pyro} = 755 \text{ mm}^3$$

D'où le pourcentage :

$$\frac{V_{Ni}}{V_{pyro}} \simeq 10 \%$$

$$\frac{V_{C}}{V_{pyro}} \simeq 2 \%$$

On se rend compte à quel point l'introduction d'un corps étranger dans la cellule perturbe la courbe d'étalonnage sans oublier que les jeux d'usinage peuvent intervenir dans la dispersion des mesures. Il importe donc, lorsqu'on a choisi un montage expérimental particulier, de faire un étalonnage dans les mêmes conditions.

V . CONCLUSION

Cette étude nous a permis de nous rendre compte de l'importance que revêt la connaissance de ce qui se passe au sein de la cellule d'un appareil du type " Belt " au cours de la compression. Les dimensions du volume laboratoire, l'emplacement optimum de l'échantillon ont pu être fixés.

Nous savons également comment il est possib le de mettre partiellement à l'abri des déformations l'échantillon.

Nous avons mis en évidence l'influence de l'adjonction de corps étrangers tels que fours, contacts, etc.... de compressibilités différentes de celle de la pyrophyllite utilisée comme agent transmetteur.

Les problèmes des sorties de fils étant par ailleurs résolus, le champ est donc maintenant entièrement ouvert à l'expérimentation.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Etude systématique d'un appareil générateur de hautes pressions statiques dans un milieu solide - M. CONTRE - 4 Avril 1963.
- [2] The Thermal conductivity and Compressibility of Second Rocks under pressure - P.W. BRIDGMAN - Amer. Journ. Sci. 6-81/102 -1924.
- 3 The Physics of high pressure P.W. BRIDGMAN Pg. 160-163.
- [4] Linear compression to 30000 kg cm⁻² including relatively incompressible substance - P.W. BRIDGMAN - Proceedings of the Amer. Academy of Arts Sci. Vol. 77 - pg. 189-233.

