HAL
open science

Magnétomètre statique adapté aux fluides magnétiques faiblement perméables

Mickaël Petit, Afef Kedous-Lebouc, Yvan Avenas, Wahid Cherief, Elisabeth Rullière

To cite this version:

Mickaël Petit, Afef Kedous-Lebouc, Yvan Avenas, Wahid Cherief, Elisabeth Rullière. Magnétomètre statique adapté aux fluides magnétiques faiblement perméables. Symposium de Génie Électrique 2014, Jul 2014, Cachan, France. hal-01065354

HAL Id: hal-01065354

https://hal.science/hal-01065354v1

Submitted on 18 Sep 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Magnétomètre statique adapté aux fluides magnétiques faiblement perméables

Mickaeël Petit[(1,2)], Afef Kedous-Lebouc[(1)], Olivier Geofroy[(1)], Yvan Avenas[(1)],
Wahid Cherief[(1,2)], Élisabeth Rullière[(1,2)]
[1]Univ. Grenoble Alpes, G2Elab, F-38000 Grenoble, France
CNRS, G2Elab, F-38000 Grenoble, France
[2]SATIE, ENS Cachan - CNAM - Université de Cergy Pontoise - CNRS UMR 8029, 94230 Cachan

RÉSUME - Dans cet article, un magnétomètre original dédié à la caractérisation statique d'un échantillon est proposé. Il est spécialement conçu pour les ferrofluides dont les comportements sont sensibles au champ magnétique et pour lesquels les méthodes classiques utilisant un échantillon mobile ne sont plus adaptées. Le magnétomètre peut également être utilisé pour tester un matériau faiblement perméable. Le document décrit le dispositif de caractérisation et son utilisation en quatre sections. La première décrit le principe de la mesure et de l'approche mathématique et physique pour la reconstruction de la courbe *J(H)*. Le deuxième développe la conception du magnétomètre, sa réalisation pratique et son étalonnage ainsi qu'une validation numérique du dispositif et de la reconstruction de *J(H)*. Dans la troisième partie, une validation expérimentale est étudiée sur un échantillon solide en composite de fer ayant une perméabilité faible. Les résultats sont comparés à ceux obtenus avec un magnétomètre à extraction et montrent un bon accord, les différences observées de dépassant pas quelques pour cent. Enfin une quatrième partie montre par une simulation numérique que le dispositif est capable de mettre en évidence la nature isotrope ou anisotrope de l'échantillon testé.

Mots-clés—Charactérisation magnétique de ferrofluide et matériaux faiblement perméable, Instrumentation, Magnétomètre, Échantillon statique.

1. INTRODUCTION

Les ferrofluides sont des suspensions colloïdales de particules ferro ou ferri magnétiques (Fe_2O_3, Fe_3O_4, ferrite Mn-Zn), suspendues dans des solvants organiques ou de l'eau (Rosenzweig, 1997). Les propriétés magnéto-thermiques des particules suspendues permettent de générer un gradient de pression (H. Matsuki, 1977) (M. Petit, 2013) , sous l'action conjuguée d'un champ magnétique et d'un gradient de température. Ainsi le fluide peut circuler en boucle fermée sans aucune pièce mécanique en mouvement (Petit, 2012) (L.J. Love, 2005). Une pompe "magnétothermique" (Burmundez-Torres, 2007) est alors créée. Le ferrofluide devient le fluide caloporteur. Sa mise en circulation est effectuée sans pompe mécanique, organe réputé générateur de pertes et peu fiable.

Lorsqu'un ferrofluide est soumis à un champ magnétique externe, les particules magnétiques qui le composent interagissent et s'organisent en chaînes (Petit, 2012) (Rosenzweig, 1997). Ce phénomène est la source des instabilités de surfaces qui apparaissent afin de minimiser l'énergie magnéto-statique (J.C. Bacri, 1995). On notera notamment les impacts sur la viscosité (Odenbach, 2006), sur la conductivité thermique (J. Philip, 2007) et sur le coefficient d'échange thermique (W. Cherief, 2014). En outre, cette formation de chaînes rend le ferrofluide anisotrope vis-à-vis des propriétés magnétiques. Enfin, eu égard à leurs faibles températures de Curie, la polarisation des ferrofluides dépend de la température, son augmentation faisant diminuer la polarisation à champ magnétique donné.

Le dimensionnement d'une telle pompe est complexe compte tenu du fort couplage entre la thermique et le magnétisme mais aussi en raison des couplages parasites. Un prérequis pour l'optimisation est l'étude du comportement magnétique et magnétothermique des ferrofluides. Une caractérisation fine de la polarisation et de l'anisotropie en fonction du champ et de la température doit être mise en place. Les méthodes classiques s'appuyant sur les magnétomètres à extraction ou vibrants (V.S.M.) sont basées sur le déplacement de l'échantillon. Dans le cas des ferrofluides, cela peut modifier la distribution des particules au sein du fluide porteur, affectant la polarisation. C'est pourquoi, une méthode statique dans laquelle l'echantillon reste fixe est necessaire. De plus, ces méthodes classiques sont peu adaptées à une étude simple de l'anisotropie des matériaux, justifiée par la présence de chaînes.

Cet article présente une méthode originale dédiée à la caractérisation de fluides ou de solides magnétiques faiblement perméables et pouvant être utilisée pour l'analyse de l'anisotropie des matériaux. Le principe de mesure sera décrit dans une première partie et sera confirmé par une simulation par éléments finis. Les aspects pratiques de réalisation et d'étalonnage seront exposés dans une seconde partie. Enfin dans une troisième partie, les aspects de quantification de l'anisotropie seront abordés.

2. DESCRIPTION DU MAGNETOMETRE

2.1. Principe de mesure

Nous proposons de construire la courbe *J(H)* en mesurant la susceptibilité différentielle d'un échantillon cylindrique de rayon R_{ech} pour différentes valeurs de polarisations (cf. Fig. 1).

Le champ appliqué H_0 est généré par un électroaimant conventionnel, et mesuré à proximité de l'échantillon par une sonde à effet Hall.

Pour mesurer la susceptibilité différentielle χ_d, on superpose au champ H_0 une excitation alternative parallèle générée par une bobine parcourue par un courant sinusoïdal δi de fréquence f. On note δH l'amplitude efficace du champ interne associé. L'échantillon formant un circuit magnétique ouvert, la mesure de δi ne nous renseigne pas sur la valeur de δH. Un montage dédié est mis en place. Son principe est décrit de manière plus détaillée dans les paragraphes suivants. Il en est de même pour les mesures du champ magnétique et de l'induction associée qui mettent en œuvre trois bobines concentriques qui entourent l'échantillon et qui ont le même nombre de spires N.

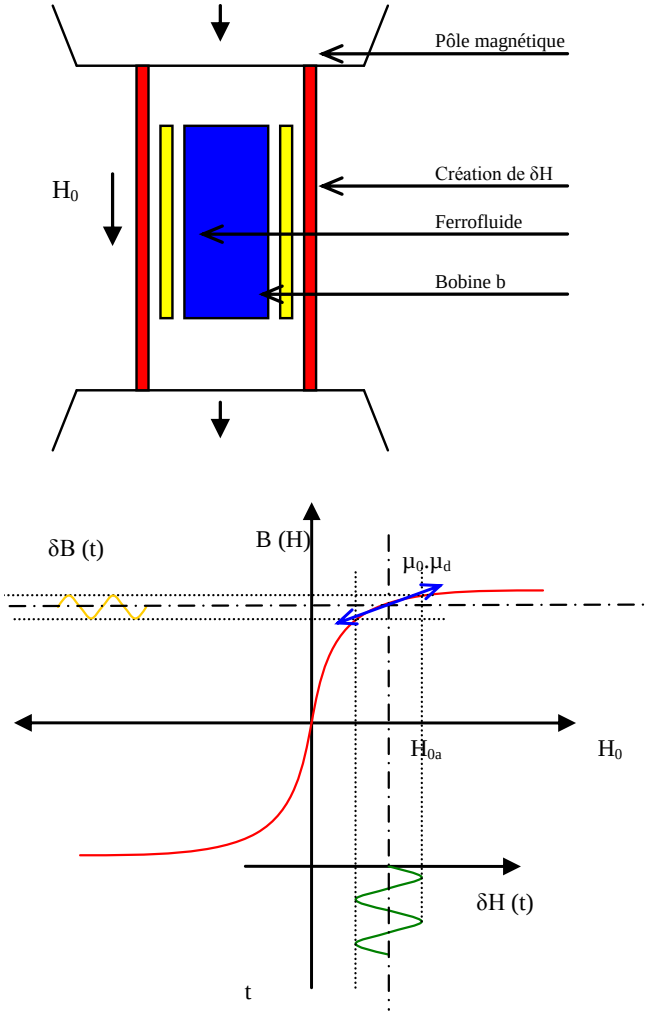


Fig.1 Principe du magnétomètre

2.1.1. *Mesure du champ δH dans l'échantillon*

A l'interface de deux matériaux, la composante tangentielle du champ d'excitation se conserve. On suppose par ailleurs le champ interne axial et indépendant de la distance à l'axe du cylindre (on reviendra plus loin sur ces hypothèses). On peut alors mesurer δH à l'aide de bobines délimitant une section d'air S proche de l'interface via la f.e.m induite par le flux $\mu_0\ N\ S\ \delta H_1$ embrassé, N désignant le nombre de spires. Il s'agit en fait d'une mesure différentielle opérée sur les signaux issus de deux bobines concentriques h_1 et b de sections S_{h1} et S_b (cf. Fig. 2). Techniquement, l'encombrement des bobines impose une certaine distance $R_{h1} - R_{ech}$ entre l'interface air-matériau et la région de mesure, de sorte que la relation $\delta H = \delta H_1$ n'est plus assurée. On améliore la précision en ajoutant une bobine de section S_{h2} concentrique aux deux premières (cf. Fig. 3). On obtient ainsi, toujours par mesure différentielle, la valeur du champ δH_2 à une autre distance R_{h2}. Cette méthode dite de double bobine de champ est bien connue et largement utilisée pour la caractérisation des matériaux magnétiques doux au cadre une bande (SST – Single Sheet Tester) ou au cadre Champ tournant (RSST – Rotational Single Sheet Tester) (Nencib, 1996). On estime alors la valeur du champ à l'interface par interpolation linéaire selon

$$\delta H = \delta H_1 - (\delta H_2 - \delta H_1).\frac{R_{h1} - R_{ech}}{R_{h2} - R_{h1}} \qquad (3)$$

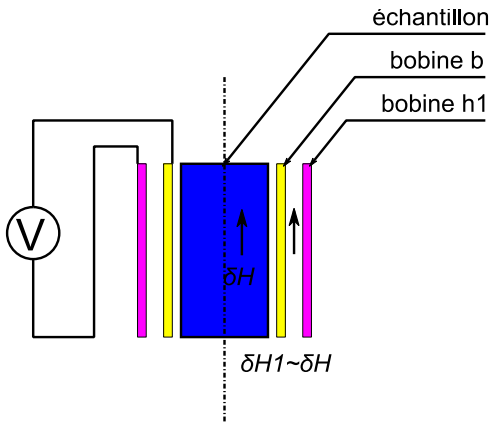


Fig.2 Principe de mesure par doubles bobines

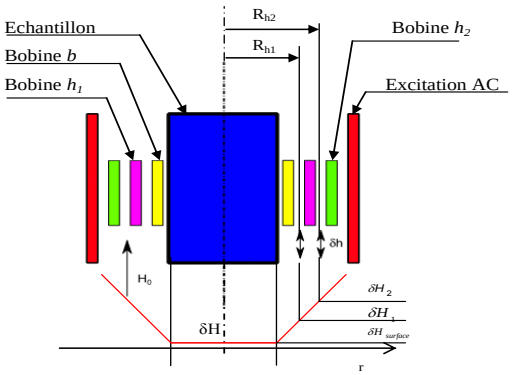


Fig.3 Mesure du champ magnétique à la surface de l'échantillon.

Compte-tenu du régime "petits signaux", le circuit magnétique se comporte de manière linéaire autour du point de fonctionnement déterminé par le champ continu H_0, comme illustré sur la Fig.1. La contribution démagnétisante liée à la

géométrie ouverte du circuit n'engendre alors aucune distorsion de forme d'onde, de sorte que le champ d'excitation total varie lui-même sinusoïdalement dans le temps. Les amplitudes efficaces δH_1 et δH_2 s'expriment alors en fonction des valeurs efficaces des tensions différentielles $V_{h1\text{-}b}$ et $V_{h2\text{-}h1}$ selon

$$\delta H_1 = \frac{V_{h1-b}}{\mu_0.(S_{h1} - S_b).N.2.\pi.f} \quad (1)$$

$$\delta H_2 = \frac{V_{h2-h1}}{\mu_0.(S_{h2} - S_{h1}).N.2.\pi.f} \quad (2)$$

2.1.2. *Mesure de l'induction δB*

La bobine b embrasse le flux traversant l'échantillon mais aussi le flux de fuite associé à la portion d'air délimitée par le support de la bobine. On considère que dans cette région très proche de l'interface, le champ est assimilable au champ δH. La tension induite V_b aux bornes de la bobine s'exprime alors selon

$$V_b = 2.\pi.f.N.S_{ech}.\delta B + 2.\pi.f.N.(S_b - S_{ech}).\mu_0.\delta H \quad (4)$$

L'induction δB se calcule alors par :

$$\delta B = \frac{V_b}{2.\pi.f.N.S_b} - \mu_0.\delta H.\frac{S_b - S_{ech}}{S_{ech}} \quad (5)$$

2.1.3. *Détermination de la susceptibilité différentielle*

Par définition, la susceptibilité différentielle χ_d vérifie :

$$\chi_d = \frac{\delta B - \mu_0.\delta H}{\mu_0.\delta H} \quad (6)$$

δH est déterminé par les relations (1), (2), (3) et δB par la relation (5). χ_d est donc également entièrement déterminé.

On note que la polarisation DC de l'échantillon n'influe en rien sur la mesure de la polarisation différentielle.

2.2. *Reconstruction de la courbe J(H)*

La sonde à effet Hall mesure le champ statique H_0 dans la région de l'échantillon mais en l'absence de celui-ci. Le champ interne H associé à H_0 est affecté par une contribution démagnétisante que l'on rend au travers d'un coefficient démagnétisant équivalent N_Z, tabulé par Chen (Chen, 2006) en fonction du facteur de forme et de la perméabilité du matériau. Le champ H vérifie alors :

$$H = \frac{H_0}{1 + \chi.N_z} \quad (7)$$

où $\chi = \frac{J}{\mu_0.H}$ désigne la susceptibilité d'amplitude

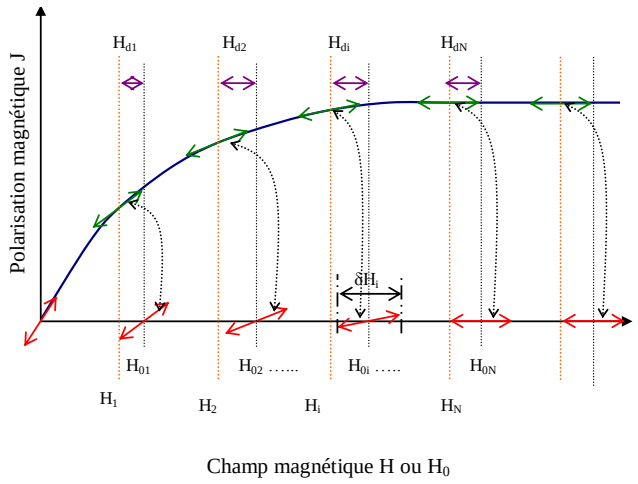


Fig.4 Principe de la reconstruction de la caractéristique J(H)

Connaissant H et $\chi_d(H)$, on peut reconstruire pas à pas la caractéristique $J(H)$ du matériau, comme le montre la figure 4, qui s'exprime par:

$$J_i = J_{i-1} + \mu_0.\frac{\chi_{d\,i-1} + \chi_{d\,i}}{2 + N_z(\chi_{d\,i-1} + \chi_{d\,i})}.(H_{0\,i} - H_{0\,i-1}) \quad (8)$$

2.3. *Vérification numérique du principe*

Une inhomogénéité sur H_0 ou δH peut conduire à des erreurs de mesure importantes. Des simulations numériques sous FLUX2D ont été réalisées pour vérifier ces aspects.

2.3.1. *Homogénéité du champ H_0*

L'étude de l'homogénéité du champ H_0 est également réalisée via une simulation en 2D axisymétrique. Les dimensions des pôles de l'électroaimant utilisé sont reprises de la thèse de R. Merle (Merle, 1992) qui les a développés. Nous vérifions l'homogénéité du champ sur différents chemins dans l'entrefer (cf. Fig. 5) et à différents niveaux d'induction afin d'appréhender les problèmes dus à la saturation des pôles magnétiques.

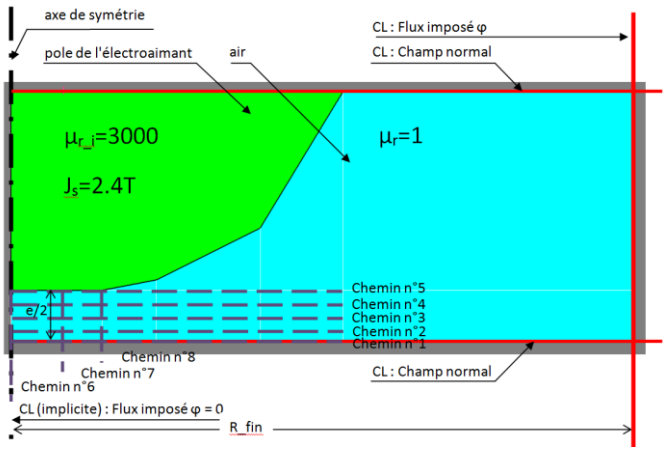


Fig.5Vérification de l'homogénéité du champ sur différents chemins.

Pour simplifier la simulation, on impose le flux plutôt que le courant, avec un potentiel nul sur l'axe de symétrie.

Afin de tenir compte des fuites au niveau des pôles, la limite du domaine d'étude est portée à R_{fin} = 150 mm alors que le rayon du cylindre associé au pôle n'est que de 80 mm. La géométrie d'un nez polaire est simulée par une succession de régions tronconiques. Le tableau 1 présente les rayons R_i associés aux ruptures de pentes avec les hauteurs H_{ij} des régions correspondantes. On impose ici un entrefer e = 25 mm.

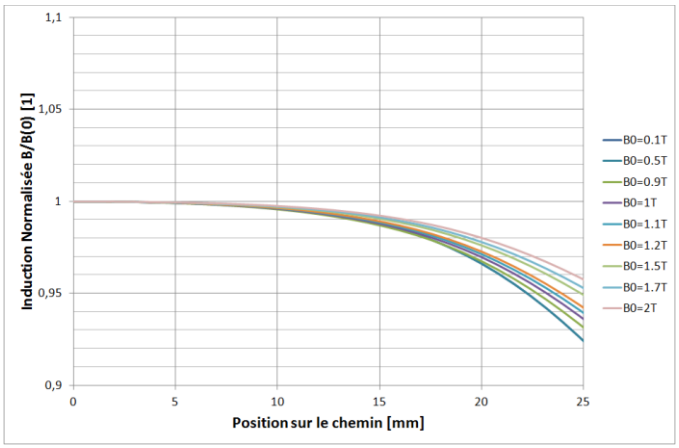
On observe la composante verticale de B_0 sur différents chemins représentés sur la Fig.6. Les chemins 1 à 5 correspondent à un déplacement horizontal, les chemins 6 à 8 à un déplacement vertical. Le chemin 6 est sur l'axe de symétrie, le chemin 7 coïncidant avec la frontière de l'échantillon.

Tableau 1. Géométrie de l'électroaimant (dimensions en mm)

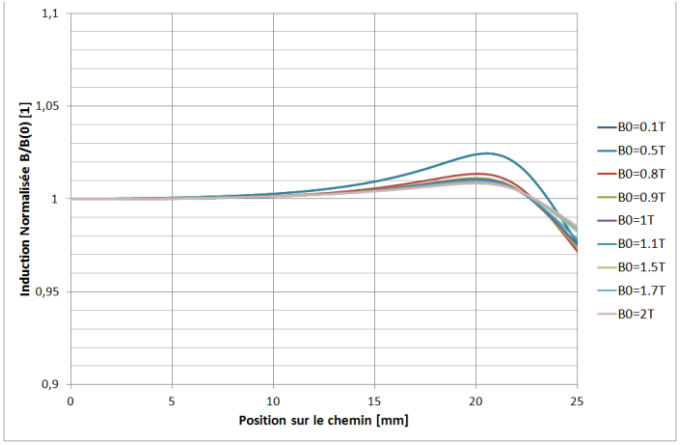
R_1	3. H_{12}	R_2	H_{23}	R_3	4. H_{34}	R_4
22	2.5	35	15	60	48	80

La figure 7 montre l'évolution de la composante verticale de B le long des chemins 1, 4 et 6 pour différentes valeurs de flux. On normalise l'induction par sa valeur au point de départ du chemin considéré pour faciliter la comparaison des courbes.

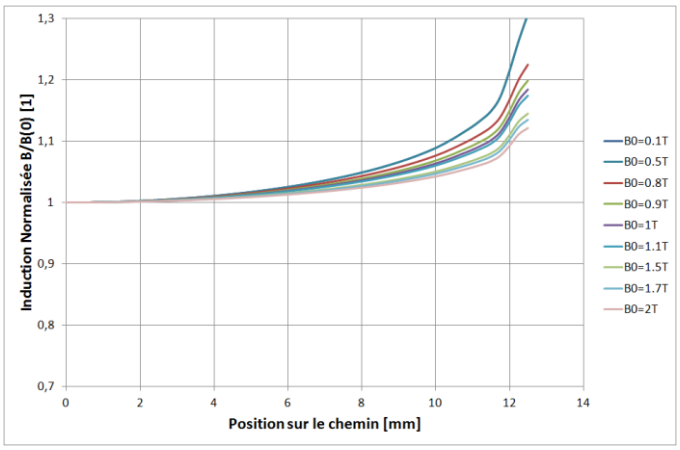
L'électro-aimant simulé a été conçu pour générer une induction uniforme d'amplitude max 2 T dans un volume de diamètre 20 mm et hauteur 30 mm (Merle, 1992). Les dimensions de l'échantillon R_{ech} = 5 mm et H_{ech} = 20 mm ont été choisies en conséquence. L'étude sur les chemins horizontaux 1 et 5 montre alors que B est uniforme à 1% près sur une distance de 10 mm quelle que soit son amplitude .On note par contre le long de l'axe de symétrie une évolution de B de l'ordre de5 à 10 %, selon son amplitude. On conclut de ces simulations que le champ H_0 est homogène sur le volume occupé par l'échantillon.



Chemin n°1



Chemin n°4



Chemin n°6

Fig.7 Vérification de l'homogénéité du champ sur différents chemins (1, 5 et 6).

4.1.1. Homogénéité du champ δH

Le système de mesures est simulé en 2D axisymétrique. Seule la bobine extérieure est alimentée, par un courant choisi ici continu. Comme le montre la figure 6, le champ δH résultant n'est pas uniforme sur la hauteur de l'échantillon. On retient donc uniquement la partie centrale de l'échantillon pour la mesure, ce qui explique la différence de hauteur entre la bobine excitatrice (20mm) et les bobines de mesures (10 mm).

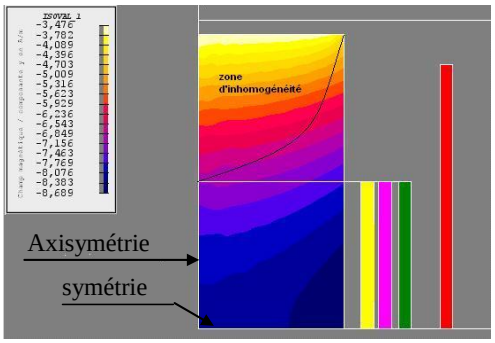


Fig.6 Vérification de l'homogénéité du champ δH.

4.1.2. *Mesure de la susceptibilité différentielle et reconstruction de J(H)*

Nous présentons maintenant une simulation 2D axisymétrique destinée à valider le principe de la mesure de susceptibilité et de la reconstruction de la courbe J(H). Dans cette simulation, illustrée sur la Fig.8, l'échantillon est placé au centre d'un électroaimant dont le courant est réglable. Le système de mesure de la perméabilité différentielle reste inchangé.

Nous simulons un matériau dont la loi *J(H)* est décrite par une loi en arctangente comme suit :

$$J(H) = \frac{2.J_s}{\pi}.\mathrm{atan}\left(\frac{\mu_0.(\mu_{ri}-1).H}{\pi.J_s}\right) \qquad (7)$$

où J_s désigne la polarisation à saturation du matériau et μ_{ri} sa perméabilité initiale. On choisit des valeurs de J_s et μ_{ri} caractéristiques d'un ferrofluide c'est-à-dire J_s=30mT et μ_{ri}=3.

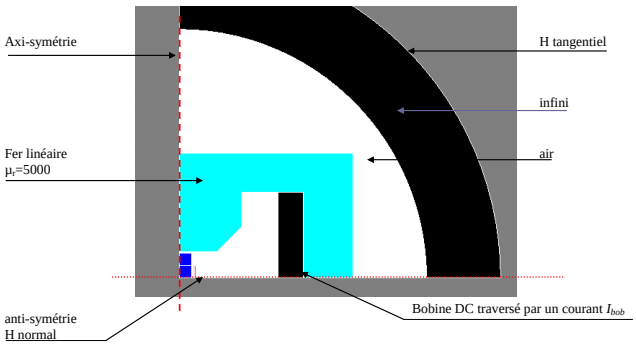


Fig.8 Vérification du principe de mesure par simulationF.E.M..

Le champ H_0 est mesuré au centre de l'électroaimant en l'absence de l'échantillon. δB, δH et H sont déterminés selon les indications des § 2.1, 2.2 et 2.3. Enfin la courbe *J(H)* est reconstruite par l'algorithme illustré par la Fig.4.

La Fig.9 compare la loi *J(H)* théorique (7) et la loi *J(H)* reconstruite. L'erreur de reconstruction est très faible, ce qui prouve le bien-fondé de la méthode.

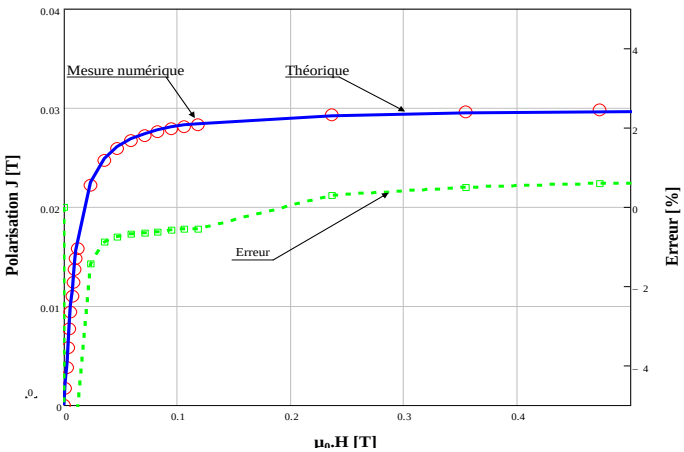


Fig.9 Reconstruction virtuelle de la courbe *J(H)*, par simulation F.E.M.

Cependant, une erreur notable apparaît si le magnétomètre fonctionne à vide (c'est à dire sans échantillon). Une erreur comparable peut intervenir si le matériau est fortement saturé (χ_d tend alors vers 0). Toutefois, cette erreur est systématique et est facilement corrigible par une simple règle de 3. Dans un premier temps, une mesure de la perméabilité, notée μ_{r0}, est effectuée à vide. Le magnétomètre étant dors et déjà placé au centre de l'électroaimant. Dans un second temps, l'échantillon à tester est caractérisé, comme décrit précédemment. Les mesures sont notées μ_{dm}. A la fin de cette étape, nous savons que les mesures sont faussées par la construction du magnétomètre. Une correction simple à apporter est de diviser chaque mesure par la perméabilité μ_r. La perméabilité différentielle au champ d'excitation H_0 s'écrit alors :

$$\mu_d(H_0) = \frac{\mu_{dm}(H_0)}{\mu_{r0}} \qquad (7)$$

5. REALISATION PRATIQUE DU MAGNETOMETRE

5.1. *Réalisation et calibration du dispositif de mesure*

Les dimensions des bobines de mesure (hauteur 10 mm et diamètres de 10, 12 et 14 mm pour les bobines b, h_1 et h_2) ont été optimisées à l'aide de simulations du banc électro-aimant + échantillon + bobines de mesures + bobine d'excitation.

Un soin particulier a été apporté à l'étanchéité lors de la fabrication du conteneur du ferrofluide. On a par ailleurs bobiné les spires de mesure directement sur celui-ci afin de les positionner au plus près de l'échantillon. Les quatre bobines (excitation, b, h1 et h2) ont été réalisées successivement les unes sur les autres en intercalant des couches minces de résine et en rigidifiant l'ensemble en un seul bloc. Au final, les bobines de mesure réalisent 81 spires et la bobine d'excitation 110 réparties sur deux couches.

Enfin, les sections S_b, S_{h1}, S_{h2} des bobines de mesure ont été déterminées par une calibration effectuée dans un champ uniforme à 0,05 % généré par un système de bobines de Helmholtz compensé à l'ordre 4. Les bobines ont été soumises à des champs sinusoïdaux d'amplitudes variées pour trois fréquences f = 11, 95 et 1095 Hz. La figure 10 illustre les résultats obtenus pour la bobine h_2. Le tableau 2 résume les résultats en indiquant les valeurs moyennes et extrêmes obtenues. Les écarts relatifs, inférieurs à 0,5 %, sont exprimés par rapport aux valeurs moyennes.

Un test supplémentaire réalisé avec un analyseur d'impédance a montré que le magnétomètre peut être utilisé de 10 Hz à 100 kHz sans aucune perturbation de résonance.

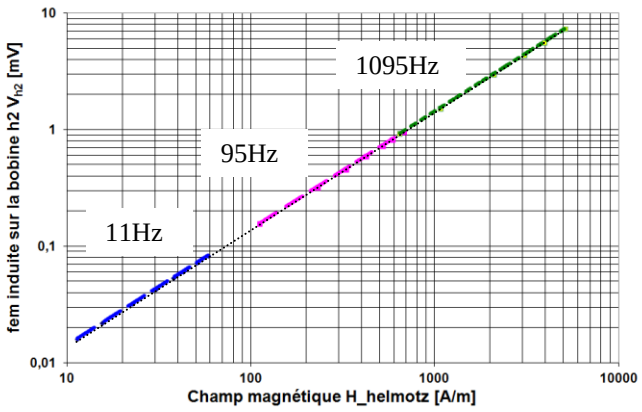


Fig.10 Détermination expérimentale de la section de la bobine h2

Tableau 2. Etalonnage des bobines du magnétomètre

Bobine	$S_{Moyenne}$ [mm²]	S_{Min} [mm²]	S_{Max} [mm²]	R [mm]
Excitation	260.2	259.6 (-0.3 %)	261.8 (+0.5 %)	9.10
b	105.0	104.9 (-0.1 %)	105.2 (+0.2 %)	5.78
h_1	127.97	127.8 (-0.2 %)	128.3 (+0.3 %)	6.38
h_2	157.4	156.7 (-0.4)	158.0 (+0.3 %)	7.08

5.2. Polarisations AC et DC parallèles

Comme mentionné plus haut, le champ DC est déterminé grâce à une sonde à effet Hall. Les mesures alternatives sont effectuées à une fréquence de 1024 Hz, mais des fréquences inférieures et supérieures ont également été testées afin de vérifier le comportement du système. Un amplificateur différentiel à faible bruit et un voltmètre à haute précision sont utilisés pour mesurer les tensions induites. Le champ δH est inférieur à 200 A/m et supposé assez faible pour ne pas perturber la microstructuration du ferrofluide et les chaînages induits par le champ DC. δB est pour sa part inférieur à 1 mT.

Le magnétomètre a été caractérisé d'abord à vide. Ce test a mis en évidence une erreur systématique d'environ 6 %, ce qui affecte la susceptibilité AC. On attribue cela à la détérioration de l'homogénéité du champ lorsqu'aucun échantillon n'est utilisé. Une correction doit donc être mise en place pour compenser cet effet. Celle-ci sera détaillée au § 4.2.

Pour tester le comportement du magnétomètre, un échantillon solide de matériau faiblement perméable a été utilisé. Il s'agit d'un cylindre de 9,88 mm de diamètre et de 20 mm de long, taillé dans un bloc composite. Le matériau est constitué de 90 % en masse de poudre de fer mélangée avec une résine et pressée sous 400 MPa à l'aide d'un procédé industriel. Sa masse volumique est de 4,5 g/cm^3 et sa polarisation à saturation J_s est d'environ 0,6 T.

Pour valider notre approche, un deuxième échantillon : un cylindre 6 mm de diamètre et 6,45 mm de hauteur, a été taillé dans le même bloc et caractérisé à l'aide d'un magnétomètre à extraction conventionnel disponible à l'Institut Néel de Grenoble. Les mesures correspondantes sont considérées comme la référence.

On rapporte sur la figure 11 les résultats obtenus avec les deux magnétomètres. Les coefficients démagnétisant N_Z sont calculés d'après Chen (Chen, 2006) et valent respectivement 0,165 et 0,290. Ces valeurs sont des moyennes calculées en adoptant une susceptibilité d'amplitude χ comprise entre 0 et 9.

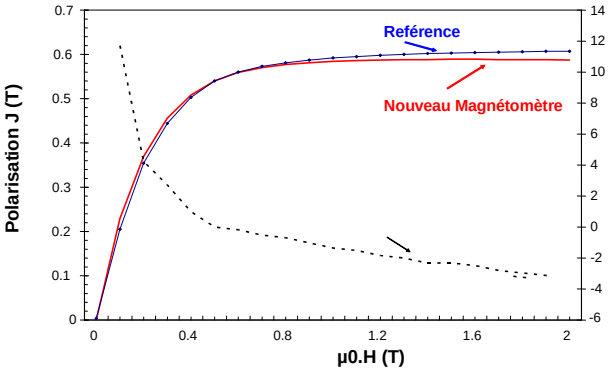


Fig.11 Comparaison de deux méthodes de mesures

En fait, l'utilisation d'une susceptibilité moyenne peut se révéler insuffisante. On gagnerait sans doute en précision en modifiant la valeur de N_Z à chaque itération en fonction de la valeur de χ obtenue au pas précédent. Une procédure complexe est requise car χ, χ_d et N_Z sont interdépendants. En outre, les mesures ne sont pas effectuées en pratique dans un circuit totalement ouvert car l'échantillon reste à quelques millimètres des pièces polaires de l'électroaimant. Cela peut modifier les calculs, en particulier dans le cas où l'on travaille à haute induction et dans lequel les pôles peuvent saturer localement. Néanmoins, les résultats obtenus restent très satisfaisants et valident le magnétomètre proposé.

6. Quantification de l'anisotropie

Nous allons maintenant analyser la susceptibilité du matériau perpendiculairement au champ magnétique statique comme précisé dans la figure 12. Cette approche devrait permettre d'analyser l'anisotropie du matériau et de déterminer dans le cas des ferrofluides si des chaînes se forment ou non.

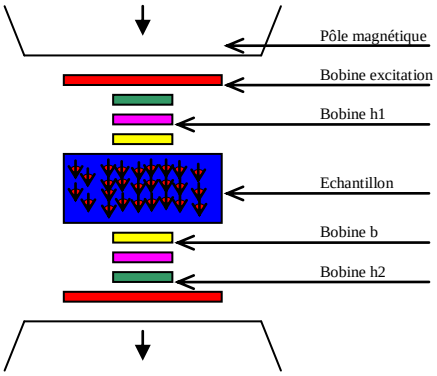


Fig.12 Mesures de susceptibilité transverse au champ appliqué.

6.1. *Polarisations AC et DC perpendiculaires*

Considérons un matériau aimanté verticalement par un champ statique vertical H_S. On ajoute une excitation sinusoïdale horizontale δH_h. Le champ total H_t obéit à la relation :

$$H_t = \sqrt{H_s^2 + \delta H_h^2} \qquad (8)$$

L'angle θ entre H_t et H_v vérifie :

$$\sin\theta = \delta H_h / H_t \qquad (9)$$

Le matériau acquiert une polarisation $J(H_t)$ parallèle à H_t. On note δJ_h sa composante horizontale. La susceptibilité horizontale $\chi_h = \delta J_h / (\mu_0\, \delta H_h)$ vérifie alors :

$$\mu_0\, \chi_h = J.\sin\theta / \delta H_h \qquad (13)$$

En injectant (9) dans (13), on obtient :

$$\mu_0\, \chi_h = J / H_t \qquad (15)$$

On constate que χ_h s'identifie à la susceptibilité d'amplitude, de sorte qu'on accède directement à la valeur $J(H_t)$ qui est sensiblement égal à $J(H_S)$ si $\delta H_h << H_S$ Il s'agit d'un avantage considérable par rapport à la configuration parallèle.

Notons enfin que le coefficient démagnétisant à prendre en compte pour la mesure du champ DC n'est plus N_Z, la polarisation DC n'étant plus alignée sur l'axe du cylindre. Le nouveau coefficient démagnétisant est évalué à 0,42.

Les configurations parallèle et perpendiculaire permettent toutes deux de reconstruire une courbe *J(H)*. Si le matériau est isotrope, les reconstructions seront identiques. S'il manifeste une anisotropie, d'origine cristalline pour un échantillon solide ou induite par la formation de chaînes dans un ferrofluide polarisé, les deux courbes obtenues différeront.

6.2. *Vérification du principe par simulation E.F.*

La configuration perpendiculaire brise la symétrie de révolution. Les simulations sont donc ici effectuées en 3D. Afin de simplifier l'étude, nous n'intégrons pas les effets des pôles de l'électroaimant. On place ainsi l'ensemble échantillon + bobines AC (excitation et mesures) au centre d'une bobine DC générant une induction B_0 d'amplitude ajustable jusqu'à 2 T. Pour obtenir un champ simulé homogène, nous imposons sur la surface extérieure de la bobine DC une condition aux limites de champ magnétique tangentiel. Les surfaces supérieure et inférieure voient quant à elles un champ magnétique normal. Dans cette disposition, illustrée par la figure 14, les bobines mesurent la susceptibilité d'amplitude, le champ statique *H* étant lui-même déterminé par la simulation.

On simule également la configuration parallèle. Dans cette simulation, la loi de comportement du matériau est connue et s'exprime par :

$$J(H) = \frac{2.J_s}{\pi}.\mathrm{atan}\left(\frac{\mu_0.(\mu_i - 1).H}{\pi.J_s}\right) \qquad (8)$$

où J_s est la polarisation à saturation, et μ_i la perméabilité initiale. Ces valeurs sont fixées respectivement à 0.4 T et 5.

La figure15 montre les résultats de simulation et compare les valeurs théoriques (traits pleins) des perméabilités différentielles μ_d (en gris) et d'amplitude μ_r (en noir) obtenues d'après la loi (7) avec leurs valeurs réévaluées par simulation (losanges). Les courbes théoriques ont les mêmes allures que les courbes de mesures, mais sensiblement différentes du point de vue quantitatif. On retrouve le problème associé à une faible susceptibilité évoqué au § 2.3.3, les valeurs de susceptibilités mesurées semblant ne jamais tendre vers 0. Un recalage des grandeurs mesurées est donc nécessaire. Il est effectué de la même manière qu'au § 2.3.3

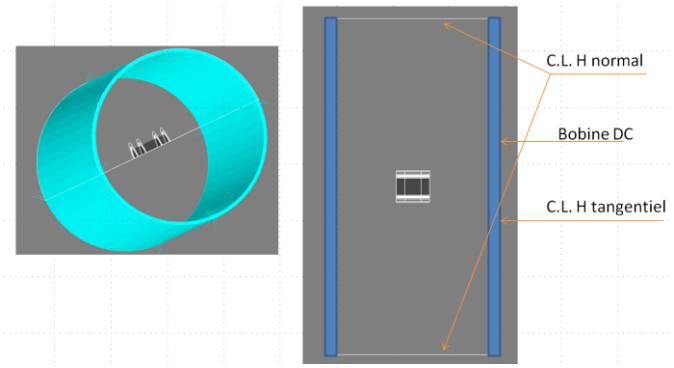


Fig.14 Simulation de reconstruction dans le cas transverse.

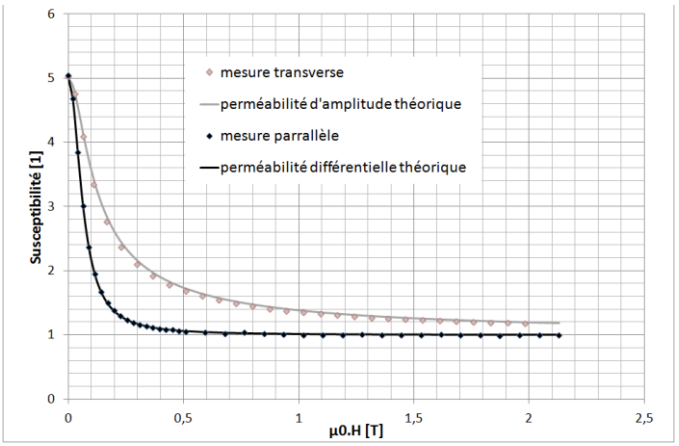


Fig.15. Susceptibilités différentielles et d'amplitude théoriques et simulées.

Connaissant maintenant les susceptibilités différentielles et d'amplitude, il est aisé de reconstruire les deux courbes *J(H)* associées aux configurations parallèle et perpendiculaire. La comparaison de ces deux courbes permet de conclure sur la nature isotrope ou non du matériau.

Les simulations 3D présentées ci-dessus présentent un défaut de maillage. En effet, l'échantillon, les bobines de mesures et les espaces les séparant sont maillés en parallélépipèdes alors que le reste de la géométrie est maillé en prismes. Les parallélépipèdes, et les jonctions de maillages de formes différentes sont peu propices à une résolution correcte des équations de Maxwell. De plus, la nécessité d'une simulation 3D impose implicitement un maillage peu dense, sous peine d'accroitre drastiquement le temps de calcul. Toutes ces petits défauts conduisent à du bruit numérique, peu lisible si l'on ne s'intéresse qu'aux mesures de

perméabilité mais pouvant expliquer les quelques écarts de mesures, mais nettement plus visible sur les courbe *J(H)* reconstruites par le deux méthodes proposées, comme le montre la Fig.16.

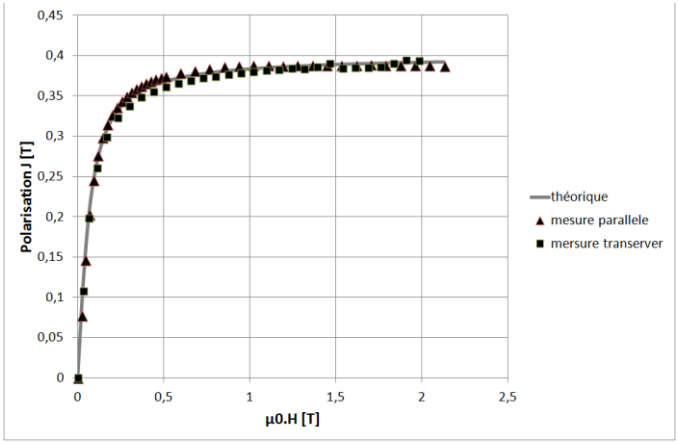


Fig.16. Comparaison des courbes J(H) théorique et mesurées par les deux méthodes.

Bien qu'imparfaites, ces simulations prouvent le bien-fondé des méthodes proposées.

7. Conclusions

Un magnétomètre adapté pour la caractérisation des ferrofluides a été développé. Il peut être également utilisé pour mesurer les matériaux solides ayant une faible perméabilité. L'appareil s'appuie sur une détermination indirecte de la courbe *J(H)*. Le principe est basé sur les mesures de la susceptibilité différentielle pour différents champs de polarisation générés par un électro-aimant. La courbe *J(H)* est alors reconstruite point par point. Des simulations par éléments finis effectuées pour les matériaux linéaires et non linéaires ont aidé la conception du magnétomètre. Une méthode de double bobine de champ associée à une interpolation linéaire est retenue pour améliorer la précision des mesures.

Une fois le magnétomètre construit et calibré, nous avons réalisé une validation expérimentale sur un matériau composite à faible perméabilité. Les résultats obtenus ont été confrontés à ceux donnés par un magnétomètre d'extraction qui est supposé être la référence. Ces résultats montrent que le magnétomètre développé et la technique proposée pour la reconstruction de la courbe *J(H)*, nous permettent d'identifier correctement le comportement du matériau. Ce magnétomètre ainsi que l'évaluation du coefficient démagnétisant restent perfectibles, mais l'erreur d'estimation réalisée est inférieure à 5%, ce qui est désormais satisfaisant et suffisant pour caractériser le ferrofluides.

Une seconde étape de ce travail a été de montrer la faisabilité de la mesure dans le sens transversal, via des simulations par la méthode des éléments finis. Cette fois la reconstruction ne s'effectue plus pas à pas puisque la mesure donne accès directement à la susceptibilité d'amplitude. Il est alors possible de reconstruire deux courbes caractéristiques *J(H)* : l'une dans le sens de H_0 et l'autre dans le sens perpendiculaire. La comparaison de ces deux courbes pourra désormais nous renseigner sur la nature isotrope ou anisotrope de l'échantillon.

La prochaine étape de nos travaux sera une validation expérimentale du principe de mesure en sens transverse. Dans un premier temps, le même échantillon solide et isotrope sera testé. Ensuite nous essayerons de faire la même analyse avec un échantillon anisotrope dont nous connaissons les propriétés. Enfin nous testerons notre dispositif sur un ferrofluide faiblement concentré qui sera a priori isotrope, qui ne devrait pas former de chaînes avant de caractériser un ferrofluide beaucoup plus concentré dont la structuration ne fait nul doute.

8. Remerciements

Nous remercions l'Institut Néel pour la mise à disposition du magnétomètre d'extraction et Morgan Almanza, doctorant au G2Elab, qui a caractérisé l'échantillon composite.

9. References

[1] Rosenzweig, R. (1997). Ferrohydrohynamics (éd. Courier Dover Publication). Dover: Courier Dover Publication.

[2] H. Matsuki, K. Y. (1977). Experimental considerations on a automatic cooling device using temperature-sensitive magnetic fluid. IEEE Transactions on Magnetics , 13 (5), 114-1145.

[3] M. Petit, Y. A.-L. (2013). Experimental study of a static system based on a magneto-thermal coupling in ferrofluids. I.J.R.

[4] M. Petit (2012). Contribution à l'étude des systèmes de refroidissement basés sur le couplage magnéto-thermique dans les ferrofluides à faible température de Curie (éd. Phd Grenoble Université). Grenoble: Phd Grenoble Université.

[5] L.J.Love, J. J. (2005). Ferrofluid field induced flow for microfluidic applications . IEEE Transactions on Mechatronics , 10 (1), 68-76.

[6] Burmundez-Torres, E. (2007). Design and mechanical characterization of a magnetocaloric pump (éd. 1). Puerto-rico: University of Puerto-Rico.

[7] J.C.Bacri, R.P. (1995). Liquides magnétiques ou ferrofluides (éd. ref D2180). Paris: Edition T.I.

[8] Odenbach, S. (2006). Handbook of magnetic material (éd. Elsevier). Elsevier Science.

[9] J.Philip, D.S. (2007). Enhancement of thermal conductivity in magnetite based nanofluid due to the chainlikes structures. Appl. Phys. Lett.

[10] W.Cherief, Y. Avenas, S. Ferrouillat, A. K.Lebouc, L. Jossic, M. Petit, "Intensification des transferts de chaleur, par convection forcée en cuite de section carrée avec des ferrofluides", SGE 2014, Cachan.

[11] D.-X. Chen, E. Pardo, A. Sanchez, "Fluxmetric and magnetometric demagnetizing factors for cylinders", J. Mag. Mag. Mater. 306 (2006), pp. 135–146.

[12] R. MERLE, « Utilisation des aimants Néodyme-Fer-Bore dans les Machines électriques », INPG, Grenoble, 1993.

[13] N. Nencib, A. Kedous-Lebouc, B. Cornut, "Performance evaluation of a large rotational single sheet tester", J. Mag. Mag. Mater. 160 (1996), pp. 174-176