

II. — PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS ET MESURES.

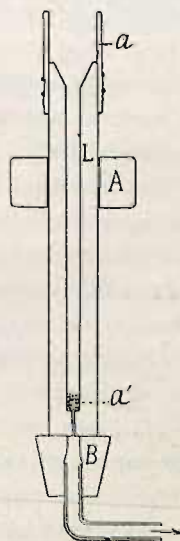
Deux méthodes de préparation des échantillons. Mesure de la résistance électrique et de sa variation. Mesure du pouvoir thermo-électrique et de sa variation. Mesure de la force électromotrice de dissolution. Micrographie.

Les études des propriétés électriques ont été faites sur des barreaux coulés, la fragilité de la majeure partie des alliages ne permettant par leur étirage en fils. La forme de ces barreaux permettait l'exécution de toutes les mesures sur le même échantillon.

Pour la préparation, je me suis servi concurremment de deux méthodes. La première donnait des échantillons pour l'étude générale, alors que la deuxième plus précise, mais aussi plus délicate, les fournissait pour le contrôle.

Première méthode. — Les métaux entrant dans la composition de l'alliage, pesés à un centigramme près, étaient fondus dans un four Meker, chauffé par un mélange de gaz et d'air comprimé. La fusion se faisait sous une couche d'un mélange équimoléculaire de chlorure de sodium et de potassium, dans un creuset en terre réfractaire brasqué d'alumine, ou dans un creuset en charbon graphité (pour les alliages de magnésium).

Le métal fondu était coulé dans une lingotière aspirante, dont le schéma est reproduit sur la figure 20. Cette forme



L, lingotière; A, anneau de serrage; B, bouchon en caoutchouc; a et a', amiante.

particulière était nécessaire pour augmenter la vitesse de la coulée des alliages peu fluides et pour empêcher ainsi leur solidification prématurée. La lingotière (L) avait 15^{cm} de long, 5^{mm} de diamètre intérieur et finissait par un tube de 1^{mm} de diamètre. Ce tube reliait la lingotière à une trompe à eau par l'intermédiaire d'un bouchon tubulaire en caoutchouc (B) sur lequel la lingotière était appliquée. Une couronne en amiante (*a*) permettait de verser rapidement l'alliage, alors qu'un tampon en amiante (*a'*) empêchait sa pénétration dans le tube étroit. Un anneau (A) assurait à l'aide d'une vis le serrage de la lingotière.

Deuxième méthode. — Pour préparer les échantillons de contrôle servant surtout à vérifier les propriétés des composés définis, j'ai employé une méthode différente.

Pour la fusion était employé un four à résistance électrique, système Guntz ⁽¹⁾, dont la température pouvait facilement être maintenue constante à 10° près. Un tube en porcelaine vernie traversait le four et permettait d'y faire le vide au $\frac{1}{1000}$ de millimètre à l'aide d'une trompe de Berlemont (méthode de Springel, remontage de mercure de Verneuil). Un couple Le Chatelier à 10 pour 100 de rhodium indiquait directement la température du four sur un galvanomètre calibré pour le couple.

Après une première fusion dans ce four, l'alliage, dont l'homogénéité pouvait être insuffisante, était cassé en petits morceaux et remis dans le four. Contre ces morceaux butait un tube en silice, long de 15^{cm}, d'un diamètre intérieur de 5^{mm}, et fermé à son extrémité supérieure. Le vide se faisait à froid dans le four et, par conséquent, dans le tube en silice. Le four était chauffé ensuite, et le tube en silice s'enfonçait en partie dans l'alliage

(1) GUNTZ, *Bull. Soc. chim.*, t. XXVII, 1902, p. 153.

fondu par son extrémité ouverte. Il suffisait donc de faire entrer dans le four un gaz inerte, du CO^2 sec, dans la circonstance, pour que sa pression fasse entrer l'alliage dans le tube en silice qui était alors retiré et trempé dans de l'eau froide. Le prix élevé des tubes en silice et l'attaque superficielle de ces tubes par les alliages riches en aluminium (ou en magnésium) présentent les inconvénients de cette méthode.

Les deux méthodes permettent de conserver très sensiblement la composition synthétique des alliages. Les analyses faites pour rendre compte du degré de leur précision ont montré que les différences entre la synthèse et l'analyse ne dépassent pas 0,4 pour 100 pour la première méthode, et sont de l'ordre de grandeur des erreurs de l'analyse pour la deuxième méthode.

Les mesures faites sur les barreaux obtenus par une de ces méthodes et refroidis brusquement après la coulée, donnaient les valeurs pour l'alliage trempé.

Pour recuire, on plaçait les barreaux dans le vide du four à résistance où on les chauffait pendant 4-5 heures à une température inférieure d'une cinquantaine de degrés à leur point de fusion commençante; ensuite, on les refroidissait très lentement.

Résistance électrique. — La résistance électrique des échantillons, qui avait de 50 à 5000 microhms a été mesurée par un pont de Thomson. Les fils pour la dérivation du courant étaient fixés sur l'échantillon à l'aide d'une prise de courant en forme d'anneau et ne communiquant avec l'échantillon que par une vis de pression pointue, le reste de la prise du courant étant isolé. La position de la dérivation sur le barreau correspondait ainsi exactement à la position des vis et pouvait être facilement déterminée. J'ai adopté cette disposition surtout à cause de la difficulté des soudures sur les alliages d'aluminium.

Les mesures de la résistance ont été effectuées à des températures fixes 0° et 100°. Les échantillons enfermés dans des tubes en verre mince demandaient de 10 à 15 minutes pour prendre la température ambiante, ce qui aurait rendu très inexactes les mesures à température variable.

La section moyenne des barreaux était calculée en l'assimilant à une ellipse, dont les deux axes étaient déterminés à l'aide d'une vis de Palmer à 0^{mm},01 près.

La conductivité spécifique est définie comme l'inverse de la résistance en microhms d'un centimètre cube à 0°. Dans les Tableaux et sur les diagrammes ces valeurs ont été multipliées par 100.

Le coefficient de température de la résistance représente l'augmentation moyenne de la résistance pour 1° entre 0° et 100°, rapportée à la résistance à 0°.

Sur les diagrammes de la conductivité et du coefficient de température, la ligne continue correspond aux alliages recuits, la ligne en pointillé aux alliages trempés.

Pouvoir thermo-électrique. — La force thermo-électrique des alliages était mesurée par la déviation d'un galvanomètre Déprez-d'Arsonval, dont on connaissait la résistance (199,6 ohms) et la constante (22 megohms). La résistance des échantillons étant négligeable vis-à-vis de celle du cadre du galvanomètre, les forces électromotrices étaient très approximativement proportionnelles aux déviations. La force électromotrice a été mesurée entre 0° et + 100° et entre 0° et — 78°, cette dernière température étant obtenue par un mélange d'acide carbonique solide avec de l'acétone. Les valeurs obtenues permettent de déduire les coefficients du pouvoir thermo-électrique exprimé par une fonction linéaire,

$$\frac{dE}{dt} = A + Bt.$$

Le pouvoir thermo-électrique mesuré par rapport au

cuivre a été rapporté ensuite au plomb, le pouvoir thermo-électrique du fil de cuivre par rapport au plomb étant

$$\frac{dE}{dt} = 2,88 + 0,0098 t.$$

Les valeurs du pouvoir thermo-électrique sont données en microvolts.

Sur les diagrammes du pouvoir thermo-électrique et de sa variation, la ligne continue correspond aux alliages recuits, la ligne en pointillé aux alliages trempés.

Force électro-motrice de dissolution. — La force électro-motrice de dissolution des alliages a été mesurée dans une dissolution saturée de chlorure d'ammonium auquel furent ajoutés quelques (2 à 3) pour 100 de sels des deux métaux entrant dans l'alliage. Comme anode, servait une plaque de charbon graphité, dépolarisée par du bioxyde de manganèse. Au commencement et à la fin de chaque essai, la force électromotrice de la pile a été vérifiée par un échantillon type et des corrections correspondantes furent faites. La force électromotrice de la pile a été mesurée directement par un voltmètre donnant 0,01 de volts. La valeur maxima et les valeurs minima de la force électromotrice ont été notées. Ces valeurs sont exprimées en volts.

Lorsque les alliages sont homogènes, les différences produites par la trempe dans leur force électromotrice de dissolution sont inférieures aux erreurs expérimentales, je me suis donc borné à indiquer les valeurs obtenues pour les alliages recuits.

Sur les diagrammes de la force électromotrice de dissolution, la ligne continue correspond aux valeurs maxima la ligne en pointillé aux valeurs minima.

Micrographie. — La micrographie est un auxiliaire indispensable pour l'étude des alliages, quelle que soit la méthode principale employée pour cette étude. Dans

mon travail la micrographie a été faite, à l'aide d'un microscope Le Chatelier, sur tous les échantillons ayant servi à l'étude des propriétés électriques. Pour la reproduction photographique, ces échantillons furent refondus et refroidis lentement pour augmenter la grosseur des cristaux. Je n'ai reproduit, dans ce Mémoire, qu'un petit nombre de micrographies obtenues, en choisissant surtout celles qui concernaient les composés définis nouvellement trouvés ou démentis.

En plus de la micrographie des échantillons, j'ai fait la micrographie des filiations des métaux correspondants. Le principe des filiations, qui a été indiqué par M. H. Le Chatelier ⁽¹⁾, consiste à superposer à l'état fondu, pendant quelques minutes, deux métaux dans l'ordre de leur densité. La diffusion d'un métal dans l'autre permet alors d'obtenir dans le même lingot toute la série d'alliages que ces métaux sont capables de former. La simplicité de la méthode et la netteté des résultats auxquels elle permet d'arriver la destinent à rendre des services appréciables, aussi bien dans l'étude préliminaire, que dans le contrôle des résultats obtenus par d'autres méthodes.

Dans toutes les études micrographiques, m'ont été d'une grande utilité les conseils avisés de M. G. Le Grix, à qui je dois ici des remerciements amicaux et sincères.

(1) H. LE CHATELIER, *Bull. Soc. Encour.*, 5^e série, t. VI, 1900, p. 365.