

0376  
1978

53 UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

N° D'ordre : 216

50376  
1978  
53

# THESE

*présentée à*

L'UNIVERSITE DES SCIENCES  
ET TECHNIQUES DE LILLE

*pour obtenir le titre de*

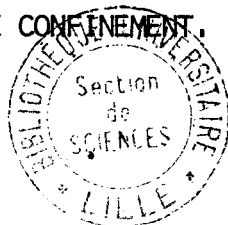
DOCTEUR INGENIEUR

*par*

Philippe FRANCOIS  
Ingénieur ENSM



ÉTUDE ET RÉALISATION D'UNE MACHINE DE DÉFORMATION A HAUTE TEMPÉRATURE  
SOUS HAUTE PRESSION DE CONFINEMENT.



*Soutenue le 4 juillet 1978 devant la Commission d'examen.*

*Membres du Jury*

Monsieur PAQUET *Président et Rapporteur,*  
Monsieur FLAMME *Examineur,*  
Monsieur LE BORZEC *Examineur,*  
Monsieur HENRY *Examineur.*

U.E.R. DE SCIENCES DE LA TERRE



D 030 166535 2

*A ma femme,*

*A mes fils, Hugues et Aymeric.*

## AVANT - PROPOS

En ayant affecté en 1974 au L.A. 234 les matériels de base du prototype qui fait l'objet de cette étude, le Centre National de la Recherche Scientifique m'a permis d'en réaliser la mise au point. Je tiens donc à exprimer ma profonde gratitude à Monsieur le Directeur du Centre National de la Recherche Scientifique de m'avoir permis de m'intéresser à ce problème concret en m'attribuant par ailleurs pendant trois années une allocation de recherche.

J'ai été accueilli dans le L.A. 234. Son Directeur, Monsieur le Professeur ESCAIG m'a toujours soutenu dans mon travail : je l'en remercie sincèrement.

La construction de ce prototype a été réalisée au sein du groupe de tectonophysique du L.A. 234. Monsieur le Professeur PAQUET m'a, de manière permanente, incité et soutenu dans mon travail ; qu'il soit assuré de ma plus grande reconnaissance.

Je tiens également à remercier toutes les personnes qui ont contribué à l'avancement de ce travail, en particulier Monsieur BOUCHERON pour son efficace collaboration technique et Monsieur HENRY pour les conseils avisés qu'il a pu me donner au cours de nos nombreuses discussions.

Messieurs les Professeurs FLAMME et LE BORZEC ont bien voulu participer au Jury : qu'ils en soient ici remerciés.

Je ne saurais oublier Madame CORNILLE et Monsieur DERACHE qui ont contribué à la frappe et au tirage de mon manuscrit.

# SOMMAIRE

|  |       |
|--|-------|
| INTRODUCTION . . . . .   | p. 1  |
| CHAPITRE I : L'ENSEMBLE DE MISE EN PRESSION . . . . .                                  | p. 2  |
| I - 1 L'ENCEINTE . . . . .   | p. 2  |
| I - 1 - 1 LES PRINCIPAUX TYPES D'ENCEINTE POUR HAUTES<br>PRESSIONS . . . . .           | p. 2  |
| I - 1 - 2 COMPORTEMENT DES CYLINDRES MONOBLOCS SOUS PRESSION                           | p. 3  |
| I-1-2-1 Rappel des équations de l'élastoplasticité<br>en coordonnées cylindriques..... | p. 4  |
| I-1-2-2 Comportement du cylindre élastique . . . . .                                   | p. 7  |
| I-1-2-3 Comportement dans le domaine élastoplasti-<br>que . . . . .                    | p. 9  |
| I-1-2-4 L'autofrettage . . . . .   | p. 14 |
| I - 1 - 3 LA CHAMBRE D'EXPERIENCE . . . . .  | p. 19 |
| I-1-3-1 Description générale . . . . .   | p. 19 |
| I-1-3-2 Etanchéité.....  | p. 21 |
| I-1-3-3 Passages de courant.....   | p. 26 |
| I-1-3-4 Entrée et sortie du gaz.....   | p. 29 |
| I - 2 LE SYSTÈME DE MISE EN PRESSION . . . . .   | p. 31 |
| I - 2 - 1 FONCTIONNEMENT GENERAL DE L'INSTALLATION . . . . .                           | p. 31 |
| I - 2 - 2 DESCRIPTION DETAILLEE DES DIVERS ELEMENTS . . . . .                          | p. 31 |
| I-2-2-1 Le compresseur.....  | p. 31 |
| I-2-2-2 Le séparateur.....   | p. 34 |
| I-2-2-3 Le surpresseur.....  | p. 38 |
| CHAPITRE II : LA MACHINE D'ESSAIS INTERNE . . . . .                                    | p. 41 |
| II - 1 DESCRIPTION DE LA MACHINE D'ESSAIS . . . . .                                    | p. 42 |
| II - 1 - 1 LE MOTEUR ELECTRIQUE . . . . .  | p. 42 |
| II - 1 - 2 LES REDUCTEURS . . . . .  | p. 44 |
| II - 1 - 3 LA VIS A BILLES . . . . .   | p. 46 |
| II - 1 - 4 LE MONTAGE DE COMPRESSION INVERSEE . . . . .                                | p. 46 |
| II - 1 - 5 CARACTERISTIQUES DE LA MACHINE . . . . .                                    | p. 47 |
| II - 2 LE FOUR . . . . .   | p. 51 |
| II - 2 - 1 PROBLEMES POSES PAR LE CHAUFFAGE SOUS PRESSION . . . . .                    | p. 51 |
| II - 2 - 2 DESCRIPTION DETAILLEE DU FOUR ADOPTE . . . . .                              | p. 51 |

|  |           |
|--|-----------|
| II-2-2-1 L'élément chauffant .....                                       | p. 51     |
| II-2-2-2 L'isolation thermique .....                                     | p. 53     |
| II - 2 - 3 MESURE DES TEMPERATURES . . . . .                             | p. 54     |
| II - 2 - 4 COMMANDE ET REGULATION DU FOUR . . . . .                      | p. 55     |
| II - 2 - 5 PERFORMANCES DU FOUR . . . . .                                | p. 57     |
| II-2-5-1 Influence de la pression sur le gradient<br>vertical .....      | p. 57     |
| II-2-5-2 Influence de la pression sur la tempéra-<br>ture maximale ..... | p. 59     |
| <br>II - 3 LES MESURES . . . . .   | <br>p. 61 |
| II - 3 - 1 LA MESURE DE LA PRESSION . . . . .                            | p. 61     |
| II-3-1-1 Divers types de capteurs .....                                  | p. 61     |
| II-3-1-2 Etalonnage des capteurs au Manganin ....                        | p. 62     |
| II - 3 - 2 LA MESURE DES DEFORMATIONS . . . . .                          | p. 67     |
| II-3-2-1 La mesure "digitale" des déplacements ..                        | p. 68     |
| II-3-2-2 La mesure des déplacements par capteur<br>inductif.....         | p. 70     |
| II-3-2-3 Comparaison des deux méthodes.....                              | p. 71     |
| II-3-2-4 Elasticité de la machine.....                                   | p. 73     |
| II - 3 - 3 LA MESURE DES EFFORTS . . . . .                               | p. 73     |
| II-3-3-1 Description des capteurs utilisés.....                          | p. 73     |
| II-3-3-2 Influence de la pression sur les compres-<br>sionètres.....     | p. 77     |
| II - 3 - 4 L'ASSERVISSEMENT EN FLUAGE . . . . .                          | p. 81     |
| II-3-4-1 Principe.....   | p. 81     |
| II-3-4-2 Le variateur électronique .....                                 | p. 83     |
| II-3-4-3 Les signaux d'erreur .....                                      | p. 85     |
| II-3-4-4 L'intégrateur .....   | p. 85     |
| II-3-4-5 Fonctionnement .....  | p. 88     |
| <br>CONCLUSION . . . . .   | <br>p. 91 |

## ANNEXES

|   |       |
|---|-------|
| 1 - Note de calcul de l'enceinte (courbes d'autofrettage) . . . . . | p. 93 |
| 2 - Note de calcul du séparateur (courbes d'autofrettage) . . . . . | p. 95 |
| 3 - Note de calcul du surpresseur . . . . .                         | p. 97 |
| 4 - Equation d'état de l'Argon . . . . .                            | p. 99 |
| 5 - Courbes caractéristiques du moteur . . . . .                    | p.100 |
| 6 - Réductions standards des réducteurs ATV. . . . .                | p.101 |
| <br>  |       |
| BIBLIOGRAPHIE . . . . .   | p.103 |
| LISTE DES FIGURES . . . . .   | p.107 |

## INTRODUCTION

Les roches sont pour la plupart des agrégats fissurés présentant un comportement fragile à la déformation. Même pour les roches non fissurées, les incompatibilités aux joints de grains font que la déformation expérimentale ne permet pas de faire apparaître un comportement plastique. Cependant, l'observation géologique met en évidence un tel comportement. L'analyse des conditions naturelles des déformations subies par les roches indique qu'elles se sont produites sous une haute pression de confinement et à haute température. Dans cette étude, nous avons cherché à mettre au point un appareillage capable de recréer ces conditions au laboratoire. Différents types de machine de déformation sous haute pression et haute température ont été réalisées. Griggs [29] a réalisé une machine dans laquelle la pression de confinement était appliquée par voie solide. Cependant, les mesures dans ce type d'appareil sont peu précises. L'application d'une pression de gaz permet de meilleurs résultats. Dans ce cas, deux conceptions sont envisageables :

- la première consiste à réaliser une machine dont les organes moteurs sont situés à l'extérieur de la zone sous pression : ceci pose de graves problèmes d'étanchéité au niveau des joints qui doivent être mobiles.

- la seconde consiste à intégrer une machine de déformation complète dans une enceinte capable de résister à la pression. Malgré d'importantes difficultés de mise en oeuvre, ce type de machine autorise une plus grande souplesse d'utilisation et une meilleure stabilité de la pression de confinement. C'est cette dernière solution que nous avons retenue. Partant d'un matériel de base fourni par le C.N.R.S. et constitué d'une enceinte, d'un bâti de maintenance et d'un compresseur, nous avons réalisé une machine susceptible de fonctionner dans les conditions suivantes :

- pression de confinement maximale 0,7 GPa sous Argon,
- température maximale 1000°C.

Tous les organes moteurs et de mesures sont placés dans l'enceinte et sont soumis à la pression de confinement. Outre les problèmes de résistance à la pression des différents mécanismes utilisés, nous avons étudié l'influence de la pression sur les mesures de température, de déformation et de force.

Le premier chapitre de cette étude sera consacré à des rappels sur les enceintes pour haute pression et à une présentation détaillée de notre ensemble de mise en pression. Le second chapitre concernera plus particulièrement la machine d'essais interne que nous avons mise au point et les différents moyens de mesures mis en oeuvre.

Quelques annexes techniques précisent certaines caractéristiques mécaniques du matériel.

# Chap. 1 L'ensemble de mise en pression

La machine de déformation sous haute pression de confinement décrite dans cette étude est composée de quatre éléments principaux :

- une enceinte qui constitue la chambre d'expérience,
- un ensemble générateur de pression,
- une machine d'essai placée dans l'enceinte,
- un bâti de manutention.

Chacun de ces éléments fera l'objet d'un chapitre particulier.

## I - 1 - L'ENCEINTE

### I - 1 - 1 LES PRINCIPAUX TYPES D'ENCEINTE POUR HAUTE PRESSION

Les réservoirs capables de résister aux très hautes pressions de confinement peuvent être classés dans deux groupes distincts :

- les cylindres monoblocs utilisés en zone élastique ou autofrettés,
- les cylindres multifrettés.

Les paramètres de conception de ces réservoirs sont la pression de service, la fréquence des cycles de mise en pression et la nature des matériaux utilisés.

Malgré l'existence de matériaux à haute résistance mécanique, il n'est guère possible d'utiliser un cylindre monobloc dans le domaine élastique au-delà de 0,5 GPa. En effet, au-delà d'un certain rapport entre le diamètre extérieur et le diamètre intérieur (3,5), l'augmentation de l'épaisseur d'un cylindre se traduit par un gain sur la puissance élastique de quelques pour cent alors que la dépense en matériaux devient prohibitive.

Le frettage et l'autofrettage sont deux procédés qui permettent d'augmenter la puissance élastique d'un réservoir en créant un système de précontraintes dans sa paroi.

Le frettage consiste à emmancher des cylindres les uns dans les autres avec un serrage calculé de façon à obtenir dans chacune des couches une précontrainte élastique. Il en résulte une meilleure répartition des efforts sous la pression de service et par là-même une augmentation de la puissance élastique du réservoir. Cependant, la mise en oeuvre des cylindres frettés procède d'une technologie assez complexe, donc coûteuse. De nombreux procédés de construction dé-



rivent directement du frettage (frettage par fil, frettage cône, construction coque...).

L'autofrettage consiste à soumettre un cylindre monobloc à parois épaisses à une pression excédant sa puissance élastique : il en résulte un écoulement plastique des couches internes du cylindre qui subissent une déformation permanente. Après la détente de la pression d'autofrettage, ces couches se retrouvent précontraintes en compression et toute mise en pression ultérieure ne provoquera l'écoulement plastique que si la pression interne dépasse la pression d'autofrettage. Ce procédé de construction est en général plus simple à mettre en oeuvre que le frettage classique et son coût est par conséquent moins élevé.

L'augmentation de la puissance élastique n'est pas le seul avantage des cylindres pourvus de précontraintes : ils se prêtent bien aux mises en pressions alternées (corps de pompes, de compresseurs, de multiplicateurs) et leur longévité, par rapport à celle des enceintes non pourvues de précontraintes, est souvent multipliée par un facteur 10 même pour des pressions inférieures à la puissance élastique.

Quand il s'agit de choisir entre le procédé d'autofrettage et celui du frettage classique pour la construction d'un réservoir pour hautes pressions, diverses considérations sont à prendre en compte : bien que son prix soit inférieur à celui du cylindre multifrette, le cylindre autofretté présente par rapport à ce dernier certains inconvénients. En premier lieu, le procédé d'autofrettage implique l'utilisation d'un matériau à haute résistance et susceptible d'écrouissage, alors que l'âme d'un réservoir à plusieurs frettes peut n'avoir que des caractéristiques mécaniques médiocres. Un tel réservoir multicouches s'impose si le fluide transmetteur de la pression est très corrosif ou si les seuls matériaux utilisables sont des alliages inoxydables à faibles caractéristiques mécaniques. En outre, l'avantage principal des cylindres multifrettes est la sécurité en cas de rupture : en effet, la rupture d'un cylindre monobloc entraîne souvent la projection de gros éclats pourvus d'une énergie cinétique considérable. Par contre, la rupture de l'âme d'un réservoir à plusieurs couches n'entraîne qu'exceptionnellement l'éclatement de l'enceinte.

## I - 1 - 2 COMPORTEMENT DES CYLINDRES MONOBLOCS SOUS PRESSION

La résistance des réservoirs doit prévenir tout risque de rupture de l'enceinte ; il importe également que toutes les déformations subies par cette enceinte du fait de la pression de service soient parfaitement élastiques. Dans les paragraphes qui suivent, nous rappellerons brièvement l'état de contraintes et de déformation d'un cylindre creux soumis à une pression interne. Les calculs seront menés en coordonnées cylindriques du fait de la symétrie axiale de la géo-

métrie du cylindre et des charges appliquées.

I-1-2-1. Rappel des équations de l'élastoplasticité en coordonnées cylindriques [39] [58]

Définition du repère  $(M/\bar{X}_r, \bar{X}_\theta, \bar{X}_z)$  et du cylindre

Considérons un cylindre monobloc de rayon intérieur  $a$  et de rayon extérieur  $b$  soumis à une pression interne  $P$  (fig. 1).

Le repère  $(M/\bar{X}_r, \bar{X}_\theta, \bar{X}_z)$  est le repère orthonormé associé au repère naturel en coordonnées cylindriques.

Un point  $M$  quelconque du cylindre est repéré par ses coordonnées  $r, \theta, z$ .

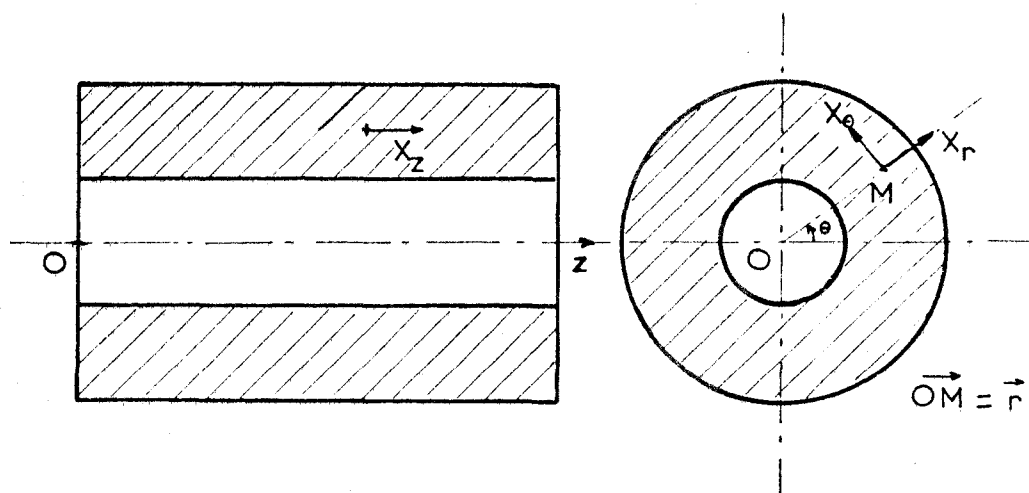


Figure 1 Définition du cylindre et du système de coordonnées.

Conditions d'extrémités

Dans la pratique, deux cas sont à envisager :

- le cylindre à extrémités fermées, c'est à dire où l'action de la pression interne sur les fonds est supportée par le cylindre lui-même (fig. 2 b).
- le cylindre à extrémités ouvertes, c'est à dire où l'action de la pression interne sur les fonds est supportée par un dispositif annexe (fig. 2 a).

Pour le premier cas, l'hypothèse généralement admise pour mener les calculs est l'hypothèse de la déformation plane généralisée, c'est à dire  $\epsilon_{zz} = C^{ste}$  et  $\epsilon_{zr} = \epsilon_{\theta z} = 0$ .

Dans le deuxième cas, l'hypothèse de la contrainte plane se justifie dans la partie proche des extrémités alors que dans la partie centrale l'hypothèse la plus satisfaisante est celle de la déformation plane.

Les calculs qui suivent seront menés dans l'hypothèse de la déformation plane, les principaux résultats différant peu dans les deux autres hypothèses.

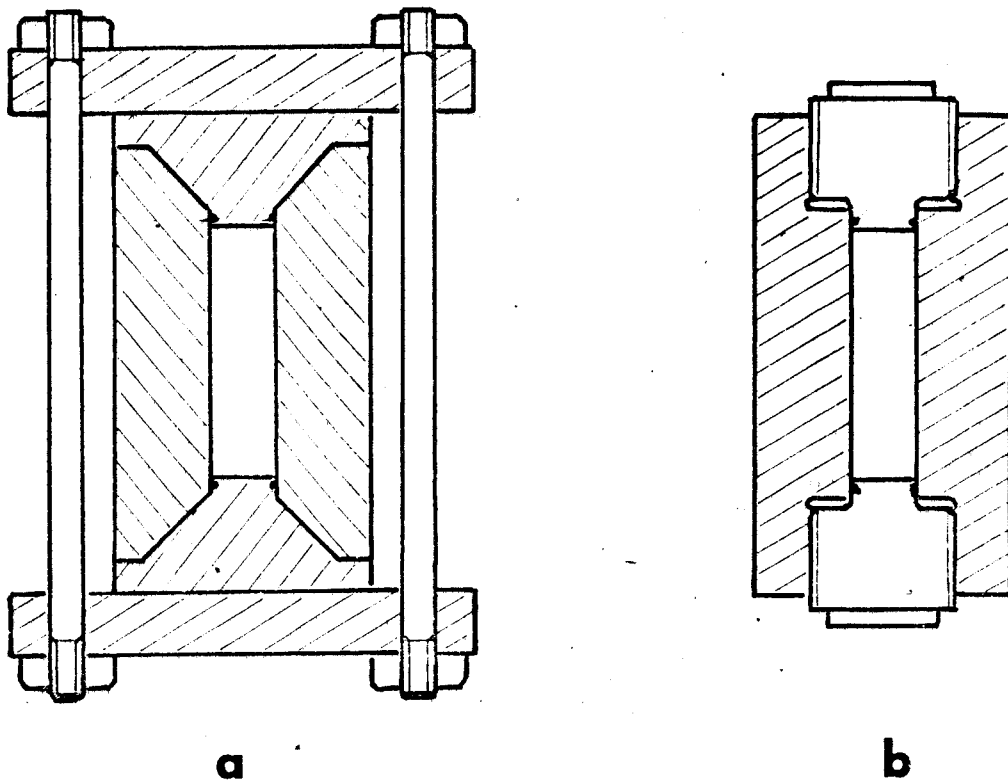


Figure 2 Conditions d'extrémités.

L'hypothèse de la déformation plane

L'axe z étant principal, les tenseurs de contrainte et de déformation s'écrivent :

$$\underline{\underline{\sigma}}_{(M/\bar{X}_r, \bar{X}_\theta, \bar{X}_z)} = \begin{bmatrix} \sigma_{rr} & \sigma_{r\theta} & 0 \\ \sigma_{r\theta} & \sigma_{\theta\theta} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \quad \underline{\underline{\varepsilon}}_{(M/\bar{X}_r, \bar{X}_\theta, \bar{X}_z)} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{rr} & \varepsilon_{r\theta} & 0 \\ \varepsilon_{r\theta} & \varepsilon_{\theta\theta} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

Le vecteur déplacement a la forme générale

$$\vec{u} = u_r \vec{X}_r + u_\theta \vec{X}_\theta$$

Du fait de la symétrie axiale des charges appliquées

$$u_\theta = 0 \quad \text{et} \quad u_r = u_r(r)$$

On en déduit que

$$\varepsilon_{\theta r} = 0$$

et  $\sigma_{r\theta} = 0$

Le repère  $(M/\bar{X}_r, \bar{X}_\theta, \bar{X}_z)$  est principal et nous adopterons les notations :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{bmatrix} \sigma_r & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_\theta & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_z \end{bmatrix} \quad \text{et} \quad \underline{\underline{\varepsilon}} = \begin{bmatrix} \varepsilon_r & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_\theta & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$



L'équation d'équilibre s'écrit en négligeant les forces de volume :

$$\frac{d\sigma_r}{dr} + \frac{\sigma_r - \sigma_\theta}{r} = 0 \quad (1)$$

Relations contraintes - déformations

$$\epsilon_r = \epsilon_r^e + \epsilon_r^P \quad \text{et} \quad (2)$$

$$\epsilon_\theta = \epsilon_\theta^e + \epsilon_\theta^P \quad (3)$$

$$\epsilon_z = 0 = \epsilon_z^e + \epsilon_z^P \quad (4)$$

Les indices e et P font référence aux états élastique et plastique.

$$\epsilon_r^e = \frac{1}{E} \sigma_r - \nu (\sigma_\theta + \sigma_z) \quad (5)$$

$$\epsilon_\theta^e = \frac{1}{E} \sigma_\theta - \nu (\sigma_r + \sigma_z) \quad (6)$$

$$\epsilon_z^e = \frac{1}{E} \sigma_z - \nu (\sigma_\theta + \sigma_r) \quad (7)$$

Relations de comportement en milieu plastique

En adoptant le principe de normalité ou principe du travail maximum de Hill, les relations de comportement en milieu plastique s'écrivent :

$$d \epsilon_r^P = d\lambda \frac{\partial f}{\partial \sigma_r} \quad (8)$$

$$d \epsilon_\theta^P = d\lambda \frac{\partial f}{\partial \sigma_\theta} \quad (9)$$

$$d \epsilon_z^P = d\lambda \frac{\partial f}{\partial \sigma_z} \quad (10)$$

$f(\sigma_r, \sigma_\theta, \sigma_z, K) = 0$  est le critère d'écoulement

K étant le paramètre d'écrouissage

et  $d\lambda$  est un scalaire.

Relations déformations-déplacements

$$\epsilon_r = \frac{\partial u_r}{\partial r} \quad (11)$$

$$\epsilon_\theta = \frac{u_r}{r} \quad (12)$$

Conditions aux limites

$$\sigma_r(a) = -P \quad (13)$$

$$\sigma_r(b) = 0 \quad (14)$$

$$\frac{d \varepsilon_{\theta}}{d r} + \frac{\varepsilon_{\theta} - \varepsilon_r}{r} = 0 \quad (15)$$

I-1-2-2. Comportement du cylindre élastique

L'équation de Lamé-Navier [32]

s'écrit dans ce problème particulier du cylindre avec

$$\vec{u} = u_r(r) \vec{X}_r$$

$$\overrightarrow{\text{grad}} (\text{div } \vec{u}) = \vec{0}$$

ce qui donne après intégration

$$u_r = C_1 r + C_2 \frac{1}{r} \quad (16)$$

Les équations (11) (12) et (15) permettent de calculer  $\varepsilon_r$  et  $\varepsilon_{\theta}$ . Ces valeurs sont introduites dans le système d'équations (5) (6) et (7). Compte tenu du fait que  $\varepsilon_z = 0$ , on trouve :

$$\sigma_{\theta} = \frac{E}{1 - \nu} \left( \frac{C_1}{1 - 2\nu} + \frac{C_2}{r^2} \right) \quad (17)$$

$$\sigma_r = \frac{E}{1 + \nu} \left( \frac{C_1}{1 - 2\nu} - \frac{C_2}{r^2} \right) \quad (18)$$

$$\sigma_z = \frac{E C_1}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad (19)$$

Les conditions aux limites (équations (13) et (14)) permettent de déterminer les constantes  $C_1$  et  $C_2$  et nous obtenons finalement :

$$\sigma_r = P \frac{a^2}{b^2 - a^2} \left( 1 - \frac{b^2}{r^2} \right) \quad (20)$$

$$\sigma_{\theta} = P \frac{a^2}{b^2 - a^2} \left( 1 + \frac{b^2}{r^2} \right) \quad (21)$$

$$\sigma_z = 2\nu P \frac{a^2}{b^2 - a^2} \quad (22)$$

$$u_r = \frac{1 + \nu}{E} P \frac{a^2}{b^2 - a^2} \left( (1 - 2\nu) r + \frac{b^2}{r} \right) \quad (23)$$

Il est commode d'exprimer ces équations en faisant apparaître les rapports  $k = \frac{b}{a}$  et  $k_r = \frac{r}{a}$ .

Elle deviennent :

$$\sigma_r = P \frac{1}{k^2 - 1} \left( 1 - \frac{k^2}{k_r^2} \right) \quad (24)$$

$$\sigma_{\theta} = P \frac{1}{k^2 - 1} \left( 1 + \frac{k^2}{k_r^2} \right) \quad (25)$$

$$\sigma_z = 2\nu P \frac{1}{k^2 - 1} \quad (26)$$

$$\sigma_r = \frac{1 + \nu}{E} P \frac{a}{k^2 - 1} \left[ (1 - 2\nu) k_r + \frac{k^2}{k_r} \right] \quad (27)$$

La figure 3 montre les courbes de répartition des contraintes dans la paroi du cylindre pour trois valeurs différentes de  $k$ .

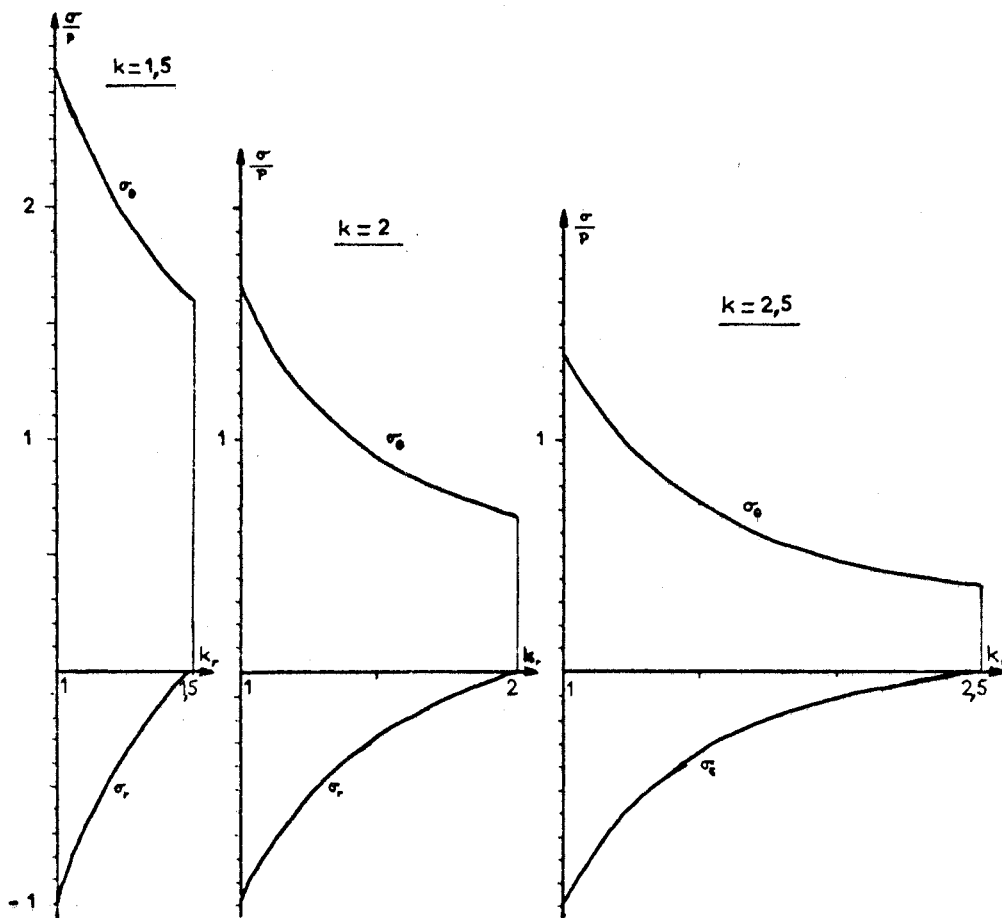


Figure 3 Répartition des contraintes dans un cylindre élastique.

Il apparaît que la zone la plus chargée est celle de l'alésage où apparaîtra en premier lieu toute déformation plastique.

Si l'on augmente progressivement la pression interne à partir de zéro, le matériau du cylindre n'est tout d'abord sollicité qu'élastiquement. Si l'on continue d'augmenter la pression, on finit par atteindre un état pour lequel la fibre interne commence à se déformer plastiquement. Pour une augmentation supplémentaire de la pression, la zone plastique s'étend concentriquement sur la section droite de la paroi : nous parlerons alors d'état de plastification partielle. La pression augmentant encore, on parvient finalement à l'état de plastification totale, quand la fibre externe commence à se déformer plastiquement. Pour une plus ample augmentation de la pression, le cylindre subit des déformations importantes et la rupture se produit par le fait que le matériau n'accepte que des déformations finies.

Dans le domaine pratique, les réservoirs haute pressions sont le plus souvent conçus de manière à ce qu'ils restent dans le domaine élastique. Dans le cas de l'autofrettage, toutefois, la limite d'élasticité du matériau est intentionnellement dépassée de manière à pourvoir le cylindre de précontraintes. Il est important, dans ce cas, de déterminer avec précision le début de l'écoulement plastique.

Les cylindres d'acier à haute résistance ont un comportement à l'écoulement qui vérifie le critère de Tresca [37].

Selon cette hypothèse, l'écoulement plastique apparaît en un point lorsque la contrainte de cisaillement maximale en ce point atteint une valeur déterminée expérimentalement qui est égale à la moitié de la limite élastique en traction  $\sigma_0$ .

Dans le cas du cylindre soumis à une pression intérieure seule, nous avons :

$$\sigma_{\theta} > \sigma_z > \sigma_r$$

Le critère de Tresca s'exprime de la façon suivante :

$$\tau_{\max} = \frac{1}{2} (\sigma_{\theta} - \sigma_r) = \frac{\sigma_0}{2}$$

Les équations (24) et (25) permettent de calculer la pression interne qui provoque le début de l'écoulement plastique :

$$P_e = \frac{\sigma_0}{2} \left(1 - \frac{1}{k^2}\right) \quad (28)$$

Cette pression théorique est appelée puissance élastique du cylindre.

### I-1-2-3. Comportement dans le domaine élastoplastique

Lorsque la pression interne devient égale à la puissance élastique, les couches internes du cylindre atteignent la limite élastique. Au-delà de cette pression limite, il apparaît une déformation plastique qui s'étend concentriquement de l'alésage vers l'extérieur. On appellera  $c$  le rayon de la frontière entre le domaine plastique et le domaine élastique.

Le calcul de la répartition de contrainte dans la paroi du cylindre sera effectué en déformation plane de la façon suivante :

l'équation d'équilibre (1) :

$$\frac{d\sigma_r}{dr} + \frac{\sigma_r - \sigma_{\theta}}{r} = 0$$

et l'équation de compatibilité (15) dans laquelle les déformations sont remplacées par leurs valeurs tirées des relations (2) (3) (4) (5) (6) et (7) seront résolues simultanément.

Cette équation de compatibilité prend la forme :

$$(1 - \nu^2) \frac{d\sigma_\theta}{dr} - \nu(1 + \nu) \frac{d\sigma_r}{dr} + (1 + \nu) \frac{\sigma_\theta - \sigma_r}{r} = E \left( \frac{\epsilon_r^P}{r} - \frac{\epsilon_\theta^P}{r} \right) + E\nu \frac{\epsilon_r^P}{dr} - E(1 - \nu) \frac{d\epsilon_\theta^P}{dr} \quad (29)$$

Le critère de Tresca s'écrit en coordonnées cylindriques

$$f(\sigma_{ij}) = \sigma_\theta - \sigma_r - k = 0$$

ou k est le paramètre d'écroûissage.

Associé à la loi de déformation plastique :

$$d\epsilon_{ij}^P = d\lambda \frac{\partial f(\sigma_{ij})}{\partial \sigma_{ij}}$$

Il conduit à :

$$d\epsilon_\theta^P = d\lambda$$

$$d\epsilon_r^P = -d\lambda$$

$$d\epsilon_z^P = 0$$

$$\text{Donc } d\epsilon_\theta^P = -d\epsilon_r^P \quad (30)$$

à la frontière entre la zone plastique et la zone élastique

$$\epsilon_\theta^P = \epsilon_r^P = 0$$

$$\text{Donc } \epsilon_\theta^P = -\epsilon_r^P \quad (31)$$

Les relations (30) et (31) permettent de simplifier l'équation (29)

qui devient :

$$(1 - \nu) \frac{d\sigma_\theta}{dr} - \nu \frac{d\sigma_r}{dr} + \frac{\sigma_\theta - \sigma_r}{r} = \frac{2E}{1 + \nu} \frac{\epsilon_r^P}{r} + \frac{E}{1 + \nu} \frac{d\epsilon_r^P}{dr} \quad (32)$$

Les deux équations différentielles (32) et (1) forment un système dont les inconnues sont  $\sigma_\theta$  et  $\sigma_r$ .

En multipliant l'équation (32) par  $\frac{1}{1 - \nu}$  et l'équation (1) par  $-\frac{1 - 2\nu}{1 - \nu}$

et en ajoutant les deux équations ainsi formées, on obtient :

$$\frac{d(\sigma_r - \sigma_\theta)}{dr} + 2 \frac{\sigma_r - \sigma_\theta}{r} = -\frac{E}{1 - \nu^2} \frac{d\epsilon_r^P}{dr} - \frac{2E}{1 - \nu^2} \frac{\epsilon_r^P}{r}$$

qui s'intègre en donnant :

$$\sigma_r - \sigma_\theta = -\frac{E}{1 - \nu^2} \epsilon_r^P + \frac{C_1}{r^2} \quad (33)$$

En ajoutant les deux équations (32) et (1) on obtient :

$$(1 - \nu) \frac{d(\sigma_\theta + \sigma_r)}{dr} = \frac{E}{1 + \nu} \left( \frac{d\epsilon_r^P}{dr} + 2 \frac{\epsilon_r^P}{r} \right)$$



qui s'intègre en donnant :

$$\sigma_{\theta} + \sigma_r = \frac{2E}{1-\nu^2} \int_a^r \frac{\epsilon_r^P}{r} dr + \frac{E}{1-\nu^2} \epsilon_r^P + C_2 \quad (34)$$

Des équations (33) et (34) nous pouvons tirer les valeurs de  $\sigma_{\theta}$  et  $\sigma_r$  :

$$\sigma_r = \frac{E}{1-\nu^2} \int_a^r \frac{\epsilon_r^P}{r} dr + \frac{C_2}{2} + \frac{C_1}{2r^2} \quad (35)$$

$$\sigma_{\theta} = \frac{E}{1-\nu^2} \int_a^r \frac{\epsilon_r^P}{r} dr + \frac{C_2}{2} - \frac{C_1}{2r^2} + \frac{E}{1-\nu^2} \epsilon_r^P \quad (36)$$

Les conditions aux limites permettent de déterminer les constantes

$C_1$  et  $C_2$ .

\* A l'alésage ( $r = a$ )  $\sigma_r = -P$

$$C_1 = -a^2 C_2 - 2Pa^2 \quad (37)$$

\* A l'extérieur ( $r = b$ )  $\sigma_r = 0$

$$\text{D'où : } C_1 = \frac{2a^2b^2}{b^2-a^2} \frac{E}{1-\nu^2} \int_a^c \frac{\epsilon_r^P}{r} dr - \frac{2a^2b^2}{b^2-a^2} P \quad (38)$$

De façon à pouvoir utiliser, pour des états de contrainte complexes, la courbe contrainte-déformation obtenue dans l'essai de traction, courbe qui traduit le comportement du matériau pour des états uniaxiaux, on définit une contrainte généralisée  $\bar{\sigma}$  et une déformation généralisée  $\bar{\epsilon}$  qui seront reliées entre elles par la même loi que celle reliant les contraintes et déformations dans l'essai de traction. Ceci revient à écrire que le comportement du matériau est indépendant du tenseur sphérique des contraintes.

Dans le cas du critère de Tresca avec  $\sigma_{\theta} > \sigma_z > \sigma_r$  la contrainte généralisée vaut [39]

$$\bar{\sigma} = \sigma_{\theta} - \sigma_r$$

L'accroissement de déformation plastique généralisée défini à partir de l'énergie de déformation plastique vaut :

$$d\bar{\epsilon}^P = -d\epsilon_r^P = +d\epsilon_{\theta}^P$$

Remarquons que  $\bar{\sigma}$  et  $d\bar{\epsilon}^P$  coïncident avec les contraintes et déformations dans l'état de traction uniaxe.

Le calcul des contraintes, déformations et déplacements sera envisagé dans le cas de l'écroutissage linéaire.

### Cas de l'écroutissage linéaire

L'hypothèse de l'écroutissage linéaire constitue une approximation qui

n'est jamais réalisée dans la pratique. Dans cette hypothèse, le matériau est supposé avoir un comportement élastoplastique identique à celui décrit sur la fig. 4.

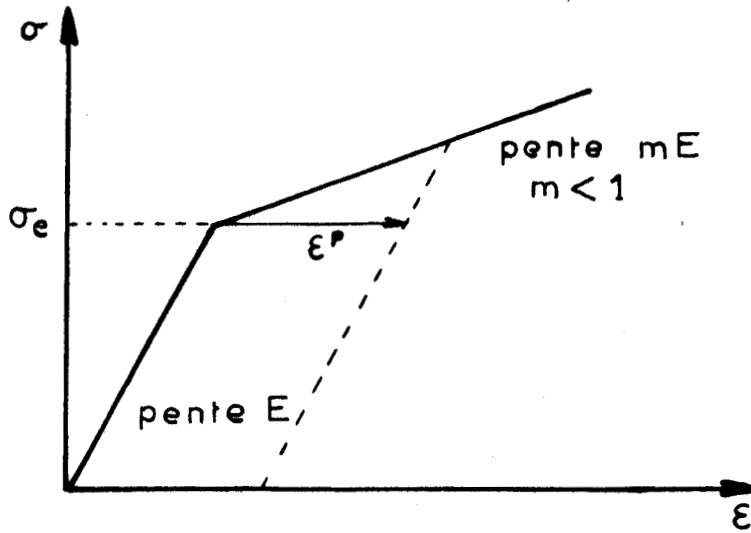


Figure 4 Hypothèse de l'écrouissage linéaire.

Dans la zone plastique, contrainte et déformation généralisées s'écrivent :

$$-\frac{\bar{\epsilon}^P}{\epsilon^P} = \frac{1-m}{mE} (\sigma_o - \bar{\sigma}) = \epsilon_r^P \quad (39)$$

Cette relation permet de calculer l'intégrale  $\int_a^r \frac{\epsilon_r^P}{r} dr$  et par conséquent la constante C .

$$C_1 = \frac{2a^2b^2}{b^2-a^2} \frac{1-m}{m(1-\nu^2)} \left( \sigma_o \ln \frac{c}{a} + \frac{\sigma_o}{2} \left( 1 - \frac{c^2}{b^2} \right) - P \right) - \frac{2a^2b^2}{b^2-a^2} P \quad (40)$$

D'après le critère de Tresca, à la frontière entre la zone plastique et la zone élastique  $\bar{\sigma} = \sigma_o = \sigma_\theta - \sigma_r$

Cette égalité, associée aux équations (35) et (36) fait apparaître une deuxième valeur de  $C_1$  :

$$C_1 = -\sigma_o c^2 \quad (41)$$

L'identification des relations (40) et (41) nous amène à l'équation qui définit le rayon c de la frontière :

$$(1-m) \left[ \sigma_o \ln \frac{c}{a} + \frac{\sigma_o}{2} \left( 1 - \frac{c^2}{b^2} \right) - P \right] + m(1-\nu^2) \left[ \frac{\sigma_o c^2}{2} \left( \frac{1}{a^2} - \frac{1}{b^2} \right) - P \right] = 0 \quad (42)$$

Les équations (39) (41) et (44) permettent de calculer la contrainte radiale dans la zone plastique :

$$\sigma_r = \frac{1-m}{1-m\nu^2} \sigma_o \ln \frac{r}{a} - \frac{m(1-\nu^2)}{1-m\nu^2} \left( \frac{1}{r^2} - \frac{1}{a^2} \right) \frac{\sigma_o c^2}{2} - P \quad (43)$$

La contrainte tangentielle dans la zone plastique est obtenue en combinant les équations (35) (36) (37) et (40).

$$\sigma_{\theta} = \frac{1-m}{1-mv^2} \sigma_o \ln \frac{r}{a} + \frac{m(1-v^2)}{1-mv^2} \left( \frac{1}{r^2} + \frac{1}{a^2} \right) \frac{\sigma_o c^2}{2} + \frac{1-m}{1-mv^2} \sigma_o - P \quad (44)$$

Pour calculer les contraintes radiales et tangentielles dans la zone élastique, il suffit de remarquer que ces contraintes sont les mêmes que celles qui existeraient dans un cylindre de rayon intérieur  $c$  et de rayon extérieur  $b$  soumis à une pression interne égale à sa puissance élastique. Nous pouvons donc appliquer les équations (20) (21) et (28).

Dans la zone élastique :

$$\sigma_r = \frac{\sigma_o}{2} \left( \frac{c^2}{b^2} - \frac{c^2}{r^2} \right) \quad (45)$$

$$\sigma_{\theta} = \frac{\sigma_o}{2} \left( \frac{c^2}{b^2} + \frac{c^2}{r^2} \right) \quad (46)$$

Les relations (4) et (7) permettent d'écrire :

$$\sigma_z = \nu (\sigma_{\theta} + \sigma_r)$$

Donc la contrainte axiale est, d'après les équations (43) (44) (45) et (50) :

dans la zone élastique :

$$\sigma_z = \nu \sigma_o \frac{c^2}{b^2} \quad (47)$$

dans la zone plastique :

$$\sigma_z = 2 \frac{1-m}{1-mv^2} \nu \sigma_o \ln \frac{r}{a} + \frac{m(1-v^2)}{1-mv^2} \nu \sigma_o \frac{c^2}{a^2} + \frac{1-m}{1-mv^2} \nu \sigma_o - 2P\nu \quad (48)$$

### Calcul du déplacement radial

Pour la zone élastique, les équations (23) et (28) permettent d'écrire :

$$u_r^e = \frac{1+\nu}{2E} \sigma_o \frac{c^2}{b^2} \left[ (1-2\nu)r + \frac{b^2}{r} \right] \quad (49)$$

Pour la zone plastique, les équations (2) (3) (4) (5) (6) (7) et (31) permettent d'écrire :

$$\epsilon_r + \epsilon_{\theta} = \frac{(1-2\nu)(1+\nu)}{E} (\sigma_{\theta} + \sigma_r)$$

Ce qui, combiné avec les équations (11) (12) (43) (44) et (46) nous amène à l'équation différentielle :

$$\frac{d u_r^P}{dr} + \frac{u_r^P}{r} = \frac{2(1-2\nu)(1+\nu)}{E(1-mv^2)} \left[ (1-m) \sigma_o \ln \frac{r}{c} + (1-mv^2) \frac{\sigma_o}{2} \frac{c^2}{b^2} \right] \quad (50)$$

L'intégration de cette équation différentielle donne la valeur du déplacement dans la zone plastique :

$$u_r^P = \frac{(1-2\nu)(1+\nu)\sigma_0}{E(1-m\nu^2)} \left[ (1-m)r \ln \frac{r}{c} - \frac{1-m}{2} r + \frac{1-m\nu^2}{2} \frac{c^2}{b^2} r \right] - \frac{\Gamma}{r}$$

ou  $\Gamma$  est une constante.

La constante  $\Gamma$  peut être déterminée en remarquant qu'à la frontière entre la zone plastique et la zone élastique :

$$u_r^P = u_r^e.$$

Ce qui nous amène à la valeur finale :

$$u_r^P = \frac{(1-\nu)\sigma_0 c^2}{2 E r} \left[ \frac{1-m}{1-m\nu^2} (1-2\nu) + 1 \right] + \frac{(1-2\nu)(1+\nu)\sigma_0 r}{E} \left[ (1-m) \ln \frac{r}{c} + \frac{1}{2} (1-m\nu^2) \frac{c}{b} - \frac{1-m}{2} \right] \quad (51)$$

La pression qui provoque la plastification complète de la paroi du cylindre peut être calculée en faisant  $c = b$  dans l'équation (42)

On obtient donc :

$$(1-m)(\sigma_0 \ln \frac{b}{a} - P) + m(1-\nu^2) \frac{\sigma_0}{2} \left( \frac{b^2}{a^2} - 1 \right) - P = 0 \quad (52).$$

#### I-1-2-4. L'autofrettage

La figure 2 montre que les couches du cylindre les plus chargées sont celles de l'alésage. Le but de l'autofrettage est de pourvoir le cylindre d'un système de précontraintes tel que les contraintes soient mieux réparties en service. Il en résultera donc une augmentation de la puissance élastique du réservoir. Ce but est atteint en soumettant le cylindre à une pression supérieure à sa puissance élastique initiale : le système de tensions résiduelles ainsi créé viendra en déduction de toute charge ultérieurement appliquée. De plus, si le matériau est écrouissable, les couches déformées plastiquement acquièrent une nouvelle limite élastique d'autant plus grande que leur déformation permanente aura été prononcée.

Ce procédé de construction fut employé pour la première fois en 1913 pour la construction d'un canon de 140.

Le calcul qui suit sera effectué sans tenir compte de l'écrouissage, ceci afin de simplifier les équations et de pouvoir tracer les courbes de distributions de contraintes et de déplacements.

Pour obtenir les contraintes et déplacements dans la zone plastique, il suffit de faire tendre  $m$  vers zéro dans les équations (42) (43) (44) (48) (51) et (52).

Dans les différentes équations obtenues, les rayons  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $r$  apparaîtront sous la forme de leur rapport à  $a$ :

$$k = \frac{b}{a} \quad - \quad k_r = \frac{r}{a} \quad - \quad k_c = \frac{c}{a}$$

Le rayon  $c$  est alors défini par :

$$\sigma_0 \ln k_c + \frac{\sigma_0}{2} \left(1 - \frac{k^2}{k^2}\right) - P = 0 \quad (53)$$

Les contraintes et déplacements dans la zone intérieure plastique sont données par les équations :

$$\sigma_r = \sigma_0 \ln k_r - P \quad (54)$$

$$\sigma_\theta = \sigma_0 \ln k_r - P + \sigma_0 \quad (55)$$

$$\sigma_z = 2\nu \sigma_0 \ln \frac{r}{a} + \nu \sigma_0 - 2\nu P. \quad (56)$$

$$u_r^P = \frac{(1+\nu)(1-\nu)}{E} \sigma_0 a \frac{k_c^2}{k_r} + \frac{(1-2\nu)(1+\nu)}{E} \sigma_0 a k_r \left[ \ln \frac{k_c}{k_r} + \frac{1}{2} \left( \frac{k_c^2}{k^2} - 1 \right) \right] \quad (57)$$

Les contraintes et déplacements dans la zone extérieure élastique dérivent directement des équations (45)(46)(47) et (49).

$$\sigma_r = \frac{\sigma_0}{2} \left( \frac{k^2}{k^2} - \frac{k^2}{k_r^2} \right) \quad (58)$$

$$\sigma_\theta = \frac{\sigma_0}{2} \left( \frac{k^2}{k^2} + \frac{k^2}{k_r^2} \right) \quad (59)$$

$$\sigma_z = \nu \sigma_0 \frac{k^2}{k^2} \quad (60)$$

$$u_r^e = \frac{1+\nu}{2E} \sigma_0 a \frac{k^2}{k^2} \left[ (1-2\nu) k_r + \frac{k^2}{k_r} \right] \quad (61)$$

La pression d'autofrettage total est donnée par l'équation (57).

$$P_{a,t} = \sigma_0 \ln k. \quad (62)$$

L'équation (57) permet de remplacer P par sa valeur en fonction de  $k_c$  dans les équations (54) (55) et (56). Il est alors possible de tracer les courbes de répartition des contraintes dans la paroi du cylindre en fonction de  $k_c$ .

La figure 5 représente la courbe de pression amenant la déformation plastique des couches internes jusqu'au rayon c.

La figure 6 représente la courbe de répartition des contraintes radiale et tangentielle dans la paroi du cylindre.

La figure 7 représente la courbe de répartition de la contrainte axiale dans la paroi.

Toutes ces courbes sont tracées pour un rapport  $k = 3$ .

### Contraintes résiduelles

Après relâchement de la pression d'autofrettage, il subsiste dans le cylindre un système de contraintes résiduelles. Celles-ci sont obtenues en calculant les contraintes qui seraient induites dans un cylindre élastique par la pression d'autofrettage et en les retranchant des contraintes obtenues précédemment (équations (43)(44)(45)(46)(47) et (48)).

Les expressions des contraintes résiduelles sont donc :

Dans la zone plastique :

$$\sigma_r = \sigma_0 \ln k_r - P - P \frac{1}{k^2 - 1} \left(1 - \frac{k^2}{k_r^2}\right) \quad (63)$$

$$\sigma_\theta = \sigma_0 (\ln k_r + 1) - P - P \frac{1}{k^2 - 1} \left(1 - \frac{k^2}{k_r^2}\right) \quad (64)$$

$$\sigma_z = 2 \nu \sigma_0 \left(\ln k_r + \frac{1}{2}\right) - 2 \nu P \left(1 + \frac{1}{k^2 - 1}\right) \quad (65)$$

Dans la zone élastique :

$$\sigma_r = \frac{\sigma_0}{2} \left(\frac{k_c^2}{k^2} - \frac{k_c^2}{k_r^2}\right) - P \frac{1}{k^2 - 1} \left(1 - \frac{k^2}{k_r^2}\right) \quad (66)$$

$$\sigma_\theta = \frac{\sigma_0}{2} \left(\frac{k_c^2}{k^2} - \frac{k_c^2}{k_r^2}\right) - P \frac{1}{k^2 - 1} \left(1 - \frac{k^2}{k_r^2}\right) \quad (67)$$

$$\sigma_z = \nu \sigma_0 \frac{k_c^2}{k^2} - 2 \nu P \frac{1}{k^2 - 1} \quad (68)$$

Les courbes de la figure 8 montrent la répartition des contraintes résiduelles dans la paroi du cylindre après relâchement de la pression d'autofrettage. Ces courbes ont été tracées pour des rapports  $k_c = 1,5$  et  $k = 3$ .

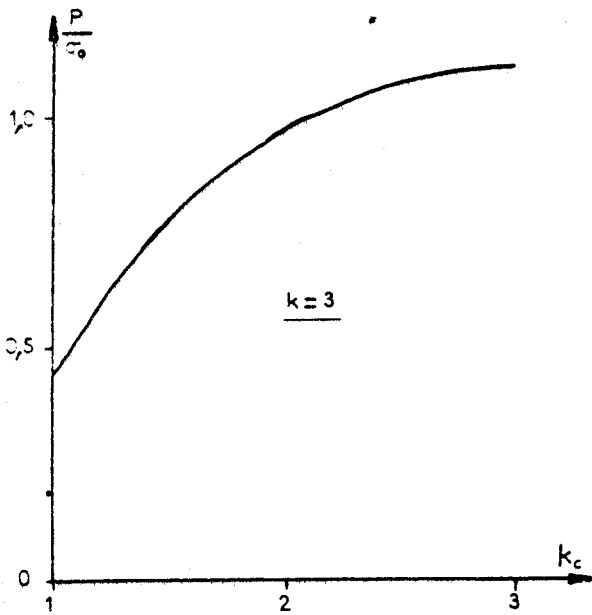


Figure 5 Pression interne amenant l'écoulement plastique jusqu'au rayon c.

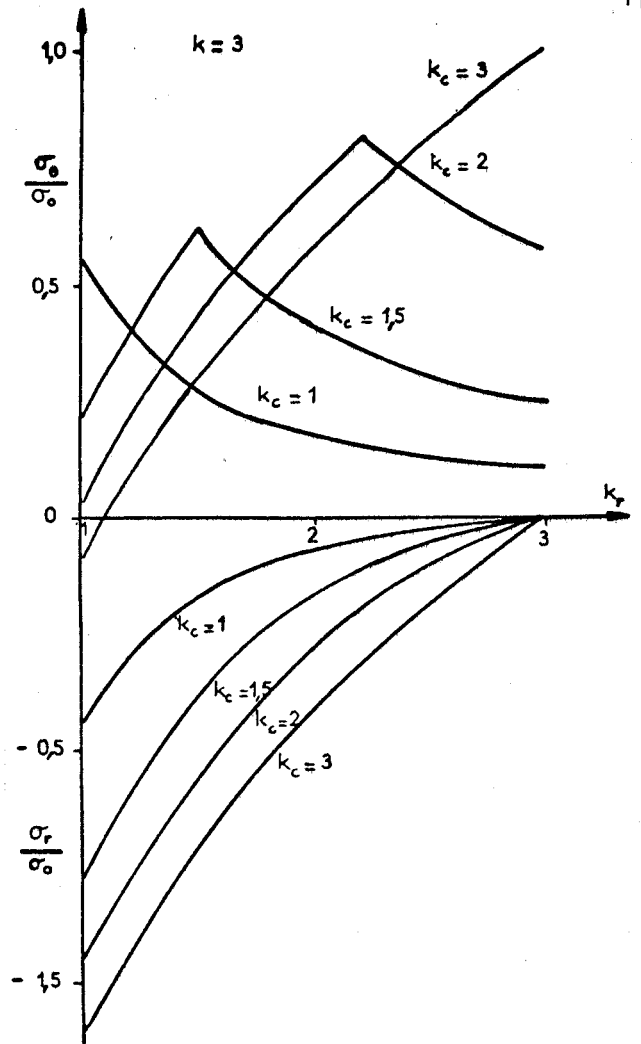


Figure 6 Répartition des contraintes radiales et tangentielles pendant l'autofrettage.

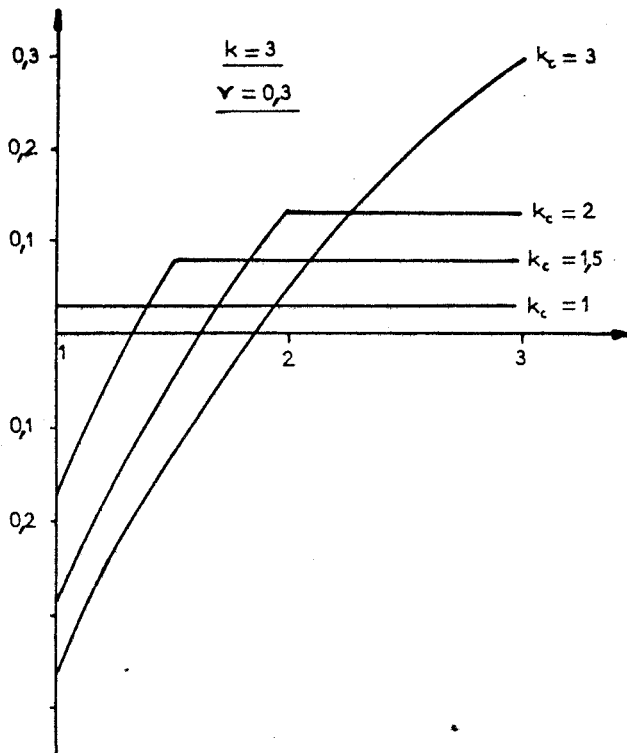


Figure 7 Répartition de la contrainte axiale pendant l'autofrettage.



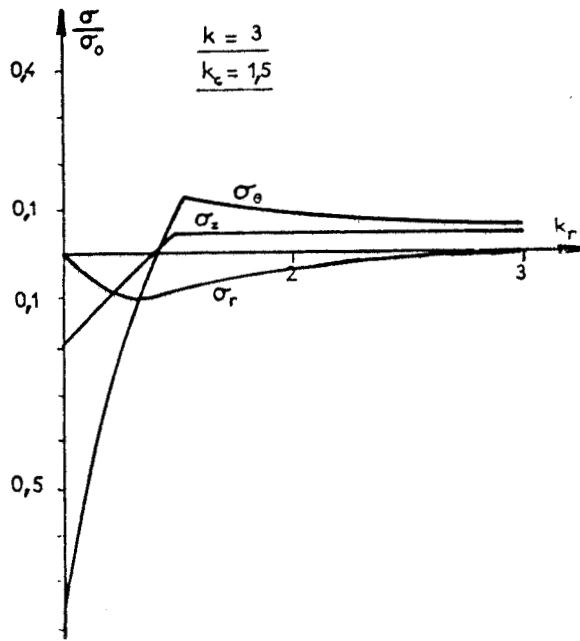


Figure 8. Répartition des contraintes résiduelles.

Le déplacement résiduel peut être calculé de la même façon en utilisant les équations (57) (61) et (27). Nous obtenons :

- pour la zone plastique :

$$u_{rés} = \frac{(1+\nu)(1-\nu)}{E} \sigma_0 a \frac{k_c^2}{k_r} + \frac{(1-2\nu)(1+\nu)}{E} \sigma_0 a k_r \left[ \ln \frac{k_c}{k_r} + \frac{1}{2} \left( \frac{k_r^2}{k^2} - 1 \right) \right] - \frac{1+\nu}{E} a P \frac{1}{k^2-1} \left[ (1-2\nu) k_r + \frac{k^2}{k_r} \right] \quad (69)$$

- pour la zone élastique :

$$u_{rés} = \frac{1+\nu}{E} a \left( \frac{\sigma_0}{2} - P \right) \left[ (1-2\nu) k_r + \frac{k^2}{k_r} \right] \quad (70)$$

Limites de la pression d'autofrettage

La figure 9 montre que les contraintes résiduelles seront un facteur limitatif important de la pression d'autofrettage. En effet, si ces contraintes résiduelles faisaient sortir le cylindre du domaine élastique, celui-ci subirait en service un cycle de déformations plastiques qui provoquerait d'abord une instabilité des dimensions impropre au bon fonctionnement des joints et entraînerait à terme la rupture du cylindre.

Il nous faut donc vérifier que le cylindre reste dans le domaine élastique après relâchement de la pression d'autofrettage.



Selon le critère de Tresca, si le matériau a une limite élastique en compression égale à la limite élastique en traction, le cylindre restera dans le domaine élastique si :

$$(\sigma_r - \sigma_\theta)_{\max} < \sigma_0$$

La différence  $\sigma_r - \sigma_\theta$  est maximale à l'alésage.

Le calcul s'effectue donc avec les équations (63), (64) et (53) et nous amène à la relation :

$$P < \sigma_0 \left(1 - \frac{1}{k^2}\right)$$

Par conséquent, pour des cylindres de rapport  $k < 2,2$  la pression d'autofrettage est limitée à la pression d'autofrettage total.

$$P = \sigma_0 \ln k \quad (71)$$

et pour des cylindres de rapport  $k > 2,2$ , la pression d'autofrettage est limitée à deux fois la puissance élastique du cylindre

$$P = 2 P_e = \sigma_0 \left(1 - \frac{1}{k^2}\right) \quad (72)$$

Un autre phénomène tend à accentuer la limitation de la pression d'autofrettage pour certains aciers : il s'agit de l'effet Baushinger [21] qui consiste en une chute de la limite élastique en compression quand la limite élastique en traction a été dépassée. Macrae a montré en 1936 que l'on pouvait restaurer les propriétés du matériau par un traitement thermique à température modérée (200°C à 350°C). L'autofrettage doit donc être effectué en plusieurs étapes avec traitement thermique entre chaque étape.

### I - 1 - 3 LA CHAMBRE D'EXPERIENCE

#### I-1-3-1. Description générale

L'enceinte adoptée dans ce travail est du type monobloc autofretté. Elle se constitue d'un cylindre d'acier à haute résistance 35 NCD 16 traité de façon à obtenir une résistance à la rupture de 110 à 120 daN/mm<sup>2</sup>. Ses caractéristiques dimensionnelles sont les suivantes (voir fig. 9).

- alésage  $\varnothing = 92$  mm
- diamètre extérieur : 350 mm
- hauteur de la chambre : 1150 mm
- hauteur totale : 1350 mm.

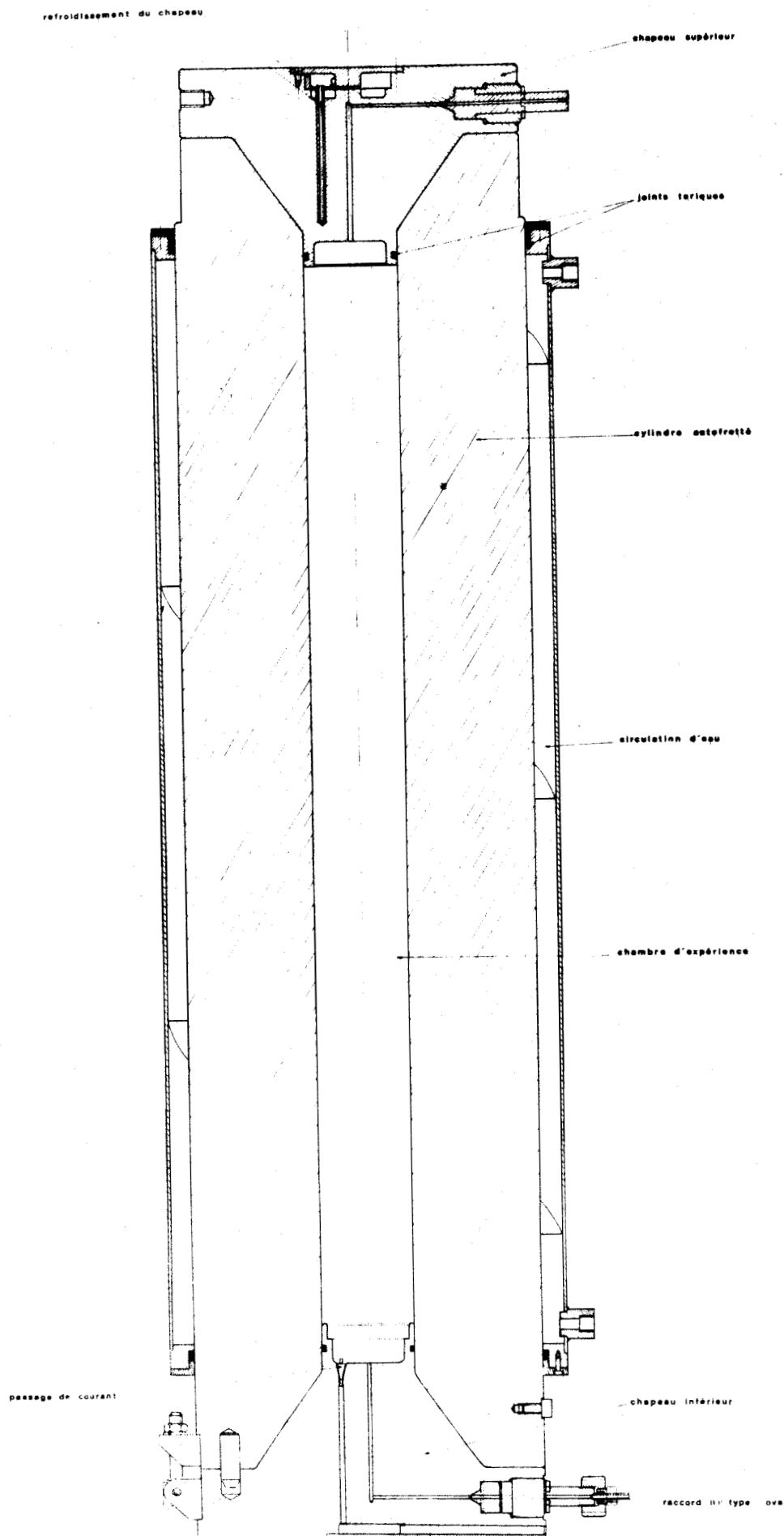


Figure 9 Coupe de l'enceinte.

Le calcul des caractéristiques de résistance à la pression de cette enceinte est détaillé dans l'annexe 1. Les principaux résultats sont :

- puissance élastique avant autofrettage :

$$P_c = 0,54 \text{ GPa}$$

- pression d'autofrettage total :

$$P_{a,t} = 1,55 \text{ GPa}$$

La pression maximale d'autofrettage admissible est :

$$P_{a,m} = 1,07 \text{ GPa.}$$

A l'intérieur de cette enceinte est placée une machine de déformation complète ainsi qu'un four. La présence de cette source de chaleur interne impose de refroidir les parois de la chambre pendant les essais. A cet effet, l'extérieur du cylindre porte une chemise de refroidissement par eau, à l'intérieur de laquelle le liquide est forcé à un chemin en hélice. Le bouchon de fermeture supérieur comporte également un circuit d'eau assurant le refroidissement du joint. Pour des raisons de sécurité, le circuit d'eau est branché en série avec une vanne manostatique qui coupe l'alimentation du four en cas de coupure d'eau.

### I-1-3-2. Étanchéité

Contenir un fluide comprimé à l'intérieur d'une enceinte nécessite d'assurer une étanchéité parfaite au niveau des obturateurs de cette enceinte. Cette étanchéité est d'ailleurs beaucoup plus difficile à obtenir pour un gaz que pour un liquide. Jusqu'à des pressions de 100 MPa, de simples joints écrasés encastés suffisent en général à assurer l'étanchéité (fig.12 a). Au-delà de 100 MPa, les systèmes de joints satisfaisants sont plus complexes et doivent obligatoirement être auto-serrreurs, c'est à dire que le serrage du joint doit augmenter avec la pression. En effet, la déformation de l'enceinte sous haute pression entraîne une augmentation du jeu entre les parois de la chambre et l'obturateur incompatible avec le bon fonctionnement du joint.

Le type parfait de joint auto-serreur est le joint à aire non supportée de Bridgman. La plupart des joints utilisés en haute pression en dérivent.

#### Joint à aire non supportée de Bridgman [10] [55]

La figure 10 représente une coupe d'un obturateur muni d'un joint de Bridgman. Il se compose d'une noix (2) maintenue en position par une culasse (3) vissée dans le corps d'enceinte. Sur cette noix est placée une rondelle de cuivre (6) qui supporte et empêche l'extrusion d'une rondelle de caoutchouc (5). Les deux rondelles sont serrées entre la noix et la tête d'un piston (1) dont la tige passe à travers la noix et la culasse.

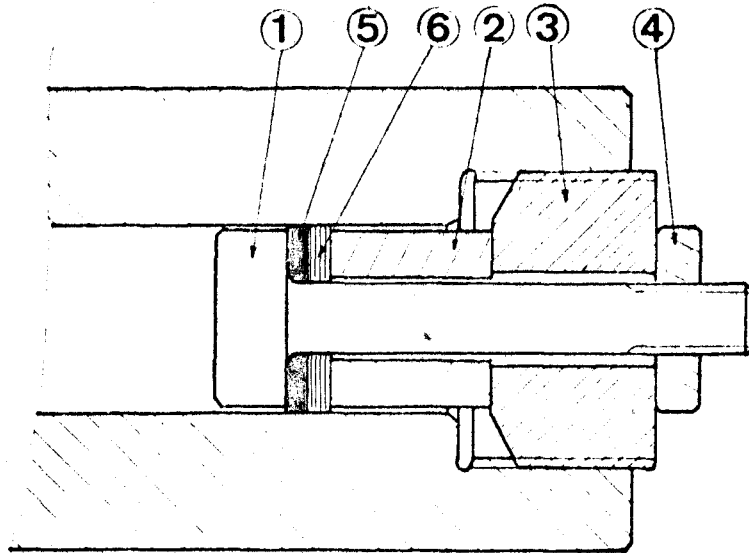


Figure 10 Obturateur muni d'un joint de Bridgman.

Avant l'application de la pression, il est nécessaire de "presserrer" les joints. Ceci peut être réalisé en serrant l'écrou (4) ou en poussant l'ensemble contre un épaulement pratiqué à l'intérieur de la chambre.

Lors de la mise en pression, la pression est appliquée sur toute la surface  $a_1$  de la tête du piston sur lequel s'exerce de ce fait une force  $Pa_1$ . Cette force est transmise à la noix par l'intermédiaire des deux rondelles dont la surface  $a_2$  est inférieure à  $a_1$  puisque la tige du piston n'est pas supportée. La pression dans les joints est donc :

$$P' = \frac{a_1}{a_2} P$$

Il existe par conséquent une surpression  $\Delta P = P' - P$  au niveau des joints qui ont tendance à se serrer à la fois contre la paroi de la chambre et contre la tige du piston. Plus la pression interne augmente, et plus ce serrage est efficace.

En théorie, plus le rapport  $\frac{a_1}{a_2}$  est grand et meilleur est le joint. En pratique, on est amené à limiter ce rapport car, si la pression  $P'$  est trop élevée, les joints ont tendance à déformer localement les parois de la chambre et à provoquer la striction de la tige du piston.

Pour des pressions très élevées, il est parfois nécessaire de prévoir des dispositifs anti-extrusion pour les joints (fig. 11). On utilise pour cela des bagues en bronze au beryllium ou en acier à haute résistance montées sur une portée conique.

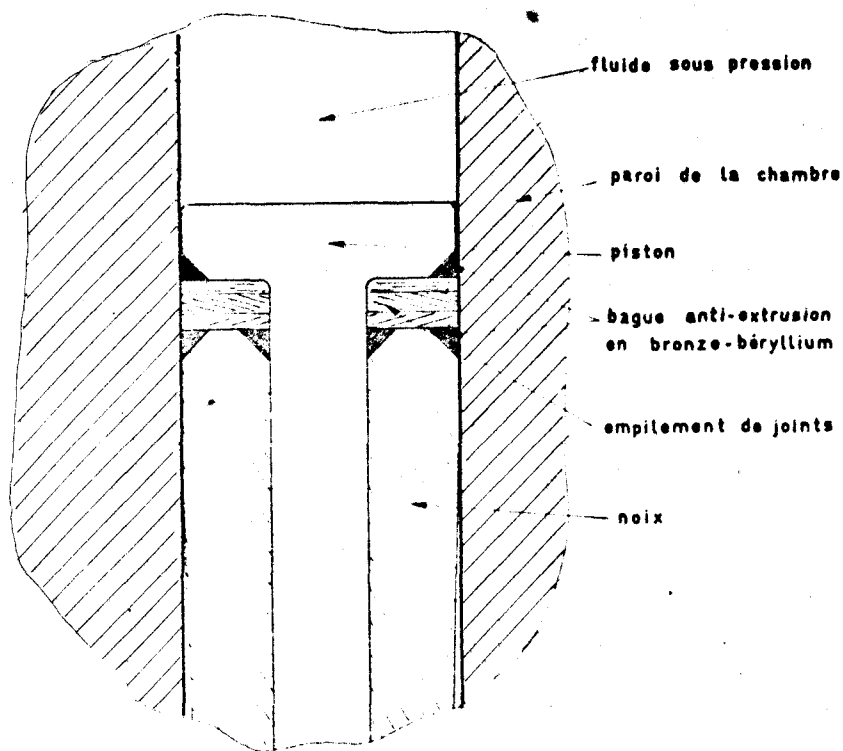


Figure 11 Joint de Bridgman avec dispositif anti-extrusion.

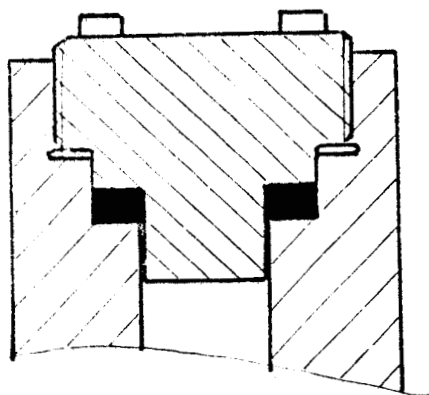
Lors de l'application de la pression, ces bagues se déforment élastiquement et glissent sur la portée cônica, ce qui leur permet de combler le jeu créé entre la paroi de la chambre et la noix ou le piston.

Le joint à aire non supportée est très fiable et du fait de la simplicité de sa construction, relativement économique. Cependant, il est d'un usage peu adapté pour les enceintes de grand diamètre à cause de sa tendance à déformer les parois de la chambre. D'autre part, les joints sont très difficiles à extraire après une montée en pression car ils se sont déformés et coincés contre les parois. Pour la même raison, ce type de joint induit des frottements très grands lorsqu'il est mobile (par exemple dans le cas de pistons de compresseur). D'autres types de joints ont été développés pour surmonter ces difficultés.

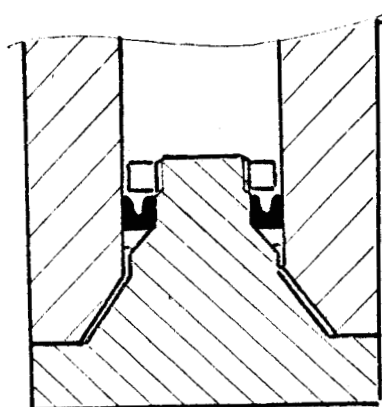
Le plus usité est le joint de Bridgman inversé (fig. 12 b). L'étanchéité est assurée par un joint torique ou à lèvres monté sur une bague anti-extrusion en bronze beryllium. Lors de l'application de la pression, la bague est forcée contre la paroi de la chambre et prévient ainsi l'extrusion du joint. Comme dans le joint direct de Bridgman, la pression exercée sur la bague est supérieure à la pression interne, ce qui assure un contact intime entre la bague et la paroi du cylindre.

Directement dérivés de ce dernier type de joint sont les deux joints représentés sur les figures 12 c et 12 d.

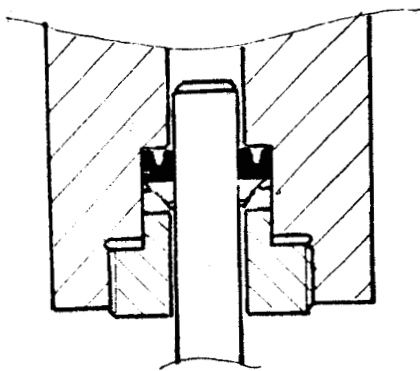
La figure 12 c représente un joint de Bridgman inversé double : deux bagues anti-extrusion sont montées tête-bêche sur une noix supportée par l'obturateur. La pression interne force les bagues l'une dans l'autre, ce qui applique



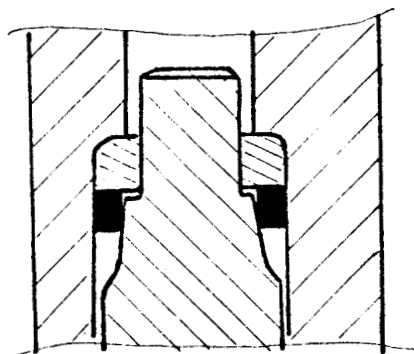
a



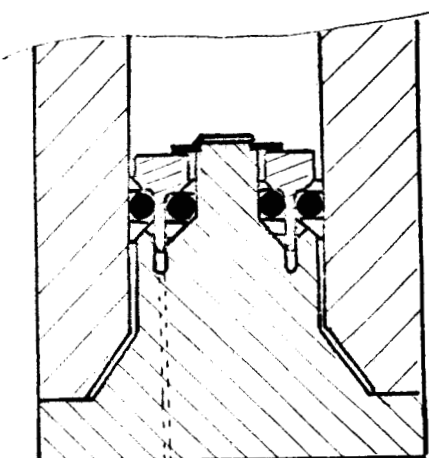
b



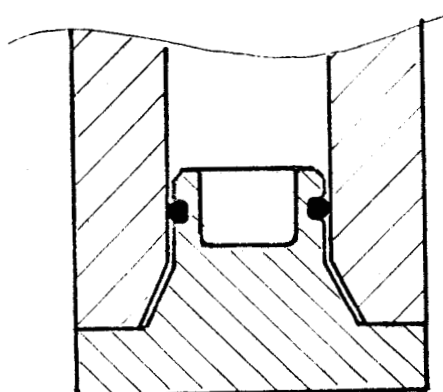
c



d



e



f



Figure 12 Différents types de joints utilisés en haute pression.

la première sur la paroi de la chambre et l'autre sur le piston central. Ce type de joint est particulièrement intéressant dans le cas d'un piston mobile, par exemple pour un multiplicateur ou pour un compresseur. En effet, le joint est immobile par rapport à la chambre et en cas de panne, c'est le piston qui est le plus souvent endommagé : ce dernier est dans la plupart des cas beaucoup plus facile à réparer ou à changer que l'enceinte. De plus, les forces de frottement induites sur le piston sont relativement faibles et ne perturbent pratiquement pas le fonctionnement de l'ensemble.

Le joint représenté sur la figure 12 d a été mis au point par J. Paureau en 1975 [ 48 ]. Il est constitué d'un simple cylindre creux de cuivre monté sur un obturateur cônique à double pente. Lors de l'application de la pression, le joint de cuivre glisse le long du cône de l'obturateur et réalise une étanchéité parfaite au gaz jusqu'à des pressions supérieures à 1,5 GPa. La rupture de pente pratiquée sur l'obturateur sert uniquement à empêcher le voilage du joint en service.

Une autre variante du joint de Bridgman a été développée par C.W. Burnham [ 33 ]. Le joint est représenté schématiquement sur la fig. 12 e. Deux joints toriques en caoutchouc sont serrés entre l'obturateur et un piston annulaire. L'extrusion de ces joints est empêchée par cinq bagues en acier dur ou en bronze beryllium. Un orifice d'expansion de gaz est ménagé dans l'obturateur pour maintenir l'espace sous le piston flottant à la pression atmosphérique.

Quand la pression est appliquée, le piston annulaire s'appuie sur les joints, et du fait qu'une partie de sa surface n'est pas supportée, il se crée une surpression au niveau des joints qui assurent ainsi une bonne étanchéité. Pour que le fonctionnement soit correct, les dimensions doivent être calculées de façon à ce qu'il s'exerce une force égale sur chacun des joints. Après relâchement de la pression interne, les joints de caoutchouc reprennent leur forme initiale et l'obturateur peut être facilement extrait de l'enceinte.

La figure 12 f représente le type de joint le plus simple que l'on peut rencontrer en haute pression. Il est constitué d'un seul joint torique en caoutchouc monté sur un obturateur évidé jusqu'à une profondeur dépassant le niveau du joint. L'épaisseur de la paroi de la partie haute de l'obturateur est beaucoup plus petite que l'épaisseur de la paroi de la chambre. L'anneau métallique portant le joint aura donc tendance à se déformer plus sous l'effet de la pression que l'alésage du cylindre. Lors de la mise en pression, cet anneau métallique se déformera donc de façon à combler le jeu qui se crée entre la paroi de la chambre et l'obturateur, permettant ainsi au joint d'assurer sa fonction d'étanchéité.

Ce type de joint permet d'assurer une bonne étanchéité à des pressions de gaz pouvant aller jusque 1 GPa.

C'est ce joint qui a été adopté pour l'enceinte qui fait l'objet de cette étude.

### I-1-3-3. Passages de courant

Afin de relier électriquement à l'extérieur de l'enceinte la machine interne et l'ensemble des capteurs, quinze passages de courant étanches ont été pratiqués dans l'obturateur inférieur.

Le principe en est représenté sur la figure 13.

Une électrode métallique est usinée en cône de faible pente (13 %) et un trou cône de pente identique est pratiqué dans l'obturateur. Un cône creux isolant (nylon) de même pente que les deux précédents et d'épaisseur faible est interposé entre l'électrode et le trou, faisant ainsi office de joint. La faiblesse de la pente des cônes rend le montage autobloquant et permet d'assurer ainsi l'initiation de l'étanchéité. Lors de l'application de la pression interne, l'électrode est forcée dans le cône isolant, lui-même appliqué dans le trou. Le joint ainsi réalisé est donc autoserré et permet de maintenir des pressions de gaz supérieures à 1 GPa.

Si l'aiguille métallique est soumise à des températures supérieures à 50°C (soit du fait de l'effet Joule, soit du fait de l'ambiance interne) il est nécessaire de substituer au cône en nylon un cône en alumine frittée. L'usinage de cette pièce en est rendu beaucoup plus difficile et son coût est d'autant plus élevé.

Ce type de passage étanche convient bien pour les courants de forte intensité. Par exemple, nous avons pu avec des électrodes de 6 mm en acier, alimenter un four sous une intensité de 40 A et une tension de 85 V. Pour des courants plus faibles, des électrodes plus petites peuvent être utilisées. Cependant, pour des raisons de difficulté d'usinage, le diamètre des électrodes ne peut être réduit à une valeur inférieure à 3 mm, et par conséquent un nombre limité de passages étanches peuvent être placés sur un obturateur.

Pour le passage des thermocouples, nous avons employé une solution qui permet de n'utiliser qu'un seul passage par thermocouple : le thermocouple utilisé est du type thermocoax à gaine d'Inconeel. Une électrode est percée au diamètre du thermocouple et celui-ci brasé à l'argent dans l'électrode. L'ensemble est bloqué dans un passage de courant en interposant entre l'électrode et le trou une pâte à joint au téflon (fig. 14).



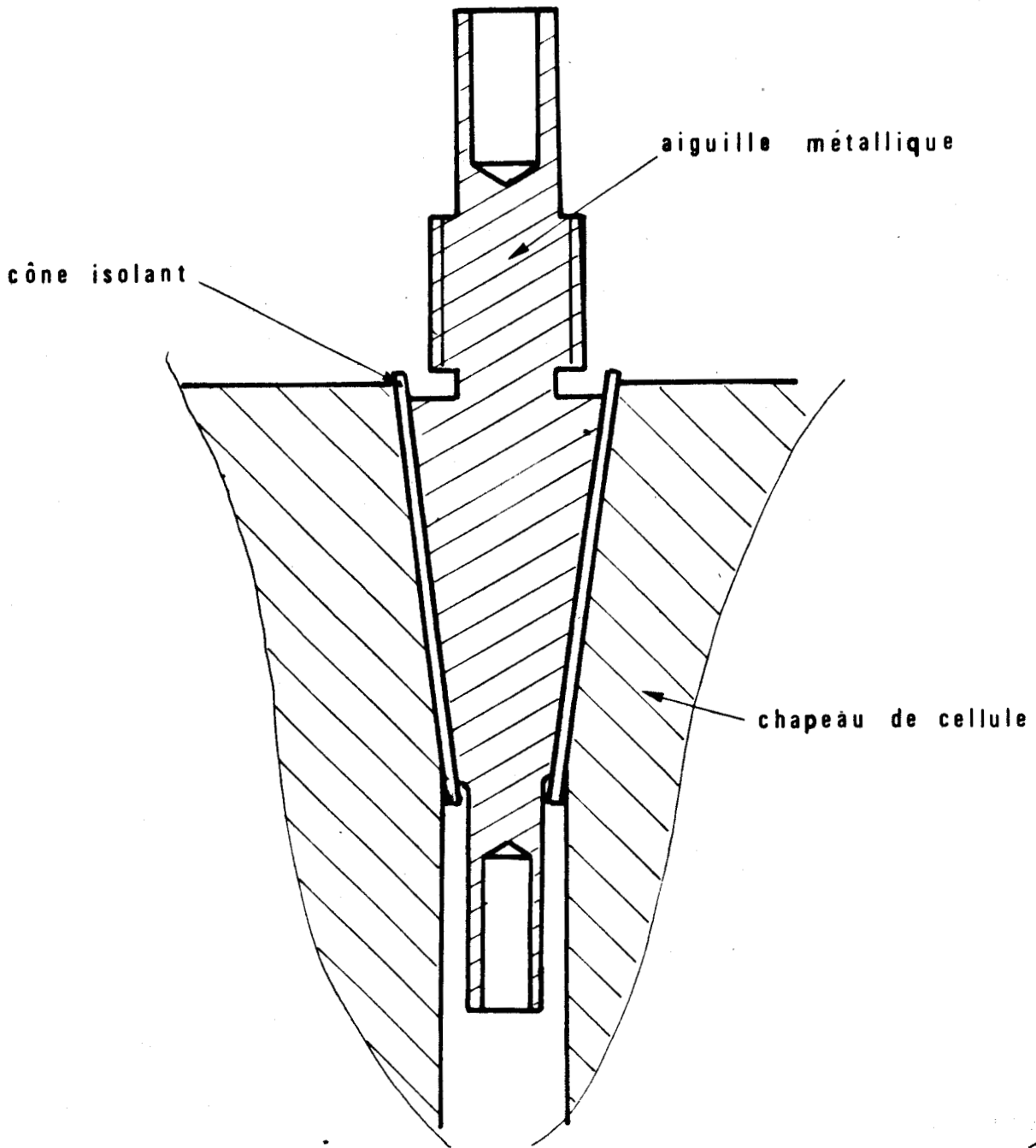


Figure 13 Passage de courant étanche à un conducteur.



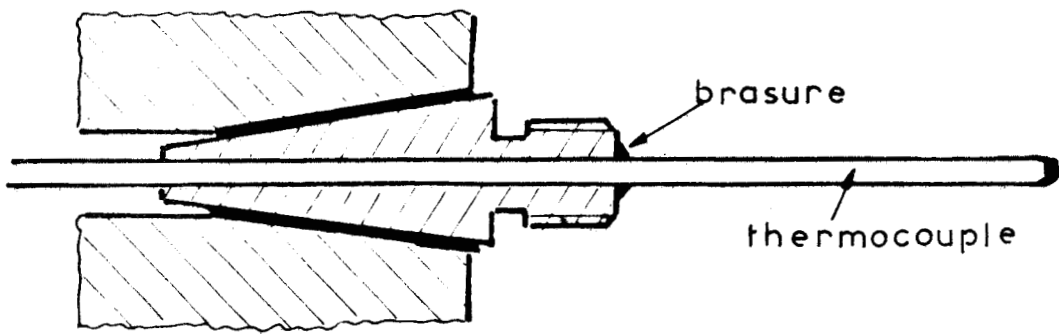


Figure 14 Passage étanche pour thermocouple thermo-coax.

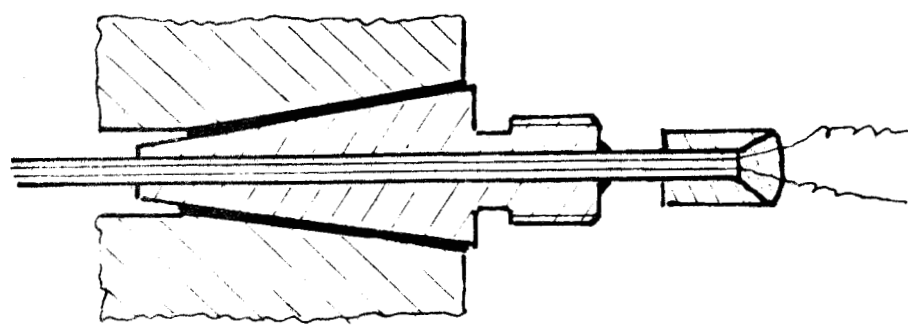


Figure 15 Passage étanche multiconducteurs.



Suivant la même idée, il est possible de réaliser des passages étanches multiconducteurs (fig. 15). On utilise pour ce faire des conducteurs blindés suivant la même technique que les thermocouples thermocoax. La gaine est brasée à l'argent dans une électrode et placée de la même manière que pour les thermocouples. Cependant, l'isolant qui maintient les conducteurs est de la magnésie en poudre compactée. Il reste poreux au gaz et par conséquent il est nécessaire d'imperméabiliser la sortie des conducteurs. Ceci peut être effectué avec un ciment plastique collé sur un collier métallique brasé à l'extrémité de la gaine. Certains expérimentateurs préconisent une résine époxy comme imperméabilisant mais nous avons noté que celle-ci avait tendance à se fracturer en service, entraînant ainsi la rupture des conducteurs. Nous avons essayé avec succès divers mastics au caoutchouc au silicone. Notons également que l'extrémité libre de la gaine doit aussi être imperméabilisée car la magnésie absorbe rapidement l'humidité de l'air et l'isolement entre les conducteurs s'en trouve compromis.

#### I-1-3-4. Entrée et sortie du gaz

Outre les passages de courant étanches, l'obturateur inférieur comporte une entrée de gaz sur laquelle est branché le tuyau d'amenée du gaz en provenance du système générateur de pression. Ce branchement est réalisé à l'aide d'un joint métallique "cône sur cône" dont le principe est décrit par la figure 16.

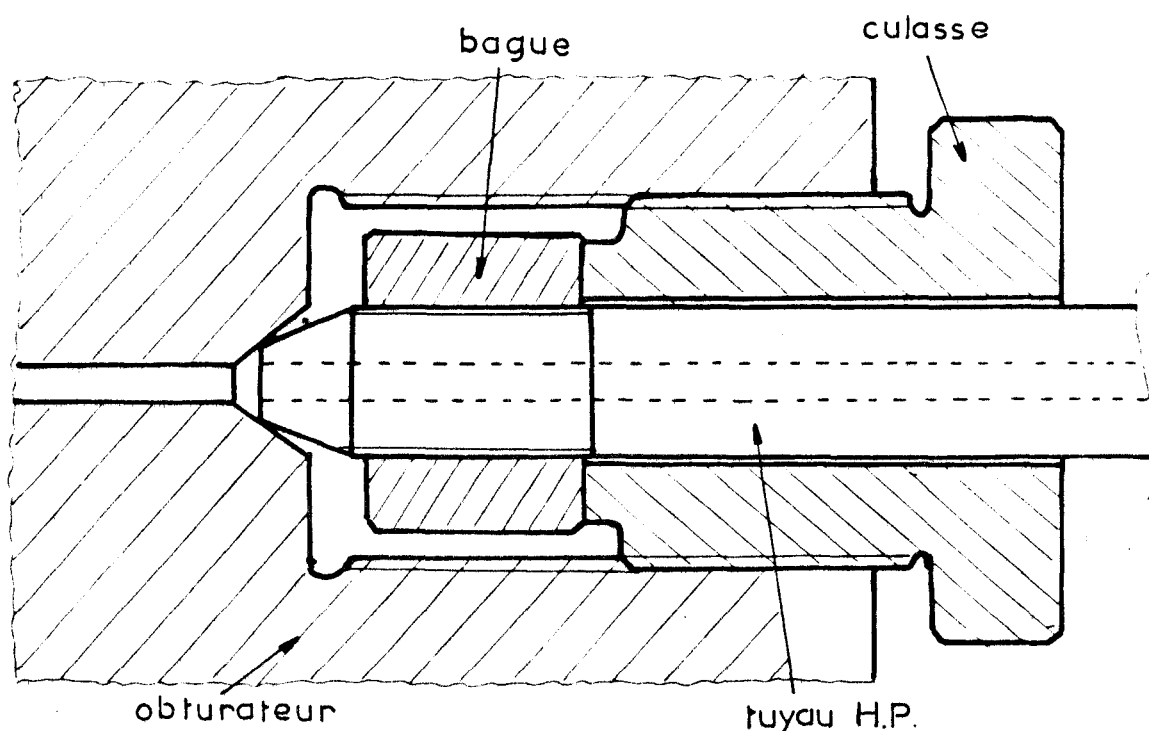


Figure 16 Joint métallique "cône sur cône".

Un cône femelle d'angle au sommet  $60^\circ$  est usiné dans le corps de l'obturateur au fond d'un trou taraudé. L'extrémité du tuyau haute pression d'amenée du gaz est usiné en cône mâle d'angle au sommet  $58^\circ$  et fileté à gauche sur une longueur au moins égale à 1,5 fois le diamètre du tube. Sur ce filetage est vissée une bague de longueur appropriée. Une culasse de serrage, vissée dans le trou taraudé de l'obturateur permet, en prenant appui sur la bague de sertir le cône mâle du tuyau dans le cône femelle. La différence d'orientation entre le filetage à droite de la culasse et celui à gauche de la bague empêche le desserrage du montage lors de la mise en place.

Le fait que l'angle au sommet du cône femelle soit supérieur à celui du cône mâle permet d'obtenir un contact intime sur une portée réduite. Sous pression, le bout du tuyau a tendance à se déformer plus que son logement dans l'obturateur et le contact est maintenu. Un tel joint permet d'assurer l'étanchéité aux gaz jusqu'à des pressions de l'ordre de 2 GPa. Le même système est utilisé pour tous les raccords haute pression de l'installation.

Le couple de serrage à appliquer sur la culasse est fonction du diamètre du tuyau : un serrage trop faible ne permet pas d'obtenir l'étanchéité, mais un serrage trop fort entraîne l'indentation du cône mâle dans le cône femelle et l'étanchéité n'est plus reproductible. Une fois démonté, le joint doit alors être réusiné pour pouvoir de nouveau fonctionner correctement.

Pour des tuyaux de gros diamètre (supérieur à 20 mm), le couple de serrage à appliquer pour obtenir une bonne étanchéité devient très grand. Il est alors préférable d'utiliser d'autres systèmes de joints tel le joint de Bridgman inversé. Tuyaux et raccords doivent alors recevoir des usinages plus sophistiqués, ce qui rend l'installation beaucoup plus coûteuse et plus complexe d'emploi.

## I - 2 - LE SYSTÈME DE MISE EN PRESSION

La mise en pression de l'enceinte peut être assurée par un compresseur à deux étages amenant du pétrole à la pression souhaitée, suivi d'un séparateur pétrole-gaz permettant la compression du gaz par le liquide. Mais ce dispositif peut être perfectionné par l'adjonction dans le circuit d'argon d'un surpresseur qui permet un gain de temps appréciable dans la montée en pression.

### I - 2 - 1 FONCTIONNEMENT GENERAL DE L'INSTALLATION

La figure 17 montre le schéma de principe du circuit complet. La mise en pression de l'enceinte se déroule en deux phases principales :

- le gaz est d'abord comprimé dans le séparateur par le surpresseur jusqu'à une pression de 85 MPa

- puis le compresseur envoie du pétrole sous pression dans le séparateur ce qui a pour effet de refouler le gaz dans l'enceinte. Un ensemble de clapets anti-retour empêche le retour de l'argon dans la bouteille.

A la fin de la phase de compression du séparateur, la pression atteinte dans l'enceinte peut encore être inférieure à la pression souhaitée pour l'expérience. Il est alors nécessaire de répéter les deux manoeuvres jusqu'à ce que la pression désirée soit atteinte.

Au début de la mise en pression, tant que la pression n'excède pas 85 MPa, le surpresseur seul peut suffire au "gonflement" de l'enceinte.

Le milieu transmetteur de pression est de l'argon ultra-pur. Afin de ne pas le polluer et pour des raisons de sécurité, il est nécessaire d'extraire tout l'air de l'enceinte avant le remplissage par l'argon : à cet effet, il a été prévu une vanne au niveau de l'obturateur supérieur, vanne qui permet de faire le vide dans l'enceinte au début de l'expérience.

Une vanne de détente court-circuitant l'ensemble séparateur-surpresseur permet le retour de la plus grande partie de l'argon dans la bouteille à la fin de l'expérience.

### I - 2 - 2 DESCRIPTION DETAILLEE DES DIVERS ELEMENTS DU CIRCUIT

#### I-2-2-1. Le compresseur

Le compresseur utilisé est un compresseur Harwood à deux étages équipé d'un multiplicateur DA 10 à pétrole à double action.

L'étage basse pression comporte essentiellement un réservoir d'huile de 0,4 m<sup>3</sup> et une pompe à gros débit actionnée par un moteur électrique de 11 kW.

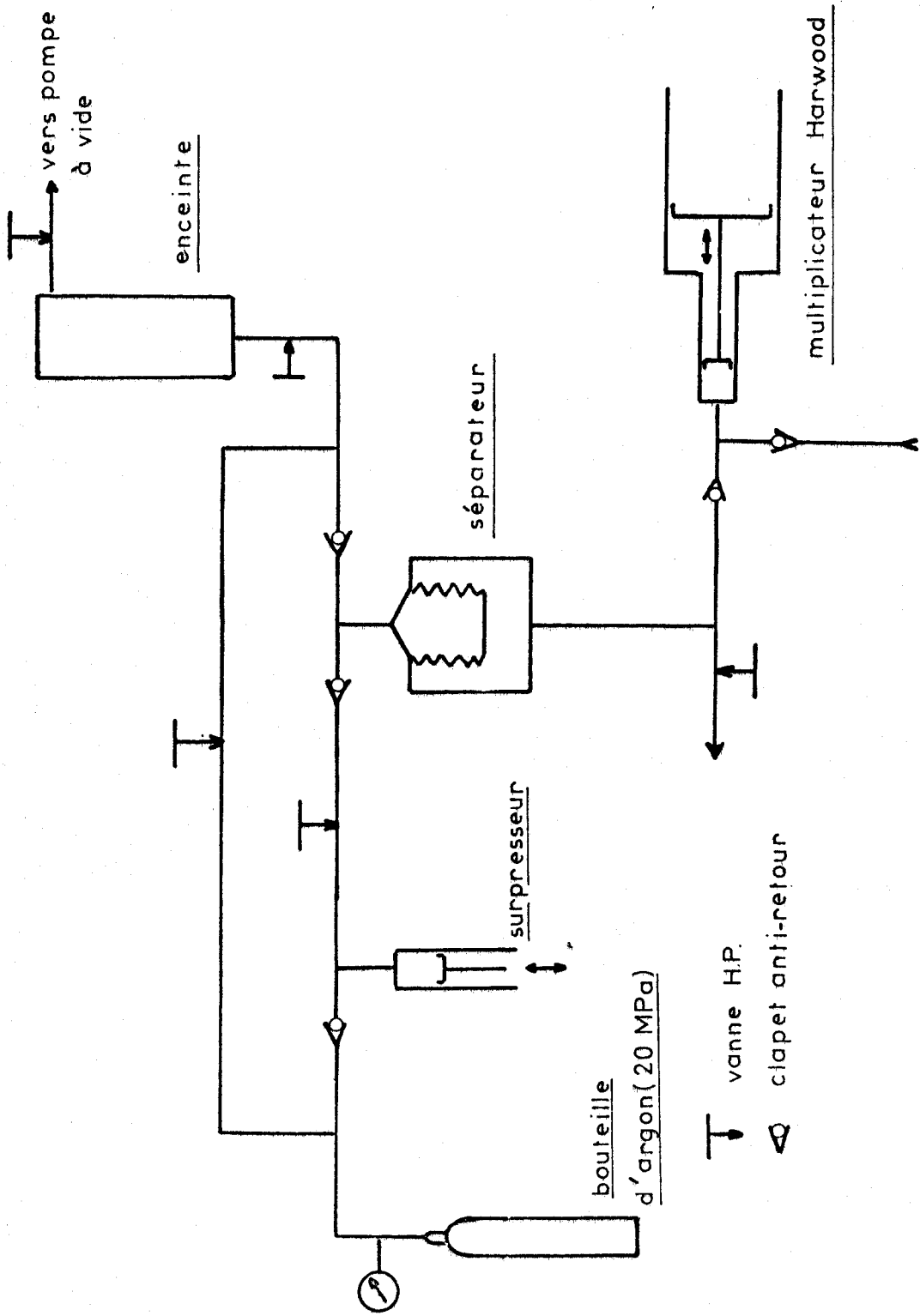


Figure 17 Circuit haute pression.



Cette pompe envoie l'huile sous une pression maximale de 6 MPa dans les compartiments basse pression du multiplicateur. Le principe de ce dernier est illustré sur la figure 18.

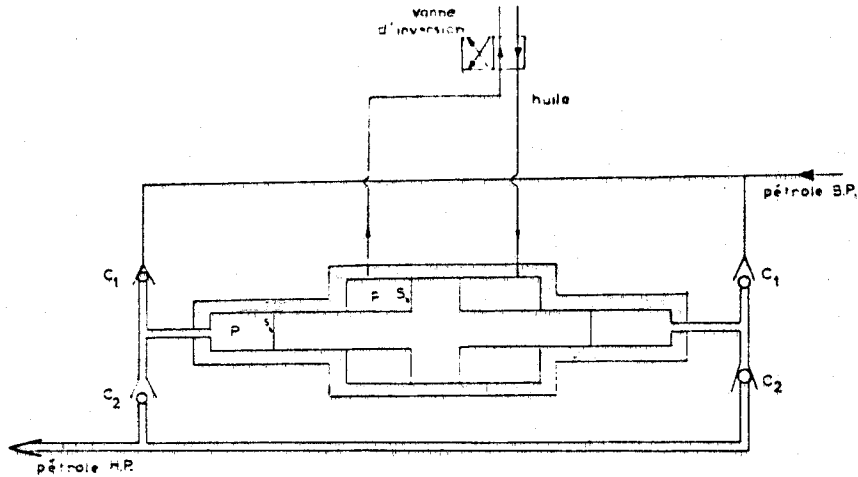


Figure 18 Principe de multiplicateur Harwood.

Le fluide transmetteur de la pression est du pétrole et une réserve de 10 dm<sup>3</sup> suffit à alimenter toute l'installation.

Le pétrole est admis dans l'une des chambres haute-pression du multiplicateur à travers un clapet anti-retour C<sub>1</sub> tandis qu'il est refoulé de l'autre à travers un clapet anti-retour C<sub>2</sub>.

Le piston est poussé par de l'huile entrant et sortant alternativement de l'un des compartiment basse pression du multiplicateur, ce compartiment étant déterminé par la position de la vanne d'inversion.

En négligeant les frottements, la pression obtenue dans le pétrole est donnée par la relation :

$$P = p \frac{S}{s}$$

ou P est la pression du pétrole,

p est la pression de l'huile,

S est la surface du piston côté basse pression,

s est la surface du piston côté haute pression.

A la fin de chaque course, la vanne d'inversion change de sens, provoquant ainsi le déplacement du piston dans l'autre sens.

Les clapets anti-retour sont fermés en position normale. Avec le vide causé par le déplacement du piston, la pression de bêche est suffisante pour

ouvrir le clapet  $C_1$ . Lors du refoulement, celui-ci se ferme et le clapet  $C_2$  s'ouvre à son tour, permettant l'évacuation du pétrole vers le séparateur.

Côté basse pression, l'étanchéité est assurée par de simples joints toriques et des segments en fonte.

Côté haute pression, le piston est équipé d'un joint de Bridgman inversé constitué d'un joint en U monté sur une bague anti-extension (fig. 19). On retrouve ce même type de joint sur les obturateurs du multiplicateur.

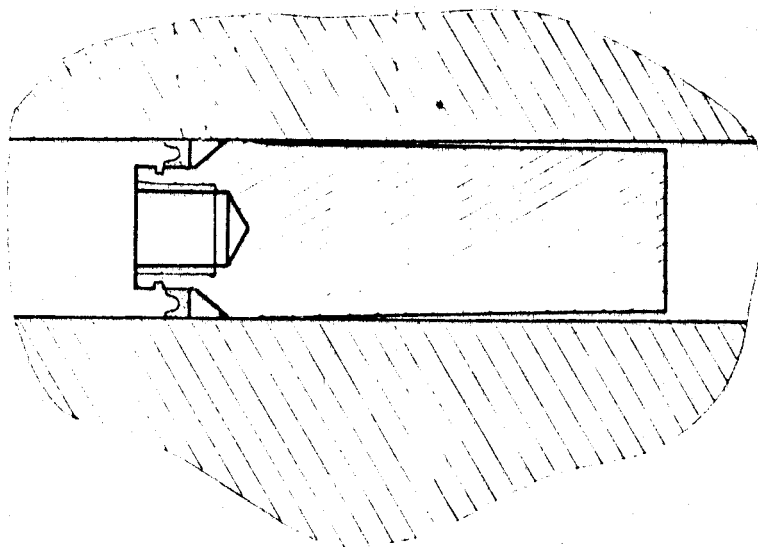


Figure 19 Tête haute pression du multiplicateur Harwood.

#### I-2-2-2. Le séparateur

Le séparateur est constitué d'une enceinte à l'intérieur de laquelle se trouve un soufflet métallique susceptible d'une variation de volume de  $377 \text{ cm}^3$  (fig. 20).

L'intérieur de ce soufflet est rempli par le gaz en provenance du surpresseur et de la bouteille et l'extérieur baigne dans le pétrole en provenance du compresseur. L'augmentation de la quantité de pétrole lors du fonctionnement du compresseur provoque une diminution du volume du soufflet et par conséquent la compression du gaz. De même, à l'ouverture de la vanne de sortie de pétrole, le soufflet remonte sous l'influence de la pression du gaz et se remplit d'argon. Une nouvelle phase de compression peut alors débuter.

L'enceinte de séparation est un cylindre d'acier 35 NCD 16 traité à  $120 \text{ daN/mm}^2$  et autofretté. Les caractéristiques dimensionnelles sont :

- alésage :  $\varnothing = 80 \text{ mm}$
- diamètre extérieur :  $202 \text{ mm}$
- hauteur :  $405 \text{ mm}$ .

Le détail du calcul des caractéristiques de résistance à la pression fi-



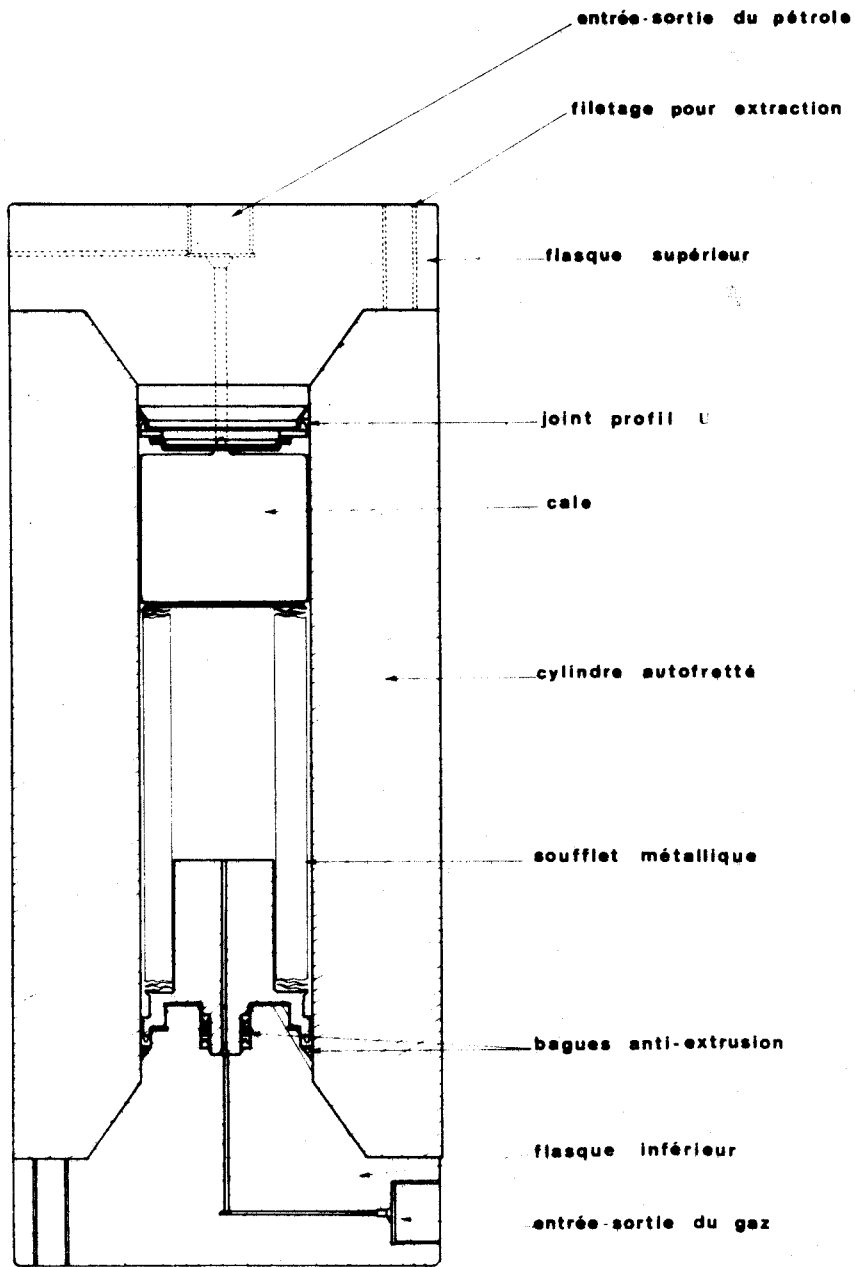


Figure 20 Coupe du séparateur.

gure dans l'annexe 2. Les principaux résultats sont :

puissance élastique avant autofrettage

$$P_e = 0,49 \text{ GPa}$$

pression de surdéformation totale :

$$P_{a,t} = 1,08 \text{ GPa}$$

pression maximale en autofrettage :

$$P_{a,m} = 0,98 \text{ GPa}$$

Cette enceinte est fermée par deux obturateurs munis chacun d'un joint de Bridgman inversé.

Sur l'obturateur inférieur est monté un soufflet métallique. L'étanchéité entre pétrole et gaz est assurée à ce niveau par un joint de Bridgman inversé double (voir fig. 12 c). Le soufflet comporte 100 ondulations et possède une longueur libre de 180 mm. L'écart de pression maximum admissible entre l'intérieur et l'extérieur est de 0,15 MPa. Afin d'éviter tout risque de détérioration du soufflet en fonctionnement, il est nécessaire de travailler avec des fluides très propres et de limiter la course, en particulier lors de l'admission du gaz. Cette fonction est assurée par une cale en dural munie à sa partie supérieure d'un bouchon conique. Quand le soufflet arrive à son point haut, le bouchon arrête l'évacuation du pétrole et, compte tenu de la faible compressibilité du liquide par rapport au gaz, il devient impossible de dépasser l'écart de pression de 0,15 MPa. Lors de la phase de compression du gaz, le nombre de cycles du compresseur est limité à 7. De cette façon, le soufflet n'est jamais comprimé au maximum et les pressions de gaz et de pétrole sont toujours en équilibre.

Compte tenu du volume de l'enceinte d'expérience et de celui du soufflet, la pressurisation complète demandera un nombre important de cycles du soufflet. Il est possible de déterminer ce nombre de cycles à l'aide d'un calcul simple :

Considérons l'un quelconque des cycles de compression du gaz. Dans l'état initial de ce cycle, après admission de l'argon dans le soufflet, le gaz se répartit de la façon suivante :

- un volume  $V_s$  (volume du soufflet) à la pression  $P_{0,i-1}$  dans le soufflet.
- un volume  $V_e$  (volume de l'enceinte) à la pression  $P_{i-1}$  de l'enceinte à ce moment.

L'indice  $i$  indique que c'est le  $i^{\text{ème}}$  cycle du soufflet.

Dans l'état final du  $i^{\text{ème}}$  cycle, après la compression, le gaz se trouve dans sa totalité à la pression  $P_i$  et occupe le volume  $V_e + V_s - \Delta V_s$  où  $\Delta V_s$  représente la variation du volume du soufflet au cours de la phase de compression.

L'équation d'état de l'argon (voir Annexe 4) nous donne la densité du gaz en fonction de sa pression. Si nous supposons la compression isotherme, nous pouvons donc écrire :

$$\rho_{0,i-1} V_s + \rho_{i-1} V_e = \rho_i (V_e + V_s - \Delta V_s)$$

où  $\rho$  représente la densité relative de l'argon, en unités d'Amagats et où les indices ont la même signification que pour les pressions.

Donc :

$$\rho_i = \frac{V_e}{V_e + V_s - \Delta V_s} \rho_{i-1} + \frac{V_s}{V_e + V_s - \Delta V_s} \rho_{0,i-1} \quad (77)$$

Cette formule traduit l'augmentation de la pression dans la chambre d'expérience par cycle du soufflet. Elle montre de façon évidente que cette augmentation de pression sera d'autant plus grande que la pression initiale  $P_{0,i-1}$  dans le soufflet est plus élevée. Par exemple, si le gaz admis dans le séparateur provient directement de la bouteille d'argon dont la pression initiale est 20 MPa, on peut écrire :

$$\rho_{0,i} = \frac{V_e - \Delta V_s}{V_b} \rho_{0,i-1} \quad (78)$$

où  $V_b$  est le volume de la bouteille (dans notre cas  $46 \text{ dm}^3$ )

La figure 21 montre les courbes d'augmentation de la pression de la chambre en fonction du nombre de cycles du séparateur et pour des taux de remplissage de la chambre différents.

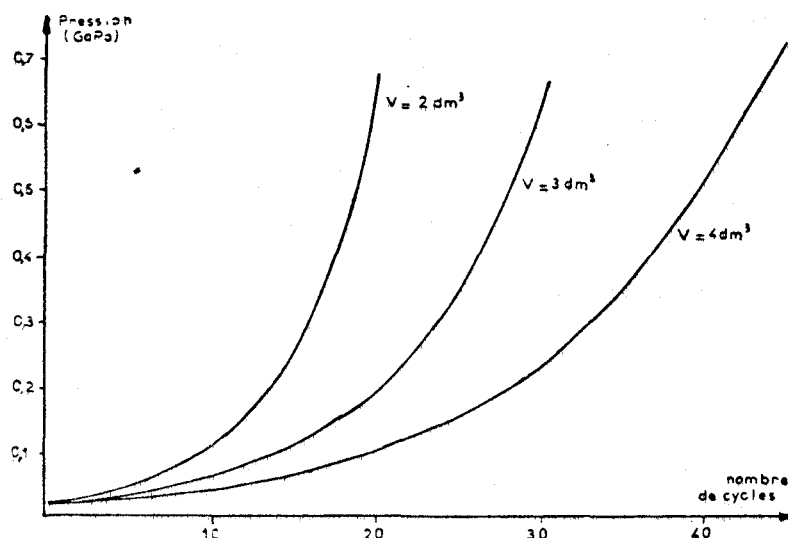


Figure 21 Courbes de mise en pression de l'enceinte avec le séparateur seul.

Il est possible de tracer la courbe d'évolution du nombre de cycles du séparateur nécessaires pour atteindre une pression donnée en fonction de la pression d'admission du gaz dans le soufflet. La figure 22 représente une de ces courbes pour une pression désirée dans l'enceinte de 0,7 GPa et un volume à remplir de 4 dm<sup>3</sup>.

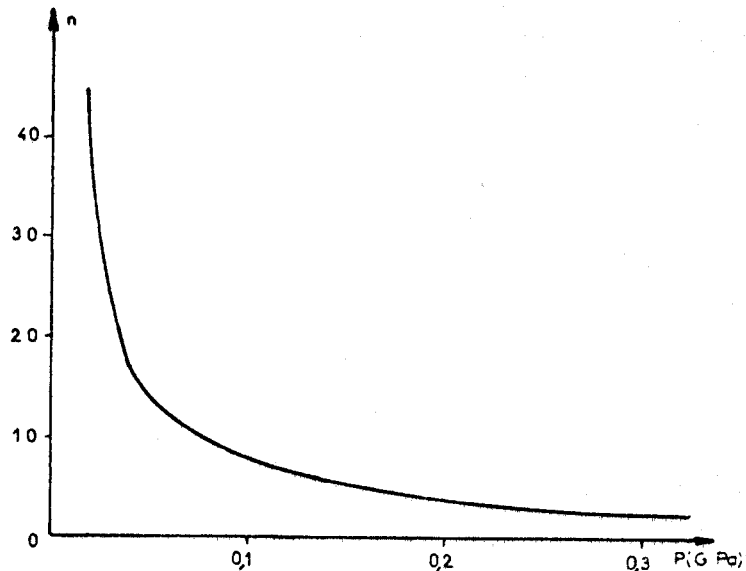


Figure 22 Nombre de cycles de séparateur nécessaires pour atteindre la pression de 0,7 GPa en fonction de la pression d'aspiration.

Cette courbe fait apparaître une décroissance rapide du nombre de cycles du séparateur quand la pression d'aspiration passe de 18 MPa à 100 MPa. Au-delà de 100 MPa la décroissance est plus lente. La durée d'un cycle est d'environ 10 mm et cette opération nécessite plusieurs manoeuvres des vannes haute pression, manoeuvres qui doivent être exécutées dans un ordre bien déterminé sous peine de détérioration du soufflet. On conçoit aisément que dans ces conditions, il est intéressant de diminuer au maximum le nombre de cycles du séparateur. Dans cet ordre d'idée, nous avons adjoint au circuit existant, un petit surpresseur permettant d'élever la pression de remplissage du soufflet à 85 MPa.

### I-2-2-3. Le surpresseur

Cet appareil très simple est constitué d'un cylindre d'acier à l'intérieur duquel se déplace une tête haute pression poussée par un vérin hydraulique capable de développer une force maximale de 10<sup>4</sup> daN (fig. 23). Le volume utile de la chambre est de 180 cm<sup>3</sup>.

L'étanchéité au niveau de la tête haute pression est assurée par un joint de Bridgman en P.T.F.E (fig. 24).

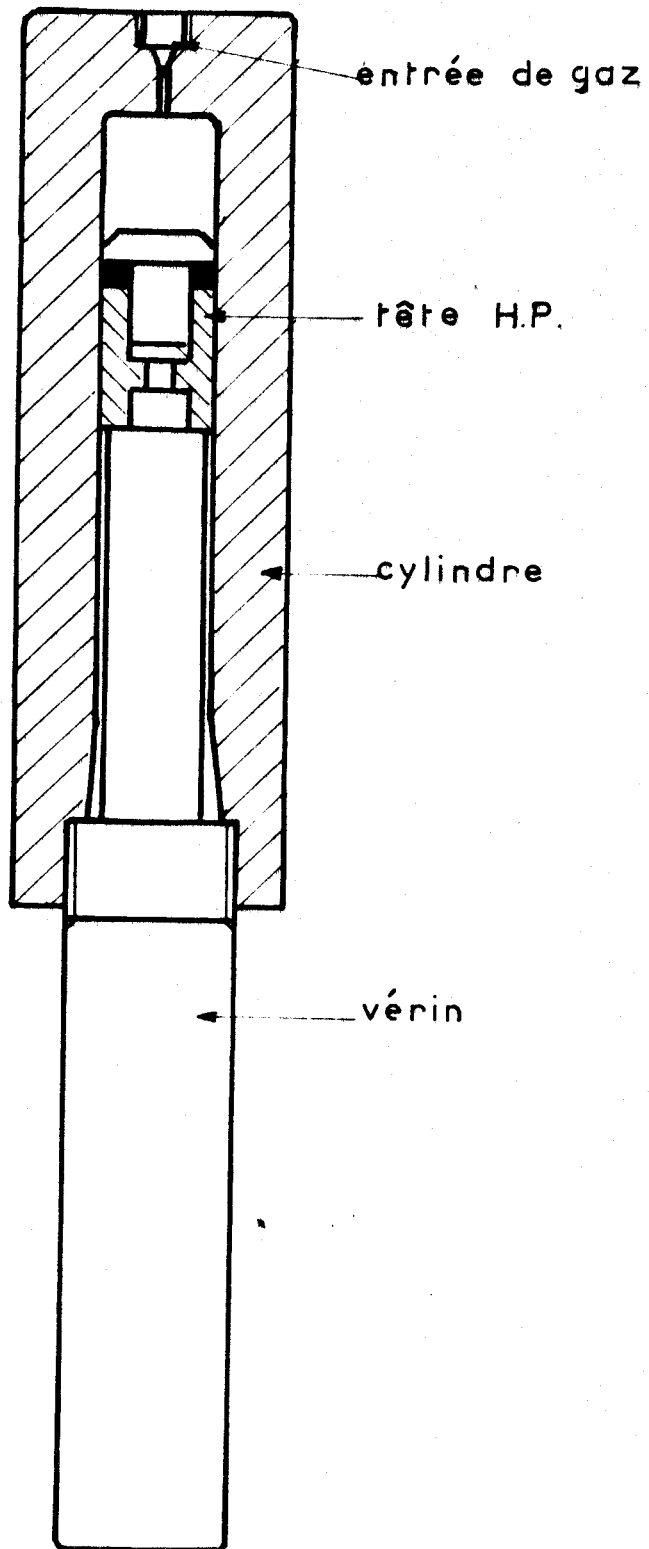


Figure 23 Surpresseur d'Argon.

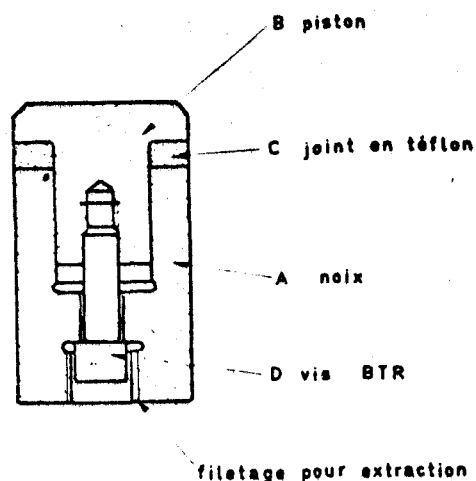


Figure 24 Tête haute pression du surpresseur d'Argon.

Le matériau constitutif du cylindre est un acier 35 NCD 16 traité à  $110-120 \frac{\text{daN}}{\text{mm}^2}$ . Les calculs de dimensionnement et de fonctionnement sont détaillés dans l'annexe 3.

#### Fonctionnement

Au début de l'expérience, l'enceinte, le séparateur et le surpresseur sont remplis d'argon à la pression de la bouteille. Puis le gaz est envoyé dans l'ensemble séparateur - enceinte par le surpresseur jusqu'à une pression de 85 MPa. Le nombre de cycles nécessaires à cette phase est d'environ 80. La montée en pression est poursuivie en utilisant successivement :

- le surpresseur pour gonfler le séparateur,
- le séparateur pour gonfler l'enceinte.

Il faut environ 5 cycles de surpresseur pour remplir le séparateur. Cependant, la durée d'un cycle de surpresseur est de 1 minute, ce qui permet un gain de temps appréciable par rapport à l'utilisation du seul séparateur.

En pratique, ce système permet la montée en pression jusque 0,35 GPa en 3 h environ. Le joint de la tête haute pression, bien que très simple, est capable de fonctionner pendant un grand nombre de cycles, à condition de ne jamais être déchargé complètement. Ceci oblige à toujours maintenir une pression de quelques MPa dans le surpresseur, même entre les expériences.

# Chap. 2 La machine de

## déformation interne

Pour mener à bien des expériences de déformation sous haute pression de confinement, deux types de solutions sont envisageables :

- soit utiliser une machine de déformation interne à la chambre d'expérience,
- soit utiliser une machine dont les organes moteurs sont à l'extérieur de l'enceinte.

La machine interne est plus difficile à réaliser étant donné le faible volume libre d'une enceinte pour hautes pressions et les différentes contraintes imposées au matériel par l'environnement pressurant. Ces contraintes sont dues essentiellement aux différences existant entre les compressibilités des matériaux constituant la machine. Ainsi les jeux entre les organes mécaniques se modifient suivant la nature des matériaux en présence, ce qui provoque au mieux une usure prématurée de ces organes ou empêche le bon fonctionnement de l'ensemble, et au pire peut entraîner la destruction de l'appareil, par exemple dans le cas d'un moteur électrique.

En ce qui concerne la machine d'essais à organes moteurs externes, ces différents inconvénients n'existent pas. En effet, le principe d'une telle machine est d'exercer la compression sur l'échantillon à l'aide d'un piston pénétrant dans l'enceinte et actionné de l'extérieur. Il est cependant très difficile d'obtenir une bonne étanchéité au gaz au niveau d'un piston mobile et un dispositif sophistiqué de régulation de la pression doit être prévu pour compenser les effets de l'introduction du piston dans l'enceinte. Ces difficultés font obstacle à la conduite d'essais de longue durée.

Dans notre cas, la solution adoptée est celle de la machine interne.

## II - 1 - DESCRIPTION DE LA MACHINE D'ESSAIS.

Cette machine de déformation est composée de :

- un moteur électrique,
- un réducteur mécanique de rapport très élevé,
- une vis à billes transformant le mouvement de rotation en un mouvement de translation,
- un dispositif de compression inversée,
- un four,
- un ensemble de capteurs de force, déplacements, pression et température.

Du fait de la faible place disponible à l'intérieur de l'enceinte (diamètre : 90 mm), l'ensemble de la machine se présente sous une forme très compacte (voir fig. 25) ce qui rend les interventions de maintenance délicates et longues.

### II - 1 - 1 LE MOTEUR ELECTRIQUE

Le moteur utilisé pour assurer l'entraînement est du type asynchrone triphasé : dans la plupart des cas, ce type est préférable au moteur synchrone car le couple de démarrage de ce dernier est nul. Cette particularité interdit donc les expériences à vitesse réduite. Au contraire, la vitesse du moteur asynchrone peut varier dans une large plage (voir en annexe 5 les courbes caractéristiques données par le constructeur), ce qui permet d'obtenir une vaste gamme de vitesses de déformation sans changer l'ensemble réducteur.

Placé dans une ambiance de hautes pressions, un moteur électrique subit principalement deux types d'effets :

- d'une part, du fait de leurs différences de compressibilité, il se produit des mouvements relatifs entre conducteurs et isolants, ce qui peut provoquer la rupture de ces derniers.
- d'autre part, le fluide transmetteur de la pression induit des traînées visqueuses autour du rotor, ce qui a pour effet de diminuer sa vitesse : à titre d'exemple, un moteur asynchrone travaillant dans du kérosène voit sa vitesse tomber de 1000 tours par minute à la pression atmosphérique à 200 tours par minute à 0,4 GPa [27].

Dans notre cas, le fluide pressurisant est un gaz et les traînées visqueuses autour du rotor sont beaucoup moins importantes que pour un liquide. Quant au risque de détérioration des bobinages, il a été évité en utilisant des conducteurs isolés sous soie, la soie jouant alors le rôle de cale isolante dans laquelle le gaz peut entrer et sortir facilement sans risque de rupture.



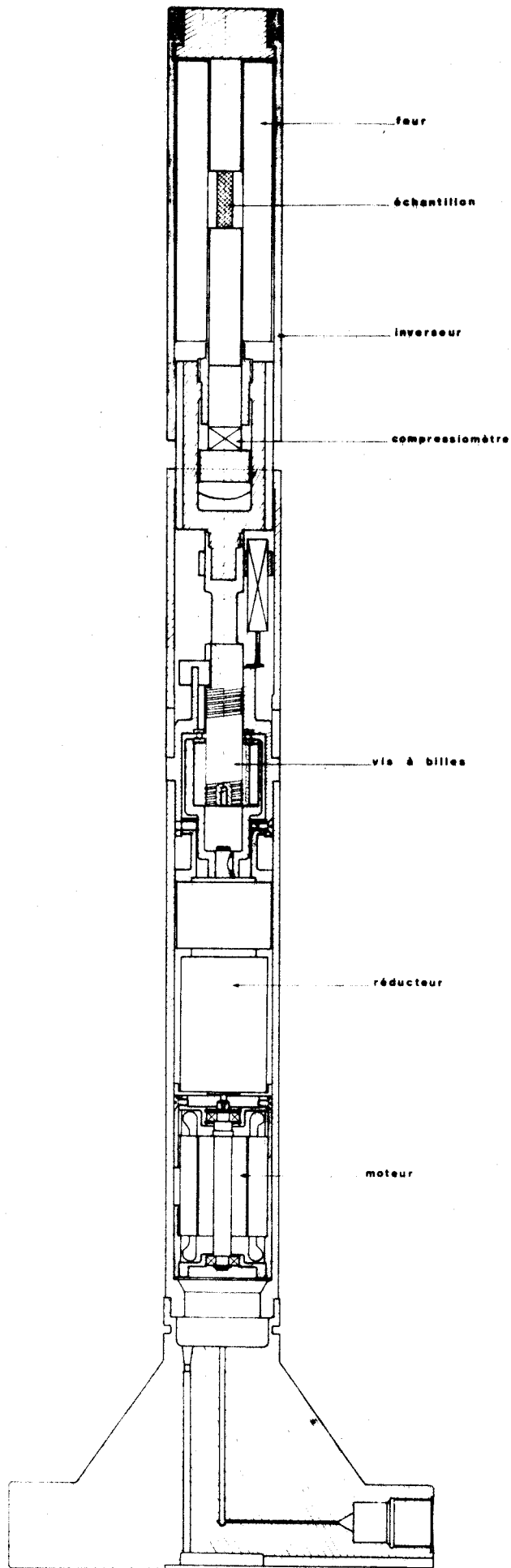


Figure 25 Machine d'essais interne.

## II - 1 - 2 LES REDUCTEURS

L'ensemble réducteur doit présenter un rapport de réduction le plus grand possible dans le volume le plus faible possible. Il doit, en outre, être en mesure de fonctionner plusieurs heures durant sans aucune lubrification. En effet, les graisses et la plupart des huiles se solidifient sous hautes pressions, et celles qui ne se solidifient pas voient leur solubilité dans le gaz augmenter notablement avec la pression [50], ce qui entraîne de grands risques de pollution des échantillons et du gaz.

Compte tenu de ces considérations, il apparaît qu'un train de réducteur du type planétaire est bien adapté à l'utilisation sous haute pression. Celui choisi pour notre machine est constitué de deux réducteurs standards Mécaneral ATV, types 250 et 250-500, à satellite unique à double denture. Les réducteurs ont dû être légèrement modifiés pour pouvoir travailler dans une ambiance de très hautes pressions. En effet, le constructeur avait initialement prévu un palier en bronze pour l'arbre de sortie du réducteur. Or cet arbre de sortie est en acier et le jeu de fonctionnement entre le palier et l'arbre est très faible. Comme le bronze a une compressibilité plus grande que l'acier, on assiste lors de l'application de la pression à un coincement de l'arbre dans le palier : ainsi, lors du premier essai de la machine, il nous a été impossible de la faire fonctionner au-delà de 0,35 GPa. Nous avons donc remplacé le palier en bronze par un palier en acier de même géométrie, ce qui supprime les risques de coincement mais provoque une légère baisse de rendement du fait de l'augmentation des frottements au niveau de l'arbre de sortie. Ceci ne constitue pas un inconvénient majeur car la puissance du moteur est largement surdimensionnée.

Le principe de fonctionnement d'un réducteur planétaire est illustré sur la figure 26. Le train d'engrenages est constitué de :

- un arbre porte satellite D qui ne supporte qu'un seul satellite A équipé de deux roues B et C solidaires l'une de l'autre,
- une couronne intérieure fixe E,
- une couronne intérieure réceptrice F.

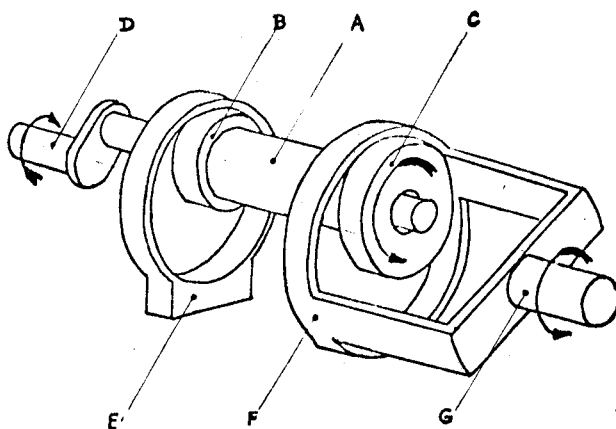


Figure 26 Principe du réducteur planétaire.

Le rapport de réduction est donné par la formule de Willis

$$R = \frac{\omega_s - \omega}{\omega_e - \omega}$$

où R est la raison du train, le porte - satellite étant supposé immobile,

$\omega$  est la vitesse angulaire du bras porte satellite

$\omega_s$  est la vitesse angulaire de la dernière roue du train,

$\omega_e$  est la vitesse angulaire de la première roue du train.

Si e, c, b et f représentent les nombres de dents respectifs des roues, E, C, B et F :

$$\frac{e \times c}{b \times f} = \frac{\omega_f - \omega_d}{\omega_e - \omega_d}$$

Si c = f, ce qui entraîne également que b = e, alors  $\omega_f = 0 \forall \omega_d$ .

Il apparaît donc possible de réaliser des rapports de réduction sinon infinis, tout au moins très grands, en utilisant des nombres de dents très voisins.

Dans notre cas, les trois réducteurs ont des rapports respectifs de 27,016, 35,319 et 52,458, ce qui nous permet d'obtenir une raison totale de :

$$\frac{1}{50054}$$

Il est possible de réaliser des rapports différents car le constructeur propose une vaste gamme de réductions standards (voir annexe 6).

Le rendement du train de réducteurs a été estimé à 60 % d'après les courbes fournies par le constructeur.

### II - 1 - 3 LA VIS A BILLES

Dans le cas d'une machine de déformation, le système "vis-écrou" est bien adapté pour transformer le mouvement de rotation de l'arbre de sortie du réducteur en un mouvement de translation. Cependant, ce système est caractérisé par un très mauvais rendement, ce qui limite la charge maximale que peut exercer la machine, compte tenu du fait que le couple exercé par l'arbre de sortie du réducteur ne peut dépasser une certaine valeur. Pour obtenir un meilleur rendement, il est nécessaire d'utiliser une vis à billes dans laquelle le contact entre l'écrou et la vis est réalisé sur un chemin de billes : les frottements sont alors diminués à un point tel que le mouvement est réversible. De plus, un tel système peut fonctionner sans lubrification, lubrification rendue impossible pour les raisons exposées plus haut. Dans notre montage, la vis à billes est susceptible d'une course maximale de 20 mm et son pas est de 4 mm. L'extrémité de la vis est usinée de façon à pouvoir entraîner directement le mors de déformation (voir fig. 26). L'écrou est entraîné en rotation par l'arbre de sortie du réducteur et bloqué en translation par une butée à billes prenant appui sur la pièce supérieure. Le blocage de l'écrou n'existant que vers le haut de la machine, il est impossible de faire travailler la vis dans le sens de la montée, si ce n'est pour de faibles charges, par exemple pour remonter le mors après expérience. Avec ce mécanisme, le seul mode de déformation possible est la traction. Pour mener à bien des expériences de compression, il est nécessaire d'ajouter un système d'inversion du sens de travail.

### II - 1 - 4 LE MONTAGE DE COMPRESSION INVERSE

Le principe du montage de compression inversée est simple (fig. 27) : l'échantillon est déformé entre la face interne supérieure d'un étrier mobile et la face supérieure d'un métier fixe. Si une traction est exercée sur l'étrier mobile, elle se traduit par une compression au niveau de l'échantillon.

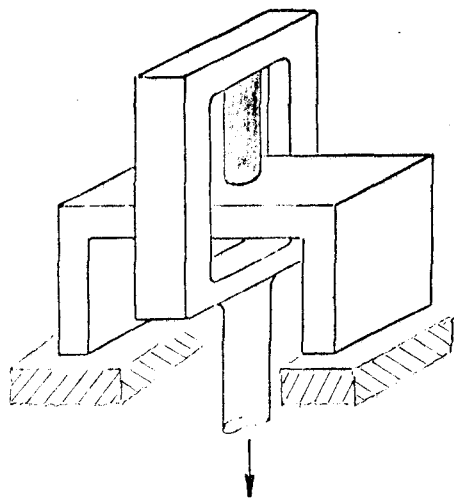


Figure 27 Principe de l'inverseur.

Dans la pratique, l'adaptation d'un tel montage dans une enceinte pour hautes pressions se heurte à plusieurs difficultés dont la principale est le manque de place.

En effet, dans notre cas, le diamètre maximum utilisable est de 90 mm et il faut loger dans l'enceinte, non seulement la machine de déformation munie de son inverseur, mais également un four qui permettra les expériences à haute température. Les problèmes de conception de l'inverseur et du four sont donc liés.

Nous avons réalisé un premier montage (fig. 28) dans lequel le four était extérieur à l'inverseur. Cette disposition s'est avérée inefficace sur le plan thermique car les pièces métalliques situées dans le four jouent le rôle de radiateur et empêchent la montée en température. Ainsi, lors d'un essai avec un four dissipant une puissance de 2 kW et sous une pression de 0,3 GPa, la température atteinte n'a été que de 200°C.

Cet échec nous a amené à concevoir un deuxième montage (fig. 29) dans lequel le four a été placé à l'intérieur de l'inverseur directement en regard de l'échantillon. De plus, dans ce montage, toutes les pièces situées à l'intérieur du four sont en alumine frittée, matériau réfractaire dont la conductibilité thermique est nettement inférieure à celle des métaux. Dans ce deuxième système de compression inversée, le four fait partie intégrante de l'équipage mobile qui est constitué par un étrier cylindrique solidaire d'un corps mobile vissé dans le mors de la vis à billes.

Dans ce corps mobile est pratiquée une lumière à travers laquelle passe un plateau fixe qui supporte l'un des pistons de compression qui repose sur le fourreau inférieur lui-même posé sur la machine de traction. L'étrier cylindrique est fixé sur le corps mobile par des pions amovibles, ce qui permet un démontage aisé de l'inverseur. L'échantillon est comprimé entre les deux pistons d'alumine. Le jeu entre les pistons et le four est réduit au minimum, de manière à gêner le plus possible la circulation du gaz et à limiter ainsi les pertes par convection. Avec ce montage, la température accessible en cours d'expérience n'est plus limitée que par la capacité du four : avec un four de 4 kW nous avons pu porter un échantillon à une température de 900°C sous pression.

## II - 1 - 5 CARACTERISTIQUES DE LA MACHINE

Compte tenu de l'alésage du four, il est possible de déformer des échantillons d'un diamètre maximal de 25 mm. La course totale de la machine est de 20 mm.

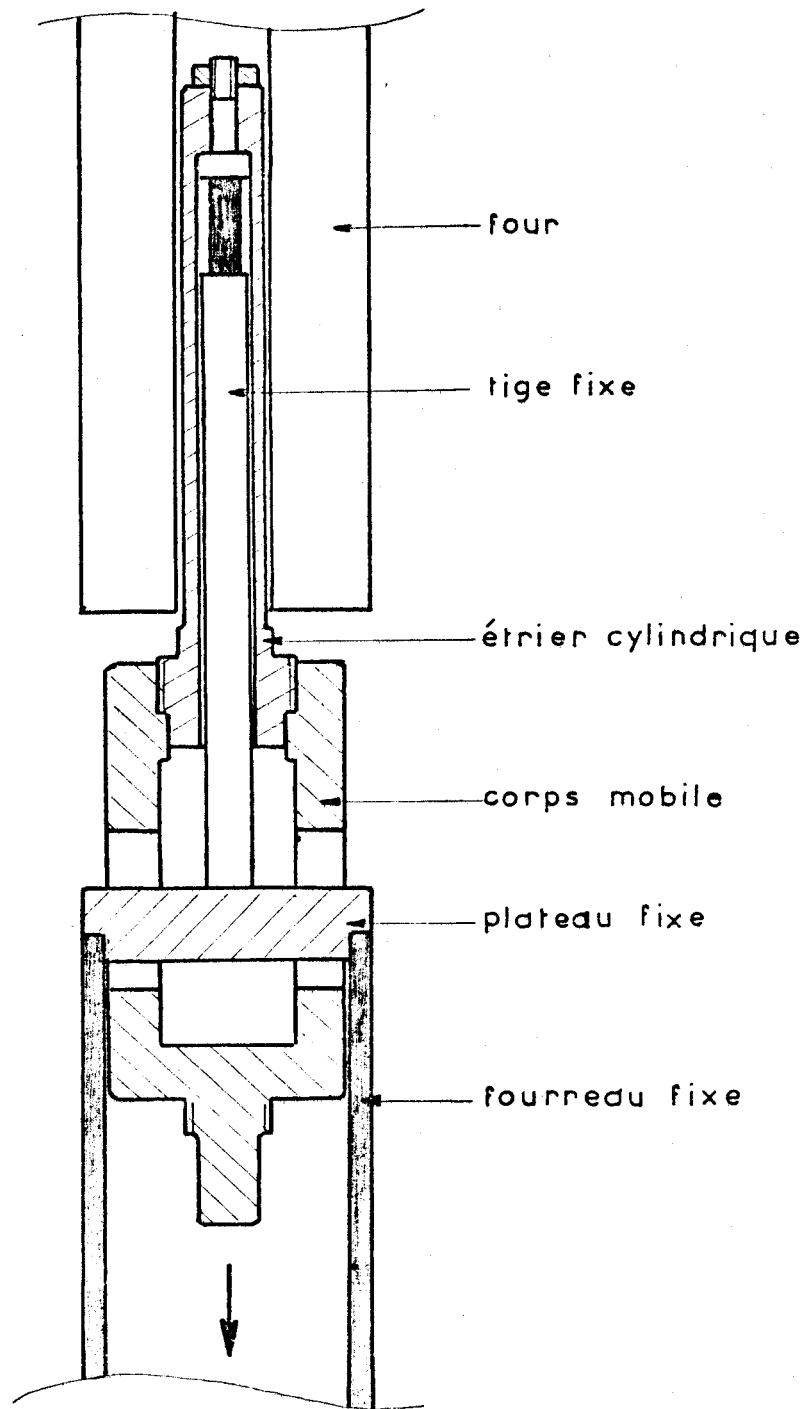


Figure 28 Dispositif de compression inversé (1er modèle).



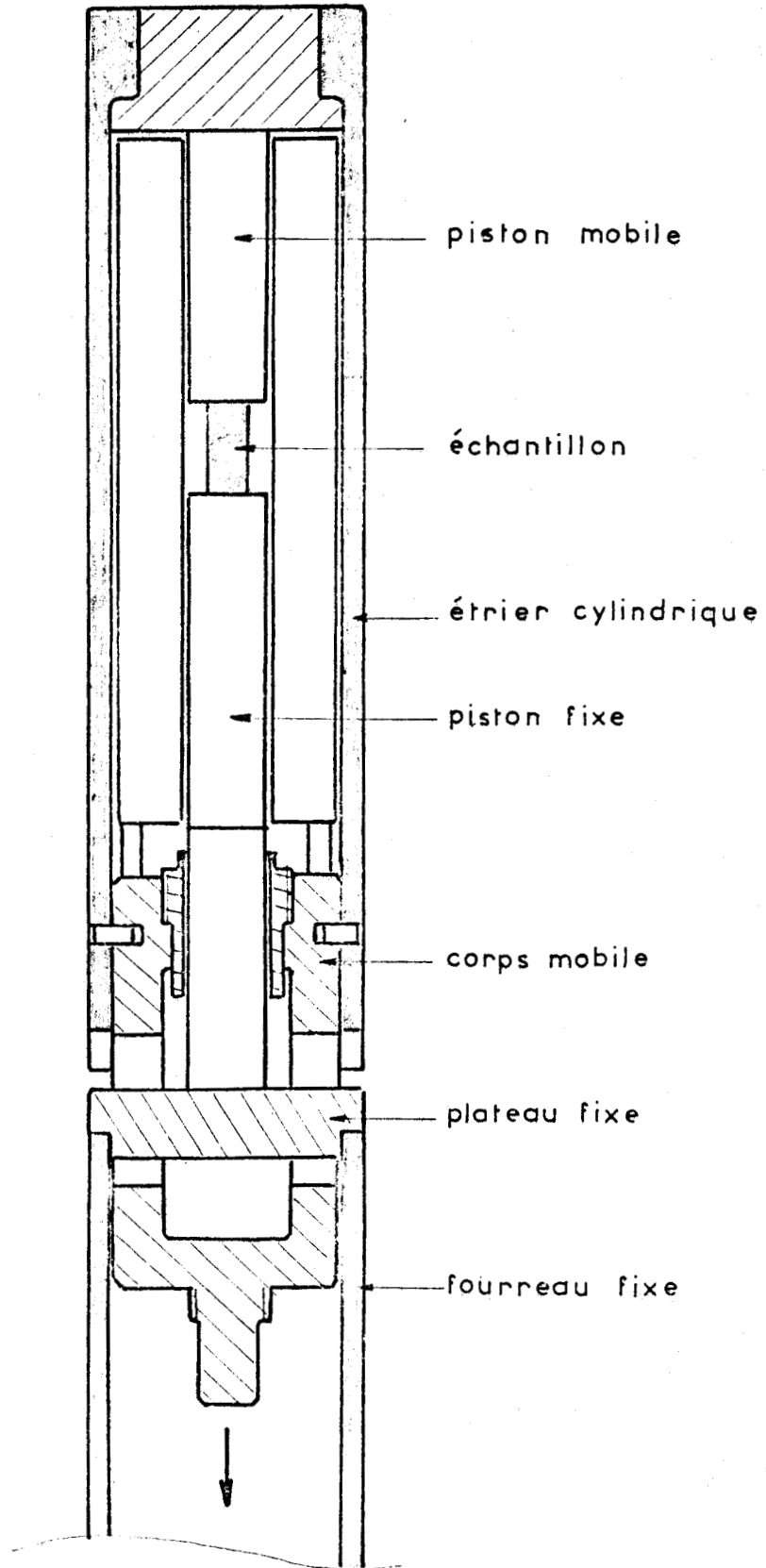


Figure 29 Dispositif de compression inversé (2ème modèle).



Le couple maximum du moteur est de 0,11 mdaN pour une fréquence de rotation de 500 t.p.m ce qui correspond à une vitesse de déformation de 40  $\mu\text{m}/\text{mn}$

Le rendement mécanique total peut être estimé à 40 %, ce qui permettrait d'obtenir sur l'échantillon une force maximale de  $3,5 \cdot 10^6$  daN. Cependant, le couple maximal admissible sur l'arbre de sortie du réducteur est de 1 m.daN, ce qui limite la force que la machine peut exercer à 1 500 daN.



## II - I - LE FOUR

### II - 2 - 1 PROBLEMES POSES PAR LE CHAUFFAGE SOUS PRESSION

Deux problèmes principaux rendent difficile la mise en oeuvre d'un four interne dans une enceinte pour haute pression. D'une part, la relative faiblesse des dimensions, imposée par le prix de revient des enceintes oblige à miniaturiser au maximum le four, d'autre part la densité élevée du gaz (parfois mille fois plus dense qu'à la pression atmosphérique pour la même température) entraîne des pertes calorifiques par convection très importantes et un gradient vertical de température élevé. L'importance des pertes par convection oblige à dissiper de fortes puissances, ce qui entraîne, compte tenu des faibles dimensions du four, des charges superficielles élevées sur les conducteurs et par suite nuisibles à la longévité de l'appareil. Le problème se complique encore dans notre cas, du fait que le volume réservé au four est petit devant celui de l'enceinte (environ 1 dm<sup>3</sup> pour le four contre 7 dm<sup>3</sup> pour l'enceinte). Il nous faut donc porter à haute température une petite zone à l'intérieur d'un grand volume possédant, grâce aux convections, une importante capacité de refroidissement.

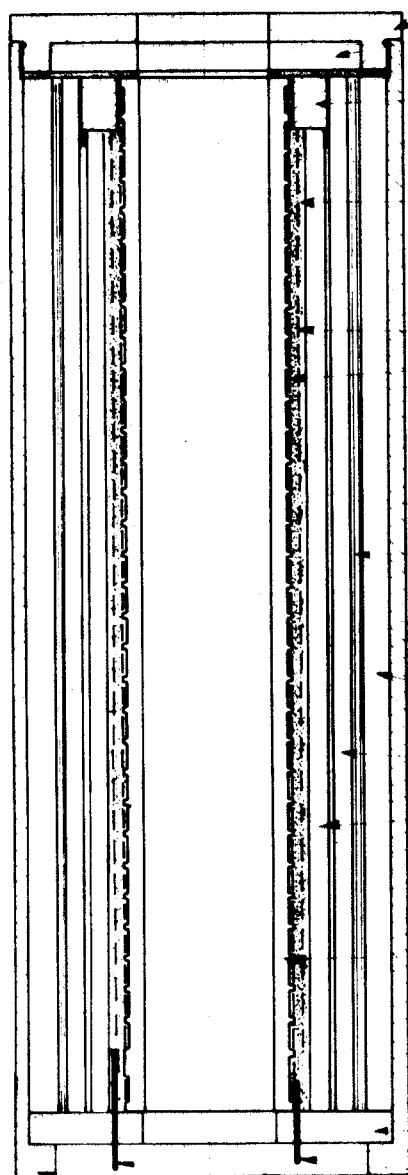
Ces différentes considérations nous ont amenés à la conception puis à la réalisation du four suivant :

### II - 2 - 2 DESCRIPTION DETAILLEE DU FOUR ADOPTE.

Le four est constitué d'un élément chauffant placé à l'intérieur d'une coque d'acier réfractaire assurant à la fois le maintien et le positionnement de l'ensemble par rapport au reste de la machine (fig. 30). Ce four est placé dans l'inverseur et la compression de l'échantillon est réalisée par l'intermédiaire des pistons d'alumine. Le jeu mécanique entre ces pistons et l'alésage du four est très faible, ce qui gêne la circulation du gaz et évite par conséquent une grande partie des pertes par convection. De plus, le plateau supérieur de l'inverseur obture complètement l'orifice supérieur du four et permet d'éviter ainsi l'effet de cheminée (fig. 29).

#### II-2-2-2. L'élément chauffant

L'élément chauffant est constitué de deux enroulements résistants bobinés sur un mandrin d'alumine frittée usiné en spirale. Ces deux enroulements sont isolés électriquement l'un de l'autre et du reste de l'appareil par un ciment réfractaire. De plus, ils sont décalés l'un par rapport à l'autre dans le sens vertical. Cette disposition permet de corriger les effets de la pression sur le gradient de température en jouant sur la puissance dissipée dans l'un ou l'autre des deux enroulements.



chapeau

flasque supérieur

bague d'acier

mortier isolant

enroulements de kanthal

spirale de nickel

fourreaux d'alumine

tube support d'alumine

flasque inférieur

sorties de courant

coque

Figure 30 Coupe du four.



Le métal constituant les résistances chauffantes est du Kanthal, alliage réfractaire composé de 22 % de chrome, de 5,5 % d'aluminium, de 0,5 % de cobalt et le reste de fer.

Cet alliage se caractérise par une bonne résistance à la corrosion à chaud et par la faible variation de sa résistivité avec la température (elle est de  $1,45 \text{ } \Omega\text{mm}^2\text{m}^{-1}$  à  $20^\circ\text{C}$  et de  $1,5 \text{ } \Omega\text{mm}^2\text{m}^{-1}$  à  $1000^\circ\text{C}$ ). Sa température maximale d'utilisation est de  $1375^\circ\text{C}$ .

Compte tenu de la géométrie des enroulements et de la tension d'alimentation qui est de 85 V, les caractéristiques électriques des résistances chauffantes sont :

- pour l'enroulement intérieur :
  - résistance  $3,5 \text{ } \Omega$
  - puissance maximale 2 kW
  - intensité maximale 24 A
  - charge superficielle maximale  $6,6 \frac{\text{W}}{\text{cm}^2}$
- pour l'enroulement extérieur :
  - résistance  $3,0 \text{ } \Omega$
  - puissance maximale 2,4 kW
  - intensité maximale 28 A
  - charge superficielle maximale  $8,9 \frac{\text{W}}{\text{cm}^2}$

Les amenées de courant situées à la base du four sont constituées par des bandes de Kanthal brasées à l'argent sur les extrémités des résistances chauffantes. La soudure est ensuite noyée dans le ciment réfractaire. Cette technique a pu être employée dans ce cas car en ce point, la température n'atteint jamais  $500^\circ\text{C}$ . Par contre, à l'extrémité supérieure du four, la température est susceptible de dépasser cette valeur et il n'est plus alors possible de braser directement sur la résistance de Kanthal à cause des risques de pollution de l'alliage et même de fonte de la brasure. Pour le point commun des enroulements, l'amenée de courant a donc été réalisée par une bague d'acier sur laquelle sont vissées les extrémités des enroulements. Cette bague est fendue de manière à amortir les dilatations. Une bande de Kanthal également vissée sur la bague assure le retour vers le bas de l'appareil. Le raccordement électrique au réseau s'effectue à la base du four.

#### I-2-2-2. L'isolation thermique

Dans le but de limiter au maximum les pertes thermiques par convection, un soin particulier a été apporté à l'isolation du four. Celle-ci est réalisée par des tubes d'alumine frittée s'emboîtant au plus juste les uns dans les autres. De plus, entre les deux derniers tubes a été interposée une feuille de

nickel de 0,2 mm d'épaisseur enroulée en spirale et matricée de façon à obtenir un écartement constant de 0,1 mm entre spires. L'effet d'isolation est alors double : le gaz, pratiquement immobilisé entre les spires, constitue un excellent isolant thermique et la feuille métallique joue le rôle d'écran pour le rayonnement.

L'ensemble "élément chauffant - tube d'isolation" est maintenu dans l'enveloppe métallique par deux flasques en amiante compactée. Ce matériau est un bon isolant thermique et électrique mais possède des caractéristiques mécaniques médiocres. En particulier, sa porosité est très grande et les flasques sont pratiquement "transparents" au gaz sous pression. C'est cependant à cette dernière propriété que ce matériau doit sa remarquable tenue aux chocs thermiques sous pression : le gaz peut en effet sortir et entrer librement dans les flasques lors de montées brutales en pression ou de décompressions rapides dues à des variations brusques de température. En outre, l'usinage peut être réalisé par des procédés classiques et le coût de cette matière est très bas. Au cours des diverses expériences que nous avons menées, les flasques en amiante compactée ne se sont jamais rompus alors qu'il n'en n'a pas été de même pour certaines pièces en alumine frittée qui supportent difficilement de brusques variations de pressions.

Nous avons également essayé une autre méthode d'isolation thermique : l'isolant était dans ce cas constitué de fibres réfractaires remplissant tous les vides situés entre l'élément chauffant et l'enveloppe métallique. Le gaz est ainsi immobilisé entre les fibres et ne peut alors plus transmettre de chaleur par convection. Cette méthode donne d'excellents résultats sur le plan thermique mais se heurte à une difficulté majeure de réalisation : le four doit en effet être assez étanche pour empêcher la sortie des fibres réfractaires qui, entraînées par le gaz en expansion lors de la montée en température, se disséminent dans toute l'enceinte et le circuit haute pression et risque de compromettre le bon fonctionnement des clapets et des joints. L'étanchéité ne doit cependant pas être parfaite au point d'empêcher l'expansion du gaz car la surpression qui en résulterait dans le four entraînerait sa destruction. Cette méthode d'isolation a donc été abandonnée au profit de la première, plus simple à mettre en oeuvre.

## II - 2 - 3 MESURE DES TEMPERATURES

Le capteur le plus adapté à la mesure des températures sous haute pression de confinement est certainement le thermocouple. Cependant, la pression, en changeant les caractéristiques électriques des métaux constituant les fils du couple, exerce un effet sensible sur la force électromotrice fournie par ce couple : ainsi, pour un thermocouple au Pt/pt 10 % Rh, la température mesurée

sous pression est inférieure à la température réelle alors que pour un thermocouple au Chromel - Alumel l'effet est inverse. Pour ce dernier type de couple, l'écart entre la température mesurée et la température vraie reste cependant très faible. Divers travaux ont été effectués pour déterminer l'influence de la pression sur la force électromotrice des thermocouples [3] [7] [15] [20] [26] de sorte qu'il nous est possible de corriger la valeur de la tension mesurée aux bornes d'un thermocouple placé dans une ambiance de haute pression. Dans notre appareil, nous avons utilisé un thermocouple au Chromel - Alumel, blindé, du type thermocoax à soudure isolée de la gaine. Le passage de courant étanche utilisé est celui représenté sur la figure 15, ce qui permet de connecter les fils du couple directement au câble de compensation et de s'affranchir ainsi de l'incertitude qui serait introduite par des électrodes de nature différente des fils du thermocouple.

Pour corriger l'effet de la pression, nous utiliserons l'approximation suivante tirée des courbes proposées par Getting et Kennedy [26] :

$$T_{\text{réelle}} = T_{\text{mesurée}} \quad \text{au-dessous de } 600^{\circ}\text{c}$$

$$T_{\text{réelle}} = T_{\text{mesurée}} \times (1 - 9,7 \times 10^{-3}P) + 5,84 P \quad \text{au-dessus de } 600^{\circ}\text{c}$$

où P est la pression exprimée en GPa

et où les températures (T) sont exprimées en °c.

Cette approximation introduit une incertitude inférieure à 1°c dans le domaine de pression et de température qui nous intéresse.

Dans un thermocouple du type thermocoax, l'isolant est de la magnésie en poudre et la pression ne se transmet donc pas de façon identique sur les deux conducteurs constituant le couple, ce qui introduit une incertitude supplémentaire sur la mesure de la température. Nous pouvons néanmoins estimer que cette incertitude ne dépasse pas 0,2 % par GPa [3] [7].

#### I - 2 - 4 COMMANDE ET REGULATION DU FOUR

Le schéma de principe de la chaîne de mesure et de régulation associée au four est donné par la figure 31.

Les deux enroulements chauffants sont alimentés à partir de la même source : un autotransformateur 220 V - 85 V - 4 kVA.

La puissance dissipée dans l'enroulement supérieur est commandée manuellement à l'aide d'un modulateur à train d'ondes. Seul l'enroulement inférieur est associé à un dispositif de régulation automatique. Le circuit de détection de ce dispositif est constitué par le thermocouple qui attaque un transmetteur de température (Meci TT 20) dont la fonction est de transformer la différence

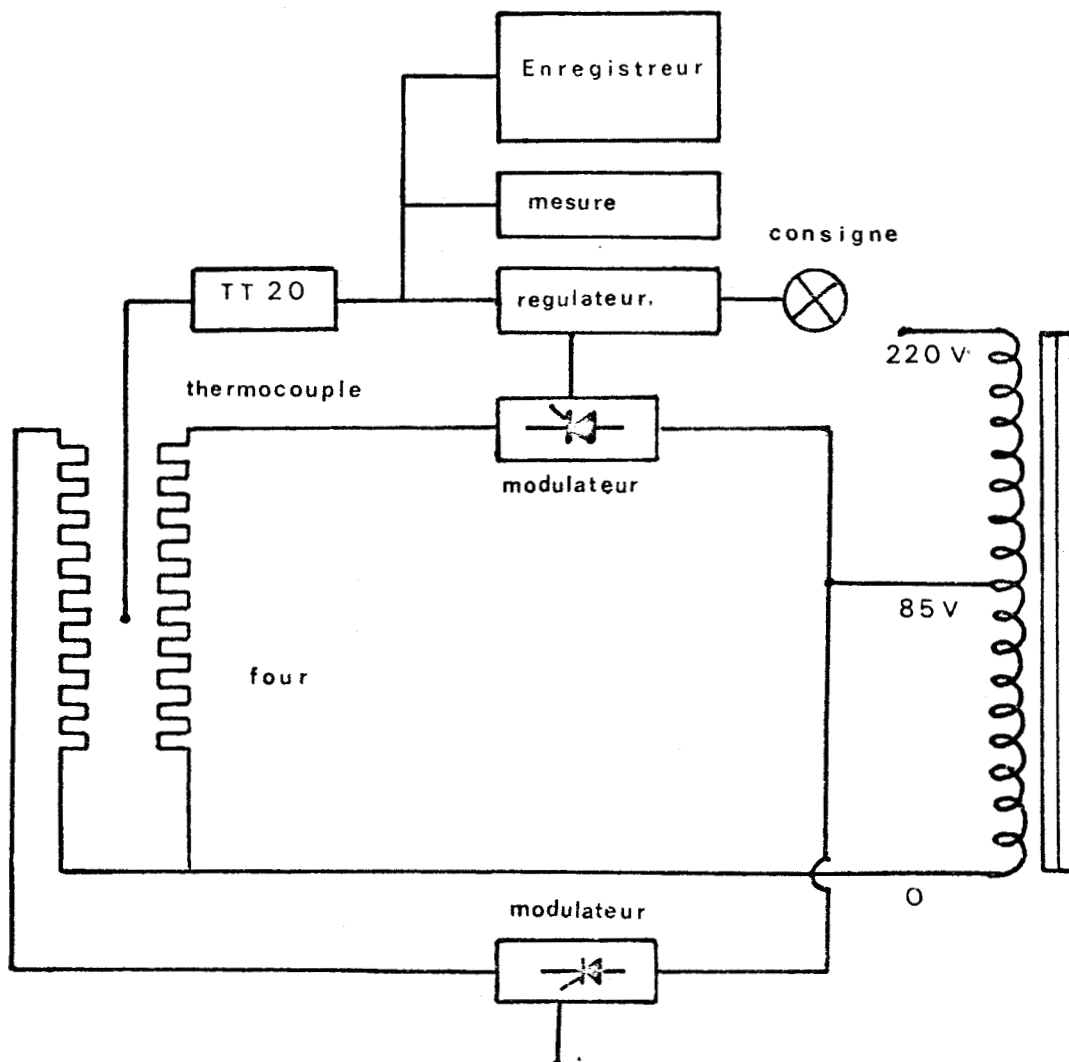


Figure 31 Chaîne de régulation et de mesure associée au four.



de potentiel fournie par le couple en un courant compris entre 0 et 20 mA selon la même loi que celle du couple. En commutant certains branchements internes dans le transmetteur, il est possible d'utiliser n'importe quel type de thermocouple. En sortie, ce transmetteur est branché à l'entrée d'un pont de mesure précise de la température, à l'une des voies d'un enregistreur multivoies (MECI Speedomax M) et à l'entrée d'un régulateur à actions "proportionnelle - intégrale - dérivée" (MECI Optonix 410). Ce régulateur pilote un deuxième modulateur à train d'ondes qui commande l'intensité du courant traversant l'enroulement inférieur. La sécurité de toute la chaîne de régulation est assurée au niveau du transmetteur qui comporte un dispositif l'obligeant à débiter le courant maximal de sortie (20 mA) en cas de coupure du circuit de détection. Le régulateur permet le fonctionnement en mode manuel et en mode automatique. En mode manuel, l'opérateur peut faire dissiper dans l'enroulement chauffant une puissance donnée réglable continuellement entre 0 et 100 % de la puissance maximale, et en mode automatique, le régulateur envoie de lui-même la puissance nécessaire au respect de la consigne de température.

## II - 2 - 5 PERFORMANCES DU FOUR

Le comportement du four sous une haute pression de confinement est sensiblement différent de ce qu'il est à la pression atmosphérique. La répartition verticale des températures est modifiée ainsi que la température maximale atteinte pour une puissance donnée.

### II-2-5-1. Influence de la pression sur le gradient vertical

Afin de déterminer l'influence de la pression sur le gradient de température dans le four, nous avons mesuré la répartition verticale des températures à différentes pressions. Pour cette expérience, les pistons d'alumine et l'échantillon sont remplacés par un cylindre en pyrophyllite sur lequel sont placés huit thermocouples au chromel-alumel régulièrement espacés dans le sens axial. Les enroulements chauffants dissipent une puissance égale ajustée de manière à obtenir une température de 600°C dans la zone chaude.

Les courbes de la figure 32 montrent les résultats obtenus pour la pression atmosphérique et des pressions de 0,2 GPa et 0,4 GPa. On constate que la pression exerce sur la répartition des températures trois effets majeurs :

- le gradient de température aux abords des extrémités du four s'accroît,
- la zone chaude se déplace vers le haut du four,
- l'amplitude de la zone chaude se réduit au fur et à mesure que la pression s'élève.

Ainsi, à la pression atmosphérique, la température est comprise entre 590°C et 600°C, dans une zone qui s'étend sur huit centimètres, et dont le point

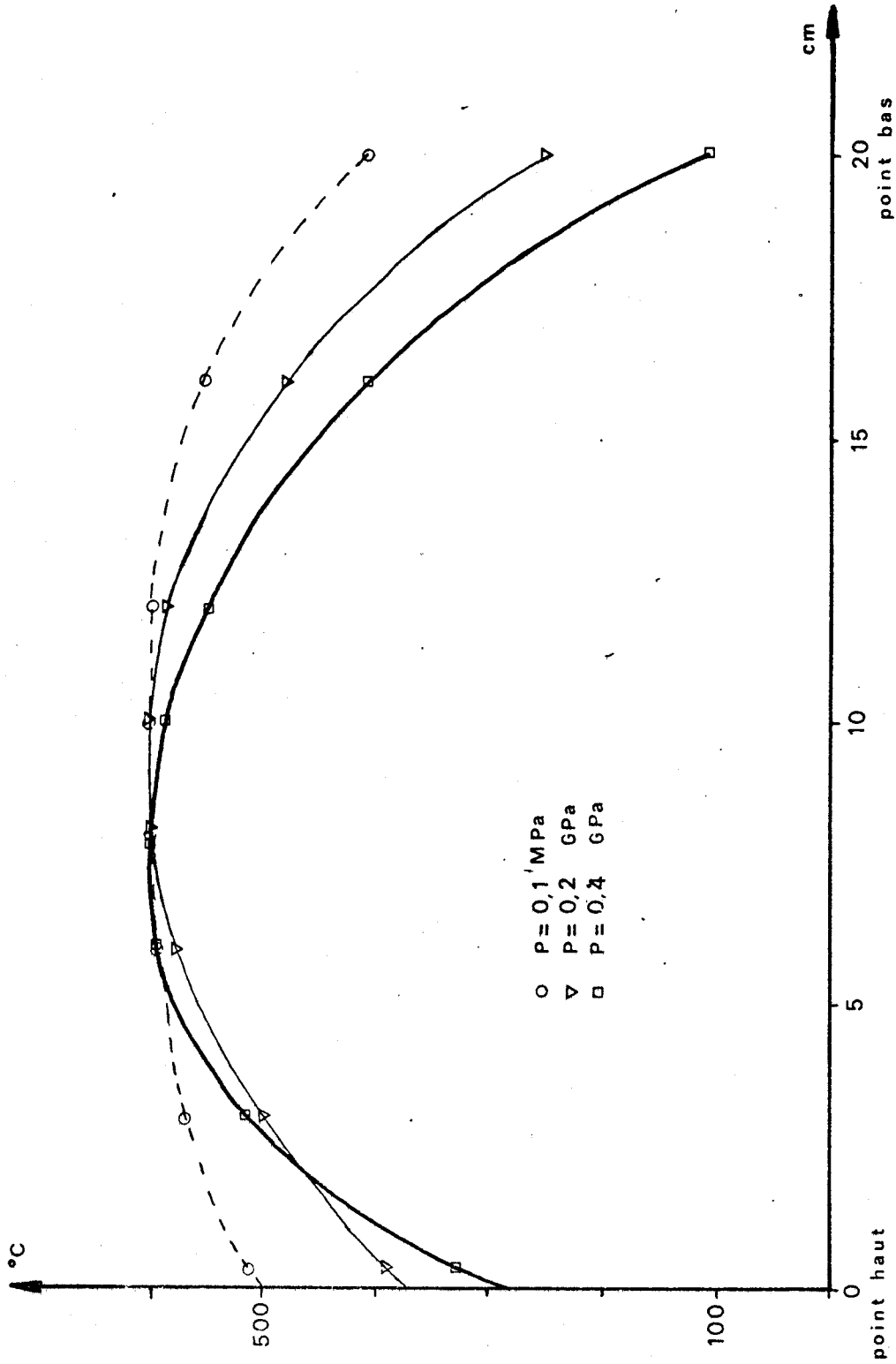


Figure 32 Influence de la pression sur la répartition des températures dans le four.





milieu est situé à dix centimètres de l'extrémité supérieure du four. A la pression de 0,4 GPa, cette même zone ne s'étend plus que sur quatre centimètres et son point milieu est situé à environ sept centimètres du point haut du four.

En déséquilibrant la répartition des puissances dissipées dans les enroulements, il est possible de ramener la zone chaude vers le bas du four. La figure 33 montre l'effet d'un tel déséquilibre sur la répartition verticale des températures dans le four pour une pression de 0,4 GPa. On voit qu'il est ainsi possible de positionner la zone chaude au niveau de l'échantillon afin d'obtenir dans celui-ci un faible gradient de température.

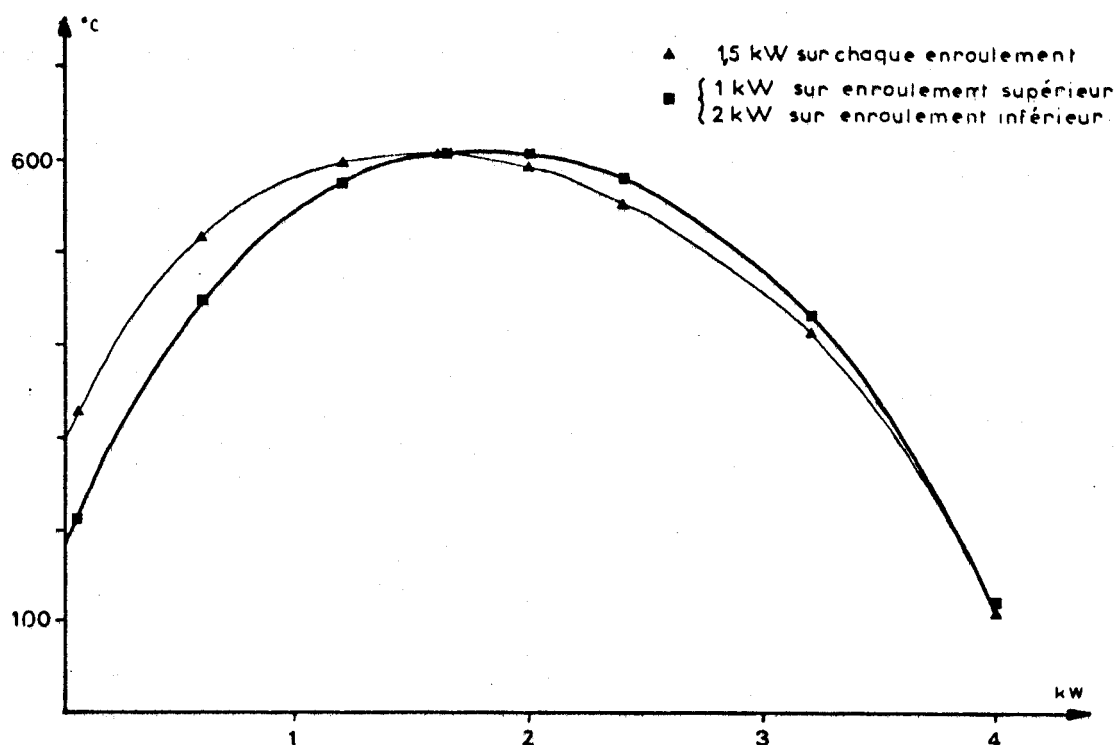


Figure 33 Influence d'un déséquilibre des enroulements sur la répartition des températures dans le four.

#### II-2-5-2. Influence de la pression sur la température maximale

Du fait des convections importantes qui prennent naissance dans un gaz sous haute pression de confinement, les enroulements chauffants doivent dissiper une puissance d'autant plus grande que la pression est élevée pour atteindre une température donnée. Nous avons mesuré à la pression atmosphérique et à une pression de 0,35 GPa la température maximale dans le four en fonction de la puissance totale dissipée. Pour cet essai, les enroulements dissipaient la même puissance et la température était mesurée à 8 cm de l'extrémité supérieure du four, c'est à dire à l'endroit où elle est maximale quelque soit la pression (cf. fig. 32).

Les résultats obtenus ont été reportés sur la figure 34.

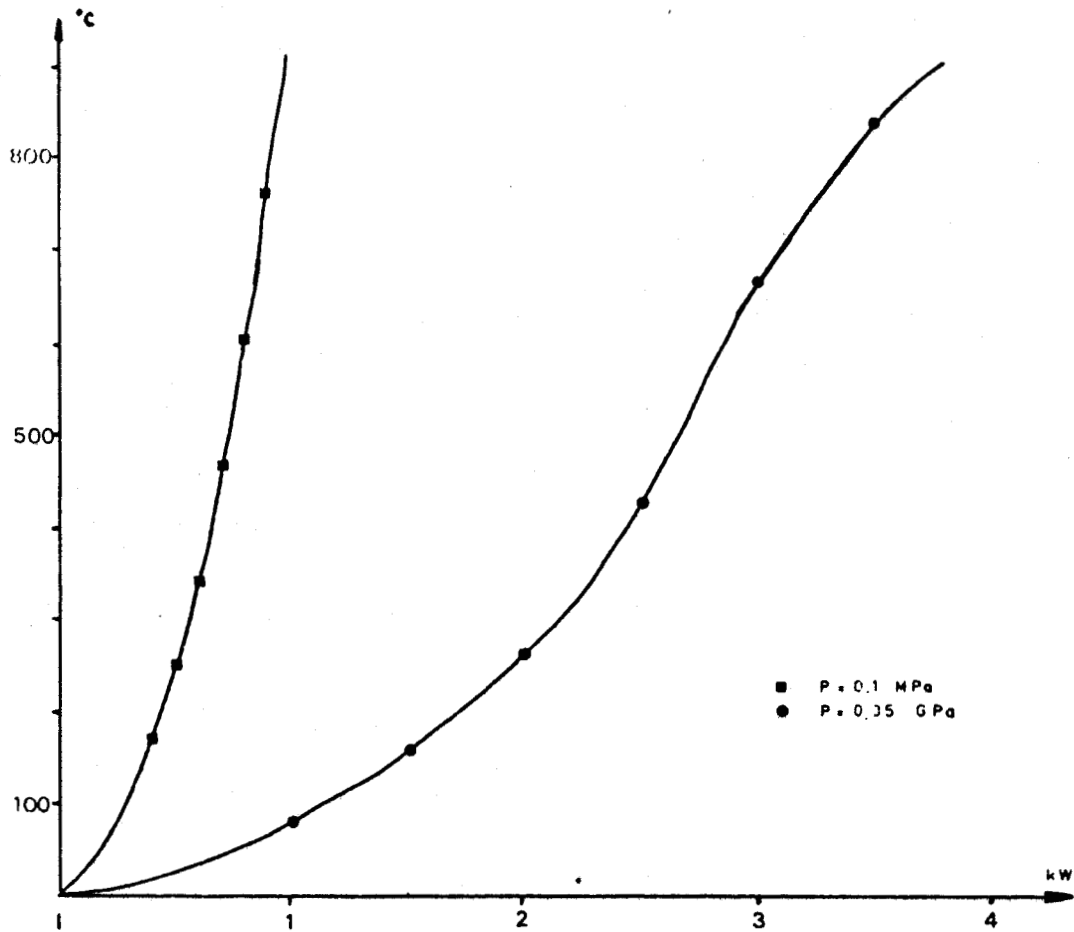


Figure 34 Influence de la pression sur la réponse en puissance du four.



## II - 3 LES MESURES

Outre la température, nous devons mesurer dans l'enceinte trois autres paramètres :

- la pression,
- la déformation de l'échantillon,
- la charge appliquée sur l'échantillon.

Les difficultés que rencontre la mise au point de ces mesures sont évidentes : la pression modifie la résistivité des matériaux conducteurs et l'étalonnage des capteurs varie par conséquent avec la pression. De plus, ces capteurs sont soumis à des contraintes mécaniques importantes et le nombre restreint de passages de courant étanches limite la quantité de signaux qu'il est possible de sortir de l'enceinte.

### II - 3 - 1 LA MESURE DE LA PRESSION

#### II-3-1-1. Divers types de capteurs

Il existe une très grande variété de capteurs permettant la mesure des pressions dans le domaine qui nous intéresse. Le plus précis est certainement le manomètre à piston libre [34] dont le principe est de mesurer la force qui s'exerce sur un piston directement en contact avec le milieu transmetteur de pression. Cette mesure est effectuée en chargeant le piston avec des poids morts, ce qui permet, connaissant sa surface, de déduire la pression. Les meilleurs manomètres à piston libre peuvent avoir une précision de 0,01 %. S'il est simple théoriquement, ce type de manomètre est peu pratique à utiliser et il sert le plus souvent à étalonner des manomètres secondaires fondés sur des principes différents.

La plupart de ces manomètres secondaires utilisent la déformation mécanique d'une membrane ou d'un système élastique, cette déformation étant mesurée soit par un moyen mécanique, soit à l'aide de jauges d'extensométrie, soit encore avec un capteur de déplacement du type LVDT.

Dans cette catégorie, on peut classer le manomètre de Bourdon qui est d'un usage très répandu dans la technique des basses et moyennes pressions. Ce type de capteur est très peu utilisé au-delà de 1 GPa car les contraintes engendrées par de telles pressions conduisent à des poids et par conséquent à des prix prohibitifs.

D'autres systèmes sont basés sur des seuils de pression, par exemple l'éclatement de membranes de différentes dimensions, mais ces systèmes sont en général peu précis.

Certains cristaux à effet piézoélectrique, par exemple le quartz, peuvent être utilisés pour des mesures tant statiques que dynamiques.

Plus souples d'emploi et moins onéreux sont les capteurs basés sur la variation d'une grandeur physique telle que la résistivité ou la constante diélectrique. Ainsi, les capteurs utilisant l'effet piézorésistif ont conquis une place de choix dans la technique des hautes pressions.

L'effet piézorésistif consiste en la variation de la résistivité d'un corps soumis à un champ de contraintes et en particulier à une pression hydrostatique. Cependant, s'il est relativement aisé à mettre en évidence, l'effet piézorésistif n'a pas encore reçu d'explication théorique satisfaisante pour interpréter les variations observées sur différents matériaux.

Le capteur basé sur l'effet piézorésistif le plus souvent utilisé est constitué d'un fil de Manganin bobiné sur un support rigide en céramique par exemple. On mesure la variation de résistance de ce fil avec la pression par la méthode classique du pont de Wheatston.

Le Manganin est un alliage métallique contenant de 80 à 84 % de cuivre, 4 à 5 % de Manganèse, jusqu'à 12 % de Nickel et le reste éventuel de fer. Ce type de capteur a été développé par Bridgman en 1912 [ 10 ] qui détermina qu'il existait une relation linéaire entre la pression et la variation de résistance d'un fil de Manganin jusque 1,3 GPa. Par la suite de tels capteurs ont pu être utilisés pour mesurer des pressions de plusieurs dizaines de GPa.

La difficulté principale à laquelle se heurte l'utilisation de ces capteurs pour la mesure des hautes pressions est la sensibilité du manganin aux variations de température [ 16 ]. La méthode la plus couramment utilisée pour s'affranchir de cette difficulté est de brancher en série avec la jauge active un capteur de compensation non soumis à la pression mais placé à la même température que le capteur actif. Dans certains cas, il est nécessaire d'utiliser un alliage moins affecté par les variations de température, tel l'alliage or-chrome à 2,1 % de chrome [ 18 ]. Cet alliage est malheureusement moins sensible aux variations de pression que le Manganin.

#### II-3-1-2. Etalonnage des capteurs au Manganin

Il est possible de définir, pour un fil de Manganin un coefficient d'étalonnage :

$$K = \frac{\Delta R}{R_0} \times \frac{1}{\Delta P}$$

où  $\Delta R$  représente la variation de résistance du fil pour une variation de pression  $\Delta P$

et  $R_0$  est la résistance initiale du fil.

Ce coefficient varie sensiblement selon la composition de l'alliage et le type de construction du capteur : ainsi des valeurs comprises entre  $2,1 \times 10^{-2}$  et  $2,7 \cdot 10^{-2} \frac{\Omega}{\Omega \text{GPa}}$  ont pu être relevées par différents auteurs [2] [10] [35] [41] [43]. Atanov et Ivanova [2] ont fait état d'un défaut de linéarité dans la courbe de réponse du Manganin avec la pression et ont proposé pour le coefficient  $K$  une loi de la forme :

$$K = K_0 (1 - \gamma \Delta R)$$

où  $K_0$  est le coefficient d'étalonnage pour  $P = 0$

et où  $\gamma$  est une constante déterminée expérimentalement.

Cependant, la valeur de  $\gamma$  qu'ils proposent est de  $6,9 \cdot 10^{-3} \Omega^{-1}$  ce qui n'introduit qu'un défaut de linéarité d'environ 0,8 % par GPa. Dans nos mesures, dont la précision est de l'ordre de 1 %, nous pourrions nous accommoder de l'approximation consistant à prendre  $K$  constant.

Compte tenu des variations possibles du coefficient  $K$  selon le capteur, il est cependant nécessaire d'étalonner chaque type de capteur avant utilisation. Diverses méthodes peuvent être employées pour étalonner des jauges au Manganin. Bridgman a mesuré les variations de résistance de ses fils par rapport à un manomètre à piston libre [10]. Une méthode précise et simple est donnée dans la référence [43] : les capteurs au manganin sont étalonnés en mesurant la température de fusion du mercure sous pression. Cette température peut être aisément reliée à la pression.

Pour notre part, nous avons étalonné nos capteurs par rapport à un manomètre de Bourdon à haute précision, lui-même étalonné dans un autre laboratoire par rapport à une jauge à piston libre.

Le dispositif expérimental est constitué d'une pompe manuelle pouvant délivrer une pression de 0,4 GPa, d'une réserve de liquide et d'une petite enceinte à l'intérieur de laquelle est placée la jauge à étalonner (fig. 35).

Deux vannes d'arrêt haute pression sont placées en amont et en aval de la pompe.

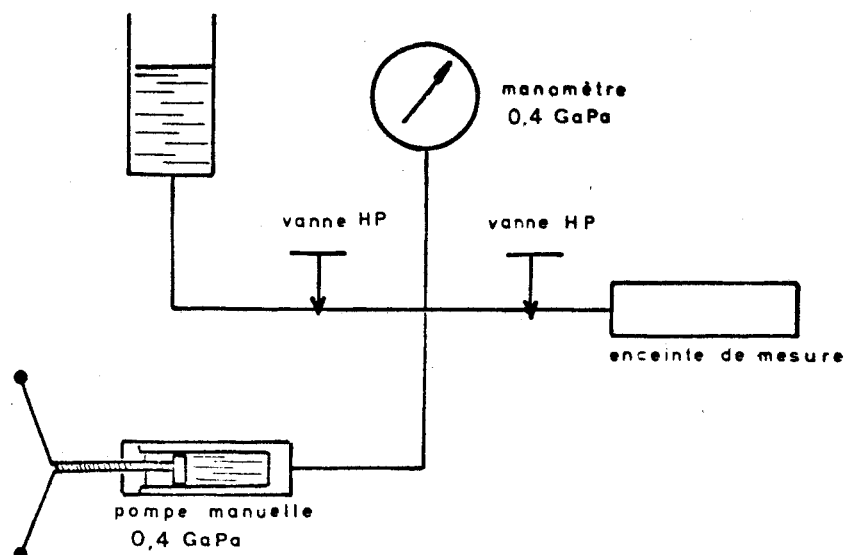


Figure 35 Dispositif d'étalonnage des jauges au manganin.

L'enceinte de mesure (fig. 36) est réalisée dans un tuyau haute pression standard 18 x 3 mm (Basset A.10.9). Une des extrémités est usinée de façon à recevoir un obturateur muni des passages de courant et l'autre de façon à recevoir un raccord haute pression standard. L'obturateur porte un joint dérivé du joint développé par J. Paureau [48]. Du pétrole est utilisé comme milieu transmetteur de pression.

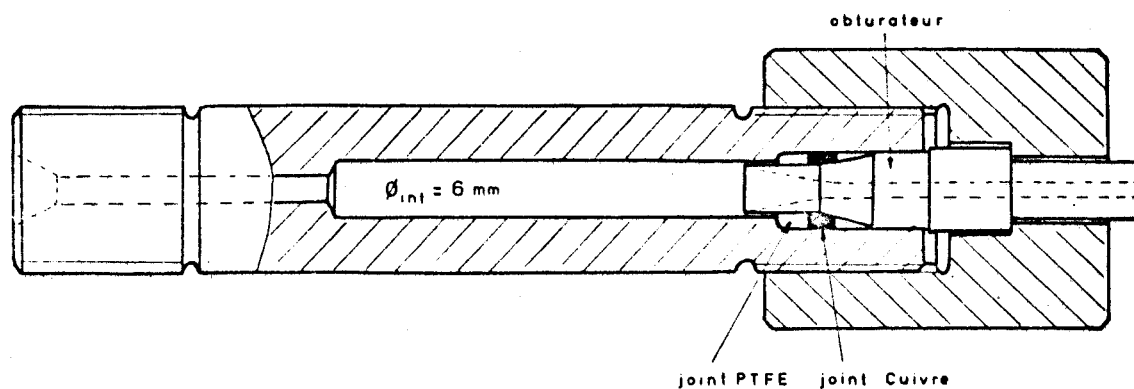


Figure 36 Enceinte de mesure pour les jauges au manganin.

Nous avons étudié le comportement de trois types de capteurs tous construits à partir du même élément de base : une jauge au manganin à trame pelliculaire commercialisée par la Société Vishay-Micromesures sous la référence LM SS 110 FB 0485. Ces jauges, analogues aux jauges d'extensométrie classiques,

sont réalisées par dépôt électrolytique d'une couche mince de manganin sur un support en résine époxy armée de fibre de verre suivi d'une attaque chimique. Elles ont une résistance nominale de 48,5  $\Omega$ . La firme Vishay-Micromesures fournit pour ses jauges un coefficient d'étalonnage de  $2,66 \times 10^{-2} \frac{\Omega}{\Omega \text{ GPa}}$  mais nous ignorons comment il a été mesuré et diverses expériences nous ont montré que ce coefficient variait notablement suivant les conditions d'emploi de ces jauges.

Les trois types de capteurs étudiés sont :

- type 1 :

jauge nue sans protection d'aucune sorte.

- type 2 :

jauge encapsulée dans une résine époxy armée de fibre de verre.

- type 3 :

jauge collée sur un support en dural avec une colle epoxy (Vishay M 600) traitée thermiquement sous contrainte et recouverte d'un produit de protection à base de caoutchouc au silicone.

Huit capteurs du type 1 ont été étalonnés, ces capteurs étant constitués de jauges provenant de deux lots différents.

Cinq capteurs du types 2 ont été étalonnés, les jauges provenant également de deux lots différents.

Un capteur du type 3 a été étalonné.

Pendant l'expérience, les variations de résistance des jauges sont mesurées à différentes valeurs de la pression, à l'aide des mêmes instruments qui serviront ensuite au contrôle de la pression dans l'installation définitive. Le pont de mesure utilisé est un pont à fréquence porteuse (Philips PR 9307) dont la sortie est connectée à l'une des voie d'un enregistreur multivoies (Meci Speedomax H). Après chaque variation de la pression, la stabilisation thermique est attendue avant d'effectuer la mesure, ce qui correspond pour notre montage à un temps d'environ 5 mn.

Les résultats obtenus sont consignés sur les courbes de la figure 37.

Compte tenu de l'incertitude sur la lecture de la pression, il apparaît possible d'adopter une relation linéaire entre la pression et la variation de résistance des jauges pour les trois types de capteurs étudiés. Cependant, les coefficients d'étalonnage sont différents et nous avons trouvé :

- pour les capteurs du type 1 :

$$K = 2,20 \times 10^{-2} \pm 0,025 \times 10^{-2} \frac{\Omega}{\Omega \times \text{GPa}}$$

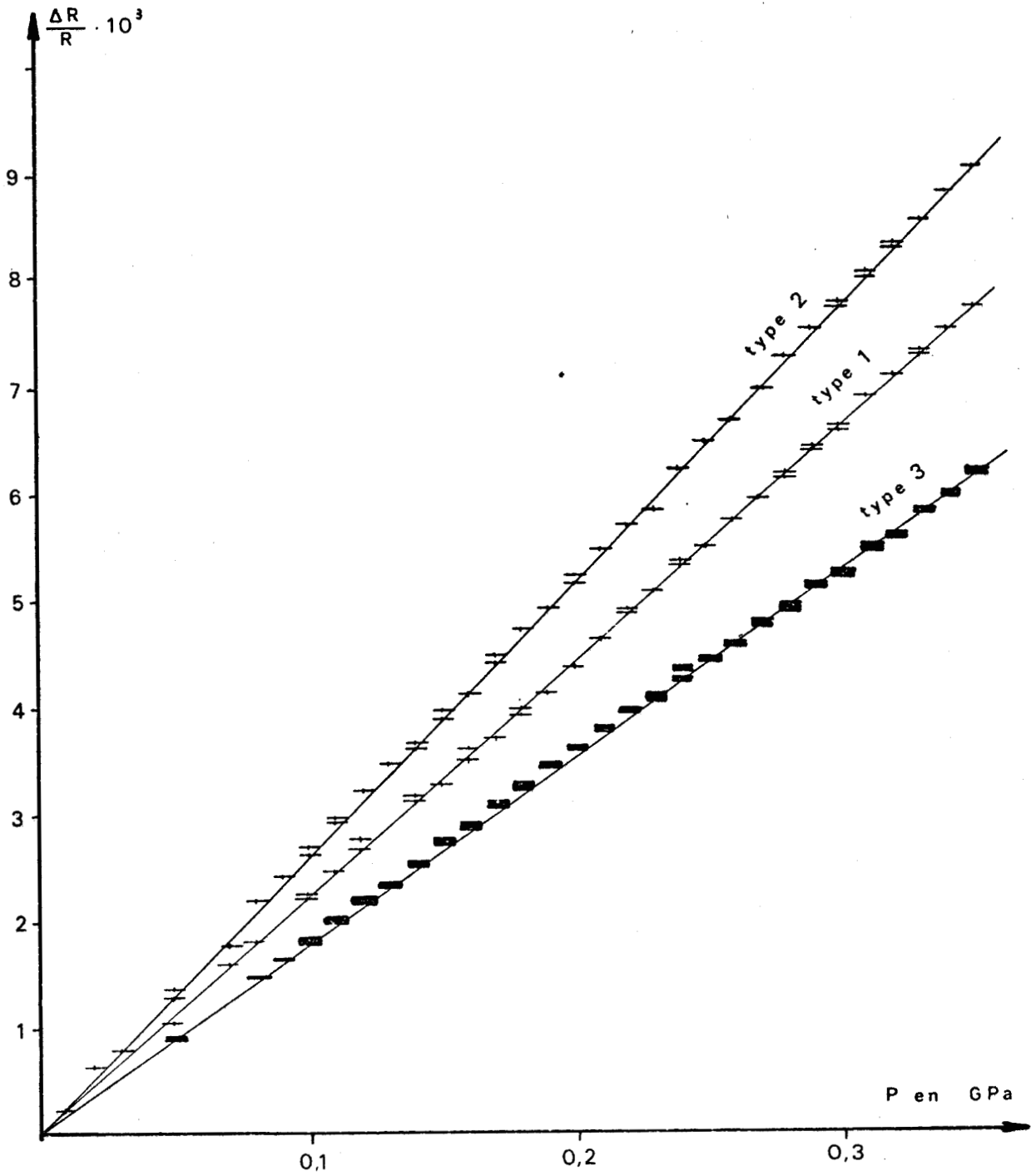


Figure 37 Courbes d'étalonnage des jauges au manganin.





pour les capteurs du type 2 :

$$K = 2,57 \times 10^{-2} \pm 0,029 \times 10^{-2} \frac{\Omega}{\Omega \times \text{GPa}}$$

- pour le capteur du type 3 :

$$K = 1,77 \times 10^{-2} \pm 0,020 \times 10^{-2} \frac{\Omega}{\Omega \times \text{GPa}}$$

Pour les capteurs des types 2 et 3 les courbes n'ont été tracées que pour la montée en pression. En effet, lors d'une baisse rapide de la pression, le temps de stabilisation de ces capteurs peut atteindre plusieurs heures. Un phénomène analogue a pu être observé, pour le capteur de type 3 uniquement, lors de la mise sous vide initiale. Ce comportement est probablement dû aux polymères constituant la colle et la protection des jauges : ces matériaux, après déformation, ne reviennent pas immédiatement à leur position initiale et induisent de ce fait des contraintes parasites dans le manganin. Cet inconvénient n'existe pas pour le capteur de type 1 et c'est par conséquent celui que nous avons adopté pour mesurer la pression dans notre installation.

Le coefficient d'étalonnage que nous avons trouvé pour ce capteur concorde avec les résultats de Lichtenberger [ 35 ] mais diffère notablement des coefficients proposés pour des fils de manganin par les auteurs des références [ 2 ] [ 9 ] [ 41 ] [ 43 ] . Cependant tous ces auteurs font état d'une dépendance linéaire de la résistance du manganin avec la pression au moins dans le domaine qui s'étend de 0,0001 à 1 GPa. Nous pouvons donc extrapoler notre résultat jusque 0,7 GPa.

## II - 3 - 2 MESURE DES DEFORMATIONS

Mesurer la déformation de l'échantillon équivaut dans notre cas à mesurer le déplacement de la vis à billes puis à effectuer une correction imposée par la déformation propre de la machine d'essais. Divers types de capteurs peuvent être utilisés pour mesurer des déplacements sous haute pression de confinement. Fung [ 24 ] a expérimenté avec succès trois sortes de capteurs de déplacement jusqu'à 0,4 GPa :

- un capteur potentiométrique
- un extensomètre
- un transformateur différentiel (LVDT).

Dans notre cas, les déplacements à mesurer couvrent une gamme qui s'étend de quelques microns à 20 mm. Selon Fung, le transformateur différentiel est le capteur le plus adapté pour de telles mesures. Cependant l'utilisation de ce type de capteur aurait nécessité l'emploi de quatre électrodes de passage de courant alors que nous ne pouvions en consacrer que trois au maximum à la mesure des déplacements : rappelons en effet que, en raison du câblage interne de nos

appareils de mesure, l'usage d'une électrode commune à plusieurs capteurs crée des boucles de masse qui parasitent l'installation. Nous avons donc essayé un capteur de déplacement du type inductif qui ne nécessite que trois électrodes. Parallèlement nous avons développé une méthode de mesure "digitale" basée sur le comptage du nombre de révolutions effectuées par le moteur. C'est cette dernière méthode qui nous a servi pour étalonner le capteur inductif sous pression. Nous exposerons donc d'abord le principe de cette méthode de mesure puis celui de la mesure par capteur inductif.

### II-3-2-1. La mesure "digitale" des déplacements

La réduction de la vitesse du moteur étant réalisée à l'aide d'engrenages, le rapport de réduction ne varie pas avec la pression. Dans toute la chaîne cinématique de la machine, seule la vis à billes, du fait de sa compressibilité, est influencée par la pression : son pas varie en effet de 0,2 % par GPa. Il est donc possible de mesurer le déplacement de la vis à billes en comptant le nombre de rotations effectuées par le moteur. La résolution d'une telle mesure est de  $8 \cdot 10^{-5}$  mm, valeur qui représente le déplacement de la vis correspondant à une rotation du moteur et à un rapport de 50054. Une came montée sur l'arbre du moteur établit et rompt successivement le contact d'un rupteur à chaque révolution. Le nombre de coupures est alors compté par un compteur électronique.

Pour les expériences de déformation à vitesse constante, la synchronisation des mesures de force et déplacement est assurée par un simple "topeur" monté sur l'enregistreur de force : un top est envoyé toutes les 1000, 10 000 ou 100 000 impulsions suivant le cas et permet de relier la mesure de la force à un instant donné à la position de la vis à billes.

Pour les expériences à vitesse de déformation variable, un convertisseur analogique branché à la place du compteur permet l'enregistrement du déplacement de la vis à billes.

Le déplacement de la vis à bille est lié au nombre de rotations effectuées par le moteur par la relation :

$$d = p_0 (1 - \beta P) \frac{N}{r}$$

où  $d$  est le déplacement de la vis à billes,

$N$  est le nombre de rotations effectuées par le moteur,

$p_0$  est le pas de la vis à billes à la pression atmosphérique,

$P$  est la pression de confinement,

$r$  est le rapport de réduction du train d'engrenages

$\beta$  est la compressibilité de la vis à billes.

Dans le domaine de pression qui nous intéresse, la compressibilité de la vis peut être prise égale à la constante  $\frac{1 - 2\nu}{E}$

$$\text{Dans notre cas, } \beta = \frac{1 - 2\nu}{E} = 1,9 \times 10^{-3} \text{ GPa}^{-1}$$

L'incertitude relativement grande sur cette valeur (5 %) et celle sur la mesure de la pression n'affecte pas la précision de la mesure des déplacements car  $\beta P$  reste très petit devant 1. Il est par contre nécessaire de connaître le pas initial de la vis à billes et le rapport de réduction du train d'engrenages avec une grande précision.

Pour chacun de ses réducteurs standards, le constructeur donne le rapport de réduction avec une précision de 0,001 en valeur absolue. Compte tenu des rapports respectifs de nos trois réducteurs (voir § II-1-2), l'incertitude relative sur le rapport total est :

$$\frac{\Delta r}{r} = 8,44 \times 10^{-5}$$

La mesure précise du pas de la vis à billes a été réalisée à l'aide d'un dispositif annexe.

La vis à billes munie de son écrou, de sa pièce support (voir fig. 25) et de sa butée est montée sur un support fixé sur un marbre. Un ressort fixé sur l'extrémité de la vis permet d'assurer un contact franc entre l'écrou et la butée à billes. Les déplacements de la vis sont mesurés à l'aide d'une vis micrométrique graduée en microns. L'écrou est initialement placé dans une position extrême sur la vis puis tourné de 5 tours.

L'incertitude sur la position de l'écrou est inférieure à  $1^\circ$  et celle sur la mesure du déplacement de la vis est de  $10^{-3}$  mm. Le pas peut donc être déterminé avec une précision :

$$\frac{\Delta p_0}{p_0} = 6 \times 10^{-4}$$

Nous avons trouvé :

$$p_0 = 3,993 \pm 2,4 \times 10^{-3} \text{ mm.}$$

En définitive, l'incertitude sur la mesure du déplacement de la vis billes est :

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{\Delta p_0}{p_0} + \frac{\Delta r}{r} = 6,8 \times 10^{-4}$$

En supposant  $N$  connu exactement.

En fait, pour les déplacements inférieurs à 2 mm, il nous faut tenir compte de la résolution et écrire :

$$\Delta d = 6,8 \cdot 10^{-4} d + 8 \cdot 10^{-5}$$

où les déplacements sont écrits en mm.

### II-3-2-2. Mesure des déplacements par capteur inductif

Le capteur inductif que nous avons utilisé est un capteur Philips 9314/05 dont la course totale est de 10 mm. Le principe de ce capteur est donné sur la figure 38.

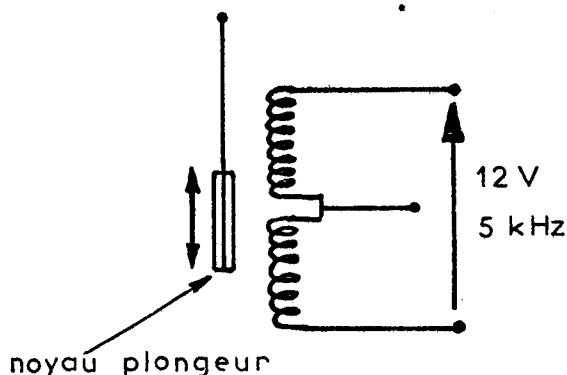


Figure 38 Principe du capteur inductif de déplacement.

Deux enroulements sont branchés en demi-pont et raccordés à un appareil de mesure à fréquence porteuse (Sangamo Instapak). La sortie de cet appareil est raccordée à l'une des voies d'un enregistreur potentiométrique multivoies (Meci Speedomax H). Le capteur est alimenté par une tension alternative de 12 V de fréquence 5 kHz. Bien que le capteur par lui-même possède un pouvoir de résolution infini, la chaîne de mesure qui lui est associée limite cette résolution à  $3 \cdot 10^{-3}$  mm.

On est en droit de supposer que la pression de confinement modifiera sensiblement la courbe de réponse de ce type de capteur : en effet, les dimensions du capteur et la position relative des enroulements changeront sous l'influence de la pression. De même, la résistance des conducteurs est susceptible de varier. Dans notre cas, seule nous intéresse la variation de la courbe d'étalonnage car l'équilibrage électrique du capteur peut être réalisé au début de la déformation lorsque l'enceinte est déjà sous pression. Nous avons donc étalonné notre capteur de la façon suivante : le capteur est placé dans la machine entre l'inverseur et la pièce support de la vis à billes (fig. 25). Le corps du capteur est solidaire de la vis et le noyau plongeur est fixé sur la pièce fixe. Le déplacement est mesuré par la méthode digitale exposée dans le paragraphe précédent. Un anneau de polytétrafluoréthylène est placé entre les pistons de compression à la place de l'échantillon de manière à assurer un contact franc entre l'écrou de la vis à billes et sa butée : cet anneau n'introduit pas de déformation dans la machine car il se déforme complètement sous une charge de 15 daN.

La figure 39 montre les courbes d'étalonnage obtenues pour trois valeurs de la pression : 0,4 GPa, 0,2 GPa et la pression atmosphérique. Pour des déplacements inférieurs à 3 mm, nous n'avons pu mesurer de différences entre les trois courbes et la tension recueillie aux bornes du pont est strictement proportionnelle au déplacement de la vis à billes. Pour les déplacements supérieurs à 3 mm le défaut de linéarité initial du capteur s'accroît légèrement. La précision obtenue avec ce capteur est actuellement limitée par la chaîne de mesure qui lui est associée à  $5.10^{-3}$  mm. Cependant, même avec une électronique plus performante, elle ne pourrait être meilleure que celle obtenue avec la méthode digitale, étant donnée la méthode d'étalonnage adoptée.

Le capteur PR 9314/05 ne peut être utilisé au-delà de 0,4 GPa. En effet, les bobinages sont noyés dans une résine plastique et pour des pressions supérieures il pourrait se produire des mouvements relatifs entre les parties métalliques et les parties isolantes, ce qui conduirait rapidement à la destruction du capteur. Pour le domaine de pressions situé entre 0,4 GPa et 0,7 GPa, il est possible d'utiliser un capteur spécialement conçu pour les hautes températures (par exemple, le capteur Schaevitz F 31) : en effet, dans ce capteur, les enroulements sont bobinés sur un mandrin en céramique, les conducteurs sont isolés par des perles en alumine et il ne comporte aucune pièce collée pour le maintien des fils. Un tel capteur est parfaitement capable de résister aux très hautes pressions.

### II-3-2-3. Comparaison des deux méthodes

De quelque point de vue que l'on se place, la méthode de mesure digitale des déplacements apparaît comme la plus avantageuse :

- elle est plus précise,
- sa résolution est supérieure,
- elle est moins coûteuse,
- elle nécessite moins d'électrodes, ce qui permet d'utiliser par exemple d'autres thermocouples pour la mesure des températures et l'ajustement du gradient.

De plus, le capteur inductif est très sensible aux influences extérieures, au contraire de la mesure digitale. Les fils d'amenée de courant au four passent à proximité du capteur de déplacement et il circule dans ces conducteurs un courant de forte intensité : malgré un blindage soigné des fils du capteur, il ne nous a pas été possible de faire disparaître totalement les oscillations parasites qui prennent naissance dans les enroulements. Ces oscillations diminuent notablement la fiabilité de la mesure. Lors d'expériences à haute température, des turbulences très importantes apparaissent dans l'enceinte et des courants de gaz chaud viennent parfois "lécher" le capteur inductif, provoquant ainsi de brus-

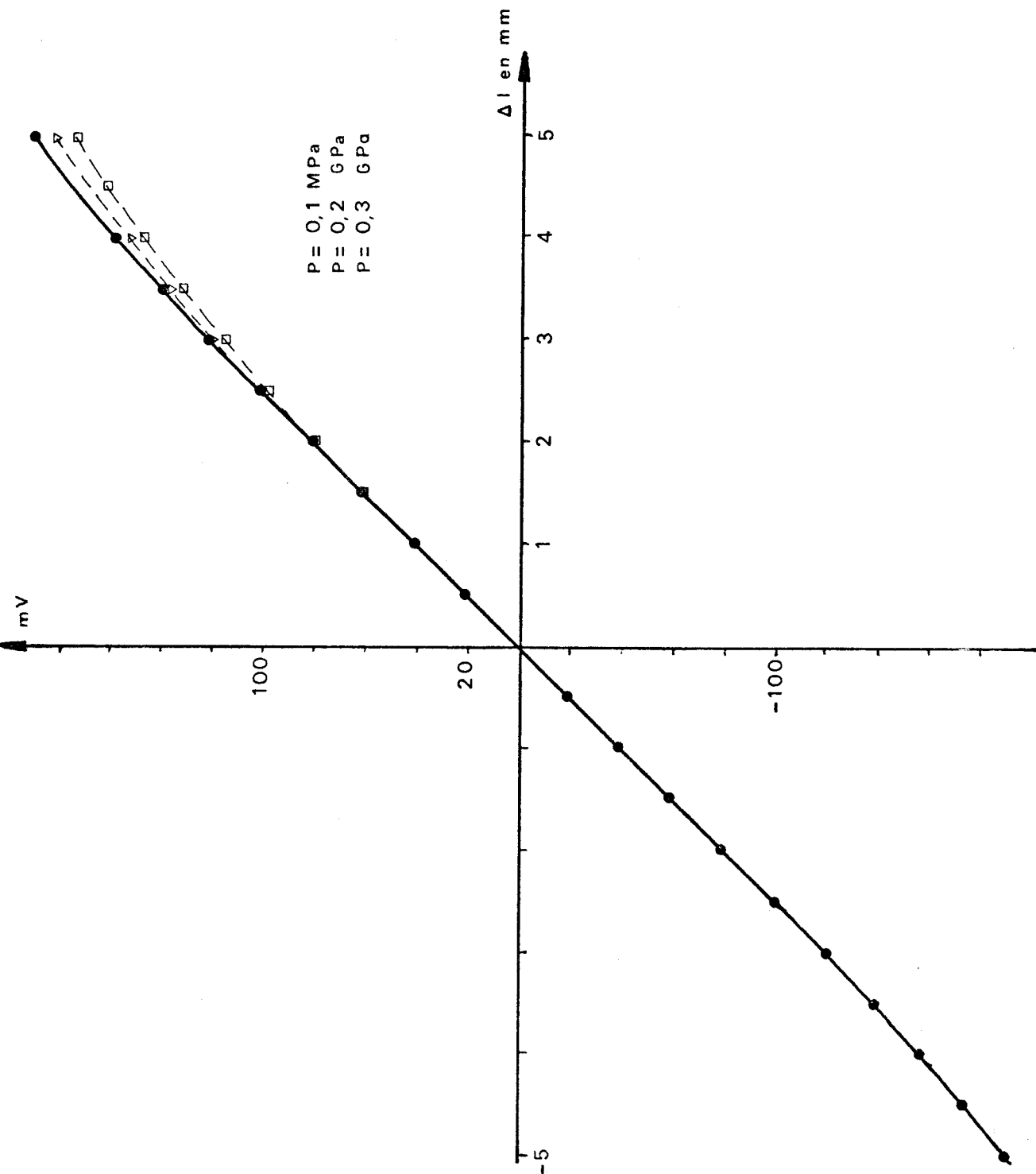


Figure 39 Influence de la pression sur la réponse du capteur inductif de déplacement.

ques variations dans la mesure. Pour toutes ces raisons, nous avons opté pour la mesure digitale bien que celle-ci complique un peu le dépouillement.

#### II-3-2-4. Elasticité de la machine

La mesure obtenue par l'une ou l'autre des deux méthodes exposées plus haut est une mesure du déplacement de la vis à billes. Pour accéder à la déformation réelle de l'échantillon, elle doit être corrigée de la déformation propre de la machine sous l'action de la charge appliquée à l'échantillon. Compte tenu du fait que les modules d'Young des matériaux utilisés dans la construction de la machine sont supposés ne pas varier dans le domaine de pression qui nous intéresse, la rigidité de la machine a été mesurée à la pression atmosphérique. Cette expérience est réalisée en remplaçant l'échantillon par un cylindre d'élasticité connu (par exemple en acier) et en mesurant le déplacement par la méthode digitale. La charge appliquée est mesurée à l'aide du compressiomètre qui sera présenté dans le chapitre suivant. L'essai est recommencé plusieurs fois avec des cylindres d'élasticités différentes. Sur la figure 40, nous avons reporté les valeurs obtenues. La dispersion des points expérimentaux est due à une certaine imprécision sur le début de la mise en charge. Par la suite, nous adopterons la courbe moyenne tracée sur ces points avec une incertitude de  $5 \cdot 10^{-3}$  mm. Le défaut de linéarité observé pour les charges inférieures à 300 daN est probablement dû à la mise en place des différents filetages du montage.

### II - 3 - 3 MESURE DES EFFORTS

#### II-3-3-1. Description des capteurs utilisés

La méthode la plus commode pour mesurer les efforts sous une haute pression de confinement consiste à utiliser un compressiomètre à jauges de contraintes. Différents auteurs ont expérimenté avec succès ce type de capteur [6] [24]. Un tel capteur est constitué d'un corps d'épreuve dont on mesure la déformation élastique sous l'action de la charge qui lui est appliquée à l'aide de jauges de contraintes collées sur sa surface. Le corps d'épreuve est réalisé dans un matériau dont le module d'Young est supposé ne pas varier dans le domaine de pression considéré : dans notre cas, deux capteurs ont été réalisés l'un en bronze au beryllium, l'autre en acier. La figure 41 montre la géométrie de ces capteurs.

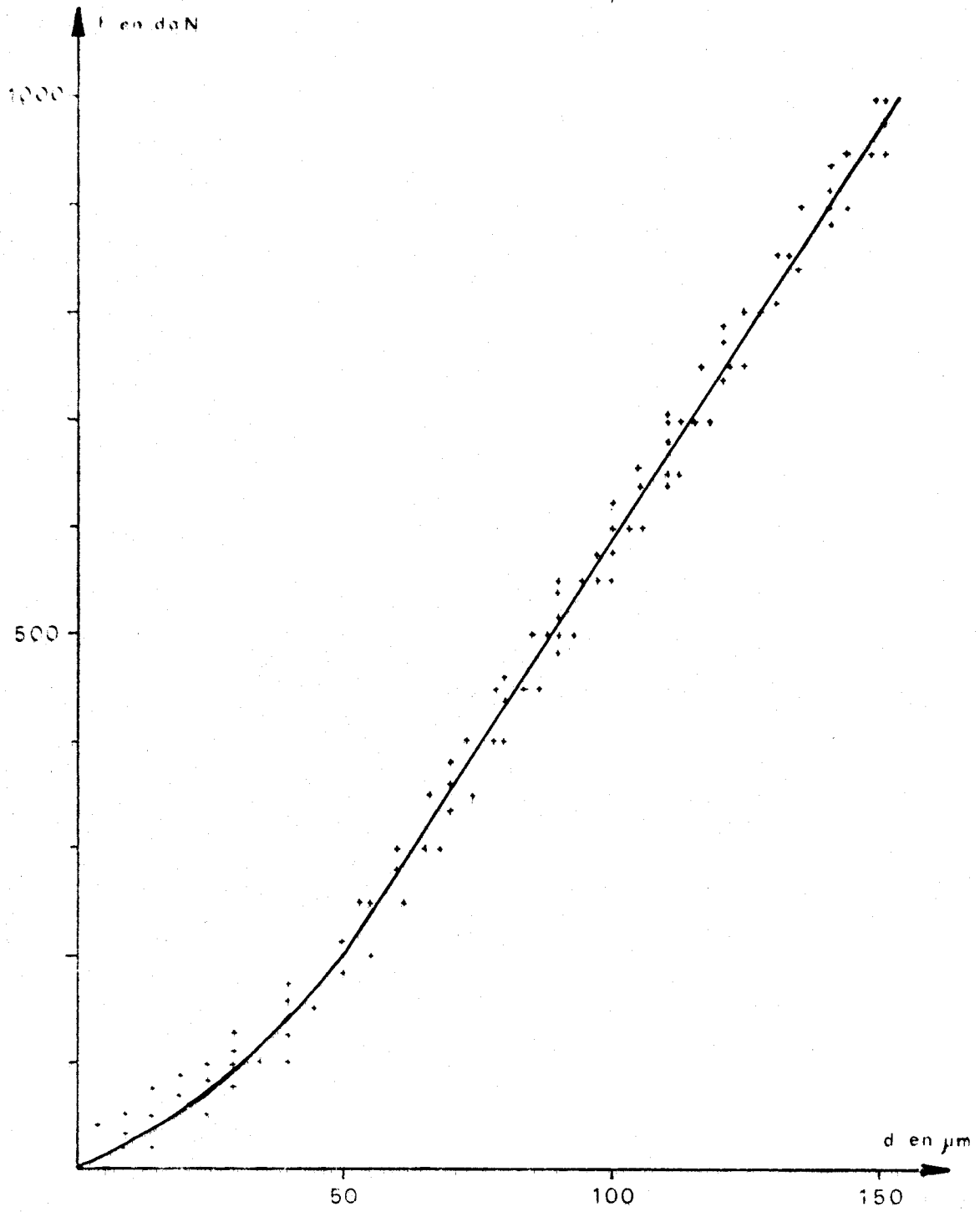


Figure 40 Elasticité de la machine.





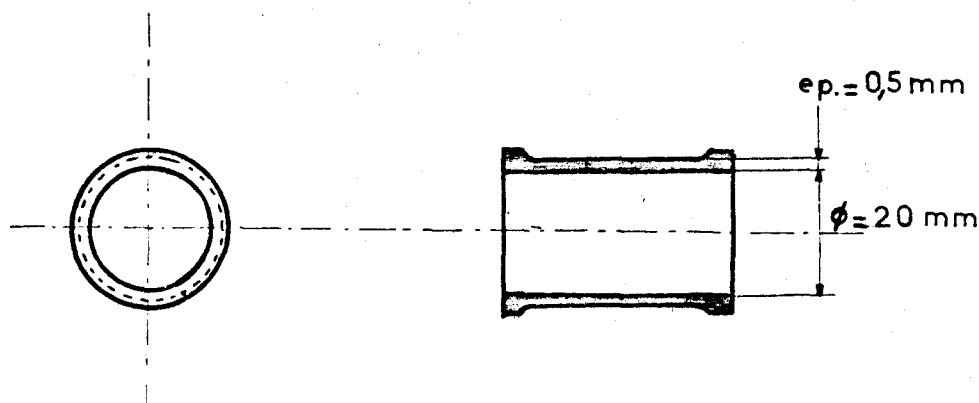


Figure 41 Géométrie des compressiomètres.

A résistance égale, le bronze au beryllium admet de plus grandes déformations élastiques que l'acier car son module d'Young est plus faible et permet par conséquent d'obtenir une plus grande sensibilité. Il est cependant plus difficile d'obtenir sur ce matériau un collage des jauges fiable sous pression.

Les jauges utilisées sont des jauges en constantan à support polyimide (fournisseur Vishay - Micromesures) autocompensées en température pour le capteur correspondant :

EA 09 250 TF 120 pour le bronze,

EA 06 250 TF 120 pour l'acier.

Ces jauges sont doubles et comportent deux grilles orientées à  $90^\circ$  l'une de l'autre. Deux de ces jauges sont collées sur chaque capteur et câblées en pont complet.

Le pont de jauges ainsi réalisé est raccordé électriquement à un appareil de mesure à fréquence porteuse (Philips PR 9307) dont la sortie est connectée à un enregistreur potentiométrique. La tension d'alimentation du pont de jauges peut être prise égale à 1V, 2V, 4V ou 10V sous une fréquence de 3 kHz. La résolution maximale de l'appareil de mesure est de  $1 \mu\text{V}$ .

Le capteur est placé dans le système de compression inversée entre le plateau fixe et le piston de compression fixe (voir fig. 25). Les éventuels défauts de parallélisme qui pourraient introduire des erreurs dans la mesure des efforts sont éliminés par un rodage fin des faces du capteur sur les faces correspondantes de l'inverseur. De plus, la position relative du capteur par rapport à l'ensemble de l'inverseur est repérée de façon précise afin d'assurer une bonne reproductibilité des mesures.

Les deux capteurs sont étalonnés à la pression atmosphérique avec la machine de mesure qui leur est associée sur une machine de déformation Instron. La figure 42 montre leurs courbes d'étalonnage dans le cas d'une force parfaitement centrée et dans le cas d'un décentrement de 0,5 mm : un tel décentrement

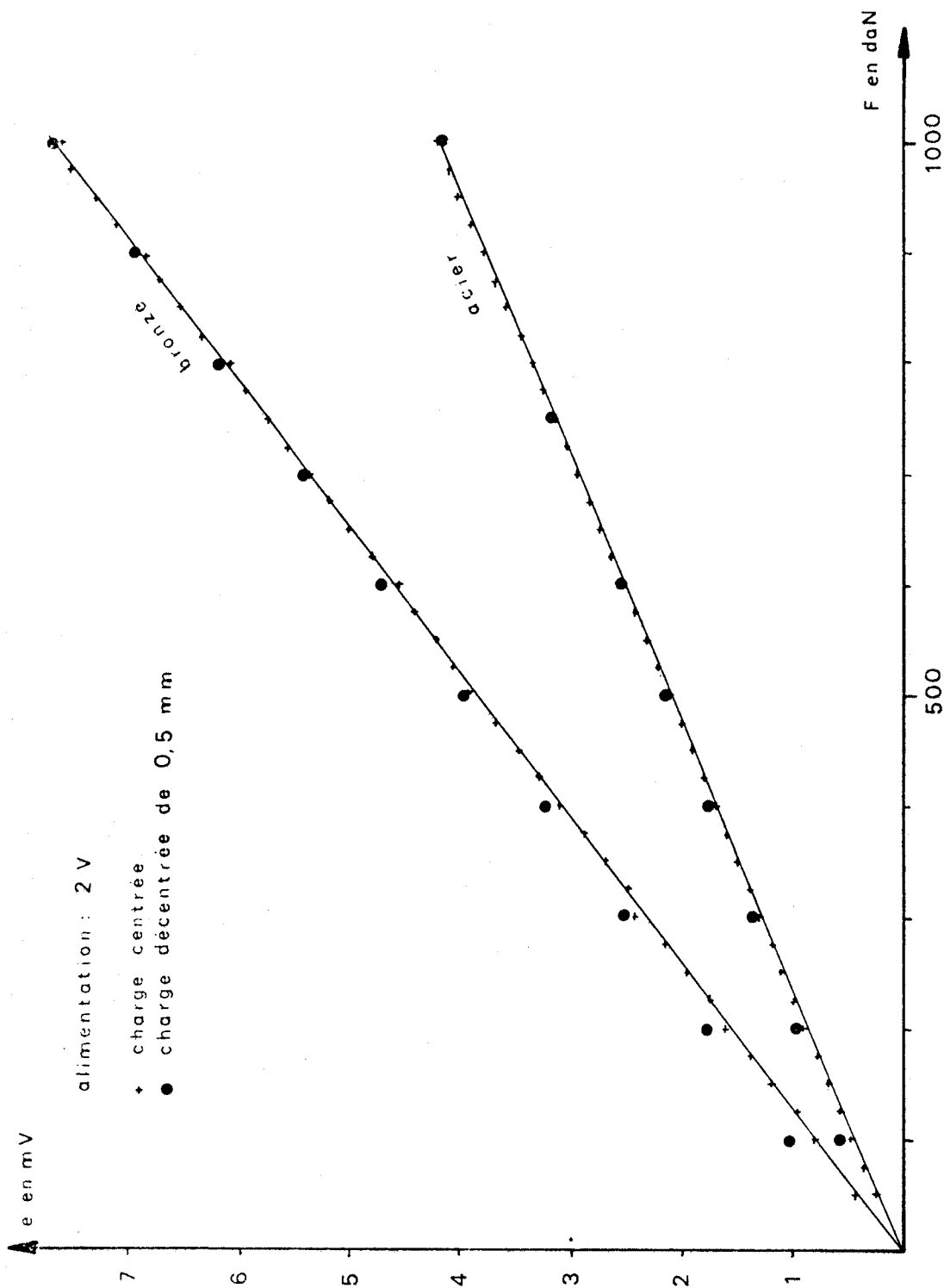


Figure 42 Etalonnage des compressionmètres.



introduit une erreur plus importante pour les faibles charges que pour les fortes mais cette erreur est dans tous les cas inférieure à 30 daN.

Il est donc possible de définir un coefficient d'étalonnage :

$$k = F \times \frac{E}{e}$$

ou F est la charge appliquée en daN,

E est la tension d'alimentation du pont de jauges,

e est la tension de déséquilibre du pont.

Dans notre cas, les coefficients sont :

- pour le capteur en bronze au beryllium :

$$k = 262 \pm 2,5 \quad \frac{\text{daN} \times V}{\text{mV}}$$

- pour le capteur en acier

$$k = 482 \pm 5 \quad \frac{\text{daN} \times V}{\text{mV}}$$

#### II-3-3-2. Influence de la pression sur les compressiomètres

La différence de compressibilité entre le métal du corps d'épreuve et la colle peut entraîner le décollement des jauges. Nous avons essayé divers types de colles et de protections avant de trouver une combinaison fiable permettant au capteur de résister à plusieurs montées en pression : les jauges sont collées avec la colle epoxy M 600 (Vishay Micromesures) traitée à 110°C sous contrainte de manière à obtenir un film le plus mince possible. La protection des jauges est assurée par un encapsulage complet avec cette même colle puis par un recouvrement de l'ensemble avec un caoutchouc au silicone type GB2 (Vishay).

Le traitement de surface à appliquer sur le métal avant le collage des jauges revêt la plus grande importance. Le corps d'épreuve doit ainsi subir successivement :

- une abrasion à sec avec du papier de grain 400.
- un dégraissage à l'acétone,
- une attaque chimique à l'acide phosphorique avec abrasion,
- un nettoyage aux ultra-sons dans un bain d'acétone.

Le bronze au beryllium doit en plus subir un traitement à chaud à l'alcool isopropylique. Malgré ce traitement supplémentaire, les résultats du collage sur le bronze au beryllium restent médiocres et les jauges se décollent en général au bout de trois ou quatre montées en pression.

Outre le risque de décollement, l'application d'une pression hydrostatique sur nos compressiomètres exerce deux effets principaux :

- un déséquilibre du pont de jauges,
- une variation du coefficient d'étalonnage.

Ces effets peuvent être dus à plusieurs facteurs :

- la variation de l'épaisseur du film de colle,
- la variation des caractéristiques mécaniques de la colle,
- les variations des caractéristiques électriques du métal des jauges,
- les variations de géométrie des jauges et des corps d'épreuve.

Différents travaux ont été effectués pour évaluer l'influence de la pression sur la réponse des jauges de contrainte. Brace [ 8 ] et Milligan [ 40 ] ont étudié la variation de résistance de jauges en constantan collées sur des échantillons de différentes natures et de différentes géométries sous l'influence d'une pression hydrostatique seule. Il ressort de ces études qu'une réponse linéaire avec la pression peut être obtenue pour des matériaux dont la constante de compressibilité ( $\frac{1-2\nu}{E}$ ) est comprise entre  $2 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$  et  $9 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$  et que l'écart entre la déformation mesurée et celle calculée d'après la constante de compressibilité est fonction à la fois du matériau et de sa géométrie.

Schock et Duba [ 51 ] ont étudié pour leur part l'influence de la pression sur le facteur de jauges, de jauges du même type que celles utilisées par Brace : il apparaît que le facteur de jauge est très peu affecté par la pression puisqu'il ne subit qu'un accroissement approximatif de 4 % par GPa.

Afin de mesurer l'influence de la pression sur l'équilibre de nos capteurs, nous les avons soumis à une pression hydrostatique seule et nous avons enregistré la tension de déséquilibre qui est apparue aux bornes du pont. Les courbes de la figure 43 montrent les résultats obtenus :

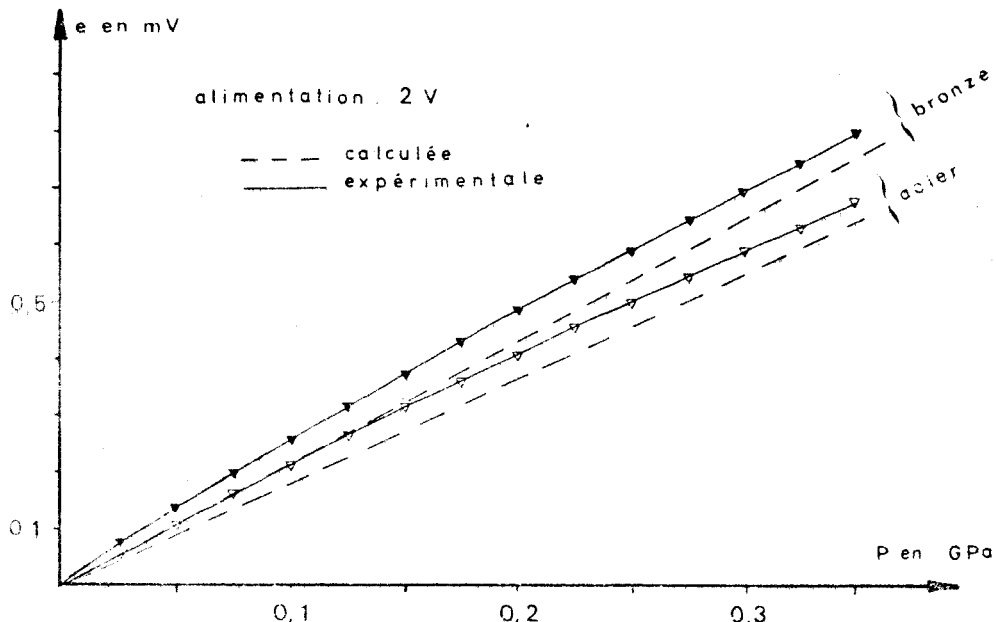


Figure 43 Influence de la pression sur l'équilibre électrique des compressiomètres.

Sur ce graphe, nous avons également tracé les droites de déséquilibre calculées d'après les résultats de Milligan [ 40 ] . Nos résultats sont en bon accord avec ceux de Milligan compte tenu du fait que les jauges et la colle utilisées sont différentes de celles utilisées par cet auteur. On peut cependant noter un léger défaut de linéarité dans nos courbes, dû probablement à la protection de nos jauges : celles essayées par les auteurs sus-cités étaient en effet dépourvues de toute protection de manière à éviter toute perturbation éventuelle.

Dans la majorité des cas, les expériences que nous aurons à effectuer se feront à pression constante : il sera alors possible d'équilibrer le capteur après la montée en pression et avant l'application de la charge. Dans ce cas, seule la variation du facteur de jauge avec la pression peut constituer une source d'erreur. Dans le but de déterminer dans quelle mesure le coefficient d'étalonnage de nos capteurs était affecté par la pression, nous avons réalisé l'expérience suivante : un anneau élastique d'acier à haute résistance est déformé dans la machine à la pression atmosphérique, à 0,1 GPa, à 0,2 GPa, à 0,3 GPa et à 0,4 GPa. Les cinq essais sont réalisés l'un à la suite de l'autre sans changer quoi que ce soit à l'état de la machine : on s'affranchit ainsi de l'incertitude causée par le positionnement de l'anneau et des différentes pièces de la machine. L'équilibrage électrique du capteur est réalisé après la mise en pression et avant l'application de la charge.

A chaque pression, l'expérience consiste à imposer à la vis à billes un déplacement de 0,250 mm et à mesurer la tension de déséquilibre du pont de jauges du capteur de force. Dix mises en charge successives sont effectuées. Les résultats obtenus sont reportés sur le graphe de la figure 44 . Malgré une certaine dispersion des valeurs due à l'imprécision du début de la mise en charge, on peut observer une légère augmentation de la tension de déséquilibre, c'est à dire de la charge mesurée. Le module d'Young de toutes les pièces mécaniques concernées étant supposé ne pas changer dans le domaine de pression considéré, toute variation observée dans la courbe "déplacement-effort" ne peut être due qu'à une variation du coefficient d'étalonnage du capteur de force. Ceci indique donc que le coefficient d'étalonnage de nos capteurs augmente de 1,5 % à 7 % par GPa. Cette valeur est en accord avec le résultat de Schock et Duba [ 51 ] . En utilisant une valeur de correction moyenne de 4,3 % par GPa, l'incertitude introduite sur la mesure des efforts sera de 3 % par GPa. A cette incertitude, il faut ajouter celle qui existe sur la lecture de la tension de déséquilibre et qui dépend de l'échelle utilisée sur l'appareil de mesure : elle est de 0,5 % de la pleine graduation.

En définitive, l'incertitude sur la mesure de la force est :

$$\frac{\Delta F}{F} = \frac{\Delta k}{k} + \frac{\Delta e}{e} = (0,01 + 0,03 P) + \frac{\Delta e}{e}$$

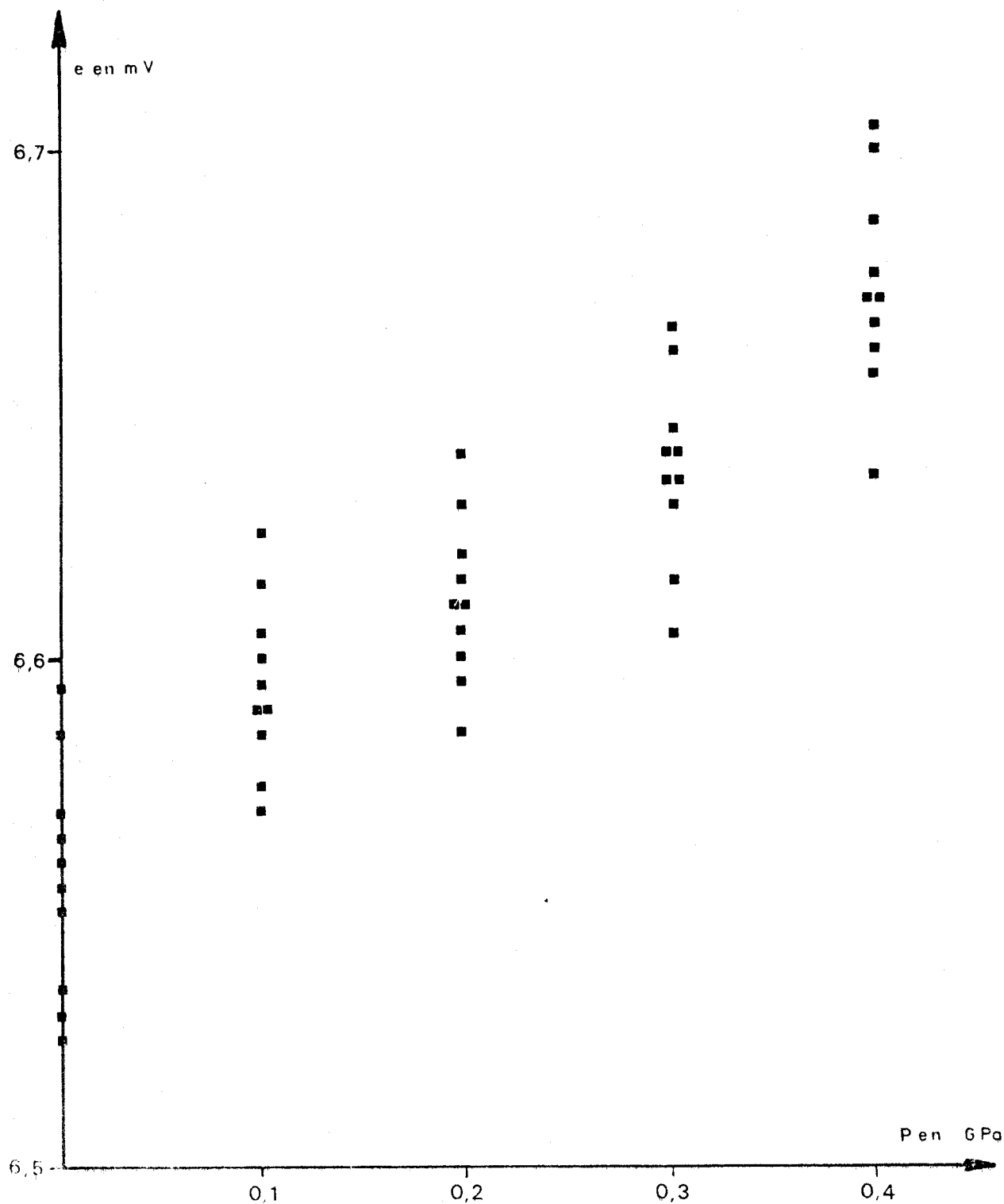


Figure 44 Influence de la pression sur le coefficient d'étalonnage des compressiomètres.



où P est la pression exprimée en GPa.

$$= > \Delta F = F \times (0,01 + 0,03 P) + \frac{k}{E} \Delta e$$

Ainsi, pour le capteur d'acier, sur l'échelle de mesure 10 mV du pont de mesure, pour une tension d'alimentation du capteur de 2 V, l'incertitude sur une force de 1000 daN mesurée à la pression de 0,4 GPa est de 46 daN.

## II - 3 - 4 L'ASSERVISSEMENT EN FLUAGE

### II-3-4-1. Principe

Afin de pouvoir conduire des expériences de fluage, nous avons réalisé, avec le laboratoire d'électronique de l'Institut IMA de l'Ecole Universitaire d'Ingénieurs de Lille (EUDIL) un asservissement de la machine permettant de maintenir une charge constante sur l'échantillon. Les différentes considérations qui ont présidé à la conception de cet automatisme sont les suivantes :

- la seule grandeur sur laquelle il nous est possible d'agir directement est la vitesse de déformation par l'intermédiaire de la fréquence de rotation du moteur. Le principe de l'asservissement sera donc d'imposer à la machine une vitesse de déformation telle que la charge sur l'échantillon reste égale à la charge de consigne.

- compte tenu de la tension de seuil du moteur et du rapport de réduction, il est possible que la vitesse de fluage soit trop faible pour être accessible à la machine : dans ce cas, l'asservissement doit fonctionner en "tout ou rien" par cyclage autour de la consigne.

- le dispositif d'asservissement doit posséder une commande manuelle de la vitesse du moteur pour pouvoir exécuter des essais à vitesse constante et pour pouvoir imposer une vitesse de mise en charge quelconque.

Dans notre appareil, le signal de référence utilisé est la tension  $E_m$  obtenue à la sortie du pont de mesure des efforts. Ce signal est comparé au signal de consigne  $E_c$ . Ces tensions sont respectivement proportionnelles à la charge appliquée sur l'échantillon et à la charge de consigne. Nous appellerons  $e$  l'écart à la consigne :

$$e = E_c - E_m$$

Le principe de notre dispositif d'asservissement est explicité sur la figure 45. La commande du moteur est réalisée par un variateur électronique dont la tension de commande est délivrée soit par un diviseur de tension en mode manuel, soit par un intégrateur en mode automatique. Le rôle de cet intégrateur est de fournir un signal construit à partir de l'écart à la consigne et répondant à la logique de l'asservissement.

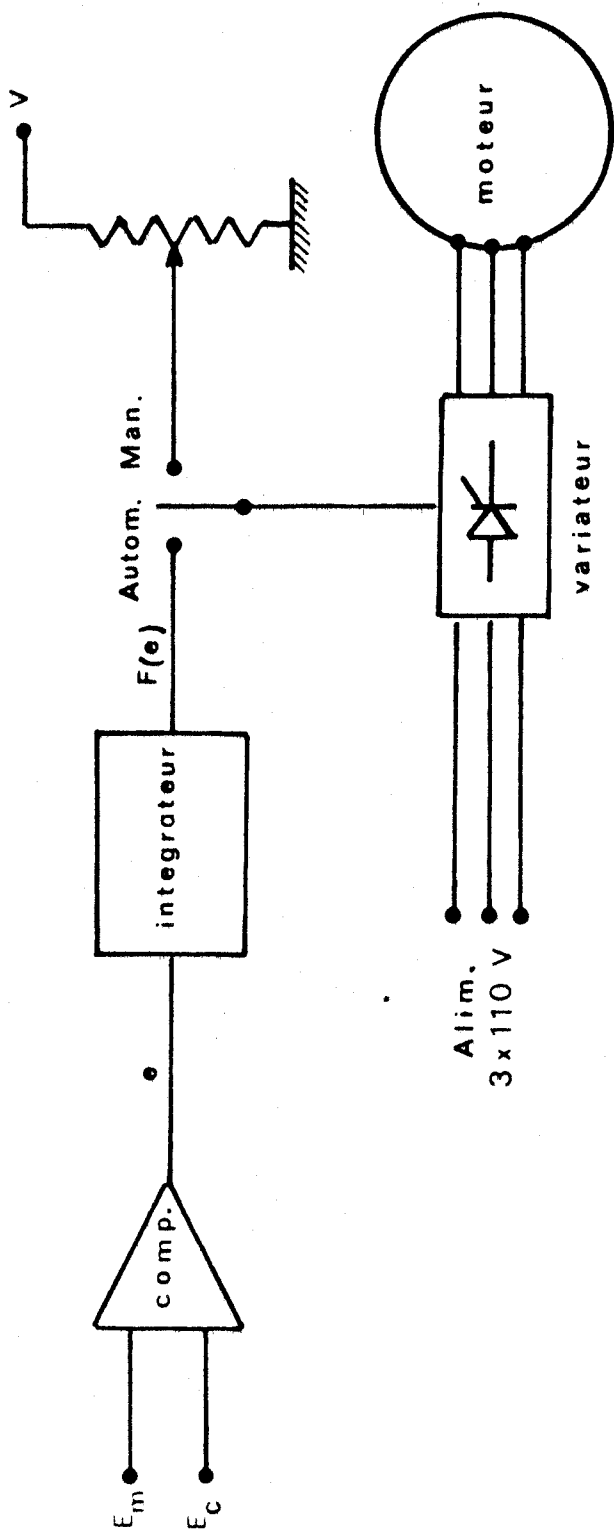


Figure 45 Principe de l'asservissement en fluage.





Cette logique est établie en comparant  $e$  à 0 et à deux valeurs  $e_m$  et  $-e_m$  qui définissent la finesse de l'asservissement. Selon la position de  $e$  par rapport à ces valeurs, la vitesse de déformation est soit augmentée, soit diminuée, soit annulée, soit "gelée" c'est à dire maintenue à sa dernière valeur :

- si  $e > e_m$ , la consigne n'est pas atteinte et la vitesse de déformation donc  $F(e)$ , doit être augmentée.

- si  $e_m > e > 0$ , la consigne est atteinte et la vitesse de déformation doit être gelée.

- si  $0 > e > -e_m$ , la consigne est légèrement dépassée et la vitesse de déformation doit être diminuée.

- si  $-e_m > e$ , la consigne est dépassée et la vitesse de déformation doit être annulée.

Dans les paragraphes qui suivent, chacun des éléments du dispositif d'asservissement seront étudiés en détail.

#### II-3-4-2. Le variateur électronique

La variation de vitesse d'un moteur asynchrone peut être obtenue de deux manières différentes :

- par modification de la fréquence du courant d'alimentation,
- par modification de la tension d'alimentation.

Nous avons adopté la deuxième solution à cause des difficultés de réalisation de la première.

Le variateur de tension est constitué de trois gradateurs à triacs identiques pour les trois phases du moteur.

Le schéma de principe de ces gradateurs est donné par la figure 46 . La tension alternative prélevée aux bornes du triac est redressée et abaissée au moyen d'un pont diviseur. Le courant issu de cette tension est amplifié dans un montage Darlington ( $T_1, T_2$ ) et est envoyé dans un oscillateur à relaxation.

Dès l'apparition d'une tension aux bornes du triac, c'est à dire quand il n'est pas amorcé, les transistors  $T_1$  et  $T_2$  se saturent, ce qui bloque  $T_3$ . La tension de commande (TC) peut alors charger la capacité  $C$  à travers une résistance. Dès que la tension aux bornes de la capacité dépasse la tension de pic de l'U.J.T. celui-ci se décharge et l'impulsion, amplifiée par le transistor  $T_4$  est envoyée sur un transformateur d'impulsion qui amorce le triac. Plus la tension de commande est élevée et plus le triac est amorcé rapidement. Dans notre montage la totalité de la puissance est envoyée au moteur pour une tension de commande de 20 V. Dès que le triac conduit, la tension à ses bornes s'annule et le transistor  $T_3$  se sature, ce qui empêche la charge de  $C$ . Par conséquent, aucune impulsion ne peut

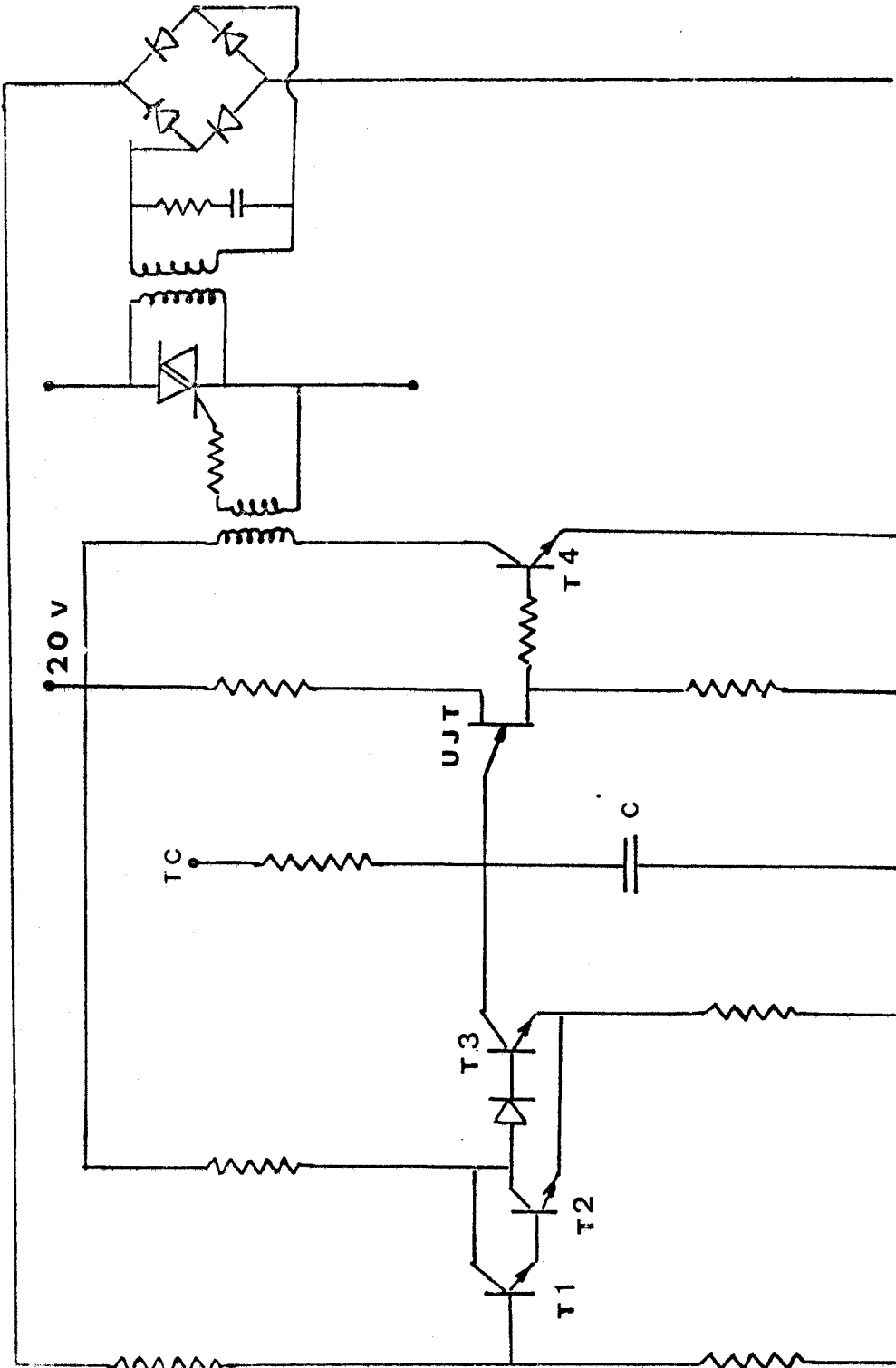


Figure 46 Principe d'un gradateur.

être engendrée tant que le triac conduit.

### II-3-4-3. Les signaux d'erreur

Le signal d'écart à la consigne est élaboré par le circuit représenté sur la figure 47 .

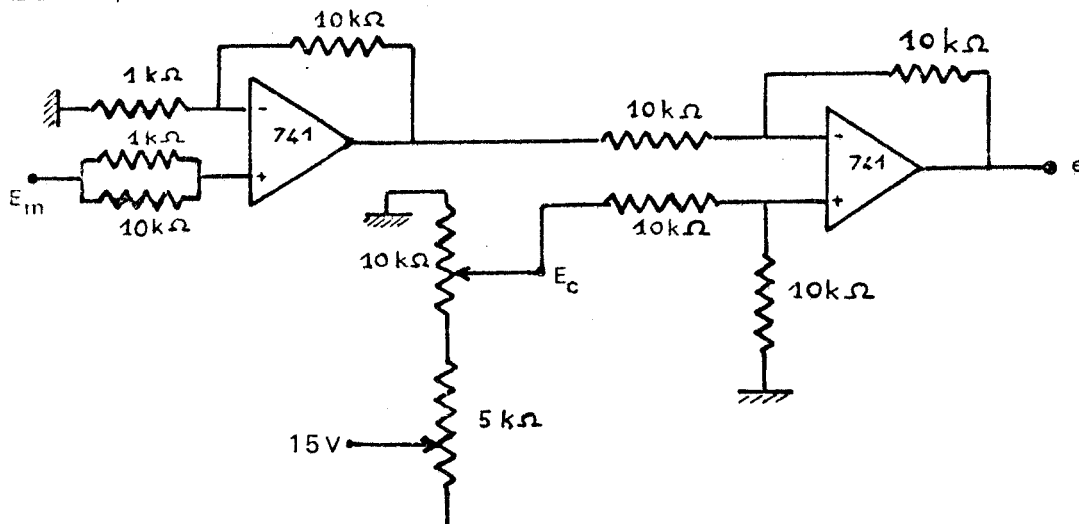


Figure 47 Circuit d'élaboration du signal d'erreur.

Le signal de mesure  $E_m$ , compris entre 0 et 1 V est d'abord amplifié dans un ampli opérationnel (gain 10) puis comparé, dans un deuxième ampli opérationnel monté en soustracteur, au signal de consigne  $E_c$  pris aux bornes d'un diviseur de tension.  $E_c$  est compris entre 0 et 10 V et est réglable au moyen d'un potentiomètre de précision placé sur la face avant de l'appareil.

Les signaux  $e_m$  et  $-e_m$  sont construits à partir d'un diviseur de tension suivi d'un montage inverseur (fig. 48).

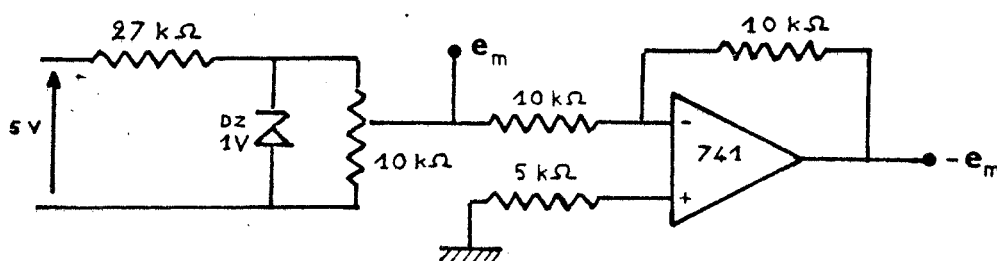


Figure 48 Circuit d'élaboration de  $e_m$  et  $-e_m$ .

### II-3-4-4. L'intégrateur

Le système générateur de la tension de commande des gradateurs est constitué d'un ampli opérationnel (National Semiconductor LH 0042) monté en intégrateur et associé à trois relais compatibles TTL lui permettant de fonctionner selon les trois modes : gel, intégration et conditions initiales (fig. 49).

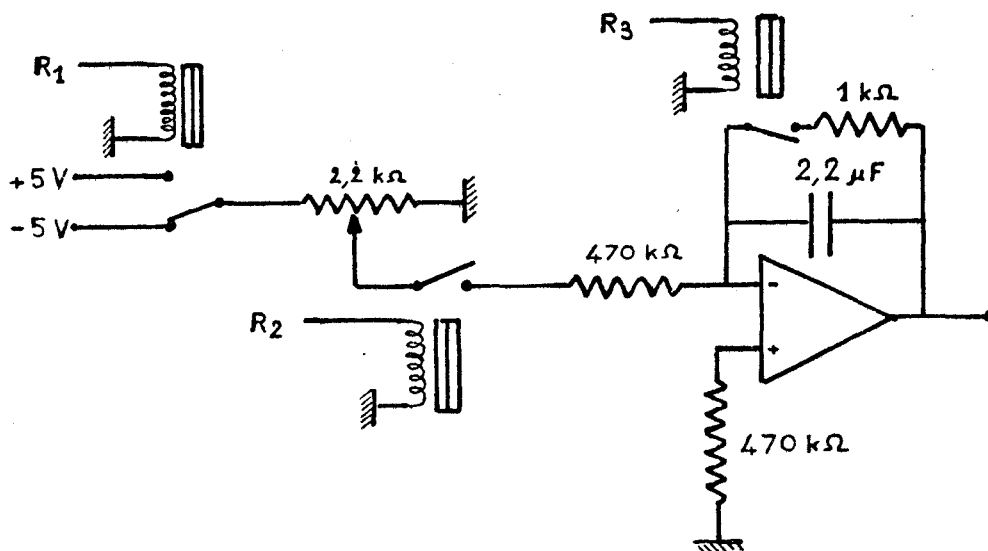


Figure 49 Circuit intégrateur.

Les trois relais sont commandés par des signaux logiques T.T.L. Ils sont au repos quand leur entrée est au niveau logiques 0 et en position de travail quand leur entrée est au niveau logique 1. Sur la figure, ils sont représentés en position de repos.

Les différentes configurations possibles sont donc :

- $R_1 = 0$  ou 1
- $R_2 = 0$             gel : la tension de sortie reste constante et égale à sa dernière valeur.
- $R_3 = 0$
  
- $R_1 = 1$
- $R_2 = 1$             intégration d'une constante positive : la tension de sortie diminue.
- $R_3 = 0$
  
- $R_1 = 0$
- $R_2 = 1$             intégration d'une constante négative : la tension de sortie augmente.
- $R_3 = 0$
  
- $R_1 = 0$  ou 1
- $R_2 = 0$             conditions initiales : la tension de sortie est annulée.
- $R_3 = 1$

La constante d'intégration peut être réglée au moyen d'un potentiomètre placé sur la face avant de l'appareil.

Les signaux de commande des relais sont issus d'un circuit logique qui compare  $e$  aux valeurs  $e_m$ ,  $-e_m$  et 0 et  $F(e)$  à sa valeur maximale et à 0. Cinq comparateurs sont utilisés à cet effet (fig. 50).

Si nous appelons :

- $C_1$  la sortie du comparateur de  $e$  avec  $0$ .
- $C_2$  la sortie du comparateur de  $e$  avec  $e_m$ .
- $C_3$  la sortie du comparateur de  $e$  avec  $-e_m$ .
- $C_4$  la sortie du comparateur de  $F(e)$  avec  $F(e)_{\max}$ .
- $C_5$  la sortie du comparateur de  $F(e)$  avec  $0$ .

Nous obtenons :

$$e < 0 \Rightarrow C_1 = 1$$

$$e > 0 \Rightarrow C_1 = 0$$

$$e < e_m \Rightarrow C_2 = 1$$

$$e > e_m \Rightarrow C_2 = 0$$

$$e < -e_m \Rightarrow C_3 = 1$$

$$e > -e_m \Rightarrow C_3 = 0$$

$$F(e) < F(e)_{\max} \Rightarrow C_4 = 1$$

$$F(e) > F(e)_{\max} \Rightarrow C_4 = 0$$

$$F(e) < 0 \Rightarrow C_5 = 1$$

$$F(e) > 0 \Rightarrow C_5 = 0$$

Donc le système est en mode gel quand

$$C_2 = 1 \text{ et } C_1 = 0$$

$$\text{ou } C_4 = 0 \text{ et } C_2 = 0$$

$$\text{ou } C_5 = 1 \text{ et } C_3 = 0$$

Dans ce cas, les relais doivent être dans la position

$$R_2 = 0 \text{ et } R_3 = 0.$$

Le système est en mode conditions initiales quand

$$C_3 = 1$$

et le relais  $R_3$  doit être en position  $R_3 = 1$ .

Le système est en mode intégration quand :

$$C_2 = 0$$

$$\text{ou } C_1 = 1 \text{ et } C_3 = 0$$

Les relais doivent dans ce cas être en position

$$R_2 = 1 \text{ et } R_3 = 0.$$

De plus, le signe de la constante d'intégration est l'opposé du signe de  $e$ , et donc :

$$R_1 = C_1$$

Nous obtenons les équations :  $R_3 = C_3$

$$\text{et } R_2 = \overline{C_3} + \overline{C_1}C_2 + \overline{C_2}C_4 + C_1C_5\overline{C_3}$$

Ces fonctions sont réalisées au moyen d'un circuit logique constitué de portes PAS et NAND représenté sur la figure 50

#### II-3-4-5. Fonctionnement

L'asservissement ainsi réalisé fonctionne de la manière suivante : au début de la mise en charge, l'écart à la consigne est supérieur à  $e_m$  et la vitesse du moteur est augmentée, éventuellement jusqu'à sa valeur maximale. A la fin de cette phase d'approche, l'écart à la consigne devient inférieur à  $e_m$  tout en restant supérieur à 0 : la vitesse du moteur est alors "gelée". A ce moment, suivant le comportement de l'écart  $e$ , l'asservissement commande ou la diminution de la vitesse, ou son gel, ou son augmentation. La figure 51 montre les différents chemins qui peuvent être suivis pour établir la vitesse de fluage. A partir du moment où la consigne est atteinte, il suffit de quelques secondes à l'automatisme pour imposer au moteur la vitesse de fluage. Dans le cas où cette vitesse est trop faible pour la machine, la valeur de l'écart devient très rapidement inférieure à  $-e_m$  et l'asservissement fonctionne en "tout ou rien". La précision de la régulation est directement liée à la valeur de  $e_m$  : plus cette valeur est faible et plus la régulation est précise. Cependant,  $e_m$  ne peut être réduit au-delà d'un certain seuil car le système devient instable. La précision maximale que nous avons pu obtenir est de 5 daN.

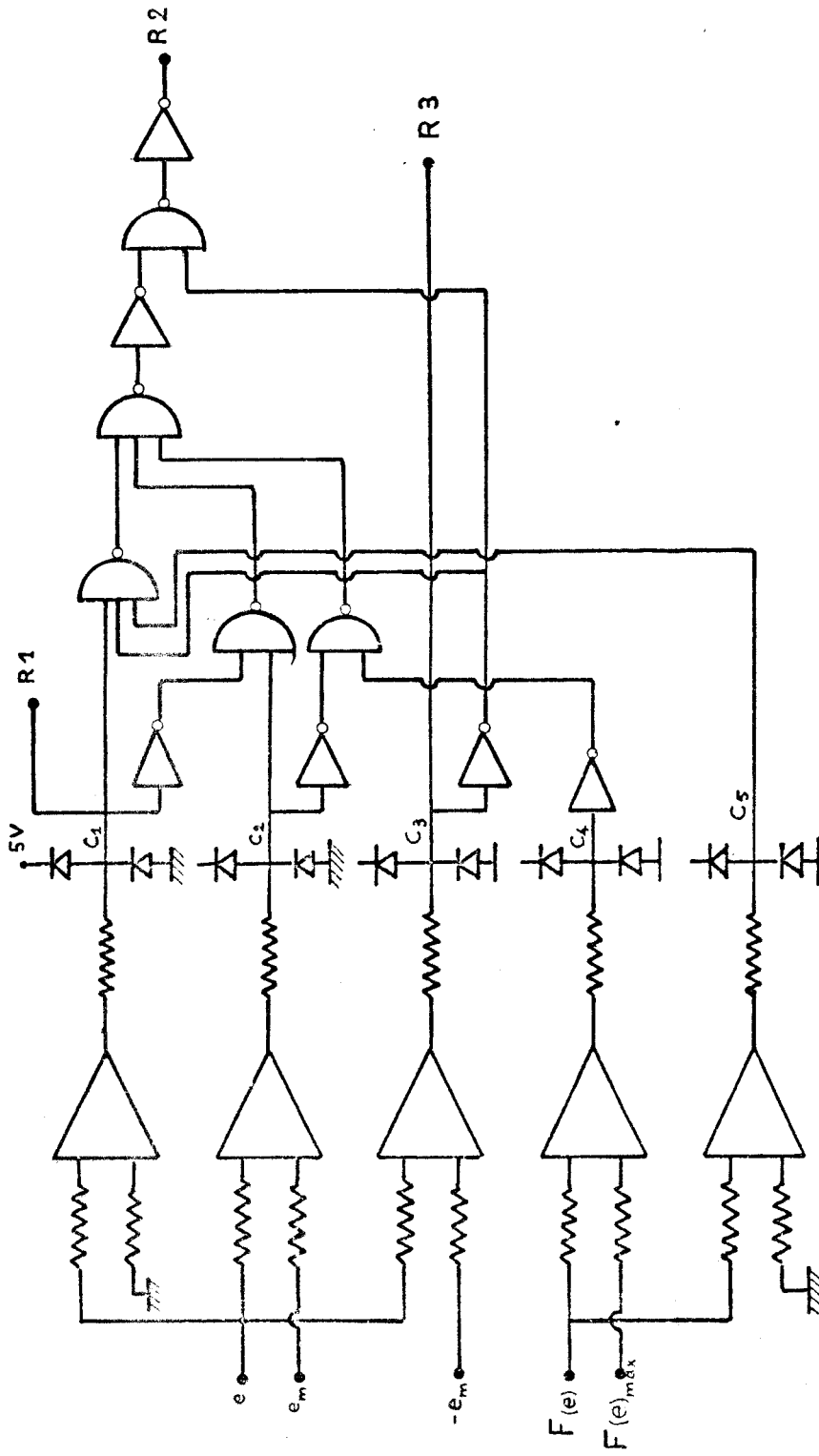


Figure 50 Circuit logique de commande de l'intégrateur.



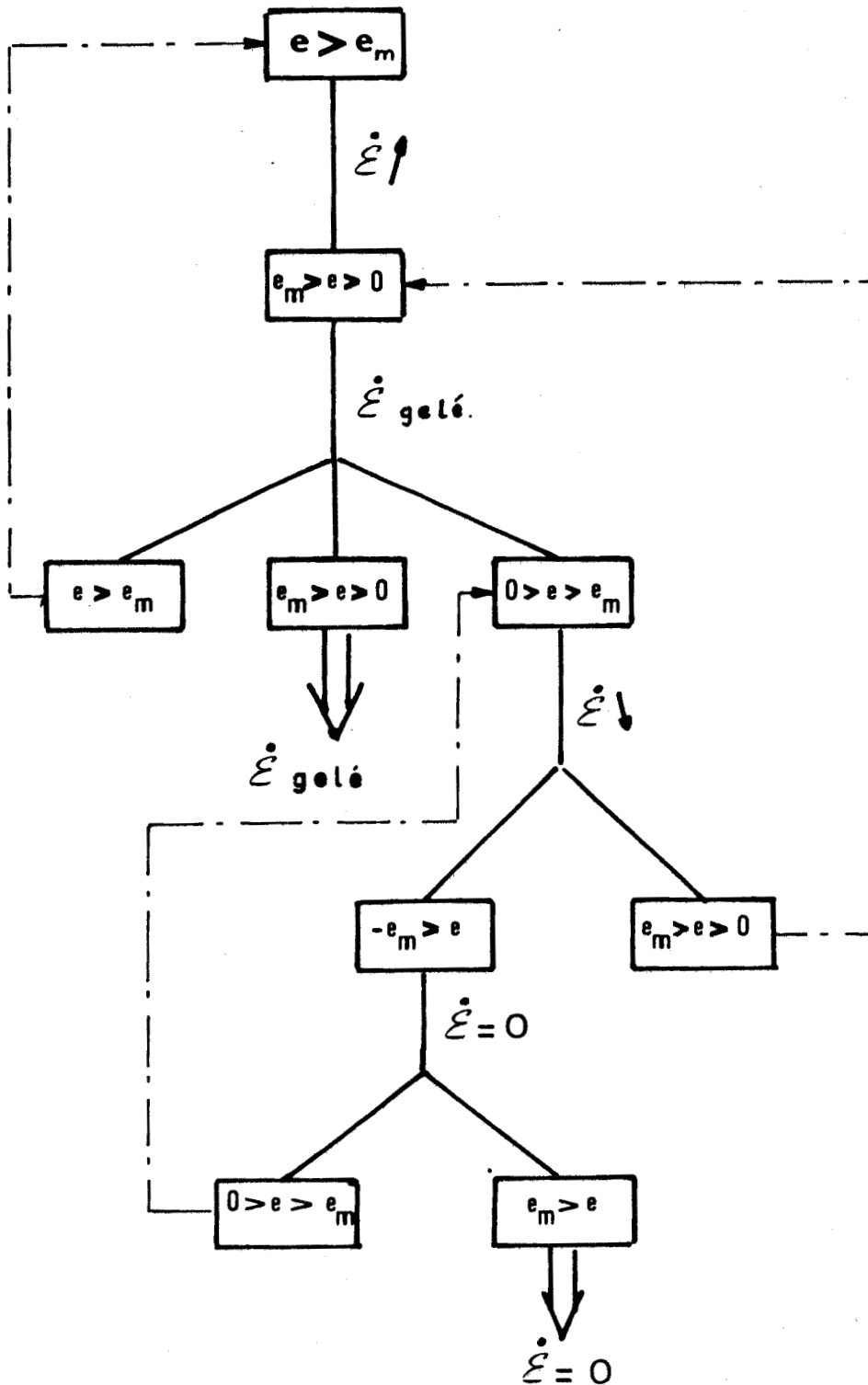


Figure 51 Chemin logique de l'asservissement en fluage.





## CONCLUSION

Un des principaux intérêts de la machine que nous avons mise au point est que la pression de confinement peut y être maintenue pendant un temps très long, du fait qu'il n'existe pas de problème d'étanchéité dynamique. Ceci permet de conduire des expériences de longue durée et à vitesse de déformation très lente.

Certains éléments de ce prototype peuvent cependant être améliorés par l'utilisation de techniques mieux adaptées à la haute pression. Ainsi, le séparateur à soufflet métallique constitue un élément fragile de l'ensemble de mise en pression : il sera nécessaire de prévoir un moyen de contrôle efficace de la position du soufflet afin d'éviter sa destruction qui serait lourde de conséquence pour l'ensemble. On pourra éventuellement prévoir le remplacement de ce soufflet par un piston qui constituerait un organe moins sensible aux différences de pression entre le pétrole et l'argon. Le surpresseur d'argon pourra être avantageusement remplacé par un compresseur à membrane dont le débit et la pression maximale de refoulement seront plus élevés : ceci confèrera au système générateur de pression une plus grande souplesse d'utilisation et une meilleure fiabilité. Par la suite, une automatisation complète de la montée en pression pourra être réalisée, évitant ainsi à l'opérateur d'éventuelles fausses manoeuvres.

En ce qui concerne la machine de déformation interne, les principaux problèmes posés par l'utilisation d'un système électromécanique sous une haute pression de confinement ont pu être résolus. L'ensemble que nous avons mis au point pourra facilement être adapté à la conduite d'expérience de traction et de cisaillement. Un prototype de four a été réalisé et permet la montée en température jusque 1000°C avec un faible gradient vertical de température dans la zone chaude. La méthode d'isolation thermique utilisée peut donc être considérée comme satisfaisante. Cependant l'expérimentation prolongée de ce prototype a permis de mettre en lumière certaines faiblesses :

- les enroulements de Kanthal vieillissent vite du fait de la charge superficielle élevée qu'ils supportent,
- le ciment réfractaire qui maintient les enroulements a tendance à se fracturer lors des décompressions rapides et doit être remplacé régulièrement.
- les contacts électriques situés sur la bague de sortie de courant supérieure du four (fig. 30) se détériorent rapidement et demandent à être révisés après chaque expérience.

Ces inconvénients pourront être écartés grâce à l'utilisation d'une technologie différente pour la réalisation de l'élément chauffant.

Une solution consisterait à projeter un métal (par exemple du molybdène) sur un mandrin d'alumine, puis à l'usiner en spirale et à le recouvrir, également par projection sous chalumeau à plasma, d'une couche d'alumine. La porosité de l'alumine projetée est telle qu'elle lui permet de supporter sans dommage les montées et les baisses rapides de température et de pression. De plus, le molybdène admet des charges superficielles très importantes et sa température de fusion élevée autoriserait une température maximale dans le four de 1500°C. Bien que très performante, cette solution procède d'une technologie complexe et donc onéreuse. De plus, le problème des amenées de courant reste difficile à résoudre dans ce cas.

Une autre solution plus simple et moins coûteuse consisterait à utiliser des éléments chauffants blindés du type thermocoax. La température maximale admissible ne serait dans ce cas que de 900°C, ce qui est très suffisant pour la majorité de nos expériences. Les amenées de courant pourraient être réalisées par des connections étanches standards et le problème des contacts serait alors résolu. De plus, les gaines de blindage résistent très bien aux sollicitations alternées de la pression et de la température : il n'y aurait donc pas à craindre de rupture prématurée de l'élément chauffant en service.

Pour la mesure et la régulation de température, il sera nécessaire d'ajouter à la chaîne existante un second thermocouple pour faciliter l'ajustement de la zone chaude au niveau de l'échantillon.

La mesure des déformations par la méthode digitale nous a donné entière satisfaction. Par contre, certains problèmes subsistent encore au niveau des capteurs de force. En particulier, après une décompression rapide, la résine epoxy utilisée pour coller les jauges ne revient à un état stable qu'après un temps relativement long et la mesure de la force est perturbée pendant toute la stabilisation. Il sera possible de remédier à cet inconvénient en utilisant, pour mesurer la déformation du corps d'épreuve, un capteur de déplacement du type LVDT. Celui-ci devra être conçu spécialement pour l'utilisation sous haute pression : les conducteurs devront être isolés sous soie et bobinés sur des matériaux peu compressibles.

## ANNEXE 1

### PRINCIPAUX CALCULS DE DIMENSIONNEMENT DE L'ENCEINTE

Le critère de limite élastique utilisé pour ce calcul est celui de Tresca. Ce critère est pessimiste. De plus, les calculs ne tiennent pas compte de l'augmentation de limite élastique due à l'écrouissage du matériau dans la zone soumise à la déformation plastique.

### CARACTERISTIQUES DE L'ENCEINTE

Diamètre extérieur 350 mm.

Diamètre intérieur initial : 91,5 mm.

Limite élastique du matériau : 100 kg/mm<sup>2</sup>

### PUISSANCE ELASTIQUE

D'après l'équation (28) :

$$P_e = \frac{\sigma_o}{2} \left(1 - \frac{1}{k^2}\right)$$

$$P_e = 0,466 \text{ GPa}$$

### PRESSION D'AUTOFRETTAGE TOTAL

D'après l'équation (2)

$$P_{a,t} = \sigma_o \text{ Lnk}$$

$$P_{a,t} = 1,344 \text{ GPa}$$

### PRESSION MAXIMALE D'AUTOFRETTAGE

Le rapport des diamètres est  $k = 3,83$ .

Donc, la pression maximale d'autofrettage est donnée par l'équation (72)

$$P_{a,m} = 2 P_e$$

$$P_{a,m} = 0,932 \text{ GPa.}$$

L'enceinte a été autofrettée à cette pression.

### RAYON DE LA ZONE PLASTIQUE

D'après l'équation (53) :

$$\sigma_o \text{ Lnk}_c + \frac{\sigma_o}{2} \left(1 - \frac{k_c^2}{k^2}\right) - P = 0$$

$$k_c = 1,70$$

$$c = 77,78 \text{ mm.}$$

DEPLACEMENT RESIDUEL A L'ALESAGE

D'après l'équation (69) :

$$u_{rés} = \frac{(1+\nu)(1-\nu)}{E} \sigma_o a \frac{k_c^2}{k_r} + \frac{(1-2\nu)(1+\nu)}{E} \sigma_o a k_r \left[ Kn \frac{k_c}{k_r} + \frac{1}{2} \left( \frac{k_r^2}{k^2} - 1 \right) \right]$$

$$- \frac{1+\nu}{E} a \frac{P}{k^2-1} \left[ (1-2\nu) k_r + \frac{k^2}{k_r} \right]$$

$$\underline{u_{rés} = 0,29 \text{ mm}}$$

## ANNEXE 2

### PRINCIPAUX CALCULS DE DIMENSIONNEMENT DU SEPARATEUR

Comme pour l'enceinte, les calculs sont menés avec le critère de Tresca et sans tenir compte de l'écroutissage.

### CARACTERISTIQUES DU CYLINDRE

Diamètre extérieur : 202 mm

Diamètre intérieur initial : 79 mm

Limite élastique du matériau : 100 kg/mm

### PUISSANCE ELASTIQUE

D'après l'équation (28) :

$$P_e = \frac{\sigma_0}{2} \left(1 - \frac{1}{k^2}\right)$$

$$P_e = 0,423 \text{ GPa}$$

### PRESSION D'AUTOFRETTAGE TOTAL

D'après l'équation (62)

$$P_{a,t} = \sigma_0 Lnk$$

$$P_{a,t} = 0,938 \text{ GPa}$$

### PRESSION MAXIMALE D'AUTOFRETTAGE

Le rapport des diamètres est  $k = 2,56$

Donc, la pression maximale d'autofrettage est donnée par l'équation (72) :

$$P_{a,m} = 2 P_e$$

$$P_{a,m} = 0,85 \text{ GPa}$$

Le cylindre a été autofretté à cette pression.

### RAYON DE LA ZONE PLASTIQUE

D'après l'équation (53)

$$\sigma_0 Lnk_c + \frac{\sigma_0}{2} \left(1 - \frac{k^2}{k_c^2}\right) - P = 0$$

$$\text{d'où } k_c = 1,835$$

$$c = 145 \text{ mm}$$

DEPLACEMENT RESIDUEL A L'ALESAGE

D'après l'équation (69) :

$$u_{rés} = \frac{(1+\nu)(1-\nu)}{E} \sigma_o a \frac{k_c^2}{k_r} + \frac{(1-2\nu)(1+\nu)}{E} \sigma_o a k_r \left[ L_n \frac{k_c}{k_r} + \frac{1}{2} \left( \frac{k_r^2}{k^2} - 1 \right) \right] - \frac{1+\nu}{E} a \frac{P}{k^2-1} \left[ (1-2\nu)k_r + \frac{k^2}{k_r} \right]$$

$$\underline{u_{rés} = 0,33 \text{ mm.}}$$

# ANNEXE 3

## CALCULS DE DIMENSIONNEMENT DU SURPRESSEUR

### DIMENSIONS DU CYLINDRE

- alésage :  $\phi = 38,15 \text{ mm}$
- diamètre extérieur :  $\phi = 90 \text{ mm}$
- épaisseur du fond :  $e = 35 \text{ mm}$ .

La pression de service étant faible, le cylindre est prévu pour ne fonctionner qu'en domaine élastique.

### PUISSANCE ELASTIQUE

Le critère utilisé est celui de Tresca

$$P_e = \frac{\sigma_0}{2} \left(1 - \frac{1}{k^2}\right) \text{ d'après l'équation (28)}$$

$$k = \frac{90}{38,15} = 2,36 \qquad P_e = 0,409 \text{ GPa}$$

### FATIGUE DU FOND

Calcul à la flexion :

$$T = \frac{P d_i^2}{6e^2} \quad \text{et} \quad f = \frac{P d_i^4}{96E e^3}$$

où T est le taux de travail maximum en flexion,

f est la flèche maximale

P est la pression interne

e est l'épaisseur du fond

$d_i$  est le diamètre intérieur du cylindre

E est le module d'Young du matériau.

$$T = 3,6 \text{ kg/mm}^2$$

Pour  $P = 0,1 \text{ GPa}$

$$f = 0,63 \text{ } \mu\text{m}$$

### Calcul au cisaillement

$$\tau = \frac{P d_i}{4e}$$

$$\text{pour } P = 1 \text{ kb} : \tau = 3,7 \text{ kg/mm}^2$$

Ces trois valeurs sont parfaitement acceptables pour un fonctionnement correct de l'appareil.

SURPESSION DANS LE JOINT :

La surface du joint est :

$$s = \frac{\pi}{4} (d_i^2 - d_j^2)$$

où  $d_j$  est le diamètre de l'alésage du joint :

$$s = 829 \text{ mm}^2$$

la pression dans le joint est donc :

$$p = \frac{\pi d_i^2}{4s} P$$

$$\frac{p}{P} = 1,38.$$

Pour une pression maximale de 0,1 GPa, la pression du niveau du joint ne peut donc excéder la puissance élastique.

CALCULS DE FONCTIONNEMENT

Les calculs de fonctionnement sont menés de la même manière que pour le séparateur (voir § I-2-2-2).

L'augmentation de pression dans l'enceinte pour un cycle du surpresseur est traduite par la relation :

$$\rho_i = \rho_{i-1} + \frac{V_s}{V_e} \rho_{o,i-1}$$

où  $V_s$  est le volume utile du surpresseur

$V_e$  est le volume de l'enceinte

$\rho_{o,i-1}$  est la densité du gaz admis dans le surpresseur en provenance de la bouteille

$\rho_i$  est la densité du gaz dans l'enceinte à la fin du cycle

$\rho_{i-1}$  est la densité du gaz dans l'enceinte en début du cycle.

La baisse de pression dans la bouteille par cycle de surpresseur est faible et peut être négligée en première approximation.

On peut donc écrire :

$$\rho_n = \rho_o \left(1 + \frac{V_s}{V_e}\right)^n$$

où  $\rho_o$  est la densité du gaz dans la bouteille,

$\rho_n$  est la densité du gaz dans l'enceinte sous pression,

$n$  est le nombre de cycles nécessaires pour pressuriser l'enceinte.

$$\text{Donc } n = \frac{V_e}{V_s} \frac{\rho_n - \rho_o}{\rho_o}$$

Ainsi, pour remplir un volume de 4 dm<sup>3</sup> sous une pression de 850 b à partir d'une bouteille à 170 b, le nombre de cycles nécessaires est :

$$n = 80.$$

De même, pour remplir le séparateur (370 cm<sup>3</sup>) avec le surpresseur à une pression de 850 b, il faudra un nombre de cycles :

$$n = 8.$$



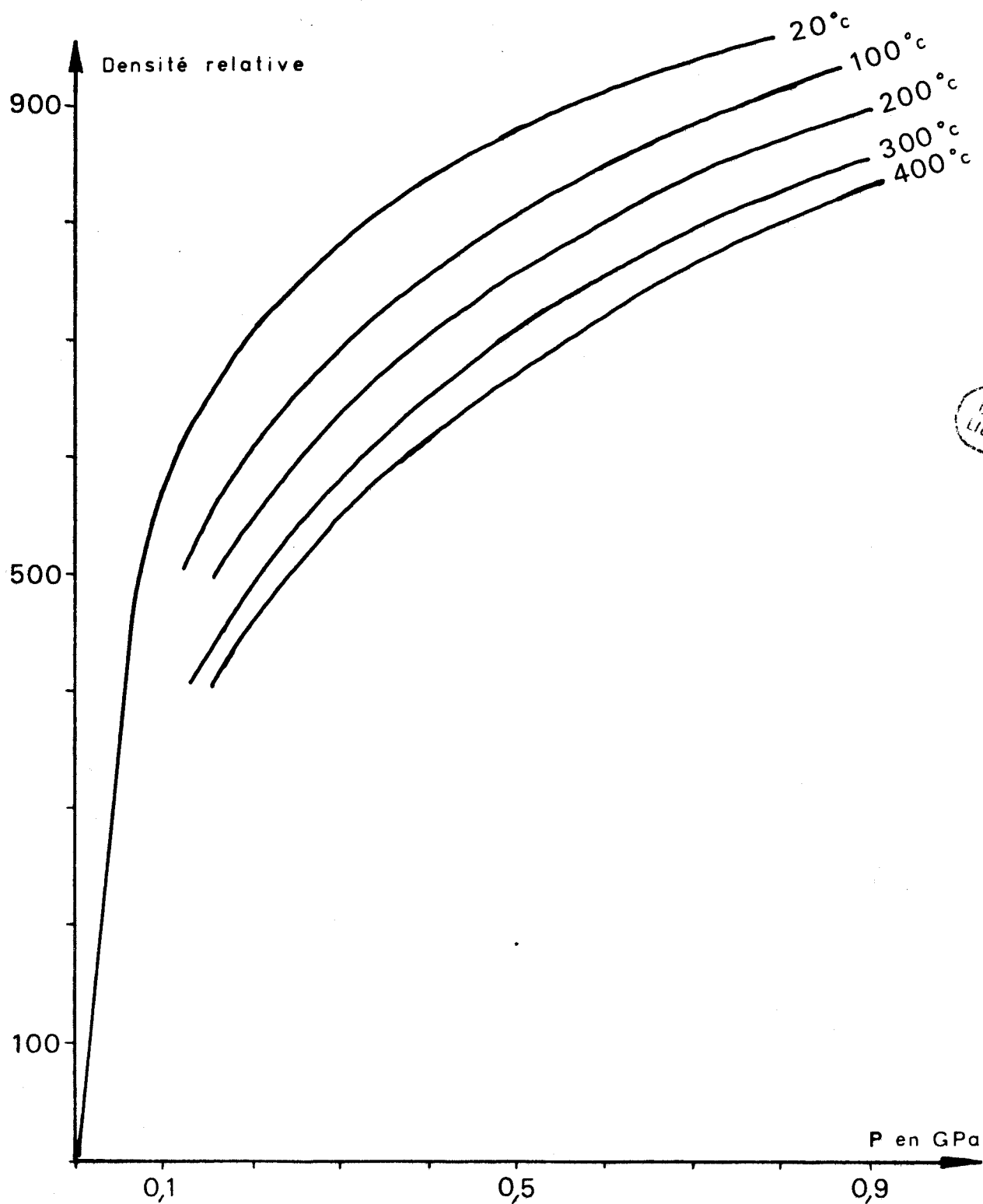
## EQUATION D'ETAT DE L'ARGON

Les courbes de cette annexe sont tirées de :

Molar volumes and thermodynamics properties of Argon at pressures up to 10 000 atm and temperatures up to 400°C.

by E.V. Polyakov and D.S. Tsiklis

Russian journal of physical chemistry (1967) vol. 41, n°9, p. 1278-1279.





ANNEXE 6

REDUCTIONS STANDARDS DES REDUCTEURS A.T.V.

Type 250

|        |         |          |
|--------|---------|----------|
| 26,264 | 54,096  | 137,592  |
| 27,016 | 55,800  | 144,550  |
| 27,789 | 57,575  | 152,113  |
| 28,583 | 59,425  | 160,363  |
| 29,400 | 61,356  | 169,400  |
| 30,240 | 63,373  | 179,340  |
| 31,104 | 65,481  | 190,326  |
| 31,994 | 67,688  | 202,533  |
| 32,910 | 70,000  | 216,176  |
| 33,854 | 72,424  | 231,525  |
| 34,827 | 74,970  | 248,920  |
| 35,831 | 77,646  | 268,800  |
| 36,866 | 80,463  | 291,738  |
| 37,935 | 83,432  | 318,500  |
| 39,039 | 86,566  | 350,127  |
| 40,180 | 89,880  | 388,080  |
| 41,359 | 93,388  | 434,466  |
| 42,579 | 97,108  | 492,450  |
| 43,842 | 101,062 | 567,000  |
| 45,150 | 105,270 | 666,400  |
| 46,505 | 109,760 | 805,560  |
| 47,911 | 114,558 | 1014,300 |
| 49,369 | 119,700 | 1362,200 |
| 50,884 | 125,222 | 2058,000 |
| 52,458 | 131,169 | 4145,400 |



Type 500

|             |               |             |
|-------------|---------------|-------------|
|             | 51,781        | 131,896     |
| 25,697      | 53,187        | 137,619     |
| 26,333      | 54,642        | 143,765     |
| 26,984      | 56,151        | 150,384     |
| 27,650      | 57,716        | 157,533     |
| 28,333      | 59,339        | 165,277     |
| 26,032      | 61,025        | 173,695     |
| 29,75 EXACT | 62,777        | 182,878     |
| 30,485      | 64,6 EXACT    | 192,936     |
| 31,239      | 66,496        | 204 EXACT   |
| 32,012      | 68,472        | 216,228     |
| 32,807      | 70,531        | 229,814     |
| 33,622      | 72,681        | 245 EXACT   |
| 34,459      | 74,925        | 262,083     |
| 35,319      | 77,272        | 281,444     |
| 36,203      | 79,728        | 303,571     |
| 37,112      | 82,301        | 329,102     |
| 38,047      | 85 EXACT      | 358,888     |
| 39,009      | 87,833        | 394,090     |
| 40 EXACT    | 90,811        | 436,333     |
| 41,019      | 93,947        | 487,962     |
| 42,070      | 97,252        | 552,5 EXACT |
| 43,153      | 100,740       | 635,476     |
| 44,270      | 104,428       | 746,111     |
| 45,423      | 108,333       | 901 EXACT   |
| 46,612      | 112,474       | 1133,333    |
| 47,841      | 116,875 EXACT | 1520,555    |
| 49,111      | 121,559       | 2295 EXACT  |
| 50,423      | 126,555       | 4618,333    |



## BIBLIOGRAPHIE

- [ 1 ] ANDRAE G. (1974). - The effects of hydrostatic pressure on electric resistance strain gauges. *Mater. Test.* Vol. 16, n° 2, p. 98-102.
- [ 2 ] ATANOV Yu.A. et IVANOVA E.M. (1971). - High pressure measurements with manganin pressure gauges. *Izmer Tekh (USSR) - Transl. Meas. Tech. (USA)*, Vol. 14, n° 2, p. 247-250 (1971).
- [ 3 ] BELL P.M. et WILLIAMS D.W. (1971). - Pressure calibration in piston-cylinder apparatus at high temperature in *Research techniques for high pressure and high temperature*, Ed. Gene C. Ulmer - Springer-Verlag, Berlin - Heidelberg, New-York.
- [ 4 ] BIRCH F., ROBERTSON E.C., CLARK S.P. Jr (1957). - Apparatus for pressure of 27 000 bars and temperatures of 1400°C. *High pressure*, vol. 49, n° 12 p. 1965-1966.
- [ 5 ] BIRKS A.W. et LUDLOW C. (1969). - A strain gauge load cell for the measurement of compressive loads under conditions at high hydrostatic pressure. *Strain*. vol. 5, n° 4, p. 218-220.
- [ 6 ] BLAIR J.S. (1950). - Stresses in tubes due to internal pressure. *Engg. London*. S 218.
- [ 7 ] BOETTCHER A.L. et KERRICKS D.M. (1971) - Temperature calibration in cold seal pressure vessels in *Research techniques for high pressure and high temperature*. Ed. Gene C. Ulmer - Springer-Verlag, Berlin - Heidelberg, New-York.
- [ 8 ] BRACE W.F. (1964). - Effect of pressure on electric-resistance strain gages. *Exp. Mechanics*, vol. 4, n° 7, p. 212-216.
- [ 9 ] BRIDGMAN P.W. (1912). - The measurements of hydrostatic pressures up to 20 000 kilograms per square centimeter. *Proc. of American. Ac. of Arts and Sciences*. Vol. 47, p. 321.
- [ 10 ] BRIDGMAN P.W. (1949). - The Physics of high pressure. Ed. George Bell and Sons, Ltd, London.
- [ 11 ] BRIDGMAN P.W. (1949). - Linear compression to 30 000 kg/cm<sup>2</sup> including relatively incompressible substances. *Proc. of the American Academy of Arts and Science*. Vol. 77, n° 6, p. 187-234.
- [ 12 ] BRIELLES J., VIDAL D., MALBRUNOT P. (1973). - Electrical connection for accurate temperature measurement with thermocouple under high pressure. *J. of Physics (E)*. Vol. 6, n° 7, p. 609-610.
- [ 13 ] BROWNELL L.E., YOUNG E.H. (1959). - Process equipment design. Ed. Y. Wiley and Sons, New-York.
- [ 14 ] BUNDY F.P. (1962). - General principles of high pressure apparatus design in *Modern very high pressure techniques*. Ed. R.H. Wentorf, Jr, PhD, London Butterworths.
- [ 15 ] CHENG V.M., ALLEN P.C., LAZARUS D. (1975). - Pressure coefficient of thermoelectric power of platinum/platinum 10 % rhodium and Chromel/Alumel thermocouples. *Appl. Phys. Lett.* vol. 26, n° 1, p. 6-7.
- [ 16 ] COMINGS E.W. (1956). - High pressure technology. Ed. Mc Graw-Hill Book Company, inc. New-York, Toronto, London.

- [ 17 ] CROSSLAND A.S., JORGENSEN M., BONES J.A. (1958). - The strenght of thick walled cylinders. *ASME Paper*. n° 58 PET 20.
- [ 18 ] DARLING H.E. et NEWHALL D.H. (1952). - A high pressure wire gage using gold-chrome wire. *ASME High pressure measurement*. p. 14-17.
- [ 19 ] DECKER D.L. (1975). - Proposed thermodynamic pressure scale for an absolute high pressure calibration. *J. Appl. Phys. (D)*. vol. 2, n° 12, p. 1675-1680.
- [ 20 ] DIATSCHENKO V., CHU C.W. (1975). - Smal effect of hydrostatic pressure on the E.M.F. of the Chromel-Alumel thermocouple between 4,2 to 300 k. *Rev. Sci. Instrum.* vol.46, n° 9, p. 1291-1292.
- [ 21 ] EPAIN R. (1958). - La résistance des réservoirs pour hautes pressions. *La Métallurgie*. vol. 90, n° 1, n° 2, n° 4.
- [ 22 ] FAUPEL J.A. (1955). - Yield and bursting characteristics of heavy wall cylinders. *ASME paper*. n° 55 PET-1.
- [ 23 ] FREUD P.J., ROTHBERT G.M. (1973). - Thermal conductivity cell as a pressure gauge. *Rev. Sci. Instrum.* vol. 44, n° 6, p. 769.
- [ 24 ] FUNG P.K. (1975). - Instrumentation for measuring load and deformation under high pressure. *Exp. Mechanics*. vol. 15, n° 2, p. 61-66.
- [ 25 ] FURBECK A.R. (1952). - Influence of residual stress on behaviour of thick wall closed-end cylinder. *ASME Paper*. n° 52, II RD-9.
- [ 26 ] GETTING I.C. et KENNEDY G.C. (1970). - The effect of pressure on the e.m.f. of Chromel-Alumel and Platinum-Platinum 10 % Rhodium thermocouples. *J. Appl. Physics*. vol. 41, p. 4552-4561.
- [ 27 ] GORDON R.C. et MIKE L.F. (1967). - Measurements of mechanical properties of solids at high pressures. *Rev. of Sci. Instrum.* vol. 38, n° 4, p. 541-546.
- [ 28 ] GORCE W.S., Mc DOWELL B., SCOTT T.A. (1965). - Seals for low temperatures, high pressures systems. *Rev. of Sci. Instrum.* vol. 36, p. 99-101.
- [ 29 ] GRIGGS D. et MILLER W.B. (1951). - Deformation of Yule Marble Part. 1 : compression and extension experiments on dry yule marble at 1000 atm. *Bulletin of geological society of America*. vol. 62, p. 853-862.
- [ 30 ] HAMMONS B.E. (1971). - High pressure low temperature electrical feedthroughs. *Rev. Sci. Instrum.* vol. 42, n° 12, p. 1889-1890.
- [ 31 ] HANDIN J. (1952). - An application of high pressure in geophysics : experimental rock deformation. *ASME. High pressure measurement*. p. 18-27.
- [ 32 ] HENRY J.P. (1976). - Exercices d'élasticité. Ed. DUNOD.
- [ 33 ] HOLLOWAY J.R. (1971). - Internally heated pressure vessels in *Research techniques for high pressure and high temperature*. Ed. Gene C. Ulmer. Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg, New-York.
- [ 34 ] JOHNSON D.P. et Newhall D.H. (1952). - The piston gage as a precise pressure measuring instrument. *ASME. High pressure measurement*. p. 4-13.
- [ 35 ] LICHTENBERGER André. (1973). - Contribution à l'étude de capteurs piézorésistifs minces à base de Manganin : application aux ondes de choc. *Thèse soutenue à l'Université de Besançon*.

- [ 36 ] LIEBENBERG D.H., MILLS R.L., BRONSON J.C. (1974). - High pressure apparatus for simultaneous adiabatic and isothermal compressibility measurements : Data on Argon to 13 kb. *J. Appl. Physics*. vol. 45, n° 2, p. 741-747.
- [ 37 ] MACRAE A.E. (1930). - Overstrain of metals. *London. H.M. Stationary office*.
- [ 38 ] MANNING W.R.D. (1951). - Strength of cylinders. *Ind. Engg. Chem. Bd* 49, n° 12, p. 1969.
- [ 39 ] MENDELSON A. (1961). - Plasticity theory and applications. *Ed. Librairie Polytechnique. Ch. Beranger*.
- [ 40 ] MILLIGAN R.V. (1965). - The effects of high pressure on foil strain gages on convex and concave surfaces. *Experimental Mechanics*. vol. 5, n° 2, p. 59-64.
- [ 41 ] MORRIS E.C. (1976). - High pressure measurement with manganin gauges. *Austr. J. instrum. and control*. vol. 32, n° 4, p. 77-80.
- [ 42 ] MUNRO D.C. (1963). - Production and measurement of high pressures in *High pressure physics and chemistry*. Ed. R.S. Bradley. *Academic press, London and New-York*.
- [ 43 ] NAKAFUKU C., TAKAMIZAWA K., TAKEMURA T. (1976). - New pressure calibration technique of manganin gauge by microthermal analysis of Mercury. *Rev. Sci. Instrum.* vol. 47, n° 2, p. 232-235.
- [ 44 ] NEWITT D.M. - The design of high pressure plant and the properties of fluids at high pressure. *Ed. Clarendo press. Oxford (England)*.
- [ 45 ] NIEMEIER B.A. (1952). - Seals to minimize leakage at higher pressure. *ASME. High pressure measurement*. p. 73-83.
- [ 46 ] OGUSHI A. (1970). - Influence of high hydrostatic pressure on the characteristics of the magnetostrictive cell. *Trans. Mat. Res. Inst. Met. (Japan)*. vol. 12, n° 5, p. 182-185.
- [ 47 ] PAE K.D., SILANO A.A. (1977). - Electromechanical high pressure torsion apparatus. *Rev. Sci. Instrum.* vol. 48, n° 3, p. 307-311.
- [ 48 ] PAUREAU J. (1975). - Nouveau dispositif d'étanchéité pour hautes pressions. *Rev. Phys. appliquée*. vol. 10, n° 6, p. 475-478.
- [ 49 ] PUGH H.L.D. et GREEN D. (1956). - Behaviour of materials under high hydrostatic pressure - Part. 2 : tensile and torsion test M.E.R.L. plasticity report n° 128. East Kilbride, Glasgow. *Mechanical engineering research laboratory*.
- [ 50 ] ROBIN S. (1953). - La dissolution dans les gazs comprimés. *J. phys. rad.* vol. 14, p. 330 à 344.
- [ 51 ] SCHOCK R.N. et DUBA A.G. (1973). - Pressure effects on the response of foil strain gages. *Exp. mech.* vol. 13, n° 1, p. 43-44.
- [ 52 ] SPETZLER H. SCHREIBER E., NEWBEGGING D. (1969). - Leak detection in high pressure gaz system. *Rev. Sci. Instrum.* vol. 40, n° 1, p. 183-184.
- [ 53 ] STANKIEWICZ J., WHITE R.L. (1971). - Carbon resistors as pressure gauges. *Rev. Sci. Instrum.* vol. 42, n° 7, p. 1067-1068.
- [ 54 ] STEELE W.A., WEBB W. (1963). - Compressibility of liquids in *High pressure physics and chemistry*. Ed. R.S. Bradley. *Academic press London and New-York*.

- [ 55 ] STRONG H.M. (1962). - High temperatures methods at high pressure in *Modern very high pressure techniques*. Ed. R.H. Wentorf, Jr, PhD. London, Butterworths
- [ 56 ] TAN D.K.L. (1970). - Simple teflon-sealed thermocouples for high pressure and vacuum systems. *Rev. Sci. Instrum.* vol. 41, n° 1, p. 143-143.
- [ 57 ] TERRY R.E. et RUOFF A.L. (1972). - Improved electrical leads for high pressure systems. *Rev. Sci. Instrum.* vol. 43, n° 9, p. 1379-1380.
- [ 58 ] TIMOSHENKO S. et GOODIER J.N. (1961). - Théorie de l'élasticité. Ed. Librairie polytechnique, Ch. Beranger.
- [ 59 ] VANDER HART D.L. (1974). - Low capacitance electrical feedthrough on simple reuseable closure seal for hydrostatic pressures to 7 kbar and temperature to 200°C : application to NMR. *Rev. Sci. Instrum.* vol. 45, n° 1, p. 111-113.
- [ 60 ] VODAR B. et SAUREL J. - Mesures sous hautes pressions. *Techniques de l'Ingénieur R.* 4050.
- [ 61 ] VODAR B. et SAUREL J. (1963). - The properties of compressed gases in *High pressures physics and chemistry*. Ed. R.S. Bradley. Academic press, London and New-York.
- [ 62 ] WHALLEY E. et LAVERGNE A. (1972). - An air-driven oil pump, a valve, and a connector for 20 kbar. *Rev. Sci. Instrum.* vol 43, n° 4, p. 596-599.
- [ 63 ] WHALLEY E. et LAVERGNE A. (1976). - Modified insupported area hydraulic seal for pressure of 50 kbar. *Rev. Sci. Instrum.* vol. 47, n° 1, p. 136-137.
- [ 64 ] WRIGHT P.W. - An improved frozen-oil seal for gas pressure cell. *J. Physics (E)*. vol. 8, n° 2, p. 88-89.
- [ 65 ] WYLLIE P.J. (1963). - Applications of high pressure studies to the earth sciences in *High pressure physics and chemistry*. Ed. R.S. Bradley. Academic press, London and New-York.
- [ 66 ] YOSHIDA et OGUCHI A. (1969). - On an apparatus for tensile testing under high hydrostatic pressure. *Trans. Nat. Res. Inst. Met. (Japan)*. vol. 11, n° 6, p. 347-352.



## LISTE DES FIGURES

- Figure 1 Définition du cylindre et du système de coordonnées.
- Figure 2 Conditions d'extrémités.
- Figure 3 Répartition des contraintes dans un cylindre élastique.
- Figure 4 Hypothèse de l'écrouissage linéaire.
- Figure 5 Pression interne amenant l'écoulement plastique jusqu'au rayon  $c$ .
- Figure 6 Répartition des contraintes radiales et tangentielles pendant l'autofrettage.
- Figure 7 Répartition de la contrainte axiale pendant l'autofrettage.
- Figure 8 Répartition des contraintes résiduelles.
- Figure 9 Coupe de l'enceinte.
- Figure 10 Obturateur muni d'un joint de Bridgman.
- Figure 11 Joint de Bridgman avec dispositif anti-extrusion.
- Figure 12 Différents types de joints utilisés en haute pression.
- Figure 13 Passage de courant étanche à un conducteur.
- Figure 14 Passage étanche pour thermocouple thermo-coax.
- Figure 15 Passage étanche multiconducteurs.
- Figure 16 Joint métallique "cône sur cône".
- Figure 17 Circuit haute pression.
- Figure 18 Principe de multiplicateur Harwood.
- Figure 19 Tête haute pression du multiplicateur Harwood.
- Figure 20 Coupe du séparateur.
- Figure 21 Courbes de mise en pression de l'enceinte avec le séparateur seul.
- Figure 22 Nombre de cycles de séparateur nécessaires pour atteindre la pression de 0,7 GPa en fonction de la pression d'aspiration.
- Figure 23 Surpresseur d'Argon.
- Figure 24 Tête haute pression du surpresseur d'Argon.

- Figure 25 Machine d'essais interne.
- Figure 26 Principe du réducteur planétaire.
- Figure 27 Principe de l'inverseur.
- Figure 28 Dispositif de compression inversé (1er modèle).
- Figure 29 Dispositif de compression inversé (2ème modèle).
- Figure 30 Coupe du four.
- Figure 31 Chaîne de régulation et de mesure associée au four.
- Figure 32 Influence de la pression sur la répartition des températures dans le four.
- Figure 33 Influence d'un déséquilibre des enroulements sur la répartition des températures dans le four.
- Figure 34 Influence de la pression sur la réponse en puissance du four.
- Figure 35 Dispositif d'étalonnage des jauges au manganin.
- Figure 36 Enceinte de mesure pour les jauges au manganin.
- Figure 37 Courbes d'étalonnage des jauges au manganin.
- Figure 38 Principe du capteur inductif de déplacement.
- Figure 39 Influence de la pression sur la réponse du capteur inductif de déplacement.
- Figure 40 Elasticité de la machine.
- Figure 41 Géométrie des compressiomètres.
- Figure 42 Etalonnage des compressiomètres.
- Figure 43 Influence de la pression sur l'équilibre électrique des compressiomètres.
- Figure 44 Influence de la pression sur le coefficient d'étalonnage des compressiomètres.
- Figure 45 Principe de l'asservissement en fluage.
- Figure 46 Principe d'un gradateur.
- Figure 47 Circuit d'élaboration du signal d'erreur.
- Figure 48 Circuit d'élaboration de  $e_m$  et  $-e_m$ .
- Figure 49 Circuit intégrateur.
- Figure 50 Circuit logique de commande de l'intégrateur.
- Figure 51 Chemin logique de l'asservissement en fluage.