L'Act. Chim. (H) 1996,5, 54-56

Léon Hulin (1861-1939) un pionnier de l'industrie électrolytique française

Gilbert Delaunay*

Léon Hulin (1861-1939), a pioneer of the french electrolytical industry

This paper is a short biography of the french inventor P. L. Hulin (1861-1939) who participated in the first developments of the french electrolytical industry and contributed, through many patents, in the emergence and in the development of several electrolytical process to which his name remains attached, mainly in the field of fused media (aluminium, sodium, other light metals, etc.). This biography recalls the main steps of the career of the inventor, indicates who were his close collaborators and outlines the conditions, the diversity and the scope of the industrial subjects which were treated by him.

Histoire de l'électrolyse industrielle, préparation électrolytique de l'aluminium, préparation électrolytique de la soude caustique.

History of the industrial electrolysis, electrolytical preparation of aluminium, electrolytical preparation of caustic soda.

Léon Hulin (Paul-Léon Hulin pour l'état civil) est né le 1er juin 1861 à Ézy-sur-Eure (Eure). Après de bonnes études secondaires au Collège des Frères, à Dreux, son père estime que son bagage est suffisant pour qu'il puisse lui succéder ultérieurement dans son petit atelier de micro-mécanique, à Ézy. On peut supposer que c'est là qu'il acquiert, à la seule lecture des publications spécialisées de l'époque, les connaissances scientifiques qui vont lui permettre ensuite de se hisser au niveau des ingénieurs ayant fréquenté les grandes écoles. Toujours est-il qu'il s'y trouve rapidement à l'étroit. Il répond donc à une offre d'emploi de la Maison Carré, à Gentilly, dans la région parisienne, entreprise spécialisée dans la fabrication des fours électriques pour divers alliages et dans celle des charbons artificiels.

La naissance de l'industrie électrochimique française allait alors déterminer sa carrière, pour finalement le faire apparaître comme l'un des inventeurs pionniers de l'industrie électrochimique et électrométallurgique, et inscrire son nom parmi les précurseurs français de cette industrie

C'est alors qu'il est employé dans l'entreprise Carré, qu'il fait la connaissance de Paul Héroult, normand comme lui, avec qui il sympathise. Ce dernier, qui avait déposé en avril 1886 son premier brevet, sous le titre *Procédé électrolytique pour le préparation de l'aluminium*, éprouve beaucoup de difficultés à obtenir de la Maison Carré des charbons de 70 mm qu'il considérait comme indispensables à la puissance - pourtant bien réduite - qu'il employait. La houille blanche commençait alors à pénétrer dans les Alpes. Il demande à Léon Hulin de se joindre à ses recherches (1889), dans une petite usine installée à Froges (Isère), et comportant une chute de 800 ch. Les premières marmites, dites « creusets d'Héroult », inspirées du brevet Kiliani, souffraient des insuffisances de dimension et de résistance des électrodes, dont Léon Hulin améliore donc la fabrication, jusqu'à ce que soient mises au point les premières cuves à anodes multiples, en 1891.

C'est à l'occasion de ces travaux, alors qu'Héroult, en tentant d'ajouter du plomb au procédé initial d'électrolyse de l'aluminium, n'avait obtenu qu'un alliage considéré par lui comme sans intérêt, que L. Hulin tire de ce résultat inattendu sa première idée pour la fabrication des alliages de sodium.

Cette collaboration avec Paul Héroult se poursuivit jusqu'à la mort prématurée de ce dernier, et bien au-delà puisqu'on retrouve à nouveau des recherches et des brevets sur cette fabrication, de 1927 à 1932, dont notamment :

– *Perfectionnements à la préparation électrolytique des métaux légers* (1928)

* 471, route de Saint-Saturnin, 73000 Bassens. Tél. : 79.85.96.29.

(il s'agissait de métaux comme le magnésium, le glucinium, etc.) ;
– *Perfectionnements aux appareils d'électrolyse pour l'affinage de l'aluminium ou opérations similaires* (1928) ;
– *Perfectionnements au raffinage électrolytique de l'aluminium* (1929) ;
– *Appareils d'électrolyse pour l'obtention d'aluminium raffiné* (1930).

Les expérimentations sont réalisées, pour l'essentiel, à l'usine de Saint-Jean-de-Maurienne, sous la conduite de l'ingénieur Gadeau, et à Rioupéroux, avec les hauts et les bas que connaissent nécessairement ce genre de travaux ; mais le 8 juin 1932, L. Hulin peut écrire à la direction des Usines Électro-Métallurgiques, à Paris : « [...] *Monsieur Gadeau m'annonce qu'il a obtenu un lot déjà valable de métal raffiné, titrant 99,94* [...] ». Quelques jours plus tard, douze lingots du précieux métal seront envoyés à Paris, avec une note indiquant qu'il est maintenant possible de passer à l'échelle industrielle. Fort de ce résultat, il en profite d'ailleurs pour réclamer les moyens nécessaires concernant la fabrication et le raffinage du glucinium.

C'est en effet, en parallèle, qu'il conduit des recherches sur ce métal (le béryllium) - essentiellement demandé pour les besoins militaires -, lesquelles l'ont déjà amené à déposer le brevet intitulé *Traitement du béryl et extraction du glucinium*. Il ne pourra malheureusement pas conduire ces recherches jusqu'à leur terme, mais les fabrications vont cependant s'installer progressivement, notamment celle de l'alliage cupro-béryllium, dont Daniel Dequier [1] pourra dire « [...] *qu'il fit les beaux jours de l'usine de La Praz jusqu'à sa fermeture* ».

De la préhistoire de l'aluminium, ainsi qu'il qualifiait lui-même la période de tâtonnements vécue à Froges, jusqu'à l'ère pré-industrielle, c'est donc plus de quarante années de patientes recherches pour améliorer les techniques de fabrication de l'aluminium, que Léon Hulin conduisit dans divers établissements, justifiant ainsi le nom de « Service Hulin » donné à un service spécialisé de Saint-Jean-de-Maurienne et qui perdura jusqu'en 1946.

Pendant toute cette époque des pionniers de l'industrie électrochimique et électro-métallurgique, sa véritable passion pour les procédés électrolytiques va le conduire à un parcours extrêmement dense, où les difficultés ne manqueront pas, parfois les échecs, dont il saura tirer des éléments positifs, avec un foisonnement d'inventions, dont quelques-unes furent à la base de fabrications industrielles de première importance.

Alors qu'il travaille donc à Froges, avec Paul Héroult, l'un des administrateurs de la société, M. Vieilhomme, le met en relations avec Aimable Matussière, désireux de créer une entreprise pour son fils, Louis Matussière, et son gendre M. Forest. C'est une étape très laborieuse, à Modane, dans une ancienne scierie désaffectée, alimentée par une petite chute d'eau, mais où va néanmoins naître la fabrication d'un alliage, dit plomb-sodium, et où va s'amorcer la prochaine mise au point de la fabrication du sodium. Les procédés sont minutieusement décrits dans une communication au Congrès de chimie appliquée, à Paris, en 1896 [2], et notamment le procédé consistant « *à filtrer mécaniquement l'électrolyte au travers d'une électrode poreuse suivant une vitesse mise en harmonie avec l'intensité du courant* » [2]. Cette communication est pour lui l'occasion d'entretenir l'auditoire des « *résultats pratiques obtenus dans l'électrolyse des chlorures* » [3] ; des deux voies possibles, la voie sèche (sels fondus) lui apparaissait préférable à la voie humide (sels dissous) qui lui semblait « *donner lieu à des procédés encombrants pour des résultats relativement minimes* » [3]. Le brevet (1893 ; additif de 1894) intitulé « *Procédé et appareil électrolytiques pour la séparation immédiate des produits d'électrolyse liquides ou dissous* », qui se rapporte à cette voie humide, consacre l'invention de l'électrode-filtre. Une description détaillée de diverses cellules électrolytiques - qui faisaient suite à la théorie d'Arrhénius (publiée en 1887), mais sans tenir compte de cette théorie alors fortement controversée - met particulièrement en évidence ce brevet, déposé par Léon Hulin, qui est qualifié « *d'indéniable précurseur des électrodes poreuses percolées par l'électrolyte* » [4-6]. On retrouve d'ailleurs également une description détaillée de ces cellules utilisant des électrodes-filtres constituées de plaques de charbon poreux, à grains très fins, dans des textes

Léon Hulin (1861-1939).

publiés quelques années plus tard par A. Minet [7, 8].

Mais c'est bien à la voie sèche que Léon Hulin consacrera l'essentiel de ses activités.

La Société des Soudières Électrolytiques, constituée en 1897, confie à Léon Hulin la direction d'une usine à Livet-Gavet, hameau des Clavaux, dans la vallée de la Romanche, pour y développer ses recherches en vue de la fabrication de la soude caustique, à partir de l'alliage plomb-sodium obtenu par électrolyse du sel marin (cathode en plomb et anode en graphite). Ce fut une période très difficile, avec des travaux effectués en secret, dans cette usine alimentée en énergie par une conduite forcée de 700 mètres de long et de 2,50 mètres de diamètre intérieur, la puissance disponible étant de 5000 cv. Mais l'impatience de l'un des administrateurs, déclarant : « *Il vous en montrera, Monsieur Hulin, des petites fioles de sodium* » (sic), interrompt cette activité, fin 1899.

C'est alors que Léon Hulin fait la connaissance d'Henri Gall, co-inventeur avec le physicien de Montlaur, de la fabrication électrolytique des chlorates. Henri Gall avait entendu parler des essais effectués par Léon Hulin à Livet-Gavet, et il avait besoin de sodium pour des fabrications de cyanures, amidures et peroxydes. Des essais sont donc repris à Vallorbe, en Suisse, qui s'avèrent suffisamment concluants pour que la Société d'Électrochimie loue à nouveau l'usine des Clavaux en décembre 1900, et en

confie la direction à Léon Hulin, pour y développer la production de sodium et de peroxyde de sodium.

L'usine des Clavaux, « *en raison de la très haute compétence technique de sa direction - en particulier son directeur, l'ingénieur grenoblois Léon Hulin - et de la présence, à proximité, de l'École d'Électrochimie de Grenoble, a très longtemps été considérée comme l'établissement pilote des essais, au stade industriel, de la branche électrochimie de son groupe* » (le groupe Gall) [9].

L'Exposition universelle de 1900 (Paris) est pour Léon Hulin, de la Société d'Électrochimie, l'occasion de voir ses travaux reconnus et récompensés ; une médaille d'argent lui est en effet remise dans la classe 24 qui se rapporte à l'électrochimie.

Peu après, seront déposés les brevets, dits brevets Hulin, pour la fabrication du sodium (1902-1907 et 1909), par électrolyse de la soude caustique, ces procédés détrônant définitivement l'ancien procédé Castner. Rapidement, la production industrielle proprement dite est transférée essentiellement à Pomblières (Savoie) et divers perfectionnements seront encore brevetés jusqu'en 1924 et 1932.

Parallèlement, des recherches sont menées en vue de la fabrication de l'eau oxygénée, aboutissant en 1907 au brevet Hulin-Jaubert, relatif à la production industrielle de peroxyde de sodium et autres peroxydes alcalins. « *[...] Léon Hulin à l'idée ingénieuse de fabriquer H_2O_2 directement à partir du peroxyde de sodium en l'attaquant par de l'acide fluorhydrique, en présence ou non d'alumine. On obtient ainsi comme co-produits le fluorure de sodium ou l a cryolithe, aisément commercialisables* » [10].

La fabrication de l'eau oxygénée sera ensuite transférée dans l'usine de Saint-Fons, près de Lyon, puis à Pierre-Bénite.

Tous ces travaux, avant d'être brevetés, sont menés dans le plus grand secret... « *L'exploitation de ce patrimoine scientifique et technique, malaisément acquis et jalousement défendu, est pénible et souvent contentieuse : l'avocat ou l'agréé, l'arbitre ou le juge ne sont pas éloignés. Les procédures en contre façon abondent et l'Électro-Chimie plaide notamment contre les Éts Corbin et la Sté de Riouperoux* » [11], après qu'ait été surpris un employé de l'entreprise voisine, en train de prendre des photos aux Clavaux. Cette méfiance s'exerce même à l'égard des personnalités, et si, en juillet 1910, Millerand, alors ministre des Travaux publics, visite l'usine des Clavaux, sous la conduite d'Henri Gall et de Léon Hulin (ce dernier faisant quelques frayeurs à ces hôtes en faisant exploser de petits morceaux de sodium dans la Romanche), l'accès de la même usine est refusé quelques mois plus tard à Paul Doumer et d'Arsonval !

Même après le dépôt des brevets, les sources de contentieux demeurent, et un procès important, qu'il gagnera, opposera même Léon Hulin à la Société d'Électrochimie, dont il est ingénieur-conseil, pour ventes de licences à l'étranger. Ce qui n'empêchera pas d'ailleurs, ensuite, la collaboration de continuer.

En 1906, Léon Hulin avait quitté les Clavaux, pour s'installer à Grenoble, d'où il poursuivra ses activités, essentiellement pour la Société Alais-Froges et Camargue, et la Société d'Électrochimie, alternant son travail au cabinet d'ingénieur-conseil avec de fréquentes visites sur les sites d'expérimentation, essentiellement à Salindres, Chedde, et surtout Saint-Jean-de-Maurienne. Outre ce qui concerne l'aluminium proprement dit, il va s'appliquer aux procédés de fabrication d'alliages aluminium-magnésium de pureté élevée (1929), ainsi qu'à la fabrication des alliages cuivre-béryllium, déjà cités.

La maladie va interrompre brutalement ses travaux, en 1932, alors que son génie inventif et une capacité de travail peu commune l'ont conduit à déposer plus de quarante brevets entre 1893 et 1932 (liste non exhaustive), soit « *une production exemplaire méritant incontestablement d'être signalée à la communauté scientifique et technique* » [11].

Léon Hulin s'est éteint dans sa maison de famille de Normandie, le 27 août 1939. Père de cinq enfants, il avait eu la tristesse de perdre l'un d'entre eux, officier du général Lyautey, au Maroc, en 1924. La plus grande partie de ses archives a malheureusement été détruite pendant la guerre.

Remerciements:

Nos remerciements vont particulièrement à François Cœuret, directeur de recherche au CNRS, spécialiste d'ingénierie électrochimique et intéressé par l'histoire de la science des procédés électrolytiques, qui a permis de retrouver la plus grande partie des brevets déposés par Léon Hulin, et qui, dans les articles cités ci-dessus sous les références [5] et [6], lui a rendu hommage à l'occasion du centenaire, en 1993, de la date de dépôt du brevet initial concernant les électrodes poreuses percolées par l'électrolyte.

Références

[1] Dequier D., *Maurienne, Vallée de l'Aluminium*, La Fontaine de Siloe, **1992**.

[2] Hulin L., *Électrolyse industrielle des chlorures alcalins*, communication au Congrès international de chimie appliquée, Paris, juillet-août, **1896**.

[3] Minet A., dans le Journal *L'Électrochimie*, **1896**, p.147.

[4] Cœuret F., *Introduccion a la ingenieria Electroquimica*, Ed. Reverté, Barcelona, **1992**.

[5] Cœuret F., A flow-through porous electrode patented 100 years ago : the Hulin process, *Journal of Applied Electrochemistry*, **1993**, *23*, p. 853.

[6] Cœuret F., Regards sur la théorie de l'électrolyse au XIXe siècle et sur quelques brevets français de cellules électrolytiques déposés il y a 100 ans, *L'Actualité Chimique*, juillet-août-septembre **1993**, *4*, p. 33-39.

[7] Minet A., L'Électrochimie - Production électrolytique des composés chimiques, *Encyclopédie scientifique des aide-mémoire*, Gauthiers-Villars/Masson et Cie, **1897**.

[8] Minet A., Électrolyse du chlorure de sodium-Procédé Hulin, *L'Électrochimie*, mai **1897**, p. 102-103.

[9] Morsel H., Parent J.F., *Les industries de la région Grenobloise*, Presses Universitaires de Grenoble, **1991**.

[10] *Mémorial de la Société d'Électro-Chimie*, Ed. Lyonnaises d'Art et d'Histoire, **1991**.

[11] Cœuret F., Correspondance privée, juillet **1995**.

Pour en savoir plus

- Archives de la famille de L. Hulin dont la note : *Historique de la fabrication de l'aluminium*, par L. Hulin, **1927**.
- Centre de documentation Péchiney, à Saint-Jean-de-Maurienne.
- Centre de documentation PEM, à Chedde.
- Chabert L., L'électrochime et l'électrométallurgie en Savoie, *L'histoire en Savoie*, janvier **1987**.