

OCT 25 1966

DEFF L50 0016

LE JOURNAL DE PHYSIQUE ET LE RADIUM.

TOME 11, AOÛT-SEPTEMBRE 1950, PAGE 489.

RECHERCHES ET TECHNIQUES DANS LE DOMAINE DES HAUTES PRESSIONS ⁽¹⁾

Par L. DEFFET.

D^r Sc., Directeur de l'Institut Belge des Hautes Pressions.

Sommaire. — L'Institut Belge des Hautes Pressions effectue depuis quelques années une série de recherches tant scientifiques que techniques dans le domaine des hautes pressions.

Ces recherches sont réalisées au moyen d'un matériel permettant d'atteindre des pressions de l'ordre de 10 000 atm en phase liquide et de faire des travaux dans diverses directions. Actuellement les recherches en cours portent en ordre principal sur les points suivants : établissement de courbes de fusion et de transformation de substances organiques, étude expérimentale et théorique de la résistance des tuyauteries à très haute pression, détermination des variations du zéro et de l'hystérésis des tubes manométriques en fonction de la qualité des aciers, influence de la vitesse de mise en charge au cours d'essais de fraction, influence de la pression sur les substances du sérum en cause dans les réactions immunologiques. Signalons encore les travaux sur les étalons et les balances manométriques, la mise au point de piézomètres à quartz, le tarage des crushers, et des études ayant comme but de mettre à la disposition des chercheurs des méthodes de détermination et d'obtention des hautes pressions.

Introduction. — Au cours de deux conférences précédentes, M. le Professeur Timmermans vous a exposé les résultats des recherches qu'il a commencées dès 1910 dans le domaine des hautes

pressions, et de celles que j'ai entamées sous sa direction à l'Université de Bruxelles en 1932. Je ne reviendrai donc pas sur les résultats tant scientifiques que techniques obtenus au cours de ces recherches, si ce n'est pour dire qu'ils furent à la base de la plupart des travaux actuellement poursuivis par l'Institut Belge des Hautes Pressions.

⁽¹⁾ Conférence faite à la Faculté des Sciences de l'Université de Paris, le 2 juin 1949.

Cet organisme, dont l'existence avait été précédée avant la guerre par celle du « Centre de Recherches aux Hautes Pressions » fut créé en 1945, par le Professeur F. H. van den Dungen, Membre de l'Académie de Belgique, qui en assume la présidence depuis cette époque.

L'Institut Belge des Hautes Pressions a pris comme but de grouper sous une même direction les diverses recherches effectuées en Belgique dans le domaine des hautes pressions, ce tant du point de vue des recherches scientifiques que techniques, et de pousser à la réalisation de nouvelles recherches : il fut aidé dans cette tâche par les subsides d'un autre organisme belge créé vers la même époque, l'Institut pour l'Encouragement de la Recherche scientifique dans l'Industrie et l'Agriculture, connu en Belgique sous le sigle « I. R. S. I. A. », ainsi que par les subsides de l'industrie et par l'aide de certains ministères, et en particulier celui de la Défense Nationale.

L'Institut Belge des Hautes Pressions possède ses laboratoires propres et travaille en collaboration directe avec quelques laboratoires universitaires, et tout particulièrement avec le Laboratoire des Hautes Pressions de la Faculté des Sciences de l'Université Libre de Bruxelles, à qui il confie des recherches.

Il m'a semblé utile de présenter d'abord la façon dont les recherches aux hautes pressions sont actuellement considérées en Belgique, parce que, dans l'exposé qui va suivre, il pourrait vous apparaître que nous touchons à des domaines fort divers. La cause en réside dans le fait même que notre organisme est subdivisé en diverses sections de travail, dont la plupart sont placées sous la direction scientifique d'un professeur d'une de nos universités, et que chacune de ces sections poursuit dès à présent un certain nombre de recherches de base, ces mêmes recherches devant être amplifiées par la suite, le nombre des sections ne devant vraisemblablement plus être augmenté.

Les sections actuelles de l'Institut Belge des Hautes Pressions sont au nombre de neuf, dont une section d'étude des poudres et explosifs, section pour laquelle certaines méthodes d'étude se rattachent à des techniques particulières au domaine des hautes pressions, et une section de documentation. Dans les autres sections s'effectuent des études se rapportant plus particulièrement aux hautes pressions : les plus importantes, sont les sections s'occupant des hautes pressions statiques, des hautes pressions dynamiques, de la manométrie statique et de la manométrie dynamique, de la spectrographie sous hautes pressions, et des réactions chimiques.

Cette introduction ayant permis d'indiquer comment sont envisagées les recherches à l'I. B. H. P., je vais tenter de vous donner un aperçu des problèmes que nous avons été et sommes amenés à résoudre

et quelles sont les techniques que nous employons pour ce faire.

A la fin de cet exposé, je donnerai en quelques mots, la façon dont s'organise actuellement la recherche scientifique appliquée en Belgique, de manière à ce que vous puissiez mieux situer la position de notre Institut dans le cadre général des organismes belges de recherche.

Avant de décrire les recherches effectuées à l'I. B. H. P. et les appareils y existant, quelques mots d'introduction sur les méthodes d'obtention et de mesure des très hautes pressions qui y sont utilisées me semblent nécessaires, afin de ne pas devoir revenir sur ces questions au cours de l'exposé.

Je n'entrerai pas pour le moment dans le détail ni de la construction des appareils, ni de certaines techniques spéciales des hautes pressions, mais je vous signalerai simplement :

1° Que nous réalisons l'obtention des hautes pressions en milieu liquide ou en milieu gazeux uniquement par la compression d'un liquide, non congelable sous haute pression, dans une enceinte quelconque et de forme variable suivant les modalités d'emploi.

La compression de ce liquide est obtenue par l'effet d'un piston dans un cylindre, ce piston étant mû, soit mécaniquement, par l'intermédiaire d'une vis sans fin, soit hydrauliquement par l'intermédiaire d'un piston « différentiel », c'est-à-dire d'un piston dont la surface sur laquelle s'exerce la pression primaire, ou basse pression, est n fois plus grande que la surface qui engendre la pression secondaire, ou haute pression.

Le premier système, c'est-à-dire le système de presse à avancement mécanique du piston, n'est utilisable que jusqu'à des pressions de l'ordre de 10 000 kg : cm² au maximum, tandis que la seconde méthode permet l'obtention de pressions beaucoup plus élevées et dont la limite dépend uniquement de la résistance des enveloppes, de celle du piston et de l'étanchéité des joints.

2° Que nous réalisons la mesure des pressions, très élevées, ou des pressions rapidement variables, mesures qui, ainsi que vous le savez, soulèvent des problèmes extrêmement complexes, les appareils devant présenter le minimum d'hystérésis, au moyen de manomètres métalliques du type « Bourdon », soigneusement et fréquemment étalonnés à partir de balances manométriques et au moyen de piézomètres à quartz.

La réalisation de ces appareils a été d'une façon générale effectuée en Belgique en collaboration avec notre Institut, ou même directement par nous ; ceci provient des raisons suivantes :

1° les appareils à haute pression ne sont pas fabriqués d'une façon courante et il est donc souvent

nécessaire de créer soi-même son appareillage propre d'après les besoins définis des recherches;

2° pour remédier dans une certaine mesure à cet état de choses, nous avons engagé certains industriels belges à étudier en commun avec nous la construction d'appareils d'obtention et de mesure des hautes pressions.

C'est ainsi que, dès à présent, nous avons étudié et fait réaliser un certain nombre d'appareils et en particulier les appareils suivants :

a. Une pompe à 2 500 kg : cm² qui est d'un type actuellement courant et sert à des mises sous pression d'appareils divers en essai.

b. Une pompe à 5 000 kg : cm² à piston différentiel, le rapport entre la surface des pistons étant de 1 à 10, ce qui multiplie par 10 la pression exercée sur la surface du grand piston (si l'on ne tient pas compte des pertes dues aux frottements).

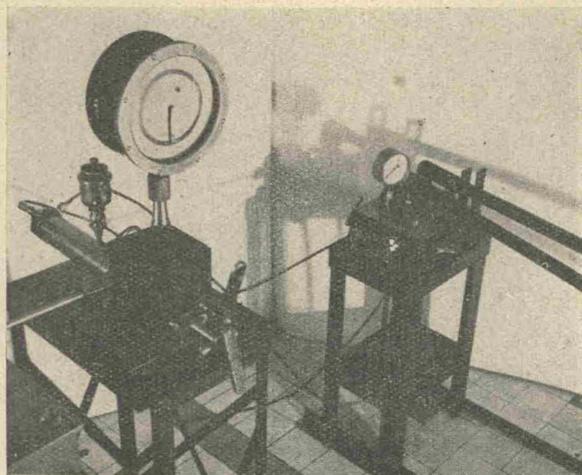


Fig. 1.

Ainsi qu'on peut le voir sur la photographie 1, cette pompe est d'un encombrement fort réduit : cette remarque est d'ailleurs générale pour les appareils à haute et à très haute pression, le volume qu'il est possible de comprimer se réduisant au fur et à mesure que la pression que l'on veut atteindre devient plus élevée.

c. Une pompe à 10 000 kg : cm² basée sur le même principe (le rapport entre la surface des pistons étant ici de 1 à 18); cette pompe est munie d'un manomètre du type Bourdon de grand modèle, gradué jusqu'à 15 000 kg : cm², mais utilisable seulement d'une façon courante jusqu'à 10 000 kg : cm² : on voit sur la photographie 2, de même que sur la photographie précédente de la presse à 5000 kg : cm², le cylindre contenant le piston différentiel et raccordé à la pompe primaire. Cette photographie

montre également les diverses connections des appareils vers le cylindre-laboratoire, qui peut être mis à température constante par immersion dans un thermostat.

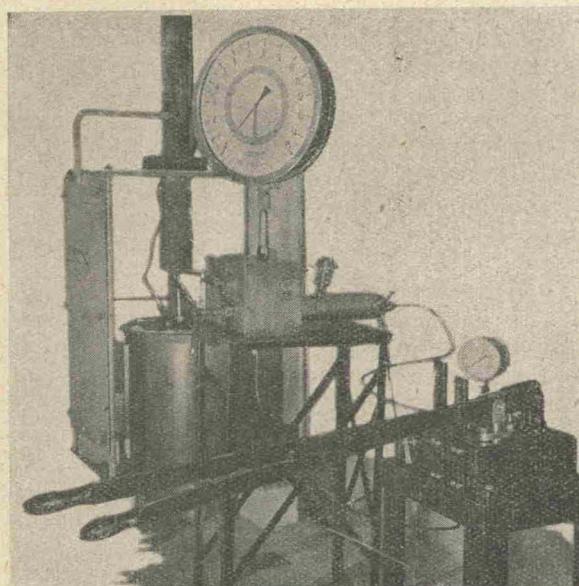


Fig. 2

Ces appareils, ainsi que les manomètres correspondants ont été construits par la Compagnie des Compteurs et Manomètres : cette Société construit actuellement, en collaboration avec notre Institut, une pompe à avancement mécanique du piston qui pourra fonctionner jusqu'à 10 000 kg : cm².

Les pompes à haute pression, à 5 000 et 10 000 kg : cm², en usage dans nos laboratoires, sont d'une réalisation généralement plus compliquée que celles qui sont utilisées par d'autres chercheurs, ceux-ci utilisant des pompes à piston différentiel combinées directement avec le cylindre-laboratoire. Ce système, plus simple à réaliser, ne permet toutefois que d'effectuer des recherches pour lesquelles la température ne doit pas être définie d'une manière très précise, ce qui dans certaines études que nous poursuivons (analyse piézométrique) est d'une importance primordiale.

Je vous signale que les pompes décrites ci-dessus servent à obtenir des pressions en milieu liquide : si l'on veut comprimer un gaz il faut, ou bien utiliser des compresseurs, ce qui est d'un emploi peu commode en laboratoire, ou bien, tout au moins si les volumes envisagés sont faibles, passer par un système permettant de séparer le liquide de compression du gaz à étudier. Nous avons entamé la construction d'appareils de ce type qui consistent en un séparateur entre gaz et liquide par l'intermédiaire

de mercure; ce séparateur est pourvu de contacts électriques, de manière à pouvoir déterminer les hauteurs relatives du gaz, du liquide de compression et du mercure dans l'appareil.

Dans certains cas les recherches nécessitent la mise sous pression brusque des appareils ou de parties d'appareils : ceci se présente, entre autre, dans les études sur la résistance des aciers au choc, que nous avons entamées il y a quelques années. La pression brusque sur les éprouvettes à étudier est obtenue par la combustion d'une poudre plus ou moins vive à l'intérieur d'une solide chambre de compression, la pression agissant sur l'embase d'un piston dans lequel s'engage l'éprouvette à étudier.

En ce qui concerne les appareils de mesure de pression, nous utilisons actuellement principalement des manomètres métalliques du type « Bourdon » de différents modèles, de diverses précisions suivant les besoins : ces manomètres présentent des inconvénients certains sur lesquels nous reviendrons plus loin, mais ils restent malgré tout extrêmement utiles dans la plupart des cas.

Pour la mesure des pressions rapidement variables, nous employons un piézomètre à quartz, de construction classique avec enregistrement photographique par l'intermédiaire d'un tube à rayons cathodiques, et avons à l'étude un manomètre utilisant comme principe la mesure de la variation de grandeurs électriques, en particulier de la résistance.

Tout ceci ne sort donc pas des méthodes habituelles utilisées dans tous les laboratoires à haute pression, et qui emploient les mêmes manomètres « secondaires », appelés ainsi parce que leurs indications doivent être étalonnées à partir d'un manomètre primaire (qu'il ne faut pas confondre avec ce que l'on appelle généralement des manomètres « étalons » et qui, en réalité, ne sont que des manomètres étalonnés à partir d'un manomètre primaire).

Nous possédons un appareil pour l'étalonnage de manomètres tant statiques que dynamiques, appareil qui est constitué par une balance à fléau de grande précision. Cette balance permet d'exercer en un point une force exactement définie : elle est conçue de façon à ce que l'on puisse appliquer ces forces sous différentes vitesses de mise en charge

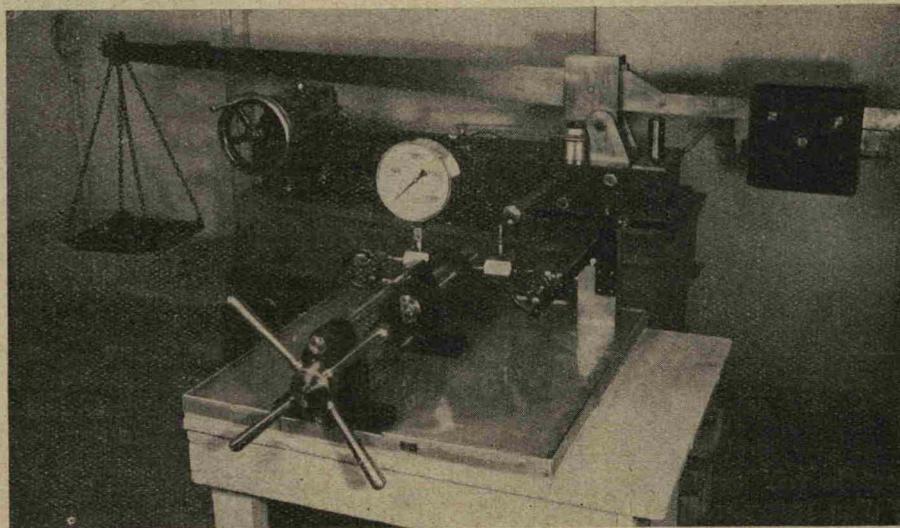


Fig. 3.

parfaitement reproductibles (photographie 3). Cette balance a été combinée de telle sorte qu'on peut l'utiliser pour divers étalonnages :

1° Pour l'étalonnage de manomètres statiques quelconques, la pression étant obtenue au moyen d'un fluide de compression.

Pour cette utilisation, on intercale entre le statif de la balance et le point de réaction, un manomètre à piston libre, c'est-à-dire un manomètre dont le principe consiste à déterminer la force qu'il faut

exercer sur un piston pour le maintenir en équilibre sous la poussée hydrostatique à définir.

La balance à piston libre que nous avons réalisée est d'une conception particulièrement simple, mais se rapprochant le plus possible des conditions théoriques à observer dans ce cas.

Cet appareil, peut être mis sous pression avec une pompe quelconque. Sur la photographie 3, on peut voir qu'il est raccordé à une presse à avancement mécanique du piston, dont je vous ai parlé tout à l'heure. Sur cette photographie, on remar-

quera le système de rotation du piston : en effet, afin de réduire au maximum les frottements solides entre le piston libre et son logement, ce premier doit être soumis à une rotation au moment des mesures.

2° Pour l'étalonnage du quartz piézoélectrique on intercale entre le statif et le point de réaction de la balance, un support simple, le bouchon porte-quartz étant introduit par le dessous.

3° Enfin, pour l'étalonnage des crushers, on utilise un support spécial, permettant la rotation du cylindre entourant le piston afin de réduire les frottements sur ce dernier au moment de la mesure.

En plus de cette balance manométrique, nous utilisons pour des études spéciales (par exemple l'étude de l'hystérésis des manomètres « Bourdon ») un manomètre à piston libre de forme simple et classique, consistant en un cylindre dans lequel peut coulisser un piston de diamètre parfaitement connu, la poussée hydrostatique à mesurer étant contrebalancée par des poids suspendus à une rotule s'adaptant à l'extrémité libre du piston.

Ce préambule ayant servi à définir la nature des appareils que nous utilisons, je passerai maintenant à l'exposé des études et travaux réalisés à l'I.B.H.P. en indiquant dans chacun des cas les moyens spéciaux mis en œuvre.

Exposé des recherches.

1. Section des hautes pressions statiques. —

Dans le domaine des hautes pressions statiques deux types de travaux ont retenu notre attention, les premiers relatifs à l'étude des variations de certaines grandeurs physiques, en particulier la température de fusion et la température de transformation de formes polymorphes, de substances pures et de solutions concentrées de substances pures, recherches dont les résultats pourront être intégrés dans les théories modernes des états liquide et solide et des phénomènes de transition « ordre-désordre »; les seconds se rapportant à des problèmes plus précis sur l'état des matériaux soumis à de très hautes pressions.

Dans les premiers de ces travaux se place la continuation des études que j'avais poursuivies jusqu'en 1940 sur l'analyse piézométrique, et en particulier la détermination avec grande précision de l'influence de l'élévation de pression sur les températures de fusion et de transformation de corps purs et de mélanges binaires organiques ou inorganiques (solutions concentrées).

Ces travaux, dont l'importance au point de vue théorique et les résultats vous ont été signalés par M. Timmermans, ont entre autres, comme buts de définir une échelle manométrique, comparable à l'échelle thermométrique, et d'étudier les propriétés thermodynamiques sous pressions élevées

de substances organiques et de leurs mélanges binaires.

Ces recherches sont réalisées au moyen de l'analyse piézométrique, qui consiste à étudier la courbe de variation de la température de fusion ou de transformation sous l'influence d'une chute régulière de pression, à température constante. Les résultats, ainsi que j'ai pu le montrer au cours des travaux publiés dès 1936, sont remarquables et la méthode est d'une grande rigueur.

La réalisation technique de cette méthode est assez compliquée, surtout si l'on veut pousser les recherches jusqu'à des pressions de l'ordre de 10 000 atm, comme nous le faisons actuellement.

En effet, il est nécessaire :

1° d'avoir une bombe-laboratoire séparée du corps de presse, afin de pouvoir la maintenir à une température parfaitement constante;

2° de posséder un système permettant d'effectuer une chute de pression régulière et très lente dans la bombe-laboratoire, les variations de volume devant être très faibles, afin qu'à tout moment la substance étudiée se trouve en équilibre.

En ce qui concerne ce deuxième point, la méthode la plus rigoureuse est celle qui consiste à utiliser une pompe à entraînement mécanique du piston et à actionner celui-ci au moyen d'une horloge à poids ou d'un moteur démultiplié. Précédemment nous avons utilisé chacun des deux systèmes, de manière à réaliser des chutes de pression régulières de l'ordre de 5 à 10 atm à l'heure.

Je n'entrerai pas dans les détails de ces appareils, qui doivent être en outre combinés à un système de photographie automatique du manomètre.

Actuellement, l'un des assistants de l'Institut, M. Trappeniers, a réalisé un appareil de chute de pression basé sur le principe d'une fuite réglable, appareil dont la description mérite d'être faite (photographie 4).

La haute pression est obtenue à l'aide d'un amplificateur à piston différentiel d'un rapport 1 à 18, rendu parfaitement étanche par des joints glissants automatiques. Un système de fuite fait tomber lentement la basse pression de l'amplificateur, causant ainsi un recul du piston différentiel et une augmentation lente du volume dans la partie soumise à haute pression. L'espace dans le cylindre amplificateur, compris entre la grande et la petite section du piston, suit fidèlement cette variation de volume tout en la multipliant par le rapport des sections du piston moins la petite section : soit environ 1 à 17. Cet espace est mis en communication par l'intermédiaire d'huile et de mercure à une cellule de mesure formée par un tube de verre de 3 mm de diamètre; à la partie inférieure de cette cellule se trouve un contact fixe en platine et à sa partie supérieure un contact mobile.

Deux robinets, pouvant être actionnés par un

dispositif électromagnétique, permettent de mettre la cellule de mesure en communication soit avec un réservoir à mercure, soit avec l'espace entre les deux pistons, dont on veut mesurer la variation de volume.

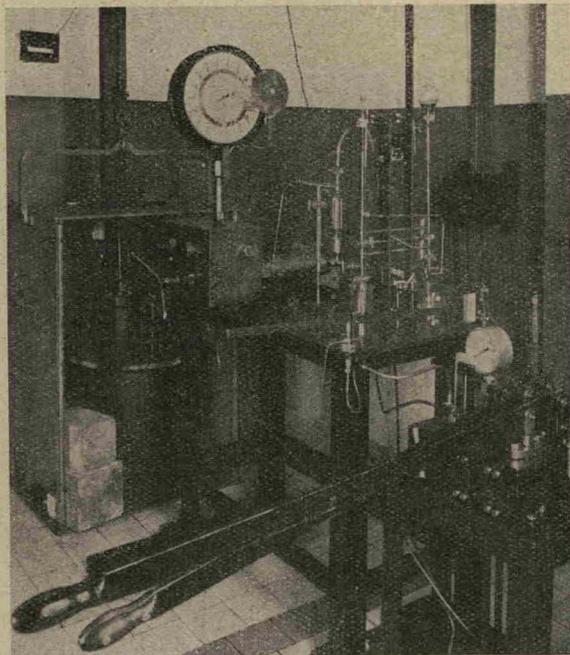


Fig. 4.

Au début de l'expérience le robinet isolant la cellule est fermé, l'autre robinet donnant accès à la réserve de mercure étant ouvert. La cellule se remplit lentement jusqu'à ce que le mercure ferme le contact supérieur, faisant ainsi simultanément s'ouvrir le premier robinet et se fermer l'autre. Le mercure de la cellule s'écoule, aspiré par l'augmentation de l'espace entre les deux pistons. Lorsque le contact inférieur est interrompu, le même dispositif électrique ferme de nouveau le premier robinet et ouvre le second, de sorte que la cellule puisse se remplir de nouveau. En même temps l'impulsion électrique actionne l'obturateur d'un appareil photographique, enregistrant ainsi une photo du manomètre sur un film mobile.

De cette façon on prend une série de photographies du manomètre à un intervalle de volume exactement donné par le volume délimité par les deux contacts électriques.

La pesée du mercure qui remplit la cellule permet de calibrer très exactement son volume. En fait la précision n'est limitée que par la reproductibilité des contacts électriques; elle peut atteindre 1 mm^3 , soit pour 1 cm^3 , le $1/1000^{\circ}$. Tenant compte de l'amplification de 1 à 17 dans l'espace entre les pistons et également des écarts sur le diamètre du cylindre

on pourrait obtenir le $1/500^{\circ}$, à condition alors de réaliser une constance de température à $0^{\circ},1$.

Ainsi que je vous l'ai signalé tantôt, dans cette section se poursuivent également des recherches sur la résistance des aciers à haute pression et en particulier l'étude des diverses caractéristiques des tubes soumis à des pressions élevées : cette étude, dont les résultats doivent servir à définir des théories sur le comportement des tubes à haute pression, a été réalisée de manière à pouvoir déterminer la limite élastique du métal et de suivre le comportement du tube jusqu'à la rupture.

a. Etude sur l'éclatement des tubes. — Le but de cette étude expérimentale aussi bien que théorique est de fournir une base sûre pour le calcul des appareils travaillant à très haute pression et pour l'étude des tubes à parois multiples. On sait en effet que la théorie de la résistance des matériaux sous sa forme habituelle, devient insuffisante lorsqu'elle est appliquée à des cylindres épais devant résister à une pression interne élevée. Bridgman par exemple a montré que de tels cylindres peuvent supporter des pressions excédant de 4 à 5 fois celles prévues par la théorie ordinaire. Cet effet est dû, semble-t-il, à des propriétés spéciales de l'état plastique que prennent les couches internes du tube, propriétés très mal connues encore jusqu'ici. Il en résulte que les méthodes de calcul pour appareils à hautes pressions, extrapolées des théories ordinaires, contiennent toujours une sérieuse part d'empirisme.

En général ces méthodes partent d'une analyse mathématique des états de tension dans la paroi du tube qui conduit à une relation entre la pression interne et les tensions radiales et tangentiellles dans la paroi. On est obligé alors d'introduire dans le raisonnement un critère simple de limite d'élasticité ou de rupture afin de pouvoir calculer les états critiques pour le tube global. Seule une étude expérimentale de l'éclatement de tubes peut conduire à la connaissance parfaite d'un tel critère.

La technique des essais d'éclatement à haute pression est difficile et, à notre connaissance, les travaux de Cook et Robertson ne dépassant pas quelques 2 000 atm sont les seuls de ce genre jusqu'à présent. A la lumière de ces faits, on voit l'intérêt que revêt une étude systématique des conditions de gonflement et de rupture de tubes épais jusqu'à des pressions de 5 000 atm comme nous l'avons entreprise, d'autant plus que, par comparaison des résultats d'éclatement de tubes avec des essais mécaniques simples sur des éprouvettes tirées de ces mêmes tubes, nous espérons rattacher le critère d'élasticité et de rupture aux caractéristiques des matériaux données par les essais mécaniques habituels.

Ainsi, nous avons l'espoir de pouvoir apporter

une contribution sérieuse à la théorie des enveloppes épaisses qui permettra de calculer avec certitude les tubes devant résister à très haute pression et d'entamer ensuite sur cette base certaine une étude de frettage de tubes.

Appareillage de recherche. — Le tube à essayer est soumis à une pression intérieure croissante obtenue par compression d'huile au moyen d'une pompe primaire à 800 kg : cm² et d'un cylindre à piston différentiel. L'augmentation de volume résultant du gonflement se mesure en introduisant le tube en essai dans un second tube de diamètre double, le tout formant un système étanche.

Le remplissage du tube extérieur se fait par une ouverture ménagée dans le tube extérieur et l'étanchéité est réalisée grâce aux deux rondelles en caoutchouc; un joint mobile permet la fermeture du tube extérieur à une extrémité. L'espace annulaire rempli d'huile est en connexion avec un appareil de mesure de volume suffisamment précis ($\pm 0,05$ cm³). Cette mesure s'effectue par la lecture du niveau d'huile dans une burette graduée jusqu'à 100 cm³. Le remplissage de cet appareil est réalisé par les deux arrivées d'huile. Les robinets permettent le réglage du niveau d'huile dans la burette (photographie 5).

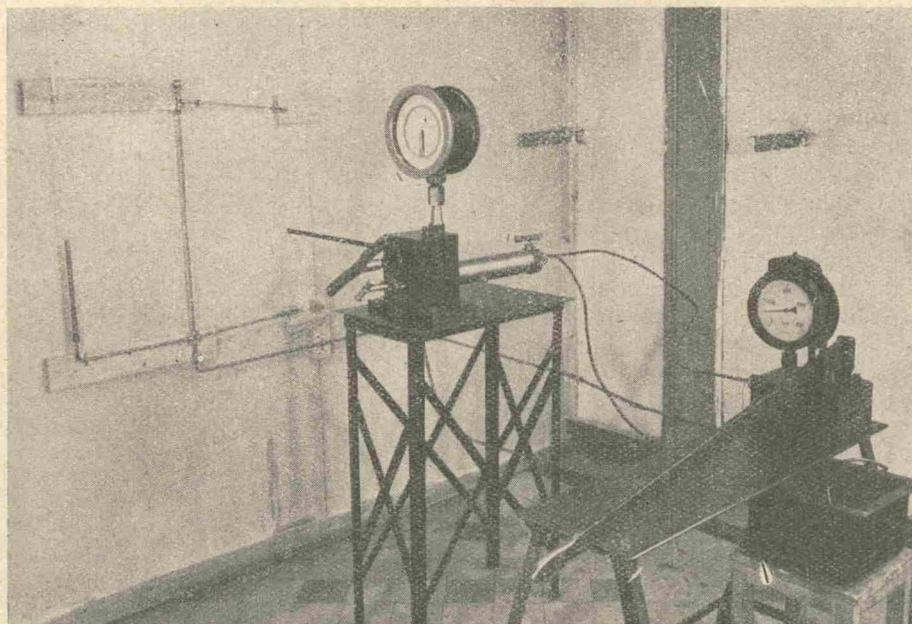


Fig. 5.

Le volume de l'huile augmente de 0,4 cm³ pour une élévation de température de 1 degré. Il est donc nécessaire de thermostatiser la salle aussi bien que possible et d'effectuer les corrections nécessaires aux lectures du volume. Cette variation a une grande importance relative dans la région du domaine élastique, l'erreur pouvant dans ce cas atteindre 1/200^e.

Nous n'avons pas tenu compte des effets dus à l'échauffement de l'huile lors de la compression, ceux-ci étant négligables, vis-à-vis des autres causes d'erreurs.

A chaque instant on peut suivre l'augmentation du gonflement en fonction de l'élévation de pression et ce jusqu'à l'éclatement. Si chaque lecture s'effectue à l'équilibre parfait, on pourra tracer un diagramme ayant une signification physique simple. La lecture des pressions s'effectue au manomètre Bourdon.

Nous n'avons, jusqu'à présent tiré aucune conclusion des observations faites sur le gonflement qui obéit à une loi complexe due aux effets superposés de la pression interne, et des tensions radiales et tangentielles du tube. On a simplement observé que le tube gonfle d'abord uniformément sur toute sa longueur, puis éclate à l'endroit de moindre résistance.

Par contre, les graphiques obtenus en portant en ordonnée la pression agissant à l'intérieur du tube et en abscisse la valeur du gonflement, montrent que la courbe obtenue de cette façon correspond exactement à la courbe des $\frac{\text{efforts}}{\text{allongements}}$ obtenus à partir de l'étude d'un acier en traction simple.

Nos études ne sont pas suffisamment avancées pour que nous puissions en tirer dès à présent des conclusions quelconques, mais il est certain que

ce premier résultat nous incite à espérer beaucoup de la suite de ces travaux, ainsi que nous l'ont montré les premières études théoriques de la question, études faites en relation avec nos résultats expérimentaux par M. Goldschmidt et par M. Sariban, tous deux assistants à l'Université Libre de Bruxelles.

b. Hystérésis des tubes manométriques. — L'étude de l'hystérésis que présentent les tubes pour manomètres mécaniques du type Bourdon est également poursuivie dans cette section : cette étude, qui en est à ses débuts, a déjà permis de définir quelles qualités d'acier conviennent le mieux pour ces manomètres d'usage courant.

A. On sait que les membranes et tubes manométriques utilisés comme système de détection de la pression présentent des phénomènes d'hystérésis extrêmement marqués qu'il est difficile d'éliminer même si le manomètre a subi de nombreuses mises sous pression en vue de le vieillir. Ce phénomène peut être défini comme suit : si l'on observe les indications d'un manomètre nouvellement fabriqué par rapport à celles données par une balance manométrique, on s'aperçoit que lors de la montée de la pression, les indications du manomètre sont entachées d'une erreur par défaut, présentant un maximum vers le milieu de l'échelle et que lors de la descente, ces indications présentent une erreur par excès (hystérésis totale). Si l'on vieillit le tube manométrique par un traitement thermique ou par mises sous pressions successives en augmentant la pression jusqu'à une valeur maximum supérieure d'environ 50 pour 100 à la valeur maximum normale d'utilisation, on s'aperçoit que ces erreurs diminuent sans toutefois s'annuler complètement.

B. A cette première cause d'erreur s'en ajoute une seconde qui échappe souvent aux utilisateurs, du fait de la construction même des manomètres : celle-ci est due à ce que l'aiguille du manomètre revient après un temps plus ou moins long de repos à une position inférieure à sa position de zéro ; cette variation se produit même avec des manomètres parfaitement vieillis. Elle est difficile à déceler, l'aiguille étant généralement arrêtée à la position du zéro (hystérésis négative du zéro).

C. En troisième lieu, la valeur du zéro varie avec le temps et le nombre des mises sous pression : cette variation se fait dans le sens positif c'est-à-dire que l'aiguille du manomètre ne revient pas à zéro, alors que la pression est redescendue à la pression atmosphérique (hystérésis du zéro). Cette variation du zéro se produit principalement lorsque le manomètre n'a pas été suffisamment vieilli ou quand, par suite d'une erreur de manœuvre, le manomètre a été soumis à une pression trop élevée : il semble donc plus facile de s'y soustraire.

Programme des recherches. — Les méthodes utilisées actuellement tant au cours du vieillissement des manomètres que de remises à zéro, sont des méthodes purement empiriques, uniquement basées sur des données qualitatives, observées pour chaque type de tube ou de membrane manométrique.

Il convenait d'étudier systématiquement le problème, aussi le programme suivant a-t-il été adopté :

Un premier travail de dépouillement du problème sur les types habituels de membranes et de tubes manométriques a été entamé. Ce travail consiste à définir exactement les différents phénomènes d'hystérésis en fonction du nombre des mises sous pression, du temps de mise en charge, du temps de mise sous pression, du temps de repos. Les pressions réelles sont données par une balance manométrique et éventuellement par des manomètres étalons fréquemment vérifiés.

Devant la complexité du problème nous avons divisé le travail en deux parties :

- 1° étude de la variation du zéro ;
- 2° étude de l'hystérésis elle-même.

Au cours de la première partie des recherches, nous nous sommes limités à étudier la stabilité du zéro (détermination de la variation globale du zéro) de différents tubes en fonction des variables suivantes :

- 1° la composition de l'acier du tube manométrique ;
- 2° son recuit ;
- 3° le nombre de mises sous pression, c'est-à-dire le vieillissement du tube ;
- 4° la valeur de la pression maximum atteinte ;
- 5° le temps de repos après une mise en charge (15 mn) ;
- 6° la durée de mise sous pression (5 mn).

Nos premiers essais ont porté sur des tubes en acier de trois types différents de la Compagnie des Compteurs et Manomètres de Liège, les revenus étant pour chacun d'eux de 250, 350 et 450° :

- 1° acier inoxydable ;
- 2° acier au Cr-Ni-Mo ;
- 3° acier à ressort Si-Mn.

Afin de simplifier la question, nous avons fixé à 5 mn la durée de mise sous pression, et nous avons constaté qu'après 15 mn de repos à la pression atmosphérique, le zéro était complètement stabilisé. Pour un tube en acier dont la composition et le recuit sont définis, les variables se réduisent donc à deux, dont la détermination est d'ailleurs liée : d'une part, le nombre de mises sous pression, d'autre part, la valeur de la pression maximum atteinte.

Les mesures furent effectuées par tranches de 100 kg : cm² jusqu'au point de rupture et leur

nombre a été tel que pour chaque pression on obtienne une stabilisation du zéro. Au voisinage de la limite élastique nous avons fait des mesures par tranches de $50 \text{ kg} : \text{cm}^2$.

Les élongations réelles du tube, amplifiées et transmises par un miroir tournant, sont mesurées par voie optique, ces élongations se traduisent finalement par le déplacement d'un spot lumineux sur une échelle graduée. Le rapport entre ces deux grandeurs étant préalablement défini, il est possible d'étalonner l'échelle à $1 \text{ kg} : \text{cm}^2$ près, quoique le rapport ne soit pas linéaire sur toute l'étendue de l'échelle.

La pression est obtenue au moyen d'une pompe primaire à avancement mécanique du piston : cette pression peut être mesurée à chaque instant sur un manomètre auxiliaire.

La température de la salle fut maintenue constamment aux environs de 20° , celle-ci influençant légèrement la position du spot.

Cette méthode n'est pas extrêmement rigoureuse; elle nous a toutefois permis de mettre en évidence la limite élastique des différents tubes.

En outre, les résultats suivants ont déjà pu être acquis :

a. Toutes les courbes obtenues en portant en abscisse les pressions et en ordonnée les mesures de la variation totale du zéro, ont mis en évidence, dans leur première partie, un déplacement important du zéro. Ceci peut être attribué au fait que le tube subit un réarrangement d'ordre purement mécanique, lors de sa première mise sous pression.

b. La longueur de chacun des paliers délimite le domaine de stabilité du manomètre, c'est-à-dire son domaine élastique. Dès que le point d'inflexion a été dépassé, on atteint le domaine plastique où les déformations restent permanentes.

2. Section des hautes pressions dynamiques.

— Dans cette section nous avons à l'étude l'influence de la vitesse de mise en charge sur les qualités de l'acier et des métaux non ferreux. Cette recherche, consiste à étudier les allongements de la limite élastique, la charge de la rupture d'éprouvettes soumises à des tractions brusques.

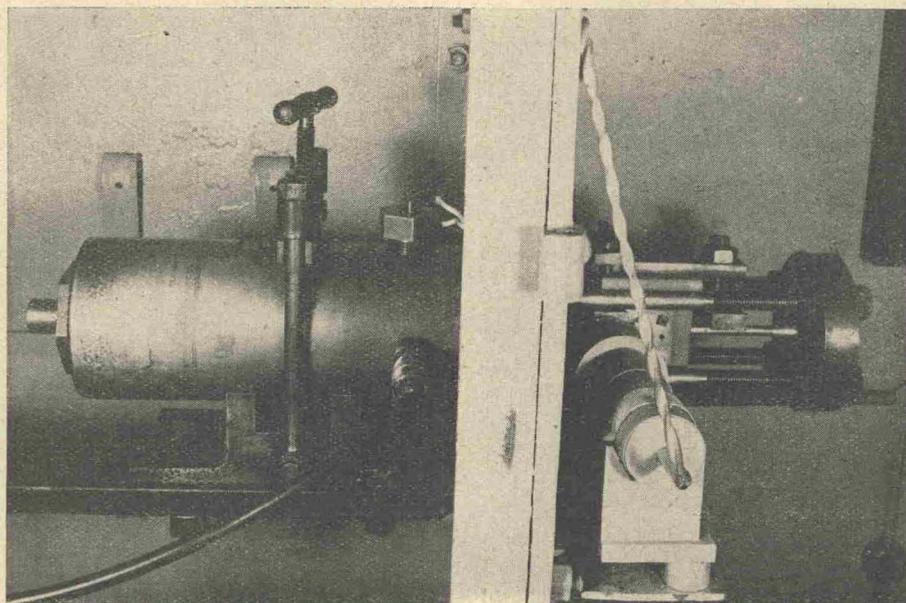


Fig. 6.

Ces tractions sont obtenues par la mise en combustion de poudres plus ou moins vives à l'intérieur d'une bombe-laboratoire. Les gaz de la combustion agissent sur l'embase d'un piston se trouvant à l'intérieur de la bombe : ce piston est solidaire de l'éprouvette à étudier. Celle-ci est attachée à l'extérieur de la bombe dans un flasque lui-même fixé par quatre tenons à un des côtés de la bombe (photographie 6).

La pression instantanée (vitesse de mise en charge de l'ordre de $1/1000^\circ$ de seconde) est enregistrée au moyen d'un piézomètre à quartz et l'allongement concomitant de l'éprouvette est enregistré au moyen d'un appareil à cellule photoélectrique.

Les résultats de cette enquête ont été jusqu'à présent assez confus quoique correspondant à ceux qui ont été obtenus dans quelques laboratoires étrangers, et en particulier en Angleterre et aux

États-Unis. En résumé, on peut dire que l'on n'a pas observé de grandes différences dans le comportement des aciers soumis à une traction lente ou à une traction par choc. Au point de vue de la mécanique interne, il n'a pas été possible d'étudier les différences de comportement du métal soumis à de tels efforts : aussi avons-nous décidé de reprendre l'étude de ce problème sur des éprouvettes en cuivre électrolytique.

En outre, nos travaux nous ont montré que si nous voulions que des résultats puissent être tirés de notre méthode d'étude des aciers par traction dynamique, nous devons nous attacher à rendre la méthode encore plus précise, de façon à être certains de ne pas attribuer à des phénomènes secondaires, des résultats d'observations difficilement explicables à première vue. Il s'agit en tout premier lieu des vibrations observées au cours de l'enregistrement de l'allongement, vibrations dont nous ne sommes pas encore parvenus à déterminer la cause et la nature réelles. De même nos observations doivent être faites avec plus de précision en ce qui concerne la détermination du module d'élasticité, afin d'en observer une variation éventuelle avec la vitesse de mise en charge.

A ces conditions, nous croyons pouvoir dire que cette méthode sera à même de donner des renseignements nouveaux sur le comportement de la matière soumise à un choc ou une traction brusque, et par là même contribuer à la connaissance des matériaux soumis aux hautes pressions.

3. Section de recherches spectroscopiques à haute pression. — Il est inutile de vous rappeler que l'une des questions qui dominent la physico-chimie est celle de la connaissance des champs de force développés par les molécules. En effet, ces champs de force conditionnent un grand nombre de phénomènes physicochimiques, parmi lesquels on peut citer la cohésion des liquides et des solides, les écarts des comportements réels des gaz par rapport à ceux des gaz parfaits, ainsi que de solutions réelles par rapport aux solutions idéales, la solubilité réciproque des substances, les phénomènes d'absorption, et enfin les réactions chimiques en général.

Or, les moyens d'investigation plus ou moins directs de ces champs étant rares, il est apparu au Professeur d'Or de l'Université de Liège que les méthodes spectroscopiques et tout spécialement l'étude des spectres de vibration comptent parmi celles dont on peut espérer le plus : en effet, les vibrations intramoléculaires en général peuvent être influencées par les champs créés par les molécules voisines; et les vibrations intramoléculaires se manifestant dans les solides et les liquides, dépendent directement de ces champs. Ces différentes vibrations sont ainsi susceptibles d'être modifiées par

un rapprochement entre les molécules et par conséquent, sous l'effet d'une vibration de la pression à laquelle la substance ou le mélange de substances considéré est soumis.

Nous avons envisagé tout d'abord l'étude de l'effet de pressions de quelques centaines, puis de quelques milliers d'atmosphères sur les spectres d'absorption infrarouges de diverses substances et plus spécialement d'hydrocarbures et de dérivés d'hydrocarbures; après avoir mis au point un montage permettant de travailler à la température ordinaire, nous voudrions tenter de l'adapter aux basses températures où les spectres sont généralement plus simples et d'une analyse plus aisée. Nous projetons d'étendre ces études aux spectres de diffusion; la chose présentera évidemment de plus grosses difficultés techniques, notamment à cause de la nécessité de se servir des fenêtres de dimensions plus grandes que pour l'absorption. Nous pensons également que de telles études poursuivies systématiquement sont capables d'apporter des données d'une portée plus grande que celles auxquelles on parviendrait en étudiant l'influence des hautes pressions sur quelques systèmes chimiques au double point de vue vitesse de réaction et équilibre chimique.

Etat d'avancement des travaux. — Les travaux de cette section n'ont pas encore été réellement entamés, la mise au point des appareils à haute pression étant encore en cours actuellement : ces appareils se composent :

1° d'une pompe à 2 500 kg : cm² à avancement mécanique du piston, identique à celle décrite tout à l'heure;

2° d'un appareil de mesure avec fenêtres en quartz;

3° d'un appareil pour la séparation, sous pression, du liquide de compression primaire (huile), du liquide de compression secondaire (mercure) et du liquide ou du gaz à étudier. Cet appareil, d'une conception nouvelle, est en construction et est réalisé par un de nos techniciens.

4. Section de bactériologie. — Les effets biologiques des hautes pressions ont déjà fait l'objet, à l'étranger, de plusieurs travaux, notamment en France de Machebœuf. Ces travaux ont consisté, en particulier, à déterminer la résistance aux hautes pressions, d'une part de diverses formes de la vie dans le monde des infiniment petits (bactéries, spores, virus, bactériophages), et d'autre part des substances du sérum en cause dans les réactions immunologiques (anticorps divers, isoagglutinines des groupes sanguins). Il a paru au Professeur Bordet, Directeur de l'Institut Pasteur du Brabant, à ce dernier point de vue notamment, qu'il était indiqué d'entreprendre de nouvelles recherches.

Jusqu'à présent elles ont permis au Dr Bordet de déterminer la résistance de certaines réagines, dont la nature demeure assez mystérieuse et qu'il était intéressant de comparer, à cet égard, aux anticorps classiques. Au cours de ces recherches, le Dr Bordet a constaté l'apparition dans le sérum soumis aux hautes pressions (5 000 kg : cm²) d'un pouvoir anticomplémentaire très intense, dont l'étude est poursuivie.

Je ne m'étendrai pas sur cette partie des recherches, qui d'ailleurs échappent à mes compétences : je signalerai toutefois que ces études ont été effectuées jusqu'à présent au moyen de l'appareillage que je vous ai décrit tout à l'heure et qui sert en ordre principal aux études poursuivies sur l'analyse piézométrique.

Un certain nombre de résultats intéressants ayant été acquis par le Professeur Bordet, nous avons fait mettre en construction un appareil d'un emploi plus commode, similaire à celui utilisé par exemple par Newitt à l'Imperial College (Londres), et permettant d'atteindre des pressions de l'ordre de 15 000 atm. Cet appareil est composé d'un corps de pompe à piston différentiel, surmonté d'un bloc-laboratoire, la pression étant mesurée, soit sur le manomètre adapté à la pompe primaire et dont les indications sont alors à multiplier par le rapport entre les surfaces du piston différentiel, soit sur un manomètre adapté directement sur le bloc-laboratoire. La séparation du milieu de compression (huile) et de la substance à étudier se fait par l'intermédiaire de mercure (de même que dans le cas de l'analyse piézométrique) à l'intérieur même de la bombe-laboratoire dans un petit appareil en acier inoxydable.

5. Section de manométrie statique. — Le but poursuivi par cette section est de mettre à la disposition des laboratoires scientifiques et industriels des étalons manométriques. Ces étalons seront constitués par des substances chimiquement pures dont nous aurons préalablement déterminé avec précision la valeur de la pression de fusion (ou de transformation dans le cas de substances polymorphes) par rapport à la température. Il faut que ces substances répondent à certaines conditions et entre autres qu'elles soient liquides ou solides à la température et pression atmosphériques, que la variation de volume à la fusion ou à la transformation soit assez conséquente pour pouvoir être aisément décelable et enfin que les pressions de fusion ou de transformation (même pour des pressions de l'ordre de 10 000 kg : cm²) soient réparties dans une échelle de températures aisément abordables.

Le premier pas à franchir pour la détermination de telles pressions « étalons » est de posséder une méthode qui permette la détermination exacte des

pressions, ce qui ne peut se faire que par des balances manométriques. Avant tout il convenait d'effectuer l'étude théorique des balances : avec la collaboration de M. Trappeniers, j'ai rédigé un Mémoire sur cette question, dont nous transmettrons sous peu un exemplaire à tous les spécialistes de la question afin que ceux-ci puissent nous donner avant la publication de ce travail, leur avis sur notre façon de voir. D'après les enseignements apportés par cette étude nous avons fait construire une première balance manométrique à piston libre, que j'ai décrite tout à l'heure.

6. Section de manométrie dynamique. — Dans cette section nous avons groupé les appareils et méthodes de mesure servant à effectuer des mesures dans le domaine des hautes pressions dynamiques.

¹ Je vous ai signalé tout à l'heure que nous possédions un piézomètre à quartz et que nous avons en construction un appareil du même type, mais muni de nombreux perfectionnements. Il est inutile de traiter de cette question en détail : elle est suffisamment connue et comme vous possédez en France des spécialistes hautement qualifiés, ceux-ci pourront vous donner dans ce domaine des renseignements des plus précis. Ces appareils ne nous servent d'ailleurs que pour mesurer des pressions rapidement variables et non à effectuer des travaux sur la question même de manométrie dynamique, quelques problèmes ayant simplement dû être résolus au cours de la mise sur pied du nouveau prototype.

² Il existe d'autres méthodes pour la mesure des pressions rapidement variables, et en particulier la méthode universellement connue des crushers, petits cylindres en cuivre parfaitement usinés dont l'écrasement permet de définir la force ou la pression qui a provoqué cet écrasement. Afin de pouvoir faire cette détermination, il convient d'étalonner préalablement ces crushers : je ne m'étendrai pas sur cette question de l'étalonnage des crushers, qui a fait, principalement en France, l'objet de nombreuses et très belles recherches. La question du rapport entre les valeurs de l'étalonnage statique et dynamique ne semble pas être entièrement résolue : toutefois nous n'avons pas repris cette question, celle-ci sortant trop du champ, d'ailleurs forcément restreint de nos préoccupations.

Nous avons été, par le concours de certaines circonstances, amenés à effectuer des étalonnages statiques d'un certain nombre de crushers d'infanterie, c'est-à-dire de 4,9 mm de hauteur et de 3 mm de diamètre. Ces étalonnages ont été effectués au moyen de la balance manométrique dont j'ai fait tantôt une description succincte, et avaient la raison d'être suivante. En 1945, l' Arsenal belge d'Arme-ment, s'est trouvé devant le problème de l'étalonnage

des crushers, et ne possédant plus de balances d'étalonnage primaires, telle que la classique balance à piston libre d'Amagat, a étalonné ces crushers au moyen de méthodes secondaires de comparaison, telles que l'utilisation de machines de compression quelconques.

La balance manométrique de notre Institut est en réalité une balance primaire et déjà peu avant la guerre nous avons été amenés à effectuer des comparaisons entre les diverses méthodes d'étalonnage; nous avons en 1946, repris cette question, et étalonné des crushers fabriqués à diverses époques et par différents arsenaux et fabricants.

Nous avons pu ainsi comparer les courbes d'étalonnage obtenues au moyen de balances et celles obtenues avant la guerre au moyen de balances manométriques à piston libre, sur des crushers fabriqués par l'Arsenal d'Armement belge, par la Fabrique Nationale d'Armes de Guerre, et par le Laboratoire Central de l'Artillerie Navale, qui a bien voulu mettre à notre disposition un certain nombre de crushers.

Les conclusions auxquelles nous arrivons, sont que, moyennant certaines précautions au sujet desquelles je ne m'étendrai pas ici, cette partie du sujet débordant d'ailleurs quelque peu du cadre même de ma causerie, moyennant certaines précautions, nous arrivons à déterminer des courbes d'étalonnage strictement semblables à celles obtenues au moyen de manomètres à piston libre. Ce résultat qui est d'ailleurs logique, puisque dans chacun des cas, on utilise pour effectuer l'étalonnage en question un manomètre « primaire », nous a permis de donner certains renseignements aux arsenaux belges quant à la valeur de leur méthodes actuelles d'étalonnage. Ceci a encore l'autre avantage de montrer, que notre balance pourrait parfaitement se substituer à des méthodes plus complexes dans ce cas spécial de l'étalonnage des crushers.

Je pense avoir passé de la sorte en revue les quelques questions qui retiennent actuellement notre attention, ainsi que les méthodes et moyens techniques que nous avons mis en œuvre pour les résoudre.

Je m'en voudrais toutefois de ne pas vous signaler que nous avons actuellement à l'étude la mise sur pied d'une section qui pourrait dans la suite prendre une extension assez grande : il s'agit de la section d'étude des réactions chimiques, dont les travaux entrepris par le Professeur d'Or sont en quelque sorte le point de départ. Il ne m'est guère possible de vous donner à ce sujet plus de précisions, ces programmes de travail étant seulement en discussion actuellement.

Avant de terminer, je vous dirai quelques mots sur la manière dont s'organisent et se subsistent actuellement en Belgique les recherches scientifiques, et principalement celles qui ont comme but direct ou indirect une application industrielle et qui s'effectuent de ce fait en rapport étroit avec les représentants de certaines branches industrielles.

L'organisme belge auquel nous devons de pouvoir effectuer de semblables travaux est l'I.R.S.I.A. ou Institut pour l'Encouragement de la Recherche scientifique dans l'Industrie et l'Agriculture que je vous ai déjà cité tout à l'heure : c'est cet organisme qui non seulement subventionne ces travaux, mais qui, tout au moins dans certains cas, les suscite.

L'I.R.S.I.A. subsidie les travaux qui sont présentés à l'approbation de son Conseil, à condition que le budget de recherche soit couvert à raison de 50 pour 100 par des participations industrielles. En ce qui concerne le budget d'acquisition du premier appareillage de recherche, l'I.R.S.I.A. supporte généralement sinon la totalité de la dépense, du moins une partie très importante de celle-ci.

Enfin d'une manière générale, cet organisme subsidie ces recherches pour une période de deux ans, après laquelle des renouvellements de subsides peuvent être demandés dans les mêmes conditions.

Il est inutile de vous souligner combien une telle politique est à la fois généreuse et habile, puisqu'elle incite l'industrie à subventionner d'importantes études, celles-ci étant largement subsidiées par l'Etat par l'intermédiaire de l'I.R.S.I.A.

Je m'en voudrais également de ne pas vous signaler l'existence d'un arrêté-loi datant du début de 1947, et dû à l'initiative du Ministère de la Coordination économique et du Rééquipement national, arrêté-loi permettant à des groupements industriels de créer des « Centres de recherches scientifiques et techniques », ces centres étant soutenus lors de leur agrégation par un subside unique de l'Etat : ces organismes sont en quelque sorte les intermédiaires entre les industriels qu'ils représentent, l'I.R.S.I.A. et les laboratoires de recherches.

D'après l'examen des résultats acquis dans divers domaines de la recherche appliquée en Belgique, on peut assurer que l'œuvre qu'a entreprise l'I.R.S.I.A. est pleine de promesses et que la création récente de quelques centres donnera une impulsion nouvelle à ces mêmes recherches, en permettant de subsidier de plus nombreux laboratoires, et surtout de les subsidier d'une manière plus importante et plus continue.