

qui nous a permis de réaliser la quasi-totalité du matériel dans nos ateliers avec le minimum de temps et de dépenses.

L'exemple de la fig. 2 est destiné à l'étude de l'action de l'oxyde de carbone sur divers produits organiques en présence de différents catalyseurs.

La réaction a lieu dans un réacteur horizontal (g), la phase liquide occupant la moitié inférieure et la phase gazeuse la moitié supérieure du volume de 200 cm<sup>3</sup>. La longueur interne utile est de 1 m. Au centre, un tube permet le déplacement d'un thermocouple de façon que l'on puisse déterminer et enregistrer (p) la température axiale en tous points. Un four en 3 parties (r) permet d'agir sur la température de la réaction.

Le gaz a les fonctions de composant de la réaction, de régulateur et de transporteur. Stocké en bonbonnes, il est comprimé jusqu'à la pression déterminée par un compresseur à membrane (b) jusqu'à un maximum de 1000 bars.

La régulation s'effectue de la manière suivante : d'une chute de pression dans le réacteur, chute due à la réaction, à un balayage ou à un prélèvement, un manomètre à contacts de haute précision (e) de notre invention, commande la compression d'huile du compresseur à membrane (b). Lorsque, la pression est légèrement supérieure à celle de la consigne, un deuxième manomètre à contacts (f), permet l'ouverture d'une vanne électropneumatique jusqu'au rétablissement de la pression de consigne dans le circuit réacteur-collecteur. Le système stabilise la pression à  $\pm 0,05$  bar dans l'ensemble de l'installation.

Le liquide contenant le catalyseur est injecté par une pompe (h). Le débit est réglé par le « by-pass » (i) et la quantité introduite est mesurée dans une burette graduée, alimentant la pompe. Une soupape antiretour (j) et un disque de rupture calibré (k) assurent la sécurité en cas de surpression.

Généralement, on effectue un léger balayage par une détente par le circuit (m), qui permet de mesurer également le passage du gaz sur un compteur.

Les produits de la réaction sont collectés dans le décanteur (i) à la base duquel on les prélève après détente au travers d'une vanne.

Le recyclage du gaz peut se faire après la purification (décarboxylation) dans le réservoir n.

Dans la partie inférieure de la figure 2, on remarque un circuit de sécurité en cas d'arrêt du compresseur. Il consiste en deux séparateurs à piston qu'il est possible de remplir indépendamment à 1000 bars. Cette réserve peut alimenter le cas échéant, l'installation en comprimant la partie inférieure des pistons avec de l'huile provenant d'une pompe (t).

### Solubilités des solides dans les liquides.

Le but de ces essais est la détermination optimale de dissolution de l'alumine dans une solution de carbonate de soude 2 fois molaire.

L'appareil conçu spécialement pour le système précité, surtout en ce qui concerne la résistance à la corrosion sous pression, peut également servir à l'étude de nombreux autres systèmes, ainsi

qu'à l'étude rapide des compressibilités de liquides jusqu'à 550 °C et 2200 bars.

1. Pour l'étude des solubilités, une presse à piston comprime la solution de carbonate et maintient automatiquement la pression choisie dans un autoclave de 200 cm<sup>3</sup> qui contient de l'alumine (fig. 3).

Un manomètre à contacts très précis permet de relever et de maintenir la pression à  $\pm 0,5$  bar dans l'ensemble de l'appareillage.

La température est contrôlée à l'extérieur et à l'intérieur de l'autoclave à l'aide de thermocouples du type « thermocoax ». Avec un système de régulation approprié, nous obtenons des écarts inférieurs à 0,5 °C suivant des vérifications faites au potentiomètre de précision. Ayant fixé la température et la pression, une vanne située dans le bas de l'autoclave permet de prélever à tout instant des échantillons de solvant et de soluté et d'en déterminer les compositions.

La pression est immédiatement rétablie, ce qui permet d'obtenir rapidement des séries de résultats sans trop perturber l'état du système.

Ces mesures se font en l'absence d'agitation, elles se rapprochent ainsi des conditions dans lesquelles s'effectuent les synthèses hydrothermales. Les observations faites sur la température permettent cependant d'affirmer qu'il existe un courant de convection favorable à la vitesse de dissolution.

Afin d'éviter les précipitations de carbonate sous pression dans les tuyauteries et appareils extérieurs, ceux-ci ont été intégralement thermostatés à 40 °C.

Le volume des prélèvements peut être connu à une très grande précision ( $\pm 0,005$  cm<sup>3</sup>) grâce à un compte-tours couplé au moteur de la presse d'injection.

2. Dans le but de réaliser une enceinte de synthèse hydrothermale à pression compensée, le même appareil a pu être utilisé pour l'étude des compressibilités du carbonate de soude. Une vérification a été effectuée avec de l'eau; elle montre la bonne concordance avec les travaux analogues faits aux Etats-Unis. Ce type d'appareil peut donc fournir très rapidement des données dans cet important domaine thermodynamique.

### Conclusions.

Nous venons de montrer les raisons qui ont incité l'Institut Belge des Hautes Pressions à réaliser une section de recherches sur les réactions chimiques.

La réalisation de telles installations, même au stade du laboratoire soulève de très grandes difficultés. Celles-ci résultent principalement du fait que les chercheurs doivent encore concevoir et faire réaliser eux-mêmes presque tout l'appareillage de recherche à haute pression.

Nous avons souvent mentionné cet état de fait qui est évidemment très regrettable et aussi insisté sur l'intérêt qu'il y aurait de pouvoir s'adresser à des firmes sérieuses susceptibles de fabriquer du matériel directement utilisable (1), (2), (3).

Cet aspect du problème de la recherche sous hautes pressions nous a d'ailleurs amenés à entreprendre des travaux en collaboration avec le Centre National de Recherches Métallurgiques, le Centre de Recherches pour l'Industrie des Fabrications Métalliques et avec divers industriels belges pour mieux connaître et définir exactement le comportement sous haute pression des aciers, et plus particulièrement des enveloppes cylindriques. Les résultats de ces travaux, quoiqu'encore incomplets ont permis d'élaborer de nouvelles méthodes de calcul dont nous avons pu faire l'épreuve.

Aussi, formons-nous le souhait que les Sociétés belges qui depuis longtemps ont été mêlées à nos travaux aient bientôt la possibilité de réaliser de l'appareillage à haute pression pour la recherche et les applications industrielles.

### Bibliographie.

- (1) L. DEFFET : *Industrie Chimique Belge*, 27, 335, (1962).
- (2) L. DEFFET : *Thermotecnica (Milano)*, 17, 646, (1963).
- (3) L. DEFFET : *Chimia (Aarau)*, 18, 89, (1964).

APPAREILLAGE SOLUBILITES  
EN CONTINU 2000 ATM.

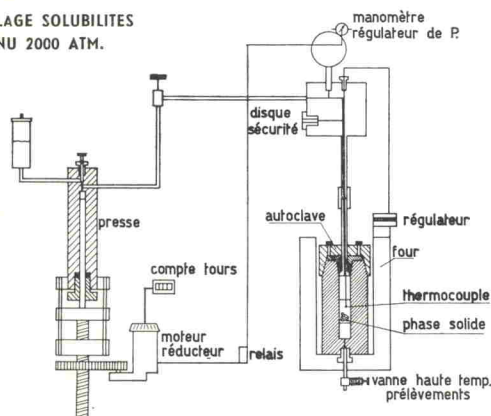


Fig. 3.