



**HAL**  
open science

# Etude des ferrofluides et de leurs applications à l'intensification des transferts de chaleur par convection forcée

Wahid Cherief

► **To cite this version:**

Wahid Cherief. Etude des ferrofluides et de leurs applications à l'intensification des transferts de chaleur par convection forcée. Energie électrique. Université Grenoble Alpes, 2015. Français. NNT : 2015GREAT102 . tel-01259168

**HAL Id: tel-01259168**

**<https://theses.hal.science/tel-01259168>**

Submitted on 20 Jan 2016

**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.

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

### DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Electronique, électrotechnique, automatique & traitement du signal**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

**Wahid Cherief**

Thèse dirigée par **Yvan Avenas**

préparée au sein du **G2Elab, LEGI, LRP** dans l'École Doctorale **EEATS**

## Etude des ferrofluides et de leurs applications à l'intensification des transferts de chaleur par convection forcée

Thèse soutenue publiquement le **8/12/2015**,  
devant le jury composé de :

**M. Frédéric MAZALEYRAT**

Professeur, ENS de Cachan, Rapporteur

**M. Marc MISCEVIC**

Maître de Conférences, Université Paul Sabatier, Rapporteur

**M. Jean-pierre BRANCHER**

Professeur émérite, INP Lorraine, Examineur

**Mme. Souad AMMAR**

Professeur, université Paris Diderot, Examineur

**M. Yvan AVENAS**

Maître de Conférences, Grenoble INP, Directeur de thèse

**M. Sébastien FERROUILLAT**

Maître de Conférences, université de Joseph Fourier, Co-encadrant

**M. Afef LBOUC**

Directrice de recherche, CNRS, Co-encadrant

**M. Laurent JOSSIC**

Maître de Conférences, Grenoble INP, Co-encadrant



# Remerciements

Je souhaiterais remercier ici toutes les personnes sans qui cette thèse ne serait pas. À commencer par mes tuteurs, Yvan Avenas, Sébastien Ferrouillat, Afef Lebouc et Laurent Jossic. Je vous remercie pour la confiance, les échanges et les conseils qui ont permis l'aboutissement de ce travail. Bien entendu, il faudrait des pages et des pages afin d'exprimer toutes vos qualités qui étaient pour moi source de motivation. En une phrase, je vous présente ma gratitude et ma reconnaissance pour la richesse scientifique que vous m'avez transmise.

Je remercie aussi l'ensemble de mon jury de thèse, Mme. Souad Ammar, M. Frédéric Mazaleyrat, Marc Miscevic et Jean-Pierre Brancher pour l'intérêt qu'ils ont témoigné pour mes travaux et surtout d'avoir créé les conditions nécessaires pour un débat scientifique qui restera mémorable pour moi.

Je tiens aussi à remercier l'ensemble du personnel ITA du G2Elab, LRP et LEGI pour leurs contributions à la réussite de ce projet à caractère fortement expérimental. Un grand Merci à Florian, Kamel et à Djidji (Claude Brun) pour leurs aides et disponibilités pendant la réalisation de mes différents bancs expérimentaux et surtout pour la mise en place de la source de champ magnétique. Florian, on peut remettre cela quand tu veux !

Par ailleurs, je remercie aussi les stagiaires Rémi Labbé, Michael Adadji et Jean Bérard de m'avoir aidé dans ce travail. C'était un plaisir de travailler avec vous !

Je ne vais pas citer une par une toutes les personnes que j'ai côtoyées de près ou de loin, la liste risque d'être longue. Je vous dis à toutes et à tous merci d'avoir fait de ces années un des meilleurs moments de ma vie. J'espère que vous savez tout le bien que je pense de vous !

Ma plus profonde reconnaissance et remerciements s'adressent à mes parents et à mes sœurs pour leurs soutiens et d'avoir toujours cru en moi sans aucune hésitation. Merci de m'avoir permis d'arriver à ce que je suis aujourd'hui.

Enfin, je remercie tout particulièrement Alexandra de m'avoir surtout supporté pendant la phase de rédaction. Merci pour ton soutien et tes mots force de motivation et j'espère d'apporter autant tout au long de notre vie.

## **Résumé**

Cette thèse a pour objectif d'étudier les performances thermiques et rhéologiques des ferrofluides sous champ magnétique pour des applications de refroidissement. L'approche adoptée dans cette thèse est de nature macroscopique, et est basée sur plusieurs études expérimentales. Cette caractérisation des performances des ferrofluides est focalisée sur trois aspects : i) étude de la rhéologie ii) étude de la convection forcée iii) étude la conductivité thermique. Différents outils de caractérisation correspondant à chaque domaine d'étude ont été développés. Dans le domaine de la rhéologie, une cellule magnétique a été construite et adaptée à un rhéomètre afin d'étudier le comportement rhéologique du ferrofluide sous un champ magnétique allant jusqu'à 0,8 T. Cette démarche met en évidence l'influence du champ magnétique et de son intensité sur les forces de cisaillement. Dans le domaine des transferts de chaleur, une boucle thermohydraulique pour l'étude de l'échange de chaleur en convection forcée avec une paroi à flux imposée sous champ magnétique a été mise au point. Ce type de dispositif permet l'étude de plusieurs paramètres liés à la configuration spatiale du champ magnétique appliqué, à l'effet de l'uniformité du champ sur l'intensification des échanges de chaleur. La compréhension et l'analyse de ces résultats sont consolidées par l'étude de la conductivité thermique du ferrofluide sous champ magnétique. Un banc a été mis en place et a permis de mettre en évidence l'influence de la température ainsi que de l'intensité du champ magnétique sur cette grandeur. À l'issue de ces caractérisations, l'application des ferrofluides pour le refroidissement de composants électroniques de puissance est discutée par une mise en œuvre expérimentale. Ces essais ouvrent la voie pour de nouvelles recherches et permettent de mener des réflexions relatives aux domaines d'application des ferrofluides.

## **Abstract**

This thesis aims to study the thermal and rheological performances of ferrofluids under magnetic field for an application in cooling systems. The approach consists on macroscopic analysis based on experimental studies. Our approach is focused on three aspects: i) rheology ii) internal forced convection iii) thermal conductivity. We developed different characterization benches. For rheological studies, a magnetic circuit is developed and integrated into rheometer to create magnetic fields reaching 0,8 T. This approach demonstrates the influence of magnetic flux density on the shear forces. Concerning heat transfers, we carried out experimental tests based on the use of a closed loop flow system to study forced convection of ferrofluids with imposed wall flux under magnetic field. This test bench allows us to understand the impact of several parameters related to the configuration of the applied magnetic field on the enhancement of convective heat transfers. To analyze why convective heat transfers are better under magnetic field, we carried out a system for measuring the thermal conductivity. This bench tests allows us to show the effect of temperature and magnetic flux density on this physical property. All these tests are paving the way for new research activities and to the ferrofluids applications in cooling systems.

# Table des matières

Nomenclature

Introduction

## Chapitre 1 : Techniques de refroidissement

<i>1.1. Introduction</i> .....	1
<i>1.2. Principe général du refroidissement</i> .....	1
<i>1.3. Techniques de refroidissement existantes</i> .....	3
1.3.1. Optimisation de la résistance thermique de conduction .....	4
1.3.2. Diminution de la résistance thermique convective.....	9
1.3.2.1. Influence de la géométrie d'échange sur l'intensification des échanges de chaleur .....	9
1.3.2.2. Utilisation d'éléments actifs externes pour intensifier les échanges de chaleur ...	12
1.3.2.3. Utilisation de la chaleur latente de changement phase pour le refroidissement ....	13
1.3.2.4. Amélioration des performances thermo-hydrauliques des fluides .....	16
<i>1.4. Réflexion sur l'introduction des nanoparticules dans les fluides</i> .....	16
1.4.1. Définition d'un nanofluide.....	16
1.4.2. Etat de l'art sur les nanofluides .....	17
1.4.2.1. Conductivité thermique .....	17
1.4.2.2. Coefficient d'échange convectif et comportement rhéologique .....	19
1.4.3. Commentaire et bilan sur les nanofluides .....	20
1.4.4. Pourquoi la transition vers un ferrofluide ? .....	21
1.4.5. Comportement thermique et rhéologique des ferrofluides .....	22
1.4.5.1. Conductivité thermique des ferrofluides .....	22
1.4.5.2. Coefficient d'échange convectif et comportement rhéologique d'un ferrofluide ..	22
<i>1.5. Bilan sur les techniques de refroidissement et les intensifications associées</i> .....	23
<i>1.6. Domaines d'applications des ferrofluides</i> .....	24
<i>1.7. Etat actuel de l'utilisation des ferrofluides</i> .....	24
<i>1.8. Réflexions et motivations sur les travaux de recherche menés dans ce manuscrit</i> .....	24
<i>1.9. Conclusion</i> .....	25

## Chapitre 2 : État de l'art sur les ferrofluides

<i>2.1. Introduction</i> .....	27
--------------------------------	----

<b>2.2. Les fluides magnétiques .....</b>	<b>27</b>
2.2.1. Fluides magnéto-rhéologiques (MR).....	28
2.2.2. Ferrofluides .....	28
<b>2.3. Forces d'interaction dans un ferrofluide .....</b>	<b>29</b>
2.3.1. Interactions entre nanoparticules et fluide de base.....	29
2.3.2. Interactions entre nanoparticules.....	30
2.3.2.1. Forces attractives .....	30
2.3.2.2. Forces répulsives.....	31
<b>2.4. Comportement magnétique d'un ferrofluide.....</b>	<b>34</b>
2.4.1. État magnétique des particules suspendues sans champ magnétique.....	34
2.4.2. Etat des particules suspendues sous champ magnétique .....	35
2.4.2.1. Aimantation et saturation du ferrofluide .....	35
2.4.2.2. Impact de l'alignement d'un moment magnétique sur une particule.....	37
2.4.1. Organisation des particules dans un ferrofluide sous champ magnétique .....	39
<b>2.5. Comportement rhéologique des ferrofluides .....</b>	<b>43</b>
2.5.1. Rhéologie des ferrofluides en l'absence de champ magnétique .....	43
2.5.1.1. Modèles de viscosité des ferrofluides sans champ .....	45
2.5.1.2. Paramètres influençant la viscosité sans champ magnétique .....	46
2.5.2. Rhéologie des ferrofluides sous champ magnétique .....	48
2.5.2.1. Mécanismes d'augmentation de la viscosité dans un ferrofluide sous champ magnétique.....	48
2.5.2.2. Paramètres influençant la viscosité sous champ magnétique.....	51
<b>2.6. Comportement thermique des ferrofluides sous champ magnétique.....</b>	<b>56</b>
2.6.1. Conductivité thermique.....	56
2.6.1.1. Hypothèses et critiques sur l'amélioration de la conductivité thermique des ferrofluides.....	57
2.6.1.2. Paramètres influençant la conductivité thermique.....	58
2.6.2. Coefficient d'échange convectif d'un ferrofluide sous champ magnétique .....	60
2.6.2.1. Cas d'un champ statique .....	61
2.6.2.2. Cas d'un champ non statique (instationnaire) .....	65
2.6.2.3. Bilan et positionnement.....	67
<b>2.7. Conclusion .....</b>	<b>68</b>

## **Chapitre 3 : Moyens expérimentaux**

<b>3.1. Introduction .....</b>	<b>70</b>
<b>3.2. Dispositif de mesures de la viscosité sous champ magnétique.....</b>	<b>70</b>
3.2.1. Technologies existantes pour la mesure de la viscosité.....	70
3.2.1.1. Rhéomètres capillaires .....	71
3.2.1.2. Rhéomètres rotatifs .....	71
3.2.1.3. Choix de la géométrie .....	72
3.2.2. Éléments imposant le design de la structure de mesure de la viscosité des ferrofluides sous champ magnétique.....	73
3.2.2.1. Contraintes rhéologiques et thermiques.....	74
3.2.2.2. Contraintes magnétiques .....	74
3.2.3. Conception de la structure de mesures de la viscosité sous champ.....	75
3.2.4. Circuit magnétique .....	75
3.2.4.1. Caractérisation du champ magnétique dans l'entrefer : confrontation des résultats numériques et expérimentaux .....	77
3.2.5. Système de thermalisation .....	84
3.2.6. Outil de rhéométrie.....	86
3.2.7. Difficultés liées à la réalisation des pièces mécaniques .....	88
3.2.7.1. Système de thermalisation.....	88
3.2.7.2. Outil de rhéométrie .....	88
3.2.8. Modifications apportées au dispositif de mesures de viscosité sous champ.....	90
3.2.9. Validation du nouvel outil de rhéométrie .....	92
3.2.10. Tests sous champ magnétique .....	93
3.2.10.1. Validation de la mesure sous champ avec huile étalon.....	93
3.2.10.2. Mesures de viscosité de ferrofluides sous champ magnétique .....	94
3.2.11. Conclusion sur la partie rhéologique .....	97
<b>3.3. Dispositif de mesure de la conductivité thermique sous champ magnétique.....</b>	<b>98</b>
3.3.1. Objectif .....	98
3.3.2. Description de la technologie choisie pour la mesure de la conductivité thermique .....	98
3.3.3. Dispositif expérimental.....	99
3.3.4. Etalonnage et validation du banc de mesure de la conductivité thermique .....	100
3.3.4.1. Influence de la position de la sonde KD2 Pro sur la mesure de la conductivité thermique .....	101
3.3.4.2. Effet du champ magnétique sur la sonde KD2 Pro.....	102

3.3.4.3. Comportement de la sonde KD2 Pro en fonction de la température .....	102
3.3.4.4. Caractérisation de la source de champ magnétique .....	103
3.3.5. Mesure de la conductivité thermique des ferrofluides sous champ.....	104
3.3.6. Conclusion partielle .....	108
<b>3.4. Dispositif de mesure du coefficient d'échange convectif sous champ magnétique.....</b>	<b>108</b>
3.4.1. Motivations et contraintes.....	108
3.4.2. Dimensionnement de la section d'essais .....	109
3.4.3. Réalisation mécanique de la section d'essais.....	112
3.4.4. Boucle thermohydraulique.....	113
3.4.5. Équipements métrologiques de la boucle .....	113
3.4.5.1. Mesure du débit .....	115
3.4.5.2. Mesure de température.....	115
3.4.5.3. Éléments chauffants.....	116
3.4.5.4. Capteurs de pression .....	117
3.4.5.5. Système d'acquisition de données .....	117
3.4.6. Méthodologie de calcul du coefficient d'échange convectif h et des pertes de charges .	
.....	118
3.4.7. Spécificités de la boucle thermohydraulique .....	120
3.4.8. Étude et dimensionnement d'une source de champ magnétique adaptée à la section	
d'essais .....	122
3.4.8.1. Caractérisation de la source de champ magnétique .....	124
<b>3.5. Conclusion .....</b>	<b>125</b>

## **Chapitre 4 : Résultats expérimentaux**

<b>4.1. Introduction .....</b>	<b>127</b>
<b>4.2. Configurations expérimentales .....</b>	<b>127</b>
<b>4.3. Mesures des pertes de charges dans la boucle thermohydraulique .....</b>	<b>128</b>
4.3.1. Mesures sans champ magnétique .....	128
4.3.2. Mesures en présence du champ magnétique .....	129
4.4. Validation thermique de la boucle .....	133
4.4.1. Sans champ magnétique.....	133
4.4.2. Avec champ magnétique.....	135
4.4.3. Pertes thermiques dans la section d'essais.....	136
<b>4.5. Mesures du coefficient d'échange convectif sous champ magnétique avec le canal au centre</b>	
<b>de l'entrefer.....</b>	<b>138</b>

4.5.1. Influence de la direction du champ sur le coefficient h des ferrofluides .....	138
4.5.1.1. Réflexion sur l'influence de la direction du champ et consolidation de la théorie d'intensification.....	141
4.5.1.2. Incertitudes sur les mesures.....	142
4.5.2. Influence du débit sur le coefficient h sous champ .....	143
4.5.3. Mesure de h dans la zone d'établissement thermique .....	145
4.5.4. Influence de la longueur de la source de champ et de son intensité.....	146
<b>4.6. <i>Mesure du coefficient d'échange convectif en présence d'un gradient de champ</i>.....</b>	<b>149</b>
4.6.1. Intensification des transferts de chaleur avec le canal en zone 2 .....	151
4.6.2. Intensification des transferts de chaleur avec le canal en zone 3 .....	153
4.6.3. Intensification des transferts de chaleur avec le canal en zone 4 .....	154
<b>4.7. <i>Comparaison des ferrofluides et de leurs fluides de base vis-à-vis de leur utilisation dans un système de refroidissement</i>.....</b>	<b>156</b>
<b>4.8. <i>Conclusion</i> .....</b>	<b>158</b>

## **Conclusion & Perspectives**

## **Annexes**

# Nomenclature

---

A	Constante de Hamaker	J
$a_0$	Hauteur d'un canal d'écoulement	m
$b_0$	Largeur d'un canal d'écoulement	m
B	Induction magnétique	Tesla
$B_{\max}$	Induction maximale dans l'entrefer	Tesla
$B_x$	Composante horizontale de l'induction	Tesla
$B_y$	Composante verticale de l'induction	Tesla
$C_p$ (T)	Capacité calorifique massique en fonction de la température	$J.kg^{-1}.K^{-1}$
$D_h$	Diamètre hydraulique du canal d'écoulement	m
$d_p$	Diamètre d'une particule	nm
$E_{dd}$	Energie dipôle-dipôle de Van der Waals	J
$E_{V,D,W}$	Energie de Van der Waals	J
f	Coefficient de Darcy	-
g	Accélération de la pesanteur	$m.s^{-2}$
H	Champ magnétique	$A.m^{-1}$
h	Coefficient d'échange convectif	$W.m^{-2}.K^{-1}$
$k_B$	Constante de Boltzmann : $1,381.10^{-23}$	$J.K^{-1}$
$K_p$	Constante d'anisotropie d'une particule	$J.m^{-3}$
L	Longueur	m
$L_{Hy}$	Longueur d'établissement hydrodynamique	m
$L_{Th}$	Longueur d'établissement thermique	m
$M_0$	Aimantation spontanée	$A.m^{-1}$
$M_s$	Aimantation à saturation	mT
P	Puissance captée par le fluide	W
$P_{\text{électrique}}$	Puissance électrique générée par les résistances chauffantes	W
$Q_m$	Débit massique	$kg.s^{-1}$
$Q_v$	Débit volumique	$m^3.s^{-1}$
$R_{th}$	Résistance thermique	$^{\circ}C.W^{-1}$
s	Epaisseur du surfactant	nm
S	Surface d'échange	$m^2$
T	Température	$^{\circ}C$

$T_e$	Température d'entrée du fluide dans le canal	°C
$T_{\text{fluide}} \text{ ou } T_f$	Température moyenne débitante du fluide	°C
$T_j$	Température de jonction	°C
$T_{\text{max}}$	Température maximale dans la paroi	°C
$T_{\text{paroi}} \text{ ou } T_p$	Température de paroi	°C
$T_s$	Température de sortie du fluide dans le canal	°C
$V$	Vitesse moyenne du fluide dans un canal	$\text{m.s}^{-1}$
$V_p$	Volume d'une particule	$\text{m}^3$
$V_{\text{hydroP}}$	Volume hydrodynamique de la particule	$\text{nm}^3$
$x$	Distance	m
$\Delta P$	Différence de pression entre deux positions	bar
$\Delta T$	Différence de température	°C
$\dot{\gamma}$	Taux de cisaillement	$\text{s}^{-1}$
$\eta$	Viscosité dynamique du ferrofluide	Pa.s
$\eta_0$	Viscosité dynamique du fluide de base	Pa.s
$\lambda$	Conductivité thermique	$\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
$\lambda^*$	Indice de formation de chaînes de particules	-
$\mu_0$	Perméabilité magnétique du vide : $4.\pi.10^{-7}$	$\text{H.m}^{-1}$
$\mu_p$	Moment magnétique d'une particule	$\text{A.m}^2$
$\rho$	Masse volumique	$\text{kg.m}^{-3}$
$\rho_f$	Masse volumique du fluide de base	$\text{kg.m}^{-3}$
$\rho_p$	Masse volumique d'une particule	$\text{kg.m}^{-3}$
$\tau_B$	Temps de relaxation de Brown	s
$\tau_N$	Temps de relaxation de Néel	s
$\varphi$	Fraction volumique du ferrofluide	-
$\chi$	Susceptibilité magnétique	-
$\text{Pr} = \frac{\eta}{\lambda} C_p$	Nombre de Prandlt	-
$\text{Re} = \frac{Q_m}{D_h \eta}$	Nombre de Reynolds basé sur le diamètre hydraulique	-
$\text{Nu} = \frac{h D_h}{\lambda}$	Nombre de Nusselt	-
$\text{fact} = \frac{a_0}{b_0}$	Facteur de forme géométrique	-

# Introduction générale

La diminution actuelle et à venir de la disponibilité des ressources énergétiques non renouvelables a engendré d'importants développements dans le domaine de l'optimisation énergétique. Dans ce contexte, les techniques de refroidissement ont connu, ces dernières années, un développement et un intérêt très important que ce soit au niveau de la recherche ou de l'industrie. En effet, toute transformation d'énergie d'une forme à une autre (mécanique, chimique, électrique, thermique, ...) s'accompagne d'une dissipation de chaleur plus ou moins importante. Cette dissipation d'énergie calorifique peut engendrer, notamment sur de nombreux dispositifs électriques, certaines limites de fonctionnement par un manque d'efficacité sur le système de refroidissement. Cette chaleur doit être évacuée afin de limiter la température et ainsi d'assurer la fiabilité et le bon fonctionnement de ces dispositifs. En conséquence, les systèmes de refroidissement font parties intégrantes des processus ou des dispositifs industriels.

Ce besoin de refroidissement peut être traité de différentes manières en fonction des domaines et secteurs industriels. Chaque domaine se démarque de l'autre par rapport à la technique utilisée et aux contraintes auxquelles il doit faire face. On peut facilement citer certains secteurs où l'insertion d'éléments refroidisseurs est indispensable. Dans l'automobile, par exemple, la chaleur dissipée suite aux différentes phases de compression et de combustion doit être évacuée. Les flux de chaleur peuvent être très élevés et par conséquent provoquer un changement d'état de surface, des dilatations des composants mécaniques et l'usure de l'huile de lubrification. Un fluide caloporteur circulant dans le bloc moteur assure donc le transport de cette chaleur (source chaude) vers un autre milieu (source froide).

Dans le domaine de l'électronique de puissance en particulier, la chaleur dissipée est causée par l'effet Joule. Cet effet provoque une élévation de la température de jonction des composants électroniques. Ainsi, un échauffement excessif dégrade les performances du composant, réduit sa durée de vie et peut provoquer sa défaillance. Dans ce cas, la mise en place d'un système de refroidissement est donc primordiale et permet d'accroître la durée de vie ces composants.

Toutefois, suite aux avancées technologiques dans de multiples domaines, les densités de flux de chaleur à évacuer prennent des proportions de plus en plus importantes et peuvent, à titre d'exemple, atteindre des valeurs de plusieurs centaines de Watts par centimètre carré dans le cas des systèmes électroniques. Ainsi, face à de telles densités de puissances, les systèmes de refroidissement classiques basés sur le refroidissement liquide (eau, huile...) présentent certaines limites liées à leur efficacité de refroidissement. C'est pour cette raison, que plusieurs voies de recherche sont étudiées dans le but d'intensifier les échanges de chaleur dans ces systèmes. D'un point de vue global, ces investigations concernent soit l'exploitation de la chaleur latente de changement de phase, soit l'utilisation de la chaleur sensible. C'est sur cette dernière que les travaux de thèse de ce manuscrit seront focalisés.

Ainsi, de nombreux dispositifs d'intensification ont été développés pour les transferts de chaleur avec des liquides en simple phase. Ces dispositifs consistent à optimiser les paramètres géométriques des systèmes contenant les fluides caloporteurs tels que : l'augmentation de la surface d'échange par le biais des ailettes, l'augmentation de la rugosité des parois, l'insertion de dispositifs favorisant le mélange des filets fluides dans le cœur de l'écoulement... Cependant, la réalisation de ces géométries peut nécessiter des techniques de fabrication poussées engendrant un coût élevé. De plus, lorsque les systèmes de refroidissement sont contraints par leur encombrement, poids, etc. comme dans le cas des systèmes électroniques, l'utilisation de ces techniques d'intensification peut être non adaptée. C'est la raison pour laquelle d'autres solutions ont été envisagées et, en particulier, l'augmentation des performances thermiques du fluide caloporteur qui fait l'objet de ces travaux.

En effet, ces dix dernières années, une catégorie de fluides, nommés nanofluides magnétiques (ou ferrofluides) est étudiée dans le but de les substituer aux fluides caloporteurs classiques. Les ferrofluides sont des solutions colloïdales stables contenant des particules magnétiques (tailles nanométriques) en suspension dans un liquide porteur tel que l'eau, l'huile, etc. Les peu d'études (rhéologique, thermique, magnétique...) menées sur les ferrofluides, les présentent a priori comme des fluides éligibles à l'intensification des échanges de chaleur. Toutefois, les divergences existantes entre ces études ne permettent pas de tirer une conclusion sur le potentiel réel de ces fluides, notamment en vue d'une application dans les systèmes de refroidissement.

Ce travail de thèse se base sur une approche expérimentale et s'articule autour de trois grands axes : caractérisation rhéologique des ferrofluides sous champ magnétique, étude de la conductivité thermique et enfin caractérisation du coefficient d'échange convectif. Ces travaux ont été menés en étroite collaboration avec les laboratoires G2ELab, LEGI et LRP de Grenoble. Ils s'inscrivent dans la continuité des travaux exploratoires réalisés par M. Petit au G2ELab concernant l'étude des ferrofluides à faible température de Curie (150°C) pour la mise en place d'une pompe magnétothermique. Les travaux, présentés dans ce mémoire, sont orientés vers la caractérisation et l'analyse des performances thermo-hydrauliques et rhéologiques des ferrofluides sous champ magnétique.

Faisant suite à cette introduction, le premier chapitre donnera un aperçu non exhaustif des techniques de refroidissements existantes et mettra en évidence les raisons déterminantes du choix de la technique d'intensification utilisant des ferrofluides. Le champ d'application des ferrofluides dans les domaines qui ne sont pas liés au refroidissement sera évoqué à la fin de ce chapitre.

Le deuxième chapitre dressera une synthèse bibliographique concernant les ferrofluides. Nous verrons à travers cette étude les paramètres influençant les comportements magnétique,

rhéologique et thermique des ferrofluides. À l'issu de ce chapitre, cet état de l'art nous permettra de positionner et justifier les pistes d'investigations menées dans ce manuscrit.

Le troisième et le quatrième chapitre regrouperont les développements des bancs expérimentaux et les résultats obtenus par l'exploitation de ces derniers. Dans un premier temps, le cahier des charges et le choix de la technique de mesures rhéologiques seront donnés et justifiés. Les résultats obtenus et les contraintes technologiques rencontrées seront aussi abordés. Dans un second temps, nous focaliserons notre intérêt sur l'étude de l'influence du champ magnétique sur la conductivité thermique des ferrofluides. Pour cela, nous évoquerons d'abord le principe de mesure de la conductivité thermique ainsi que le dispositif expérimental mis en place. L'amélioration de la conductivité thermique en fonction des conditions expérimentales sera présentée et analysée au regard de l'état de l'art du chapitre 2.

Enfin, la dernière partie de ce manuscrit sera dédiée à l'étude thermo-hydraulique des ferrofluides sous champ magnétique. Les caractéristiques du banc expérimental seront données ainsi que les conditions d'expérimentations. L'influence de certains paramètres (direction et nature du champ, fraction volumique, longueur d'établissement thermique...) sur le coefficient d'échange convectif sera étudiée et analysée.

1.1.	Introduction .....	1
1.2.	Principe général du refroidissement .....	1
1.3.	Techniques de refroidissement existantes .....	3
1.3.1.	Optimisation de la résistance thermique de conduction .....	4
1.3.2.	Diminution de la résistance thermique convective .....	9
1.4.	Réflexion sur l'introduction des nanoparticules dans les fluides .....	16
1.4.1.	Définition d'un nanofluide .....	16
1.4.2.	Etat de l'art sur les nanofluides .....	17
1.4.3.	Commentaire et bilan sur les nanofluides .....	20
1.4.4.	Pourquoi la transition vers un ferrofluide ? .....	21
1.4.5.	Comportement thermique et rhéologique des ferrofluides .....	22
1.5.	Bilan sur les techniques de refroidissement et les intensifications associées .....	23
1.6.	Domaines d'applications des ferrofluides .....	24
1.7.	Etat actuel de l'utilisation des ferrofluides .....	24
1.8.	Réflexions et motivations sur les travaux de recherche menés dans ce manuscrit .....	24
1.9.	Conclusion .....	25

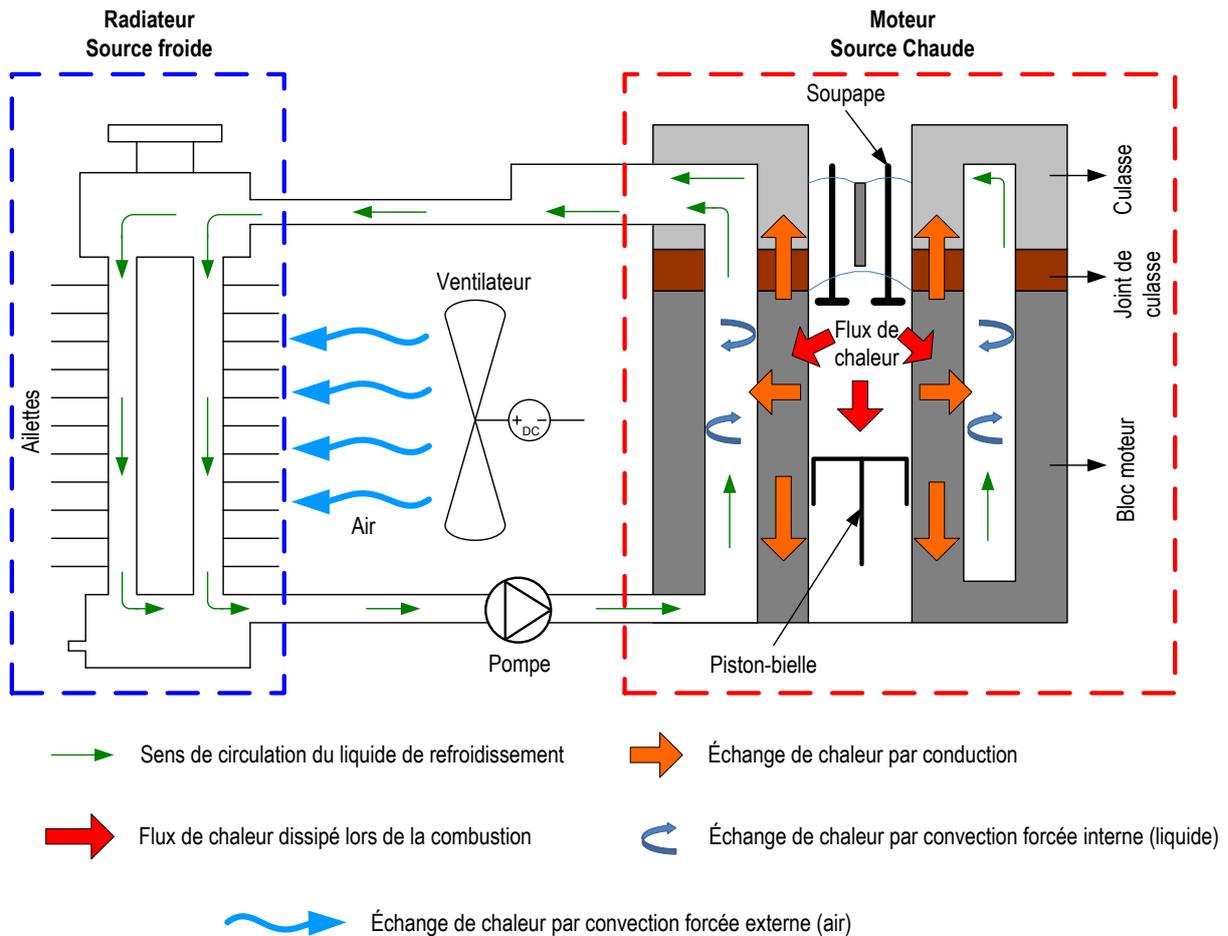
## 1.1. Introduction

Ce chapitre illustre le contexte général ainsi que les motivations et intérêts des travaux de recherche présentés dans le présent manuscrit. Dans un premier temps, un aperçu des techniques de refroidissement sera donné. Par la suite, l'accent sera mis sur les nanofluides et les ferrofluides en particulier. Finalement, les enjeux et les intérêts de l'utilisation de ce type de fluide seront explicités et argumentés.

## 1.2. Principe général du refroidissement

En règle générale, le refroidissement peut être défini par l'échange de chaleur entre un milieu chaud et un milieu extérieur appelé milieu ambiant. La réalisation de cet échange implique donc la coexistence simultanée de deux sources de chaleur : une source chaude et une source froide (le milieu ambiant). De ce fait, toute chaleur générée lors d'un processus de transformation d'énergie (sidérurgie, chimie, pétrochimie, production d'énergie, traitement d'air, aérospatiale, automobile ...) est donc évacuée au niveau de la source froide. Au sein d'un système de refroidissement, l'échange de chaleur peut être effectué par l'intermédiaire de plusieurs organes de différentes géométries (essentiellement des échangeurs de chaleur). De plus, cet échange peut aussi impliquer un ou plusieurs modes de transfert thermique (conduction, convection, rayonnement). Afin d'illustrer le principe général du refroidissement à travers un exemple, nous avons représenté sur la Figure 1.1 une coupe d'un moteur à combustion interne monocylindre avec son système de refroidissement. L'énergie thermique générée lors du processus de combustion est transformée en travail moteur. Cependant, une partie de ce flux thermique est transmise aux parois au voisinage de la chambre de combustion par conduction (flèches orange). Ce même flux thermique est ensuite transmis par convection forcée interne à un fluide caloporteur circulant dans le bloc moteur. Le fluide permet de véhiculer la chaleur jusqu'à la source froide et de baisser la température de paroi (moteur).

Au niveau de la source froide caractérisée par un échangeur de chaleur air/liquide, le fluide caloporteur est refroidi grâce à un ventilateur. L'échange de chaleur au niveau de la source froide s'effectue selon les trois modes suivants : i) convection forcée interne entre le liquide et la paroi froide ii) conduction entre la paroi et les ailettes iii) convection forcée externe entre les ailettes et l'air propulsé par le ventilateur.



**Figure 1.1.** Refroidissement d'un moteur thermique.

Notons que cette figure représente simplement un exemple de mise en œuvre d'un système de refroidissement car de nombreuses autres techniques pourront être utilisées en fonction du domaine d'application, de la puissance de dissipation et de la géométrie. Le point commun entre tous les systèmes de refroidissement sera donc la coexistence d'une source chaude, d'une source froide et d'un transfert d'énergie sous forme thermique entre elles.

Nous pouvons également séparer les systèmes de refroidissement en deux catégories principales :

- Les systèmes actifs : ils concernent tous les modes de refroidissement comprenant un organe alimenté en énergie permettant la circulation du fluide (pompe, ventilateur...). Dans ce cas, l'échange thermique est effectué généralement en convection forcée. C'est le cas de l'exemple de la Figure 1.1.
- Les systèmes passifs : l'écoulement du fluide dans ces systèmes ne nécessite pas un apport d'énergie supplémentaire. En effet, le déplacement du fluide est dû à la variation de certaines de ses propriétés thermo-physiques avec la température ou à des phénomènes physiques extérieurs (capillarité, température de curie, gravité, variation de la densité...). Les systèmes passifs ont gagné ces dernières années une place très importante dans les dispositifs industriels notamment dans les applications embarquées. Parmi les systèmes passifs les plus répandus, nous trouvons les caloducs,

les boucles thermiques gravitaires (thermosiphon), les boucles à pompage capillaire (Loop Heat Pipe ou Capillary Pumped Loop) ou encore les caloducs pulsés. Mises à part certaines boucles gravitaires, les autres systèmes exploitent un réseau capillaire (élément moteur) afin de véhiculer le fluide caloporteur. Par ailleurs, d'autres systèmes passifs existent tels que les boucles magnétothermiques utilisant des ferrofluides à basse température de Curie. Ces dernières ne sont toutefois pas encore matures et font l'objet de différentes investigations.

### 1.3. Techniques de refroidissement existantes

Il existe de nombreuses approches permettant la description des techniques de refroidissement: par secteur d'activité (mécanique, énergétique, électronique...), par leurs dates de parution et états d'évolutions ou par leur mode de transfert thermique prédominant (conduction, convection, rayonnement). Néanmoins, si nous partons du schéma de la Figure 1.1, nous remarquons que le transfert par convection forcée au niveau de la source chaude est précédé par un transfert par conduction. À la source froide, l'échange conductif est aussi omniprésent au sein de la paroi ailette entre l'air extérieur et le fluide caloporteur. De plus, l'interface séparant la culasse du bloc moteur (joint de culasse) joue un double rôle : d'une part, elle assure l'étanchéité vis-à-vis du fluide caloporteur, et d'autre part, elle permet de découpler les contraintes thermiques du bloc moteur de celles de la culasse. C'est pour cette raison que le joint est fabriqué en matière isolante. Cependant, dans plusieurs domaines tel que l'électronique, les interfaces thermiques sont conductrices et doivent être bien optimisées.

De ce fait, une bonne transmission de chaleur par conduction passe nécessairement par la minimisation de la résistance thermique de conduction. Celle-ci est pilotée essentiellement par la nature du matériau, des interfaces ainsi que leur géométrie. De même, afin d'assurer un bon échange entre la paroi et le fluide caloporteur, la résistance thermique par convection doit également être réduite. Cette dernière, dépend essentiellement de la géométrie et du coefficient d'échange convectif. Ce coefficient est à son tour dépendant de nombreux paramètres parfois interdépendants tels que: la géométrie de la surface d'échange, le régime d'écoulement, les propriétés thermo-hydrauliques des fluides et la température.

Plusieurs recherches et développements ont été effectués sur l'amélioration des performances thermiques des fluides et des matériaux. Ces développements ont pour vocation de réduire les résistances thermiques par conduction et convection et, par conséquent, de réduire le gradient thermique entre la source chaude et la source froide. De plus, la majorité de ces études consistent en l'utilisation de fluides et de matériaux usuels sous différentes formes géométriques (surface d'échange des matériaux) ou différentes conditions (monophasique, diphasique, fluide chargé en particules...). De ce fait, nous donnons dans le Tableau 1.1 quelques ordres de grandeur des coefficients de conduction et de convection des fluides et matériaux usuellement utilisés dans de nombreuses applications. Nous verrons plus loin dans ce chapitre différentes techniques permettant d'intensifier les échanges de chaleur tout en utilisant ces fluides ou matériaux.

La classification que nous avons choisie pour décrire les techniques de refroidissement est basée sur les deux critères suivants :

- 1) techniques visant à réduire la résistance thermique par conduction,
- 2) techniques visant à intensifier les échanges de chaleur par convection.

<b>Coefficient d'échange convectif <math>h</math> de différents fluides (en <math>W.m^{-2}.K^{-1}</math>)</b>	
Gaz en convection forcée	$30 < h < 300$
Gaz en convection naturelle	$2 < h < 30$
Eau en convection forcée	$300 < h < 10\ 000$
Eau en convection naturelle	$100 < h < 1\ 000$
Condensation (sans gaz incondensable) (condenseur d'eau)	$5\ 000 < h < 15\ 000$
Ebullition (bouilleur d'eau) (dépend des sites de nucléation et du régime d'ébullition)	$3\ 000 < h < 50\ 000$
Métaux liquides	$6\ 000 < h < 120\ 000$
<b>Conductance <math>\lambda/e</math> de parois types (pour <math>1\ m^2</math>) (en <math>W.m^{-2}.K^{-1}</math>)</b>	
Paroi d'acier de 2 mm	$\approx 20\ 000$
Paroi d'acier inoxydable de 2 mm	$\approx 10\ 000$
Paroi de PVC de 2 mm	$\approx 250$
Tartre calcaire déposé sur une paroi (épaisseur de tartre de 2 mm)	$\approx 500$

**Tableau 1.1.** Ordre de grandeur des coefficients de convection et de conduction des fluides et des matériaux usuels [1].

### 1.3.1. Optimisation de la résistance thermique de conduction

Selon le besoin en puissance de refroidissement, l'évacuation de la chaleur par l'utilisation de matériaux à forte conductivité thermique peut être intéressante. Le rôle principal de ces matériaux est de diminuer le gradient thermique tout en garantissant une répartition uniforme du flux de chaleur. La diminution du gradient thermique passe soit par l'augmentation de la conductivité thermique du matériau soit par l'optimisation de la surface d'échange (augmentation et/ou structuration géométrique spécifique de la surface). Toutefois, au vu des contraintes actuelles que connaissent les systèmes thermiques en termes de compacité et de poids, les deux paramètres cités ci-dessus sont très dépendants. En effet, si nous considérons par exemple le cas d'un système à ailettes, sa configuration géométrique permet d'augmenter la section de passage du flux de chaleur par conduction sans augmenter significativement sa masse et ses dimensions globales. Malgré cette optimisation au niveau de la section de passage, le rendement des systèmes à ailettes est lié en partie à la conductivité thermique de son matériau. Ainsi les matériaux utilisés dans les ailettes ont vu une évolution selon les domaines d'applications. Les ailettes en aluminium et en graphite sont actuellement les plus utilisées.

Nous allons maintenant développer ci-dessous des exemples de recherches effectuées dans le domaine des matériaux dans le but d'augmenter leur conductivité thermique.

*Matériaux à forte conductivité thermique : graphite et annealed pyrolytic graphite (APG)*

L'utilisation du graphite dans les dispositifs électroniques a connu une nette croissance pendant ces deux dernières décades. Plusieurs recherches ont été menées dans le but

d'améliorer les matériaux constituant les radiateurs, les semelles (spreader) et le cœur du composant. Des études [2] [3] ont montré que le remplacement des semelles classiques à base d'aluminium par des semelles en graphite permettrait une baisse en température, en masse (poids) et une réduction du gradient thermique (homogénéisation de la température). En effet, des gains de l'ordre de 35% (en élévation de température) par rapport à l'aluminium sont obtenus avec une épaisseur de 0.51 mm. Toutefois, notons que le graphite est un matériau orthotrope, il présente donc des propriétés thermiques différentes selon deux directions. Selon le plan la conductivité peut varier de 200 à 400  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Dans la direction perpendiculaire au plan, la conductivité est de l'ordre de 10  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Cette anisotropie thermique est aussi valable du côté mécanique. En effet, la dureté du graphite est comprise entre 1 et 2 sur l'échelle de Mohs. D'un point de vue résistance des matériaux, le graphite possède donc une dureté très faible en le comparant à d'autres matériaux comme l'aluminium. Cela est dû principalement à sa structure cristallographique constituée de feuillets hexagonaux non compacts. Pourtant chaque feuillet est très solide car il contient des atomes de carbone qui sont très liés entre eux. Cependant, chaque feuille est liée par rapport à l'autre par une faible force de Van Der Waal. Cela se traduit par l'existence d'un clivage basal engendrant donc une faible dureté et ainsi une faible résistance mécanique.

Ces contraintes peuvent donc limiter l'utilisation du graphite dans certaines applications où des contraintes mécaniques sont couplées à celles de la thermique. Face à de telles exigences, à la fin des années 1990, la société K-Technologie a présenté un matériau breveté appelé APG (Annealed Pyrolytic Graphite) dans le but d'améliorer la conductivité thermique des matériaux tout en gardant de bonnes propriétés mécaniques. Cela se fait en encapsulant ce dernier qui présente une très faible résistance thermique dans un matériau où la résistance thermique est moyenne. Cette technologie permet un excellent contact entre l'encapsulant et l'APG (la résistance thermique de contact est quasi nulle), ce qui implique un découplage entre les propriétés mécaniques et thermiques i.e un encapsulant qui présente des propriétés mécaniques très grandes et un APG dont les caractéristiques thermiques (conductivité) sont élevées. Ce découplage de propriétés permet d'optimiser chaque constituant indépendamment. En d'autres termes, les caractéristiques du matériau encapsulant gouvernent la structure en termes de résistance, dilatation (expansion thermique) et de rigidité, tandis que l'APG assure la bonne conductivité thermique. Cette dernière remarque est très importante d'un point de vue électronique car, généralement, en électronique on cherche à avoir un matériau à très grande conductivité thermique et à coefficient d'expansion faible [4].

L'APG est obtenue par décomposition d'un gaz hydrocarbure dans un four sous vide sous haute température (réaction de pyrolyse). La température de décomposition peut varier de 2150 à 3030°C. À la fin du processus de fabrication, le matériau produit subit un traitement thermique (recuit) sous une température variant de 3000 à 3600°C [5].

La conductivité thermique de l'APG est très dépendante de la direction des plans des feuillets ainsi que du mode de fabrication. Plusieurs auteurs donnent des valeurs allant de 1000 à 3000  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  [6] [7]. En revanche, selon la normale au plan de base on peut avoir des valeurs comprises entre 5 à 50  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . Notons aussi que la conductivité thermique du graphite diminue linéairement avec l'augmentation de la température. Enfin, comme pour le graphite,

les propriétés mécaniques de l'APG sont relativement médiocres [5]. Pour cela, l'utilisation de ce type de matériau comme dissipateur (spreader, radiateur...) n'est pas intéressante. D'où son encapsulation dans une macro-composite (qui possède de bonnes propriétés mécaniques).

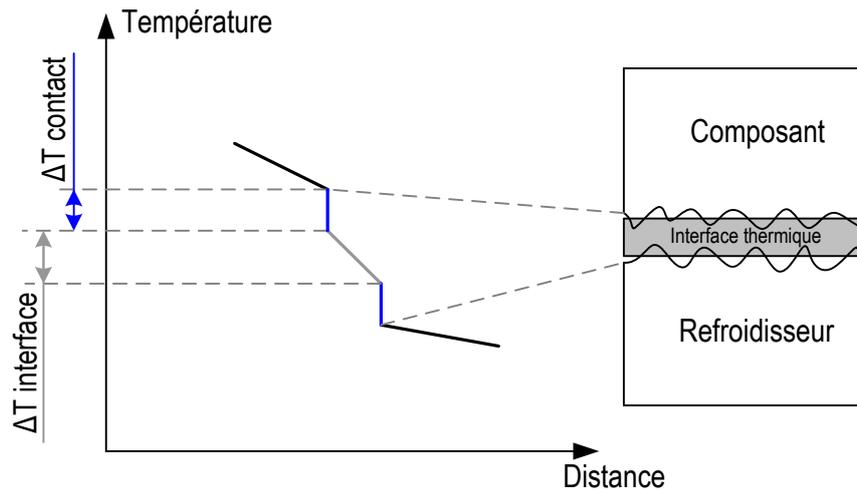
### Interfaces thermiques

Nous avons évoqué précédemment le cas du joint de culasse utilisé comme interface dans le but de découpler thermiquement le bloc moteur de la culasse. Dans de nombreuses applications et en particulier en électronique, les interfaces thermiques jouent un rôle très important dans l'acheminement du flux de chaleur par conduction de la source chaude (composant) à la source froide (refroidisseur).

Le problème d'interface rencontré dans le domaine de l'électronique est dû à la nature des surfaces en contact. Ces dernières présentent des imperfections géométriques microscopiques. Ces imperfections constituent un excellent moyen pour la formation de poches d'air (ou de vide) et contribuent à l'existence de résistances thermiques d'interface générant ainsi des sauts de températures importants au niveau des zones de contact. Malgré la pression de serrage qui s'effectue dans certaines situations pour le montage des composants sur leur refroidisseur, la présence de poches d'air est inévitable. Il est donc recommandé d'utiliser un matériau d'interface thermique afin de limiter l'influence de l'état de surface. La Figure 1.2 illustre l'évolution de la température entre le composant et son refroidisseur en présence d'un matériau d'interface thermique. L'influence de l'interface thermique sur la résistance thermique globale est donc due à la résistance thermique propre de cette interface et à la qualité du contact de cette dernière sur les parois l'entourant.

Les interfaces thermiques doivent ainsi répondre à deux conditions essentielles : 1) d'un point de vue mécanique, l'interface thermique doit être malléable pour permettre l'obstruction des aspérités et des défauts de surfaces; 2) d'un point de vu thermique, la résistance de l'interface doit être minimisée, cela revient donc à augmenter sa conductivité thermique et/ou à réduire son épaisseur.

D'une manière générale, nous pouvons classer les matériaux d'interface thermique en cinq catégories : graisses thermiques, gels, blocs élastomères, matériaux à changement de phase, bandes thermiques. Toutes ces interfaces se démarquent les unes des autres par rapport à leurs propriétés mécaniques et thermiques. Afin d'avoir une approche un peu plus détaillée sur ces types d'interfaces et leurs propriétés, nous recommandons la lecture de la référence [8]. Par ailleurs, nous tenons à signaler que, ces dernières années, de nombreuses recherches se sont focalisées sur l'amélioration des matériaux d'interface thermique. Dans ce contexte, une des voies explorée consiste à utiliser des nanoparticules métalliques. Pour ce faire deux solutions se présentent : la première consiste à charger les matériaux d'interface cités ci-dessus, et la seconde, par une utilisation directe des nanoparticules afin de lier deux matériaux par procédé de frittage [9].



**Figure 1.2.** Évolution de la température entre deux matériaux avec interface thermique.

Une étude récente [10] avait pour but d'augmenter la conductivité thermique d'une bande thermique ayant une matrice en époxy et des microparticules en argent de taille allant de 3 à 10  $\mu\text{m}$ . L'étude consistait à charger cette bande (conductivité thermique initiale de  $4 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ) par des nanoparticules en carbure de silicium. La dispersion en taille des nanoparticules était comprise entre 50 et 100 nm. Le résultat d'une telle manœuvre montre que la conductivité thermique de l'adhésif est très dépendante de la fraction massique des nanoparticules. En effet, pour une fraction allant jusqu'à 1%, aucune amélioration significative n'a été remarquée et la conductivité demeure égale à  $4 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ . En revanche, lorsque la fraction massique avoisine les 3%, une amélioration de près de 100% de la conductivité thermique par rapport au cas sans nanoparticules est vérifiée. Cette amélioration s'explique par le fait que les nanoparticules en carbure de silicium s'insèrent entre les particules en argent (déjà présentes dans la matrice époxy). Ainsi, les nanoparticules incarnent le rôle de pont thermique et permettent une meilleure diffusion de la chaleur. De ce fait, l'augmentation de la fraction massique a tendance à diminuer l'hétérogénéité entre les particules en argent et à assurer leur liaison.

Cependant, il est bien clair que l'augmentation de la fraction massique des nanoparticules engendre une perte de souplesse de la bande thermique. En sachant que l'avantage d'une bande réside dans sa capacité à se conformer aux imperfections de surface, un compromis est donc à mettre en place afin d'augmenter la conductivité thermique sans détériorer sa souplesse.

### Matériaux solides à changement de phase (MSCP)

Lorsque la dissipation de chaleur est effectuée en régime instationnaire, les systèmes thermiques présentent des pics de températures au cours du temps. Dans ce cas, un des moyens qui permet d'écarter ces pics est l'utilisation de matériaux solides à changement de phase.

Dans ce contexte, un changement de phase peut facilement se définir comme étant le passage d'un état solide à l'état liquide (ou l'inverse). Pour une application dans le refroidissement, ce

changement d'état doit s'effectuer à basse température (entre 50 et 130°C, notamment en électronique). Le principal avantage de l'utilisation des matériaux solides à changement de phase réside dans le fait que tout changement d'état s'effectue à température constante (transformation isotherme) et à pression constante. Par conséquent, le matériau peut stocker ou céder de l'énergie toute en gardant sa température quasi-constante.

Les premières manipulations des MSCP dans les systèmes électroniques consistaient en leurs insertions entre les ailettes d'un radiateur (système hybride) [11][12]. Le résultat montre que les performances du MSCP sont remarquables en régime transitoire. En effet, lors des fortes sollicitations thermiques, le MSCP permet d'absorber les pics d'énergie. Cette énergie est restituée ensuite lorsque la puissance thermique dissipée par le composant est plus faible.

Malgré les avantages que peut présenter cette technique de refroidissement en termes de compacité et d'encombrement, son inconvénient majeur réside dans la résistance thermique par conduction du MSCP qui demeure élevée du fait de sa faible conductivité thermique. Lorsque l'énergie dissipée par le composant électronique est faible, le transfert s'effectue sans changement de phase. Par conséquent, la conductivité thermique du MSCP doit être optimisée afin d'assurer l'acheminement du flux de chaleur vers la source froide.

Un nombre conséquent de recherches a été réalisé dans le but d'augmenter la conductivité thermique des MSCP. Ces études consistent à introduire des matériaux à forte conductivité thermique soit sous forme d'ailettes, soit sous forme de matrice, soit en dispersant des particules. Les techniques utilisant l'adjonction de matrices de matériaux dans les MSCP montrent que d'excellents résultats sont atteints avec du graphite. Une amélioration de la conductivité de 20 à 130 fois par rapport au MSCP sans graphite est vérifiée [13]. Cet exemple d'application illustre bien les avantages du graphite évoqués précédemment.

Comme dans le cas des interfaces thermiques, le chargement des MSCP avec des nanoparticules a fait l'objet de plusieurs études. En effet, il a été démontré que l'introduction de nanoparticules d'argent permet une augmentation de la conductivité thermique [14]. De plus, cette dernière est dépendante de la fraction massique des nanoparticules [14] [15]. Ho et Gao [16] ont synthétisé un MSCP à base de paraffine contenant des nanoparticules d'oxyde d'aluminium ( $Al_2O_3$ ). Deux fractions massiques ont été utilisées : 5% (nanoparticules de taille 160nm) et 10% (taille 200nm). La mesure de la conductivité thermique à 30 °C montre une amélioration de 2% et 6% par rapport au cas sans nanoparticules. En augmentant la température (60°C), l'amélioration atteint les 60% dans le cas d'une fraction massique de 10%. L'auteur explique cette amélioration par le mouvement des nanoparticules dû au passage de la paraffine à l'état liquide. Ce mouvement est connu sous le nom de mouvement Brownien. Par ailleurs, l'introduction des nanoparticules dans les MSCP a pour conséquence de baisser la chaleur latente sans faire varier les températures de changement de phase. Cette remarque a été vérifiée par la majorité des auteurs cités précédemment.

Toutefois, notons que les améliorations obtenues avec des MSCP chargés en nanoparticules demeurent très faibles par rapport à celles obtenues avec les matrices en graphite du fait de la disposition aléatoire des nanoparticules. De ce fait, on peut alors dire qu'une disposition

ordonnée des nanoparticules (ou nanotubes de carbone), par exemple, parallèlement au flux de chaleur permettrait une amélioration plus significative de la conductivité thermique.

Nous avons bien vu le contexte et les contraintes que les chercheurs et les industriels essayent de surpasser en améliorant les caractéristiques des matériaux influant sur les transferts de chaleur conductifs. Une approche de recherche complémentaire largement explorée vise à améliorer les techniques de refroidissement basées sur les transferts convectifs incluant l'étude de la géométrie de la surface d'échange, des régimes d'écoulements ainsi que les propriétés thermo-hydrauliques des fluides caloporteurs. Cela constitue l'objet du paragraphe suivant.

### **1.3.2. Diminution de la résistance thermique convective**

Nous avons évoqué dans le paragraphe 1.4 que l'optimisation de la résistance thermique convective passe par l'amélioration du coefficient de convection. Ce dernier est très dépendant de plusieurs paramètres : la géométrie de la surface d'échange, le régime d'écoulement et les propriétés thermo-hydrauliques du fluide. Par conséquent, l'amélioration d'un ou plusieurs de ces paramètres permet une intensification des échanges de chaleur.

Dans le cas où les systèmes intervenant dans les transferts de chaleur sont déjà mis en place ou en cours de développement, il est possible d'améliorer leur coefficient d'échange convectif par le biais d'éléments mécanique ou électrique (création de vibrations). Ces organes externes ont donc pour rôle la modification du profil de vitesse d'écoulement (réduction de la résistance thermique de la couche limite) et par conséquent l'intensification des échanges de chaleur.

Par ailleurs, les données du Tableau 1.1 permettent de mettre en évidence l'intérêt de l'exploitation de la chaleur latente de changement de phase du fluide caloporteur. Ce phénomène physique apporte donc une amélioration significative du coefficient d'échange convectif et ainsi une augmentation de l'efficacité de refroidissement globale.

Au vu de ce qui vient d'être dit, nous allons focaliser notre présentation sur l'optimisation de la résistance thermique convective sur les quatre points suivants :

- influence de la géométrie d'échange sur l'intensification des échanges de chaleur en convection forcée,
- utilisation d'éléments physiques externes,
- utilisation de la chaleur latente de changement de phase,
- amélioration des performances thermo-hydrauliques des fluides dans le but d'intensifier les échanges de chaleur.

#### **1.3.2.1. Influence de la géométrie d'échange sur l'intensification des échanges de chaleur**

Les performances d'échange thermique à la source froide (Figure 1.1) peuvent-être dictées par plusieurs paramètres. Hormis le matériau utilisé, la configuration géométrique du circuit de refroidissement est très importante. Nous savons déjà que tout échange de chaleur implique

une surface d'échange. L'optimisation de celle-ci peut permettre donc une augmentation du coefficient d'échange convectif. À ce titre, plusieurs configurations ont été mises en place telles que : les ailettes, les mousses métalliques [17]–[19], les jets, les tubes lisses (aubes de turbines). Ces configurations permettent de répondre aux besoins de refroidissement selon les domaines d'application. À titre d'exemple, l'étude de la forme géométrique des ailettes sur le refroidissement en électronique a été réalisée par Chapman et Schmidt [20]. Ils montrent que les ailettes longues de forme rectangulaire présentent une meilleure résistance thermique par rapport aux ailettes rondes ou rectangulaires coupées. De la même manière, l'étude des jets a fait l'objet de plusieurs études, nous allons donc exposer les intensifications possibles avec ce genre de technologie et les verrous associés.

### Configuration à jets

Le refroidissement par jets impactant a suscité de nombreuses recherches ces 40 dernières années notamment dans les domaines de l'aéronautique (suite à l'augmentation de la température des gaz des aubes de turbines) et de l'électronique. Ce mode de refroidissement est caractérisé par sa capacité à évacuer des densités de puissance très élevées localisées sur des petites surfaces. En effet, les jets permettent un impact de fluide précis sur la zone de dissipation, il en résulte alors une amélioration du coefficient d'échange convectif local.

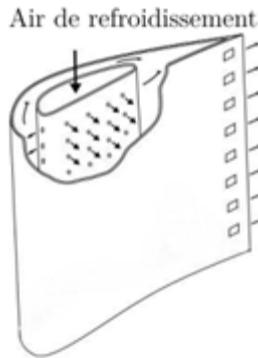
Le principe du jet impactant consiste à éjecter un fluide à travers une buse sur une surface portée à température élevée. Les travaux de Martin [21] et Webb [22] permettent de classer les jets en deux catégories:

- Jets submergés (immergés) : le fluide éjecté débouche sur une atmosphère de même nature (gaz-gaz ou liquide-liquide),
- Jets libres : le fluide éjecté est liquide et débouche dans une atmosphère gazeuse.

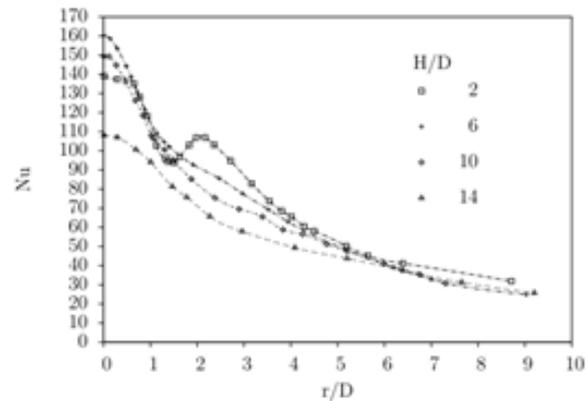
Notons que les travaux de Womac et al. [23] [24] mettent en évidence l'intérêt des jets immergés par rapport aux jets libres. Ils montrent que, pour des Reynolds supérieurs à 4000, le coefficient d'échange convectif obtenu avec le jet immergé est très élevé par rapport au cas de jets libres.

Une des applications du jet immergé (injection d'air) est le refroidissement des aubes de turbines. Le principe consiste en l'insertion d'une chemise dans l'aube de turbine (comme dans le cas d'un moteur automobile chemisé). Cette chemise comporte plusieurs orifices qui permettent l'injection de l'air frais sur les parois internes de l'aube (Figure 1.3). Étant donnée la géométrie de ce système, il est plus que probable que des turbulences locales soient générées. Par conséquent, les échanges thermiques convectifs sont meilleurs. Différents essais ont été effectués afin de caractériser le potentiel de ce mode de refroidissement. Il a été constaté que la distance séparant la paroi à refroidir et la buse est déterminante dans les transferts de chaleur. Cette distance est inversement proportionnelle au nombre de Nusselt [25]. De plus, il a été observé expérimentalement [26] l'existence d'un vortex sur le bord de l'injecteur venant frapper la surface chaude provoquant ainsi une amélioration des transferts de chaleur. Cela se traduit sur la courbe de la Figure 1.4 par le pic observé pour  $r/D = 2,1$  où « D » désigne la dimension caractéristique de l'injecteur, et « r » la distance depuis le point

central de l'impact. Cependant, nous constatons d'après la Figure 1.4, qu'en s'éloignant du point central d'impact c'est-à-dire  $r > 2,2$ , le nombre de Nusselt local i.e le coefficient d'échange convectif local diminue. Cela est considéré comme l'un des points faibles de cette technique. Il est donc préconisé de prendre une distance «  $r$  » inférieure à  $2,2D$ .



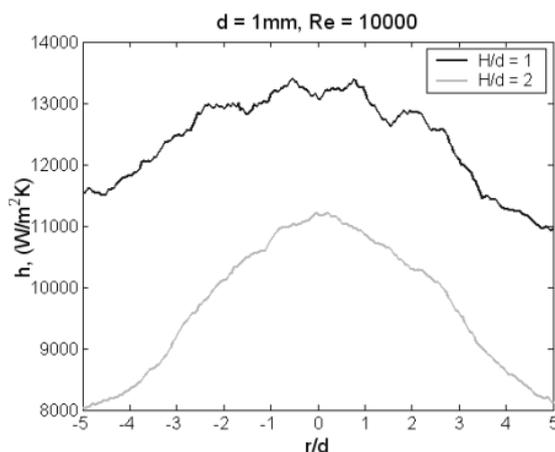
**Figure 1.3.** Système à jet impact intégré dans une aube.



**Figure 1.4.** Evolution du nombre de Nusselt dans le cas d'un jet impactant à air.

Dans le domaine de l'électronique, le jet impactant immergé utilisant de l'eau comme fluide caloporteur est considéré comme candidat potentiel. Les améliorations obtenues dans les transferts de chaleur sont très prometteuses. Glynn et al [27] procèdent à une caractérisation expérimentale du jet impactant immergé. L'étude est faite sur une paroi à flux imposée chauffée par des bus-bar. Les coefficients d'échange convectif obtenus atteignent  $13000 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  au point central d'impact (cf Figure 1.5). De plus, cette figure met aussi en évidence l'influence de la distance du jet par rapport à la surface chauffée. Par ailleurs, la remarque faite précédemment dans le cas du jet impactant immergé avec l'air concernant la diminution du coefficient d'échange thermique est aussi valable pour l'eau. En s'éloignant du point central d'impact une diminution de 40% est constatée sur le coefficient d'échange pour le cas d'un  $H/d=2$ .

En règle générale, les caractéristiques thermiques d'un système à jets impactant sont dictées par le nombre de Reynolds, le nombre de Prandtl, le diamètre du jet et la distance séparant le jet de la paroi à refroidir ou à chauffer. Toutefois, la configuration géométrique des jets engendre de conséquentes pertes de charge nécessitant ainsi un système de pompage optimisé (puissant). Cette conséquence peut donc limiter l'utilisation de ce genre de technologie notamment en électronique embarquée.



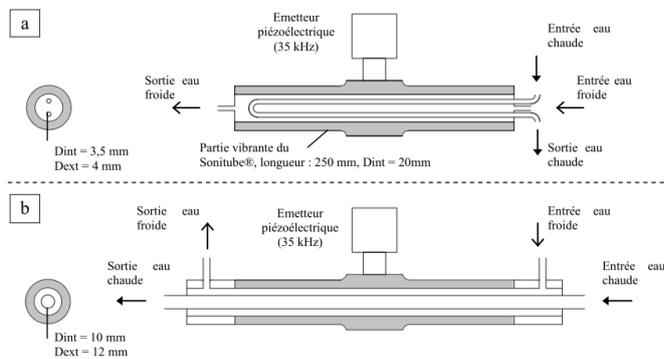
**Figure 1.5.** Intensification des transferts de chaleur par jet impactant immergé (cas de l'eau), avec « H » désignant la distance entre l'injecteur et la surface à refroidir, « d » le diamètre de l'injecteur et « r » la distance depuis le point central d'impact [27].

### 1.3.2.2. Utilisation d'éléments actifs externes pour intensifier les échanges de chaleur

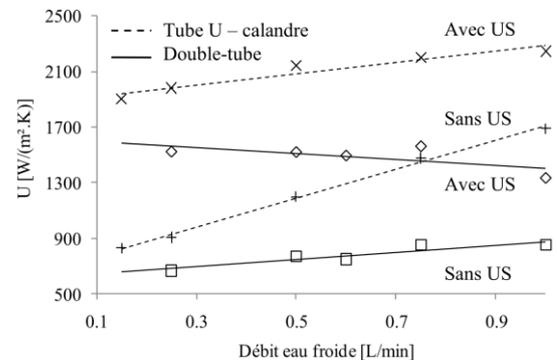
Dans le domaine de l'agro-alimentaire, les transferts de chaleur par le biais d'échangeurs sont souvent utilisés. La stérilisation du lait dans le milieu industriel est effectuée par une montée jusqu'à des valeurs de 150°C (en quelques secondes) puis par un refroidissement brusque. Cela se fait par l'intermédiaire d'échangeurs de type tubulaire. Plusieurs configurations d'échangeurs peuvent être présentées, chacune se démarquant de l'autre par son efficacité de refroidissement. Par ailleurs, et comme cité précédemment, il est bien clair que l'élément clé caractérisant un échangeur de chaleur est sa surface d'échange. C'est pour des raisons de compacité, que les échangeurs utilisés généralement en industrie sont de type à plaques. La majorité des échangeurs de chaleur en industrie sont dimensionnés pour des écoulements turbulents. Les coefficients d'échanges obtenus sont élevés par rapport au régime laminaire. Une optimisation de la géométrie de l'échangeur est nécessaire afin de garantir de tels régimes d'écoulements (le but étant de réduire les pertes de charge). Malgré cette prise de conscience et malgré la maîtrise des différents paramètres lors du dimensionnement des échangeurs, ils présentent tout de même un inconvénient de taille qu'est l'encrassement des parois au cours du temps d'utilisation. L'encrassement constitue, d'une part, une résistance thermique supplémentaire qui tend à diminuer les transferts de chaleur et d'autre part une augmentation de la perte de charge hydraulique impliquant ainsi l'utilisation de turbomachines plus puissantes.

Afin de lutter contre ce phénomène d'encrassement, les ingénieurs ont tendance soit au surdimensionnement de l'échangeur, soit aux traitements chimiques. Mises à part ces méthodes, des recherches se sont focalisées sur l'utilisation des vibrations ultrasoniques. Ces dernières permettent de lutter contre l'encrassement et également d'intensifier les échanges de chaleur [28] [29]. Cette dernière conséquence permet donc de réduire les surfaces d'échanges et aussi d'augmenter le flux de chaleur échangé. L'étude menée par Legay et al. [30], permet d'illustrer l'intérêt d'une telle technique d'intensification. L'expérience est menée sur deux

échangeurs : le premier est un tube en U-calandre et le second est de type bi-tube (cf. Figure 1.6). Le résultat d'une telle manipulation nous montre une augmentation de plus de 90% du coefficient d'échange convectif global lorsque l'échangeur est sous ultrasons (Figure 1.7). Notons que cette amélioration est plutôt favorisée pour les faibles débits. L'auteur explique ce phénomène par une mauvaise propagation des ultrasons causée par des effets de cavitations ou de micro-turbulences.



**Figure 1.6.** Géométrie d'échangeur de chaleur équipée d'un système à ultrasons [31].



**Figure 1.7.** Intensification des échanges de chaleur dans les échangeurs par utilisation d'ultrasons [30].

Malgré cette amélioration obtenue par ultrasons, une approche globale du système doit être faite pour valider l'intérêt de cette technique. Rappelons que cette méthode d'intensification est dite active, car elle utilise un organe externe nécessitant ainsi un apport énergétique externe. De plus, les phénomènes de cavitation que peut générer cette technique risquent de perturber la surface des éléments mécaniques (apparition d'érosion).

### 1.3.2.3. Utilisation de la chaleur latente de changement phase pour le refroidissement

Nous avons vu précédemment l'exploitation de la chaleur latente de changement de phase solide-liquide. De la même manière, le changement d'état liquide-vapeur est largement utilisé dans le refroidissement. Un exemple assez courant exploitant cette caractéristique est la machine frigorifique. Le fluide frigorigène décrit un cycle thermodynamique fermé. Son passage dans l'évaporateur entraîne son évaporation (état liquide à vapeur). De ce fait, la température de l'enceinte en contact avec l'évaporateur est diminuée. De même, le fluide frigorigène entre dans le condenseur, la transformation de liquéfaction est réalisée. Ces deux transformations ainsi décrites par le fluide frigorigène s'effectuent dans des échangeurs de chaleur.

Pour le refroidissement, ce sont les phénomènes qui règnent au niveau de la paroi chaude (zone d'évaporation) qui nous intéressent le plus. Deux régimes d'ébullitions peuvent être constatés :

- **Ébullition nucléée** : lors de cette phase, il y a d'abord formation de bulles de vapeur à la paroi chaude. Ces bulles prennent forme dans des cavités appelées sites de

nucléation renfermant des noyaux de vapeur. Les bulles grossissent et se détachent. Elles montent en entraînant une partie de la couche limite dans leur sillage, laissant ainsi le liquide se repositionner pour être à nouveau en contact avec la surface d'échange (remouillage de la paroi et reconstitution de la couche limite).

- *Ébullition en film* : si le flux de chaleur devient intense (flux critique), la dynamique de formation de bulles est rapide. En conséquence, ces bulles deviennent très grosses et un film de vapeur a tendance à séparer constamment la paroi chaude et le liquide. Le transfert de chaleur s'effectue alors par conduction à travers le film vapeur dans le but de faire évaporer le liquide à l'interface. Ce régime d'ébullition n'est pas recommandé car il contribue à une augmentation de la résistance thermique (film vapeur), une augmentation de la température de la paroi chaude et par conséquent une chute de l'efficacité de refroidissement.

Nous comprenons à travers ces deux régimes d'ébullition, l'existence d'un seuil appelé flux critique (ou crise d'ébullition) engendrant ainsi une transition caractérisée par une chute des performances d'échanges convectifs. En effet, pour les systèmes fonctionnant à flux imposé et exploitant le régime d'ébullition nucléée comme technique de refroidissement (réacteur chimique, réacteur nucléaire, électronique de puissance, systèmes de réfrigération) la connaissance de la densité de flux maximale est d'un intérêt majeur pour éviter toute transition vers le régime d'ébullition en film. Ce dernier entraînerait une brusque augmentation de la température de la paroi et éventuellement son endommagement.

Dans ce contexte, un nombre assez conséquent de recherches visent à augmenter le seuil du flux critique (CHF : critical heat flux) et de permettre le refroidissement des systèmes à haute température (dépassant les 600°C). Cependant, d'autres chercheurs se sont focalisés sur d'autres aspects d'intensification. En réalité, afin de juger de l'efficacité d'un système en ébullition, il faudrait avoir une approche globale. En effet, lors du transfert de chaleur en ébullition, trois mécanismes peuvent se manifester :

- 1) L'ébullition nucléée : ce mécanisme est dominant lorsque la vitesse de la phase liquide est faible (ébullition en vase). Il permet donc une nette amélioration du coefficient d'échange convectif grâce aux échanges par chaleur latente.
- 2) Le transfert de chaleur par les bulles formées : ce mécanisme dépend de la position angulaire de la paroi chauffée (source chaude). De meilleures intensifications sont obtenues avec une paroi verticale dont la source chaude est située en bas. Notons que ce mécanisme est omniprésent dans tous les scénarios. De plus, la circulation des bulles à proximité de la paroi chaude permet une amélioration significative des échanges de chaleur suite à la destruction périodique de la couche limite.
- 3) Le transfert de chaleur par le film liquide : ce mécanisme est dominant lorsque la vitesse de circulation de la phase liquide est élevée. Il en résulte alors un faible écart de température entre la paroi et le fluide.

Fort de ce constat, nous déduisons que l'intensification des échanges de chaleur par ébullition peut concerner les trois mécanismes que nous venons de citer. À titre d'exemple, pour le deuxième mécanisme, l'utilisation des ailettes en « T » est recommandée. Les techniques

d'intensification du troisième mécanisme sont similaires à celles utilisées avec les fluides monophasiques. Nous allons donc donner un bref aperçu des méthodes d'intensification concernant le premier mécanisme qui ont été proposées ces dernières années.

Comme nous l'avons explicité ci-dessus, le transfert de chaleur en ébullition nucléée va dépendre essentiellement des sites de nucléation. Ces derniers sont dépendants de deux paramètres essentiels (d'autres paramètres peuvent s'ajouter mais on se limitera à ceux-là) :

- l'état de surface de la paroi,
- la mouillabilité du fluide.

Ainsi, l'intensification de l'ébullition nucléée peut se faire par l'amélioration de l'un de ces deux paramètres. L'état de surface de la paroi a fait objet de plusieurs investigations. Il a été démontré que pour favoriser l'ébullition, la surface d'échange doit présenter les caractéristiques suivantes : une grande densité de cavités, une taille et une forme de cavité adaptée au fluide, des cavités connectées entre elles pour un réamorçage plus aisé des nucléations [31]. Pour cette raison, les revêtements poreux présentent un excellent moyen pour satisfaire ces caractéristiques et ainsi améliorer le coefficient d'échange local. L'évolution des techniques de revêtement a eu un impact considérable sur l'intensification de l'ébullition nucléée. En effet, l'étude menée par Das et al [32] montre l'intérêt des revêtements nanométriques. Il s'agit d'un dépôt de nanoparticules d'oxyde de titane sur une plaque en cuivre. Ils montrent qu'une amélioration de 60% (par rapport au cas sans revêtement) du coefficient d'échange convectif local est atteinte avec une couche faisant 200 nm. Les auteurs indiquent que cette amélioration est due à l'augmentation de la densité des sites de nucléation et à l'amélioration de la mouillabilité du fluide grâce à la géométrie des nano-pores. Enfin, notons que l'amélioration du coefficient d'échange local s'accompagne évidemment d'une augmentation de la valeur du flux critique.

Une autre approche permettant l'intensification de l'ébullition nucléée consiste à améliorer la mouillabilité du fluide. L'adjonction de matière dans les fluides est l'une des méthodes utilisées. Cette dernière décade, les recherches se sont focalisées sur les suspensions de nanoparticules dans des fluides. Les fluides ainsi obtenus portent le nom de nanofluides (nous verrons plus loin dans ce chapitre l'intérêt porté sur les nanofluides). Les études montrent que les nanofluides provoquent une augmentation du CHF et aussi du coefficient de d'échange local [33] [34]. Les améliorations ainsi obtenues pour le CHF peuvent dépasser les 200% en comparaison avec le fluide de base [35]. Cette conséquence est due au dépôt de nanoparticules sur la paroi chaude. Ces dernières forment une couche poreuse pendant l'ébullition qui a tendance à changer la mouillabilité du fluide (diminution de l'angle de contact du liquide sur la paroi) [34].

Enfin, nous n'avons cité que certaines techniques de revêtements sans évoquer les procédés permettant leur obtention. Certains revêtements obtenus par procédés chimiques peuvent perturber les propriétés chimiques du fluide caloporteur (réactions chimiques). Par conséquent, les performances souhaitées peuvent être modifiées. La prise en compte de cet aspect est essentielle afin d'assurer la conformité et la fiabilité du système de refroidissement.

### 1.3.2.4. Amélioration des performances thermo-hydrauliques des fluides

L'un des enjeux de cette dernière décennie a été l'apparition d'un nouvel axe de recherche visant à améliorer les propriétés thermiques des fluides caloporteurs. L'une des voies permettant cette amélioration est l'introduction de nanoparticules dans des fluides classiques (eau, huile, hydrocarbure...). L'ensemble constitué de fluide et de nanoparticules est appelé nanofluide.

Nous allons présenter leur utilisation en tant que fluide caloporteur dans la partie suivante afin de mettre en évidence leurs limites pour cette application et ainsi introduire l'objet des travaux de recherches effectués durant la thèse.

## 1.4. Réflexion sur l'introduction des nanoparticules dans les fluides

L'idée d'introduire des particules dans un liquide est très ancienne. Les travaux de Maxwell (1881) [36] montrent l'intérêt d'une telle démarche sur l'amélioration de la conductivité thermique équivalente du mélange fluide-particules. Les premières manipulations dans ce genre consistaient donc à suspendre des particules dans des liquides. Le diamètre de ces particules variait du micromètre à quelques millimètres (échelle mésoscopique). Cependant, il est bien clair qu'une telle démarche engendre majoritairement des conséquences négatives d'un point de vue des écoulements. En effet, les problèmes de sédimentation liés à l'agglomération des particules, les fortes pertes de charges générées et les moyens technologiques de l'époque, n'ont pas permis le développement de ces fluides.

C'est au début des années 1990, grâce à l'essor du domaine des nanotechnologies qu'est apparu la possibilité d'utiliser des particules de taille nanométrique pour améliorer les propriétés thermo-hydrauliques des fluides caloporteurs. En effet, l'appellation de nanofluide a été proposée par la première fois par Choi [37] pour désigner une suspension de nanoparticules dans un liquide. À travers cette publication, Choi s'est constitué une solide argumentation sur le potentiel des nanofluides dans l'intensification des transferts de chaleur et sur leur éligibilité en tant que fluides caloporteurs. Cette argumentation est basée principalement sur les progrès effectués dans le domaine de la fabrication des nanoparticules. Une nouvelle discipline de recherche est ainsi née. Depuis, les recherches sur les nanofluides sont menées sur plusieurs fronts à savoir : la mécanique des fluides, la thermique, la rhéologie et la chimie (procédés de fabrication).

### 1.4.1. Définition d'un nanofluide

Par définition, les nanofluides sont des solutions colloïdales stables contenant des nanoparticules en suspension dans un liquide nommé fluide de base. Cette stabilité est procurée grâce au surfactant enrobant les nanoparticules. Ce dernier a pour rôle de prévenir l'agglomération des nanoparticules. La taille des nanoparticules peut varier de 1 à une centaine de nanomètres. La fraction volumique d'un nanofluide est généralement inférieure à 5%. Les matériaux constituant les nanoparticules peuvent être différents d'un nanofluide à un autre. On peut citer les principaux : l'alumine ( $Al_2O_3$ ), l'oxyde de cuivre (CuO), l'argent, le diamant, l'oxyde de silicium ( $SiO_2$ ), le dioxyde de titane ( $TiO_2$ ), l'oxyde de zinc (ZnO) et

enfin les nanotubes de carbone (CNT). De la même manière que les nanoparticules, les fluides de base utilisés sont nombreux : eau, éthylène glycol, huiles...

Au vu de la diversité de choix qui nous est offerte en termes de fluides de base et de nanoparticules, les propriétés thermiques et rhéologiques des nanofluides sont variables. De ce fait, on peut donc se poser de nombreuses questions : quel est le comportement rhéologique du nanofluide, quel rôle peut-il jouer dans l'intensification des transferts de chaleur ? De plus, quelle est l'influence de la fraction volumique, qu'elle est l'influence de la taille des nanoparticules, quelle est l'influence du surfactant ? En toute simplicité, quelle valeur ajoutée obtiendrons-nous par l'introduction des nanoparticules dans des fluides classiques ?

Afin de répondre à toutes ces questions, nous allons présenter un bref aperçu bibliographique concernant les aspects thermiques et rhéologiques des nanofluides.

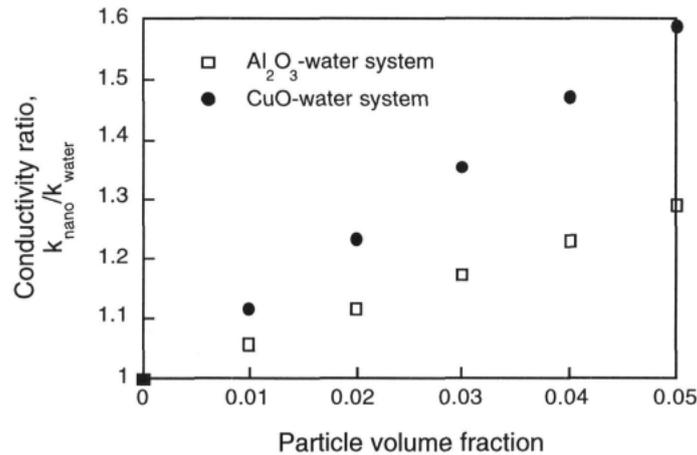
## **1.4.2. Etat de l'art sur les nanofluides**

### **1.4.2.1. Conductivité thermique**

Comme nous l'avions évoqué précédemment, Choi [37] fut l'un des premiers à travailler sur la conductivité thermique des nanofluides. L'expérience menée par Eastman et Choi [38] montre une amélioration de conductivité thermique de 60% par rapport au fluide de base. L'étude est réalisée sur deux nanofluides présentant la même fraction volumique (5%) et un fluide de base (eau) identique. En revanche, deux types de nanoparticules ont été utilisés : l'oxyde de cuivre (CuO) et l'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Leurs résultats sont présentés sur la Figure 1.8. Nous déduisons que la conductivité thermique du nanofluide est dépendante de la nature du matériau des nanoparticules et de la fraction volumique. Néanmoins, d'autres études ont montré que d'autres paramètres influencent la conductivité thermique du nanofluide tels que :

- la nature du fluide de base,
- la taille des nanoparticules,
- la température,
- le facteur de forme géométrique de la nanoparticule.

Plusieurs recherches expérimentales et théoriques ont été menées cette dernière dizaine d'années concernant ces aspects et aussi sur la compréhension des mécanismes d'améliorations de la conductivité thermique. Toutes ces études montrent une amélioration de la conductivité thermique en présence de nanoparticules.



**Figure 1.8.** Effet de l'introduction des nanoparticules sur la conductivité thermique d'un nanofluide [38].

L'effet de la nature du fluide de base a été étudié par plusieurs auteurs [39]–[43]. Xie et al [39] procèdent expérimentalement à la mesure de la conductivité de deux nanofluides avec des fluides de base différents (eau, huile de pompe) et des nanoparticules de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  avec une fraction volumique de 5%. Leurs résultats montrent qu'une diminution de 16% est constatée lorsque l'huile de pompe est remplacée par l'eau. De même Gowda et al. [41] montrent une variation de la conductivité thermique du nanofluide entre les deux fluides de base suivants : eau et l'éthylène glycol.

Par ailleurs, l'effet du matériau des nanoparticules a été étudié par [44] et [45]. Il a été démontré que l'utilisation de matériaux à forte conductivité thermique permet l'augmentation de la conductivité équivalente du nanofluide. Cependant, d'autres études montrent que l'amélioration de la conductivité thermique du nanofluide n'est pas seulement due à l'utilisation de matériaux à forte conductivité thermique [46] [47].

L'effet de la taille de la nanoparticule est considéré comme non résolu. En effet, les résultats expérimentaux se contredisent. Certains auteurs stipulent que la diminution de la taille de la nanoparticule augmenterait la conductivité équivalente. Tandis que d'autres, montrent que la réduction de la taille des nanoparticules causerait une chute de la conductivité équivalente.

Comme nous le voyons sur la Figure 1.8, l'augmentation de la fraction volumique des nanoparticules a tendance à améliorer la conductivité thermique du nanofluide. Plusieurs auteurs convergent vers la même conclusion [46] [41] [43].

La conductivité thermique du nanofluide est aussi dépendante de la température. Les expérimentations effectuées sur ce sujet ne sont pas concluantes. Des études montrent une amélioration de la conductivité équivalente du nanofluide en augmentant la température telle que [46] [43]. Tandis que d'autres études, montre une invariance vis-à-vis de la température [43].

### 1.4.2.2. Coefficient d'échange convectif et comportement rhéologique

L'introduction des nanoparticules dans les fluides permet d'augmenter la conductivité thermique et donc le coefficient d'échange convectif. De nombreuses expérimentations sont présentées dans la littérature à ce propos et montrent que de meilleurs échanges sont obtenus avec un nanofluide en convection forcée qu'avec le fluide de base. Ces résultats sont regroupés dans la publication de Ferrouillat et al. [48] que nous présentons dans le Tableau 1.2.

D'après ce tableau, la majorité des auteurs présentent des améliorations des coefficients d'échanges convectifs (ou Nusselt) par rapport au fluide de base de plus de 50%. Selon les différents régimes d'écoulement, les améliorations du coefficient d'échange convectif  $h$  peuvent être différentes. Pour certains auteurs, le régime laminaire semble être plus favorable que le turbulent. Par ailleurs, d'autres auteurs n'observent aucune amélioration significative par rapport au fluide de base.

Notons aussi que le coefficient d'échange convectif est également influencé par les paramètres vus précédemment concernant la conductivité thermique. De plus, l'explication du phénomène responsable de l'amélioration du coefficient d'échange convectif  $h$  n'est pas encore mature. Plusieurs hypothèses sont émises telle que : l'amélioration du coefficient  $h$  est due à l'augmentation de la conductivité thermique ou au mouvement Brownien généré par la suspension des nanoparticules, la diminution de l'épaisseur de la couche limite (dépôt des nanoparticules au niveau de la paroi et diminution de la résistance thermique).

Par ailleurs, si une amélioration du coefficient d'échange convectif est constatée, quel est l'effet du rajout des nanoparticules sur la viscosité et sur le comportement rhéologique du nanofluide ? Les essais rhéologiques effectués sur les nanofluides ont pour conclusion une augmentation significative de la viscosité du nanofluide par rapport à son fluide de base [49]–[54]. Cette augmentation peut facilement dépasser les 30%. Il est bien clair que la viscosité dépend aussi de plusieurs paramètres notamment la fraction volumique. En augmentant cette dernière, la viscosité augmente [51]. De plus, l'effet de la température sur le nanofluide et son fluide de base est similaire, c'est-à-dire qu'avec l'augmentation de la température, la viscosité diminue [49] [50]. Les essais effectués par ces auteurs [49]–[51] ont tous eu pour conclusion que le comportement des nanofluides demeurait Newtonien. De récentes études [53] [54] ont montré que le comportement newtonien est remarqué sous certaines conditions relatives au taux de cisaillement et à la température. Lorsque la température diminue ( $<15^{\circ}\text{C}$ ), le comportement devient non-Newtonien. De plus, si la vitesse d'écoulement augmente i.e. le taux de cisaillement devient très grand, le nanofluide peut donc passer du comportement Newtonien à non-Newtonien.

Ref.	Nanofluid	Re	$Nu_{nf}/Nu_f$
Lee and Choi (1996)	Metallic nanoparticle suspension	Laminar	+100%
Pak and Cho (1998)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -water TiO <sub>2</sub> -water 3 vol.%	Turbulent	-3% to -12% for constant average velocity
Li and Xuan (2002)	Cu-water 2 vol.%	800-23,000	+60%
Xuan and Li (2003)	Cu-water 0.3-2 vol.%	Laminar and turbulent	+30%
Wen and Ding (2004)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -water 0.2-1.6%	650-2050	$Nu > Nu_{Shah}$ especially near the entrance
Faulkner et al. (2004)	MW CNT (aspect ratio > 100) 1.1-4.4 vol.%	2-17	+48% to +221% with high volume concentration
Yang et al. (2005)	Graphite 2-2.5 wt.%	5-110	$Nu_{nf}/Nu_f < k_{nf}/k_f$ (aspect ratio $l/d = 0.02$ )
Lee et al. (2005)	Ag-water 2.5 wt.%	1000-2000	+17% to +25%
Ding et al. (2006)	CNT-water (aspect ratio > 100) 0.1-1 wt.%	800-1200	+350%
Zeinali Heris et al. (2006a)	CuO-water 0.2-3 vol.%	650-2050	Enhancement of $\alpha$ with $\phi$ and Pe
Zeinali Heris et al. (2006b)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -water CuO-water 0.2- 3 vol.%	650-2500	Enhancement of $\alpha$ with $\phi$ and Pe. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> shows more enhancement than CuO
Zeinali Heris et al. (2007)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -water 0.2-2.5 vol.%	700-2050	Enhancement of $\alpha$ with $\phi$ and Pe
Nguyen et al. (2007)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -water 1-6.8 vol.%	3000-15,500	+40% enhancement of $\alpha$ with diameter decreases and $\phi$ increases
Ding et al. (2007)	Nano-diamond 0.1 wt.% ethylene-based titanium 2-4 wt.%	135	No significant enhancement
Chen et al. (2008)	Titanate nanotube-water (aspect ratio = 10) 0.5-2.5 wt.%	1700	$\alpha$ increases with aspect ratio (nanoparticle shape) increase
Williams et al. (2008)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -water 0.9-3.6 vol.%, ZrO <sub>2</sub> -water 0.2-0.9 vol.%	9000-63,000	No abnormal heat transfer enhancement using measured properties of the nanofluid
Rea et al. (2009)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -water 0.6-6.0 vol.%, ZrO <sub>2</sub> -water 0.32-3.5 vol.%	Laminar	No abnormal heat transfer enhancement using measured properties of the nanofluid
He et al. (2007)	TiO <sub>2</sub> -water 0.24-2 vol.%	800-6000	Enhancement of $\alpha$ with $\phi$ for a given Re and particle size but no abnormal heat transfer enhancement with particle size increase
Lai et al. (2008)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -water 0.5-1.0 vol.%	Laminar	Enhancement of $\alpha$ with $\phi$ and volume flow rate
Kulkarni et al. (2008)	SiO <sub>2</sub> -ethylene glycol/water 2-10 vol.%	3000-12,000	+16% enhancement of $\alpha$ with 10 vol.%, 20nm particle diameter at Re = 10000 enhancement of $\alpha$ with particle size increase
Jung et al. (2009)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -water 0.6-1.8 vol.%	5-300	+32% enhancement of $\alpha$ with 1.8 vol.% without major friction loss
Sommers and Yerkes (2009)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -propanol 0.5-3 wt.%	1800-2800	Small but significant enhancement for 1 wt.%
Yu et al. (2009)	Silicon carbide-water 3.7 vol.%	3300-10,000	+50-60% for a given Re, but -7% for constant average velocity
Hwang et al. (2009)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -water 0.01-0.3 vol.%	550-800	+8% at 0.3 vol.%

**Tableau 1.2.** Travaux expérimentaux réalisés sur le coefficient d'échange convectif des nanofluides [48].

### 1.4.3. Commentaire et bilan sur les nanofluides

L'intensification des transferts de chaleur semble être intéressante avec l'utilisation des nanofluides. Les améliorations obtenues sur la conductivité thermique et le coefficient d'échange convectif permettent d'envisager de futures applications comme fluides caloporteurs. Toutefois, la viscosité semble être plus élevée que celle du fluide de base, cela est d'autant vrai que la fraction volumique est élevée.

En conséquence, et pour une application des nanofluides dans le refroidissement, la viscosité peut être un facteur limitant leur utilisation car les pertes de charge ainsi engendrées dans l'écoulement sont accrues par rapport au fluide de base [50]. Une approche globale du système est donc indispensable afin de déterminer l'intérêt du nanofluide.

Cela est illustré dans l'étude menée par Ferrouillat et al. [48] sur un nanofluide comportant des nanoparticules de dioxyde de silicium (SiO<sub>2</sub>) suspendues dans de l'eau. L'étude est réalisée pour trois fractions massiques. L'approche utilisée pour évaluer l'intérêt du nanofluide consiste à faire un bilan énergétique global sur la section de test et à le comparer à la puissance de pompage nécessaire pour faire circuler le nanofluide. La conclusion montre que l'utilisation du nanofluide étudié n'est pas intéressante d'après ce bilan énergétique global. Les auteurs préconisent alors l'utilisation des nanofluides lorsque le coût de la puissance de pompage est bas.

Cependant, la particularité de l'état de l'art sur les nanofluides est la divergence des résultats présentés. En effet, chaque auteur se démarque des autres par des résultats propres au nanofluide utilisé. Cela est observé au niveau de la conductivité thermique, du coefficient d'échange convectif et du comportement rhéologique. Les conséquences de ces divergences sont l'apparition de multitudes de suppositions et d'hypothèses concernant les mécanismes d'amélioration ou de diminution des transferts de chaleur dans les nanofluides.

Si nous revenons à l'approche énergétique globale, un critère d'évaluation possible pour valider l'intérêt applicatif d'un nanofluide est le rapport de la puissance thermique transférée sur la puissance hydraulique consommée par le circuit. Il faut donc que ce critère soit plus important dans le cas du nanofluide que dans le cas du fluide de base. Ceci reviendrait donc à intensifier plus les échanges de chaleur. C'est dans ce cadre que pendant ces cinq dernières années, des chercheurs se sont orientés vers l'exploration et l'étude de nanofluides particuliers destinés au refroidissement. Le principe est toujours le même, c'est-à-dire de suspendre des nanoparticules dans des liquides. En revanche, c'est le matériau de la nanoparticule qui diffère. Il s'agit de suspendre des nanoparticules de nature magnétique qui interagissent avec un champ magnétique. Le nanofluide ainsi obtenu est appelé ferrofluide.

#### **1.4.4. Pourquoi la transition vers un ferrofluide ?**

Le ferrofluide est une solution colloïdale stable qui contient des nanoparticules magnétiques en suspension dans un fluide de base (fluide porteur). Comme dans le cas d'un nanofluide, la stabilité du ferrofluide est assurée par le surfactant enrobant la nanoparticule. Néanmoins, une différence se présente sur la taille des nanoparticules. Les nanoparticules magnétiques possèdent généralement un diamètre de 10nm (valeur moyenne), et présentent une dispersion allant de 3 à 20nm.

Sous l'influence d'un champ magnétique, le ferrofluide présente des propriétés thermo-physiques étonnantes. Ceci s'explique par la forte interaction entre les nanoparticules magnétiques et le fluide de base. Ainsi, le comportement magnétique des nanoparticules est transféré à l'ensemble du liquide. L'ensemble liquide et nanoparticules acquiert alors un comportement magnétique.

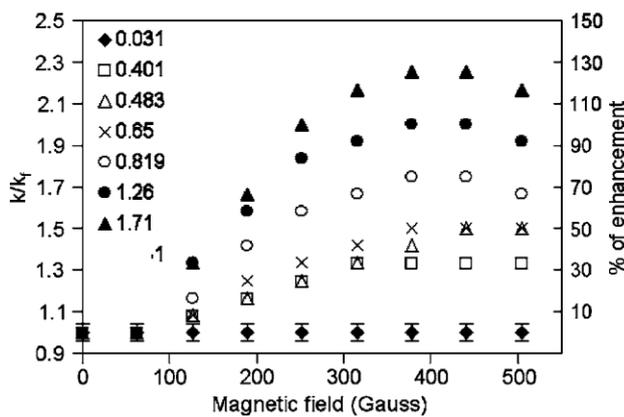
De ce fait, la valeur ajoutée des ferrofluides par rapport aux nanofluides pourrait être intéressante. En l'absence du champ magnétique, les ferrofluides présentent des propriétés similaires aux nanofluides. Lorsqu'un champ est appliqué, le comportement du ferrofluide est modifié. Ceci nous amène à nous interroger sur l'apport du champ magnétique sur le comportement thermique et rhéologique des ferrofluides.

Dans ce qui suit, nous allons présenter des résultats relatifs à la conductivité thermique, au coefficient d'échange convectif et à la rhéologie des ferrofluides. Par la suite, nous présenterons quelques domaines d'application des ferrofluides.

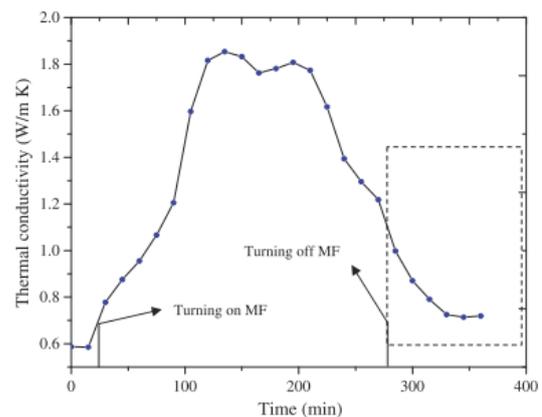
### 1.4.5. Comportement thermique et rhéologique des ferrofluides

#### 1.4.5.1. Conductivité thermique des ferrofluides

Comme dans le cas d'un nanofluide, la conductivité thermique d'un ferrofluide dépend de plusieurs paramètres à savoir : la fraction volumique des nanoparticules, leur taille, la nature du fluide de base, la nature du surfactant et l'intensité du champ magnétique. De récentes études ont montré une amélioration significative du coefficient de conductivité thermique des ferrofluides lorsqu'un champ magnétique est appliqué [55]–[58]. Les résultats des travaux de Philip et al. [55] sont représentés sur la Figure 1.9. Cette dernière représente le rapport entre la conductivité thermique du ferrofluide et celle du fluide de base. En augmentant l'intensité du champ magnétique, la conductivité thermique augmente. Le même raisonnement est valable pour la fraction volumique. L'amélioration ainsi obtenue atteint les 130% par rapport au fluide de base. Par ailleurs, Gavili et al. [58] ont mesuré la conductivité d'un ferrofluide avec un fluide porteur à base d'eau contenant 5% de nanoparticules de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Leurs résultats (Figure 1.10) montrent une augmentation de 200% du coefficient de conductivité thermique. Néanmoins, les mesures effectuées par ces auteurs indiquent une évolution de la conductivité thermique en fonction du temps. En effet, après la saturation du ferrofluide, la conductivité commence à chuter, ce phénomène n'est pas expliqué par les auteurs.



**Figure 1.9.** Conductivité thermique d'un ferrofluide sous champ magnétique [55].



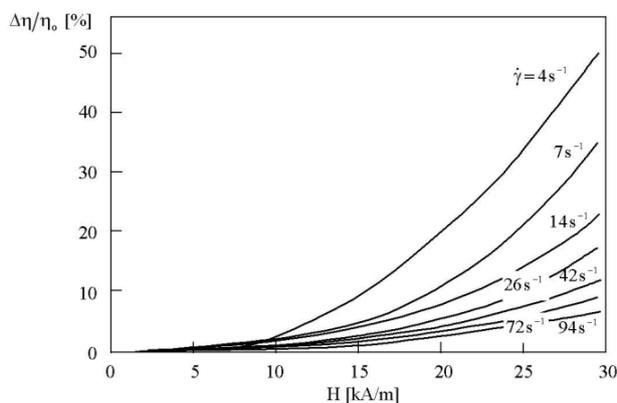
**Figure 1.10.** Conductivité thermique d'un ferrofluide en fonction du temps [58].

#### 1.4.5.2. Coefficient d'échange convectif et comportement rhéologique d'un ferrofluide

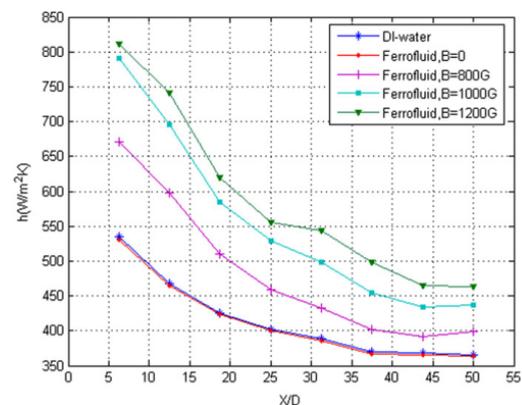
Le comportement rhéologique des ferrofluides est connu depuis longtemps. De nombreux modèles mathématiques et théories ont été établis par [59] et [60]. Ces dernières années, des mesures expérimentales ont été réalisées avec des rhéomètres magnétiques. Les résultats montrent une augmentation de la viscosité dynamique sous champ magnétique uniforme et stationnaire. La viscosité du ferrofluide est aussi dépendante de la température ainsi que de la fraction volumique. De plus, l'augmentation de l'intensité de champ magnétique provoque une élévation de la viscosité. Les mesures effectuées par Odenbach [61] (Figure 1.11) sur un ferrofluide produit par Ferrotec présentant une fraction volumique de 7,2% et des nanoparticules en magnétite avec un diamètre moyen de 10nm, montrent des élévations de la

viscosité dynamique allant jusqu'à 25% par rapport au cas sans champ magnétique. De plus, il est intéressant de voir que la viscosité diminue en fonction du taux de cisaillement, ce qui traduit un comportement non-newtonien de type rhéofluidifiant qui peut être intéressant pour des écoulements turbulents. Le comportement rhéologique des ferrofluides peut donc changer en présence de champ magnétique [61].

Les études menées sur le coefficient d'échange convectif des ferrofluides sont prometteuses. Lajavardi et al. [62] présentent une étude expérimentale sur le coefficient d'échange convectif pour un ferrofluide à différentes concentrations (résultats illustrés sur la Figure 1.12). Ils concluent que, grâce à l'augmentation de la concentration et du champ magnétique, la capacité thermique massique et la conductivité thermique du ferrofluide sont augmentées et par conséquent les échanges thermiques sont meilleurs (améliorations allant jusqu'à 30% par rapport au ferrofluide sans champ).



**Figure 1.11.** Rhéologie du ferrofluide sous champ magnétique [61].



**Figure 1.12.** Évolution du coefficient de convection d'un ferrofluide sous champ [62].  $x$  est la distance par rapport l'entrée et  $D$  le diamètre de la section de test.

### 1.5. Bilan sur les techniques de refroidissement et les intensifications associées

Nous avons présenté jusque-là un panorama concernant les techniques de refroidissement existantes (non exhaustif). Nous pouvons dire du fait de ce qui a été présenté que le refroidissement liquide est intéressant car il permet d'une part d'améliorer les coefficients d'échange et de transporter la chaleur aisément entre deux milieux.

Comme nous l'avons évoqué, l'amélioration de l'efficacité de refroidissement peut se faire par plusieurs approches : en améliorant les propriétés thermiques des matériaux, en utilisant des géométries permettant de meilleurs transferts de chaleur, en rajoutant des éléments extérieurs tels que les ultrasons, en exploitant la chaleur latente de changement de phase, en améliorant les performances thermo-physiques des fluides. Il existe évidemment d'autres moyens pour intensifier les transferts de chaleur et ainsi augmenter l'efficacité de refroidissement qui n'ont pas été évoqués précédemment. Par ailleurs, il est bien clair que les techniques de refroidissement peuvent être combinées afin de constituer des systèmes hybrides. Dans ce contexte, nous pouvons par exemple citer le refroidissement par ébullition avec jet impactant. Le couplage des performances d'échange de chaleur par ébullition et

l'intensification par jet permet d'obtenir une efficacité de refroidissement optimale. Au même titre, il existe aussi des configurations utilisant les nanofluides dans des jets. Ce type de configurations présente une amélioration significative du coefficient d'échange convectif local. Toutefois, les pertes de charge demeurent élevées. Dans ce contexte et d'après l'approche présentée précédemment sur la transition vers les ferrofluides, on peut penser que l'utilisation des ferrofluides dans des configurations hybrides peut présenter de réels avantages dans les applications industrielles.

### **1.6. Domaines d'applications des ferrofluides**

Les ferrofluides trouvent plusieurs applications industrielles et ce depuis le début les années 1970. Le domaine d'application de ces fluides ainsi que leurs secteurs industriels sont données en annexe 1. Les différentes applications des ferrofluides concernent : la visualisation des domaines magnétiques, les systèmes d'étanchéités, l'amortissement et le biomédical.

### **1.7. Etat actuel de l'utilisation des ferrofluides**

Les applications des ferrofluides mentionnées en annexe 1 présentent un intérêt industriel et une utilisation en progression. Néanmoins, une des applications qui n'a pas été évoquée est celle de l'utilisation des ferrofluides pour le refroidissement. Pourtant, nous avons bien explicité quelques propriétés thermo-physiques des ferrofluides qui demeurent tout de même prometteuses. À ce titre, l'utilisation des ferrofluides n'est restée qu'à l'échelle du laboratoire. À ce jour, il n'existe pas à notre connaissance de système de refroidissement basé sur les ferrofluides qui soit commercialisé.

En réalité, l'application des ferrofluides pour le refroidissement a été initiée par Matsuki (1977) [63] (couplage des propriétés magnétothermiques des ferrofluides pour la réalisation d'une pompe autonome pour le refroidissement). Toutefois, les recherches sur les ferrofluides ont connu une perte d'intérêt jusqu'à la fin du siècle dernier. Depuis 2007, le domaine des ferrofluides connaît un regain d'intérêt qui peut être dû aux avancées technologiques et aux besoins de refroidissement. Plusieurs études sont donc publiées traitant ainsi différents aspects physiques du ferrofluide. Elles seront traitées en détail dans le prochain chapitre.

### **1.8. Réflexions et motivations sur les travaux de recherche menés dans ce manuscrit**

Dans le paragraphe précédent, nous avons évoqué un regain d'intérêt sur l'étude des ferrofluides. La réalité est que, depuis quelques années, le monde connaît un développement technologique extraordinaire. C'est dans cette optique que les recherches se sont orientées vers l'exploration de nouveaux fluides caloporteurs tels que les ferrofluides.

Conscients des besoins de refroidissement, nous nous sommes démarqués durant ces 3 dernières années dans l'étude expérimentale des ferrofluides pour ce type d'application. Les raisons de ce choix sont très simples :

- leur potentiel thermo-physique prometteur,
- le peu d'études effectuées sur les ferrofluides ne permet pas de conclure sur ce potentiel,

- les divergences observées expérimentalement et théoriquement,
- la possibilité qui a été démontrée de les faire circuler sans l'appui d'une pompe extérieure.

Tous ces éléments ont contribué au choix de notre stratégie. Le ferrofluide peut donc être abordé sous différentes disciplines. Nous avons vu des auteurs se focaliser sur un seul aspect : thermique, rhéologique, mécanique des fluides ou magnétique (ce dernier n'a pas été abordé jusqu'à maintenant). Or, la compréhension des phénomènes agissant sur le ferrofluide exige une considération simultanée de ces différents aspects. De ce fait, la préconisation ou non de l'utilisation des ferrofluides comme fluide caloporteur dans le refroidissement doit d'abord être précédé par des études de caractérisation.

En effet, l'observation macroscopique des phénomènes liés aux ferrofluides est très importante et permet une meilleure orientation des travaux de recherches. C'est pour cela que nous nous sommes penchés sur des études expérimentales de caractérisation des ferrofluides.

La caractérisation d'un fluide caloporteur passe systématiquement par la détermination de ses paramètres thermophysiques : le coefficient d'échange convectif, la conductivité thermique, la capacité calorifique. Dans le cadre d'un ferrofluide, tous ces paramètres doivent être déterminés sous champ magnétique. Par conséquent, nous avons focalisé notre énergie dans la conception et la réalisation d'un banc de mesure thermo-hydraulique pour l'étude des échanges en convection forcée des ferrofluides sous champ magnétique.

Parallèlement, un banc de mesure de conductivité thermique sous champ magnétique a été mis en place afin d'observer le comportement des ferrofluides en statique. Ce dernier nous permettra de vérifier et de valider les observations faites à ce sujet dans la littérature.

Par ailleurs, l'explication d'une intensification des transferts de chaleur dans le ferrofluide peut être liée à son comportement rhéologique. En effet, la connaissance de ce dernier nous permettra de déterminer le profil de vitesse et par conséquent de consolider les raisons d'une intensification ou d'une diminution. Face un tel enjeu, nous avons entrepris la construction d'un rhéomètre magnétique à forte induction (1 Tesla) pour la caractérisation des ferrofluides. Enfin, il s'agit de valider l'utilisation de ce type de fluide dans un dispositif réel. Pour cela, nous avons caractérisé thermiquement un composant d'électronique de puissance 3D (refroidi par deux faces). Des comparaisons ont donc été menées entre différents ferrofluides et leurs fluides porteurs. À l'issue, l'intérêt ou non de l'utilisation des ferrofluides sera discuté.

## 1.9. Conclusion

Ce chapitre constitue une présentation de la motivation qui a mené aux travaux de recherche qui seront présentés plus loin. Nous avons commencé par discuter la nécessité du refroidissement dans les systèmes dissipant de l'énergie. Cet aspect nous a conduit à faire un panorama non exhaustif des techniques de refroidissement existantes et les développements qui leurs sont associées dans différents domaines.

Les innovations de ces dernières années sont marquées par l'émergence de nouvelles technologies nécessitant une excellente efficacité de refroidissement. La limite des techniques

existantes de refroidissement ont provoqué une nouvelle orientation des travaux de recherches. En effet, des recherches touchent le développement de nouveaux matériaux, d'autres visent à optimiser les techniques déjà existantes et finalement certaines pistes sont consacrées à l'exploration de nouvelles techniques basées sur de nouveaux fluides caloporteurs. Parmi toutes les techniques de refroidissement vues précédemment, celles utilisant les nanofluides et en particulier les ferrofluides ont retenu notre attention. En effet, le peu d'études effectuées sur les ferrofluides et leurs propriétés thermo-physiques (étonnantes) ont contribué au choix de notre programme de travail. Notre objectif dans cette thèse est de mettre en place des bancs de caractérisation pour ferrofluides. Ces bancs nous permettront d'effectuer une analyse macroscopique du comportement des ferrofluides.

Avant d'entamer la phase de présentation des bancs de caractérisation, le chapitre suivant sera consacré à l'étude bibliographique liée aux ferrofluides. Trois aspects seront abordés : les comportements thermiques, rhéologiques et magnétiques.

## Références

- [1] A. Bontemps, « Échangeurs de chaleur - Définitions et principes généraux », *Techniques de l'Ingénieur*, 10-janv-2014.
- [2] M. Smalc, G. Shives, G. Chen, S. Guggari, J. Norley, et R. A. Reynolds, « Thermal performance of natural graphite heat spreaders », in *ASME 2005 Pacific Rim Technical Conference and Exhibition on Integration and Packaging of MEMS, NEMS, and Electronic Systems collocated with the ASME 2005 Heat Transfer Summer Conference*, 2005, p. 79–89.
- [3] J. Petroski, J. Norley, J. Schober, B. Reis, et R. . Reynolds, « Conduction cooling of large LED array systems », in *2010 12th IEEE Intersociety Conference on Thermal and Thermomechanical Phenomena in Electronic Systems (ITherm)*, 2010, p. 1-10.
- [4] E. M. Silverman, « Product Development of Engineered Thermal Composites for Cooling Spacecraft Electronics », *Northrop Grumman Technology Review Journal*, vol. 13, n° 2, 2005.
- [5] S. Zhang, M. Vinson, P. Beshenich, et M. Montesano, « Evaluation and finite element modeling for new type of thermal material annealed pyrolytic graphite (APG) », *Thermochim. Acta*, vol. 442, n° 1-2, p. 6-9, mars 2006.
- [6] T. Kondo, R. Apsimon, G. A. Beck, P. Bell, et R. Brenner, « Construction and performance of the ATLAS silicon microstrip barrel modules », *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. Accel. Spectrometers Detect. Assoc. Equip.*, vol. 485, n° 1-2, p. 27-42, juin 2002.
- [7] M. A. Osman et D. Srivastava, « Temperature dependence of the thermal conductivity of single-wall carbon nanotubes », *Nanotechnology*, vol. 12, n° 1, p. 21, mars 2001.
- [8] J.-P. Ousten, « Etude du comportement au vieillissement des interfaces thermiques pour modules électroniques de puissance dédiés à des applications transports », Cachan, Ecole normale supérieure, 2013.
- [9] H. Yu, L. Li, et Y. Zhang, « Silver nanoparticle-based thermal interface materials with ultra-low thermal resistance for power electronics applications », *Scr. Mater.*, vol. 66, n° 11, p. 931-934, juin 2012.
- [10] N. Wang, M. Murugesan, L. Ye, B. Carlberg, S. Chen, et J. Liu, « Reliability investigation of nano-enhanced thermal conductive adhesives », in *2012 12th IEEE Conference on Nanotechnology (IEEE-NANO)*, 2012, p. 1-6.
- [11] N. Zheng et R. A. Wirtz, « A Hybrid Thermal Energy Storage Device, Part 1: Design Methodology », *J. Electron. Packag.*, vol. 126, n° 1, p. 1-7, avr. 2004.
- [12] R. A. Wirtz, N. Zheng, et D. Chandra, « Thermal management using “dry” phase change material », in *Fifteenth Annual IEEE Semiconductor Thermal Measurement and Management Symposium, 1999*, 1999, p. 74-82.
- [13] A. Mills, M. Farid, J. R. Selmán, et S. Al-Hallaj, « Thermal conductivity enhancement of phase change materials using a graphite matrix », *Appl. Therm. Eng.*, vol. 26, n° 14-15, p. 1652-1661, oct. 2006.
- [14] J. L. Zeng, L. X. Sun, F. Xu, Z. C. Tan, Z. H. Zhang, J. Zhang, et T. Zhang, « Study of a PCM based energy storage system containing Ag nanoparticles », *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 87, n° 2, p. 371-375, janv. 2007.
- [15] J. M. Khodadadi, L. Fan, et H. Babaei, « Thermal conductivity enhancement of nanostructure-based colloidal suspensions utilized as phase change materials for thermal energy storage: A review », *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 24, p. 418-444, août 2013.

- [16] C. J. Ho et J. Y. Gao, « Preparation and thermophysical properties of nanoparticle-in-paraffin emulsion as phase change material », *Int. Commun. Heat Mass Transf.*, vol. 36, n° 5, p. 467-470, mai 2009.
- [17] K. Nawaz, J. Bock, Z. Dai, et A. M. Jacobi, « Experimental studies to evaluate the use of metal foams in highly compact air-cooling heat exchangers », 2010.
- [18] A. Bhattacharya et R. L. Mahajan, « Metal Foam and Finned Metal Foam Heat Sinks for Electronics Cooling in Buoyancy-Induced Convection », *J. Electron. Packag.*, vol. 128, n° 3, p. 259, 2006.
- [19] P. Elayiaraja, S. Harish, L. Wilson, A. Bensely, et D. M. Lal, « Experimental Investigation on Pressure Drop and Heat Transfer Characteristics of Copper Metal Foam Heat Sink », *Exp. Heat Transf.*, vol. 23, n° 3, p. 185-195, juin 2010.
- [20] C. L. Chapman, S. Lee, et B. L. Schmidt, « Thermal performance of an elliptical pin fin heat sink », in *Semiconductor Thermal Measurement and Management Symposium, 1994. SEMI-THERM X., Proceedings of 1994 IEEE/CPMT 10th*, 1994, p. 24-31.
- [21] H. Martin, « Heat and mass transfer between impinging gas jets and solid surfaces », in *In: Advances in heat transfer. Volume 13. New York, Academic Press, Inc., 1977, p. 1-60.*, 1977, vol. 13, p. 1-60.
- [22] W. Webb et C. Ma, *Single-Phase Liquid Jet Impingement Heat Transfer*, vol. 26. Academic Press, 1995.
- [23] D. J. Womac et G. Aharoni, « Single-phase Liquid Jet Impingement Cooling of Small Heat Sources », présenté à Proceedings of the International Heat Transfer Conference, 1990, p. 149-154.
- [24] D. J. Womac, S. Ramadhyani, et F. P. Incropera, « Correlating Equations for Impingement Cooling of Small Heat Sources With Single Circular Liquid Jets », *J. Heat Transf.*, vol. 115, n° 1, p. 106-115, févr. 1993.
- [25] J. W. Baughn et S. Shimizu, « Heat Transfer Measurements From a Surface With Uniform Heat Flux and an Impinging Jet », *J. Heat Transf.*, vol. 111, n° 4, p. 1096-1098, nov. 1989.
- [26] J. Lee et S.-J. Lee, « The effect of nozzle configuration on stagnation region heat transfer enhancement of axisymmetric jet impingement », *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 43, n° 18, p. 3497-3509, sept. 2000.
- [27] C. Glynn, T. O'Donovan, et D. B. Murray, « Jet impingement cooling », in *Proceedings of the 9th UK National Heat Transfer Conference, Manchester, England, September, 2005*, p. 5-6.
- [28] T. R. Bott, « Biofouling Control with Ultrasound », *Heat Transf. Eng.*, vol. 21, n° 3, p. 43-49, 2000.
- [29] M. Legay, B. Simony, P. Boldo, N. Gondrexon, S. Le Person, et A. Bontemps, « Improvement of heat transfer by means of ultrasound: Application to a double-tube heat exchanger », *Ultrason. Sonochem.*, vol. 19, n° 6, p. 1194-1200, nov. 2012.
- [30] M. LEGAY, S. LE PERSON, N. GONDREXON, A. BONTEMPS, et P. BOLDO, « Étude expérimentale et comparaison des performances de deux échangeurs de chaleur vibrants à 35 kHz », SFT 2012.
- [31] P. Bandelier et N. Caney, « Échangeurs de chaleur. Intensification des échanges thermiques », *Techniques de l'Ingénieur*, 10-juill-2014.
- [32] S. Das et S. Bhaumik, « Enhancement of Nucleate Pool Boiling Heat Transfer on Titanium Oxide Thin Film Surface », *Arab. J. Sci. Eng.*, vol. 39, n° 10, p. 7385-7395, oct. 2014.

- [33] I. C. Bang et S. Heung Chang, « Boiling heat transfer performance and phenomena of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-water nano-fluids from a plain surface in a pool », *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 48, n° 12, p. 2407-2419, juin 2005.
- [34] S. J. Kim, I. C. Bang, J. Buongiorno, et L. W. Hu, « Surface wettability change during pool boiling of nanofluids and its effect on critical heat flux », *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 50, n° 19-20, p. 4105-4116, sept. 2007.
- [35] S. M. You, J. H. Kim, et K. H. Kim, « Effect of nanoparticles on critical heat flux of water in pool boiling heat transfer », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 83, n° 16, p. 3374-3376, oct. 2003.
- [36] J. C. Maxwell, *A treatise on electricity and magnetism*, 2nd éd., vol. 1. Oxford: Clarendon press, 1881.
- [37] S. U. S. Choi et J. A. Eastman, « Enhancing thermal conductivity of fluids with nanoparticles », *ASME-Publ.-Fed*, vol. 231, p. 99-106, 1995.
- [38] J. A. Eastman, U. S. Choi, S. Li, L. J. Thompson, et S. Lee, « Enhanced thermal conductivity through the development of nanofluids », in *MRS Proceedings*, 1996, vol. 457, p. 3.
- [39] H. Xie, J. Wang, T. Xi, Y. Liu, F. Ai, et Q. Wu, « Thermal conductivity enhancement of suspensions containing nanosized alumina particles », *J. Appl. Phys.*, vol. 91, n° 7, p. 4568-4572, avr. 2002.
- [40] W. Yu, H. Xie, Y. Li, L. Chen, et Q. Wang, « Experimental investigation on the thermal transport properties of ethylene glycol based nanofluids containing low volume concentration diamond nanoparticles », *Colloids Surf. Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 380, n° 1-3, p. 1-5, mai 2011.
- [41] R. Gowda, H. Sun, P. Wang, M. Charmchi, F. Gao, Z. Gu, et B. Budhlall, « Effects of Particle Surface Charge, Species, Concentration, and Dispersion Method on the Thermal Conductivity of Nanofluids », *Adv. Mech. Eng.*, vol. 2010, p. e807610, janv. 2010.
- [42] J. Buongiorno, D. C. Venerus, N. Prabhat, et P. Keblinski, « A benchmark study on the thermal conductivity of nanofluids », *J. Appl. Phys.*, vol. 106, n° 9, p. 094312, nov. 2009.
- [43] J. Philip et P. D. Shima, « Thermal properties of nanofluids », *Adv. Colloid Interface Sci.*, vol. 183-184, p. 30-45, nov. 2012.
- [44] X. Wang, D. Zhu, et S. yang, « Investigation of pH and SDBS on enhancement of thermal conductivity in nanofluids », *Chem. Phys. Lett.*, vol. 470, n° 1-3, p. 107-111, févr. 2009.
- [45] H. Xie, W. Yu, Y. Li, et L. Chen, « Discussion on the thermal conductivity enhancement of nanofluids », *Nanoscale Res. Lett.*, vol. 6, n° 1, p. 1-12, déc. 2011.
- [46] C. H. Li et G. P. Peterson, « Experimental investigation of temperature and volume fraction variations on the effective thermal conductivity of nanoparticle suspensions (nanofluids) », *J. Appl. Phys.*, vol. 99, n° 8, p. 084314, avr. 2006.
- [47] S. Lee, S. U.-S. Choi, S. Li, et J. A. Eastman, « Measuring Thermal Conductivity of Fluids Containing Oxide Nanoparticles », *J. Heat Transf.*, vol. 121, n° 2, p. 280, 1999.
- [48] S. Ferrouillat, A. Bontemps, J.-P. Ribeiro, J.-A. Gruss, et O. Soriano, « Hydraulic and heat transfer study of SiO<sub>2</sub>/water nanofluids in horizontal tubes with imposed wall temperature boundary conditions », *Int. J. Heat Fluid Flow*, vol. 32, n° 2, p. 424-439, avr. 2011.
- [49] J. Li, Z. Li, et B. Wang, « Experimental viscosity measurements for copper oxide nanoparticle suspensions », *Tsinghua Sci. Technol.*, vol. 7, n° 2, p. 198-201, avr. 2002.
- [50] X. Wang, X. Xu, et S. U. S. Choi, « Thermal Conductivity of Nanoparticle - Fluid Mixture », *J. Thermophys. Heat Transf.*, vol. 13, n° 4, p. 474-480, 1999.

- [51] S. K. Das, N. Putra, et W. Roetzel, « Pool boiling characteristics of nano-fluids », *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 46, n° 5, p. 851–862, 2003.
- [52] C. T. Nguyen, F. Desgranges, N. Galanis, G. Roy, T. Maré, S. Boucher, et H. Angue Mintsa, « Viscosity data for Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–water nanofluid—hysteresis: is heat transfer enhancement using nanofluids reliable? », *Int. J. Therm. Sci.*, vol. 47, n° 2, p. 103–111, févr. 2008.
- [53] H. Chen, Y. Ding, et C. Tan, « Rheological behaviour of nanofluids », *New J. Phys.*, vol. 9, n° 10, p. 367–367, oct. 2007.
- [54] B. Aladag, S. Halelfadl, N. Doner, T. Maré, S. Duret, et P. Estellé, « Experimental investigations of the viscosity of nanofluids at low temperatures », *Appl. Energy*, vol. 97, p. 876–880, sept. 2012.
- [55] J. Philip, P. D. Shima, et B. Raj, « Enhancement of thermal conductivity in magnetite based nanofluid due to chainlike structures », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 91, n° 20, p. 203108, 2007.
- [56] P. D. Shima, J. Philip, et B. Raj, « Magnetically controllable nanofluid with tunable thermal conductivity and viscosity », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 95, n° 13, p. 133112, 2009.
- [57] K. Parekh et H. S. Lee, « Magnetic field induced enhancement in thermal conductivity of magnetite nanofluid », *J. Appl. Phys.*, vol. 107, n° 9, p. 09A310, 2010.
- [58] A. Gavili, F. Zabihi, T. D. Isfahani, et J. Sabbaghzadeh, « The thermal conductivity of water base ferrofluids under magnetic field », *Exp. Therm. Fluid Sci.*, vol. 41, p. 94–98, sept. 2012.
- [59] R. E. Rosensweig, R. Kaiser, et G. Miskolczy, « Viscosity of magnetic fluid in a magnetic field », *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 29, n° 4, p. 680–686, avr. 1969.
- [60] M. I. Shliomis, « Effective Viscosity of Magnetic Suspensions », *Sov. J. Exp. Theor. Phys.*, vol. 34, p. 1291, 1972.
- [61] S. Odenbach, *Magnetoviscous effects in ferrofluids*. Berlin: Springer, 2002.
- [62] M. Lajvardi, J. Moghimi-Rad, I. Hadi, A. Gavili, T. Dallali Isfahani, F. Zabihi, et J. Sabbaghzadeh, « Experimental investigation for enhanced ferrofluid heat transfer under magnetic field effect », *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 322, n° 21, p. 3508–3513, nov. 2010.
- [63] H. Matsuki, K. Yamasawa, et K. Murakami, « Experimental considerations on a new automatic cooling device using temperature-sensitive magnetic fluid », *IEEE Trans. Magn.*, vol. 13, n° 5, p. 1143–1145, sept. 1977.

2.1.	Introduction.....	27
2.2.	Les fluides magnétiques .....	27
2.2.1.	Fluides magnéto-rhéologiques (MR).....	28
2.2.2.	Ferrofluides.....	28
2.3.	Forces d'interaction dans un ferrofluide.....	29
2.3.1.	Interactions entre nanoparticules et fluide de base .....	29
2.3.2.	Interactions entre nanoparticules.....	30
2.4.	Comportement magnétique d'un ferrofluide .....	34
2.4.1.	État magnétique des particules suspendues sans champ magnétique .....	34
2.4.2.	Etat des particules suspendues sous champ magnétique .....	35
2.4.1.	Organisation des particules dans un ferrofluide sous champ magnétique.....	39
2.5.	Comportement rhéologique des ferrofluides .....	43
2.5.1.	Rhéologie des ferrofluides en l'absence de champ magnétique .....	43
2.5.2.	Rhéologie des ferrofluides sous champ magnétique .....	48
2.6.	Comportement thermique des ferrofluides sous champ magnétique .....	56
2.6.1.	Conductivité thermique .....	56
2.6.2.	Coefficient d'échange convectif d'un ferrofluide sous champ magnétique .....	60
2.7.	Conclusion .....	68

## 2.1. Introduction

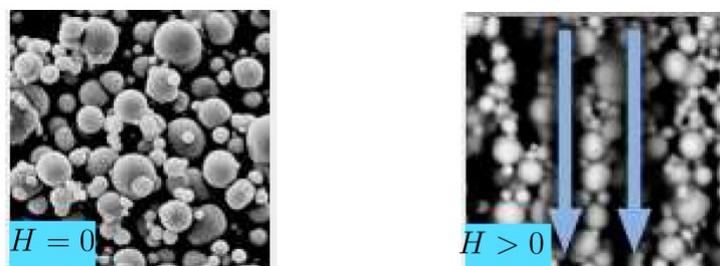
Une description succincte concernant les effets du champ magnétique sur les propriétés thermophysiques des ferrofluides a été proposée dans le chapitre précédent. La compréhension des phénomènes thermiques et rhéologiques des ferrofluides nécessitant la connaissance de leur comportement magnétique, nous avons donc choisi de structurer ce chapitre en trois parties présentant les aspects suivants :

- Aspect magnétique : nous expliciterons dans cette partie le comportement et la nature magnétique du ferrofluide avec et sans champ magnétique.
- Aspect rhéologique : l'influence du champ magnétique sur le comportement rhéologique des ferrofluides sera exposée et consolidée à travers des études expérimentales. Un lien sera fait avec l'aspect magnétique afin d'expliquer l'augmentation de la viscosité avec le champ magnétique.
- Aspect thermique : nous nous intéresserons dans cette partie aux investigations expérimentales réalisées sur la thermique des ferrofluides. Les deux propriétés thermiques qui seront discutées sont la conductivité thermique et le coefficient d'échange convectif. Pour ce dernier, nous détaillerons les caractéristiques des bancs de mesure utilisés et les conditions de mesure. Enfin, une discussion sur les théories d'intensification des échanges de chaleur avec des ferrofluides sera donnée.

## 2.2. Les fluides magnétiques

Les fluides magnétiques sont composés de particules magnétiques en suspension dans un liquide porteur. Leurs propriétés physiques varient fortement sous l'action d'un champ magnétique. En présence d'un champ, les particules magnétiques s'alignent le long des lignes de champ et forment des chaînes de particules aussi appelées agrégats (cf. Figure 2.1). On dit alors que le fluide est polarisé. Dans ce cas, l'homogénéité du fluide ainsi que son isotropie sont modifiées. De cette façon, les propriétés thermohydrauliques du fluide peuvent être ajustées en fonction de l'intensité et de la direction du champ magnétique appliqué.

Selon la taille des particules, nous pouvons distinguer deux types de fluides magnétiques : les fluides magnéto-rhéologiques et les ferrofluides.



**Figure 2.1.** Comportement structural des particules d'un fluide magnétique sous l'action d'un champ magnétique (image obtenue par microscope électronique) [1].

### 2.2.1. Fluides magnéto-rhéologiques (MR)

Ces fluides sont constitués de microparticules solides (sphériques ou elliptiques) ferromagnétiques ou ferrimagnétiques dont la taille varie de 0,1 à 10  $\mu\text{m}$  [2]. Ils présentent généralement une fraction volumique (en microparticules) comprise entre 20 et 40%. Des additifs chimiques sont souvent rajoutés dans les fluides MR afin de les stabiliser (contre la sédimentation) et assurer leur homogénéité. Notons que la stabilité des fluides MR sous champ magnétique est très controversée; certains chercheurs considèrent que ces fluides sont non stables lorsque la masse volumique des nanoparticules est élevée par rapport au fluide porteur (suite à la forte attraction entre microparticules), tandis que d'autres stipulent le contraire [3] [4].

Les fluides MR sont caractérisés par une capacité importante à se structurer sous l'effet d'un champ magnétique (forte interaction magnétique entre les particules). En effet, du fait de la taille des microparticules, l'énergie d'interaction magnétique dipôle-dipôle entre les microparticules excède l'énergie d'agitation thermique définie par  $k_B T$  (avec  $k_B$  la constante de Boltzmann et  $T$  la température). Il suffit donc d'appliquer un faible champ magnétique (de l'ordre de 40  $\text{kA.m}^{-1}$ ) pour que les microparticules s'agrègent entre-elles [3]. Cela engendre, d'une part, une modification importante des propriétés mécaniques (viscosité, élasticité...) et d'autre part, l'apparition d'un seuil d'écoulement correspondant à la contrainte nécessaire pour casser les chaînes de particules (fluide à seuil). La viscosité dynamique des fluides MR augmente très fortement (1000 fois par rapport au cas sans champ), à tel point qu'ils se comportent comme des solides viscoélastiques. De plus, lorsque le champ magnétique est intense (dépassant l'aimantation à saturation du fluide MR), certains fluides magnétiques peuvent passer de l'état fluide à l'état solide, sous forme d'une structure fibreuse [5] [6]. Ce comportement phénoménologique trouve plusieurs applications notamment pour celles caractérisées par un taux de cisaillement très élevés [6].

### 2.2.2. Ferrofluides

Par opposition aux fluides MR, les ferrofluides conservent leur état (liquide) sous l'action d'un champ magnétique même après saturation grâce à la taille nanoscopique (3 à 20 nm) des particules qui favorise le mouvement Brownien [3] [7]. Les ferrofluides sont donc des solutions colloïdales stables composées de nanoparticules magnétiques en suspension dans un liquide porteur. La fraction volumique des nanoparticules est généralement inférieure à 15%. À l'instar des nanofluides cités dans le chapitre 1, le matériau magnétique des nanoparticules et le fluide porteur des ferrofluides peuvent être de différentes natures. Nous présentons sur le Tableau 2.1. les matériaux et les fluides porteurs les plus utilisés.

Matériaux magnétiques		Fluides porteurs	
Métallique	Oxyde magnétique	Solvants organiques	Solvants polaires
Fe : fer	$\text{Fe}_3\text{O}_4$ : magnétite	Kérosène	Eau
Co : cobalt	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ : maghémite	Diester carboxylique	Méthanol
Ni : nickel	$\text{Fe}_2\text{CoO}_4$ : ferrite cobalt	Huile de silicone	Ethanol
Fe-Co	$\text{Fe}_2\text{MnO}_4$ : ferrite manganèse	Polyphényléthers	Ethylène glycol

**Tableau 2.1.** Matériaux et fluides porteurs utilisés dans les ferrofluides.

La validité d'un ferrofluide est liée à sa stabilité. Cette dernière doit être assurée avec ou sans la présence d'un champ magnétique. L'instabilité colloïdale au sein d'un ferrofluide est le résultat d'une agglomération entre nanoparticules conduisant ainsi à une sédimentation. Il est donc essentiel lors de la synthèse d'un ferrofluide de contrôler les interactions entre nanoparticules et le fluide de base afin de maintenir une suspension colloïdale homogène. La stabilité du ferrofluide lui confère un comportement monophasique. C'est pour cette raison que, sous l'effet d'un champ magnétique, l'écoulement et la déformation d'un ferrofluide sont homogènes. D'autre part, les nanoparticules sont aussi soumises à différentes forces internes ou externes : gravité, champ magnétique, forces de Van der Waals, etc. Ces forces tendent à provoquer une agglomération entre nanoparticules et par conséquent une déstabilisation du ferrofluide.

Il en découle alors deux types d'interaction dans un ferrofluide :

- interactions entre les nanoparticules et le fluide porteur,
- interactions entre les nanoparticules.

### **2.3. Forces d'interaction dans un ferrofluide**

Le but de cette section est de donner un descriptif rapide des forces d'interaction dans un ferrofluide. Pour plus de détails le lecteur pourra se rapprocher des références proposées.

#### **2.3.1. Interactions entre nanoparticules et fluide de base**

Comme nous l'avons dit auparavant, le ferrofluide doit être homogène. En effet, lors de la mise en suspension des particules dans un solvant, le fluide s'organise autour de la particule et forme une structure en peau d'oignon. Cette dernière présente une superposition de couche de fluide les unes sur les autres. Les couches (peaux) les plus externes sont les plus mobiles et les plus fluides. Par conséquent, lors d'une sollicitation extérieure par un champ magnétique, le déplacement de la particule entraîne les molécules les plus proches du solvant qui sont insensibles au champ magnétique. Ce phénomène s'explique par le fait qu'au voisinage de la particule, il existe une forte interaction entre la particule et les molécules du solvant :

- quand le solvant est polaire, la particule porte une charge de surface arbitraire (positive ou négative) qui interagit avec la charge du solvant. À titre d'exemple, si la particule est chargée négativement, les charges positives du solvant (ions) vont s'adsorber à la surface de la particule et ainsi former un nuage très dense (ou peau d'oignon). Dans ce cas, la couche formée est appelée couche dense. Au-delà, les charges du solvant s'organisent autour de la couche dense pour assurer la neutralité du colloïde, c'est la couche diffuse caractérisée par des interactions électrostatiques. Ce mécanisme est connu sous le nom de double couche électrique.
- quand le solvant est apolaire (organique), la surface de la particule subit un greffage covalent d'une chaîne alkyle. Grâce à ces chaînes, une interaction par forces de Van der Waals est assurée entre les particules et les molécules du solvant. Par conséquent, le solvant est organisé autour de la particule, et le ferrofluide forme donc une seule phase.

En conclusion, les particules magnétiques interagissent par forces de Van der Waals et forces électrostatiques avec les molécules du solvant. Ces forces donnent au ferrofluide un comportement monophasique. Par ailleurs, lorsque le solvant est apolaire, un greffage est nécessaire afin d'assurer la liaison avec les molécules du solvant. Ce greffage que nous allons présenter plus loin va aussi permettre la stabilité du ferrofluide suite aux interactions interparticulaires.

### 2.3.2. Interactions entre nanoparticules

La stabilité du ferrofluide doit être assurée avec ou sans champ magnétique. Lors de la synthèse, les particules interagissent entre elles sous l'action des différentes forces auxquelles elles sont soumises. Ces forces peuvent être de nature interne ou externe (excitation extérieure). Toutefois, la répartition des forces dans un ferrofluide n'est pas équilibrée. En effet, les particules magnétiques subissent des forces attractives (qui vont à l'encontre de la stabilité) et répulsives (par exemple l'agitation Brownienne :  $k_B T$ ). L'équilibre entre ces deux types de force est essentiel afin de satisfaire la stabilité globale du ferrofluide.

#### 2.3.2.1. Forces attractives

a) *Forces de Van der Waals* : elles sont très importantes à courte distance (quelques Angströms) notamment lorsque la taille des particules est grande. L'énergie d'interaction est donnée [8], pour des particules sphériques de diamètre  $d_p$  et séparées d'une distance  $x$ , par l'expression approchée :

$$E_{v.d.w} = -\frac{A d_p}{24 x} \quad (2.1)$$

A est la constante de Hamaker.

Pour des particules de magnétites suspendues dans de l'eau, cette constante vaut  $10^{-19}$  J [9]. Toutefois, si la distance  $x$  tend vers zéro, l'énergie d'interaction devient infinie et dans ce cas une agglomération des particules est plus que probable. De plus, l'énergie d'agitation thermique ( $k_B T$ ) qui maintient les particules en suspension devient insuffisante pour contrecarrer l'énergie de Van der Waals. Il est donc nécessaire d'introduire une énergie répulsive afin d'éviter le rapprochement des particules.

b) *La gravité* : l'effet de la gravité est caractérisé par une faible énergie d'interaction. L'agitation thermique permet, à priori, de contrer cet effet et d'assurer une dispersion homogène des particules. Cela est vérifié lorsque le diamètre de la particule est suffisamment petit pour que l'énergie potentielle de la particule soit inférieure à l'énergie d'agitation thermique. En effet, les particules suspendues sont soumises à leurs poids ainsi qu'à la poussée d'Archimède. De ce fait, l'énergie potentielle gravitationnelle que les particules acquièrent est mise en compétition avec l'énergie d'agitation thermique (Brownienne) comme le montre l'équation (2.2) :

$$(\rho_f - \rho_p) V_p g h \approx k_B T \quad (2.2)$$

où  $V_p$  est le volume de la particule,  $h$  la hauteur de fluide,  $g$  la gravité,  $\rho_f$  la masse volumique du fluide de base et  $\rho_p$  celle de la nanoparticule.

c) *Interaction dipôle-dipôle* : cette interaction est due au moment spontané que portent les particules. En effet, ces dernières sont considérées comme monodomaines magnétiques et chaque particule porte une aimantation spontanée. Ainsi, les particules sont assimilées à des dipôles magnétiques. Dans ce cas, les particules ont tendance à s'attirer et à se rapprocher. L'énergie d'interaction interparticulaire maximale apparaît lorsque les particules sont en contact et leurs moments spontanés sont colinéaires [9]. Cette énergie doit être inférieure à l'énergie d'agitation thermique :

$$E_{dd} = \frac{\pi}{144} \mu_0 M_0^2 d_p^3 \ll k_B T \quad (2.3)$$

avec  $\mu_0$  la perméabilité magnétique du vide ( $4 \pi 10^{-7} \text{ H.m}^{-1}$ ), et  $M_0$  l'aimantation spontanée de la particule magnétique en  $\text{A. m}^{-1}$ .

d) *Gradient de champ magnétique* : quand un ferrofluide subit un champ magnétique externe, les particules migrent vers les zones de fort champ magnétique. Un déséquilibre en particules (concentration) est remarqué dans le ferrofluide provoquant ainsi une sédimentation dans la zone de fort champ. Cette sédimentation peut être évitée si le comportement du ferrofluide présente une dispersion homogène des particules entre les zones de fort et faible champ magnétique [7]. Pour satisfaire cette condition, l'énergie d'interaction due au champ magnétique doit être inférieure à l'énergie d'agitation thermique :

$$E_{mag} = \frac{\pi}{6} \mu_0 M_0 d_p^3 H \ll k_B T \quad (2.4)$$

où  $H$  représente le champ magnétique appliqué au ferrofluide. Les formulations (2.3) et (2.4) sont valables pour des particules sphériques.

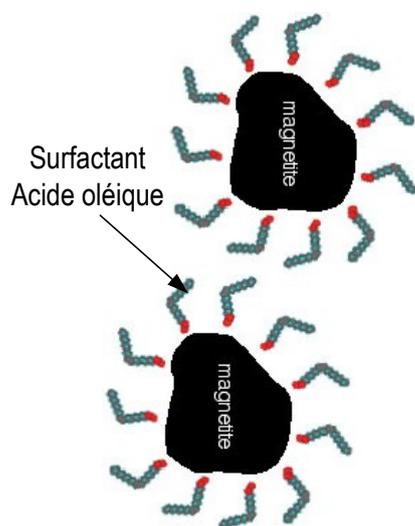
Ces différentes énergies conduisant à une agglomération entre particules permettent de déterminer le diamètre optimal des particules à utiliser. Cependant, il est clair que la seule énergie répulsive évoquée (agitation Brownienne) ne suffit pas à contrebalancer toutes les énergies attractives, notamment celles dues aux forces de van der Waals. C'est pour cette raison qu'une force répulsive est rajoutée au ferrofluide afin d'assurer sa stabilité.

### 2.3.2.2. Forces répulsives

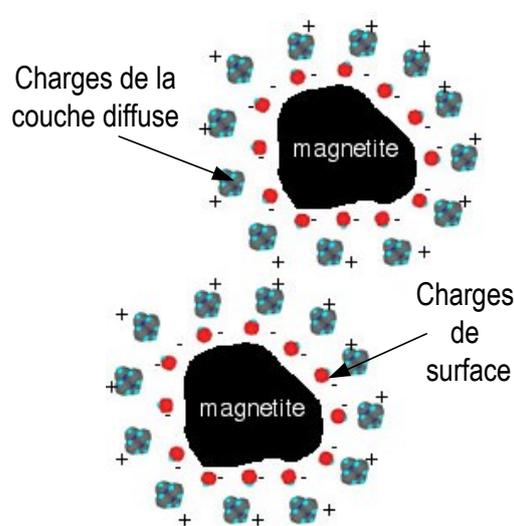
Comme nous l'avons vu dans le paragraphe 1.3.1, un greffage est rajouté aux particules magnétiques afin de permettre une homogénéité avec les molécules du solvant apolaire. Ce greffage est aussi appelé tensio-actif ou surfactant. Ce dernier permet de générer une énergie de répulsion appelée aussi répulsion stérique contrant les forces attractives entre particules. En effet, lorsque la particule est entourée d'un surfactant, un matelas élastique se forme autour du grain empêchant le rapprochement des particules. Les ferrofluides présentant cette

caractéristique sont nommés ferrofluides surfactés (Figure 2.2). Enfin, notons que l'épaisseur rajoutée à la particule, suite à l'adjonction du surfactant, ne dépasse pas les 3 nm [10].

Dans un solvant polaire, c'est la couche diffuse qui est responsable des répulsions interparticulaires. Dans ce cas on parle de répulsion ionique. On obtient alors un ferrofluide ionique (Figure 2.3).



**Figure 2.2.** Ferrofluide surfacté.



**Figure 2.3.** Ferrofluide ionique.

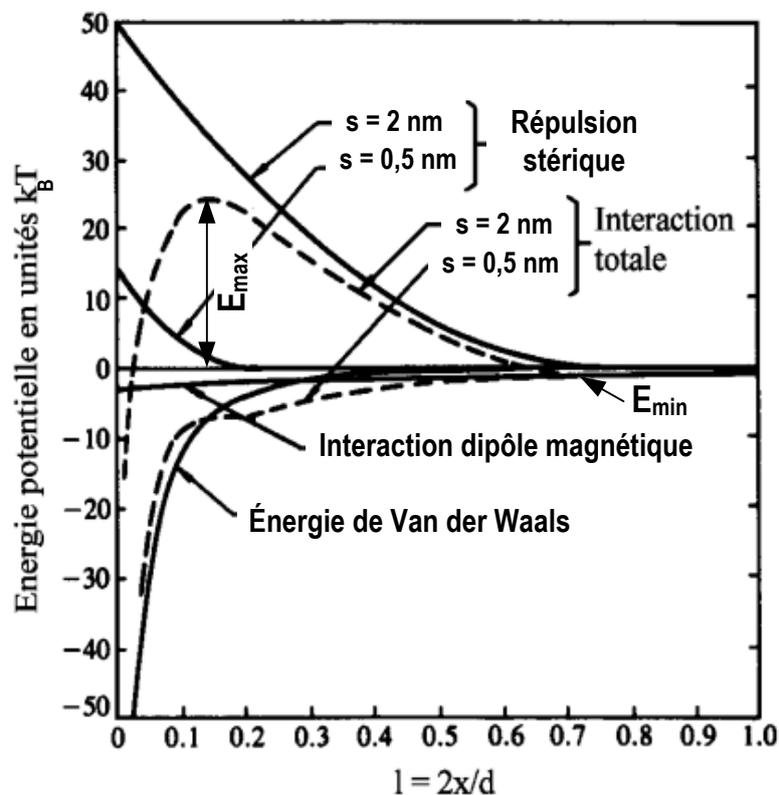
Le modèle qui permet de déterminer l'énergie de répulsion stérique dans un ferrofluide surfacté est donnée par [7] mais ne sera décrit dans ce manuscrit. En nous servant de ce modèle, nous pouvons déterminer l'énergie entre deux particules nécessaire pour stabiliser le ferrofluide et assurer une dispersion homogène des particules magnétiques. Cette énergie est nommée énergie potentielle d'interaction totale ( $E_{pt}$ ). Par définition,  $E_{pt}$  est l'énergie qu'il est nécessaire de fournir pour amener une particule de l'infini à une distance  $x$  d'une autre particule. Elle est obtenue par la somme des différents termes d'énergie décrits précédemment à savoir l'énergie de Van der Waals, l'énergie d'interaction dipôle-dipôle magnétique et enfin l'énergie de répulsion stérique donnée par [7] :

$$E_{pt} = E_{v.d.w} + E_{dd} + E_{Stérique} \quad (2.5)$$

La Figure 2.4 représente l'allure de l'énergie potentielle d'interaction totale en unités  $k_B T$  en fonction de la distance qui sépare deux particules (le but de cette représentation est de comparer  $E_{pt}$  à l'énergie d'agitation thermique). Les autres courbes représentent les énergies d'attraction ou de répulsion. Il est intéressant de noter que la partie positive des ordonnées présente un comportement répulsif contrairement à la partie négative. Notons que l'intérêt majeur d'utiliser l'énergie potentielle d'interaction totale est de prévoir s'il y a attraction ou répulsion entre deux particules en fonction de la distance qui les sépare.

Lorsque la distance qui sépare deux particules augmente, la courbe de  $E_{pt}$  passe par un minimum appelé barrière d'énergie minimale ( $E_{min}$ ). Cette dernière (considérée comme puits

d'attraction) a tendance à piéger la particule. Si la particule possède une énergie suffisante, elle franchira facilement cette barrière minimale. Dans ce cas, la particule subira une énergie de répulsion (barrière d'énergie maximale,  $E_{\max}$ ) qui aura tendance à maintenir les deux particules à faible distance. C'est la hauteur de cette barrière d'énergie maximale qui module la stabilité du ferrofluide et par conséquent la distance entre deux particules. Sur la Figure 2.4, la barrière d'énergie maximale entre deux particules est supérieure à  $20 k_B T$ . Cette énergie est suffisante pour éviter le contact entre particules et en conséquence éviter leur agglomération à cause des forces de Van der Waals. Cependant, il est bien clair que si la particule franchit la barrière d'énergie maximale, la distance de séparation deviendra très petite et l'énergie d'attraction sera intense provoquant ainsi une agglomération.



**Figure 2.4.** Énergie potentielle d'attraction et de répulsion en fonction de la distance séparant deux particules en  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Diamètre de la particule considéré  $d_p = 10 \text{ nm}$ ,  $x$  est la distance entre deux particules et  $s$  l'épaisseur du surfactant [7].

Par ailleurs, la Figure 2.4 met aussi en évidence l'influence de l'épaisseur du surfactant sur l'énergie potentielle d'interaction totale. En effet, la courbe avec un  $s = 0,5 \text{ nm}$  est caractérisée par l'absence de barrière d'énergie maximale ou minimale. Cela se traduit alors par le fait que l'énergie de répulsion stérique (due au tensio-actif) est insuffisante pour contrer les effets attractifs. Il en résulte alors que  $E_{pt}$  reste dans la partie attractive provoquant systématiquement une instabilité de la suspension colloïdale et par conséquent une agglomération.

En conclusion, nous pouvons dire que l'énergie d'agitation thermique n'est pas suffisante pour assurer à elle-seule la stabilité d'un ferrofluide. Le rôle du surfactant et de son épaisseur

sont primordiaux. La majorité des ferrofluides commerciaux présentent une dispersion en taille allant de 3 à 20 nm avec des surfactants d'épaisseur de 2 à 3 nm (paramètres proches de ceux considérées sur la Figure 2.4). Nous pouvons alors admettre, d'une manière générale, que le critère de stabilité des suspensions est donné par :

$$E_{\max} > 20 k_B T \quad (2.6)$$

*Remarque* : la stratégie suivie pour la détermination de l'énergie potentielle d'interaction totale (équation (2.5)) est connue sous le nom de DLVO (Derjaguin et Landau et Verwey et Overbeek). La théorie du DLVO s'appuie sur l'hypothèse d'additivité des différentes énergies. Elle est principalement utilisée pour déterminer l'attraction ou la répulsion entre deux surfaces en fonction de la distance qui les sépare. Dans notre cas, les deux surfaces sont des particules sphériques.

Nous venons de présenter les forces d'interaction et de répulsion au sein d'un ferrofluide. Nous allons à présent nous focaliser sur quelques propriétés des ferrofluides. Dans un premier temps, les propriétés magnétiques du ferrofluides seront explicitées, par la suite, nous aborderons les comportements rhéologique et thermique.

## 2.4. Comportement magnétique d'un ferrofluide

Les fluides porteurs qui constituent les ferrofluides sont généralement insensibles au champ magnétique. Seules les particules interagissent avec ce dernier. L'étude du comportement d'un ferrofluide sous champ revient donc essentiellement à déterminer celui des particules au sein du fluide de base. Notons que les propriétés propres au fluide de base peuvent rentrer en jeu dans le comportement global du ferrofluide.

### 2.4.1. État magnétique des particules suspendues sans champ magnétique

La taille des particules utilisées dans un ferrofluide ne permet pas la formation d'une paroi de Bloch et en conséquence un seul domaine de Weiss (voire deux lorsque la particule est grosse) est recensé. De ce fait, les particules sont donc des monodomains magnétiques. Chaque particule porte un moment magnétique  $\mu_p$  permanent qui est la somme des moments magnétiques des atomes qui la constituent :

$$\mu_p = M_0 V_p \quad (2.7)$$

En l'absence de champ magnétique, l'aimantation globale du ferrofluide est nulle. Chaque particule est orientée aléatoirement. Cela est aussi valable pour son moment magnétique. Toutefois, selon le diamètre de la particule ainsi que du mouvement de son moment magnétique, nous pouvons distinguer deux types de particules : ferromagnétiques et superparamagnétiques. Ce type de particule est déterminé en comparant l'énergie d'anisotropie  $K_p V_p$  (avec  $K_p$  la constante d'anisotropie de la particule) à l'énergie d'agitation thermique ( $k_B T$ ) :

- Si  $K_p V_p < k_B T$ , la particule est superparamagnétique. Dans ce cas, l'effet de l'agitation thermique est prédominant et provoque la rotation du moment magnétique dans la matrice du grain. La position du moment magnétique est obtenue à l'équilibre thermique pour une température donnée. Ainsi, et pour des raisons de minimisation d'énergie, l'aimantation de la particule est toujours orientée dans la direction de facile aimantation. Il en résulte alors que, dans le cas superparamagnétique, le moment magnétique de la particule oscille entre deux positions d'équilibre.
- Si  $K_p V_p > k_B T$ , le moment magnétique de la particule est bloqué (pas de rotation, une seule position d'équilibre) dans la direction de facile aimantation de la matrice du grain : la particule est donc ferromagnétique. Cela s'explique par la forte interaction entre le moment magnétique de la particule et sa structure cristallographique (maille cristalline). Ce type de comportement est généralement remarqué pour une particule ayant un diamètre supérieur à 15 nm.

Par ailleurs, l'influence de la température sur le comportement magnétique des nanoparticules est très importante. En effet, le passage d'un état ferromagnétique à superparamagnétique se fait à une température appelée température de blocage ( $T_B$ ) [11]. A titre d'exemple, pour un volume de particule fixé, si la température est supérieure à  $T_B$ , le moment magnétique va osciller entre deux positions d'équilibre. En dessous de  $T_B$ , l'aimantation se trouve bloquée dans l'axe de facile aimantation et le comportement est donc ferromagnétique. Enfin notons que  $T_B$  n'a aucune influence significative sur le comportement magnétique statique du ferrofluide. En revanche, en dynamique, ses propriétés thermiques et rhéologiques sont fortement affectées.

## 2.4.2. État des particules suspendues sous champ magnétique

### 2.4.2.1. Aimantation et saturation du ferrofluide

En présence d'un champ extérieur, les particules alignent leur moment magnétique dans la direction du champ. Le ferrofluide acquiert donc une aimantation : il est polarisé, et présente un comportement global paramagnétique. L'aimantation du ferrofluide se traduit par une compétition entre l'énergie magnétique ( $E_{mag}$ ) qui lui est appliquée et l'énergie d'agitation thermique. Ainsi, l'évolution de son aimantation se fait en fonction de l'intensité du champ magnétique appliqué. Afin de mieux expliquer cette évolution, nous proposons sur la Figure 2.5 une mesure d'aimantation du ferrofluide EFH-1 produit par Ferrotec Corporation (que nous allons par la suite étudier dans le cadre de notre travail) obtenue par un magnétomètre à extraction [12]. Par ailleurs, les mesures obtenues sont comparées au modèle de Langevin (courbe en trait plein) qui décrit l'aimantation  $M$  d'un ferrofluide en fonction du champ magnétique. La loi de Langevin [13] est donnée par :

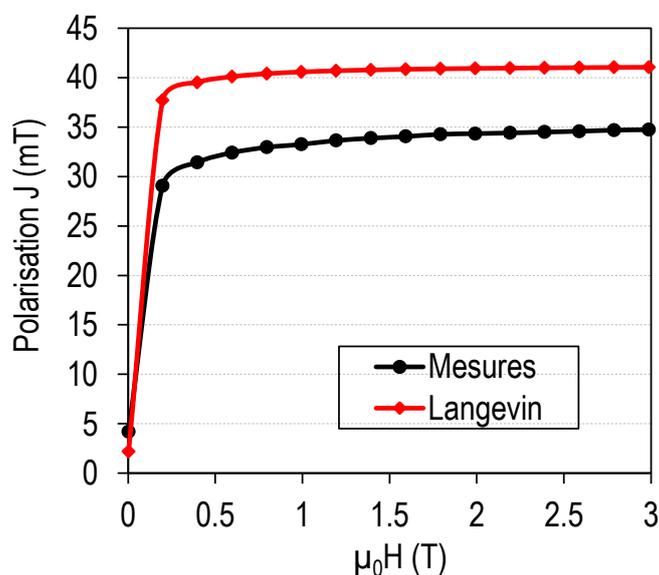
$$M = \varphi M_0 \left( \coth \alpha - \frac{1}{\alpha} \right) \quad (2.8)$$

avec  $\varphi$  la fraction volumique des particules. Pour une particule sphérique,  $\alpha$  (adimensionnel) représente le rapport entre l'énergie magnétique et l'énergie d'agitation thermique :

$$\alpha = \frac{\mu_0 \mu_p H}{k_B T} = \frac{\pi \mu_0 M_0 d_p^3 H}{6 k_B T} \quad (2.9)$$

La Figure 2.5, montre l'absence de phénomène d'hystérésis. En effet, comme cité ci-dessus, le comportement du ferrofluide est paramagnétique. Cet état paramagnétique dans un solide désigne un état où les aimantations spontanées (moment magnétique) ne s'organisent pas en domaine de Weiss. Elles sont aléatoirement réparties dans le volume et peuvent s'orienter en direction d'un éventuel champ magnétique extérieur. Lorsque le champ est coupé, les moments magnétiques retournent à des directions aléatoires et l'aimantation globale du ferrofluide est nulle. Ce phénomène est donc réversible (ne garde aucune aimantation comme dans le cas d'un matériau ferromagnétique) et permet de s'affranchir d'un cycle d'hystérésis.

Par ailleurs, la réponse du ferrofluide au champ magnétique se fait en fonction de l'intensité du champ appliqué. En champs faibles, la Figure 2.5 montre une pente  $\chi$  (évolution linéaire) qui représente la susceptibilité magnétique du ferrofluide. Cette grandeur adimensionnelle traduit le potentiel d'un ferrofluide à s'aimanter sous l'effet d'un champ magnétique. De manière générale, plus ce paramètre est grand, plus la réponse du ferrofluide aux champs faibles est bonne. La susceptibilité d'un ferrofluide varie de 1 à 5 [13]. Cette valeur est très supérieure aux matériaux paramagnétiques tel que le platine ( $\chi = 3.10^{-4}$ ). Le comportement magnétique du ferrofluide est dit de type paramagnétisme géant [11]. En champs forts, l'aimantation atteint une valeur maximale  $M_s$  : le ferrofluide est donc saturé. Si le champ augmente davantage, la réponse magnétique du ferrofluide est la même et l'aimantation globale du ferrofluide reste inchangée.



**Figure 2.5.** Comparaison entre mesure d'aimantation et modèle de Langevin pour le ferrofluide EFH-1. Les paramètres utilisés dans l'équation (2.8) sont :  $M_0$  magnétite =  $4,5.10^5$  A.m<sup>-1</sup>,  $d_p$  = 10 nm,  $\phi$  = 7,3% et  $T$  = 20°C.

La Figure 2.5 ne met pas clairement en évidence l'effet du diamètre des particules car le diamètre utilisé est aux alentours de 10 nm pour les différents ferrofluides. Toutefois, le modèle de Langevin nous permet de dire que le fait d'augmenter le diamètre des particules,

conduit à une aimantation à saturation et à une susceptibilité magnétique du ferrofluide plus élevées.

Il existe aussi un autre paramètre influant sur les propriétés de  $M_s$  et  $\chi$ . Il s'agit de la température. En effet, en augmentant la température, l'aimantation à saturation et la susceptibilité magnétique diminuent. Cela est dû aux propriétés des matériaux constituant les particules (influencés par la température) conduisant ainsi à de faibles forces d'interaction dans le ferrofluide. C'est cette caractéristique qui est utilisée dans l'étude de l'effet magnétothermique (pour une application dans le refroidissement) tel qu'il est présenté par [14]. Les ferrofluides présentant cette caractéristique sont appelés ferrofluides à basse température de Curie. Ce type de ferrofluide ne sera pas traité dans ce manuscrit.

Enfin, nous pouvons conclure qu'un « bon » ferrofluide est caractérisé par une saturation et une susceptibilité magnétique élevées. Ces deux paramètres peuvent être ajustés en fonction de la fraction volumique et du diamètre des particules. Lorsque la fraction volumique et le diamètre des particules magnétiques augmentent,  $M_s$  et  $\chi$  ont tendance à augmenter. Cela peut s'expliquer intuitivement par l'augmentation du nombre de particules de nature ferromagnétique permettant ainsi de densifier le ferrofluide et en conséquence d'augmenter les interactions entre particules.

La description ci-dessus de l'évolution de l'aimantation du ferrofluide est valable quelle que soit la nature de la particule : ferromagnétique ou superparamagnétique. Lorsque le ferrofluide est saturé, les moments magnétiques sont tous orientés dans la direction du champ magnétique. Cependant, selon la nature de la particule, l'alignement de ces moments peut induire un couple d'origine magnétique sur la particule et provoquer sa rotation. C'est ce que nous allons expliquer dans le paragraphe suivant.

#### **2.4.2.2. Impact de l'alignement d'un moment magnétique sur une particule**

Nous avons vu qu'en l'absence de champ magnétique, deux types de particules magnétiques pouvaient être identifiés : ferromagnétiques et superparamagnétiques. Ces deux comportements magnétiques sont liés à la taille des particules et par conséquent à la dispersion en taille dans le ferrofluide. De ce fait, lorsqu'un champ magnétique est appliqué, l'alignement des moments magnétiques dépend du diamètre des particules i.e. de la nature ferromagnétique ou superparamagnétique. Il existe donc deux mécanismes avec lesquels le moment magnétique est relaxé dans la direction du champ. Le premier est appelé relaxation Brownienne et le second relaxation de Néel.

##### *- Relaxation Brownienne :*

La Figure 2.6.a) représente une illustration hypothétique du comportement d'une particule ferromagnétique vis-à-vis d'un champ magnétique extérieur  $H$ . Lorsque le champ  $H$  est nul, les moments magnétiques des particules sont bloqués dans la direction de facile aimantation, les particules bougent donc aléatoirement dans le fluide sous l'effet de l'agitation thermique. L'aimantation  $M$  du ferrofluide est nulle car la somme vectorielle de toutes les aimantations

spontanées des particules est nulle. Pour des champs faibles (évolution linéaire de  $M$ ), les moments magnétiques commencent à s'aligner avec la direction du champ appliqué. Vu que le moment magnétique est bloqué dans la direction de facile aimantation (forte interaction avec la maille cristalline du grain), la particule va avoir tendance à se retourner afin d'aligner son moment et ainsi minimiser son énergie. Il en résulte alors une compétition entre l'énergie magnétique de la particule et l'énergie d'agitation thermique. Cette dernière s'oppose systématiquement à l'alignement de la particule car l'énergie magnétique ainsi que les interactions entre particules lui sont inférieures. A fort  $H$ , un couple mécanique sur la particule est généré grâce à l'augmentation de l'énergie magnétique et aux interactions entre particules (l'agitation thermique est donc vaincue). En conséquence, la particule subit une rotation et son moment magnétique s'aligne dans la direction du champ  $H$ . Le temps de Brown  $\tau_B$  nécessaire à la rotation de la particule et donc à l'alignement du moment magnétique est donné par l'équation (2.10) [15] :

$$\tau_B = \frac{3 \eta_0 V_{\text{hydroP}}}{k_B T} \quad (2.10)$$

$$V_{\text{hydroP}} = \frac{\pi (d_p + 2s)^3}{6} \quad (2.11)$$

où  $\eta_0$  (Pa.s) représente la viscosité dynamique du fluide porteur.  $V_{\text{hydroP}}$  est le volume hydrodynamique de la particule incluant l'épaisseur de son surfactant  $s$ .

- Relaxation de Néel :

Cette relaxation concerne les particules avec un comportement superparamagnétique ou ferromagnétique lorsque la température est élevée. En l'absence de champ magnétique, l'agitation thermique fait tourner simultanément la particule et son moment magnétique. En présence d'un champ faible, l'agitation thermique demeure prédominante. La particule va donc subir un mouvement aléatoire. Or, ce n'est pas le cas de son moment magnétique. En effet, celui-ci s'oriente dans la direction du champ magnétique sans entrainer la particule. Cela est dû à la faible interaction entre le moment magnétique et la matrice cristalline du grain (fluctuations thermiques dans la maille cristalline). Lors de la saturation, la majorité des moments magnétiques des particules sont orientés dans la direction du champ (Figure 2.6.b).

Par ailleurs, le temps d'alignement  $\tau_N$  du moment magnétique dans la direction du champ est nommé temps de Néel. Il est donné par le ratio entre l'énergie d'anisotropie de la particule et son agitation thermique [9] :

$$\tau_N = \frac{1}{f_0} \exp\left(\frac{K_P V_P}{k_B T}\right) = \frac{1}{f_0} \exp\left(\frac{\pi K_P d_p^3}{6 k_B T}\right) \quad (2.12)$$

avec  $f_0$  la fréquence de Larmor du matériau qui varie entre  $10^9$  et  $10^{10} \text{ s}^{-1}$  [16].

Si nous récapitulons les caractéristiques d'une particule avec et sans champ magnétique (dans le but de déterminer son comportement magnétique), nous pouvons alors dire que si :

- $K_p V_p < k_B T$  et  $\tau_N < \tau_B$  , la particule est superparamagnétique et son moment magnétique tourne indépendamment de la matrice cristalline (pas de rotation de la particule);
- $K_p V_p > k_B T$  et  $\tau_N > \tau_B$  , le comportement de la particule est ferromagnétique. Dans ce cas le moment magnétique est bloqué dans l'axe de facile aimantation et l'alignement avec le champ s'effectue par rotation de la particule;
- $K_p V_p = k_B T$  et  $\tau_N = \tau_B$  , ce cas correspond à la transition entre l'état ferromagnétique et superparamagnétique. Son comportement dépend du diamètre de la particule et de la constante d'anisotropie  $K_p$ .

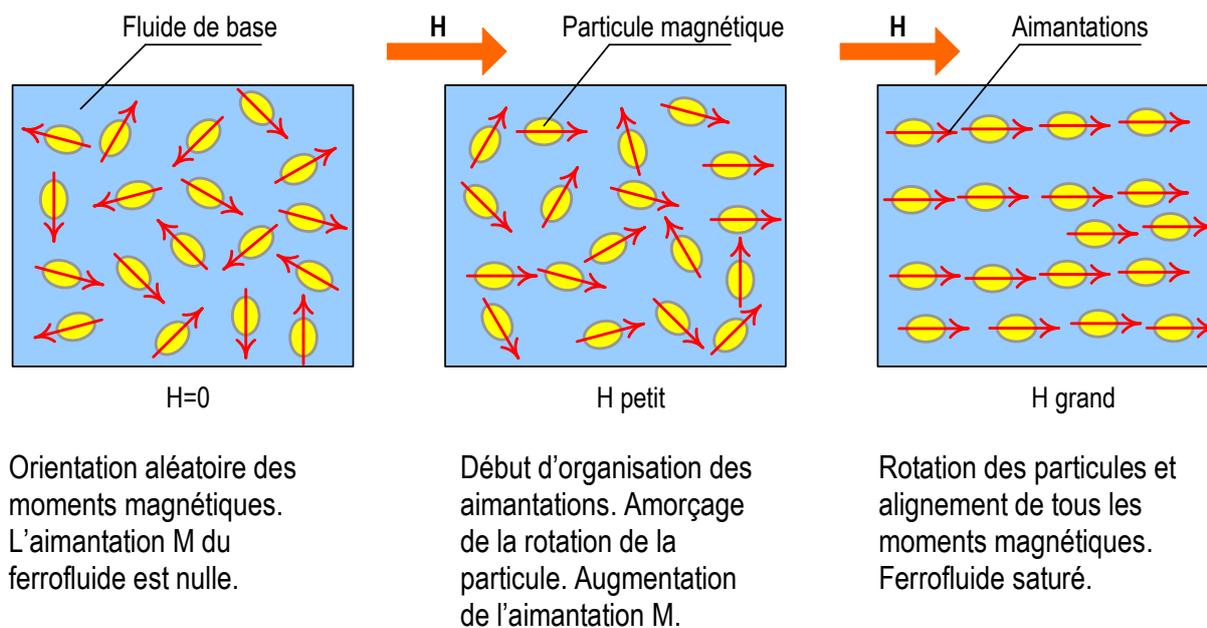
Pour des particules de magnétite caractérisées par exemple par un coefficient d'anisotropie  $K_p = 44000 \text{ J.m}^{-3}$  [17] et un surfactant d'épaisseur 2 nm, le diamètre correspondant à la transition est de 14 nm. Ce diamètre confirme bien la relation entre la taille de la nanoparticule et son comportement magnétique. En effet, en dessous de celui-ci, les particules ont un comportement superparamagnétique. Au-delà, le comportement est ferromagnétique. Enfin, notons que, pour ce dernier comportement, le temps de relaxation est très influencé par la viscosité du fluide porteur ainsi que par l'épaisseur du surfactant (cf. équation (2.10)). Ces deux paramètres peuvent induire des viscosités très élevées du ferrofluide surtout dans le cas où les particules possèdent un grand diamètre. Cet aspect va être détaillé plus loin dans ce chapitre.

Nous avons vu jusqu'à présent les différents comportements des particules magnétiques ainsi que leurs mécanismes d'alignement avec un champ extérieur. Toutefois, lorsque la phase de saturation est amorcée, les particules s'organisent et forment des structures en chaînes. Nous allons donc expliciter dans le paragraphe suivant les aspects liés à la formation de ces structures. Ces dernières peuvent être à l'origine de certaines propriétés des ferrofluides évoquées dans le chapitre 1.

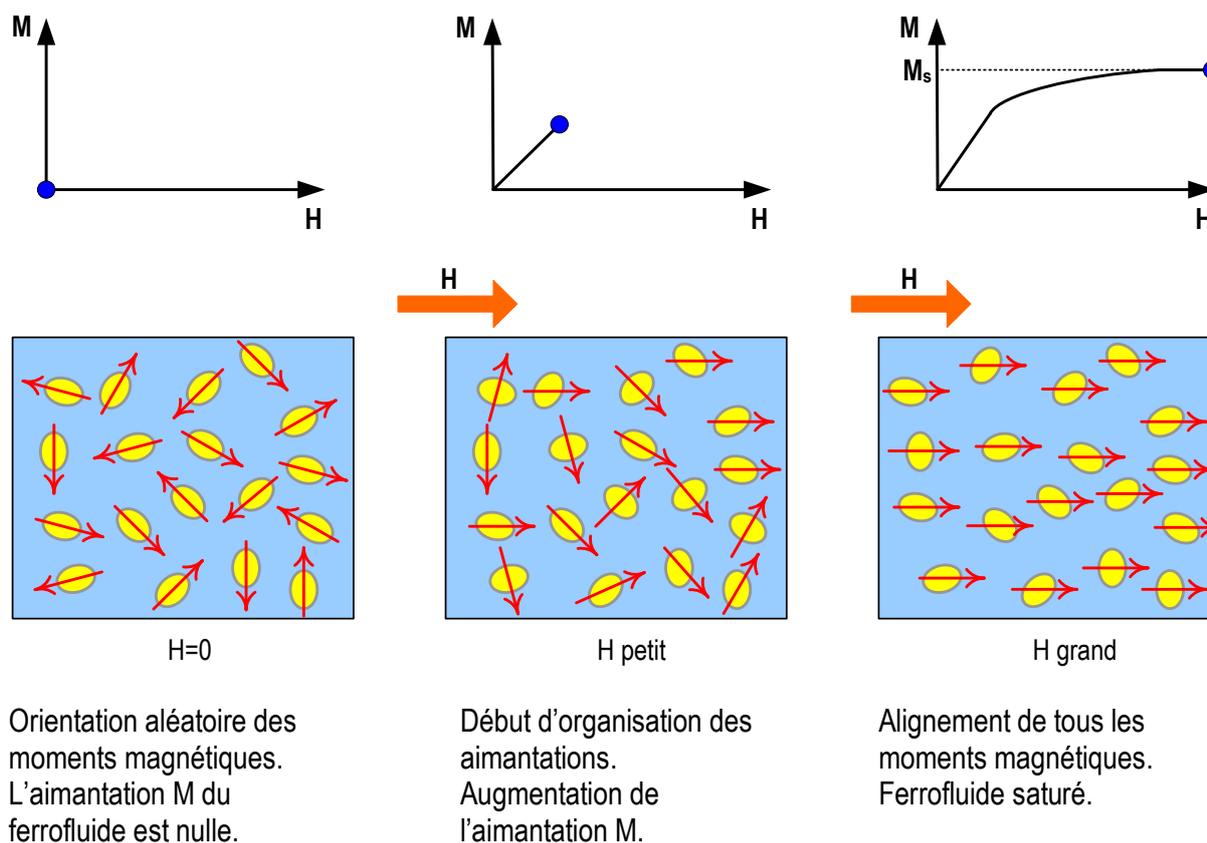
#### 2.4.1. Organisation des particules dans un ferrofluide sous champ magnétique

La Figure 2.1 montre que, sous l'effet du champ, les ferrofluides (ou fluides magnétiques en général), forment des structures en agrégats. Cette organisation des particules prend naissance lorsque les moments magnétiques sont colinéaires avec le champ extérieur (cf. Figure 2.6). D'un point de vue énergétique, cela se traduit par une compétition entre l'énergie d'interaction dipôle-dipôle ( $E_{dd}$ ) et l'énergie d'agitation thermique. Pour une particule de diamètre moyen  $d_p$  et de volume  $V_p$ , on définit le paramètre d'interaction  $\lambda^*$  (adimensionnel) comme suit [18] [7] :

$$\lambda^* = \frac{\text{Interaction magnétique dipôle – dipôle}}{\text{Énergie d'agitation thermique}} = \frac{\mu_0 M_0^2 V_p}{24 k_B T} \left( \frac{d_p}{d_p + 2 s} \right)^3 \quad (2.13)$$



(a)



(b)

**Figure 2.6.** Comparaisons des mécanismes d'alignement des moments magnétiques. (a) relaxation Brownienne : particules ferromagnétiques. (b) relaxation de Néel : particules superparamagnétiques.

Le paramètre d'interaction permet de prédire d'éventuelles interactions entre particules et ainsi la formation de Chaînes. Ces dernières sont donc créées lorsque l'énergie d'interaction magnétique prédomine sur l'énergie d'agitation thermique. Cela se fait conformément au critère de stabilité vu précédemment (sans provoquer l'agglomération des particules). Dans le cas où l'énergie d'interaction est très grande par rapport à  $k_B T$  ( $\lambda^* > 5$ ), les particules rentrent en collision compromettant ainsi la stabilité du ferrofluide. Ainsi, nous pouvons distinguer deux cas :

- $\lambda^* > 1$ , l'énergie d'interaction prédomine sur l'énergie d'agitation thermique. Il y a alors formation de chaînes de particules.
- $\lambda^* < 1$ , l'activité due à l'énergie d'agitation thermique ne permet pas la formation de chaînes. Les particules sont très dispersées dans la phase liquide. Cependant, quelques regroupements de particules peuvent être remarqués.

De ces deux cas, nous pouvons, a priori, dire que la formation d'agrégats dépend de l'énergie d'interaction dipôle-dipôle. L'augmentation de cette énergie implique soit l'utilisation d'une particule de gros diamètre ou d'une particule avec une aimantation à saturation plus élevée. En effet, l'énergie d'interaction est plus grande lorsque la particule est ferromagnétique. La probabilité de formation de chaînes est dans ce cas plus importante que pour des particules superparamagnétiques. Pour des particules de magnétite, le diamètre requis pour la formation de chaînes est supérieur à 12 nm [18]. Les ferrofluides commerciaux présentent une dispersion en taille allant de 3 à 20 nm. Par conséquent, seule la fraction de particules de type ferromagnétiques va contribuer à la formation de chaînes. Toutefois, il a été démontré que les particules superparamagnétiques (faible diamètre) interagissent aussi avec la structure formée. Ces particules sont attirées et se positionnent à l'extrémité des chaînes formées par les particules ferromagnétiques [19]. Cet effet est d'autant plus important lorsque la fraction volumique est grande. Rosman et al [20] ont montré que la longueur et le diamètre des chaînes de particules sont proportionnels à la fraction volumique. Pour une fraction inférieure à 1%, les chaînes formées présentent de petites dimensions. À l'inverse, lorsque la fraction augmente, le diamètre des chaînes (structures cylindriques) ainsi que leurs longueurs ont tendance à augmenter. Notons que les auteurs utilisent des ferrofluides commerciaux. Ainsi, l'augmentation de la fraction volumique peut induire l'augmentation des particules de large diamètre (si la dispersion n'est pas bien contrôlée) et ainsi contribuer fortement à la formation de chaînes. En conséquence, pour la validité de ces résultats, il est primordial de préciser les fractions volumiques des particules en fonction de leurs tailles.

En s'inspirant du modèle de Jordan [21], prouvé expérimentalement par Hays [22], il est possible de montrer que la longueur des chaînes (nombre de particules en interaction) dépend du diamètre des particules. Ainsi, le nombre de particules formant les chaînes croît exponentiellement dès que  $d_p$  est supérieur à 13 nm (regroupement d'une centaine de particules). Pour des diamètres inférieurs, le regroupement des particules est quasi négligeable (inférieur à 5 particules). Notons que le diamètre  $d_p = 13$  nm est obtenu pour un ferrofluide saturé contenant 5% (fraction volumique) de particules en magnétite. Le modèle de Jordan permet bien de prédire le nombre de particules formant les chaînes (et donc leurs longueurs) grâce à la prise en compte de la fraction volumique du ferrofluide et du paramètre

d'interaction  $\lambda^*$ . Toutefois, sa faiblesse réside dans le fait que les interactions des particules à faibles diamètres comme démontré par [19] ne sont pas considérées.

Par ailleurs, il est nécessaire de signaler que la prédiction de la formation de chaînes n'est pas aussi évidente qu'elle ne paraît. Plusieurs paramètres peuvent influencer simultanément la formation de ces structures et ainsi compromettre les observations citées ci-dessus. Le Tableau 2.2, présente une comparaison entre les propriétés de deux ferrofluides et leurs paramètres d'interaction  $\lambda^*$  [18]. Nous constatons que  $\lambda^*$  est plus élevé dans le cas du ferrofluide à base de particules de cobalt et ce malgré sa faible fraction volumique (qui est 20 fois inférieure à celle du ferrofluide à base de magnétite). En revanche, l'aimantation spontanée du cobalt est élevée par rapport à la magnétite ce qui engendre une forte interaction entre les particules et donc leur structuration. Enfin, notons aussi que la dispersion en taille des particules est légèrement différente dans les deux ferrofluides. La plage de distribution en taille du ferrofluide à base de cobalt est plus resserrée par rapport à celui à base de magnétite. Cela pourrait alors minimiser le nombre de particules avec comportement superparamagnétique qui ne contribuent pas systématiquement à la formation de chaînes.

	<b>Ferrofluide avec magnétite</b>	<b>Ferrofluide avec cobalt</b>
Particules	Magnétite	Cobalt
Plage de distribution en taille	3-20 nm	7-16 nm
Diamètre moyen des particules	10 nm	10 nm
Fraction volumique	7,2 %	0,35 %
Épaisseur du surfactant	2 nm	2 nm
Fluide de base	Ester	Kérosène
Aimantation spontanée $M_0$	$4,5 \cdot 10^5 \text{ A.m}^{-1}$	$1,46 \cdot 10^6 \text{ A.m}^{-1}$
Paramètre d'interaction $\lambda^*$	0,5	5,26

**Tableau 2.2.** Comparaison de la probabilité de formation de chaînes pour deux ferrofluides [18].

Remarque : l'augmentation de l'intensité du champ magnétique force l'alignement des particules et engendre ainsi des chaînes de particules.

Nous voyons donc comment, avec des ferrofluides différents, nous pouvons actionner ou ralentir des mécanismes qui peuvent être utiles pour différentes applications. En effet, comme nous allons le voir plus loin, la formation des chaînes de particules peuvent être responsables de l'amélioration de la conductivité thermique des ferrofluides. Cependant, elles peuvent aussi être un obstacle d'un point de vue rhéologique car elles contribuent à l'augmentation de la viscosité des ferrofluides (notamment pour une application au refroidissement).

Comme nous l'avons évoqué dans le chapitre 1, l'application visée par l'utilisation des ferrofluides est le refroidissement des systèmes thermiques en particulier des systèmes électroniques. Ainsi, la connaissance de l'évolution des propriétés thermo-hydrauliques des ferrofluides et leurs variations sous champ magnétique est primordiale avant toute intégration dans les systèmes. C'est pour cette raison que nous allons montrer, dans la suite, les phénomènes et les paramètres influençant le comportement des ferrofluides.

## 2.5. Comportement rhéologique des ferrofluides

Nous avons donné, dans le chapitre 1, un bref aperçu du comportement rhéologique et de l'évolution de la viscosité des ferrofluides sous champ magnétique. Le but de cette section est de présenter les paramètres influençant la viscosité ainsi que les raisons pour lesquelles cette dernière augmente en présence de champ magnétique.

À l'instar des fluides classiques (non chargés en particules : eau, huiles...), la viscosité des ferrofluides sous champ magnétique est influencée par différents facteurs qui peuvent agir simultanément. On peut noter à titre d'exemple : la température, la fraction volumique, la nature du champ magnétique appliqué et son orientation, le type de particules utilisées, la nature du fluide de base... De ce fait, l'influence de ces paramètres va-t-il provoquer un changement au niveau du comportement rhéologique du ferrofluide sous champ magnétique ? De plus, en l'absence du champ, le ferrofluide conserve-t-il le comportement Newtonien qui lui est conféré par la majorité des fluides de base utilisés (eau, huile minérale, kérosène...) ? Il est donc intéressant de déterminer le comportement rhéologique sans champ avant d'entamer le cas avec champ.

### 2.5.1. Rhéologie des ferrofluides en l'absence de champ magnétique

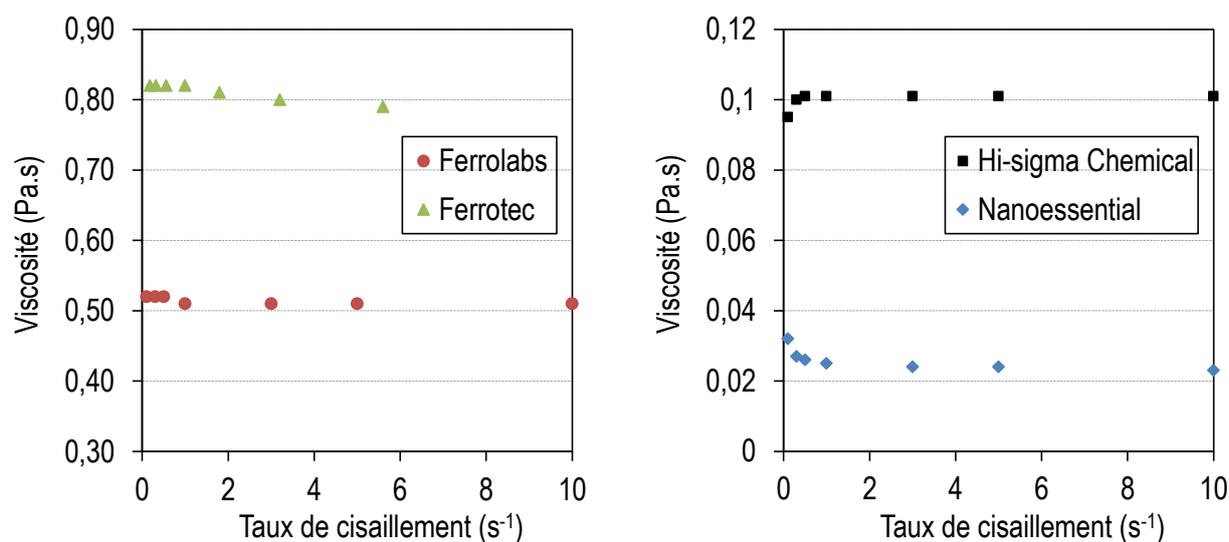
Le comportement rhéologique et l'évolution de la viscosité dans les suspensions colloïdales sont connus depuis le début du siècle dernier. Lorsque le champ magnétique n'est pas appliqué, les ferrofluides présentent un comportement rhéologique similaire aux nanofluides [7]. Les mesures effectuées sur les nanofluides et en particulier les ferrofluides ne permettent toutefois pas d'établir une loi de comportement commune pour tous ces fluides. Certaines mesures montrent que le comportement suit une loi Newtonienne [23]–[26] (viscosité qui ne varie pas avec le taux de cisaillement), tandis que d'autres, présentent des comportements non-Newtoniens [27]–[30].

Au sein de notre équipe de recherche, l'étude du comportement rhéologique des ferrofluides a été amorcée par la thèse de M. Petit [31]. Des mesures sur des ferrofluides commerciaux (cf. **Tableau 2.3**), sans champ magnétique, ont été réalisées avec un rhéomètre de marque Anton Paar utilisant une géométrie en cône plan. Les résultats des tests sont donnés sur la Figure 2.7 pour une température imposée de 30°C pour tous les ferrofluides à l'exception du ferrofluide Nanoessential pour lequel la température était de 45°C.

Fabricant	Particules	Fraction volumique	Fluide de base	Surfactant
Ferrotec	Oxyde de fer	7,7%	hydrocarbure synthétique	acide oléique
Nano essential	Cobalt	-	Octadécène + huile minérale	acide oléique
Sigma-Hi Chemical	Fer Manganèse Zinc	10%	Poly alpha-olein	acide oléique
Ferrolabs	Oxyde de fer	-	liquide silicone;	acide oléique

**Tableau 2.3.** Composition des ferrofluides testés avec le rhéomètre Antoon Paar.

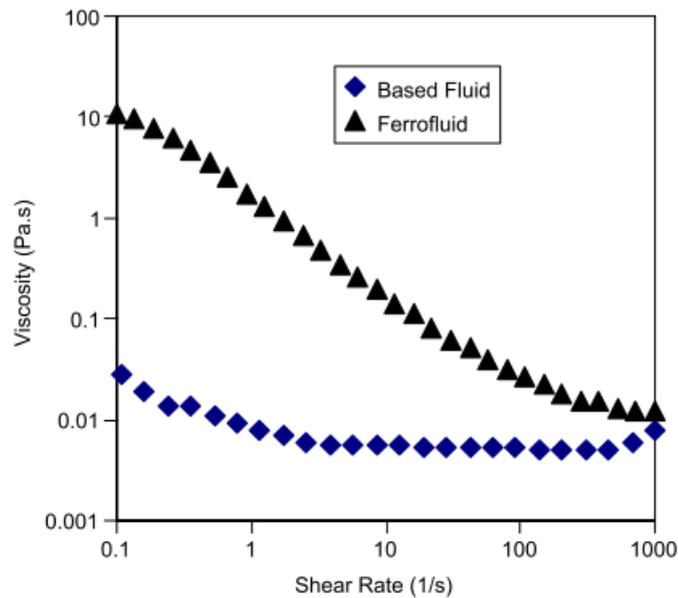
La Figure 2.7 nous indique que, pour les deux ferrofluides Ferrolabs et Sigma-Hi Chemical, la viscosité n'évolue pas en fonction du taux de cisaillement. Cela se traduit donc par un comportement Newtonien. Toutefois, un léger comportement rhéofluidifiant pour les ferrofluides Ferrotec et Nanoessential est observé à faibles taux de cisaillement. Ce comportement peut-être dû aux bruits générés par le rhéomètre à faible vitesse de rotation (limite inférieure de la précision de mesure de l'appareil). Lorsque le taux de cisaillement augmente, les deux ferrofluides retrouvent le comportement Newtonien.



**Figure 2.7.** Variation de la viscosité avec le taux de cisaillement pour différents ferrofluides.

Il est à noter que le comportement Newtonien est observé dans les deux derniers ferrofluides pour un taux de cisaillement inférieur à  $2 s^{-1}$ . Dans certains cas, cette valeur peut dépasser  $1000 s^{-1}$ . En effet, l'étude menée par Ghasemi et al [32] pour un ferrofluide synthétisé par coprécipitation montre que le comportement Newtonien peut-être observé pour un taux de cisaillement élevé ( $> 1000 s^{-1}$ ) (cf. Figure 2.8).

Par ailleurs, à travers cette figure, nous pouvons effectuer une analyse quantitative sur l'influence de la présence des particules sur la viscosité des fluides. Pour des taux de cisaillement inférieurs à  $5 s^{-1}$ , la viscosité du ferrofluide est de 100 à 1000 fois supérieures à celui du fluide de base. En augmentant le taux de cisaillement, ce rapport a tendance à diminuer. L'explication à donner à l'augmentation de la viscosité dans un ferrofluide par rapport à son fluide de base est liée aux nanoparticules. Lorsqu'on applique une vitesse de cisaillement homogène (ou plus simplement dans le cas d'un écoulement) sur un ferrofluide, un gradient de vitesse est créé. Ce dernier donne naissance à un couple mécanique provoquant ainsi la rotation de la particule. Ce couple est proportionnel à la zone cisailée, i.e. plus le gradient de vitesse est accentué plus le couple mécanique est grand. Nous déduisons donc que la rotation de la particule est plus importante dans le cas laminaire que dans le cas turbulent. Cela peut s'expliquer par le fait qu'en régime turbulent, la zone du gradient de vitesse est moins importante que dans le cas du régime laminaire. Enfin, les particules provoquent une dissipation d'énergie (frottement) supplémentaire (par rapport au fluide de base) ayant pour conséquence l'augmentation de la viscosité.



**Figure 2.8.** Comportement rhéologique d'un ferrofluide à base d'oxyde de fer et de son fluide de base. La fraction volumique du ferrofluide est de 7% et le diamètre moyen des particules est égal à 10,6 nm [32].

### 2.5.1.1. Modèles de viscosité des ferrofluides sans champ

L'explication que nous venons de donner ci-dessus est aussi valable pour les particules non magnétiques c'est-à-dire pour les nanofluides. Nous pouvons donc exploiter les modèles mathématiques établis pour les nanofluides afin de calculer et de prédire la viscosité des ferrofluides sans champ magnétique.

L'un des premiers modèles théoriques à avoir traité la viscosité des suspensions est celui d'Einstein (1906). Ce dernier est donné par :

$$\eta = \eta_0 \left[ 1 + \left( \frac{5\phi}{2} \right) \left( \frac{d_p + 2s}{d_p} \right)^3 \right] \quad (2.14)$$

avec  $\eta_0$  la viscosité du fluide de base (Pa.s),  $\phi$  la fraction volumique.  $s$  et  $d_p$  sont l'épaisseur du surfactant ainsi que le diamètre moyen des particules.

Le modèle d'Einstein est assez souvent utilisé pour certains calculs théoriques (notamment pour estimer les pertes de charge), en particulier quand l'expérimentation est difficile à réaliser. La validité et la fiabilité des résultats donnés par l'équation (2.14) sont assurées par la connaissance de ses conditions d'applications. En effet, ce modèle est applicable seulement dans le cas de faibles concentrations en nanoparticules (inférieures à 3%). De plus, les interactions entre particules ne sont pas prises en compte. Ainsi, comme nous l'avons vu précédemment, si les particules manifestent un comportement ferromagnétique, leurs interactions peuvent être non négligeables même sans champ magnétique. L'utilisation de la loi d'Einstein peut donc vite être limitée dans le cas des ferrofluides.

En effet, les ferrofluides commerciaux présentent généralement des fractions volumiques supérieures à 5%. L'application du modèle d'Einstein sous-estime ainsi la valeur de la viscosité et s'éloigne de la valeur réelle. Afin de garder une cohérence avec les mesures expérimentales, d'autres modèles ont été proposés notamment pour le calcul de la viscosité pour des ferrofluides visqueux. Le modèle développé par Pshenichnikov [9] vient compléter celui d'Einstein. En effet, une bonne concordance avec les résultats expérimentaux est remarquée avec des fractions en particules élevées. Toutefois, ce modèle surestime la valeur de la viscosité dans le cas où la fraction volumique est faible.

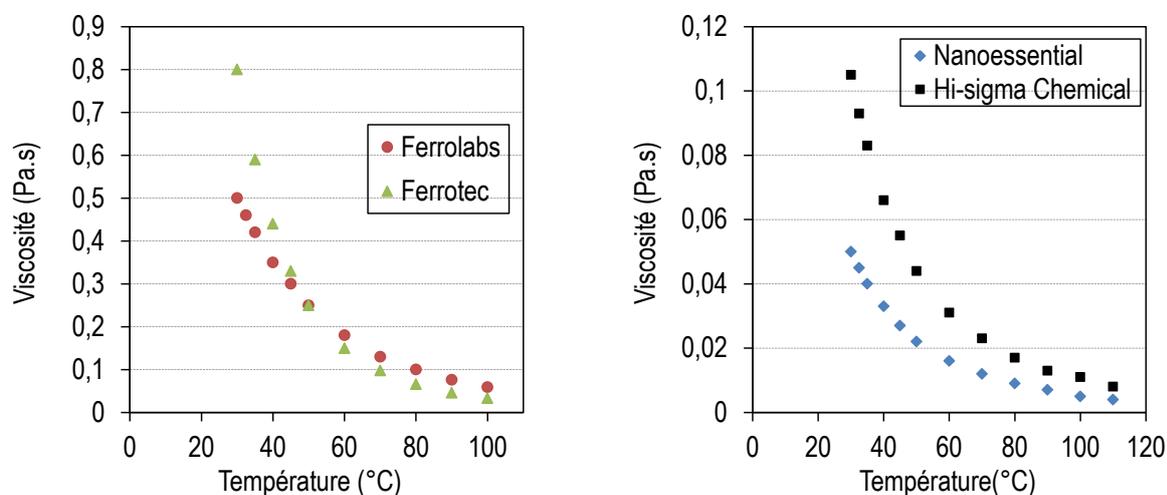
Enfin, notons que, là encore, il existe une divergence entre les modèles proposés. Le modèle de Chow [33] montre qu'en l'absence d'un champ magnétique, l'interaction entre les particules (dipôle-dipôle) du ferrofluide n'a pas d'influence sur la viscosité. En revanche, d'autres paramètres tels que la température ou la fraction volumique peuvent influencer le comportement rhéologique et par conséquent la viscosité du ferrofluide.

### 2.5.1.2. Paramètres influençant la viscosité sans champ magnétique

#### a) Effet de la température

Comme dans le cas des fluides classiques, la température a tendance à fluidifier les ferrofluides. Les mesures effectuées sur les ferrofluides présentés dans le **Tableau 2.3** sont données sur la Figure 2.9.

L'évolution de la viscosité de ces quatre ferrofluides est similaire sous l'effet de la température. Le comportement présente une loi exponentielle inverse. L'effet de la température sur la viscosité du ferrofluide Ferrotec est plus marqué par rapport aux ferrofluides moins visqueux. En effet, une différence de plus de 200% est remarquée lors du passage de 30 à 50°C. Par conséquent, pour une application en fluidique, l'utilisation du ferrofluide Ferrotec à haute température permettrait un gain au niveau de la puissance de pompage. Enfin, signalons que les mesures de viscosité effectuées sur les ferrofluides Nanoessential et Hi-sigma Chemical ne sont pas fiables à haute température (> 85°C) à cause de leur volatilité et ce malgré l'existence d'un système d'anti-évaporation.



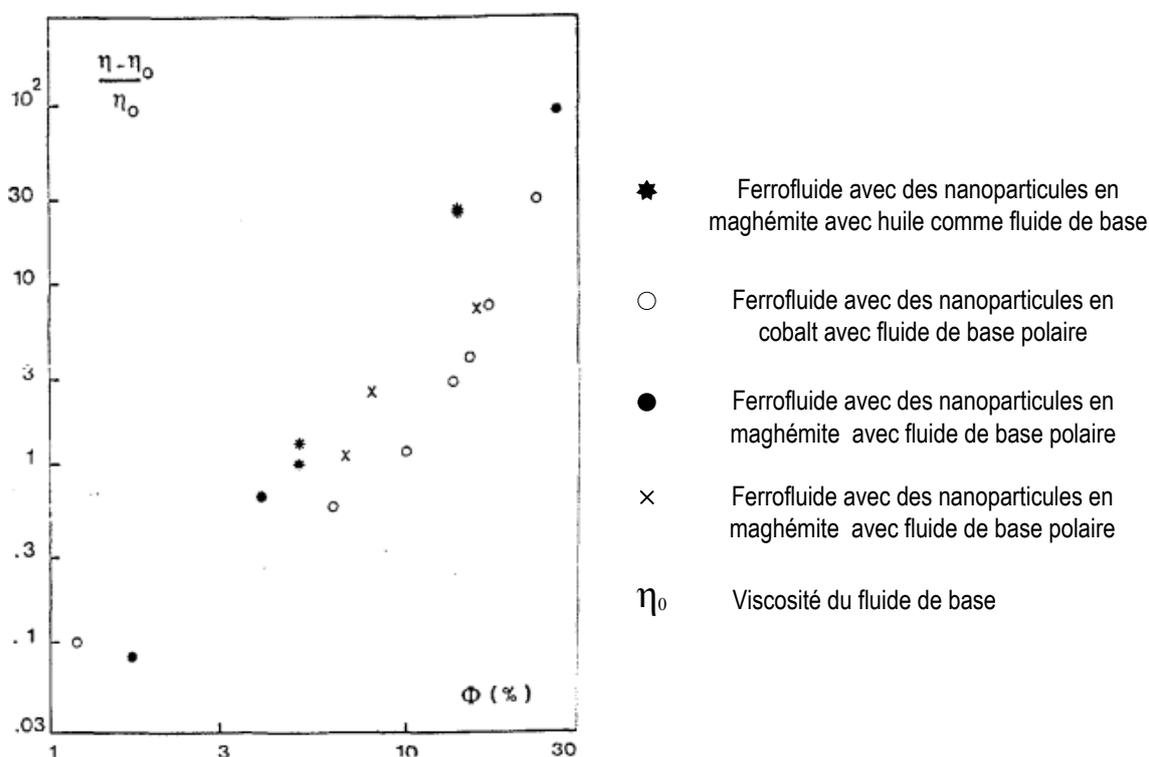
**Figure 2.9.** Effet de la température sur la viscosité des ferrofluides.

b) *Effet de la fraction volumique*

En accord avec le fait que la présence de particules provoque une dissipation d'énergie ayant pour conséquence l'augmentation de la viscosité du ferrofluide par rapport à son fluide de base, l'augmentation de la fraction volumique (i.e des particules) doit avoir un impact sur la viscosité du ferrofluide même sans champ magnétique. Les mesures effectuées par Bacri et al [34] avec un rhéomètre capillaire sur différents ferrofluides confirment l'augmentation de la viscosité avec la fraction volumique. La Figure 2.10, présente l'évolution de la viscosité spécifique en fonction de la fraction volumique. Cette dernière nous indique que, quelle que soit la nature du fluide de base (polaire ou non polaire), l'élévation de la fraction volumique a pour conséquence l'augmentation de la viscosité. Par ailleurs, nous pouvons aussi confirmer ce résultat par le modèle d'Einstein décrit précédemment. D'après l'équation (2.14), nous remarquons qu'il existe une proportionnalité directe entre la variation de la viscosité et la fraction volumique. Cela reste valable pour des fractions volumiques inférieures à 3%.

Nous avons maintenant traité l'aspect rhéologique du ferrofluide sans champ magnétique et les paramètres qui peuvent influencer sa viscosité. Il est bien clair que les paramètres cités ci-dessus ne sont pas exhaustifs. Il existe d'autres facteurs auxquels la viscosité du ferrofluide est susceptible, par exemple le type de surfactant utilisé et de son épaisseur, la taille des particules, le matériau des particules...

Dans la section qui va suivre, nous allons étudier le comportement rhéologique du ferrofluide sous champ magnétique. Dans un premier temps, des explications sur l'origine de l'augmentation de la viscosité seront données. Dans un second temps, nous donnerons un aperçu des paramètres influençant la viscosité sous champ.



**Figure 2.10.** Évolution de la viscosité en fonction de la fraction volumique des particules [34].

### 2.5.2. Rhéologie des ferrofluides sous champ magnétique

La détermination du comportement rhéologique des ferrofluides sous champ magnétique a fait l'objet de plusieurs études depuis les années 1960. Les résultats des tests sous champ magnétique et les modèles établis indiquent une augmentation de la viscosité (par rapport au cas sans champ) et deux types de comportement : Newtonien et non-Newtonien. L'étude menée par [35] sur le ferrofluide EFH-1 (fraction volumique 7,3%) produit par Ferrotec et pour des taux de cisaillement inférieurs à  $100 \text{ s}^{-1}$ , montre que le comportement du ferrofluide est Newtonien sous un champ magnétique de 0,54 T. Par ailleurs, [34] stipule que pour des taux de cisaillement inférieur à  $1000 \text{ s}^{-1}$ , le champ magnétique ne peut pas perturber la linéarité existante entre la contrainte et le taux de cisaillement dans un ferrofluide. De ce fait, le comportement obtenu est de type Newtonien. A contrario, l'essai effectué par [32] montre que, sous champ magnétique, le ferrofluide testé possède un comportement rhéofluidifiant pour des taux de cisaillement allant jusqu'à  $1000 \text{ s}^{-1}$ . Ce résultat rejoint celui trouvé par Odenbach [9] pour un ferrofluide commercial produit par Ferrotec (APG513A).

L'explication qui est donnée par [34] est liée aux fortes interactions entre nanoparticules, qui provoquent une séparation entre les phases liquide et solide dans le ferrofluide. Cela se traduit, par le regroupement des particules qui forment des structures sous formes de chaînes par exemple. Par conséquent le ferrofluide devient diphasique. Dans le cas d'un comportement Newtonien, le ferrofluide est de nature monophasique.

Nous déduisons donc que le comportement Newtonien ou non-Newtonien est très dépendant des forces de répulsion ou d'attraction entre particules. Conformément aux équations (2.1), (2.3), (2.4) et (2.5), ces forces dépendent essentiellement du diamètre de la particule suspendue, de son surfactant, du champ magnétique appliqué et de la fraction volumique. En conséquence, les ferrofluides peuvent être classés selon leur fraction volumique (dilué ou concentré) et leur comportement rhéologique.

#### 2.5.2.1. Mécanismes d'augmentation de la viscosité dans un ferrofluide sous champ magnétique

##### a) *Ferrofluide dilué*

Dans le cas des ferrofluides faiblement concentrés, la théorie ainsi que le modèle de Shliomis [36] traduisent le mécanisme d'augmentation de la viscosité. Cette théorie est basée sur une compétition entre un couple mécanique créé par le gradient de vitesse d'écoulement et un autre couple créé par le champ magnétique. Comme nous l'avons expliqué dans le paragraphe (2.5.1), sous l'effet du gradient de vitesse, un couple mécanique prend naissance et provoque la rotation de la particule. Ainsi, lors de l'application d'un champ magnétique, la particule va subir un couple magnétique qui agit sur son moment magnétique. Au regard au paragraphe (2.4.2.2) nous pouvons distinguer deux cas :

##### - Particules ferromagnétiques :

Nous avons vu précédemment que la nature ferromagnétique d'une particule permet une relaxation brownienne. Cette dernière, va engendrer la rotation du moment magnétique (qui

est bloqué dans la direction de facile aimantation) ainsi que celle de la particule. La rotation de la particule s'effectue selon un couple magnétique exercé par le champ. Ce couple magnétique se retrouve donc confronté au couple mécanique généré par le gradient de vitesse. Il en résulte alors deux configurations : si le champ magnétique et le sens d'écoulement sont colinéaires, la particule va aligner son moment magnétique dans le sens de l'écoulement et la viscosité n'est pas modifiée. En revanche, dans le cas où le sens d'écoulement et le champ magnétique sont perpendiculaires, la particule tend à aligner son aimantation selon la direction du champ et le couple mécanique (écoulement) s'oppose à cet alignement. Ainsi, l'alignement de l'aimantation est contrebalancé par l'écoulement et provoque alors une dissipation d'énergie qui a tendance à élever la viscosité. Nous déduisons donc que la dépendance de la viscosité par rapport au champ magnétique est fortement anisotrope.

- Particules superparamagnétiques :

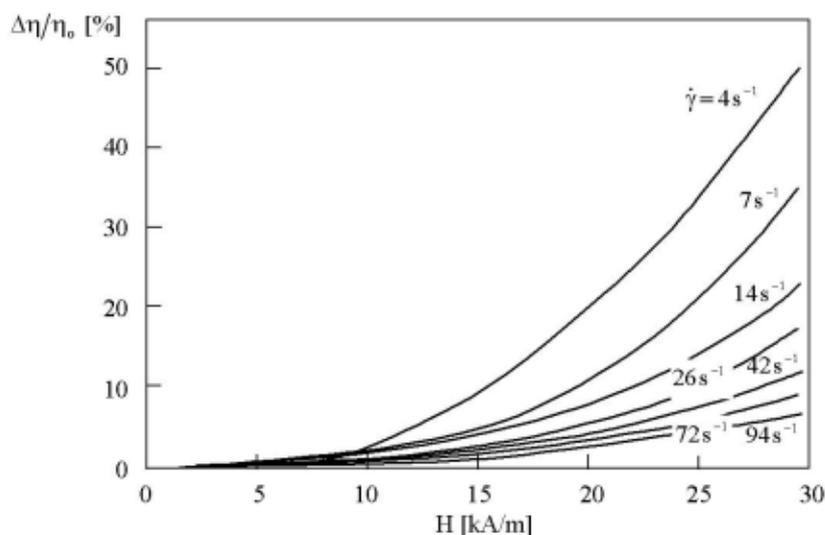
Dans ce cas, le moment magnétique tourne indépendamment de la particule en présence d'un champ magnétique (relaxation de Néel, cf. §2.4.2.2). Par conséquent, les particules ne vont pas contribuer à l'augmentation de la viscosité.

Par ailleurs, nous avons mentionné ci-dessus, que le modèle et la théorie de Shliomis ne sont valables que pour des ferrofluides dilués. Cela est dû principalement à la non considération des interactions entre particules. De plus, cette théorie exclut la contribution des particules superparamagnétiques dans l'augmentation de la viscosité.

*b) Ferrofluide concentré*

Différentes études ont montré les limites de l'utilisation du modèle de Shliomis [36] et l'explication donnée à l'augmentation de la viscosité [37] [38]. En effet, au vu de la dispersion en taille des particules dans un ferrofluide, quand la fraction volumique augmente l'énergie d'interaction dipôle-dipôle entre particules devient forte (en particulier pour les particules de fort diamètre). Ainsi des structures de particules sont formées (chaînes ou autres structures). La formation de ces structures provoque donc une augmentation de la viscosité du ferrofluide et ainsi une modification de son comportement rhéologique [9].

Les mesures effectuées (cf. Figure 2.11) sur le ferrofluide APG513A [9], ont montré un comportement rhéofluidifiant en fonction du champ magnétique. En augmentant le taux de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ), les structures ainsi formées (probablement des chaînes) sont cisailées par l'écoulement impliquant ainsi une diminution de la viscosité. Cela confirme donc le postulat émis par [34].



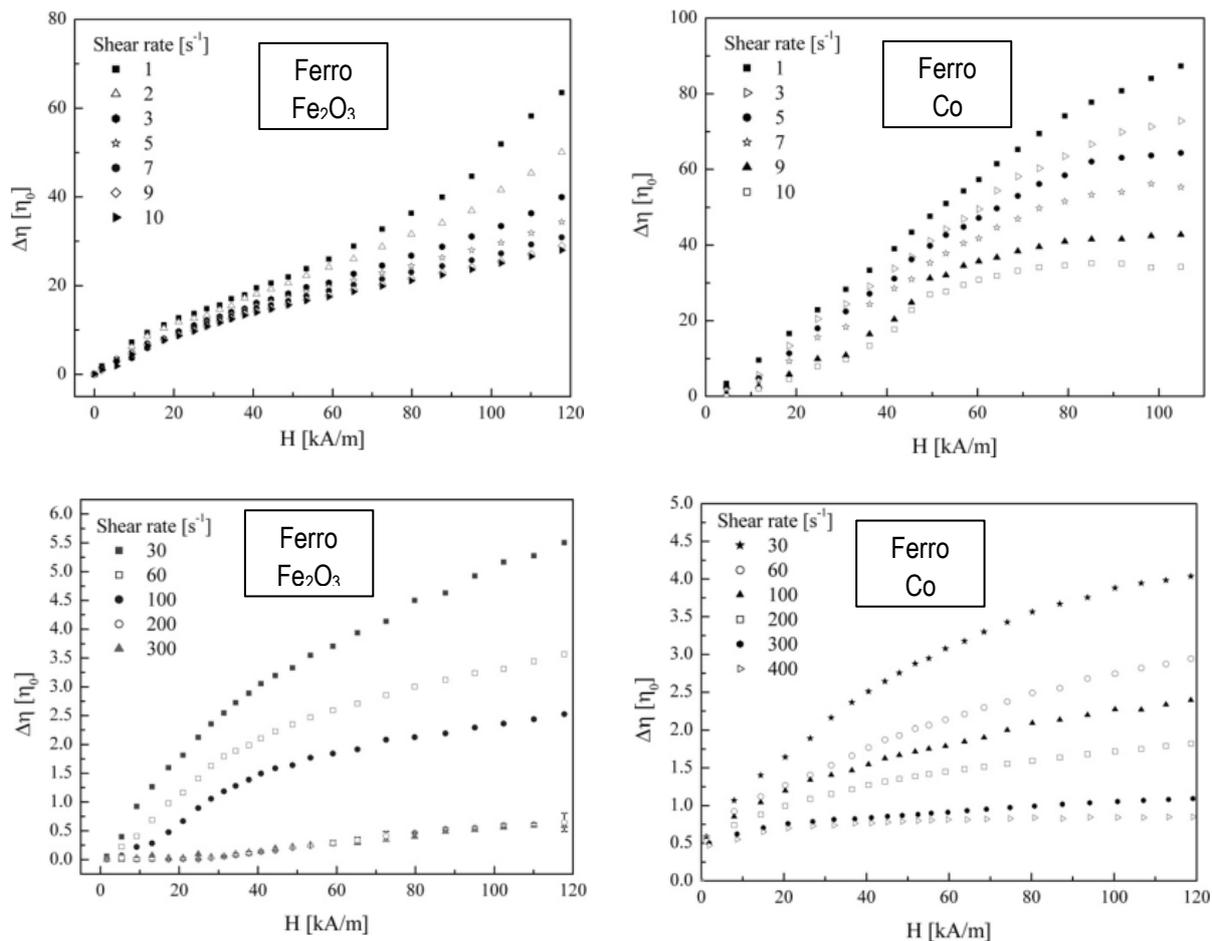
**Figure 2.11.** Comportement rhéologique d'un ferrofluide commercial sous champ magnétique [9].

Puisque la viscosité sous champ magnétique est augmentée à cause des chaînes de particules, il est donc intéressant d'utiliser le paramètre d'interaction  $\lambda^*$  (vu précédemment) afin de prédire la formation de chaînes de particules. Si nous reprenons l'exemple du Tableau 2.2, la formation de chaînes sera plus marquée pour le ferrofluide à base de cobalt. Par conséquent, l'augmentation de sa viscosité sous champ devrait être plus élevée par rapport à celle du ferrofluide à base de magnétite.

Sur la Figure 2.12, nous présentons des mesures de viscosité en fonction du taux de cisaillement et du champ magnétique pour les deux ferrofluides du Tableau 2.2 [18]. Le comportement global des deux ferrofluides est rhéofluidifiant. Pour de faibles taux de cisaillement, nous remarquons que la viscosité des deux ferrofluides est quasi-similaire malgré la variation de leur fraction volumique. Cependant, le  $\lambda^*$  du cobalt est élevé par rapport à celui de la magnétite. Par conséquent, les interactions sont plus fortes et les chaînes sont plus longues que dans le cas du ferrofluide à base de magnétite. En d'autres termes, les particules en cobalt forment toutes des structures magnétiques grâce à leur faible dispersion en taille. Enfin, en augmentant le taux de cisaillement, les chaînes de particules du ferrofluide à base de cobalt sont moins cisailées par rapport à celles du ferrofluide avec magnétite.

*Remarque :* Afin de procéder à une comparaison avec le modèle de Shliomis, [18] a montré que la viscosité théorique du ferrofluide à base de magnétite était deux fois moins importante que celle mesurée. Le modèle de Shliomis peut toutefois être appliqué pour des taux de cisaillement supérieurs à  $200 \text{ s}^{-1}$ .

Pour conclure, la théorie de Shliomis représente le fondement basique de la Ferrohydrodynamique. Celle-ci est applicable dans le cas des ferrofluides à faible fraction volumique et permet d'expliquer l'augmentation de la viscosité sous champ magnétique. Cependant, pour des fractions volumiques élevées, la théorie d'Odenbach semble mieux expliquer l'augmentation de la viscosité.



**Figure 2.12.** Comparaison de la viscosité de deux différents ferrofluide en fonction de leur taux de cisaillement et du champ magnétique [18].  $\Delta\eta$  donne la variation de la viscosité dynamique, normalisée par la viscosité  $\eta_0$  hors champ magnétique.

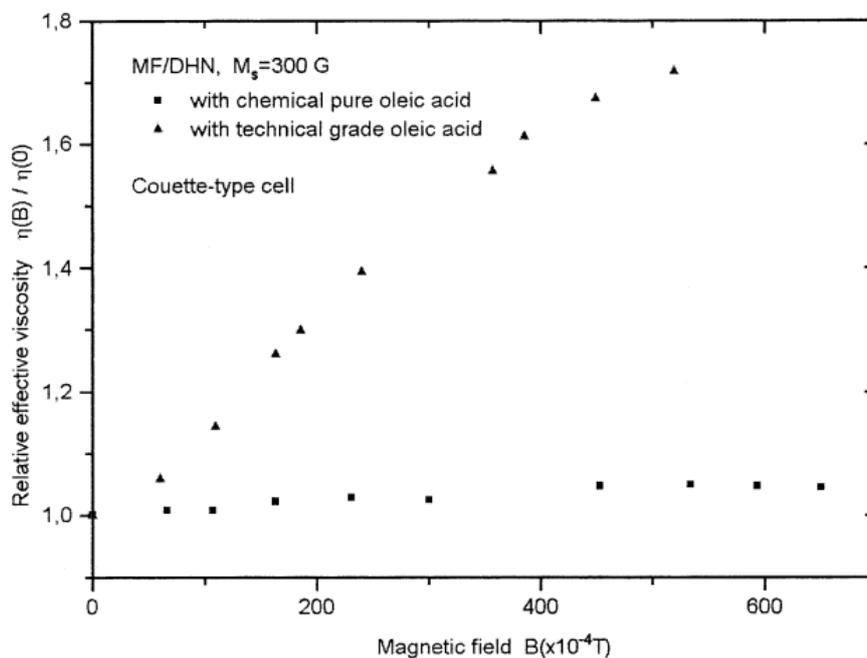
### 2.5.2.2. Paramètres influençant la viscosité sous champ magnétique

Plusieurs paramètres peuvent influencer la viscosité du ferrofluide sous champ magnétique. L'effet de la température est similaire au cas que nous avons vu sans champ magnétique. Par ailleurs, pour des ferrofluides ayant les mêmes caractéristiques : dispersion en taille des particules, fluide de base, surfactant, une augmentation de la fraction volumique induit une élévation de la viscosité en présence d'un champ magnétique [39]. Dans ce cas, au sein du ferrofluide à forte fraction volumique, les particules forment plus de chaînes dans la direction du champ magnétiques provoquant ainsi plus de dissipation d'énergie par rapport aux autres ferrofluides.

#### a) Effet de la nature du surfactant

Le rôle du surfactant est de limiter l'agglomération des particules. Il intervient donc fortement dans la formation des structures dans les ferrofluides. En effet, lorsque la force de répulsion entre particules est faible, ces dernières ont tendance à former plus d'agrégats et par conséquent augmenter la viscosité. Sur la Figure 2.13, deux types de surfactant sont comparés

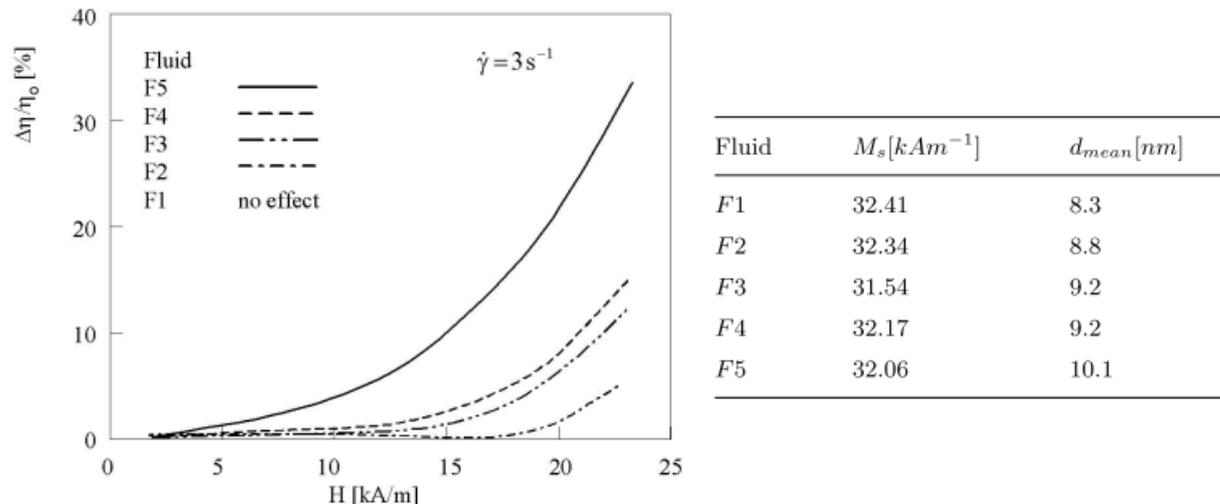
pour le même ferrofluide (particules, fraction...). Nous déduisons que le surfactant avec l'acide oléique pur permet une meilleure répulsion malgré l'intensité de l'induction appliquée.



**Figure 2.13.** Influence de la nature du surfactant sur la viscosité d'un ferrofluide [33].

#### b) Effet de la granulométrie des particules

L'influence de la granulométrie des nanoparticules permet de vérifier si les particules de faible diamètre contribuent à la formation des chaînes et, par conséquent, à l'augmentation de la viscosité. L'étude menée par [9] consiste à tester différents ferrofluides à base de magnétite présentant des fractions volumiques similaires et un diamètre des particules différents (cf. Figure 2.14). On voit que les fluides composés de particules de grandes tailles (fluide F2 à F5) ont une viscosité dépendante du champ magnétique. Plus les particules sont volumineuses, plus cette dépendance est importante. Aucune variation de la viscosité n'est observée pour le fluide F1 qui a des particules de petit diamètre et qui sont dans un état superparamagnétique. Notons que, même si un faible diamètre moyen des particules entraîne globalement un comportement superparamagnétique du ferrofluide, sa viscosité peut augmenter. En effet, à cause de la dispersion en taille, des particules de plus large diamètre sont présentes dans le ferrofluide et peuvent augmenter sa viscosité. Il est donc préférable d'utiliser des ferrofluides avec une taille unique ou de mesurer la dispersion en taille des particules.



**Figure 2.14.** Évolution de la viscosité sous champ en fonction du diamètre des particules [9].

*c) Effet de la nature du champ magnétique et de sa direction*

Un champ magnétique généré par une bobine ou un aimant peut être appliqué de différentes manières sur un ferrofluide. Nous pouvons identifier deux cas en relation avec la direction et la nature du champ :

- 1- Nature du champ magnétique: la variation spatiale et temporelle du champ magnétique peuvent générer les configurations suivantes :
  - champ magnétique uniforme et statique (pas de gradient d'induction),
  - champ non uniforme et statique (gradient de champ),
  - champ uniforme et non statique, cas d'un solénoïde alimenté par un courant alternatif,
  - champ non uniforme et non stationnaire.
  
- 2- Direction du champ par rapport au sens d'écoulement : au vu de la théorie de Shliomis, la variation de la viscosité dépend de l'orientation du champ magnétique. On distingue donc deux directions :
  - parallèle au sens d'écoulement,
  - perpendiculaire au sens d'écoulement.

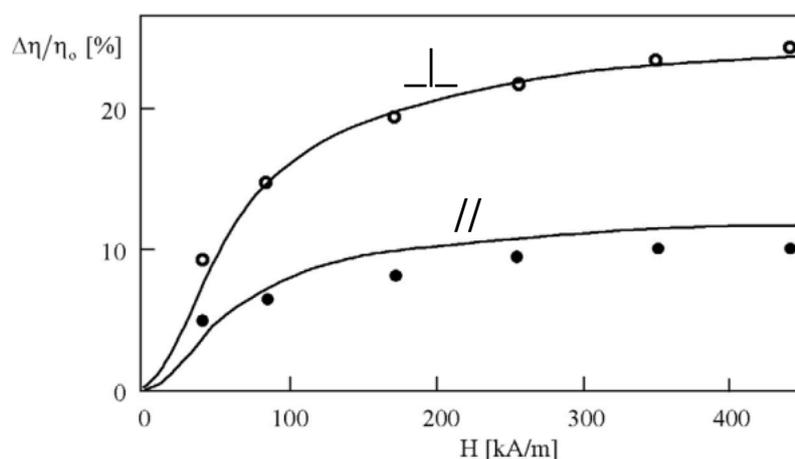
Dans le cas de la rhéologie des ferrofluides, l'intensité du champ magnétique est déterminante sur l'évolution de la viscosité. Les études précédentes ont toutes été réalisées dans le cas d'un champ stationnaire et uniforme et montrent que l'augmentation de l'intensité du champ provoque une élévation de la viscosité. Sur la Figure 2.12, l'augmentation liée au champ magnétique peut être 60 fois plus importante que dans le cas sans champ pour le ferrofluide à base d'oxyde de fer.

Nous pouvons donc nous demander quelle est la valeur de la viscosité dans le cas d'une variation temporelle du champ magnétique. Nous répondrons à cette question à travers les

références bibliographiques permettant d'effectuer une comparaison entre les cas où le champ est soit stationnaire, soit variable.

- Influence de la direction du champ magnétique

McTague [40], a procédé à des mesures de viscosité sur un ferrofluide à base de cobalt avec un diamètre moyen de 6 nm et une fraction volumique de 0,05% (dilué). Le but de cette configuration de ferrofluide est de minimiser les interactions entre particules. Les mesures ont été réalisées pour les deux directions citées ci-dessus. Le résultat de l'expérience est donné sur la Figure 2.15. On remarque que le cas perpendiculaire est plus favorable à l'augmentation de la viscosité ce qui est en adéquation avec la théorie de Shliomis expliquée précédemment. De plus, la Figure 2.15 montre aussi les courbes obtenues par l'utilisation du modèle de Shliomis. Ce dernier présente très peu d'écart avec les points de mesures, ce qui permet alors de valider l'approche dans le cas d'une faible fraction volumique.



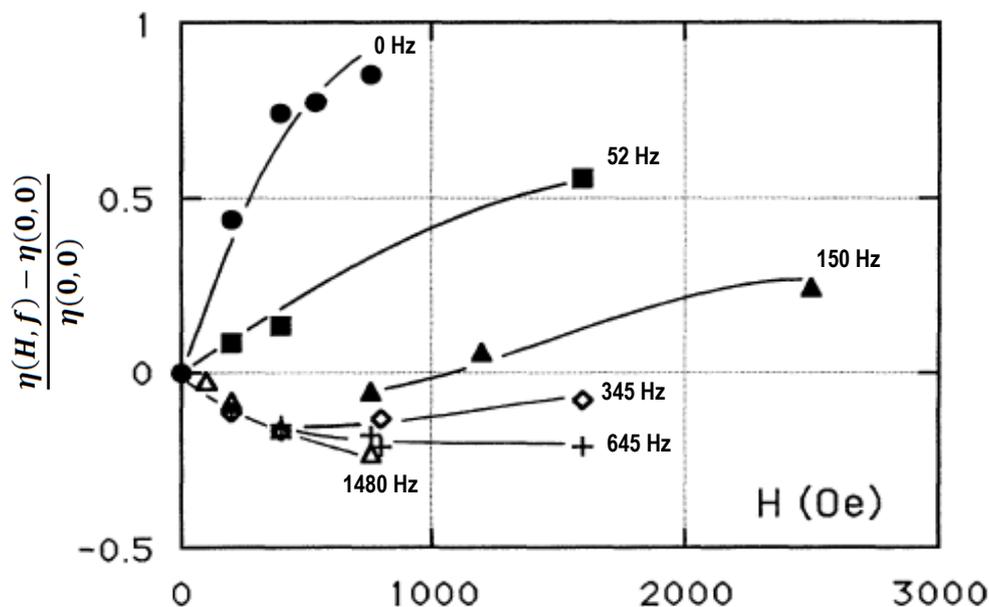
**Figure 2.15.** Évolution de la viscosité d'un ferrofluide selon la direction perpendiculaire et parallèle au sens de l'écoulement [9]. Les points représentent les mesures avec un viscosimètre capillaire et les courbes sont obtenues par le modèle de Shliomis [36].

- Influence de la nature du champ magnétique, viscosité négative

La plupart des études effectuées sur la rhéologie des ferrofluides ont utilisé un champ magnétique statique et uniforme. Aucune étude, à notre connaissance, n'est donnée pour le cas d'un champ non uniforme et non stationnaire. Il existe, toutefois, quelques travaux moyennant un champ uniforme mais non stationnaire (champ alterné). L'influence d'un champ alterné sur la viscosité du ferrofluide a été introduite théoriquement par Shliomis [41] et a été validée expérimentalement par les travaux de Bacri et al [42] ainsi que par ceux de Zeuner et al [43]. Les résultats obtenus par Bacri sont donnés sur la Figure 2.16. Lorsque la fréquence d'oscillation du champ magnétique augmente la viscosité diminue fortement. L'explication donnée à cette observation est liée à la rotation de la particule. En effet, lorsque le champ est statique, une compétition existe entre le couple mécanique créé par le gradient de vitesse et la relaxation brownienne de la particule (couple magnétique qui aligne la particule selon le champ). Ceci provoque alors une augmentation de la viscosité (comme nous l'avons expliqué précédemment, théorie de Shliomis dans le cas d'un champ statique). Cependant,

lorsque le champ est non stationnaire, les particules ont tendances à tourner selon la fréquence d'oscillation du champ. Ce mouvement de rotation des particules peut entraîner le fluide à l'échelle microscopique, ce qui se traduit à l'échelle macroscopique par une diminution de la viscosité. Ainsi, la particule agit donc comme une micropompe (accélération locale) et permet une diminution du frottement entre les couches du fluide (cisaillement) [43].

Par ailleurs, il est important de noter que la rotation de la particule due au champ alterné dépend de son diamètre (comportement ferromagnétique ou superparamagnétique) et de la fréquence et de l'intensité du champ. La Figure 2.16, montre qu'une forte diminution de la viscosité est remarquée pour une gamme de fréquences comprise entre 345 et 1480 Hz. Pour des fréquences inférieures, la viscosité est juste diminuée. Ainsi, la viscosité négative est atteinte lorsque la fréquence du champ est supérieure à la fréquence de rotation de la particule générée par le gradient de vitesse. Enfin, puisque le champ magnétique agit sur le moment magnétique de la particule (pour générer une rotation), les particules superparamagnétiques ne contribuent pas à la diminution de la viscosité lorsque le champ est alterné [43].



**Figure 2.16.** Effet d'un champ magnétique alterné sur la viscosité d'un ferrofluide. Le champ magnétique appliqué selon la direction d'écoulement [42].

Nous avons vu dans cette partie que l'influence du champ magnétique sur la viscosité des ferrofluides était non négligeable. La connaissance de ce paramètre et du comportement rhéologique des ferrofluides permettent une meilleure explication et modélisation des phénomènes d'écoulement. Dans le cas particulier des systèmes de refroidissement, sa connaissance est nécessaire afin d'évaluer les pertes de charge. Dans la partie suivante, nous nous intéresserons aux variations des propriétés thermiques des ferrofluides en présence d'un champ magnétique.

En effet, conformément à l'aperçu que nous avons donné dans le chapitre 1, le champ magnétique permet d'augmenter la conductivité thermique et le coefficient d'échange convectif. À l'instar de la rhéologie des ferrofluides sans champ magnétique, le comportement

thermique du ferrofluide sans champ est proche de celui des nanofluides. Nous allons donc nous limiter dans ce qui suit à l'influence du champ magnétique sur ces grandeurs. Les explications sur l'origine de ces phénomènes d'intensification seront également abordées.

## 2.6. Comportement thermique des ferrofluides sous champ magnétique

### 2.6.1. Conductivité thermique

De nombreuses études ont été menées sur la conductivité thermique des ferrofluides sous champ magnétique depuis le début des années 2000. Toutes ces études sont unanimes et montrent une amélioration du coefficient de conductivité thermique par rapport au cas sans champ et au fluide de base (cf. Tableau 2.4).

Au vu du nombre conséquent d'études qui traitent de la conductivité des ferrofluide sous champ, nous ne citerons que les plus importantes en particulier celles ayant proposé des explications sur ce phénomène d'amélioration. Nous recommandons ainsi au lecteur de lire la référence [44] pour plus d'informations.

Author	Based-fluid	Average particle size (nm)	Volume fraction %	Enhancement (no magnetic field)	Enhancement with magnetic field
Philip et al. [13]	Kerosene	6.7	0.03–7.8	23% @ 7.8%	300% @ 6.3% (80 Gauss)
Gavali [20]	Water	10	5	–	200%
Parkeh and Lee [22]	Kerosene	10	1–10	17% @ 4.7%, 38% @ 10%	30% @ 4.7%
Yu et al. [23]	Kerosene	15	0.1–1	34% @ 1%	–
Li et al. [24]	Water	26	1–5	14% @ 5%	13% @ 1%, 44% @ 5% (250 Gauss)
Pastoriza-Gallego et al. [25]	Ethylene glycol	15	0–6.9	15% @ 6.9%	–
Altan et al. [26]	Water & heptane	10	1–7	–	5.2% in water & 2.8% in heptane @ 2% (0.2 T)
Abareshi et al. [27]	Water	10	0.25–3	11.5% @ 3%	–
Sundar et al. [28]	Water	13	0.2–2	25% @ 2%	–
Nkurikiyimfura et al. [29]	Engine oil	10	0.01–0.05	–	200%

**Tableau 2.4.** Amélioration de la conductivité thermique des ferrofluides [45].

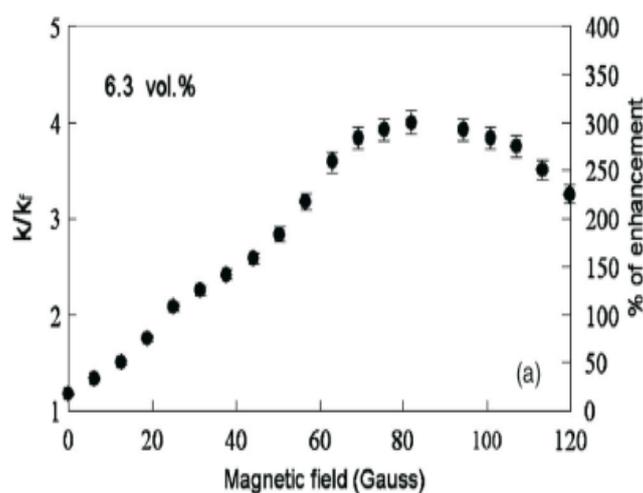
La Figure 2.17 montre le comportement d'un ferrofluide à base de particules en magnétite sous l'effet du champ magnétique. Nous constatons que la conductivité est 4 fois supérieure à celle du fluide de base. Les raisons qui expliquent ce phénomène d'intensification font l'objet d'un débat au niveau de la littérature. En effet, la première théorie mise en place montre que l'amélioration de la conductivité thermique du ferrofluide est due au mouvement brownien des particules [46] [47]. Ce dernier est considéré comme la source de la microconvection qui se crée entre la particule et le fluide de base. De ce fait, l'échange thermique entre particules et fluide de base est intensifié provoquant ainsi l'amélioration de la conductivité thermique. La vitesse de la particule qui subit le mouvement brownien est donnée par [47] :

$$v = \sqrt{\frac{18 k_B T}{\pi \rho_p d_p^3}} \quad (2.15)$$

D'après l'équation (2.15), nous constatons que la vitesse est liée essentiellement à la taille de la particule. Plus le diamètre est petit, plus la vitesse est grande. Dans cette configuration, la conductivité thermique devrait être améliorée. Cependant, cette théorie a été rapidement critiquée suite aux travaux de Eapen [48] et Philip [49]. Ils montrent que, sous l'effet du champ magnétique, le mouvement brownien est freiné. Comme nous l'avons vu

précédemment, les particules sous champ magnétique ont tendance à former des structures en chaînes. Il en résulte alors une résistance au mouvement brownien et en conséquence une diminution de la vitesse. Cette résistance est plus grande lorsque l'intensité du champ magnétique est importante. Dans ce cas la conductivité thermique devrait donc diminuer. Or, les résultats obtenus par [49], [50] et [51] montrent l'inverse. Le phénomène responsable de l'amélioration de la conductivité n'est pas donc dû à la microconvection des particules. En effet, les structures formées par les particules semblent prédominantes sur l'amélioration de la conductivité thermique.

L'organisation des particules selon le champ magnétique permet de diminuer la distance entre particules. En augmentant l'intensité du champ magnétique cette distance devient plus petite. Par conséquent, la chaleur est transmise entre particules par percolation (transfert de proche en proche) provoquant ainsi une augmentation de la conductivité thermique [52].



**Figure 2.17.** Évolution de la conductivité thermique d'un ferrofluide sous champ magnétique [53].  $k_f$  représente la conductivité thermique du fluide de base.

### 2.6.1.1. Hypothèses et critiques sur l'amélioration de la conductivité thermique des ferrofluides

Nous proposons dans ce paragraphe des critiques concernant les observations citées ci-dessus. D'une part, le phénomène de microconvection dû à l'agitation brownienne des particules peut concerner les particules de faible diamètre. Nous avons expliqué au début de ce chapitre que c'est, en partie, grâce à ce mouvement que les particules ne rentrent pas en collision. Cela est d'autant plus vrai que les particules possèdent un petit diamètre. Dans ce cas, la vitesse donnée par l'équation (2.15) est grande.

D'autre part, le paramètre d'interaction  $\lambda^*$ , nous informe que pour des particules de faible diamètre, l'énergie d'interaction dipôle-dipôle est petite. La probabilité de formation de chaînes est donc quasi nulle. Au vu de la dispersion en taille des particules dans un ferrofluide, *l'amélioration de la conductivité thermique peut donc être le résultat combiné des deux phénomènes : microconvection et formation de structures d'agrégats. Notons que, pour*

la plupart des ferrofluides (notamment commerciaux), la contribution d'agrégats est plus marquée (présence de particules de grande taille).

Enfin, rajoutons à notre hypothèse que, lors de la formation de longs et/ou gros agrégats, ces derniers se comportent comme des aimants. Les particules de faible diamètre sont donc attirées sur les bords des agrégats et peuvent ainsi contribuer à l'amélioration de la conductivité thermique.

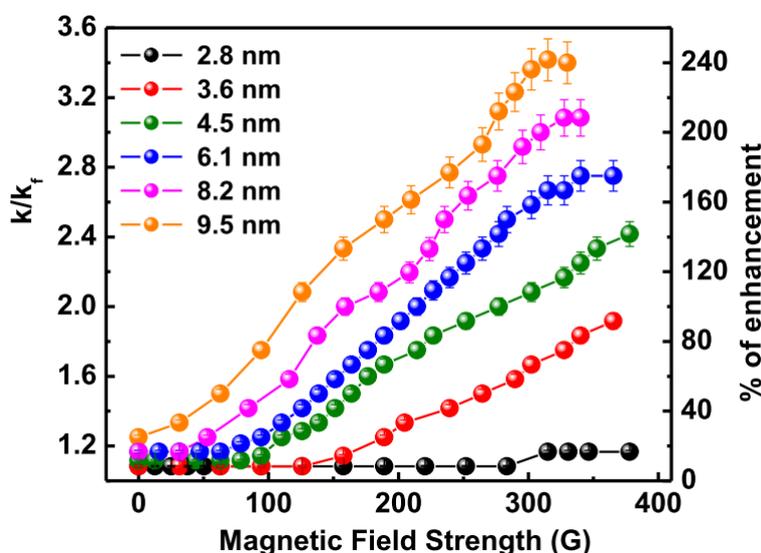
### 2.6.1.2. Paramètres influençant la conductivité thermique

#### a) Fraction volumique

La Figure 1.9 du chapitre 1, montre que la conductivité thermique sous champ est améliorée en augmentant la fraction volumique des particules. Cependant, vu les explications données dans le paragraphe (2.6.1), la validité de ce résultat doit être accompagné d'une mesure de fraction volumique de la dispersion en taille des particules.

#### b) Effet de la granulométrie des particules

Cet effet a été étudié par Shima [39]. Le résultat (Figure 2.18) montre que la conductivité thermique est davantage intensifiée pour des ferrofluides avec une taille moyenne importante (9,5 nm). Pour le ferrofluide avec des particules de 2,8 nm de diamètre, une très faible amélioration est constatée (<15%). Ainsi, les résultats de cette figure sont contraires à la théorie de la microconvection et consolident plus l'hypothèse de l'amélioration de la conductivité par la formation de chaînes. Toutefois, la synthèse et la stabilité des ferrofluides contenant des particules de faible diamètre est une tâche qui s'avère difficile. La fiabilité des résultats de la Figure 2.18 est donc à vérifier.

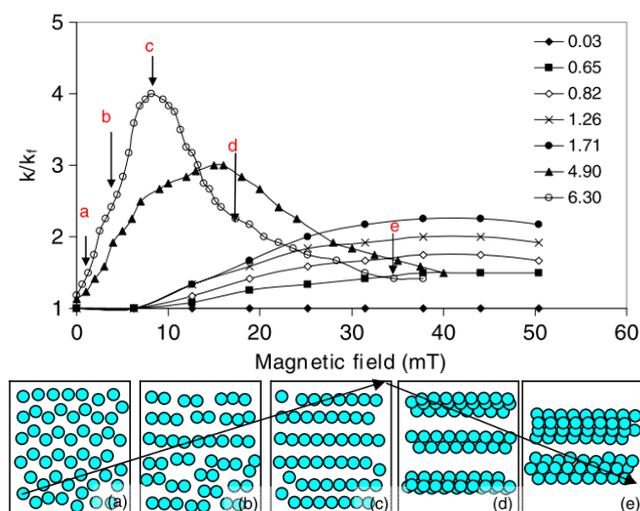


**Figure 2.18.** Conductivité thermique de ferrofluides sous champ en fonction du diamètre des particules [39]. La fraction volumique de tous les ferrofluides testés est de 0,04%.

## c) Effet de l'orientation et de l'intensité du champ magnétique

- Intensité du champ magnétique

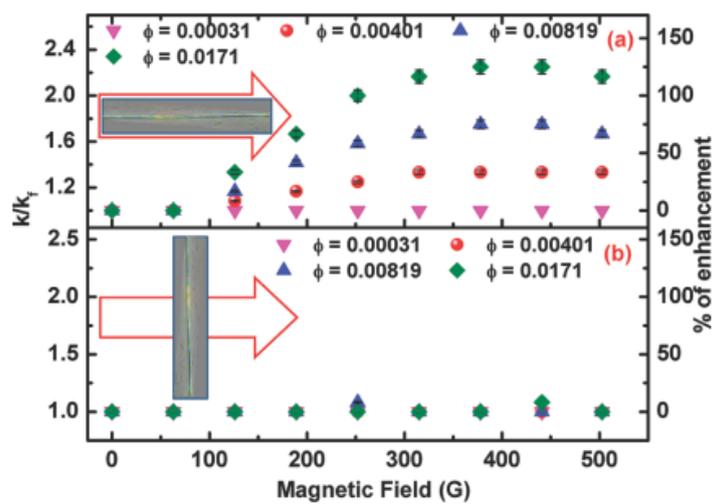
Les Figure 2.17 et Figure 2.18 montrent aussi en partie l'influence de l'intensité du champ magnétique sur la conductivité thermique. De meilleures intensifications sont obtenues avec des champs élevés. La Figure 2.19 reprend la courbe de la Figure 2.17 et présente l'amélioration de la conductivité en fonction du champ et de la fraction volumique. On voit que l'augmentation de la fraction volumique permet l'amélioration du coefficient de conductivité thermique. De plus, si nous prenons pour exemple la courbe ayant une fraction volumique de 6,3%, nous constatons que l'allure de la conductivité est très dépendante de l'intensité du champ magnétique appliqué. Le schéma au bas de la Figure 2.19 permet une meilleure compréhension des étapes de réorganisation des particules sous l'influence du champ magnétique. La phase correspondante à l'amélioration de la conductivité est située entre a et c. Dans cette zone, les particules tendent à se structurer afin de former un réseau de chaînes homogène. Avec l'augmentation du champ, les chaînes de particules vont s'attirer afin de constituer un réseau plus dense sous forme de cylindre (augmentation de l'énergie d'interaction). Il en découle alors une chute drastique de la conductivité thermique. Ce type de comportement est observé par [50]. Une diminution de la conductivité thermique sous champ constant est remarquée pour un temps de mesure dépassant les 200 minutes. Nous pouvons expliquer cette observation par deux hypothèses. La première concerne la sédimentation liée à la formation du réseau cylindrique de particules. La seconde est en rapport avec la sonde de mesure de la conductivité thermique. Le système de mesure utilisé dans ce cas est une sonde KD2 Pro. Son principe est basé sur une mesure locale (au voisinage de la sonde qui est sous forme d'aiguille (diamètre inférieure à 3 mm)). Par conséquent, la valeur de la conductivité thermique dépend de la position du réseau cylindrique de particules. Si ce dernier est formé proche de la sonde, la valeur de la conductivité thermique est maximale, dans le cas contraire elle est minimale (réseau de particules loin de la sonde). Enfin, pour une exploitation optimale du ferrofluide, il est essentiel de veiller à la bonne répartition et à la symétrie des chaînes formées.



**Figure 2.19.** Mécanisme d'amélioration puis diminution de la conductivité thermique dans un ferrofluide [47].

### - Direction du champ magnétique

Le gradient de température peut être appliqué de manière parallèle ou perpendiculaire au champ magnétique i.e. aux chaînes de particules. Tous les résultats présentés précédemment concernant la conductivité thermique ont été réalisés avec un champ et un gradient de température colinéaires. Dans le cas perpendiculaire, [51] et [54] montrent qu'aucune amélioration de la conductivité n'est observée (Figure 2.20). Lorsque les chaînes de particules ne sont pas dans le sens du flux de chaleur, la conductivité thermique demeure inchangée malgré l'augmentation de la fraction volumique. Cela consolide, encore une fois, la théorie de transport par agrégats.



**Figure 2.20.** Influence de la direction de champ sur la conductivité thermique [51].  $k_f$  représente la conductivité thermique du fluide de base.

#### 2.6.2. Coefficient d'échange convectif d'un ferrofluide sous champ magnétique

La caractérisation thermique des ferrofluides sous champ magnétique pour des applications de refroidissement passe nécessairement par la détermination du coefficient de convection noté  $h$ . Ainsi, notre travail s'est focalisé en partie sur la détermination expérimentale du coefficient d'échange convectif sous champ magnétique en convection forcée. Nous nous sommes donc intéressés aux études émanant de la littérature concernant cet aspect. Cependant, contrairement au comportement rhéologique et celui vis-à-vis de la conductivité thermique, peu d'études ont été réalisées. Il en est de même pour l'explication concernant l'origine de l'amélioration de  $h$  par rapport au cas sans champ. D'ailleurs, ce point demeure toujours au stade hypothétique.

Le Tableau 2.5 regroupe, à notre connaissance, tous les travaux expérimentaux effectués sur le coefficient d'échange convectif en convection forcée sous champ magnétique pendant ces cinq dernières années. La majorité des études montrent des améliorations locales du coefficient de convection indiquant ainsi une intensification de l'échange de chaleur. Ces améliorations sont essentiellement obtenues avec des écoulements de type laminaire. Par ailleurs, nous remarquons aussi que la nature du champ magnétique appliqué affecte le coefficient  $h$ . Plusieurs configurations de champ sont recensées (conformément

au §2.5.2.2.C) : un champ statique uniforme ou non uniforme et un champ magnétique non uniforme et instationnaire.

Afin de mieux comprendre les données du Tableau 2.5, nous allons décrire ci-dessous les conditions expérimentales et les hypothèses mises en place par chacun des auteurs sur l'amélioration du coefficient  $h$ .

### 2.6.2.1. Cas d'un champ statique

#### Étude de Lajvardi et al [55] :

L'étude menée par Lajvardi et al est réalisée sur deux ferrofluides possédant des concentrations différentes (2,5 et 5%). La section de test est constituée d'un tube de longueur 400 mm et de diamètre intérieur 8 mm. Le coefficient d'échange est obtenu à partir d'un bilan thermique dans le cas d'un échange avec une paroi à flux imposé. Le champ magnétique est généré par une bobine montée autour du tube et permettant d'avoir une induction allant jusqu'à 0,12 T. La direction du champ magnétique est perpendiculaire au sens de l'écoulement. La Figure 2.21 montre l'évolution du coefficient  $h$  en fonction de la distance dans le canal pour le ferrofluide à 5%. Les auteurs expliquent que l'augmentation de la concentration (de 2,5 à 5%) et de l'intensité du champ magnétique permet une meilleure amélioration des échanges thermiques. Ces deux paramètres vont engendrer l'amélioration de la capacité thermique massique et de la conductivité thermique du ferrofluide par rapport au cas sans champ. Ainsi, au sein du ferrofluide, il y a apparition de chaînes en particules permettant l'intensification de l'échange de chaleur.

#### Étude de Ghofrani et al [56] :

La détermination du coefficient  $h$  sous champ a été réalisée avec un tube circulaire avec paroi à flux imposé. Le diamètre intérieur du tube est de 9 mm et la longueur est 49 cm. Sept petites sources de champ (bobines) permettent d'imposer un champ magnétique sur le ferrofluide. Chaque source est située entre deux thermocouples et génère une induction de 0,02 T. Les résultats obtenus ne montrent aucune amélioration de  $h$  (Figure 2.22). L'auteur explique cette observation par une chute de pression dans le tube de mesure. Celle-ci va donc freiner le ferrofluide et provoquer une diminution du régime d'écoulement.

#### Étude de Motozawa et al [57] :

La section de tests utilisée présente un canal de section carrée d'une longueur de 950 mm et de côté 18 mm. Le flux de chaleur est imposé sur une seule paroi, les autres sont isolées du milieu extérieur. Ce flux est perpendiculaire au champ magnétique appliqué. Par ailleurs, deux régimes d'écoulement ont été testés : laminaire ( $Re=820$ ) et turbulent ( $Re=2400$ ). Le premier présente une amélioration de  $h$  allant jusqu'à 40%, tandis que, pour le second, aucune amélioration n'est observée. Toutefois, l'objectif de leur travail consiste essentiellement à analyser les causes d'amélioration observée. Pour ce faire, les auteurs déterminent expérimentalement le profil de vitesse dans le canal de mesure lors de l'écoulement et sous champ magnétique par la technique UVD (Ultrasonic Velocity Profile). Ils expliquent alors que l'amélioration observée du coefficient d'échange est due à une déformation des lignes de

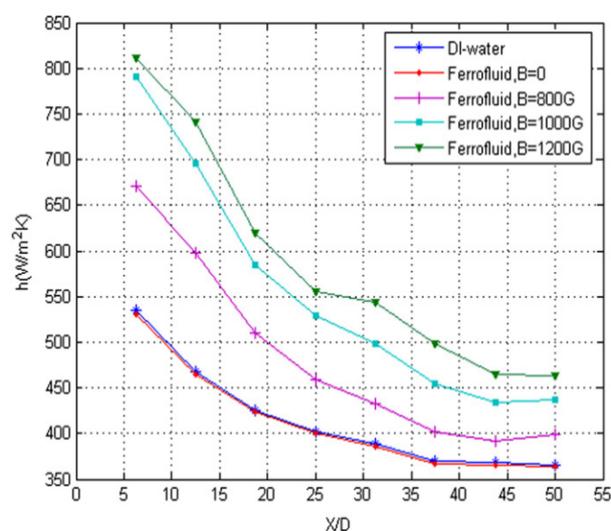
Auteur / réf	Ferrofluide	Origine ferrofluide	Re	Amélioration h	Nature et direction du champ
Lajvardi (2010) [55]	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> - eau - 10nm 2,5 et 5% Vol	Synthèse	Laminaire	+ 40% local	Champ magnétique statique et uniforme perpendiculaire au sens d'écoulement
Ghofrani (2013) [56]	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> - eau – 25nm 0,6 ; 1 et 2% Vol	Synthèse	Laminaire	Champ magnétique stationnaire : pas d'amélioration Champ généré par train d'impulsion : +25%	Champ magnétique statique et non uniforme perpendiculaire au sens d'écoulement Champ magnétique activé par un pas temps régulier de 20 ms
Motozawa (2013) [57]	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> – eau - 10nm	Ferrofluide commercial	Laminaire Turbulent	+20% local Détérioration du h	Champ magnétique statique et uniforme perpendiculaire au sens d'écoulement
Azizian (2014) [58]	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> – eau - 60nm 0,86% Vol	Synthèse	Laminaire	300% local (gradient de champ)	Champ statique et uniforme et champ statique non uniforme (gradient). Le champ est perpendiculaire au sens d'écoulement
Goharkhah (2015) [59]	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> – eau – 30nm 1 ; 1,5 ; 2 % Vol	Synthèse	Laminaire	Champ magnétique statique : +18% Champ alterné : +30%	Champ statique et non uniforme perpendiculaire au sens d'écoulement Champ non statique et non uniforme

**Tableau 2.5.** Bibliographie sur le coefficient d'échange convectif en convection forcé pour un ferrofluide sous champ magnétique.

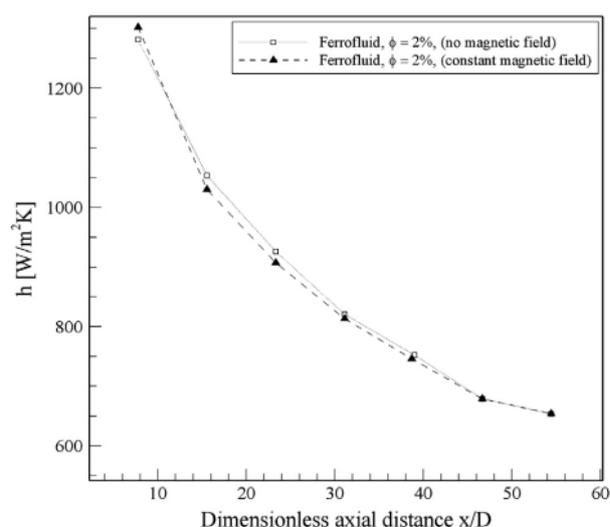
courant du champ de vitesse sous l'action du champ magnétique. Ainsi, le gradient de vitesse au niveau de la paroi est largement augmenté lorsqu'un champ magnétique est appliqué ce qui induit une amélioration des échanges thermiques.

*Étude de Azizian et al [58] :*

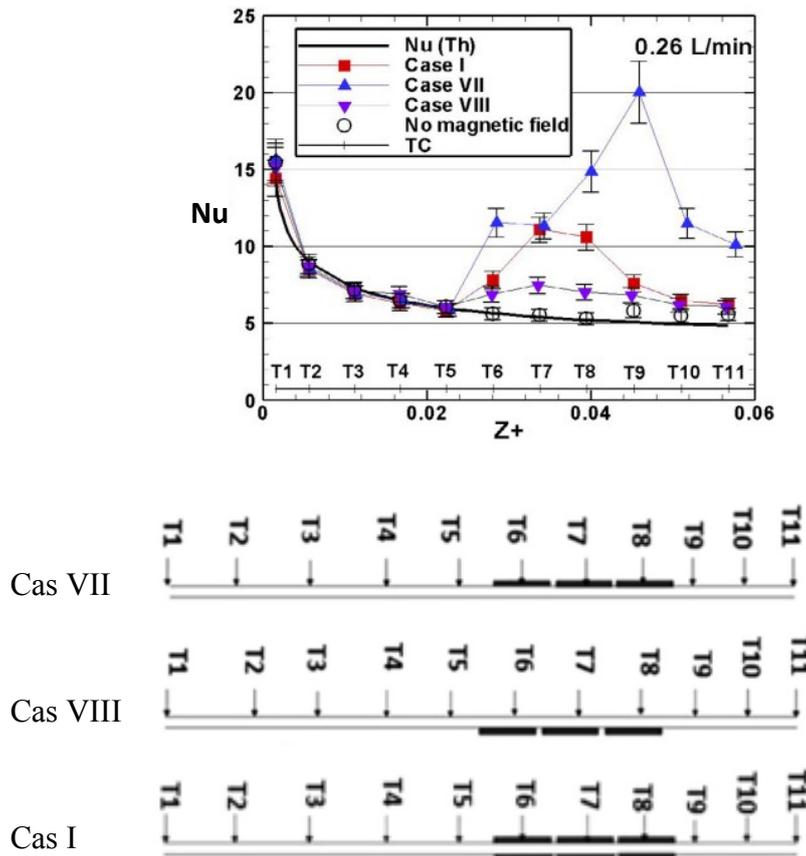
L'investigation expérimentale de Azizian et al est réalisée avec un tube circulaire (paroi à flux imposé) de 5,54 mm de diamètre intérieur et d'une longueur de 1 m. La source de champ magnétique consiste en plusieurs aimants posés directement sur la section de tests. Cela a permis la réalisation de plusieurs configurations géométriques liées au positionnement de la source de champ. La Figure 2.23 présente l'évolution du nombre de Nusselt en fonction de la distance dans le canal. L'amélioration du coefficient  $h$  est bien marquée dans la zone en présence du champ magnétique (entre T6 et T8 inclus). De plus, la figure met en évidence l'effet du champ magnétique et de son gradient. Le cas 7 et le cas 8 sont obtenus en imposant un champ magnétique sur un seul côté de la section de tests. Il est intéressant de remarquer que l'intensification maximale locale (300% par rapport au cas sans champ) est atteinte sous gradient de champ et pour une position extérieure à la zone du champ (T9).



**Figure 2.21.** Coefficient d'échange convectif local en fonction de l'intensité du champ magnétique [55].



**Figure 2.22.** Évolution du coefficient de convection local sans et avec champ magnétique [56].



**Figure 2.23.** Variation du coefficient d'échange convectif en fonction du champ magnétique le long d'un canal. Le champ magnétique est perpendiculaire à la direction de l'écoulement [58].

Lorsque la source de champ est située sur la paroi ne comportant pas de thermocouples, l'amélioration du  $h$  est minimale. Les auteurs indiquent que les améliorations locales observées sont proportionnelles au débit du fluide et à l'intensité du champ magnétique. Ils expliquent que les intensifications, dans le cas d'un champ uniforme (cas 1), seraient dues, d'une part, à la création d'agrégats (chaînes) responsables de l'augmentation de la conductivité thermique (réduction de la résistance thermique du fluide) et, d'autre part, ces chaînes de particules agiraient comme des perturbateurs locaux (surface rugueuse) permettant ainsi un meilleur transfert d'énergie. L'hypothèse de la déformation du profil de vitesse n'est évoquée que partiellement. Enfin, dans le cas d'un gradient de champ magnétique, les particules migrent vers la zone de fort champ provoquant ainsi un déséquilibre dans la distribution des particules. Cet effet d'accumulation augmente l'énergie d'interaction dipôle-dipôle entre particules et contribue à la formation de chaînes responsables de l'augmentation du coefficient  $h$ .

*Étude de Goharkhah et al [59] :*

La mesure du coefficient d'échange convectif sous champ magnétique est faite avec une paroi à flux imposé. Le ferrofluide s'écoule dans tube de diamètre intérieur 9,8 mm et de longueur 238 cm. Le champ magnétique est généré par quatre électroaimants disposés en quinconce et

séparés de 30 mm. La direction du champ magnétique ne possède pas de direction privilégiée. En effet, les lignes de champ se refermant dans l'électro-aimant forment simultanément deux directions : parallèle et perpendiculaire au sens d'écoulement (cf. Figure 2.26). De plus, l'uniformité du champ magnétique n'est pas assurée dans la section de tests, le ferrofluide subit donc un gradient.

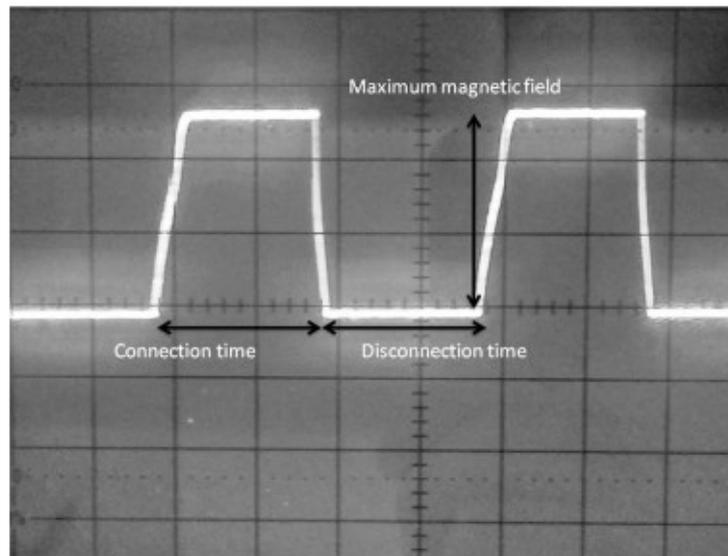
Les résultats sous champ magnétique statique montrent une amélioration moyenne du coefficient  $h$  de plus 18% par rapport au cas sans champ. L'hypothèse émise sur l'amélioration du coefficient  $h$ , est liée à l'accumulation des particules vers les zones de fort champ ayant pour conséquence la formation de chaînes de particules et ainsi l'augmentation de la conductivité thermique. Les auteurs supposent que les chaînes formées provoquent une perturbation de l'écoulement et créent une turbulence locale origine de l'amélioration de  $h$ .

### 2.6.2.2. Cas d'un champ non statique (instationnaire)

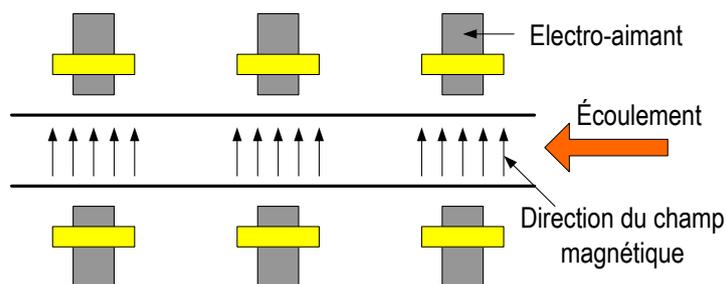
Les études menées par [56] et [59] avec un champ instationnaire montrent une meilleure amélioration du coefficient d'échange par rapport au champ statique. D'un point de vue expérimental, hormis la différence existante au niveau de la section de tests (cf descriptions ci-dessus), la différence principale réside dans la nature du champ magnétique appliqué aux ferrofluides. Pour expliquer cela, nous présentons sur la Figure 2.24 un chronogramme du courant induisant la génération du champ instationnaire [56]. Ce dernier est produit par plusieurs électroaimants alimentés (périodiquement chaque 20 ms) par un courant continu. Le champ magnétique ainsi créé par chaque électroaimant est orienté dans la même direction (cf. Figure 2.25) perpendiculairement au sens de l'écoulement.

Dans l'étude de Goharkhah et al [59] les électroaimants sont aussi alimentés par un courant continu qui est transformé en courant pulsé pour obtenir un champ instationnaire (démarche similaire à l'étude de Ghofrani et al [56]). Toutefois, la direction du champ magnétique produite par chaque électroaimant est différente comme illustré sur la Figure 2.26.

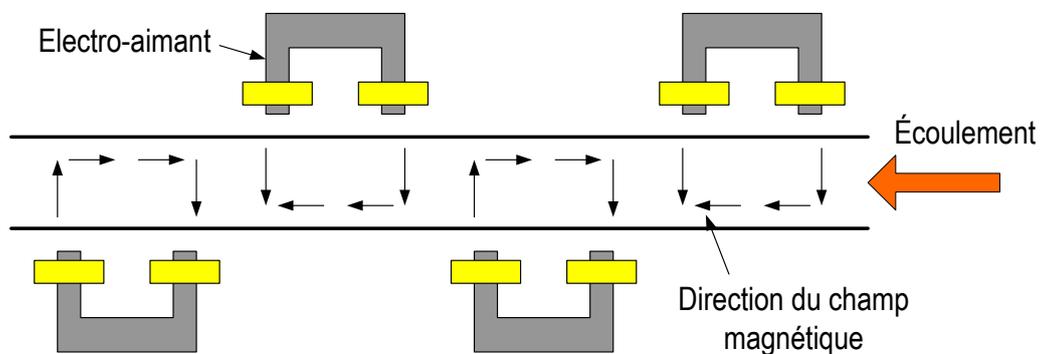
Les résultats obtenus par [59] montrent une amélioration du coefficient d'échange convectif de plus de 12% par rapport au champ stationnaire (Figure 2.27). Cette amélioration est plus remarquée dans la zone d'établissement thermique (couche limite complètement développée). D'autre part, la Figure 2.28 montre une amélioration de 4 à 8% par rapport au cas avec champ statique pour l'autre étude. Dans les deux cas, on remarque que, plus la fréquence est élevée, plus l'amélioration est grande. [56] explique que la raison de l'intensification est liée à la migration des particules vers la zone de fort champ. Cette accumulation provoque un effet double : l'augmentation de la conductivité thermique et la perturbation de la couche limite. La combinaison de ces deux aspects améliore le coefficient  $h$ . C'est la même hypothèse qu'utilise [59] afin d'expliquer cette amélioration. Il mentionne que, lorsque le champ magnétique est activé, les particules migrent et échangent avec la paroi chaude. Quand le champ est coupé, les particules retrouvent leur dispersion d'origine et échangent la chaleur captée avec les molécules du fluide. Ainsi, au bout de  $n$ -cycles, la couche limite thermique est perturbée engendrant alors une amélioration du  $h$ .



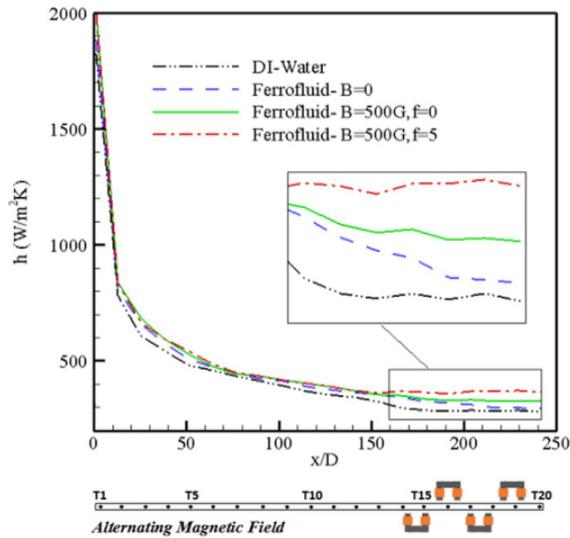
**Figure 2.24.** Chronogramme du courant injecté dans une bobine d'excitation pour la création d'un champ magnétique instationnaire. La bobine est excitée chaque 20 ms. La valeur maximale d'induction obtenue est de 20 mT [56].



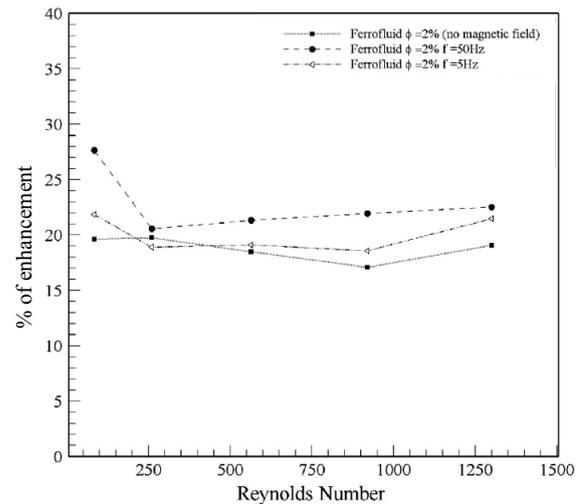
**Figure 2.25.** Direction du champ magnétique instationnaire et positionnement des électroaimants [56].



**Figure 2.26.** Direction du champ magnétique (non statique et non uniforme) par rapport à l'écoulement [59].



**Figure 2.27.** Évolution du coefficient de convection local en fonction d'un champ instationnaire et champ statique pour un ferrofluide avec une fraction volumique de 2% et un  $Re=600$  [59].



**Figure 2.28.** Comparaison entre l'effet du champ magnétique instationnaire et le champ stationnaire sur le pourcentage d'amélioration du coefficient de convection par rapport à son fluide de base [56].

### 2.6.2.3. Bilan et positionnement

Nous avons vu les divergences existantes dans la littérature sur les résultats et les explications liées à l'amélioration du coefficient de convection sous champ magnétique. Ces différences peuvent être liées à plusieurs approches : nature du fluide utilisé, application du champ magnétique et son homogénéité, conditions expérimentales, ... Par conséquent, de nombreuses théories émergent et ne peuvent pas être généralisées.

La théorie la plus commune à tous les auteurs à l'exception de Motozawa, stipule que le coefficient de convection sous champ magnétique est amélioré grâce à l'augmentation de la conductivité thermique. Toutefois, il est bien clair, d'après les résultats vu précédemment, que la conductivité thermique est améliorée dans le cas statique (sans écoulement de fluide). Dans le cas dynamique aucune étude n'a été réalisée. D'un point de vue expérimental, il est très difficile de mesurer la conductivité thermique en régime dynamique. Néanmoins, vu que l'amélioration de la conductivité est due aux chaînes de particules, il est donc possible de procéder à une caractérisation du coefficient  $h$  en fonction de l'orientation des chaînes de particules. Nous reparlerons de cet aspect dans le chapitre 3.

Le ferrofluide utilisé dans l'étude de Azizian semble être le plus intéressant que les autres ferrofluides dans une optique d'intensification des transferts de chaleur. En effet, avec une fraction volumique de 0,86%, l'amélioration du  $h$  peut atteindre les 300% avec une augmentation de la perte de charge sous champ magnétique de seulement 7,2% par rapport au cas sans champ. L'augmentation de la fraction volumique permet d'augmenter la conductivité thermique des ferrofluides. Avec une fraction volumique de 0,86%, l'augmentation de la conductivité thermique est sans doute très faible voire négligeable. Mais si on regarde la dispersion en taille des particules, on constate qu'elle varie entre 40 et 100 nm. Par

conséquent, le comportement des particules est sûrement ferromagnétique. Ce dernier va donc favoriser la formation d'agrégats. Il convient alors de vérifier expérimentalement l'intérêt d'augmenter la fraction volumique ou le diamètre des particules sur les performances thermo-hydrauliques des ferrofluides.

Par ailleurs, l'uniformité du champ magnétique est un paramètre très important à considérer. Les études précédentes ont été réalisées avec des champs statiques non uniformes présentant des gradients au sein du ferrofluide. L'étude de Azizian montre les deux cas : champ uniforme et gradient de champ. Cependant, vu leurs sources de champ magnétique, il est plus que probable que la situation sous gradient soit omniprésente dans tous leurs essais. Ainsi, il est donc intéressant de se démarquer par une étude avec un champ uniforme confrontée à un gradient de champ. Notons aussi que dans le cas d'un champ instationnaire, l'auteur de l'étude [59] n'a pas pris en considération le changement de la direction du champ magnétique d'un électroaimant à un autre. En effet, si on se base sur les études rhéologiques décrites précédemment, nous comprenons que le renversement de la direction du champ provoquerait la rotation du moment magnétique de la particule ferromagnétique. Dans ce cas de figure, la viscosité peut être fortement diminuée. Cela engendre alors une diminution des pertes de charges dans le canal.

L'étude effectuée par Motozawa a bien précisé que l'intensification est liée aux modifications du profil de vitesse. Toutefois, la technique utilisée (UVD) est considérée comme une mesure intrusive. Son principe consiste à rajouter des particules de plus gros diamètre dans le ferrofluides. Cette mise en œuvre peut donc provoquer une perturbation du profil de vitesse initial lié aux particules magnétiques. Cependant, elle demeure une des théories les plus probantes sur l'intensification du coefficient  $h$  sous champ et concorde avec les observations faite par [60] [61].

## 2.7. Conclusion

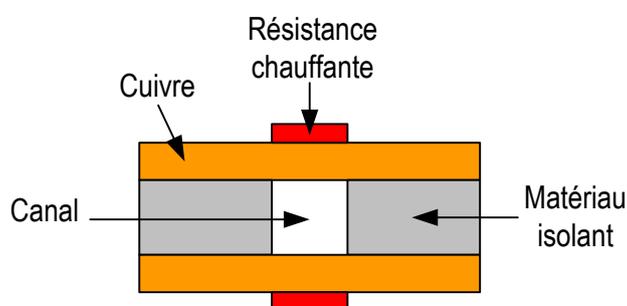
A travers ce chapitre décrivant la bibliographie des ferrofluides, nous pouvons définir les travaux de recherche que nous allons accomplir et leurs particularités vis-à-vis de ceux déjà réalisés. En effet, nous avons vu que les études menées sur le coefficient d'échange convectif ont été réalisés dans les conditions suivantes :

- champ magnétique statique ou non statique (uniforme ou non uniforme) appliqué perpendiculairement au sens de l'écoulement,
- faible intensité du champ magnétique appliqué,
- géométries de tests majoritairement cylindriques,
- régime d'écoulement essentiellement laminaire.

De plus, les théories sur l'amélioration du coefficient  $h$  sont expliquées pour la majorité des auteurs par une amélioration de la conductivité thermique. Comme nous l'avons vu, cette dernière grandeur est améliorée grâce aux chaînes de particules qui se forment sous l'influence d'un champ magnétique.

Grâce aux travaux menés sur la conductivité thermique et le coefficient de convection, nous avons mis en place une géométrie pour la mesure du coefficient  $h$ . Cette géométrie est carrée et permet d'imposer un flux de chaleur sur deux faces, les deux autres faces étant isolées (cf. Figure 2.29). Le but de cette démarche est de pouvoir appliquer un champ magnétique parallèle et perpendiculaire au flux de chaleur (cela n'avait pas de sens pour les auteurs précédents car leurs géométries étaient cylindriques). Nous pourrions donc vérifier la théorie liée à la conductivité thermique. De plus, l'influence du champ magnétique sur les régimes d'écoulements (laminaire et turbulent) et sur les zones d'établissement thermique sera une des pistes de nos travaux sur le coefficient  $h$ . Le ferrofluide sera soumis à deux types de champ magnétique : statique uniforme et statique non uniforme (gradient) appliqué perpendiculairement à la direction de l'écoulement. Cela permettra donc une confrontation et une validation de l'influence de ce type de champ sur le coefficient  $h$ . Notons que l'étude du coefficient  $h$  des ferrofluides sera consolidée par une étude de conductivité thermique. Pour cela, nous présenterons un dispositif expérimental de mesures permettant de vérifier la variation de la conductivité en fonction de la direction du champ magnétique.

Par ailleurs, les études rhéologiques sur les ferrofluides issues de la littérature ont été réalisées parallèlement et perpendiculairement au sens de l'écoulement. Toutefois, l'intensité du champ magnétique appliqué demeure faible. Or, nous avons vu que l'augmentation du champ magnétique permettait une élévation de la conductivité thermique, du coefficient  $h$  et de la viscosité. Ainsi, nous présenterons un système de mesure de la viscosité sous champ magnétique statique et uniforme allant jusqu'à 1T. Ce système sera l'objet de la première partie du chapitre 3.



**Figure 2.29.** Géométrie utilisée pour la mesure du coefficient de convection (la description détaillée sera donnée dans le chapitre 3).

## Références

- [1] H. Sleiman, « Systèmes de suspension semi-active à base de fluide magnétorhéologique pour l'automobile », Thèse de Doctorat, Arts et Métiers ParisTech, 2010.
- [2] J. Lozada, M. Hafez, et X. Boutillon, « Les fluides magnéto-rhéologiques en tant que frein haptique : application au rendu de toucher de piano », *Matér. Tech.*, vol. 97, n° 1, p. 75-80, 2009.
- [3] S. W. Charles, « The Preparation of Magnetic Fluids », in *Ferrofluids*, S. Odenbach, Éd. Springer Berlin Heidelberg, 2002, p. 3-18.
- [4] S. Odenbach, Éd., *Ferrofluids - Magnetically Controllable Fluids and Their Applications*, vol. 594. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2002.
- [5] F. Gordaninejad, O. A. Graeve, et A. Fuchs, « Electrorheological Fluids and Magnetorheological Suspensions », *Proceedings of the 10th International Conference on Ermr 2006. World Scientific Publishing Company*, 2006.
- [6] B. M. Kavlicoglu, F. Gordaninejad, C. A. Evrensel, N. Cobanoglu, Y. Liu, A. Fuchs, et G. Korol, « High-torque magnetorheological fluid clutch », in *Smart Structures and Materials : Damping and Isolation*, San Diego, 2002, vol. 4697, p. 393-400.
- [7] R. E. Rosensweig, *Ferrohydrodynamics*. Cambridge University Press, 1997.
- [8] J. N. Israelachvili, « 6 - Van der Waals Forces », in *Intermolecular and Surface Forces (Third Edition)*, J. N. Israelachvili, Éd. San Diego: Academic Press, 2011, p. 107-132.
- [9] S. Odenbach, *Magnetoviscous effects in ferrofluids*. Berlin: Springer, 2002.
- [10] L. Shen, A. Stachowiak, S.-E. K. Fateen, P. E. Laibinis, et T. A. Hatton, « Structure of Alkanoic Acid Stabilized Magnetic Fluids. A Small-Angle Neutron and Light Scattering Analysis », *Langmuir*, vol. 17, n° 2, p. 288-299, 2000.
- [11] R. Massart, J. C. Bacri, et R. Perzynski, « Liquides magnétiques ou ferrofluides », *Tech. Ing.*, p. 1-10, 1995.
- [12] D. Dufeu, E. Eyraud, et P. Lethuillier, « An efficient 8 T extraction vector magnetometer with sample rotation for routine operation », *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 71, n° 2, p. 458-461, févr. 2000.
- [13] R. E. Rosensweig, « Magnetic Fluids », *Annu. Rev. Fluid Mech.*, vol. 19, n° 1, p. 437-461, 1987.
- [14] M. Petit, Y. Avenas, A. Kedous-Lebouc, W. Cherief, et E. Rullière, « Experimental study of a static system based on a magneto-thermal coupling in ferrofluids », *Int. J. Refrig.*, vol. 37, p. 201-208, janv. 2014.
- [15] W. F. Brown, « Thermal Fluctuations of a Single Domain Particle », *J. Appl. Phys.*, vol. 34, n° 4, p. 1319-1320, avr. 1963.
- [16] A. Aharoni, « Relaxation Time of Superparamagnetic Particles with Cubic Anisotropy », *Phys. Rev. B*, vol. 7, n° 3, p. 1103-1107, févr. 1973.
- [17] E. Blums, A. Cebers, et M. M. Maiorov, *Magnetic Fluids*. Walter de Gruyter, 1997.
- [18] L. M. Pop et S. Odenbach, « Investigation of the microscopic reason for the magnetoviscous effect in ferrofluids studied by small angle neutron scattering », *J. Phys. Condens. Matter*, vol. 18, n° 38, p. S2785-S2802, sept. 2006.
- [19] Z. Wang et C. Holm, « Structure and magnetic properties of polydisperse ferrofluids: A molecular dynamics study », *Phys. Rev. E*, vol. 68, n° 4, p. 041401, oct. 2003.
- [20] R. Rosman, J. J. M. Janssen, et M. T. Rekveldt, « Interparticle correlations in Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ferrofluids, studied by the small-angle neutron scattering technique », *J. Appl. Phys.*, vol. 67, n° 6, p. 3072-3080, mars 1990.
- [21] P. C. Jordan, « Association phenomena in a ferromagnetic colloid », *Mol. Phys.*, vol. 25, n° 4, p. 961-973, avr. 1973.

- [22] C. F. Hayes, « Observation of association in a ferromagnetic colloid », *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 52, n° 2, p. 239-243, août 1975.
- [23] E. V. Timofeeva, J. L. Routbort, et D. Singh, « Particle shape effects on thermophysical properties of alumina nanofluids », *J. Appl. Phys.*, vol. 106, n° 1, p. 014304, juill. 2009.
- [24] J. C. Bacri, V. Cabuil, et R. Perzynski, « Colloidal Stability and Transport Properties of Ferrofluids », *Braz. J. Phys.*, vol. 25, n° 2, 1995.
- [25] R. Prasher, D. Song, J. Wang, et P. Phelan, « Measurements of nanofluid viscosity and its implications for thermal applications », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 89, n° 13, p. 133108, sept. 2006.
- [26] J. Chevalier, O. Tillement, et F. Ayela, « Structure and rheology of SiO<sub>2</sub> nanoparticle suspensions under very high shear rates », *Phys. Rev. E*, vol. 80, n° 5, p. 051403, nov. 2009.
- [27] P. Garg, J. L. Alvarado, C. Marsh, T. A. Carlson, D. A. Kessler, et K. Annamalai, « An experimental study on the effect of ultrasonication on viscosity and heat transfer performance of multi-wall carbon nanotube-based aqueous nanofluids », *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 52, n° 21-22, p. 5090-5101, oct. 2009.
- [28] S. K. Das, N. Putra, et W. Roetzel, « Pool boiling characteristics of nano-fluids », *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 46, n° 5, p. 851-862, 2003.
- [29] K. Kwak et C. Kim, « Viscosity and thermal conductivity of copper oxide nanofluid dispersed in ethylene glycol », *Korea-Aust. Rheol. J.*, vol. 17, n° 2, p. 35-40, 2005.
- [30] Y. He, Y. Jin, H. Chen, Y. Ding, D. Cang, et H. Lu, « Heat transfer and flow behaviour of aqueous suspensions of TiO<sub>2</sub> nanoparticles (nanofluids) flowing upward through a vertical pipe », *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 50, n° 11-12, p. 2272-2281, juin 2007.
- [31] M. Petit, « Contribution à l'étude des systèmes de refroidissement basés sur le couplage magnétothermique dans les ferrofluides à faible température de Curie : mise en place d'outils de caractérisation et de modélisation », Thèse de Doctorat, Institut Polytechnique de Grenoble, 2012.
- [32] E. Ghasemi, A. Mirhabibi, et M. Edrissi, « Synthesis and rheological properties of an iron oxide ferrofluid », *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 320, n° 21, p. 2635-2639, nov. 2008.
- [33] L. Vékás, D. Bica, D. Gheorghe, I. Potencz, et M. Raşa, « Concentration and composition dependence of the rheological behaviour of some magnetic fluids », *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 201, n° 1-3, p. 159-162, juill. 1999.
- [34] J. C. Bacri, V. Cabuil, et R. Perzynski, « Colloidal Stability and Transport Properties of Ferrofluids », *Braz. J. Phys.*, vol. 25, n° 2, 1995.
- [35] C. C. Ekwebelam et H. See, « Determining the flow curves for an inverse ferrofluid », *Korea-Aust. Rheol. J.*, vol. 20, n° 1, p. 35-42, 2008.
- [36] M. I. Shliomis, « Effective Viscosity of Magnetic Suspensions », *Sov. J. Exp. Theor. Phys.*, vol. 34, p. 1291, 1972.
- [37] R. E. Rosensweig, R. Kaiser, et G. Miskolczy, « Viscosity of magnetic fluid in a magnetic field », *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 29, n° 4, p. 680-686, avr. 1969.
- [38] S. Odenbach et H. Störk, « Shear dependence of field-induced contributions to the viscosity of magnetic fluids at low shear rates », *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 183, n° 1-2, p. 188-194, mars 1998.
- [39] P. D. Shima, « Synthesis, characterization, thermal and rheological studies in Nanofluids », Thesis, Homi Bhabha National Institute, 2012.
- [40] J. P. McTague, « Magnetoviscosity of Magnetic Colloids », *J. Chem. Phys.*, vol. 51, n° 1, p. 133-136, juill. 1969.

- [41] M. I. Shliomis et K. I. Morozov, « Negative viscosity of ferrofluid under alternating magnetic field », *Phys. Fluids*, vol. 6, n° 8, p. 2855, 1994.
- [42] J.-C. Bacri, R. Perzynski, M. I. Shliomis, et G. I. Burde, « “Negative-viscosity” effect in a magnetic fluid », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 75, n° 11, p. 2128, 1995.
- [43] A. Zeuner, R. Richter, et I. Rehberg, « Experiments on negative and positive magnetoviscosity in an alternating magnetic field », *Phys. Rev. E*, vol. 58, n° 5, p. 6287-6293, nov. 1998.
- [44] I. Nkurikiyimfura, Y. Wang, et Z. Pan, « Heat transfer enhancement by magnetic nanofluids—A review », *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 21, p. 548-561, mai 2013.
- [45] M. Alsaady, R. Fu, B. Li, R. Boukhanouf, et Y. Yan, « Thermo-physical properties and thermo-magnetic convection of ferrofluid », *Appl. Therm. Eng.*
- [46] S. P. Jang et S. U. S. Choi, « Role of Brownian motion in the enhanced thermal conductivity of nanofluids », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 84, n° 21, p. 4316-4318, mai 2004.
- [47] R. Prasher, P. Bhattacharya, et P. E. Phelan, « Thermal Conductivity of Nanoscale Colloidal Solutions (Nanofluids) », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 94, n° 2, p. 025901, janv. 2005.
- [48] J. Eapen, W. C. Williams, J. Buongiorno, L. Hu, S. Yip, R. Rusconi, et R. Piazza, « Mean-Field Versus Microconvection Effects in Nanofluid Thermal Conduction », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 99, n° 9, p. 095901, août 2007.
- [49] P. D. Shima, J. Philip, et B. Raj, « Magnetically controllable nanofluid with tunable thermal conductivity and viscosity », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 95, n° 13, p. 133112, 2009.
- [50] A. Gavili, F. Zabihi, T. D. Isfahani, et J. Sabbaghzadeh, « The thermal conductivity of water base ferrofluids under magnetic field », *Exp. Therm. Fluid Sci.*, vol. 41, p. 94-98, sept. 2012.
- [51] P. D. Shima et J. Philip, « Tuning of Thermal Conductivity and Rheology of Nanofluids Using an External Stimulus », *J. Phys. Chem. C*, vol. 115, n° 41, p. 20097-20104, oct. 2011.
- [52] J. Philip, P. D. Shima, et B. Raj, « Evidence for enhanced thermal conduction through percolating structures in nanofluids », *Nanotechnology*, vol. 19, n° 30, p. 305706, juill. 2008.
- [53] J. Philip, P. D. Shima, et B. Raj, « Enhancement of thermal conductivity in magnetite based nanofluid due to chainlike structures », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 91, n° 20, p. 203108, 2007.
- [54] Q. Li, Y. Xuan, et J. Wang, « Experimental investigations on transport properties of magnetic fluids », *Exp. Therm. Fluid Sci.*, vol. 30, n° 2, p. 109-116, nov. 2005.
- [55] M. Lajvardi, J. Moghimi-Rad, I. Hadi, A. Gavili, T. Dallali Isfahani, F. Zabihi, et J. Sabbaghzadeh, « Experimental investigation for enhanced ferrofluid heat transfer under magnetic field effect », *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 322, n° 21, p. 3508-3513, nov. 2010.
- [56] A. Ghofrani, M. H. Dibaei, A. Hakim Sima, et M. B. Shafii, « Experimental investigation on laminar forced convection heat transfer of ferrofluids under an alternating magnetic field », *Exp. Therm. Fluid Sci.*, vol. 49, p. 193-200, sept. 2013.
- [57] M. Motozawa, T. Sekine, T. Sawada, et Y. Kawaguchi, « Variation of forced convective heat transfer in rectangular duct flow of a magnetic fluid under magnetic field », *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 412, n° 1, p. 012025, févr. 2013.
- [58] R. Azizian, E. Doroodchi, T. McKrell, J. Buongiorno, L. W. Hu, et B. Moghtaderi, « Effect of magnetic field on laminar convective heat transfer of magnetite nanofluids », *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 68, p. 94-109, janv. 2014.
- [59] M. Goharkhah, A. Salarian, M. Ashjaee, et M. Shahabadi, « Convective heat transfer characteristics of magnetite nanofluid under the influence of constant and alternating magnetic field », *Powder Technol.*, vol. 274, p. 258-267, avr. 2015.

- [60] A. Malvandi et D. D. Ganji, « Magnetic field effect on nanoparticles migration and heat transfer of water/alumina nanofluid in a channel », *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 362, p. 172-179, août 2014.
- [61] H. Kikura, J. Matsushita, N. Kakuta, M. Aritomi, et Y. Kobayashi, « Cluster formation of ferromagnetic nano-particles in micro-capillary flow », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 181, n° 1, p. 93–98, 2007.

3.1.	Introduction .....	70
3.2.	Dispositif de mesures de la viscosité sous champ magnétique .....	70
3.2.1.	Technologies existantes pour la mesure de la viscosité .....	70
3.2.2.	Éléments imposant le design de la structure de mesure de la viscosité des ferrofluides sous champ magnétique .....	73
3.2.3.	Conception de la structure de mesures de la viscosité sous champ .....	75
3.2.4.	Circuit magnétique.....	75
3.2.5.	Système de thermalisation.....	84
3.2.6.	Outil de rhéométrie .....	86
3.2.7.	Difficultés liées à la réalisation des pièces mécaniques.....	88
3.2.8.	Modifications apportées au dispositif de mesures de viscosité sous champ .....	90
3.2.9.	Validation du nouvel outil de rhéométrie.....	92
3.2.10.	Tests sous champ magnétique .....	93
3.2.11.	Conclusion sur la partie rhéologique.....	97
3.3.	Dispositif de mesure de la conductivité thermique sous champ magnétique.....	98
3.3.1.	Objectif.....	98
3.3.2.	Description de la technologie choisie pour la mesure de la conductivité thermique... ..	98
3.3.3.	Dispositif expérimental.....	99
3.3.4.	Etalonnage et validation du banc de mesure de la conductivité thermique .....	100
3.3.5.	Mesure de la conductivité thermique des ferrofluides sous champ .....	104
3.3.6.	Conclusion partielle .....	108
3.4.	Dispositif de mesure du coefficient d'échange convectif sous champ magnétique .....	108
3.4.1.	Motivations et contraintes .....	108
3.4.2.	Dimensionnement de la section d'essais.....	109
3.4.3.	Réalisation mécanique de la section d'essais .....	112
3.4.4.	Boucle thermohydraulique .....	113
3.4.5.	Équipements métrologiques de la boucle.....	113
3.4.6.	Méthodologie de calcul du coefficient d'échange convectif h et des pertes de charges.. ..	118
3.4.7.	Spécificités de la boucle thermohydraulique.....	120

3.4.8. Étude et dimensionnement d'une source de champ magnétique adaptée à la section d'essais ..... 122

3.5. Conclusion..... 125

### 3.1. Introduction

Dans les deux premiers chapitres, nous nous sommes intéressés aux techniques de refroidissement et aux moyens d'augmenter leur efficacité par le biais des nanofluides magnétiques. Ces derniers peuvent-être de bons candidats pour remplacer les fluides caloporteurs classiques. Nous avons, à travers l'état de l'art du chapitre 2, montré le potentiel que recèlent de tels fluides. Ainsi, leurs utilisations dans les systèmes de refroidissement nécessitent la connaissance de leurs propriétés thermo-physiques ainsi que de leur comportement thermo-hydraulique. À l'instar du coefficient d'échange convectif, la conductivité thermique et la viscosité (i.e comportement rhéologique) doivent être déterminées expérimentalement et sous champ magnétique. Ce chapitre est dédié à la présentation des moyens expérimentaux mis en place pour la détermination de ces paramètres sous champ magnétique.

Nous commencerons donc par présenter le dispositif expérimental de mesure de la viscosité des ferrofluides sous champ magnétique. Les contraintes et les obstacles liés à la mise en place d'un tel système seront évoqués et discutés. Dans un deuxième temps, nous présenterons la technique choisie pour mesurer la conductivité thermique. Nous expliciterons ainsi notre objectif et nos attentes dans cette démarche. Les résultats de mesure obtenus seront donnés dans ce chapitre. La dernière partie de ce chapitre sera consacrée au moyen utilisé pour mesurer le coefficient d'échange convectif ainsi que la perte de pression générée par le ferrofluide. La validation thermohydraulique du banc ainsi que les résultats de la campagne de mesure effectuée sur les ferrofluides feront l'objet du chapitre 4.

### 3.2. Dispositif de mesures de la viscosité sous champ magnétique

Comme nous l'avons cité dans le chapitre 2, les travaux sur la rhéologie des ferrofluides de notre équipe ont débuté avec la thèse de M. Petit [1]. Au commencement de ces travaux de thèse, la technologie de mesures de la viscosité et la source de champ avaient déjà été dimensionnées par M. Petit. Ainsi, un des objectifs était la réalisation d'un système de mesure de la viscosité en collaboration avec le Laboratoire Rhéologie et Procédés où une partie de la thèse s'est déroulée. Nous nous sommes ensuite focalisés sur la validation du dispositif et la campagne de tests sur différents ferrofluides.

Nous allons ici expliquer le cahier des charges qui a permis de choisir la technologie de mesure de viscosité et donner un descriptif du dispositif mis en place.

#### 3.2.1. Technologies existantes pour la mesure de la viscosité

Une étude rhéologique consiste à déterminer la relation existante entre la déformation et les contraintes auxquelles est soumis le fluide. Expérimentalement, cela se traduit par l'application d'une force ou d'un couple afin de générer une déformation ou un écoulement du fluide. Ainsi, le champ des déplacements ou des vitesses résultant dépend de l'intensité et de la répartition de ces forces. En faisant l'hypothèse de l'adhérence du fluide sur une paroi, nous pouvons expliquer

la naissance d'une déformation dans un fluide. Supposons, qu'un fluide est placé entre deux plans, l'un mobile (plan du haut) et l'autre fixe (plan du bas). Le plan mobile va exercer une force tangentielle répartie uniformément sur la partie haute. Ainsi, la direction des forces exercées sur le plan du bas sera opposée à celles du haut. Dans ce cas, la déformation du fluide est le résultat d'un glissement relatif entre des couches de fluide infinitésimales. Ce type de déformation est appelé cisaillement simple plan. Notons que la déformation du fluide s'effectue sans transfert de matière d'une couche à l'autre.

À partir de ce principe, nous pouvons introduire les notions de déformation, taux de cisaillement et de contrainte qui vont nous permettre de calculer la viscosité d'un fluide. Pour ne pas surcharger ce document avec des notions déjà connues, nous renvoyons le lecteur aux références [2] [3] pour les définitions de ces différentes grandeurs.

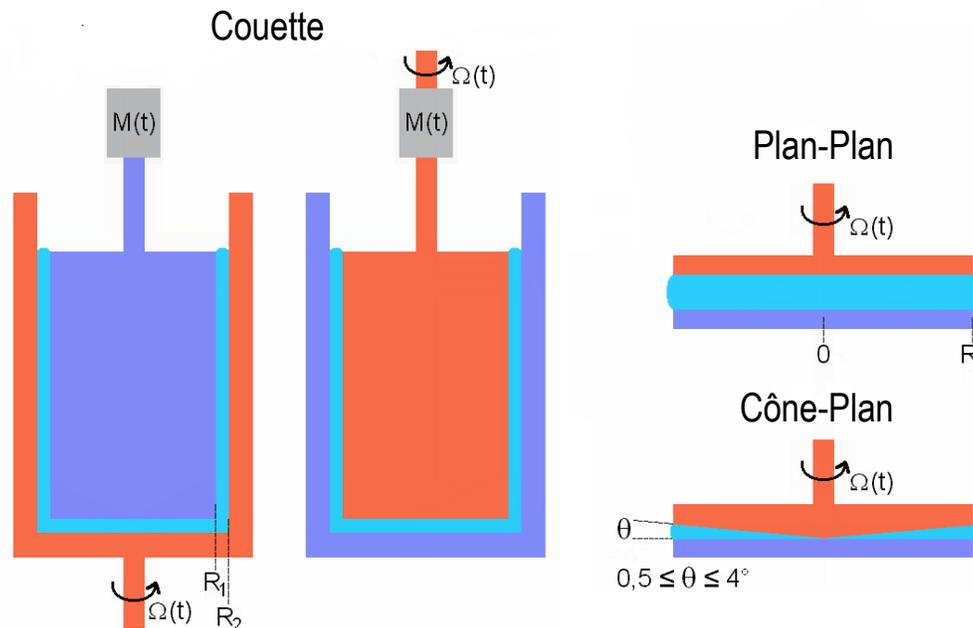
Il existe différentes technologies de mesure de la viscosité, les rhéomètres ou viscosimètres sont des appareils dédiés à ce type de mesure. Ils permettent de caractériser et de mettre en relation les propriétés rhéologiques des fluides, i.e le lien entre la contrainte et la déformation ou cisaillement. D'une manière générale, nous pouvons les classer en deux catégories principales : i) rhéomètres capillaires (écoulement de Poiseuille), ii) rhéomètres rotatifs (écoulement de Couette).

#### **3.2.1.1. Rhéomètres capillaires**

Le principe de fonctionnement de ces rhéomètres repose sur un écoulement de type Poiseuille dans un capillaire cylindrique. D'un point de vue expérimental, les rhéomètres capillaires sont simples à mettre en œuvre. Ils permettent d'accéder à de forts taux de cisaillement. Cependant, les essais sont longs avec de nombreux changements de capillaires, et les données doivent être corrigées en faisant des hypothèses sur le type de comportement du fluide. D'autre part, la température dans le capillaire est difficile à contrôler. A fort taux de cisaillement, des échauffements locaux peuvent apparaître et altérer la précision des mesures. Par ailleurs, au vu de leur géométrie, la rhéométrie capillaire demande des quantités importantes de fluide. Cette caractéristique a pour conséquence de limiter son utilisation dans le cas de volumes de fluides réduits. Enfin, pour notre application, la génération d'un champ magnétique dans un capillaire de gros diamètre va engendrer un système complexe surtout lorsque le champ est intense (forte induction). Compte tenu de ces éléments nous n'avons pas retenu ce principe de rhéométrie pour les mesures de viscosité sous champ magnétique.

#### **3.2.1.2. Rhéomètres rotatifs**

Ces rhéomètres consistent à soumettre le fluide testé à un écoulement de cisaillement simple entre deux plans parallèles ou deux cylindres coaxiaux. Les géométries de types Couette, plan-plan et cône-plan, représentées sur la Figure 3.1 sont les plus répandues.



**Figure 3.1.** Géométries de mesures de la viscosité par rhéométrie rotative.

### 3.2.1.3. Choix de la géométrie

Le choix d'une géométrie de mesures va dépendre de la nature des mesures à effectuer et des contraintes expérimentales (consistance du fluide, taux de cisaillement, volume de fluide...) auxquelles l'expérimentateur doit faire face. Nous présentons dans le Tableau 3.1 les principaux avantages et inconvénients de chaque géométrie.

	<b>Avantages</b>	<b>Inconvénients</b>
<b>Couette</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Fluides très faiblement visqueux.</li> <li>- Taux de cisaillement faible.</li> <li>- Fluide avec charge avec granulométrie élevée.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Volume de fluide important.</li> <li>- Peu adapté aux fluides visqueux.</li> <li>- Inertie du cylindre limite l'utilisation aux forts taux de cisaillement.</li> <li>- Inertie thermique.</li> <li>- Nettoyage et encombrement.</li> </ul>
<b>Plan-Plan</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Entrefèr réglable de 0,1 à 3mm.</li> <li>- Volume de fluide très faible.</li> <li>- Large gamme de taux de cisaillement.</li> <li>- Fluide chargé en particules (gap en fonction de la taille de particules).</li> <li>- Faible inertie thermique.</li> <li>- Peu encombrant et facilité de nettoyage.</li> <li>- Géométrie interchangeable en fonction de la gamme de viscosité.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Choix du gap doit être au minimum égale à 10 fois la taille des plus gros objets dans le fluide (continuité).</li> <li>- Taux de cisaillement non uniforme dans le fluide.</li> <li>- Correction nécessaire des résultats de mesures notamment avec des fluides non-newtonien.</li> <li>- Effets de bords qui peuvent altérer la précision des mesures.</li> </ul>
<b>Cône-Plan</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Contraintes et taux de cisaillement constants dans tout le volume de fluide.</li> <li>- Volume de fluide très faible.</li> <li>- Large gamme de taux de cisaillement.</li> <li>- Fluides à faible et à forte viscosité.</li> <li>- Faible inertie thermique et mécanique.</li> <li>- Peu encombrant et facilité de nettoyage.</li> <li>- Géométrie interchangeable en fonction de la gamme de viscosité.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Sensibilité à la position du cône (pointe fictive tangente au plan).</li> <li>- Peu adapté aux fluides chargés en particules de granulométrie de quelques centaines de micro à cause de la troncature).</li> <li>- Effets de bords.</li> </ul>

**Tableau 3.1.** Avantages et inconvénient des différentes géométries en rhéométrie rotative.

### 3.2.2. Éléments imposant le design de la structure de mesure de la viscosité des ferrofluides sous champ magnétique

Nous avons présenté dans la section précédente les principales techniques et géométries permettant la mesure de la viscosité des fluides. Dans notre cas, la mesure de la viscosité des ferrofluides doit être réalisée sous champ magnétique. La géométrie à choisir doit donc permettre l'ajout d'une source de champ magnétique. Cette contrainte complexifie évidemment la mise au point du dispositif de mesure. Nous allons donc présenter maintenant le cahier des charges qui a

permis le dimensionnement de la structure permettant la mesure de la viscosité d'un ferrofluide sous champ.

Le Laboratoire Rhéologie et Procédés a mis à notre disposition un rhéomètre de marque Haak Mars 3 pour la réalisation des mesures. Celui-ci peut fonctionner avec différentes géométries et possède une bonne précision de mesures. À partir de là, plusieurs contraintes de dimensionnement et de mises en œuvre peuvent apparaître : contraintes magnétiques, rhéologiques, thermiques et mécaniques.

### **3.2.2.1. Contraintes rhéologiques et thermiques**

Comme indiqué dans les chapitres 1 et 2, les ferrofluides testés dans nos travaux sont des produits commerciaux. Par conséquent, tous les bancs d'expérimentation que nous avons mis en place possèdent un point commun qui est de pouvoir fonctionner avec un volume de fluide réduit. Du point de vue de la rhéométrie, cette condition contribue fortement au choix de la géométrie. Concernant la gamme du taux de cisaillement, compte tenu des applications visées (pompe magnéto-thermique, convection forcée), nous avons retenu une gamme allant de 1 à 1000 s<sup>-1</sup>.

La dépendance de la viscosité vis-à-vis de la température conditionne l'intégration d'un système de thermalisation dans le Mars 3. Celui-ci doit assurer une gamme de température homogène dans le ferrofluide allant de 20 à 80°C.

### **3.2.2.2. Contraintes magnétiques**

Le Mars 3 doit être équipé d'un système qui génère un champ magnétique. Ce système doit permettre de moduler l'induction sur une gamme allant de 0 à 1 Tesla et générer un champ uniforme et stationnaire sur l'ensemble du ferrofluide testé. Les dimensions du système magnétique dépendent fortement de l'encombrement disponible sur le Mars 3. Par ailleurs, concernant la direction du champ magnétique, au vu des applications dans le domaine du refroidissement, les tests rhéologiques sont effectués avec un champ perpendiculaire au sens d'écoulement. Le cas parallèle ne sera pas abordé.

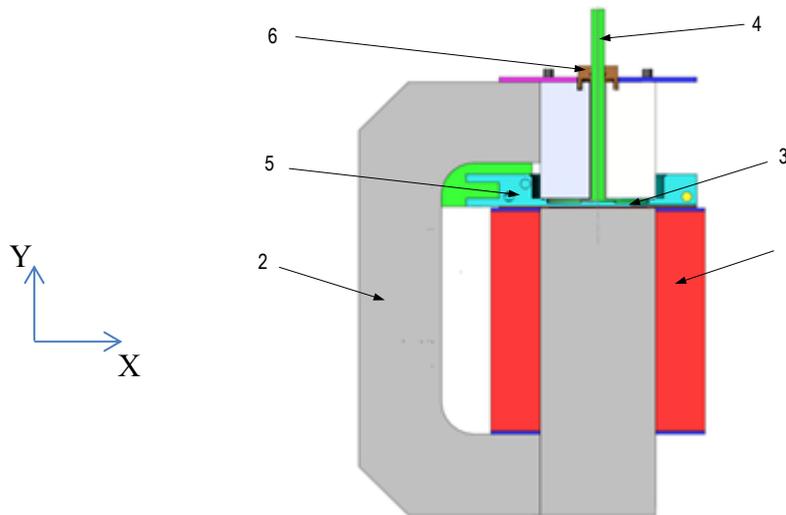
En tenant compte des contraintes thermiques et rhéologiques, on déduit que l'entrefer magnétique doit être assez conséquent (entre 5 et 10 mm) pour pouvoir accueillir la géométrie de tests et le système de thermalisation. Cela va donc avoir une conséquence directe sur le système magnétique.

Hormis les contraintes citées ci-dessus, nous rajoutons celles liées à la mécanique. En effet, les mesures rhéologiques nécessitent un parallélisme inférieur à 0,05 mm (par exemple entre l'outil et le plan de référence). De plus, la structure magnétique doit être manipulable à la main, une optimisation de sa masse est donc nécessaire. Enfin, notons que les mesures sur les ferrofluides doivent être effectuées dans un environnement étanche vis-à-vis du milieu extérieur afin de prévenir l'évaporation de l'échantillon, en particulier à température élevée.

### 3.2.3. Conception de la structure de mesures de la viscosité sous champ

En partant des contraintes mentionnées ci-dessus et après avoir étudié plusieurs sources de champ magnétique, les travaux de M. Petit ont aboutis au système magnétique représenté sur la Figure 3.2. Il est composé de :

- une bobine d'excitation (1) permettant la génération d'un champ magnétique allant jusqu'à 1 T,
- une structure en fer (2) composée de quatre parties amovibles et qui a pour rôle de canaliser et d'uniformiser les lignes de champ dans l'entrefer,
- un entrefer magnétique (3) de 7 mm qui permet l'insertion d'un système de thermalisation et de l'outillage de rhéométrie,
- un outil de rhéologie de géométrie cône-plan (4) de diamètre 60 mm choisie de manière à réduire le volume de fluide et permettant de mesurer des viscosités proches de celle de l'eau,
- un système de thermalisation (5) qui sert aussi de plan de référence au ferrofluide à tester, notons que le système de thermalisation de la Figure 3.2 n'est qu'un schéma de principe,
- un système anti-évaporation (6) composé de deux demi-cylindres fixés à la géométrie et d'un anneau muni d'un joint torique permettant d'isoler le fluide de l'extérieur.



**Figure 3.2.** Coupe de la structure magnétique pour la mesure de la viscosité des ferrofluides sous champ.

La description détaillée de chaque organe de la structure magnétique fera l'objet de la section suivante.

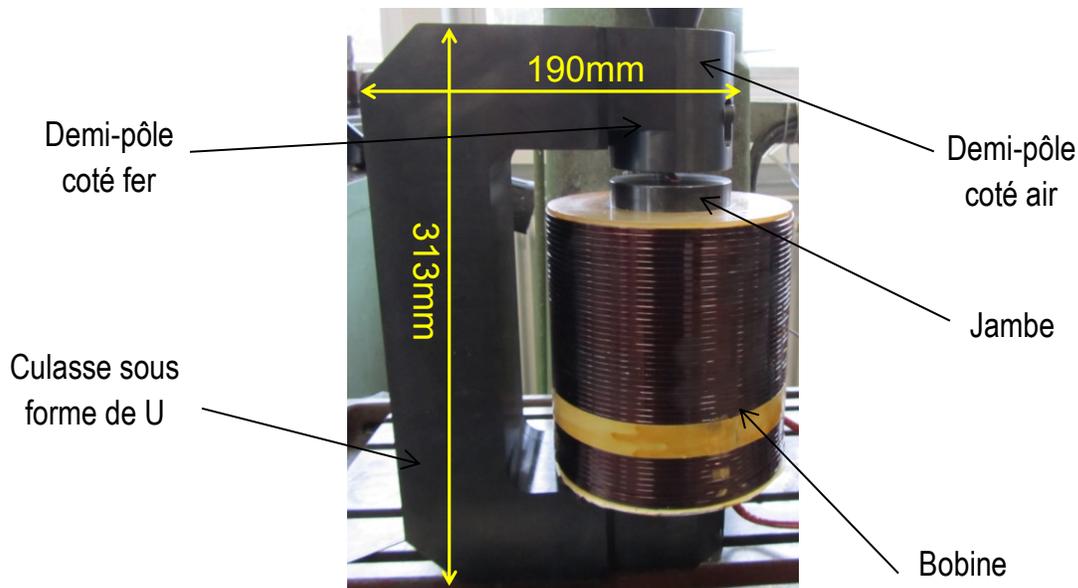
### 3.2.4. Circuit magnétique

Les principaux défis que nous nous sommes fixés dans la mesure de la viscosité sous champ magnétique des ferrofluides sont l'uniformité du champ sur toute la zone de mesure et la valeur

de l'induction devant atteindre 1 Tesla. Ces conditions traduisent bien la difficulté de dimensionnement de la structure précédente. En effet, l'espace dédié au passage de la tige de la géométrie (outil de rhéologie) a pour conséquence de perturber l'homogénéité du champ dans l'entrefer. Le paragraphe suivant présente la composition du circuit qui a été retenue.

La configuration géométrique du circuit magnétique a été définie pour atteindre les deux objectifs présentés ci-dessus. La réalisation du circuit magnétique était conditionnée par les résultats de calculs obtenus par M. Petit. Ainsi, nous avons établi le plan de chaque composant et cherché le fournisseur adéquat pour la sous-traitance. La structure obtenue est présentée sur la Figure 3.3. Celle-ci est composée de quatre parties en acier XC48. La première appelée jambe porte la bobine d'excitation. Lorsque le champ est créé, il est canalisé vers les demi-pôles supérieurs par une culasse en forme de U. Enfin, pour former l'entrefer et fermer le circuit, deux demi-pôles amovibles portant chacun un rayon de 35 mm sont connectés au U. Nous retenons alors ces deux terminologies, demi-pôle coté fer et demi-pôle coté air.

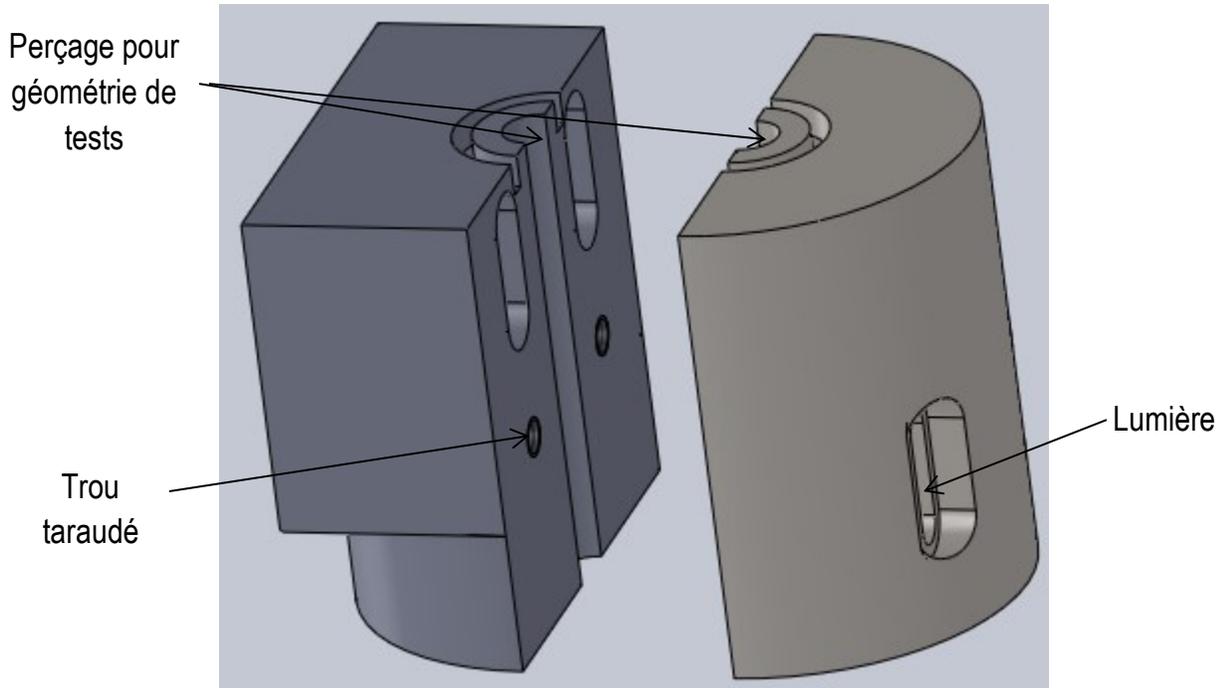
L'espace formé entre les demi-pôles et la jambe représente l'entrefer. Notons que le diamètre de la jambe et celui des deux demi-pôles sont égaux et valent 70 mm.



**Figure 3.3.** Cellule magnétique pour Mars 3.

Par ailleurs, plusieurs perçages sont réalisés sur les demi-pôles (cf. Figure 3.4). Le principal sert à faire passer la tige de la géométrie de tests, d'un diamètre de 10 mm. De plus, afin de gérer manuellement l'entrefer, deux lumières sont rajoutées dans chaque demi-pôle. Ces entrefers induisent une chute des performances magnétiques en termes de valeur de l'induction et de son homogénéité. Pour assurer ces deux conditions, une comparaison entre le résultat de caractérisation obtenu par simulation et expérimentalement a été effectuée.

Remarque : Compte tenu de l'importance des entrefers dans le circuit magnétique, nous avons opté pour le brunissage à chaud dans le but de protéger la structure métallique de la corrosion. Ce procédé n'engendre aucune surépaisseur et possède une longue durée de vie.



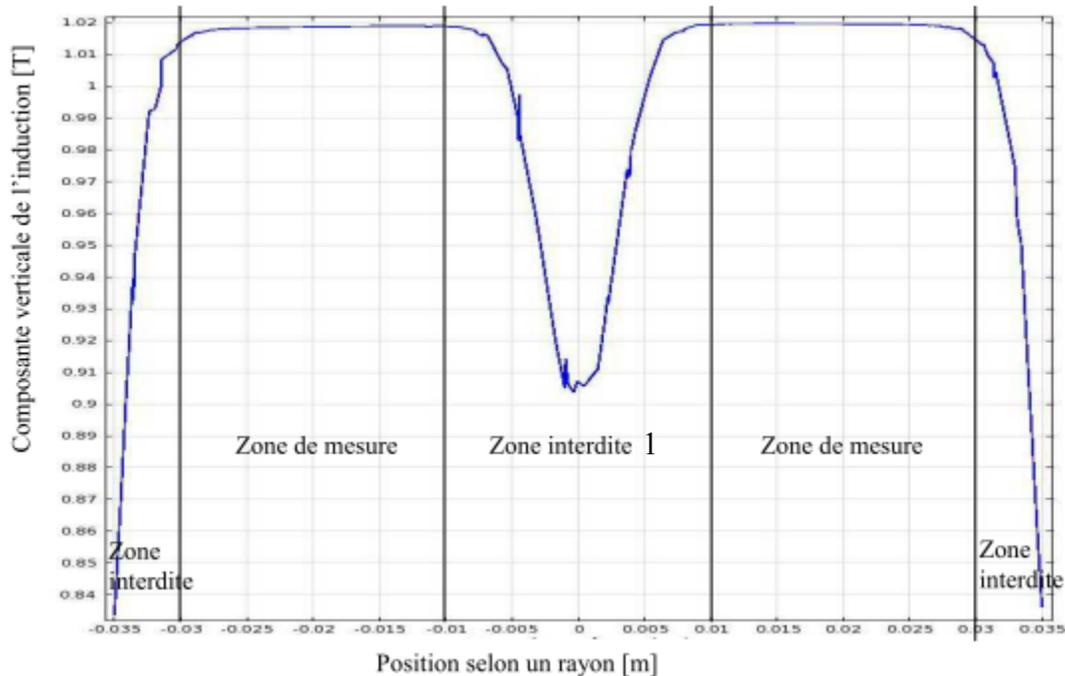
**Figure 3.4.** Perçages existants dans les demi-pôles.

### 3.2.4.1. Caractérisation du champ magnétique dans l'entrefer : confrontation des résultats numériques et expérimentaux

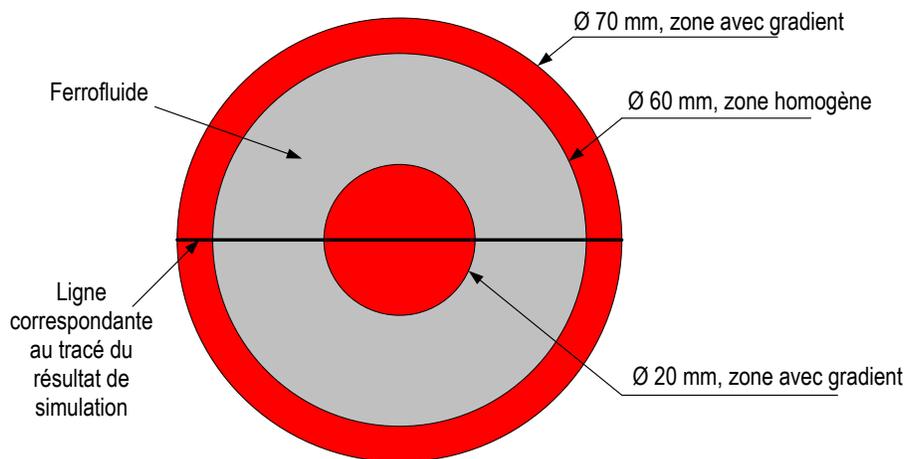
#### Approche numérique

La Figure 3.5 montre la variation de la composante  $y$  (selon l'axe des ordonnées de la Figure 3.2) de l'induction à mi-hauteur de l'entrefer (7 mm) pour un courant continu de 6 A injecté dans la bobine. Nous pouvons distinguer deux zones essentielles : la première assure l'homogénéité et la seconde présente un gradient d'induction. La zone interdite numéro 1 est le résultat de l'espace dédié à la tige de la géométrie de test. Cette zone a un rayon de 10 mm. Pour rappel le perçage réalisé dans les demi-pôles a un rayon de 5 mm. Ainsi la perturbation magnétique s'étend au double du rayon réalisé.

Par ailleurs, les deux zones interdites à l'extrémité du rayon présentent une distance de 5 mm dans laquelle le ferrofluide ne doit pas être placé. Les zones de localisation idéales du ferrofluide sont présentées sur la Figure 3.6.



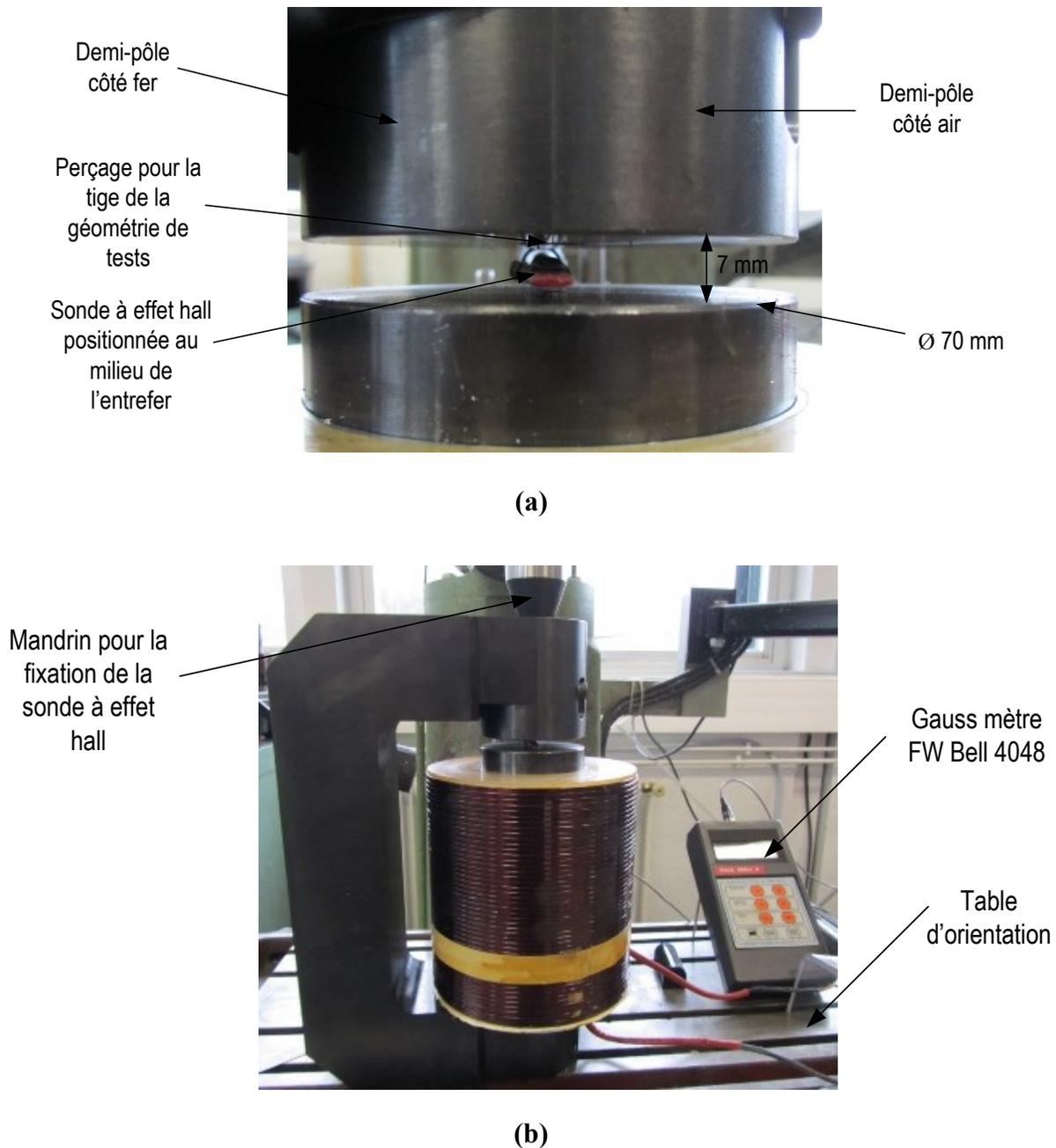
**Figure 3.5.** Composante verticale de l'induction en fonction du rayon obtenue par simulation numérique.



**Figure 3.6.** Positionnement idéal du ferrofluide dans l'entrefer magnétique.

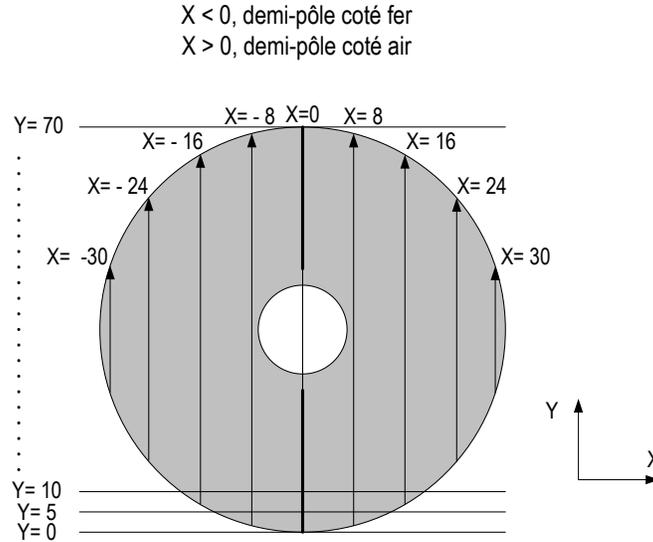
### Approche expérimentale

La caractérisation magnétique de l'entrefer consiste à mesurer l'induction par une sonde à effet Hall (type FW Bell 4048, précision  $\pm 2\%$ , résolution 0,01 mTesla). Cette dernière doit balayer le plan situé à mi-hauteur de l'entrefer sur un diamètre de 65 mm (cf. Figure 3.7.a). Pour avoir un balayage précis, nous nous sommes servis de la table d'orientation d'une fraiseuse afin de repérer la position de la sonde. Le dispositif de mesure est présenté sur la Figure 3.7.b).



**Figure 3.7.** Dispositif de caractérisation du champ dans l'entrefer.

Ainsi, nous avons établi une stratégie de balayage symétrique selon les coordonnées montrées sur la Figure 3.8. Le but de cette démarche est de comparer l'induction des deux zones, demi-pôle air et demi-pôle fer. Par ailleurs, nous remarquons que la zone de mesure correspond à un diamètre de 70 mm, supérieur à celui de l'outil de rhéométrie. L'objectif est de vérifier la valeur et l'homogénéité du champ magnétique dans la zone de mesure. De plus, la Figure 3.8 met en évidence la zone de perçage de l'outil qui est caractérisée par un diamètre de 10 mm.

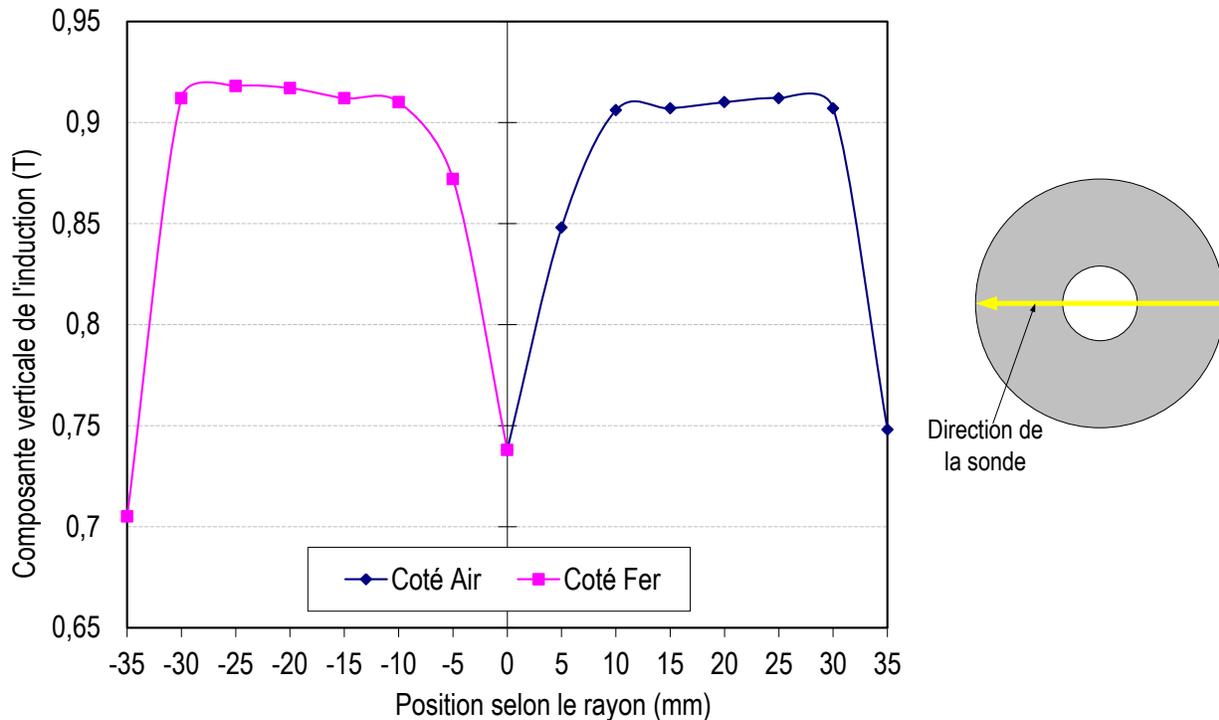


**Figure 3.8.** Coordonnées suivies pour la caractérisation de l'entrefer.

Après avoir positionné la sonde sur la position ( $x=0$ ,  $y=0$ ), nous avons effectué un test avec les mêmes paramètres que ceux utilisés pour obtenir la courbe de la Figure 3.5 (entrefer 7 mm et courant 6 A). Nous remarquons rapidement que la valeur d'induction atteinte est inférieure à 1 Tesla (cf. Figure 3.9). La différence observée par rapport aux résultats de simulation peut être liée aux propriétés magnétiques du matériau utilisé. En effet, le XC48 sature pour une valeur de 1,75 Tesla contrairement au XC10 dont la saturation est de 1,95 Tesla. Ostensiblement, nous pouvons aussi préciser que la section de passage du flux au niveau du demi-pôle coté fer a été réduite lors de la fabrication mécanique (erreur de fabrication). Cela contribue fortement à la saturation du matériau et explique la différence avec les résultats de simulation. De ce fait, nous avons alors cherché la nouvelle valeur de l'intensité qui permettait d'atteindre une induction de 1 Tesla. Pour ce faire, nous avons positionné la sonde à effet hall dans deux positions symétriques (coté fer et coté air) et avons fait varier le courant injecté dans la bobine de 1 à 9 A. Le résultat de cette manœuvre est donné sur la Figure 3.10. Cette dernière nous apprend que la valeur de 1 Tesla est atteinte sous 8 A et que le coude de saturation du circuit est amorcé à 4 A soit pour une induction de 0,75 Tesla dans l'entrefer. En effet, pour des valeurs supérieures à 4 A, la variation de l'induction en fonction du courant n'est plus linéaire et l'augmentation de l'induction va nécessiter une forte valeur de courant. A titre d'exemple, les 4 A injectés avant le coude de saturation ont permis de passer de 0 à 0,75 Tesla. En revanche, une fois que la saturation est amorcée, nous remarquons qu'il est nécessaire d'injecter 4 A supplémentaires pour avoir 0,25 Tesla d'augmentation et par conséquent atteindre 1 Tesla.

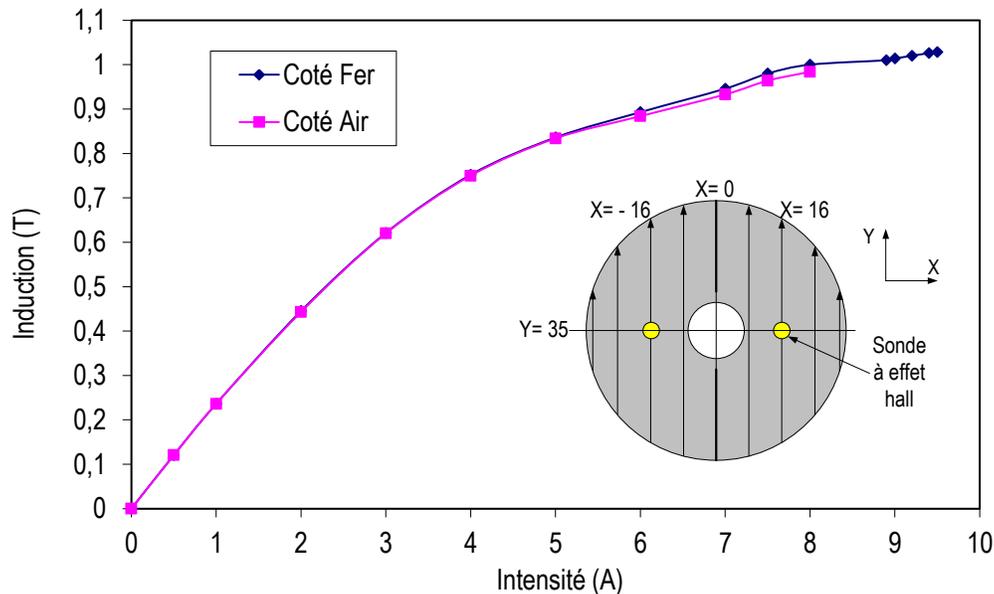
Par ailleurs, lorsque le courant injecté dans la bobine est égal à 8 A (1 Tesla), nous avons remarqué une montée en température de celle-ci. Cela se traduit aussi par une élévation de la température du circuit magnétique notamment au niveau de la jambe qui sert de dissipateur thermique dans ce cas. Le souhait d'intégration d'un thermocouple dans le centre des spires de la bobine lors de sa confection s'est avéré une opération trop complexe à concrétiser. Ainsi, une

mesure de la température du flasque supérieur de la bobine à l'aide d'un thermocouple a été réalisée. Cette mesure montre qu'après deux heures et demi de fonctionnement sous 8 A, la température du flasque est montée de 28 à 115 °C.



**Figure 3.9.** Mesure de la composante verticale de l'induction en fonction du rayon au milieu de l'entrefer.

Cette élévation de température a des conséquences sur les propriétés magnétiques du XC48. En effet, l'induction dans l'entrefer varie de 1 à 0,94 Tesla sur la gamme de température utilisée. En effectuant d'autres tests, nous avons conclu que l'induction dans l'entrefer varie au-delà de 30 minutes lorsque la bobine est alimentée avec 8 A. Ce temps est largement suffisant pour la durée de tests rhéologiques. En effet, la détermination de la viscosité d'un fluide se fait en un temps très faible (quelques minutes) qui dépend essentiellement de l'établissement du régime d'écoulement (il est fonction du taux de cisaillement). En conclusion, nous avons validé le fonctionnement de la bobine sous 8 A puisque cette intensité a peu d'incidence sur la mesure à condition de ne pas dépasser les 30 minutes d'utilisation.



**Figure 3.10.** Évolution de la valeur de l'induction en fonction de l'intensité du courant.

L'étape suivante de l'étude du circuit magnétique est dédiée à la vérification de l'homogénéité du champ dans l'entrefer. Pour ce faire, quatre paliers de courant 2, 4, 6 et 8 A ont été choisis et, pour chaque palier, l'induction associée en suivant la cartographie définie sur la Figure 3.8 a été mesurée. Les résultats obtenus sont donnés sur les Figure 3.11 à Figure 3.14. Chacune présente l'évolution du rapport entre l'induction et l'induction maximale par rapport à la position. Notons que l'induction maximale correspond à celle obtenue entre deux positions symétriques par exemple  $x = 16$  mm et  $x = -16$  mm pour une valeur de courant fixée. L'analyse de ces courbes permet d'identifier une légère différence entre les deux côtés fer et air. Cette différence n'excède pas les 2 % et cela pour toutes les configurations de mesures. L'induction coté demi-pôle air est toujours inférieure à celle coté fer. Cela peut s'expliquer par les dimensions de ce pôle (dissymétrie géométrique) par rapport à celui coté fer et également par la présence d'un très faible entrefer entre les deux culasses. Ceci provoque ainsi sa saturation favorisant le passage du flux magnétique par le côté fer. Par ailleurs, l'influence du perçage pour la fixation de l'outil de rhéométrie est visible pour les deux cotés air et fer, notamment sur les Figure 3.11 et Figure 3.12. Toutefois, cette influence demeure marginale et ne dépasse pas les 2%.

Pour conclure, au vu des résultats de caractérisation nous avons validé la source de champ pour la réalisation des tests rhéologiques. Cependant, une précaution (montée en température du circuit magnétique) demeure indispensable lors de la génération d'un champ de 1 Tesla. Enfin, d'après les Figure 3.9, Figure 3.11 à Figure 3.14, nous déduisons que le ferrofluide doit-être positionné comme décrit sur la Figure 3.6 afin d'éviter les perturbations magnétiques dues au trou percé pour fixer l'outil de rhéométrie. La zone de perturbation s'étend donc sur un rayon de 10 mm. Cette dernière remarque va donc avoir un impact double : 1) sur le système de thermalisation qui comprend le support du fluide à tester et 2) sur la géométrie de l'outil de rhéométrie. Le paragraphe suivant décrit le système de thermalisation ainsi que l'outil de rhéométrie.

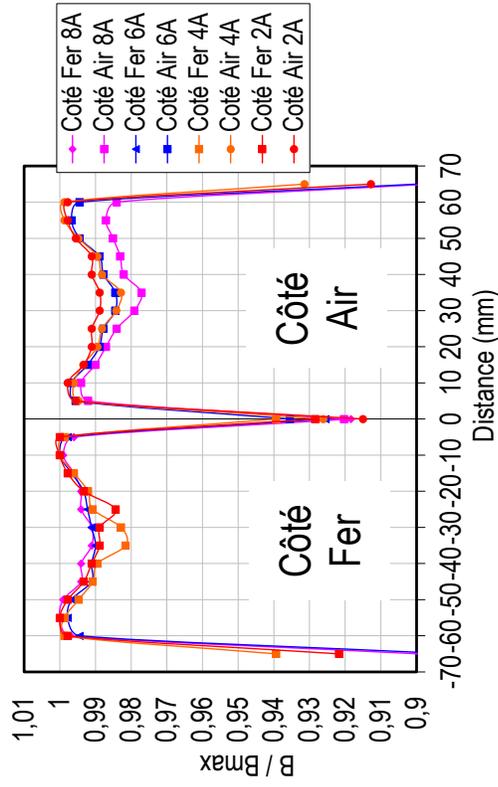


Figure 3.11. Variation de l'induction pour X = 8 et X = - 8.

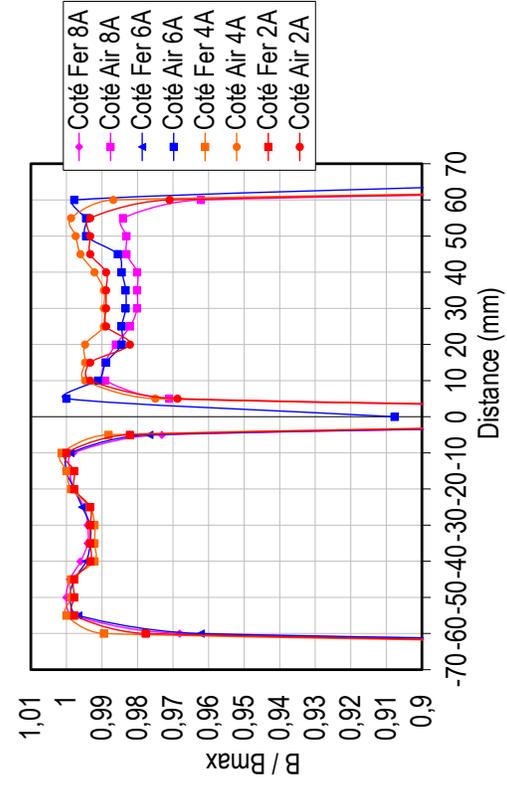


Figure 3.12. Variation de l'induction pour X = 16 et X = -16.

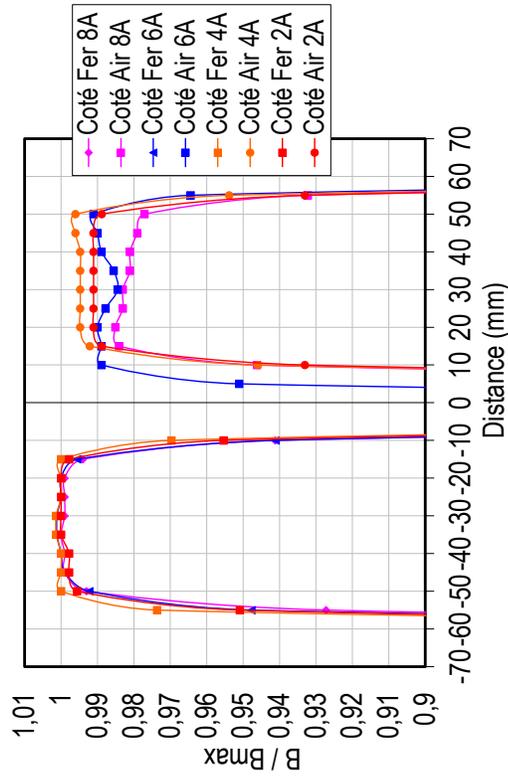


Figure 3.13. Variation de l'induction pour X = 24 et X = -24.

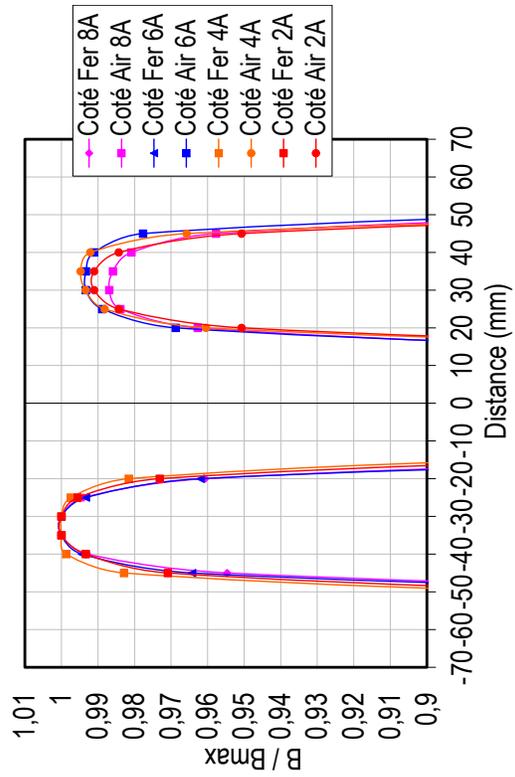


Figure 3.14. Variation de l'induction pour X = 30 et X = -30.

### 3.2.5. Système de thermalisation

Nous avons vu que l'entrefer de 7 mm permettait d'atteindre une induction homogène d'une intensité de 1 Tesla. Cet entrefer va donc imposer la configuration géométrique du système de thermalisation ainsi que de l'outil de rhéométrie. De plus, les matériaux à utiliser doivent être amagnétiques pour ne pas perturber les lignes de champ à l'intérieur de l'entrefer.

En rhéométrie, il existe différentes manières pour contrôler la température d'un fluide. Les systèmes les plus répandus sont les plans Peltier et les fours. Ces derniers permettent aussi une étanchéité de la zone de mesure (anti-évaporation). Toutefois, au vu de la grosseur de ces systèmes et de leur incompatibilité avec le champ magnétique, nous nous sommes orientés vers une réalisation d'un système répondant à notre cahier des charges. Par conséquent, le système de régulation de température que nous avons mis en place a été dans un premier temps, validé par simulations numériques que nous avons réalisées avec le logiciel Flotherm. De plus, nous avons procédé à de multiples optimisations afin de tenir compte des contraintes de réalisation mécaniques.

*Remarque importante* : nous n'allons pas aborder en détails sur les simulations numériques du système de thermalisation car comme nous les présenterons plus loin, nous avons rencontré des problèmes concernant la réalisation du système de régulation. Nous donnerons tout de même un descriptif de ce système et les différents choix que nous avons effectués.

Le système de régulation de la température du ferrofluide est donné sur la Figure 3.15. Il est alimenté par un fluide caloporteur émanant d'un bain thermostaté (Julabo) avec lequel nous pouvons imposer une température (0 à 80°C). Le fluide caloporteur a donc pour rôle de chauffer le ferrofluide. Notons que le système de régulation est positionné sur la partie jambe du circuit magnétique conformément à la Figure 3.2.

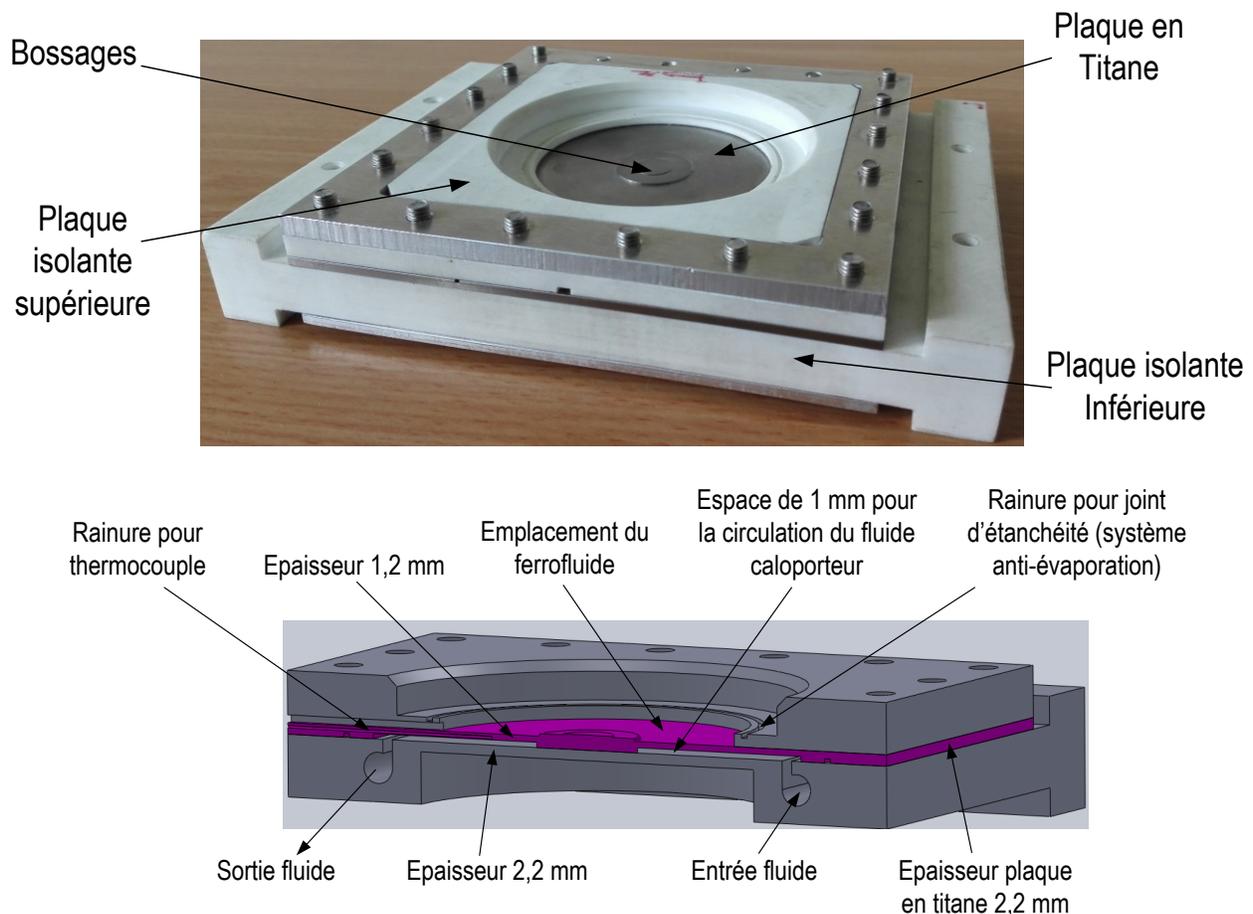
Comme nous pouvons le constater, le système de régulation de la Figure 3.15 est composé de deux plaques isolantes thermiques en téflon chargé verre séparées par une plaque en titane qui présente les dimensions suivantes : 120×120×2,2 mm. Sur la plaque en titane un évidement est réalisé afin de créer un espace (de 1 mm) pour l'écoulement du fluide caloporteur. Ce dernier circule entre la plaque en titane et la plaque isolante inférieure.

Le choix du matériau en Titane est dû à sa résistance mécanique et sa propriété amagnétique. En effet, la plaque a une très faible épaisseur notamment dans la zone qui est en contact avec le fluide caloporteur (1,2 mm cf. Figure 3.15). Concernant le téflon chargé verre, ce choix est régi essentiellement par la thermique. La circulation du fluide caloporteur va générer un échange thermique entre le ferrofluide et les autres parties de la structure magnétique. Afin de favoriser le transfert avec le ferrofluide, nous avons isolé la partie inférieure sur laquelle circule le fluide caloporteur. Ainsi, nous limitons l'échange de chaleur avec la partie en fer appelé jambe. De la même manière, la partie isolante supérieure sert de support pour les demi-pôles (Figure 3.16) et permet de créer un environnement confiné empêchant l'évaporation du ferrofluide. De plus, cette

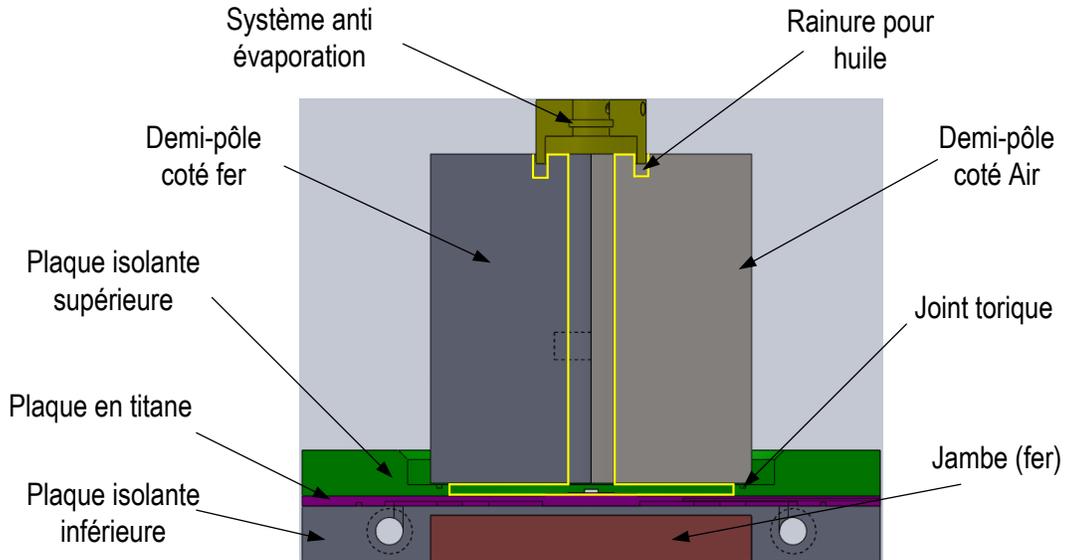
plaque est en contact avec le titane, l'utilisation d'un matériau conducteur thermique (aluminium) n'est pas conseillée car cela va créer une fuite de flux thermique vers les demi-pôles (cf. Figure 3.16). Enfin, le téflon étant chargé en verre, cela permet d'améliorer ses propriétés mécaniques et en particulier sa résistance à la compression.

L'étude du circuit magnétique nous a permis de définir les zones d'homogénéité et de gradient magnétique dans l'entrefer. Le perçage réalisé sur les demi-pôles pour la fixation de l'outil de rhéométrie a pour conséquence de perturber cette homogénéité et ce sur un rayon allant jusqu'à 10 mm. Pour y remédier, nous avons construit un bossage circulaire (au centre de la plaque en titane) d'une hauteur de 0,5 mm et d'un diamètre de 20 mm. De cette manière nous pouvons empêcher le passage du fluide dans la zone inhomogène. Par ailleurs, sur la Figure 3.15 nous remarquons aussi un second bossage au milieu de la plaque en titane. Ce dernier a été réalisé pour des raisons de référence mécaniques avec la géométrie de test.

Enfin, les lignes jaunes sur la Figure 3.16 montrent la zone de confinement dans laquelle le ferrofluide est isolé du milieu extérieur. Ce système permet de prévenir l'évaporation du ferrofluide notamment à forte température.



**Figure 3.15.** Descriptif du système de régulation de la température.



**Figure 3.16.** Assemblage du système de régulation sur le circuit magnétique.

En conclusion, le système de thermalisation permet d'atteindre une température homogène de 80°C au sein du ferrofluide. Lors du test de rhéométrie, le ferrofluide est en contact d'une part avec la plaque en titane et d'autre part avec la géométrie de tests. Nous avons donc remarqué à l'aide de la simulation que le ferrofluide peut se comporter comme un pont thermique et permettre le passage du flux de chaleur vers l'outil de rhéométrie et sa fixation. Il en découle alors une perte d'homogénéité de la température du ferrofluide. Ainsi en couplant, les contraintes magnétiques d'inhomogénéité qui ont donné naissance à un bossage sur la plaque en titane et la perte d'homogénéité de la température du ferrofluide, l'outil de rhéométrie doit donc satisfaire ces deux conditions ce qui implique des contraintes sur sa configuration géométrique.

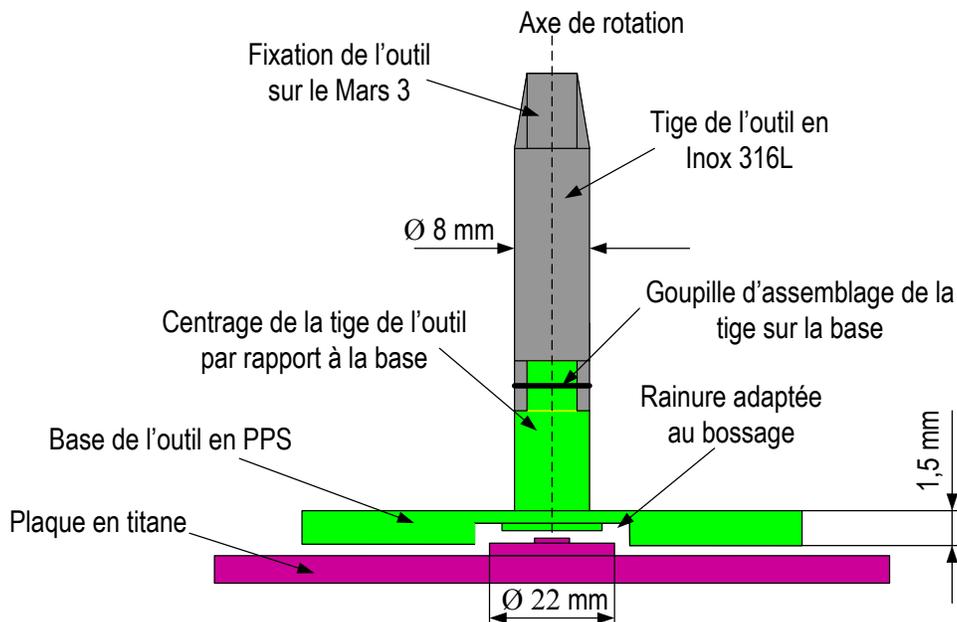
### 3.2.6. Outil de rhéométrie

C'est le composant essentiel dans une mesure rhéologique. Nous avons indiqué précédemment que la géométrie choisie était de type cône-plan avec une base de diamètre 60 mm. Compte tenu des difficultés de fabrication d'un cône de faible épaisseur, nous avons préféré choisir une géométrie plan-plan. Grâce à l'entrefer entre les deux plans très faible (0,1 mm) qui peut être utilisé, cette géométrie permet un gain important en volume de fluide. La conception de cet outil est contrainte par les paramètres suivants :

- la base de l'outil doit résister aux hautes températures et présenter de bonnes propriétés d'isolation thermique afin d'éviter la dissipation du flux de chaleur dans la tige de l'outil par le biais du fluide testé,
- rigidité du matériau de la base de l'outil et capacité à supporter des contraintes thermiques,
- l'outil doit être amagnétique,
- le cisaillement doit être généré dans la zone où l'induction magnétique est homogène.

En tenant compte de tous ces paramètres, nous avons opté pour la configuration présentée sur la Figure 3.17. L'outil plan-plan est constitué de deux parties distinctes assemblées à l'aide d'une goupille en inox 316L. La base est en matériau isolant thermique de type PPS ou GF 40 (poly sulfure de phénylène) présentant une conductivité thermique de  $0,25 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ , un coefficient de dilation thermique de  $3.10^{-5} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  et une plage d'utilisation allant jusqu'à  $220 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . Le choix de ce matériau permet de limiter le transfert de chaleur vers la tige et d'atteindre les températures désirées. De plus, le PPS présente une bonne résistance aux produits chimiques notamment ceux rentrant dans la fabrication des ferrofluides. Par ailleurs, une rainure circulaire de 22 mm de diamètre est réalisée au centre de la base pour convenir au bossage de la plaque en titane. Le bossage sur la partie inférieure de la base de l'outil sert de référence lors du réglage de l'entrefer entre les deux plans.

La deuxième partie de l'outil est la tige de fixation de l'outil au Mars 3. Elle possède une longueur de 120 mm et un diamètre de 8 mm. Elle est en matériau amagnétique (inox 316L) afin qu'elle ne soit pas soumise à des efforts magnétiques qui auraient tendance à l'écartier de l'axe central des demi-pôles et faire subir des efforts radiaux à la tête du rhéomètre.



**Figure 3.17.** Coupe longitudinale de la géométrie de test.

Remarques :

- 1) Pour la réalisation du système de thermalisation et de la géométrie de tests, nous avons établi des plans mécaniques de chaque composant en intégrant les tolérances géométriques nécessaires. Ces tolérances sont issues des différents paramètres rhéologiques qui peuvent être influencés par des défauts géométriques. Les tolérances

comportent des spécifications de planéité, battement, perpendicularité, parallélisme, coaxialité...

- 2) L'adaptation de la structure magnétique sur le rhéomètre a nécessité la mise en place d'une table qui permet de supporter la charge du rhéomètre et de la cellule magnétique. Pour cela, nous avons effectué un calcul RDM afin de déterminer l'épaisseur du plateau qui supportera cette charge de 120 kg.

Nous allons maintenant présenter les difficultés rencontrées lors de la fabrication de ces pièces et déterminer leur conformité après fabrication.

### **3.2.7. Difficultés liées à la réalisation des pièces mécaniques**

#### **3.2.7.1. Système de thermalisation**

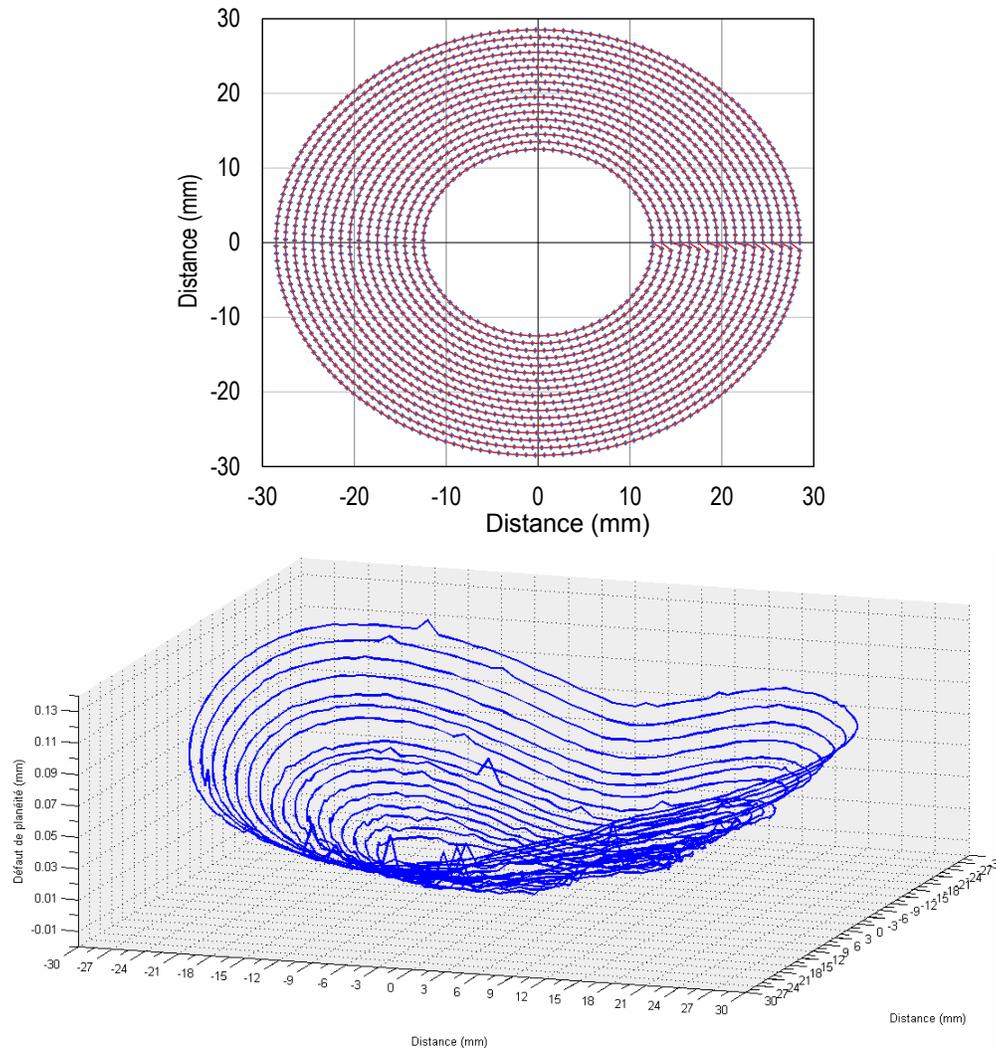
Lors de la fabrication du système de thermalisation, nous nous sommes rendu compte d'un défaut lié à la planéité de la plaque en titane dans la zone dédiée au ferrofluide. Nous avons donc mesuré ce défaut à l'aide d'une machine de mesure tridimensionnelle 5 axes ZEISS SPECTRUM 700 disponible au SERAS (CNRS). Cette dernière est asservie par un moteur qui permet le déplacement précis d'un palpeur à contact. Le résultat de ce test est donné sur la Figure 3.18.

La Figure 3.18 représente les points suivis par le palpeur et le défaut de planéité enregistré de la plaque en titane. Le palpeur décrit des trajectoires circulaires caractérisées par un pas de 1 mm. La zone palpée comprend toutes les trajectoires circulaires allant d'un diamètre de 22 mm à 58 mm située au centre de la plaque en titane. Au regard à la caractérisation magnétique, cette zone traduit l'emplacement du ferrofluide. Le résultat de cette démarche montre un défaut de planéité supérieur à 0,1 mm. Ce défaut est significatif compte tenu des tests rhéologiques à effectuer. En effet, cela provoque, d'une part, une difficulté pour le réglage de l'entrefer, en particulier lorsque celui-ci est faible comme dans notre cas ( $\text{gap} = 0,1 \text{ mm}$ ) et, d'autre part, une erreur sur la mesure de viscosité.

Par ailleurs, la tolérance géométrique que nous avons spécifiée concernant la planéité de la plaque en titane est de 0,02 mm. Celle-ci est, à priori, difficile à atteindre à cause de la faible épaisseur de la plaque et du bossage situé au milieu qui nécessite un usinage par fraisage.

#### **3.2.7.2. Outil de rhéométrie**

La validation de la conformité de l'outil plan-plan a été testée sur un fluide étalon (huile) qui présente une viscosité de 3,3 mPa.s à 25°C. Compte tenu du défaut de la plaque en titane, nous avons effectué cette mesure avec le plan de référence du Mars 3 en imposant une température de 25°C avec la cellule Peltier dont il est équipé.



**Figure 3.18.** Chemin suivi par le palpeur. Déformation de la plaque en titane.

La Figure 3.19, traduit l'évolution de la viscosité dans le temps pour différents taux de cisaillement allant de 1 à  $80 \text{ s}^{-1}$ . On observe que la valeur de viscosité oscille autour d'une valeur moyenne avec une amplitude qui diminue quand le taux de cisaillement augmente. Compte tenu du comportement newtonien de l'huile étalon, le résultat espéré devrait-être similaire à la ligne bleue tracée sur la Figure 3.19. En conclusion, les oscillations observées semblent être le résultat d'un défaut au niveau de l'outil.

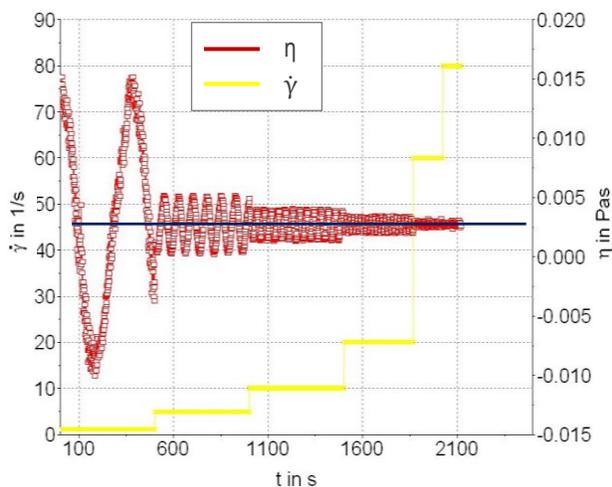
L'inspection que nous avons menée nous a montré qu'en effet l'outil présentait les défauts géométriques suivants :

- défaut de coaxialité entre la tige et la base de l'outil, qui engendre un mouvement de rotation non circulaire,
- défaut de battement qui a pour conséquence la génération de sinusoïdes,

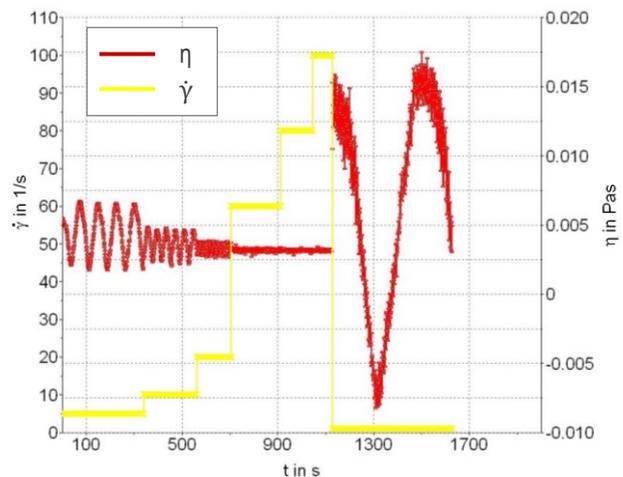
- défaut de planéité au niveau de la face qui est en contact avec le fluide, provenant des contraintes qui se sont libérées après la fabrication, en particulier lors de la réalisation de la rainure (cf. Figure 3.17).

Malgré ces défauts, la valeur de la viscosité mesurée sur la Figure 3.19 est acceptable et vaut 2,9 mPa.s. Dans ce cas, l'erreur commise sur la mesure est inférieure à 15%. Cela est acceptable dans les tests de rhéométrie en particulier lorsque l'outil de rhéométrie est fabriqué en local. Nous avons donc procédé à plusieurs tests dans le but vérifier la répétabilité des résultats. Nous avons conclu que les mesures n'étaient pas reproductibles et que la valeur de la viscosité variait en fonction du taux de cisaillement (cf. Figure 3.20). Le comportement observé est dû à un autre défaut mécanique lié à la fixation de l'outil sur le Mars 3. Cette fixation a été réalisée par notre fabricant à partir d'un outil émanant du constructeur du Mars 3. Comme nous pouvons le voir dans la Figure 3.17, la fixation est de forme conique. L'angle du cône n'ayant pas été bien mesuré par le fabricant ceci a engendré un jeu au niveau de la liaison avec le mars.

Nous avons donc été confrontés à de nombreux problèmes liés au non-respect des cahiers des charges lors de la fabrication mécanique. Précisons aussi qu'une telle fabrication nécessite une bonne expertise dans la conception mécanique, qui nous a fait défaut dans cette étude. Toutefois, dans l'objectif de faire fonctionner notre banc de tests, nous avons modifié le cahier des charges initial afin de diminuer les contraintes mécaniques de fabrication. Cela fera l'objet de la section suivante.



**Figure 3.19.** Vérification de la conformité de la géométrie de test sur un fluide étalon.



**Figure 3.20.** Vérification de la répétabilité des résultats de la Figure 3.19.

### 3.2.8. Modifications apportées au dispositif de mesures de viscosité sous champ

Dans le cahier des charges initial, nous avons spécifié que la mesure de la viscosité se fera en fonction de la température (jusqu'à 80 °C). Le système de thermalisation que nous avons dimensionné permet de satisfaire cette condition thermique. Cependant, coté fabrication

mécanique, la faible épaisseur de la plaque en titane a fragilisé sa tenue mécanique. Ainsi, nous avons opté pour une approche plus simple qui consisterait à faire des tests de viscosité à température ambiante. L'avantage de cette démarche est de fabriquer un plan de référence en inox 316L d'une épaisseur de 4,4 mm et cela en gardant toutes les tolérances géométriques que nous avons définies pour la plaque en titane à savoir la planéité, le parallélisme... De plus, dans ce nouveau plan de référence, un perçage a été réalisé pour l'insertion d'un thermocouple qui permet l'estimation de la température du fluide sous tests.

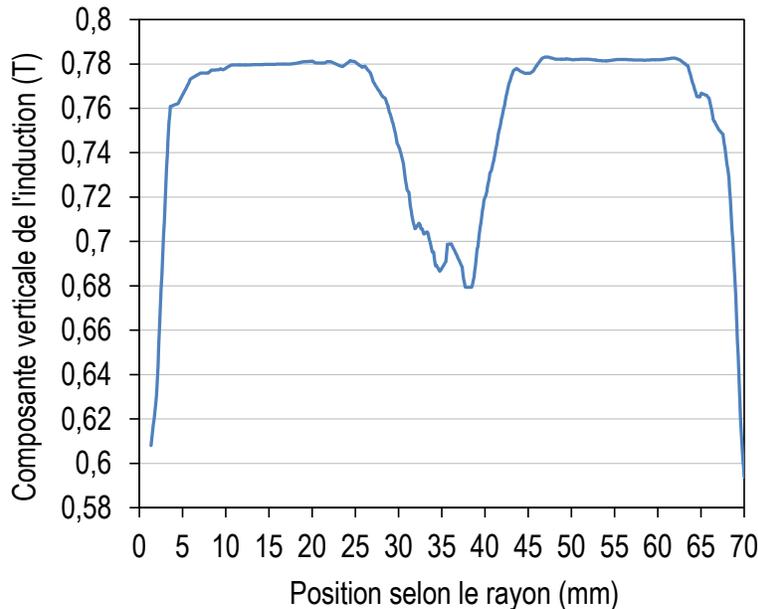
Concernant l'outil de rhéométrie, la suppression de la contrainte thermique permet sa fabrication en un seul bloc (même matériau). Cela permet de remédier, d'une part, au problème de jonction entre la tige et la base de l'outil. D'autre part, la rainure réalisée sur la face inférieure de la base de l'outil tend à fragiliser et à modifier sa planéité, nous l'avons donc supprimée. Cela a donc un impact sur le bossage au niveau de la plaque en titane qui a également été supprimé. Ceci est justifié par le fait que, pour les essais rhéologiques, les mesures sont plus sensibles aux variations situées à la périphérie de l'outil, i.e. au rayon extérieur. C'est pour cette raison qu'il est conseillé d'assurer une bonne répartition du fluide dans cette zone.

Par ailleurs, afin d'éviter les problèmes de battement et de relâchement de contraintes, le diamètre de la tige et l'épaisseur de la base de l'outil doivent être revus. De plus, considérant que les ferrofluides sont caractérisés, en règle générale, par des viscosités élevées, l'utilisation d'un outil avec une base de diamètre 60 mm n'est pas obligatoire. Enfin, une optimisation de la fixation de l'outil sur le Mars 3 est indispensable. Ainsi, répondre à ces exigences revient à contraindre les caractéristiques du circuit magnétique (homogénéité, induction 1 T). En d'autres termes, l'augmentation de l'épaisseur de la base et de la tige va imposer respectivement l'augmentation de l'entrefer et par conséquent une diminution de l'induction, et provoquera peut-être une perte d'homogénéité. En revanche, la diminution du diamètre de la base de l'outil permet une meilleure stabilité et une diminution de la force centrifuge.

Nous nous sommes donc servis des modèles d'outils en notre possession émanant du constructeur du Mars 3 afin de définir le matériau et les dimensions de l'outil. Notre choix s'est porté sur le titane pour ses propriétés de rigidité. Pour les dimensions, nous avons retenu une épaisseur de 3 mm (l'ancienne version était à 1,5 mm) et un diamètre de 50 mm pour la base de l'outil. La tige présente un diamètre de 10 mm (au lieu de 8 mm). Enfin, concernant la fixation sur le mars, nous nous sommes procuré un adaptateur provenant du constructeur.

Avec ces nouvelles dimensions, l'épaisseur des pièces à rajouter dans l'entrefer est de 7,4 mm auquel il faudrait rajouter l'entrefer entre les deux plans et éventuellement certaines tolérances géométriques. Afin de confirmer cette démarche, nous avons effectué une série de simulations numériques avec le logiciel Flux 3D. L'entrefer magnétique que nous avons simulé est de 9 mm et le diamètre du perçage entre les deux demi-pôles est de 12 mm. Notons que le courant injecté dans la bobine est de 6 A afin de pouvoir comparer les résultats avec ceux de la Figure 3.5 et la Figure 3.9.

Nous constatons, d'après la Figure 3.21, que le niveau d'induction est inférieur à celui de l'entrefer 7 mm (0,92 T). En revanche, l'augmentation du diamètre de la tige ne présente pas de perturbation significative de l'induction dans l'entrefer. La zone sous l'influence du perçage présente un diamètre quasi-équivalent (qui peut être négligeable) à celui qui a été déterminé avec l'entrefer de 7 mm. De plus, la réduction du diamètre de la base de l'outil permet au ferrofluide d'être dans une zone totalement homogène en particulier sur la périphérie extérieure.



**Figure 3.21.** Composante y de l'induction au milieu de l'entrefer de 9 mm.

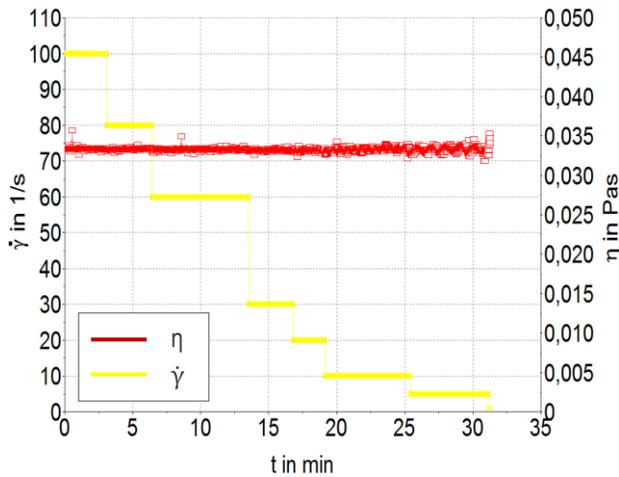
### 3.2.9. Validation du nouvel outil de rhéométrie

Grâce aux résultats, de simulation nous avons validé les dimensions de la nouvelle géométrie. Deux outils ont été fabriqués. Malgré les précautions prises et l'assouplissement du cahier des charges, nous avons remarqué que le premier outil possédait des effets de battement. Nous avons donc changé de procédé de fabrication pour le second outil. Ces géométries ont été validées en suivant la démarche décrite précédemment (tests sur un fluide étalon). Notons que, pour ce test de validation, nous avons utilisé une huile étalon ayant une viscosité de 33,5 mPa.s.

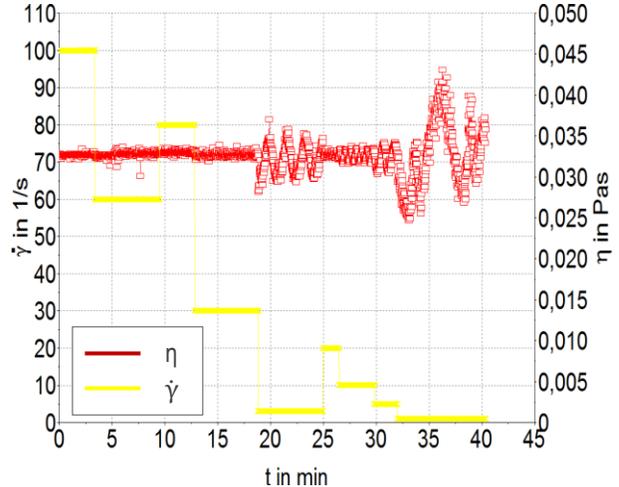
Avant d'effectuer les essais d'étalonnage de l'outil de rhéométrie, nous avons d'abord validé la plaque en inox avec un outil émanant du constructeur du Mars 3. La réussite de ce test est déterminée par un bon parallélisme entre le plan de référence et la face inférieure de la base de l'outil. Pour cette raison, nous avons mis en place un système de réglages de parallélisme intégré au Mars 3 servant de support à toute la cellule magnétique.

Après avoir validé la plaque en inox et fait le réglage du parallélisme, nous avons procédé aux mesures sur huile étalon en utilisant la deuxième géométrie fabriquée. Le résultat de cette

démarche (Figure 3.22) nous montre une allure de courbe similaire à celle de la Figure 3.19. Cependant, les amplitudes des sinusoïdes sont plus faibles traduisant ainsi une diminution du battement, ce qui permet d'améliorer la précision des mesures. De plus, grâce à la nouvelle fixation, nous avons observé une bonne répétabilité (Figure 3.23) des résultats, notamment, lorsque le taux de cisaillement est supérieur à  $10 \text{ s}^{-1}$ . Par conséquent, nous avons validé l'ensemble de cette structure (outil + plaque en inox) et avons procédé aux tests sous champ magnétique.



**Figure 3.22.** Validation de la géométrie de tests.

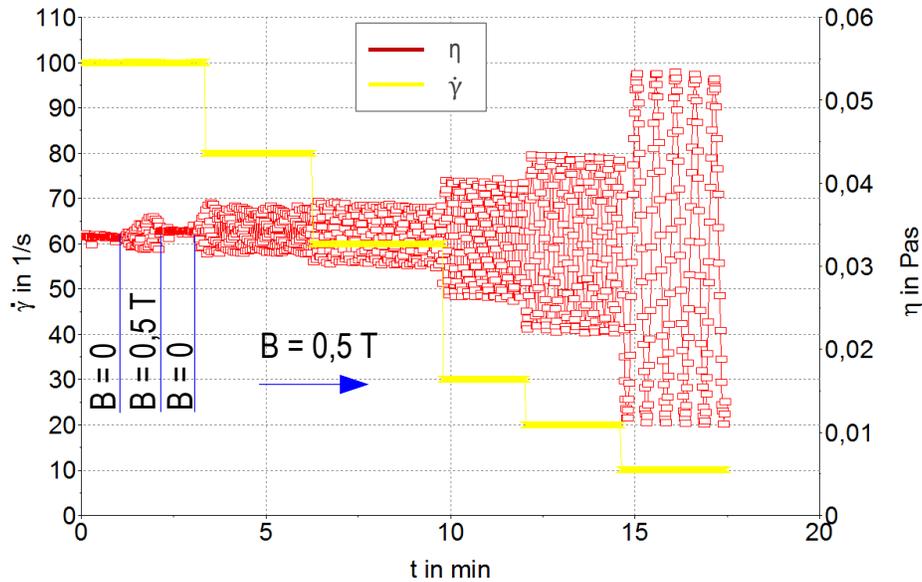


**Figure 3.23.** Vérification de la répétabilité et validation de la géométrie de tests.

### 3.2.10. Tests sous champ magnétique

#### 3.2.10.1. Validation de la mesure sous champ avec huile étalon

Avant de procéder aux tests sur les ferrofluides, nous avons d'abord vérifié l'influence du champ magnétique sur le Mars 3 ainsi que sur la structure que nous avons mise en place. Cela consiste à tester l'huile étalon précédente (viscosité  $33,5 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ) en ayant le champ magnétique activé. Pour ce faire, nous avons choisi une induction de  $500 \text{ mT}$ . La Figure 3.24 montre que l'amplitude des oscillations est beaucoup plus importante lorsque le champ est activé en comparant avec le résultat de la Figure 3.22. Cette variation de la viscosité peut-être due à la force qu'exerce le champ magnétique sur l'outil de rhéométrie (mise en rotation) qui se traduit par un petit battement. De plus, cela est visible sur la Figure 3.24 où, pour le taux de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$ , nous avons démarré le test sans champ magnétique, il a ensuite été activé, puis coupé. Nous remarquons ainsi que, lorsque le champ est activé, de petites oscillations prennent naissance sans altérer la valeur moyenne de la viscosité. Cela est valable pour tous les taux de cisaillement, ce qui nous a donc permis de valider le test sous champ magnétique.



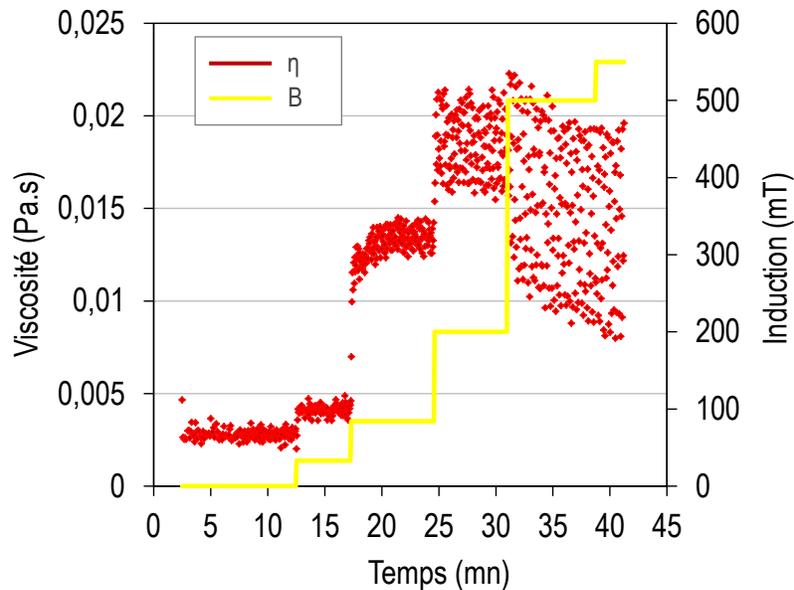
**Figure 3.24.** Validation de la mesure sous champ (500 mT) pour un fluide non magnétique (huile étalon).

### 3.2.10.2. Mesures de viscosité de ferrofluides sous champ magnétique

Les tests sous champ magnétique sont effectués en faisant varier la valeur de l'induction dans le sens croissant afin d'éviter la perturbation due au champ rémanent. Nous avons testé quatre niveaux d'induction (33, 84, 200 et 500 mT) en fixant le taux de cisaillement à  $80 \text{ s}^{-1}$ . Le choix de ce taux est justifié par deux arguments. D'une part, il est lié aux résultats obtenus sur la Figure 3.24 car la force magnétique semble être vaincue par le couple développé par le moteur du Mars 3 ce qui se traduit par une faible amplitude des oscillations. D'autre part, il peut être lié aussi au taux de cisaillement usuel qu'un fluide subit dans un canal en écoulement laminaire notamment pour des applications de refroidissement. Notons que pour ces tests, l'entrefer magnétique vaut 9 mm et que l'entrefer rhéologique est fixé à 0,5 mm. Par ailleurs, les tests sont réalisés sur deux ferrofluides commerciaux produit par Liquidresearch. Le premier présente une fraction volumique de 5% (WHJS1-A, aimantation à saturation 20 mT) et le second de 10% (WHJS1-B, aimantation à saturation 40 mT). Le fluide de base des deux ferrofluides est identique. Les caractéristiques détaillées de ces deux ferrofluides sont données dans l'annexe 2.

La Figure 3.25 montre l'évolution de la viscosité du ferrofluide WHJS1-A en fonction de l'induction magnétique et du temps pour un taux de cisaillement de  $80 \text{ s}^{-1}$  et une température de  $28,5 \text{ }^\circ\text{C}$ . L'effet du champ magnétique est conséquent sur la valeur de la viscosité et engendre une augmentation de plus de 500% lorsque l'induction passe de 0 à 200 mT. Cette augmentation dépend de la saturation du ferrofluide. En effet, lorsque l'induction est inférieure ou au voisinage de la saturation, l'élévation de la viscosité est faible, tel qu'il est remarqué pour l'induction de 33 mT. Une fois le ferrofluide saturé, la viscosité augmente d'une façon exponentielle. Cela est dû probablement à la formation des chaînes de particules qui sont plus importantes après la

saturation. Lorsque l'induction augmente, les chaînes de particules ont tendance à se lier et à former des réseaux cylindriques de large diamètre. La géométrie (diamètre et longueur) de ces cylindres dépend essentiellement de la fraction volumique et de la granulométrie des particules.

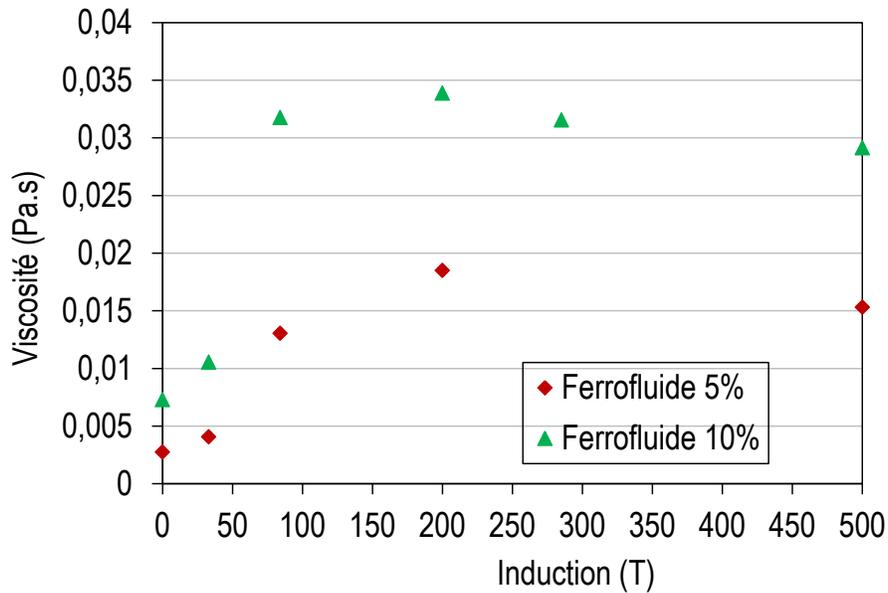


**Figure 3.25.** Variation de la viscosité en fonction du temps de mesure et de l'induction pour le ferrofluide WHJS1-A (5%). Température du fluide 28,5°C.

En effet, cette remarque est justifiée par la Figure 3.26. Sur cette figure, nous présentons l'évolution de la viscosité des deux ferrofluides en fonction de l'induction pour le même taux de cisaillement que précédemment. Nous observons que la viscosité du ferrofluide 10% est largement supérieure à celle du ferrofluide 5%. Dans ce cas, le nombre de chaînes formées est donc plus important dans le cas du ferrofluide 10%.

Toutefois, il est important de remarquer que sur la Figure 3.26 le pourcentage d'élévation de la viscosité du ferrofluide 10% est inférieur à celui du ferrofluide 5% (notamment pour la gamme 0 à 200 mT). Cela est certainement lié à la granulométrie des particules. En effet, si nous calculons le paramètre d'interaction que nous avons présenté dans le chapitre 2 avec les données du constructeur de ces deux ferrofluides, nous nous apercevons que  $\lambda^* = 0,5$  pour les deux ferrofluides. Or, l'augmentation de la viscosité est signe de la formation des chaînes de particules. Ainsi, la connaissance de la dispersion en taille des particules est indispensable pour pouvoir effectuer une comparaison entre les deux ferrofluides.

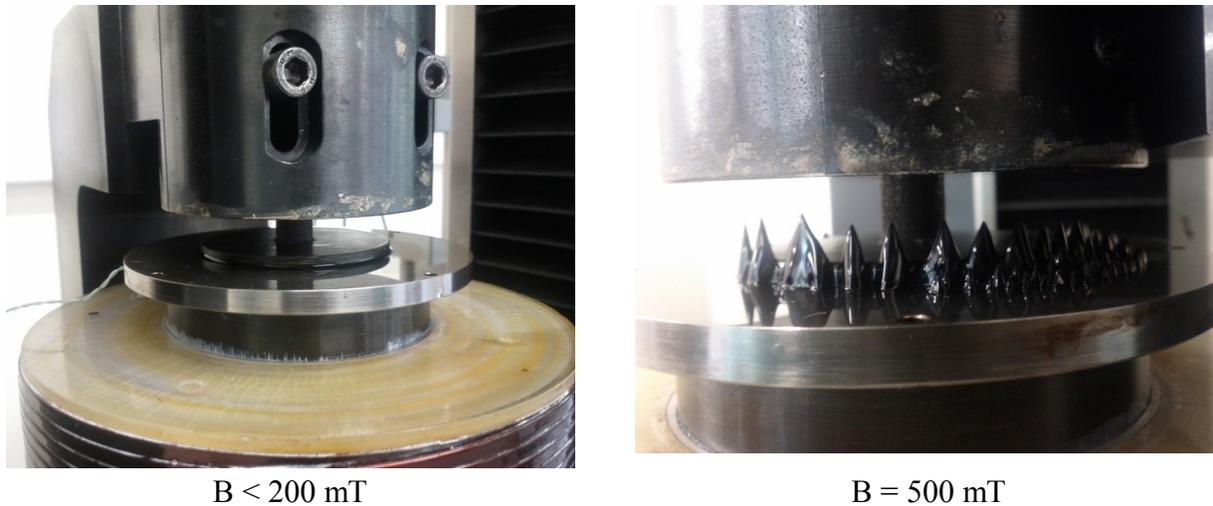
Nous pouvons donc supposer à la vue de ces résultats, que la granulométrie du ferrofluide 5% présente un pourcentage élevé de particules de fort diamètre comparé à celui de 10%. Ceci engendre une élévation de la force d'interaction entre particules ou chaînes de particules ayant pour conséquence l'augmentation de la viscosité. Enfin, la fraction des particules dans le ferrofluide 10% joue en sa faveur et provoque une viscosité moyenne supérieure à celle du ferrofluide 5%.



**Figure 3.26.** Effet de la fraction volumique et de l'induction sur la viscosité des ferrofluides.

Par ailleurs, lorsque l'induction est supérieure à 200 mT, nous remarquons, sur la Figure 3.26, une diminution de la viscosité. Cette observation s'explique par un phénomène de migration du ferrofluide. En effet, le ferrofluide migre vers la face supérieure de la base de l'outil, ce qui provoque alors un cisaillement de type double plan (plan avec la plaque en inox et l'autre avec les demi-pôles). Ce phénomène de migration dépend de l'intensité du courant injectée dans la bobine (i.e. induction). Pour une induction inférieure à 200 mT, le ferrofluide était sous la zone de tests. En augmentant l'induction, la zone sous tests s'appauvrit en fluide (forte migration) ce qui cause une erreur sur la mesure. Nous avons essayé d'augmenter l'entrefer magnétique à 16 mm (entrefer maxi), dans ce cas, le ferrofluide tend à quitter la zone sous tests sans rejoindre les demi-pôles, comme le montre la Figure 3.27.

L'explication du phénomène observé peut-être compliquée. Notre supposition est liée au gradient de champ magnétique. En effet, le gradient de champ a tendance à créer deux forces dirigées du centre de l'outil vers l'extérieur et de l'extérieur vers le centre de l'outil. Ainsi, la migration du ferrofluide réside dans une compétition entre ces deux forces. D'après nos tests c'est la force F1 (cf. Figure 3.28) qui domine la force F2 pour des valeurs d'induction supérieures à 200 mT. Cela est d'autant plus vrai lorsqu'on augmente la valeur du champ. En effet, le gradient devient important suite au perçage situé entre les demi-pôles. Celui-ci a tendance à vaincre le gradient qui génère la force F2.



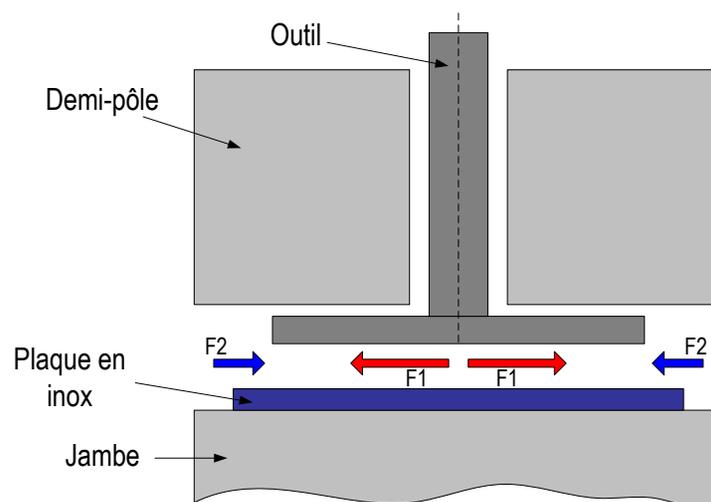
$B < 200 \text{ mT}$

$B = 500 \text{ mT}$

**Figure 3.27.** Phénomène de migration observé en fonction de l'intensité de l'induction.

### 3.2.11. Conclusion sur la partie rhéologique

À travers cette étude rhéologique, nous avons présenté le concept de mesures de la viscosité sous champ magnétique que nous avons choisi et les difficultés techniques auxquelles nous avons été confrontés. Le développement de cet outil a été majoritairement influencé et contraint par la conception mécanique qui n'est pas le cœur de métier des trois laboratoires grenoblois impliqués dans ces travaux de recherche. Les difficultés rencontrées lors de la réalisation et la validation des différents organes du dispositif ont perturbé le planning prévisionnel de ces travaux de thèse. Au final, par manque de temps, nous n'avons pas pu explorer davantage la partie sous champ magnétique afin de mieux expertiser le phénomène de migration observé. Cela mérite donc une étude détaillée qui permettra de vérifier la direction des gradients dans l'entrefer.



**Figure 3.28.** Description hypothétique de la direction des forces créées par le gradient de champ.

Nous abordons maintenant la partie thermique de ce chapitre en étudiant dans un premier temps, la modification de la conductivité thermique des ferrofluides sous certaines configurations liées à la direction du champ. Dans un second temps, nous étudierons l'intensification des échanges de chaleur par convection forcée sous champ magnétique en présentant le dispositif expérimental que nous avons développé.

### **3.3. Dispositif de mesure de la conductivité thermique sous champ magnétique**

#### **3.3.1. Objectif**

Nous avons montré, à travers le chapitre 2, l'influence du champ magnétique sur la conductivité thermique. Cette dernière peut être augmentée d'une manière significative (jusqu'à 300%) en fonction de plusieurs paramètres tels que la fraction volumique, la granulométrie, le fluide de base, l'intensité du champ magnétique.... Notre objectif, dans l'étude de la conductivité thermique, n'est pas d'étudier l'influence de ces paramètres. En effet, nous avons retenu, à travers l'étude bibliographique, que le ferrofluide s'organise en formant des chaînes de particules sous champ magnétique. Ces agrégats permettent le transfert de chaleur et sont en conséquence responsables de l'amélioration de la conductivité thermique. Notre objectif est donc de vérifier la pertinence de cette théorie. Cela revient à étudier l'influence de la direction du champ magnétique par rapport à celle du flux thermique. Les deux directions explorées sont définies dans la section (3.3.5). Notons que, dans la littérature, il n'existe à notre connaissance, qu'une seule étude qui traite de cet aspect (cf. chapitre 2). Enfin, cette étude nous permettra d'apporter certaines hypothèses aux phénomènes que nous présenterons dans le chapitre 4.

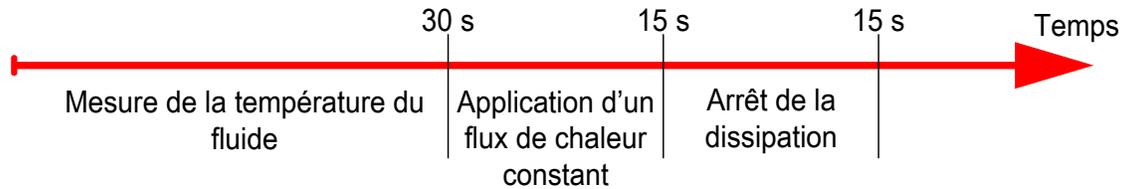
#### **3.3.2. Description de la technologie choisie pour la mesure de la conductivité thermique**

Parmi les différentes méthodes de mesures de conductivité thermique des fluides, nous avons opté pour une méthode transitoire basée sur l'utilisation d'un fil chaud. La technologie KD2 Pro (précision  $\pm 5\%$  pour la gamme  $0,2$  à  $2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ) est basée sur ce principe. Le choix de cette technique de mesure est justifié par sa fiabilité (très faibles corrections effectuées sur les résultats de mesure).

Le principe de mesure par fil chaud consiste à transférer un flux de chaleur constant à un fluide, délivré sous forme d'effet joule par un élément cylindrique (sonde) parcouru par un courant électrique. Ce dernier est contrôlé par le boîtier de commande qui sert aussi pour l'acquisition des données. Cette dissipation d'énergie est suivie par une mesure de température en fonction du temps. Cela est réalisé grâce à un thermocouple inséré dans la sonde. La conductivité thermique est donc obtenue à partir d'une équation caractéristique qui relie la variation de la température du fluide au temps de mesure.

Dans le cas du KD2 Pro, le temps de mesure de la conductivité thermique dans un fluide est d'une minute. Ce temps caractéristique est composé de trois étapes comme le montre le schéma

ci-dessous. Notons que la valeur de la conductivité thermique est obtenue pendant les dernières périodes et que le système d'acquisition est complètement automatisé, ce qui facilite son utilisation.



**Figure 3.29.** Représentation du principe de la sonde KD2 Pro.

Comme tout système de mesure, le KD2 pro comporte certaines limites. Ces limites sont dues au fonctionnement de la technologie à fil chaud auxquelles il faudrait rajouter les erreurs commises lors des manipulations. En effet, cette méthode repose sur un certain nombre d'hypothèses :

- le milieu à caractériser est supposé semi-infini, ce qui veut dire que la température loin de la sonde ne doit pas être perturbée par le flux imposé,
- les transferts autres que radiaux dans la sonde sont négligés,
- l'inertie thermique est négligée.

Ces hypothèses sont difficiles à satisfaire expérimentalement. C'est pour cela, qu'un nombre important de corrections de la valeur de la conductivité sont présentées dans la littérature. Ces corrections sont, a priori, programmées dans le KD2 Pro. Ainsi, pour réussir notre mesure, nous devons tenir compte de deux contraintes principales :

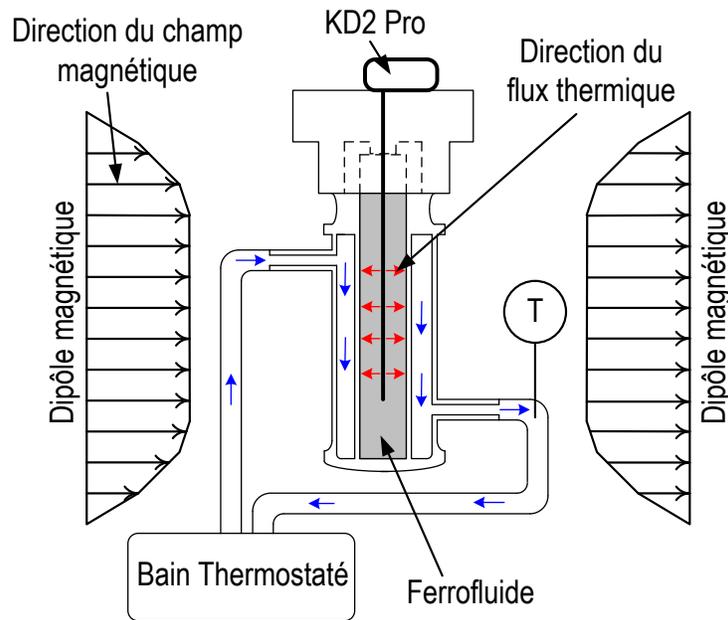
- 1) l'homogénéité de la température du fluide sous test : celle-ci doit être stable dans le temps afin de bien identifier la température due à l'application du flux de chaleur. Les mesures avec le KD2 Pro sont donc à effectuer à l'équilibre thermique,
- 2) les transferts de chaleur par convection naturelle : en présence de convection, la linéarité existante entre la variation de la température et le temps est rompue, ce qui fausse la mesure de la conductivité thermique. Ainsi, il est préconisé d'effectuer les mesures avec une sonde en position verticale et de s'affranchir des vibrations lors du test. Enfin, il est à noter que le temps de mesure peut être ajusté en fonction du temps nécessaire pour le développement de la convection naturelle. Cependant, ce temps doit tenir compte de la nature du fluide et de la température de mesure. Cette dernière remarque peut donc expliquer le temps caractéristique restreint du KD2 Pro lors de la mesure sur fluide.

### 3.3.3. Dispositif expérimental

Comme nous venons de le voir, l'homogénéité de la température est primordiale pour assurer une mesure fiable de la conductivité thermique. Ainsi, la température de l'échantillon à tester est imposée par un fluide caloporteur (eau) circulant entre deux cylindres coaxiaux en cuivre. La circulation du fluide caloporteur est assurée par un bain thermostaté qui assure une température

maximale de 80°C. Cette dernière est mesurée à l'aide d'un thermocouple situé à la sortie du circuit du fluide caloporteur. Par ailleurs, le cylindre contenant l'échantillon de test a un diamètre de 13,6 mm et une longueur totale de 65 mm. Au centre de ce cylindre est insérée la sonde KD2 Pro qui possède un diamètre de 1,28 mm et une longueur de 60 mm. Notons que la longueur d'immersion de la sonde est de 50 mm suite au système d'étanchéité (hauteur 10 mm) que nous avons mis en place afin de permettre la rotation du dispositif (vertical, horizontal).

Les dimensions extérieures de ce cylindre imposent donc l'utilisation d'un grand entrefer magnétique pour la mesure sous champ. Pour ce faire, nous avons utilisé un électro-aimant disponible au G2ELab ayant un entrefer de 85 mm et pouvant délivrer une induction allant jusqu'à 2 Tesla. Cet entrefer est nécessaire afin de prendre en considération l'épaisseur de l'isolation thermique autour des cylindres. La Figure 3.30 présente le descriptif du banc expérimental décrit ci-dessus.



**Figure 3.30.** Dispositif de mesure de la conductivité thermique sous champ magnétique (en position verticale).

#### 3.3.4. Etalonnage et validation du banc de mesure de la conductivité thermique

Avant de procéder aux tests sur ferfluïdes, nous avons effectué une série de vérifications préliminaires afin de vérifier la pertinence et la fiabilité de nos résultats. Pour ces tests, nous avons donc utilisé un fluide étalon (eau) dont la conductivité thermique est connue en fonction de la température.

Le premier test que nous avons effectué consiste à valider la longueur d'immersion de la sonde. Nous avons donc testé trois configurations à température ambiante: i) sonde totalement immergée, ii) sonde immergée à 50 mm, iii) sonde immergée à moitié. La première et la

deuxième configuration permettent de retrouver la valeur de la conductivité thermique de l'eau. En revanche, l'immersion à moitié présente une différence de plus de 80% par rapport à la valeur de la conductivité de l'eau.

#### **3.3.4.1. Influence de la position de la sonde KD2 Pro sur la mesure de la conductivité thermique**

Dans notre cas, la sonde doit occuper une position verticale puis horizontale afin de vérifier l'influence de la direction du champ magnétique par rapport à celle du flux de chaleur. Ainsi, les mesures sur l'eau à une température de 20°C ont donné les résultats présentés dans le Tableau 3.2. Nous remarquons que le cas vertical est le plus favorable permettant de retrouver la valeur de référence avec des écarts relatifs inférieurs à l'incertitude de mesures de la sonde KD2 Pro ( $\pm 5\%$ ). En revanche, les mesures en position horizontale mettent en avant des écarts relatifs supérieurs à la précision de la sonde. La différence entre les deux mesures est liée à la convection naturelle qui se crée dans l'eau. Celle-ci est plus importante lorsque le dispositif est horizontal grâce à la direction du champ gravitationnel qui est parallèle au flux de chaleur et contribue au mouvement dans le fluide.

Ce mouvement convectif est limité lorsque le flux de chaleur est perpendiculaire à la direction de la gravité avec une sonde en position verticale. Ce phénomène dépend fortement de la viscosité du fluide. Pour démontrer cette affirmation, nous avons effectué les mêmes tests sur de la glycérine qui présente une viscosité de 1,49 Pa.s. Dans ce cas, nous n'avons pas remarqué de différence significative entre les deux cas vertical et horizontal comme le montrent les résultats présentés dans le Tableau 3.2.

Enfin, dans notre cas, les ferrofluides présentent une viscosité élevée par rapport à celle de l'eau (5 à 8 fois). Le développement de la convection naturelle sera donc quasi-nulle, les forces visqueuses devenant prépondérante devant les forces de gravité, ce qui nous permet alors de valider le positionnement horizontal avec le ferrofluide.

Température de test = 20°C		λ vertical		λ horizontal		λ vertical sous champ		
		W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	Ecart relatif en %	W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	Ecart relatif en %	mT	W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	Ecart relatif en %
Eau (λ référence =0,598 W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	Test 1	0,595	0,5%	0,661	10,5%	130	0,577	3,5%
	Test 2	0,59	1,3%	0,64	7,0%	245	0,603	0,8%
	Test 3	0,601	0,5%	0,662	10,7%	485	0,581	2,8%
	Test 4	0,576	3,7%	0,655	9,5%	900	0,587	1,8%
Glycérine (λ référence =0,285 W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	Test 1	0,283	0,7%	0,281	1,4%	-		
	Test 2	0,286	0,4%	0,280	1,8%	-		

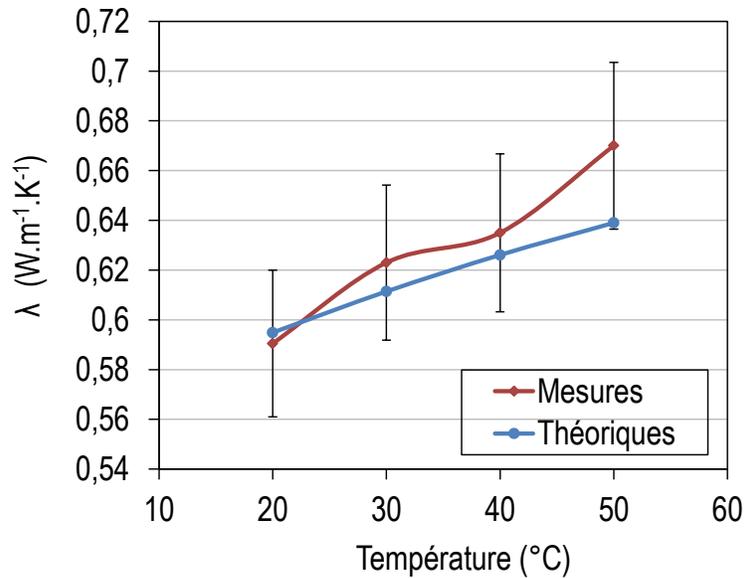
**Tableau 3.2.** Effet de la position de la sonde KD2 Pro et du champ sur la mesure de λ.

#### 3.3.4.2. Effet du champ magnétique sur la sonde KD2 Pro

Le Tableau 3.2 met aussi en évidence l'effet du champ magnétique sur la mesure. Ce test permet de vérifier l'influence de l'intensité du champ magnétique sur la sonde KD2 Pro (celle-ci étant en position verticale). Pour cela, nous avons effectué des mesures sur l'eau en présence d'un champ magnétique allant jusqu'à 900 mT. Nous constatons que la variation de l'intensité du champ n'a pas d'effet notable sur les mesures de conductivité thermique et que les variations observées demeurent dans l'intervalle de précision de l'appareil.

#### 3.3.4.3. Comportement de la sonde KD2 Pro en fonction de la température

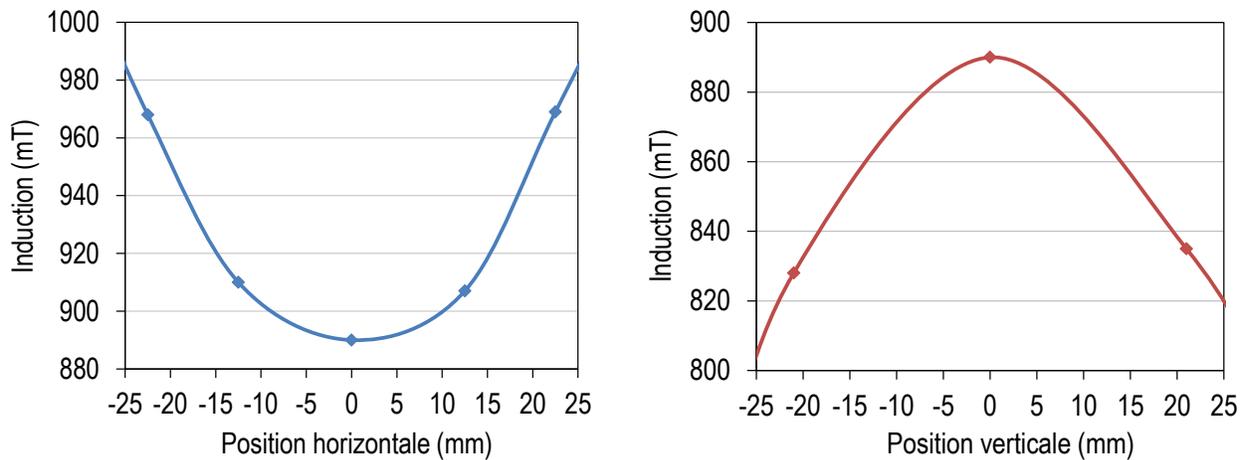
Ce test a pour but de valider la mesure de la conductivité thermique en fonction de la température. La Figure 3.31 nous indique une bonne concordance entre les valeurs de références [4] et celles mesurées par notre système. Cela est vrai pour une température allant jusqu'à 50°C. Au-delà de cette valeur, les mesures ne sont plus conformes. L'explication à donner à cette observation est fonction de la viscosité de l'eau. La forte diminution de ce paramètre favorise l'apparition de la convection naturelle qui influence négativement les résultats de mesure.



**Figure 3.31.** Évolution de la conductivité de l'eau en fonction de la température. Sonde en position verticale.

#### 3.3.4.4. Caractérisation de la source de champ magnétique

Comme dans le cas de la caractérisation du circuit magnétique pour le rhéomètre, ce test permet d'établir le niveau d'induction et son degré d'homogénéité dans l'entrefer. Pour ce faire, nous avons utilisé la sonde à effet Hall FW Bell 4048 afin de balayer verticalement et horizontalement la zone centrale de l'entrefer. Cette zone correspond à la position occupée par la sonde KD2 Pro. La Figure 3.32 montre les deux balayages effectués pour les zones qui correspondent à la longueur de la sonde KD2 Pro insérée dans le fluide (50 mm). Nous déduisons que la variation maximale de l'induction, dans les deux cas, est de l'ordre de 10%. De plus, la position horizontale présente des valeurs d'induction plus élevées par rapport à la position verticale. Cette différence est due au fait que dans la position horizontale, la sonde à effet hall est proche des pôles magnétiques, tandis que pour la position verticale, la sonde est située au milieu de l'entrefer. Par ailleurs, il est à noter que l'induction maximale dans la position verticale correspond à l'induction minimale dans le cas horizontal. Enfin, de part ces observations, nous avons validé l'utilisation de cette source de champ magnétique car le ferrofluide sera soumis au final au gradient de champ quasi-similaire. Néanmoins, le réglage de la valeur d'induction est nécessaire lors du passage de la position horizontale à la position verticale, ce qui permet de comparer les deux positionnements.

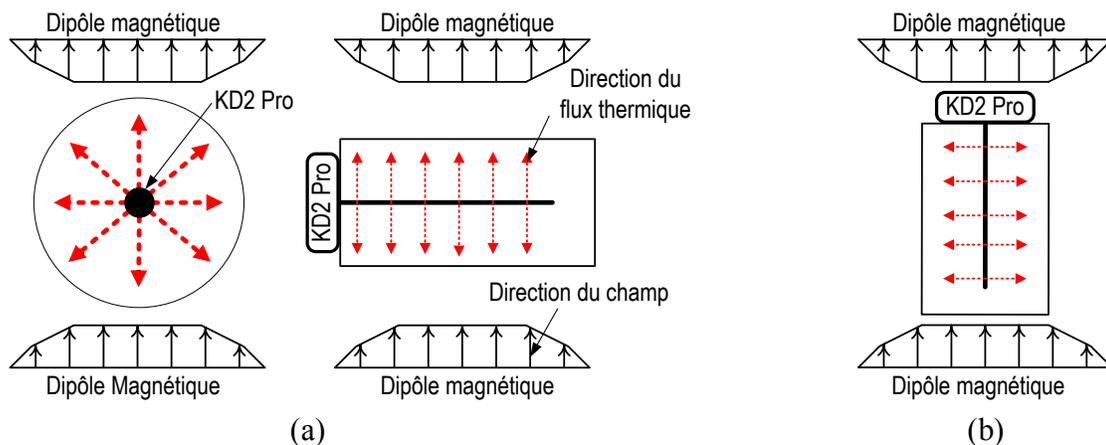


**Figure 3.32.** Variation de l'induction dans l'entrefer pour deux positionnements de la sonde KD2 Pro correspondant aux zones utiles occupées par le fluide sous test.

### 3.3.5. Mesure de la conductivité thermique des ferrofluides sous champ

Les tests sous champ magnétique sont réalisés sur le ferrofluide EFH-1 produit par Ferrotec. Les caractéristiques de ce ferrofluide sont données dans l'annexe 2. La mesure de la conductivité thermique est faite en fonction de la température (20 à 80°C) sous une gamme d'induction allant jusqu'à 800 mT.

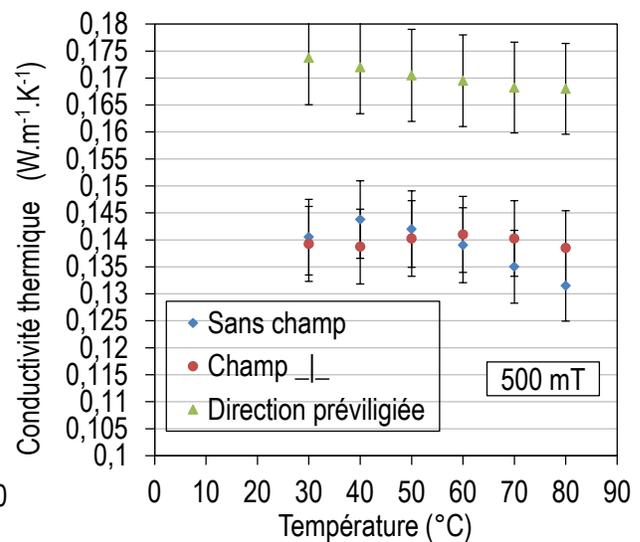
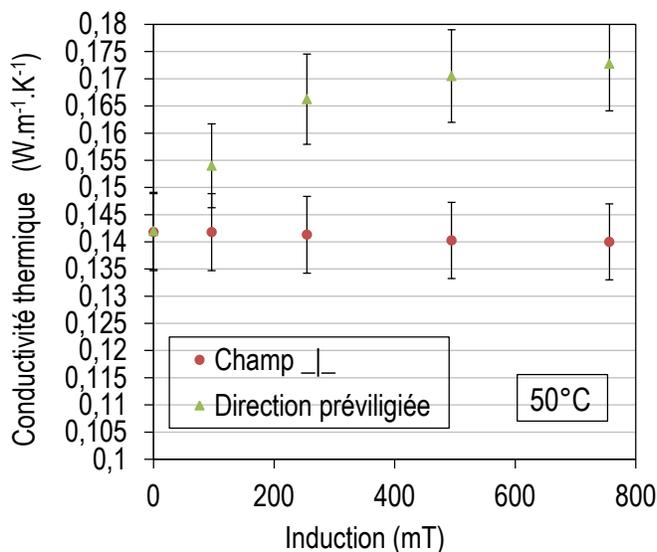
Le flux thermique dissipé par la sonde KD2 Pro est radial ce qui permet de définir deux directions au regard du champ magnétique. Lorsque le champ est perpendiculaire à l'axe de la sonde KD2 Pro, la direction par rapport au flux thermique est appelée « *direction privilégiée* » (cf. Figure 3.33.a)). Tandis que lorsque le champ magnétique est parallèle à l'axe de la sonde KD2 Pro, la direction au flux thermique est appelée « *direction perpendiculaire* » (cf. Figure 3.33.b)). Un schéma explicatif est donné sur la Figure 3.33.



**Figure 3.33.** Positions occupées par la sonde KD2 Pro dans l'entrefer. (a) Le champ magnétique est dans une direction privilégiée par rapport au flux thermique. (b) Le champ est appliqué perpendiculairement au flux thermique.

La Figure 3.34 présente l'évolution de la conductivité thermique pour trois configurations à 50°C : sans champ magnétique, avec champ perpendiculaire et avec champ appliqué dans la direction privilégiée. L'amélioration de la conductivité est effective dans le cas de la direction privilégiée. Cette amélioration dépend de l'intensité du champ magnétique appliqué. Lorsque l'induction est supérieure à 750 mT, l'amélioration atteint 20 % par rapport au cas sans champ. En revanche, aucune amélioration significative n'est obtenue dans le cas perpendiculaire même en augmentant l'intensité du champ. La valeur de la conductivité est donc similaire au cas sans champ. Par ailleurs, l'étude de la conductivité thermique en fonction de la température (Figure 3.35), montre une diminution de celle-ci en fonction de la température pour les trois configurations étudiées. Notons, que la diminution de la conductivité thermique en fonction de la température reste faible. En effet, quand la température augmente de 30 à 80°C, la diminution de la conductivité est de l'ordre de 6%. Il est donc difficile de conclure sur l'influence de la température dans la mesure où ce pourcentage est proche de la précision de la sonde KD2 Pro ( $\pm 5\%$ ). Cependant, les essais de reproductibilité ont montré un comportement identique.

Pour expliquer l'amélioration de la conductivité thermique, nous allons nous servir de la Figure 3.36. En l'absence du champ magnétique (Figure 3.36.a), les particules sont dispersées aléatoirement grâce à l'agitation thermique. Cette dernière empêche le regroupement des particules entre-elles. Lorsque le champ est activé, les particules ont tendance à s'organiser et à aligner leur moment magnétique selon la direction du champ. Ainsi, une compétition apparaît entre l'énergie d'agitation thermique et l'interaction dipôle-dipôle. Le regroupement des particules va donc dépendre de ces deux énergies. En augmentant l'intensité du champ, l'énergie d'interaction entre particules a tendance à diminuer en faveur de la force entre particules qui devient très grande.

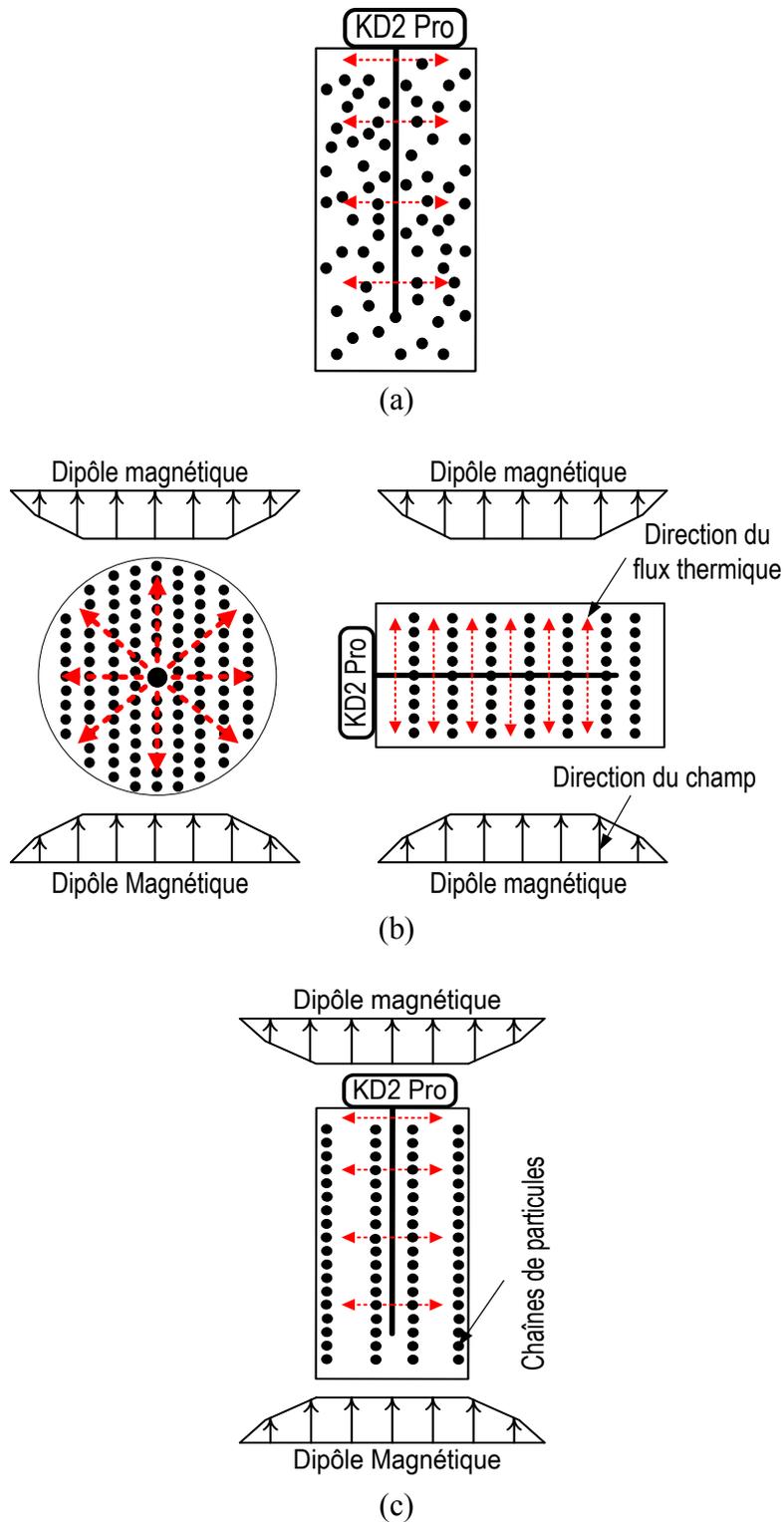


**Figure 3.34.** Effet de l'induction sur la conductivité thermique de l'EFH-1.

**Figure 3.35.** Influence de la température sur la conductivité thermique de l'EFH-1.

Par conséquent, la distance qui sépare les particules diminue ce qui provoque leur regroupement. Les particules s'organisent et forment des chaînes de particules. Comme nous l'avons vu dans le chapitre 2, le paramètre d'interaction permet de prédire la formation de ces chaînes de particules. Dans le cas de l'EFH-1, il est difficile de le calculer car nous n'avons pas d'information sur la granulométrie des particules. Toutefois, notons que la formation des chaînes est vérifiée pour des particules de magnétite ayant un diamètre de 12 nm. Par ailleurs, la mesure de la conductivité thermique permet de consolider le rôle des chaînes de particules. En effet, lorsque le champ magnétique est dans la direction privilégiée au flux thermique, les particules forment des chaînes selon la direction du flux de chaleur. Ainsi, ces particules permettent le transfert de chaleur de proche en proche ce qui se traduit par une amélioration de la conductivité thermique du ferrofluide (cf. Figure 3.36.b). Il est à noter que ces chaînes de particules ne seront pas toutes dans la direction du flux de chaleur, comme le montre la Figure 3.36.b, mais seulement une partie d'entre elles. La mesure globale effectuée avec la sonde KD2 Pro ne permettra donc pas de quantifier l'anisotropie de la valeur de conductivité thermique que l'on peut supposer dans cette configuration géométrique. Dans le cas où le champ magnétique est appliqué perpendiculairement au flux de chaleur, les chaînes de particules sont alors perpendiculaires au flux thermique (cf. Figure 3.36.c), et aucune amélioration de la conductivité thermique n'est observée. Nous pouvons en conclure que l'amélioration de la conductivité thermique est due aux chaînes de particules formées sous champ magnétique.

*Remarque* : l'augmentation de l'intensité du champ magnétique peut dans certains cas ne pas améliorer la conductivité thermique. En effet, certains auteurs montrent que la conductivité thermique du ferrofluide diminue en fonction du temps d'exposition au champ magnétique. Par manque de temps, nous n'avons pas pu vérifier cette affirmation. Cependant, nous supposons que le regroupement de chaînes de particules (formation de cylindre de particule d'un grand diamètre) peut engendrer un phénomène de sédimentation altérant ainsi les propriétés du ferrofluide et, dans ce cas précis, sa conductivité thermique.



**Figure 3.36.** Formation de chaînes de particules pour les trois configurations étudiées. (a) sans champ magnétique, (b) direction privilégiée, (c) direction perpendiculaire.

### 3.3.6. Conclusion partielle

Nous avons pu, à travers cette partie, déterminer l'influence et le rôle des chaînes de particules formées lorsque le ferrofluide est soumis à un champ magnétique. Le banc expérimental que nous avons conçu permet de répondre au cahier des charges initial. Cependant, nous n'avons pas abordé la mesure de la conductivité thermique dans le temps. Une amélioration de la source de champ de ce prototype permettra de mieux caractériser l'impact du champ sur le ferrofluide. Enfin, les résultats de ces observations expérimentales auront principalement des retombées sur l'étude du coefficient d'échange convectif des ferrofluides. Un dispositif dédié a également été réalisé pour mesurer ce coefficient d'échange convectif et sera présenté dans la partie suivante.

## 3.4. Dispositif de mesure du coefficient d'échange convectif sous champ magnétique

### 3.4.1. Motivations et contraintes

L'objectif de cette partie est de présenter le dispositif expérimental que nous avons mis en place pour l'étude de la convection forcée des ferrofluides sous champ magnétique. Cette démarche s'inscrit pleinement dans l'intensification des échanges de chaleur dans les systèmes de refroidissement. L'utilisation des ferrofluides dans ces systèmes nécessite la connaissance de leur comportement thermo-hydraulique. Comme nous l'avons vu dans le chapitre 2, peu d'études ont été réalisées sur le coefficient d'échange des ferrofluides en convection forcée. La plupart d'entre elles ont utilisé une géométrie de canal cylindrique et appliqué un champ magnétique perpendiculaire à la direction de l'écoulement. Toutefois, aucune étude n'a pour l'instant été faite sur l'orientation du champ magnétique par rapport au flux thermique. Comme nous venons de le voir dans le cas de la conductivité thermique, la direction du champ est importante et joue un rôle majeur dans l'amélioration de cette propriété. La direction du champ magnétique pourrait donc avoir une influence importante sur le coefficient d'échange convectif. Nous nous sommes donc démarqués dans l'étude du coefficient d'échange convectif  $h$  des ferrofluides en convection forcée par l'application d'un champ magnétique parallèle ou perpendiculaire au flux thermique.

Pour réaliser ces mesures, nous avons développé une boucle thermo-hydraulique, comprenant plusieurs éléments. La section d'essais est un sous-ensemble important de cette boucle. En effet, c'est au sein de cet élément que le coefficient  $h$  est mesuré. Le choix de la section d'essais et des différents organes de la boucle thermo-hydraulique dépend de plusieurs paramètres :

- la quantité de fluide utilisée dans la boucle : l'utilisation des ferrofluides commerciaux limite les quantités en notre possession. La boucle thermo-hydraulique doit donc contenir un volume total inférieur à 300 ml. Les tests seront donc effectués en boucle fermée,
- le régime d'écoulement : au vu du comportement des ferrofluides en régime laminaire (cf. chapitre 2), nous nous sommes focalisés sur l'étude du régime laminaire. Toutefois, en fonction de la viscosité, le régime transitoire pourra être atteint pour certains ferrofluides,

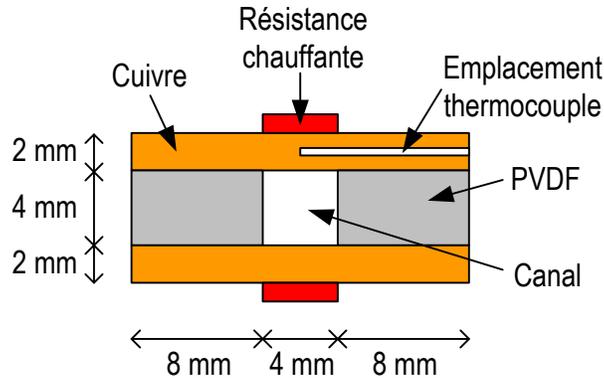
- la mesure de  $h$  par flux imposé : le choix de ce mode est justifié, d'une part, par le fait que la configuration à flux imposé se rapproche de celle d'un système électronique et, d'autre part, par sa facilité de mise en œuvre. En effet, des conditions d'essais à température imposée, exigent l'utilisation d'un fluide à changement de phase afin d'imposer une température uniforme sur l'ensemble de la surface d'échange, ce qui implique d'un point vu pratique, une installation plus importante et onéreuse,
- les pertes de charge : cette condition est régie par la faible quantité de fluide qui impose l'utilisation de petites géométries, ce qui implique une perte de pression importante. De ce fait, pour limiter la puissance de pompage (i.e. le choix de la pompe), nous nous sommes imposé un seuil de pertes de charge de 2,5 bars dans toute la boucle,
- la géométrie de la section d'essais : notre volonté d'appliquer un champ magnétique parallèle et perpendiculaire au flux de chaleur limite l'utilisation des géométries classiques (circulaire, annulaire...). Cela implique donc l'application d'un flux thermique sur seulement quelques faces de la section d'essais,
- les dimensions de la section d'essais : les mesures de  $h$  seront faites dans des conditions d'établissement thermique et hydrodynamique. Ces deux paramètres vont permettre la détermination de la longueur de la section d'essai,
- le champ magnétique : dans la perspective d'étudier les ferrofluides sous champ magnétique intense, nous avons fixé la valeur d'induction à 600 mT. De plus, le champ magnétique sera appliqué sur toute la longueur de la section d'essais. Cela permettra de vérifier de certains paramètres que nous évoquerons dans le chapitre 4.

#### 3.4.2. Dimensionnement de la section d'essais

En tenant compte des contraintes mentionnées ci-dessus, nous avons opté pour un canal de section carrée. La section d'essais est constituée de deux plaques en cuivre de longueur 1,5 m séparées par une plaque en matériau isolant PVDF (poly fluorure de vinylidène). Dans cette dernière, une rainure de 4×4 mm forme, avec les plaques en cuivre, un canal de section carrée correspondant à un diamètre hydraulique de 4 mm. Le but de cette démarche est de créer une direction privilégiée du flux de chaleur et d'appliquer un champ magnétique parallèlement ou perpendiculairement à ce dernier. Une coupe transversale de la section de tests est donnée sur la Figure 3.37.

Une géométrie rectangulaire permet aussi de satisfaire à la condition liée à l'orientation du champ magnétique. Toutefois, les calculs de dimensionnement ont montré qu'avec une géométrie rectangulaire de faible diamètre hydraulique (1,6 mm), les pertes de charges sont élevées (pouvant atteindre 2 bars pour les forts débits). En revanche, les longueurs d'établissement hydrodynamique et thermique sont raisonnables induisant une longueur totale de la section

d'essais de 1,5 m. Nous avons calculé la perte de charge et le nombre de Reynolds en fonction du facteur de forme géométrique du canal. Ce dernier est défini comme étant le rapport entre la hauteur et la largeur du canal ( $fact = \frac{hauteur(a_0)}{largeur(b_0)}$ ). Ainsi, pour un débit fixé, l'augmentation du facteur de forme géométrique (i.e. diminution de la largeur pour une hauteur imposée) engendre une élévation du nombre de Reynolds et de la perte de charge. Suite à ce résultat, nous avons donc préféré privilégier le cas optimal caractérisé par une faible perte de charges, en l'occurrence, un facteur de forme géométrique valant 1.



**Figure 3.37.** Géométrie du canal de mesure du coefficient  $h$ .

Notons que les dimensions du canal carré sont définies, par des contraintes liées à la quantité de fluide et aussi à son positionnement dans l'entrefer magnétique. Ces dimensions sont également contraintes par les critères d'établissement thermique et hydraulique évoqués dans le cahier des charges. De plus, afin d'améliorer la précision de mesure du coefficient  $h$ , la différence de température entre la paroi et le fluide doit être supérieure à  $10^\circ\text{C}$ . Pour répondre à ces exigences thermique et hydraulique, nous avons donc utilisé les corrélations [5] données par les équations (3.1) et (3.2) valables pour un canal carré chauffé par deux parois en régime laminaire afin de déterminer les distances d'établissement :

$$L_{Hy} = 0,09 D_h Re \quad (3.1)$$

$$L_{Th} = 0,056 D_h Re Pr \quad (3.2)$$

$D_h$  représente le diamètre hydraulique,  $Re$  le nombre de Reynolds et  $Pr$  le nombre de Prandtl.

Pour un canal de côté 4 mm, nous avons retenu que pour un  $Re = 1800$  la longueur d'établissement hydrodynamique atteignait 600 mm et que la distance d'établissement thermique dépasse les 3 mètres. Nous avons donc estimé que ces valeurs étaient très grandes compte tenu des restrictions liées à la quantité de fluide et à la difficulté expérimentale. Par conséquent, nous avons admis que la mesure de  $h$  en régime thermique établi est assurée pour des Reynolds inférieur à 400, ce qui correspond à  $L_{Th} = 720$  mm (Cela va dépendre fortement de la viscosité du

fluide et de sa conductivité thermique). En revanche, l'établissement hydrodynamique est vérifié pour des valeurs de Reynolds plus importantes allant jusqu'à 1500, dans ce cas  $L_{Hy} = 500$  mm. Par ailleurs, avec une telle configuration de la section de tests, la température entre la paroi et le fluide ( $\Delta T > 10^\circ\text{C}$ ) est largement assurée pour toute la gamme du régime laminaire. Enfin, nous récapitulons dans les Tableau 3.3, Tableau 3.4, respectivement, les caractéristiques hydrodynamiques et thermiques d'un ferrofluide commercial (cf. Tableau 3.6 pour les propriétés physiques) dans la section d'essais.

Canal ( $\text{mm}^2$ )	Débit (l/h)	Re	$L_{Hy}$ (mm)	Perte de charges (mbar)	$L_{hy}$ pour $\text{Re}=300$
4×4	5 à 102	85 à 1700	30 à 600	8 à 160	108 mm

**Tableau 3.3.** Caractéristiques hydrodynamiques de l'écoulement dans la section d'essais.

Canal (mm)	$L_{Th}$ (mm)	$T_{\text{sortie}}-T_{\text{entrée}}$ ( $^\circ\text{C}$ )	$T_{\text{paroi}}-T_{\text{fluide}}$ ( $^\circ\text{C}$ ) (régime établi)	$L_{Th}$ (mm) pour $\text{Re}=300$
4×4	160 à 3000	63 à 3,5	22 $^\circ\text{C}$	550

**Tableau 3.4.** Caractéristiques thermiques pour un écoulement de ferrofluide dans la section d'essais. Puissance de dissipation 180 W.

En se servant des résultats des Tableau 3.3 et Tableau 3.4, nous avons déterminé la longueur de la section d'essais ainsi que les dimensions du canal en cherchant un compromis raisonnable prenant en compte les diverses contraintes du cahier des charges. Ces dimensions sont données dans le Tableau 3.5.

Canal (mm)	$L_{Th}$ (mm)	$L_{Hy}$ (mm)	Longueur totale (mm)
4×4	1000	420	1500

**Tableau 3.5.** Caractéristiques géométriques de la section d'essais.

Il est à noter que les résultats obtenus sont très dépendants des propriétés physiques (viscosité, capacité calorifique, conductivité thermique...) des ferrofluides. Certains ferrofluides que nous avons testés dans la boucle ont permis d'atteindre le régime turbulent, tandis que d'autres ne dépassaient pas un  $\text{Re} = 1200$ . Cependant, au regard du cahier des charges que nous nous sommes fixés, le régime fortement laminaire ( $\text{Re} < 1000$ ) sera pleinement exploré pour tous les ferrofluide dont nous disposons.

Remarques importantes:

- 1) Les résultats précédents sont obtenus pour un ferrofluide commercial à base d'huile. Ses caractéristiques sont données dans le Tableau 3.6.
- 2) Le volume total du ferrofluide dans la section d'essais conformément aux dimensions données dans le Tableau 3.5 est de 16 ml.

Masse volumique ( $\text{kg.m}^{-3}$ )	Viscosité dynamique ( $\text{mPa.s}$ )	Conductivité thermique ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )	Capacité calorifique ( $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )
1200	5	0,85	1400

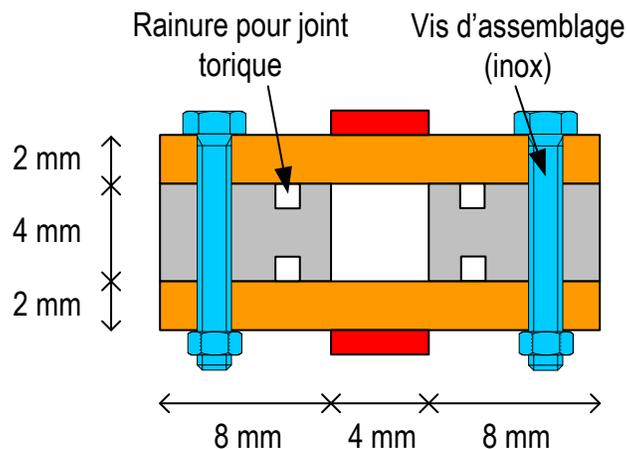
**Tableau 3.6.** Propriétés physiques du ferrofluide utilisé pour le dimensionnement de la boucle.

### 3.4.3. Réalisation mécanique de la section d'essais

La mesure du coefficient  $h$  dans la boucle se fait en circuit fermé. Vue la composition de la section d'essais, il est important d'assurer son étanchéité. De plus, comme il est montré sur la Figure 3.37, des perçages sont réalisés au niveau des plaques en cuivre pour permettre l'insertion des thermocouples chemisés de type K de diamètre 0,5mm. Ces aspects contribuent fortement à la détermination des dimensions externes de la section de tests.

La Figure 3.38 montre la technique choisie pour assurer l'étanchéité de la section d'essais. Nous avons utilisé un joint torique en viton inséré dans une rainure de largeur 1,2 mm usiné dans le PVDF. L'assemblage des plaques en cuivre sur le PVDF se fait par l'intermédiaire de vis en inox 316L de diamètre 2,5 mm traversant les trois plaques. Ces vis sont disposées sur un intervalle de 50 mm le long de la section de tests. Ainsi, pour assurer une bonne tenue mécanique de l'ensemble, nous avons défini une largeur de 8 mm de part et d'autre du canal de mesure.

Par ailleurs, le choix du matériau cuivre et de l'épaisseur de ces deux plaques (2 mm) est justifié d'une part, par la tenue mécanique de la plaque notamment lors de la réalisation des perçages pour thermocouple (diamètre 0,6 mm), et d'autre part, par la minimisation de la résistance thermique engendrant un faible gradient de température au sein de la plaque. En effet, l'utilisation, par exemple, du matériau inox provoquerait une résistance thermique 20 fois supérieure à celle du cuivre contribuant négativement à la diffusion du flux de chaleur dans la section d'essais.



**Figure 3.38.** Réalisation de l'étanchéité et assemblage de la section d'essais.

#### 3.4.4. Boucle thermohydraulique

La Figure 3.39 présente un schéma simplifié du circuit hydraulique du banc expérimental. Pour une meilleure lisibilité de cette figure, seuls les éléments principaux de la boucle sont représentés. L'écoulement du fluide s'effectue en boucle fermée à travers différents éléments : une section d'essais dont les caractéristiques sont décrites précédemment, un débitmètre, un échangeur de chaleur pour le refroidissement du fluide de travail et une pompe volumétrique délivrant une pression de 5,2 bars. Grâce à ses têtes interchangeable, la pompe volumétrique permet de couvrir une large gamme de débit (i.e. pression) allant du ml au l/min. Cela permet donc d'étudier des fluides visqueux et peu visqueux sans avoir recours au changement de la pompe. La boucle d'essais est aussi équipée de systèmes de mesure de température et de pression. Ils sont localisés au niveau de la section d'essais. Sur les plaques en cuivre de la section d'essais sont montés des éléments chauffant permettant d'imposer un flux de chaleur au fluide en test.

Par ailleurs, une pompe à vide permet de baisser la pression dans le circuit avant le remplissage de ce dernier à partir d'un réservoir d'une capacité de 500 ml. De plus, la boucle comporte une vanne de vidange qui assure l'évacuation des fluides après tests. Il est important de noter que la boucle est raccordée au réseau d'eau de ville et à un compresseur d'air. Le but de cette démarche est de faciliter le rinçage et la vidange de la boucle. Enfin, le raccordement entre les éléments de la boucle est réalisé par une tuyauterie en polyamide et une connectique (vannes et raccords) Swagelok.

#### 3.4.5. Équipements métrologiques de la boucle

Comme nous venons de le voir, la boucle comporte un échangeur de chaleur qui a pour rôle de capter l'énergie récupérée par le fluide lors de son passage dans la section d'essais. En tenant compte de la contrainte sur la quantité de fluide, nous avons choisi une géométrie multitubulaire. Cette dernière permet d'augmenter la surface d'échange et de minimiser la quantité de fluide ainsi que les pertes de charge dans l'échangeur. Ainsi, l'échangeur a été dimensionné et conçu pour évacuer une puissance théorique de 700 W par échange thermique en convection forcée avec de l'eau provenant d'un refroidisseur à circulation de type Julabo FC1200. Cet échangeur est composé de quatre tubes montés en parallèle en inox de 4 mm de diamètre intérieur et de 6 mm de diamètre extérieur dans lequel le fluide principal (ferrofluide) circule. Le fluide secondaire, quant à lui, est contenu dans un tube de 20 mm de diamètre interne qui enveloppe les tubes du fluide principal. Par ailleurs, la longueur des tubes est de 800 mm, celle-ci a été déterminée au regard de la gamme de débit que nous avons définie précédemment. La réalisation de cet échangeur a été faite au service cryogénie de l'institut Néel, il a été soumis au test d'étanchéité par hélium liquide.

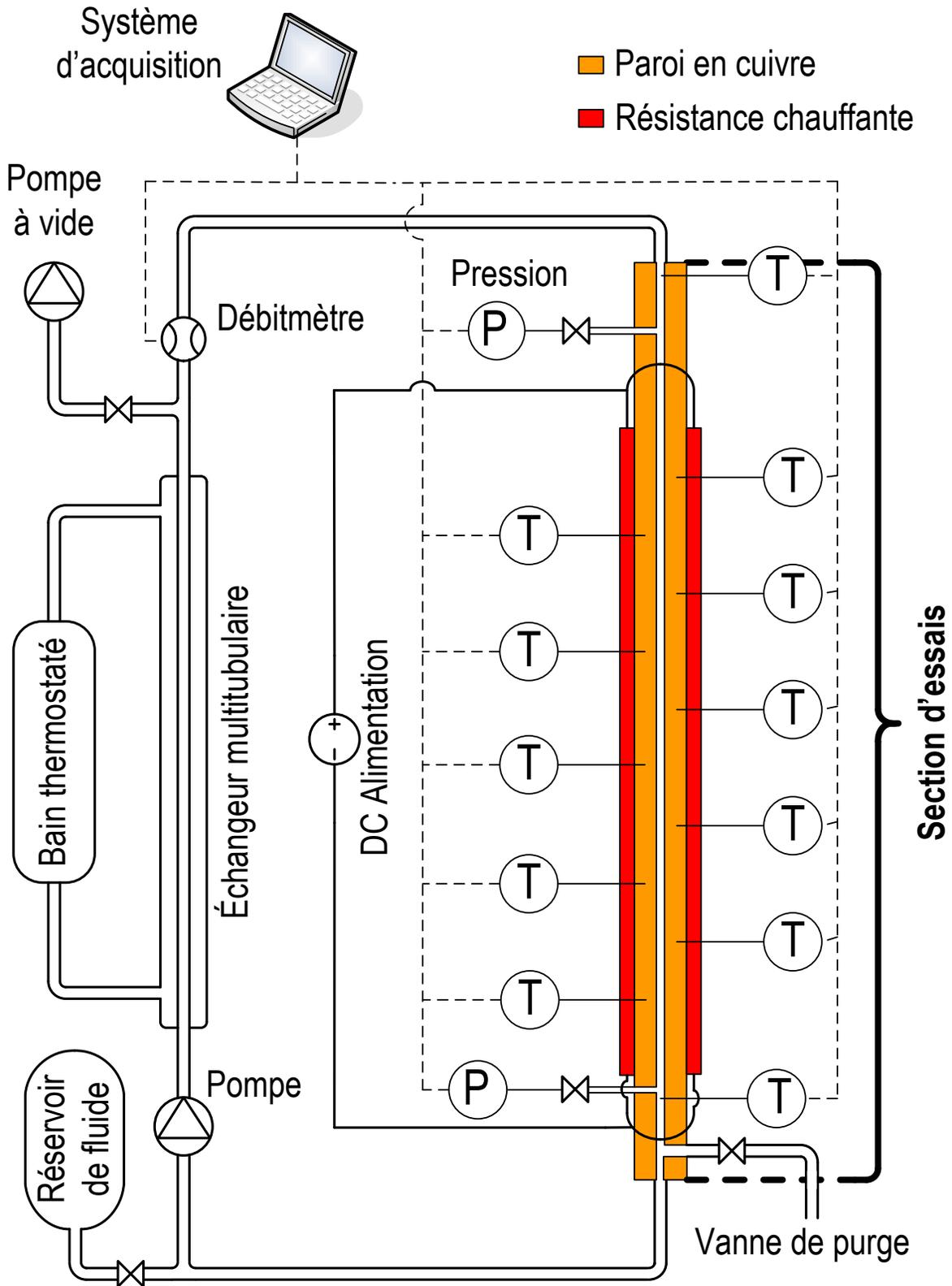


Figure 3.39. Éléments constitutifs de la boucle thermo-hydraulique.

### 3.4.5.1. Mesure du débit

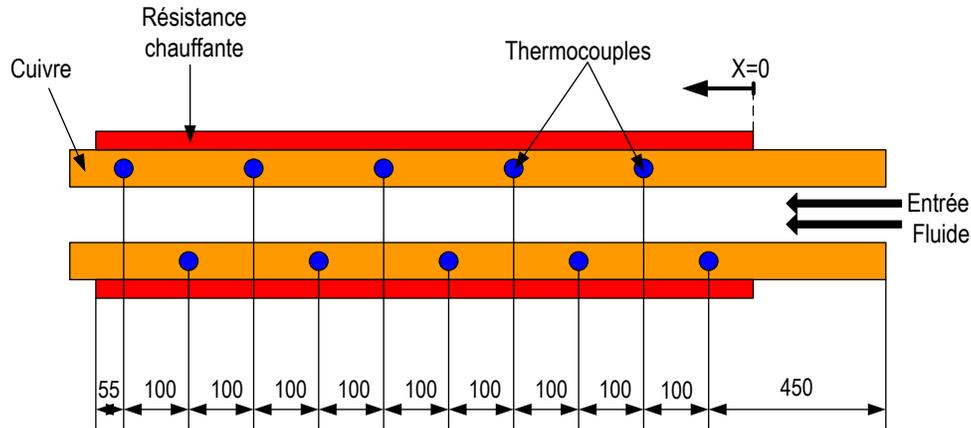
Le premier débitmètre utilisé sur la boucle thermo-hydraulique était fabriqué par la société Kobold. Il s'agit du modèle DOM-x10 basée sur une technologie à engrenage à roue ovales. Ce dernier a une plage de mesure allant de 2 à 100 l.h<sup>-1</sup> et présente une bonne précision de  $\pm 1\%$  sur cette gamme de mesure. Le choix de ce débit mètre est conditionné par sa faible perte de charges ainsi que son volume réduit de fluide. De plus, selon le constructeur, cette technologie est recommandée pour les fluides visqueux et chargés en particules. Toutefois, après 4 mois de fonctionnement, nous avons eu un blocage au niveau des engrenages. Ce problème peut-être dû à la sédimentation d'un ferrofluide et à l'interaction de ce dernier avec les aimants contenus dans le débitmètre. Par conséquent, nous avons opté pour une autre technologie de mesure de débit basée sur l'effet Coriolis. Ce débitmètre massique est produit par Endress-Hauser modèle Promass et présente une précision similaire au DOM-x10. Cependant, la quantité de fluide nécessaire à son fonctionnement est significative (15 ml). Enfin, notons que les deux débitmètres ont subi un étalonnage préalable sur une boucle hydraulique annexe, et ce pour la gamme de débit correspondant à notre cahier des charges.

### 3.4.5.2. Mesure de température

L'approche utilisée pour calculer le coefficient d'échange thermique dans la boucle est basée sur un bilan énergétique sur la section d'essais. De ce fait, la température de la paroi ainsi et que celle du fluide doivent être mesurées. Nous présentons sur la Figure 3.40 l'emplacement des thermocouples dans la section d'essais.

Une paire de thermocouples chemisés de type K, de diamètre 1 mm, commercialisés par TC Direct, a été utilisée pour mesurer la température du fluide en amont et aval de la section de tests. Afin d'avoir une meilleure précision de la température du fluide, nous avons mis en amont et en aval de la section d'essais deux mélangeurs statiques servant à brasser le fluide en amont de la mesure de température. L'insertion de ces deux thermocouples dans la section est réalisée avec des traversées étanches (en PTFE) que nous avons obtenues chez le même fabricant de thermocouples.

Les mesures de température dans la paroi sont faites par 10 thermocouples chemisés de type K de diamètre 0,5 mm disposés à intervalles réguliers de 100 mm le long des plaques en cuivre. Ces thermocouples sont insérés dans les plaques en cuivre dans des trous de 0,6 mm de diamètre sur une profondeur de 10 mm comme le montre la Figure 3.37. Ces emplacements destinés aux thermocouples de paroi sont remplis de graisse thermique afin de limiter les résistances thermiques d'interface dues à la présence d'air résiduel. Par ailleurs, nous remarquons, d'après la Figure 3.40, que les thermocouples sont insérés alternativement dans les plaques supérieure et inférieure de la section, cela dans le but d'avoir plus d'informations sur le comportement du fluide.



**Figure 3.40.** Emplacement des thermocouples (mm) le long de la section d'essais.

### 3.4.5.3. Éléments chauffants

L'application d'un flux de chaleur uniforme dans la section peut se faire par l'une de ces méthodes classiques : cartouches chauffantes, chauffage par effet joule des plaques en cuivre, résistances chauffantes. Nous avons fait le constat que les cartouches chauffantes intégrées dans les plaques en cuivre impliquaient l'augmentation de l'épaisseur de celles-ci, ce qui va au détriment de l'entrefer de la source de champ magnétique. Par ailleurs, nous avons aussi écarté la solution du chauffage par effet joule car la résistivité électrique du cuivre est faible, ce qui implique, pour les densités de puissance thermique envisagées (allant jusqu'à 300 W), l'application d'une forte densité de courant engendrant ainsi l'isolation électrique de la section d'essais. Ces constatations nous orientent donc vers l'utilisation de résistances chauffantes en film limitant l'épaisseur de l'élément chauffant. D'après les données du Tableau 3.5, nous avons fixé la longueur de ces résistances à 1000 mm situées à 420 mm de l'entrée du fluide dans la section d'essais. Elles présentent une largeur de 4 mm (ce qui correspond à la largeur du canal) et une épaisseur de 0,2 mm. Ces résistances sont fabriquées sur mesure par l'entreprise Captec. Toutefois, suite à la difficulté de réalisation liée à la longueur 1000 mm, nous avons donc utilisé quatre résistances de longueur 500 mm (deux résistances par face chauffée). Chaque résistance possède une puissance nominale de 500 W et une résistance de 14,7 Ohms. Néanmoins, le fabricant nous a recommandé de ne pas dépasser une température de 150 °C au niveau des résistances.

Hormis le centrage des résistances sur les plaques en cuivre, leur faible épaisseur nous a causé des difficultés de montage. Nous les avons donc fixées avec du kapton qui sert aussi d'isolant électrique. Notons qu'un bon plaquage des résistances permet d'augmenter la puissance de dissipation (i.e diminuer la résistance thermique d'interface élément chauffant/plaque en cuivre et ainsi diminuer la température des résistances électriques). Pour cette raison, que nous avons déposé une fine couche de graisse thermique à l'interface résistances/plaques en cuivre. Il est important de signaler que la face des résistances en contact avec les plaques en cuivre est également en cuivre. Cela permet une meilleure homogénéisation du flux de chaleur dissipé.

Le système d'alimentation des résistances chauffantes et de mesure de la puissance dissipée est composé d'une alimentation continue délivrant une puissance de 40 V et 20 A ainsi que de deux multimètres qui mesurent la tension et le courant équivalent dans les 4 résistances.

#### 3.4.5.4. Capteurs de pression

Deux capteurs de pression absolue sont utilisés dans la section pour mesurer la perte de charge linéaire dans le circuit. L'utilisation de ce type de capteur est justifiée par le volume de fluide qu'on souhaite minimiser. Une technologie différentielle nécessite un volume important de fluide compte tenu de la distance de mesure. En effet, les pertes de charges sont mesurées dans la zone soumise au flux de chaleur. La distance entre les deux capteurs absolus est donc de 1000 mm. Les capteurs utilisés sont de marque Keller-33X (cf. Figure 3.41), ayant une précision  $\pm 0,1\%$  et une résolution de  $0,002\%$  sur une gamme allant de 0 à 3 bars. Cette gamme est choisie conformément aux résultats obtenus sur le Tableau 3.3. Afin d'éviter la dérive du zéro des capteurs de pression, les références des capteurs sont remises à zéro à débit nul avant chaque série de mesure. Enfin, les deux capteurs ont été étalonnés dans un circuit annexe en comparant leurs résultats avec ceux d'un capteur différentiel. Cette expérience nous a permis de conclure que la gamme de pression des capteurs absolus utilisés n'était pas bien adaptée à la mesure des fluides non visqueux tels que l'eau du fait d'une perte de charge trop faible sur la longueur de la section d'essais. Il en découle alors que lors des tests de validation de la section d'essais avec eau, nous avons eu recours à un capteur différentiel pour la mesure de la perte de charge. Pour terminer, notons que la lecture des données de pression est faite par une interface fournit par le fabricant de ces capteurs.



**Figure 3.41.** Capteur de pression absolu piézo-résistives Keller-33X.

#### 3.4.5.5. Système d'acquisition de données

L'acquisition des données de température et de débit est faite par une centrale d'acquisition de marque Agilent. Celle-ci comprend une carte d'acquisition possédant 20 voies pour les mesures de température, tension, fréquence. Deux voies supplémentaires sont disponibles pour mesurer le courant. Les débitmètres que nous avons utilisés sont branchés sur les voies courant suite au choix d'utiliser leur sortie 4-20 mA. Ainsi, lors des tests avec les ferrofluides, nous avons choisi un pas de temps d'une seconde afin d'acquérir une valeur de courant. Le logiciel de la centrale d'acquisition permet de transformer la valeur du courant à celle du débit grâce à la loi qui caractérise la linéarité entre le débit et le courant. Notons que cette loi a été déterminée expérimentalement grâce à l'étalonnage du débitmètre. Par conséquent, la vraie valeur du débit est affichée directement sur le logiciel de la centrale de mesure Agilent.

Par ailleurs, les thermocouples de la section d'essais sont connectés aux autres voies de la carte d'acquisition. La compensation de la soudure froide peut se faire suivant deux méthodes. La première consiste à utiliser une compensation interne via une thermistance intégrée dans la carte d'acquisition, tandis que la seconde est basée sur une compensation externe. Malgré les performances de la compensation interne, notre choix s'est tourné vers la seconde méthode afin d'améliorer la précision de nos mesures, en particulier, lorsque la différence de température entre la sortie et l'entrée de la section est faible. Ainsi, la compensation externe de la soudure froide a nécessité la mise en place d'un boîtier isolé thermiquement qui permet la liaison des thermocouples entre la section d'essais et la carte d'acquisition. Cette jonction est réalisée par des dominos et la température du boîtier est mesurée par une sonde Pt100. La correction de la valeur de température finale est faite par la centrale en se servant de l'information donnée par la Pt100.

L'étalonnage des thermocouples a permis de déterminer leur précision. Ce test consiste à déterminer une référence commune pour l'ensemble des thermocouples. Cette référence est mesurée par une sonde Pt100 possédant un certificat d'étalonnage plongée dans un bain thermostaté. Après plusieurs tests, nous avons conclu que la précision de l'ensemble de la chaîne de mesures de températures est de  $\pm 0,3^\circ\text{C}$  pour la plage de température étudiée soit  $20 - 80^\circ\text{C}$ .

Pour conclure, nous récapitulons dans le Tableau 3.7 la gamme et les précisions des équipements utilisés dans la boucle et donnons dans la Figure 3.42 une image du banc thermo-hydraulique et la section d'essais (non isolée sur cette photographie).

	Débitmètre	Capteur de pression	Thermocouples
Gammes de mesures	2 – 120 kg.h <sup>-1</sup>	0 – 3 bars	20 – 80°C
Précisions	$\pm 1\%$	$\pm 0,1\%$	$\pm 0,3^\circ\text{C}$

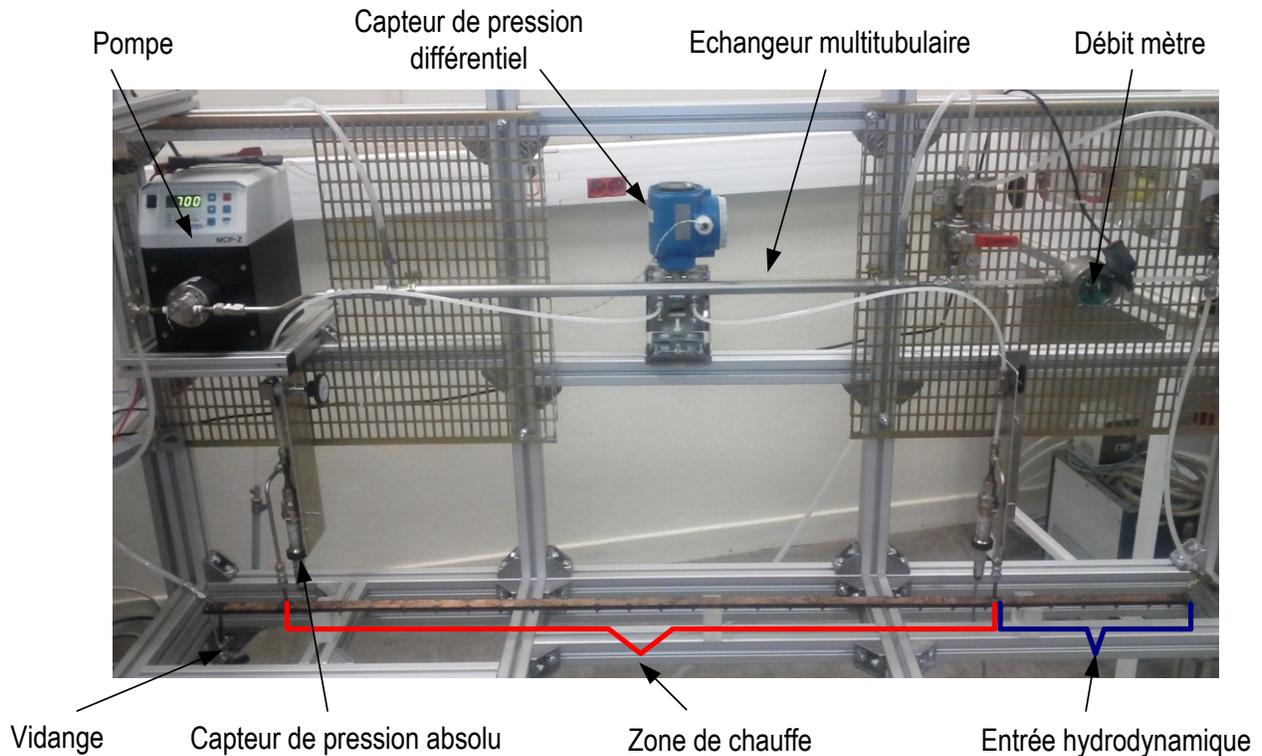
**Tableau 3.7.** Précisions des instruments principaux de la boucle thermohydraulique.

#### 3.4.6. Méthodologie de calcul du coefficient d'échange convectif $h$ et des pertes de charges

Pour caractériser les transferts de chaleur par convection forcée, nous utilisons la notion de coefficient d'échange convectif local  $h(x)$ . Pour le calculer, il faut connaître la densité de flux de chaleur imposée au fluide et la différence de température entre la paroi et le fluide. Ainsi, l'estimation la densité de flux de chaleur le long de la section d'essais est déterminée en faisant un bilan énergétique global sur la section de tests. Cela permet donc de calculer la puissance  $P$  effective captée par le fluide lors de son passage dans la section d'essais. Cette puissance est donnée par :

$$P = Q_m C_p (T) (T_s - T_e) \quad (3.3)$$

avec  $Q_m$  le débit massique ( $\text{kg}\cdot\text{s}^{-1}$ ),  $C_p(T)$  la capacité calorifique massique du fluide ( $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ) (cf. annexe 2).  $T_s$  et  $T_e$  sont respectivement les températures de fluide à l'entrée et à la sortie de la section d'essais.



**Figure 3.42.** Mise en place du banc thermo-hydraulique.

En faisant l'hypothèse que le flux de chaleur imposé sur l'ensemble de la section d'essais est uniforme, le coefficient d'échange convectif local peut être déduit comme suit :

$$h(x) = \frac{P}{S (T_{\text{paroi}}(x) - T_{\text{fluide}}(x))} \quad (3.4)$$

Avec  $S$  la surface d'échange de la section d'essais ( $\text{m}^2$ ).

Toujours dans l'hypothèse d'une densité de flux de chaleur uniforme et sachant que la géométrie du canal est invariante le long de la section d'essais, par bilan énergétique, il est possible d'estimer l'évolution de la température de mélange du fluide :

$$T_{\text{fluide}}(x) = \frac{P}{Q_m C_p(T) L} x + T_e \quad (3.5)$$

L est la longueur de la zone de chauffe (m), S la surface d'échange (m<sup>2</sup>) et T<sub>fluide</sub> est la température du fluide loin de la paroi. La coordonnée x=0 est représentée sur la Figure 3.40.

Notons que pour les calculs du coefficient h, la température de paroi T<sub>paroi(x)</sub> interne du canal est prise égale à la température du thermocouple inséré dans la paroi en cuivre car, pour les puissances surfaciques que nous avons étudiées de l'ordre de 2,5 W.cm<sup>-2</sup>, l'écart entre ces deux températures est inférieur à 0,1°C. Cet écart reste inférieur à l'incertitude absolue de mesure des thermocouples estimée à 0,3°C d'après le Tableau 3.7.

Par ailleurs, les pertes de charges (théoriques) linéaires dans la section d'essais sont calculées par la formulation suivante [6]:

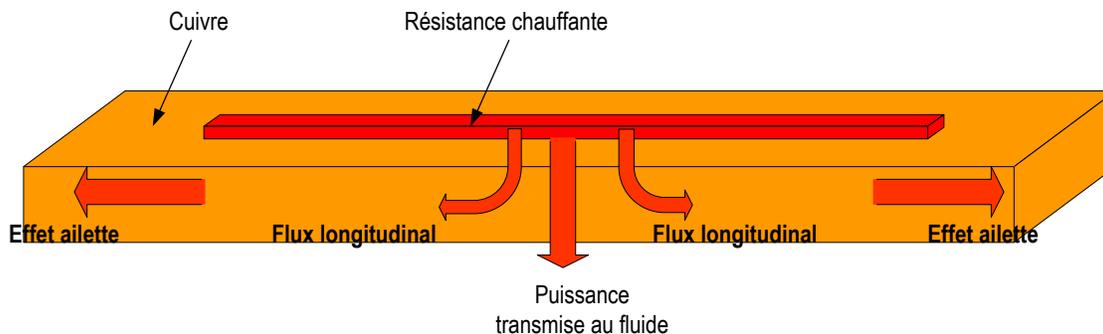
$$\Delta P = \rho f \frac{L}{D_h} \frac{V^2}{2} \quad (3.6)$$

avec  $\rho$  la masse volumique du fluide (kg.m<sup>-3</sup>),  $f = 0,89 \frac{64}{Re}$  représente le coefficient de Darcy pour un canal de géométrie carrée en un régime laminaire, Re le nombre de Reynolds basé sur le diamètre hydraulique du canal, L la longueur en (m), V la vitesse moyenne dans le canal (m.s<sup>-1</sup>) et D<sub>h</sub> le diamètre hydraulique (m).

### 3.4.7. Spécificités de la boucle thermohydraulique

Le but de ce paragraphe est de décrire certaines spécificités du banc que nous avons mis en place, devant être pris en considérant afin d'analyser correctement les résultats.

1) Effet d'ailette et uniformité du flux de chaleur : comme nous pouvons le constater sur la Figure 3.42, la zone de chauffe est située dans le milieu de la section d'essais. Les zones d'entrée hydrodynamique et de sortie de la section provoquent une dissipation thermique longitudinale par un effet d'ailette. Cela induit donc une erreur sur les deux derniers thermocouples de paroi situés à la sortie de la section d'essais. Ce transfert de chaleur longitudinal implique donc une baisse de température au niveau de ces deux thermocouples de sortie. Par conséquent, une surestimation du coefficient d'échange sera remarquée sur les mesures expérimentales. Ce raisonnement peut être aussi appliqué au premier thermocouple de paroi. Par ailleurs, mis à part l'effet d'ailette sur les bords de la section d'essais, l'épaisseur des plaques en cuivre favorise aussi la conduction longitudinale. Cela engendre donc une diminution de la puissance transmise au fluide et en conséquence une surestimation du coefficient d'échange convectif h. Enfin, il est important de noter qu'une solution qui permet la limitation des pertes du flux de chaleur le long de la section d'essais consiste à diminuer l'épaisseur des plaques en cuivre. Cependant, une telle démarche influe négativement sur la tenue mécanique de la structure (pression, fragilité liée à la longueur...). La Figure 3.43 illustre le principe des phénomènes de conduction longitudinale et d'effet d'ailette.



**Figure 3.43.** Direction du flux de chaleur dans la section de tests (représentation sur une face).

2) Vis d'assemblage : les vis que nous avons utilisées pour l'assemblage de la section d'essai sont faites en inox. Malgré leur relativement faible conductivité thermique ( $18 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ), ces dernières peuvent intervenir comme pont thermique dans certaines configurations liées à la dissipation des éléments chauffants et au champ magnétique (cf. chapitre 4). Afin d'estimer l'influence maximale des vis, nous avons calculé le flux de chaleur qui passe dans une vis lorsque la section d'essais est chauffée que sur une seule face. Dans ce cas, le flux acheminé par une vis représente 0,25% du flux de chaleur imposé (80 W), soit 6% pour 24 vis. Notons que ce calcul simplifié est basé sur l'hypothèse que la différence de température au niveau de chaque vis est la même que celle entre les deux plaques. Il est à noter que cette hypothèse est la plus pénalisante dans ce cas étudié et ne prend pas en compte la résistance thermique d'interface entre la vis et la plaque de cuivre ainsi que l'isolation extérieure de la section d'essais. Malgré cette constatation, nous avons été forcés d'utiliser des vis métalliques afin d'assurer l'intégrité mécanique et l'étanchéité de la section d'essais. L'utilisation de vis non conductrice thermique (plastique) ne permet pas d'exercer un couple de serrage suffisant afin de plaquer le joint d'étanchéité.

#### Réflexion concernant les limites de la boucle :

Comme nous venons de le voir, cette section d'essais est le résultat de plusieurs compromis entre des contraintes thermique, mécanique et de facilité de réalisation. Des simulations numériques thermiques (effet des vis, flux axial...) auraient sans doute permis d'optimiser les performances de la section d'essais et de s'affranchir d'une surestimation des échanges de chaleur aux extrémités de cette dernière. Cependant, cette section d'essais semble adaptée afin de déterminer l'impact du champ magnétique sur les ferrofluides et les différentes configurations qui lui sont liées. Ceci dit, comme nous allons le voir dans le chapitre 4, les erreurs commises sont conservatives et ne sont pas aléatoires. Cela veut dire que les erreurs sur la mesure du coefficient  $h$  sans champ magnétique par exemple, sont quasiment conservées pour le cas avec champ. Ainsi, nous pouvons donc bien identifier l'impact du champ magnétique sur le ferrofluide dans une démarche comparative.

### 3.4.8. Étude et dimensionnement d'une source de champ magnétique adaptée à la section d'essais

La source de champ magnétique à utiliser pour la caractérisation des ferrofluides sous champ magnétique doit répondre à certains critères :

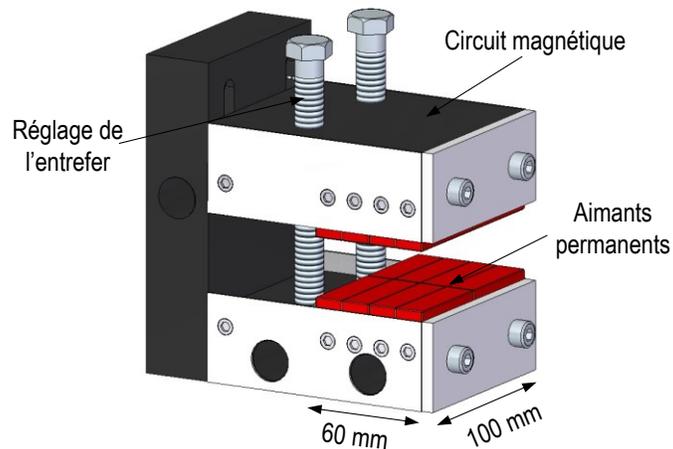
- Entrefer : d'après la géométrie de la section d'essais, c'est la configuration perpendiculaire qui nécessite une grande dimension de l'entrefer. D'après la Figure 3.37 et en rajoutant l'épaisseur de l'isolant, l'entrefer minimum de la source de champ est de 30 mm. Ce dernier permettra par simulation numérique de fixer le niveau d'induction,
- Induction variable : la prise en compte de ce paramètre implique la construction d'une source de champ à entrefer variable cela dans le but de quantifier l'impact de l'intensité du champ sur les ferrofluides,
- Longueur de la source de champ : elle est fixée à 1000 mm. Cela est justifié par notre volonté d'appliquer un champ magnétique sur l'ensemble de la zone de chauffe ce qui permet par exemple d'étudier l'apport des nanoparticules et du champ magnétique par rapport au fluide de base (cf. chapitre 4),
- Uniformité du champ magnétique : le canal de la section d'essais ( $4 \times 4 \text{ mm}^2$ ) doit être soumis à un champ magnétique de même intensité. Cela nous permettra d'étudier la différence existante avec le cas d'un gradient de champ.

On en déduit alors d'après ces critères que l'utilisation de bobines refroidies à eau ne peut pas produire un champ supérieur à 0,1 T. Une bobine supraconductrice refroidie à l'azote liquide nécessitera une installation très complexe. Ces constatations nous orientent donc vers une solution à aimants permanents. D'un point de vue mécanique, la réalisation d'une source de champ à aimants permanents sur une longueur de 1000 mm peut être une tâche fastidieuse. En effet, le montage des aimants va nécessiter certainement la mise au point d'un protocole et d'une sécurité importante. Pour cela après avoir étudié différentes possibilités, nous avons opté pour la fabrication de plusieurs blocs de sources de champ magnétique. Ces blocs peuvent être assemblés afin de former la longueur souhaitée. Cela nous permettra d'imposer un champ magnétique dans des zones très locales de la section d'essais.

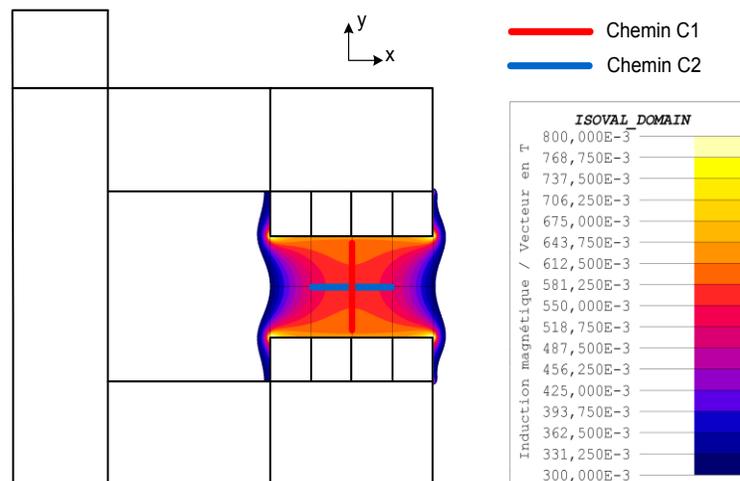
Chaque bloc est constitué de 16 aimants permanents ( $50 \times 15 \times 15 \text{ mm}$ ) en Néodyme Fer Bore (type N48) et d'une culasse en fer qui permet la canalisation du champ magnétique. Une représentation graphique de cette source de champ est illustrée sur Figure 3.44. Notons que la masse de chaque bloc est de 15 kg. Afin de créer un champ magnétique englobant toute la zone utile de la section d'essai (zone de chauffe), nous avons construit 10 culasses magnétiques similaires à celle de la Figure 3.44. Chaque source est équipée d'un système de réglage d'entrefer. Celui-ci permet le déplacement du pôle supérieur à l'aide de deux vis s'appuyant sur le pôle inférieur. Ainsi, les valeurs d'entrefers minimale et maximale sont respectivement 30 et 54 mm. De plus, nous avons mis en place une table élévatrice qui a pour rôle de supporter la masse de la structure (160 kg) et

de centrer la section d'essais dans l'entrefer grâce à un réglage très précis par vis sans fin (précision 0,05 mm).

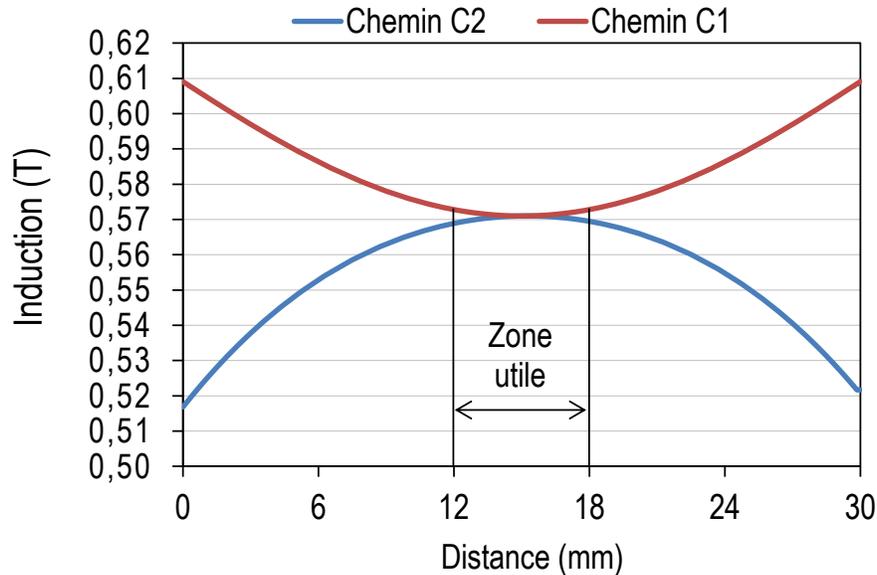
La Figure 3.45 présente la cartographie de l'induction dans l'entrefer (ici 34 mm) pour une source de champ de longueur infinie obtenue par simulation numérique 2D avec le logiciel Flux 2D/3D. La valeur de l'induction atteinte est de 0,57 T. Par ailleurs, nous avons remarqué que la composante de l'induction selon l'axe  $y$  dans l'entrefer est quasiment égale à la norme de l'induction. La composante  $x$  est donc négligeable devant la composante  $y$ . De ce fait, nous avons tracé la Figure 3.46 qui représente la composante  $y$  de l'induction selon les chemins C1 et C2. Nous déduisons que la zone vérifiant l'uniformité de champ s'étend sur  $6 \times 6 \text{ mm}^2$ . En effet, la variation de champ dans cette zone est inférieure à  $10^{-4} \text{ T} \cdot \text{mm}^{-1}$ . Cette valeur de gradient est très faible et traduit une très faible variation de la valeur du champ magnétique (de l'ordre de 0,5% entre la valeur maximale et minimale).



**Figure 3.44.** Circuit magnétique élémentaire à base d'aimants.



**Figure 3.45.** Cartographie de la norme de l'induction dans l'entrefer (34 mm).

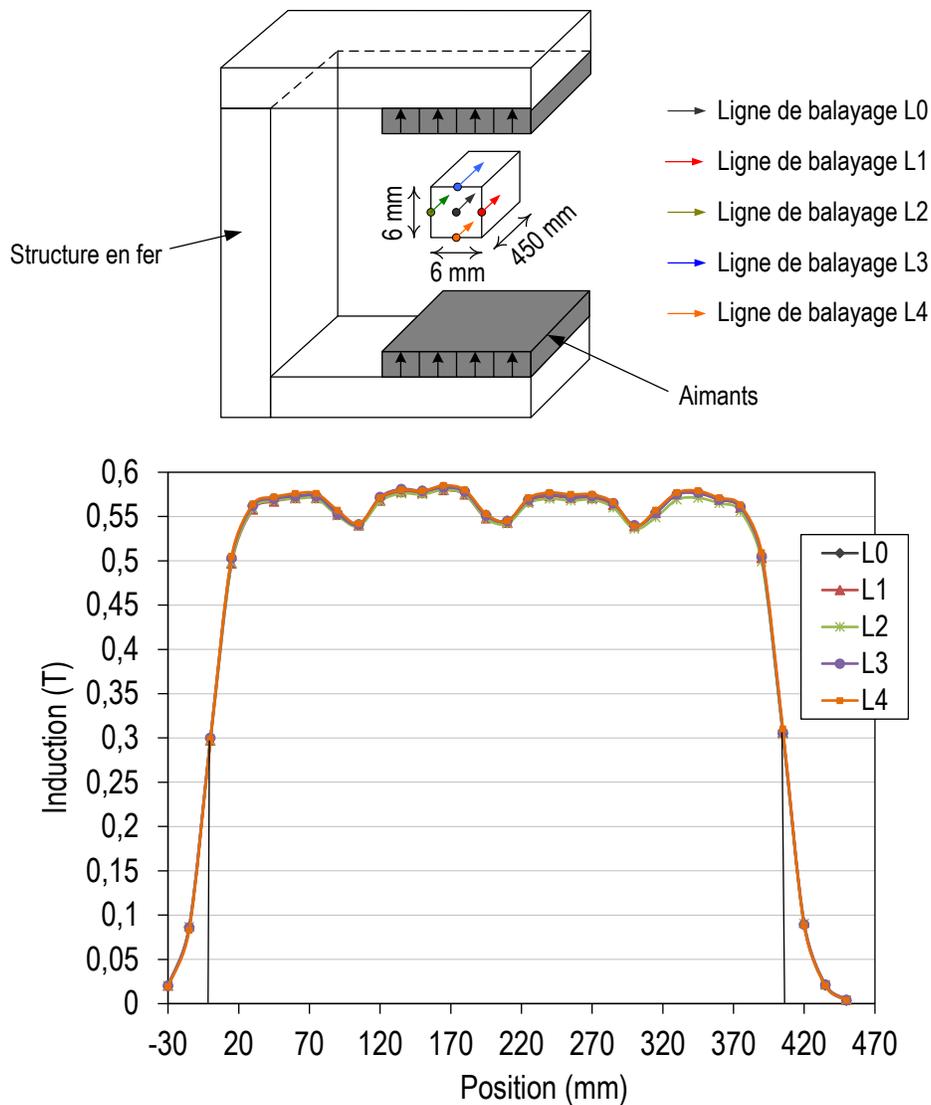


**Figure 3.46.** Composante y de l'induction dans l'entrefer.

#### 3.4.8.1. Caractérisation de la source de champ magnétique

La caractérisation des sources de champ est réalisée à l'aide de la sonde à effet Hall Koshava 5 (précision 0,2%, résolution 10 mG). Notons que, pour cette caractérisation, seulement 4 blocs assemblés (longueur 400 mm) ont été étudiés. Le principe de la caractérisation consiste à faire déplacer la sonde Koshava 5 dans l'entrefer sur une distance de 450 mm avec un pas de 15 mm.

Au vu de la longueur de la zone d'acquisition, nous avons automatisé la procédure en utilisant une fraiseuse à commandes numériques afin de déplacer la sonde à effet Hall (synchronisation du déplacement par rapport à l'acquisition de données). Nous avons donc balayé toute la zone correspondant à un carré de  $6 \times 6 \text{ mm}^2$ . La Figure 3.47 décrit l'évolution de la composante y de l'induction dans l'entrefer selon les directions L0, L1, L2, L3 et L4. Nous remarquons que la variation de l'induction est inférieure à 2% et que sa valeur maximale est de 0,57 T. Celle-ci est en adéquation avec les résultats de simulation. Par ailleurs, l'interface existante entre les blocs magnétiques (2 mm) engendre une chute de 3 mT dans l'espace entre blocs. Cette valeur représente la variation maximale dans la zone de  $6 \times 6 \text{ mm}^2$ . Ceci permet de valider l'homogénéité du champ dans le canal de la section d'essais.



**Figure 3.47.** Évolution de l'induction le long de l'entrefer.

### 3.5. Conclusion

Nous avons évoqué dans ce chapitre les principaux axes de recherche que nous avons menés dans ce manuscrit. Dans un premier temps, nous avons présenté la technologie de mesure de la viscosité sous champ magnétique ainsi que les contraintes que nous avons rencontrées lors de la réalisation. Le dispositif mis en place a permis l'observation de l'impact du champ sur la viscosité des ferrofluides. Toutefois, ce système demande encore à être amélioré. Le phénomène de migration de particules observé dans le cas d'un gradient de champ implique des erreurs significatives sur la viscosité mesurée. La limitation de l'intensité du champ magnétique (diminution des fuites magnétiques et donc du gradient) est indispensable, ce qui modifie fortement notre cahier des charges initial. Ainsi, à court terme, une étude complémentaire sur la

répartition des gradients de champ pourrait mieux expliquer le phénomène observé. À long terme, il serait plus intéressant d'opter pour un système magnétique permettant la mesure de la viscosité dans les deux configurations gradient et champ uniforme (l'impact de ces deux configurations n'étant pas bien défini dans la littérature). De plus, un système de mesure à géométrie Couette pourrait s'avérer intéressante. En effet d'un point de vu magnétique, l'utilisation des bobines d'Helmholtz permet de générer un champ magnétique uniforme. Cependant, un compromis doit être fait afin de limiter le volume de fluide à utiliser.

Dans un second temps, nous nous sommes intéressés à la caractérisation thermo-hydraulique des ferrofluides. Dans ce contexte, deux bancs expérimentaux ont été réalisés : un banc de mesure de la conductivité thermique et un banc de mesure du coefficient d'échange convectif  $h$  et des pertes de pression engendrées par le ferrofluide. L'étude menée sur la conductivité thermique sous champ magnétique a permis de montrer la pertinence de la direction du champ par rapport à celle du flux de chaleur. En effet, l'amélioration de la conductivité thermique est remarquée lorsque la direction du champ et celle du flux de chaleur sont parallèles. Cette augmentation de la conductivité thermique est expliquée par la formation de chaînes de particules en présence d'un champ magnétique, ce qui est en concordance avec les travaux de la littérature.

Par ailleurs, l'originalité du banc de mesure du coefficient d'échange convectif  $h$  réside dans la géométrie du canal de mesure. Celle-ci permet d'appliquer le champ perpendiculairement ou parallèlement au flux de chaleur. Toutefois, la section d'essais présente certaines limites liées au flux longitudinal le long de la section et aux effets ailettes localisés en entrée et sortie de la zone de mesure. Ces phénomènes ont tendance à surestimer le coefficient d'échange  $h$  mesuré.

Enfin, le lien entre l'étude de la conductivité thermique et du coefficient  $h$  sera fait dans le chapitre 4. L'étude de la conductivité thermique permettra de consolider le phénomène responsable de l'intensification des échanges de chaleur.

## Références

- [1] M. Petit, « Contribution à l'étude des systèmes de refroidissement basés sur le couplage magnétothermique dans les ferrofluides à faible température de Curie : mise en place d'outils de caractérisation et de modélisation », Thèse de Doctorat, Institut Polytechnique de Grenoble, 2012.
- [2] C. W. Macosko, *Rheology: principles, measurements, and applications*. VCH, 1994.
- [3] K. Walters, *Rheometry*. Chapman and Hall, 1975.
- [4] M. L. V. Ramires, C. A. N. de Castro, Y. Nagasaka, A. Nagashima, M. J. Assael, et W. A. Wakeham, « Standard Reference Data for the Thermal Conductivity of Water », *J. Phys. Chem. Ref. Data*, vol. 24, n° 3, p. 1377-1381, mai 1995.
- [5] R. K. Shah et A. L. London, *Laminar flow forced convection in ducts: a source book for compact heat exchanger analytical data*. Academic Press, 1978.
- [6] Idel'cik, *Mémento des pertes de charges*, 3ème édition. Eyrolles, EDF, 1986.

4.1.	Introduction .....	127
4.2.	Configurations expérimentales .....	127
4.3.	Mesures des pertes de charges dans la boucle thermohydraulique .....	128
4.3.1.	Mesures sans champ magnétique.....	128
4.3.2.	Mesures en présence du champ magnétique .....	129
4.4.	Validation thermique de la boucle .....	133
4.4.1.	Sans champ magnétique .....	133
4.4.2.	Avec champ magnétique .....	135
4.4.3.	Pertes thermiques dans la section d'essais .....	136
4.5.	Mesures du coefficient d'échange convectif sous champ magnétique avec le canal au centre de l'entrefer.....	138
4.5.1.	Influence de la direction du champ sur le coefficient h des ferrofluides .....	138
4.5.2.	Influence du débit sur le coefficient h sous champ.....	143
4.5.3.	Mesure de h dans la zone d'établissement thermique.....	145
4.5.4.	Influence de la longueur de la source de champ et de son intensité .....	146
4.6.	Mesure du coefficient d'échange convectif en présence d'un gradient de champ .....	149
4.6.1.	Intensification des transferts de chaleur avec le canal en zone 2 .....	151
4.6.2.	Intensification des transferts de chaleur avec le canal en zone 3 .....	153
4.6.3.	Intensification des transferts de chaleur avec le canal en zone 4 .....	154
4.7.	Comparaison des ferrofluides et de leurs fluides de base vis-à-vis de leur utilisation dans un système de refroidissement .....	156
4.8.	Conclusion.....	158

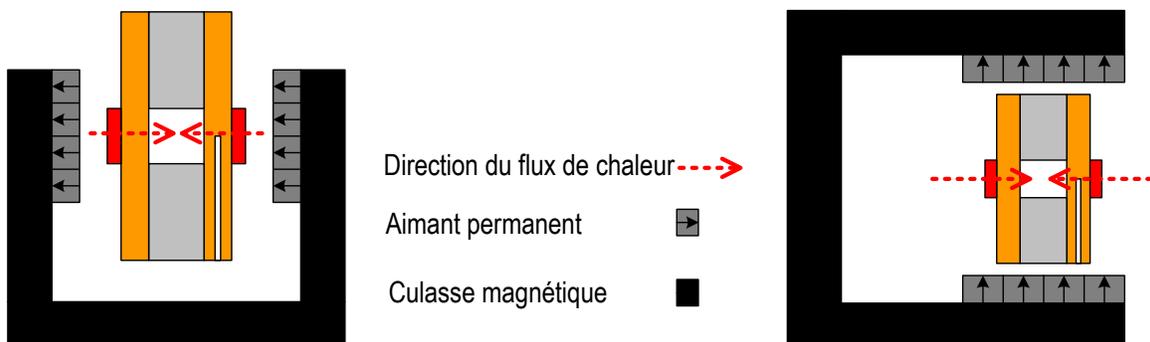
#### 4.1. Introduction

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté les moyens expérimentaux permettant de caractériser les performances thermo-hydrauliques des ferrofluides sous champ magnétique. Les différents éléments de la boucle et le principe de mesure du coefficient d'échange convectif ainsi que les pertes de pression ont été aussi explicités dans ce chapitre. Ainsi, dans la suite de ce mémoire, nous présenterons les principaux résultats expérimentaux obtenus en caractérisant les différents ferrofluides que nous avons testés. Comme mentionné dans le chapitre 3, différentes configurations de champ magnétique seront étudiées. A cela nous rajouterons une étude de l'influence d'autres paramètres tels que le débit, l'établissement thermique de l'écoulement, ou encore la fraction volumique des ferrofluides sur le coefficient d'échange  $h$ . Avant cela, nous commencerons par valider les résultats obtenus sur les pertes de charges. Par la suite, la validation de la boucle thermohydraulique avec et sans champ magnétique sera donnée. Enfin, les résultats sur les pertes de charges permettront de procéder ensuite à une analyse des performances thermiques des refroidisseurs utilisant des ferrofluides sous champ par rapport à d'autres utilisant des ferrofluides sans champ (nanofluides) ou encore utilisant seulement le fluide de base. Enfin, cette démarche apportera des éléments de réponses sur l'intérêt d'utiliser des ferrofluides dans le domaine du refroidissement.

#### 4.2. Configurations expérimentales

Quatre ferrofluides ont été étudiés lors de nos expérimentations. Leurs propriétés thermophysiques sont données dans l'annexe 2. La démarche expérimentale suivie pour la détermination du coefficient  $h$  et des pertes de charges de ces fluides est de *nature comparative*. Trois configurations seront ainsi comparées entre elles tout au long de ce chapitre :

- 1- mesure du coefficient d'échange convectif  $h$  et des pertes de charges sans champ,
- 2- mesure identique mais avec champ magnétique parallèle au flux de chaleur (cf. Figure 4.1),
- 3- mesure identique avec champ magnétique perpendiculaire au flux de chaleur (cf. Figure 4.1).



**Figure 4.1.** Orientation de la direction des aimants par rapport à celle du flux thermique. À gauche la configuration parallèle et à droite la configuration perpendiculaire.

### 4.3. Mesures des pertes de charges dans la boucle thermohydraulique

Dans un premier temps, nous avons procédé à la validation hydraulique de la boucle thermohydraulique sans champ magnétique. La connaissance des propriétés physiques des fluides en notre possession (propriétés thermo-physiques issues de l'annexe 2), permet d'effectuer une validation adimensionnelle de la boucle au regard des performances hydrauliques. Cette validation consiste à une comparaison du coefficient de Darcy entre les résultats de mesure et théoriques. Ces derniers sont obtenus par l'équation (3.6). Dans un second temps, les mesures de pertes de charges sont faites en présence d'un champ magnétique pour les trois configurations décrites ci-dessus. Dans ce cas, nous présentons les résultats en dimensionnel suite à l'absence d'information sur la valeur de la viscosité sous champ magnétique.

Enfin, tous les tests sont effectués en écoulement isotherme pour une température de 20°C. Cette campagne de tests a fait l'objet de caractérisations sur les ferrofluides suivants: EFH-1, M-300 (ainsi que de son fluide de base : eau), WHJS1-A et WHJS1-B (fluide de base : kérosène).

#### 4.3.1. Mesures sans champ magnétique

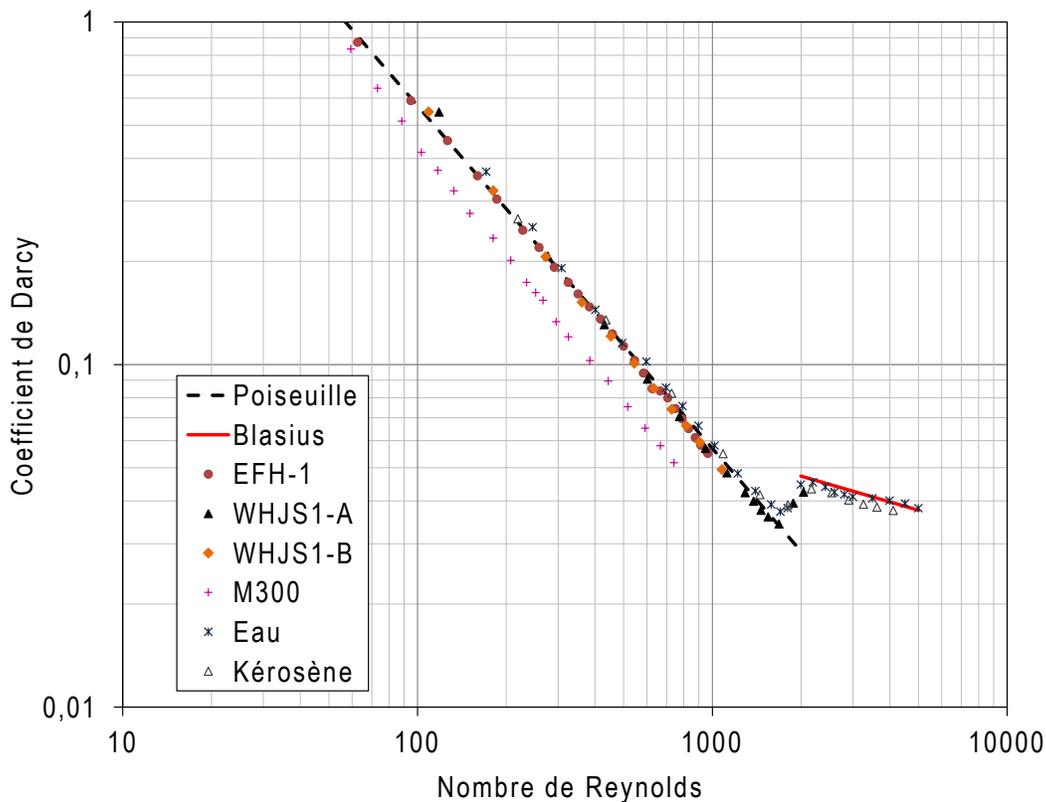
La Figure 4.2 illustre l'évolution du coefficient de Darcy en fonction du nombre de Reynolds pour les différents ferrofluides et fluides de base étudiés. Sur cette figure, nous avons également représenté les résultats théoriques correspondant aux formulations de Poiseuille ( $f = 0,89 \frac{64}{Re}$ ) valable en régime laminaire pour un canal de géométrie carrée et de Blasius ( $f = 0,316 Re^{-0,25}$ ) en régime transitoire et turbulent [1]. Notons que la formulation de Blasius est applicable dans le cas de parois lisses comme c'est le cas pour notre canal d'écoulement.

Pour le cas de l'eau (fluide de base du ferrofluide M-300), nous observons une rupture de pente dans l'évolution du coefficient de Darcy en fonction du nombre de Reynolds caractéristique de la transition entre le régime laminaire et le régime transitoire. En effet, cette rupture de pente intervient pour un Reynolds de 2000, correspondant à un débit massique de 28 kg.h<sup>-1</sup>. Cette valeur de transition est tout à fait compatible avec les valeurs usuelles observées en convection forcée interne. Cette même analyse est réalisable également pour le ferrofluide WHJS1-A à Re=2020 (110 kg.h<sup>-1</sup>) et pour son fluide de base, le kérosène à Re=1900 (50 kg.h<sup>-1</sup>).

Par ailleurs, la Figure 4.2 montre également que les mesures faites avec les ferrofluides, environ 5 à 9 fois plus visqueux que l'eau, ont montré une très bonne convergence avec les résultats théoriques obtenue par la formulation de Poiseuille. Il est à noter que nous n'observons pas de rupture de pente dans l'évolution du coefficient de Darcy en fonction du nombre de Reynolds pour l'ensemble des ferrofluides étudiés hormis pour le WHJS1-A. En effet, pour des débits massiques inférieurs à 120 kg.h<sup>-1</sup> compte tenu des fortes viscosités des ferrofluides étudiés, seuls des régimes laminaires sont accessibles.

Signalons que le ferrofluide M300 présente une légère divergence par rapport aux résultats théoriques. En effet, nous pensons que ce ferrofluide s'est aggloméré lors de la mise en écoulement. Les tests sur le coefficient d'échange permettront de conclure sur cet aspect.

Enfin, en l'absence de champ magnétique, les résultats de mesures montrent donc une excellente adéquation avec le calcul théorique (erreur inférieure à 0,2 %, hors M-300). Cela permet donc de valider notre méthode de mesure des pertes de charge. Il est à noter que la taille des marques (points de mesures) sur cette figure est du même ordre de grandeur que les incertitudes de mesures, soit 0,1%.

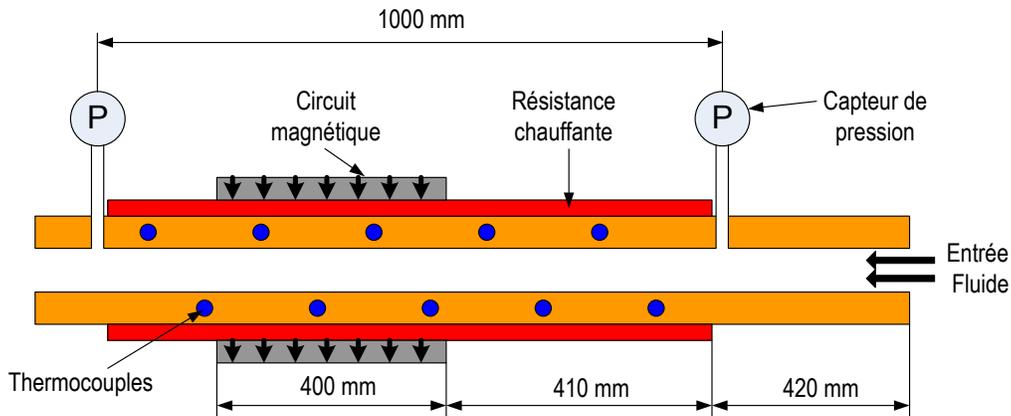


**Figure 4.2.** Évolution du coefficient de Darcy en fonction du nombre de Reynolds pour différents ferrofluides et fluides de base.

### 4.3.2. Mesures en présence du champ magnétique

Les différents tests de pertes de charges sur les ferrofluides sont effectués pour les trois configurations présentées précédemment à savoir sans champ, parallèle et perpendiculaire et cela pour différents débits (2 à 120 kg.h<sup>-1</sup>). Dans un premier temps, seules quatre culasses magnétiques élémentaires (longueur totale de 400 mm) sont utilisées dans la zone de sortie de la section d'essais (cf. Figure 4.3). L'intensité du champ appliqué dans les deux configurations parallèle et perpendiculaire est de 0,57 T. Les résultats observés en comparant la perte de charge

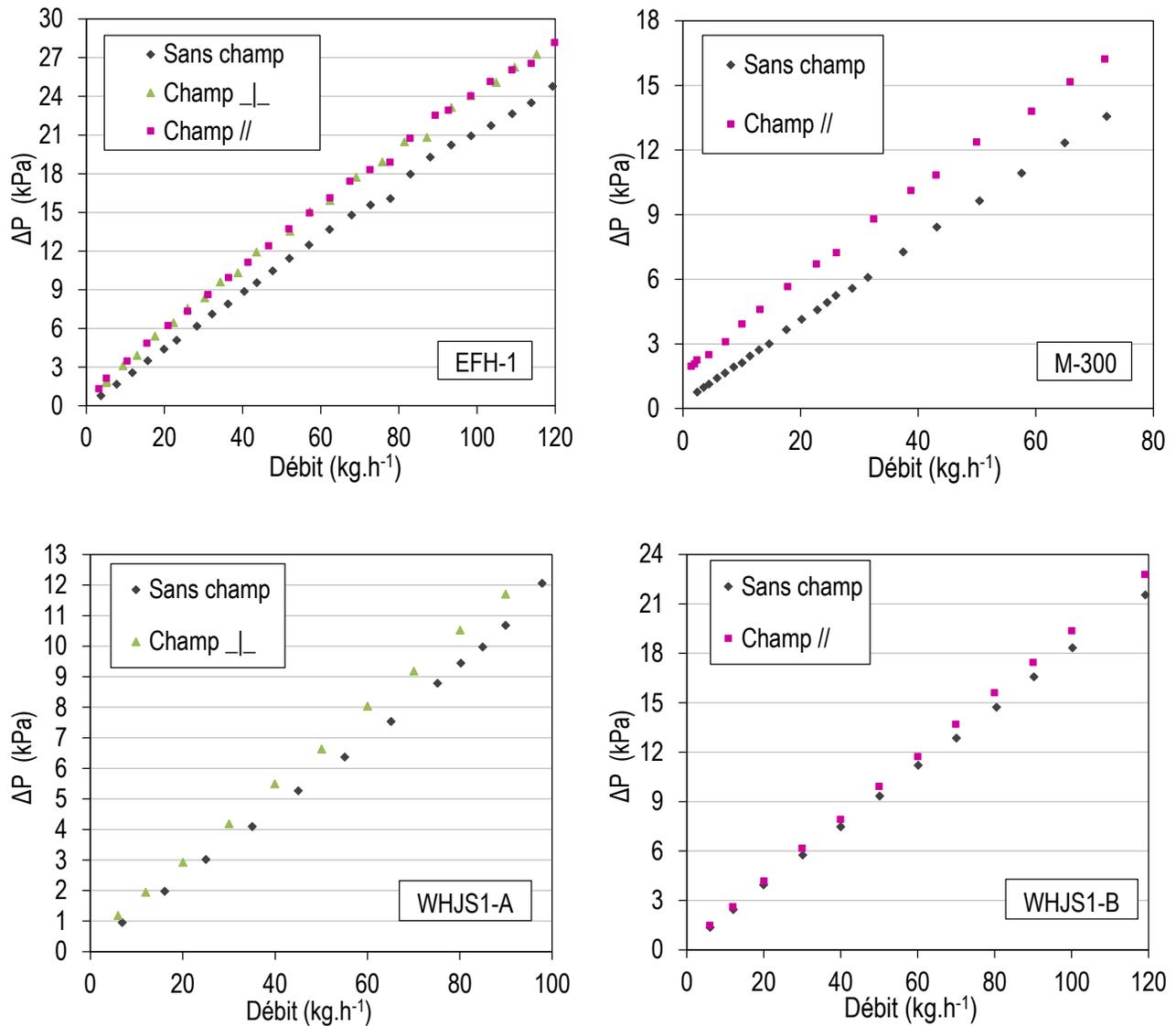
obtenue avec et sans excitation magnétique sont donnés sur la Figure 4.4 pour les quatre ferrofluides suivants : EFH-1, M-300, WHJS1-A et WHJS1-B.



**Figure 4.3.** Emplacement de la source de champ dans la boucle thermohydraulique.

Pour tous les ferrofluides étudiés, l'application du champ magnétique se traduit par une augmentation des pertes de charges à débit massique constant. À titre d'exemple, pour un débit de  $100 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ , des augmentations de l'ordre de 15, 25, 9 et 6% ( $\pm 3\%$ ) (Correspondant à une erreur de  $\pm 0,1\%$  sur la gamme de mesure des capteurs) sont remarquées respectivement pour les ferrofluides EFH-1, M-300, WHJS1-A et WHJS1-B par rapport au cas sans champ.

L'augmentation des pertes de charges sous champ magnétique est très probablement liée à la déformation du profil du champ de vitesse de l'écoulement comme l'ont montré Motozawa et al [2]. Pour la gamme de débit étudiée, l'établissement hydraulique est assuré dans la section d'essais en l'absence de champ magnétique. L'application de ce dernier a ainsi pour effet de rompre cet établissement. Ainsi, le gradient de vitesse au niveau de la paroi, à l'entrée de la zone sous champ, devient plus important. Cette variation de vitesse engendre une forte contrainte de cisaillement qui a pour conséquence d'augmenter les pertes de charges. L'augmentation des pertes de charge pourrait également être due à une augmentation de la viscosité en présence de champ magnétique (cf. chapitre 2).



**Figure 4.4.** Effet du champ magnétique sur les pertes de charges linéaires des ferrofluides.

#### Effet de la direction du champ

En comparant les résultats obtenus avec champ parallèle et champ perpendiculaire, les tests avec le ferrofluide EFH-1 montrent que l'orientation des lignes de champ magnétique n'a aucune influence significative sur la perte de charge. Ceci est tout à fait logique de par les symétries du canal d'écoulement. Par conséquent, l'énergie à fournir pour mettre en mouvement le ferrofluide est normalement identique dans les cas parallèle et perpendiculaire. Ce résultat est très important et sera discuté lors des mesures du coefficient d'échange convectif.

### Effet de la fraction volumique

Nous remarquons que l'effet du champ magnétique est quasi similaire sur l'élévation des pertes de charge des ferrofluides WHJS1-A et WHJS1-B caractérisé par des fractions volumiques respectives de 5 et de 10%. Toutefois, ces deux ferrofluides permettent d'illustrer l'effet de la fraction volumique sur les pertes de charge globales. En effet, dans le cas sans champ et pour un débit de  $30 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ , l'augmentation relative de  $\Delta P$  par rapport au fluide de base dépasse 140% pour le ferrofluide WHJS1-B alors qu'elle n'est que de 50% pour le WHJS1-A.

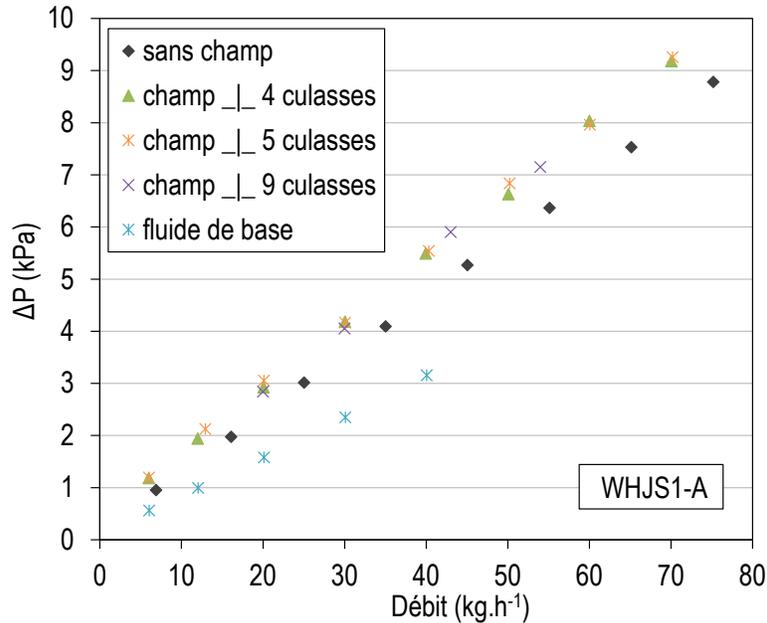
La Figure 4.4 montre que l'application du champ magnétique a une très faible influence sur le  $\Delta P$  du ferrofluide WHJS1-B. Ce résultat qui a été validé par des tests de répétabilité des mesures, n'est pas aisé à comprendre. Nous supposons que la différence entre les deux ferrofluides WHJS1-B et WHJS1-A est plutôt liée à leur régime d'écoulement. En effet, comme les particules du WHJS1-B interagissent fortement avec le champ magnétique grâce à leur forte aimantation (saturation à 40 mT), cela pourrait engendrer une laminarisation de l'écoulement ayant pour conséquence une diminution de la contrainte de cisaillement (car en régime laminaire cette contrainte est faible) et de la longueur d'établissement hydrodynamique sans champ magnétique. Ceci se traduirait ainsi par une élévation relativement faible de  $\Delta P$ .

### Effet de la longueur de la source de champ magnétique

En complément des tests effectués avec ces deux ferrofluides en présence d'un champ magnétique, nous avons effectué des tests avec le ferrofluide WHJS1-A en augmentant le nombre de circuits magnétiques élémentaires (intensité 0,57 T). Les résultats obtenus sont donnés sur la Figure 4.5. Cette dernière montre que les pertes de charges sont insensibles à la longueur d'application du champ magnétique. Ces dernières semblent donc plus affectées par les zones d'entrée et de sortie du champ magnétique où les contraintes de cisaillement sont prépondérantes.

### Remarque :

Notons encore que, lors des tests sous champ, nous avons rencontré un problème avec la stabilité du ferrofluide M-300 (fluide à base d'eau). Cela a eu pour conséquence de bloquer et détériorer le débitmètre à roues ovales. Ainsi, les résultats donnés pour le M-300 restent incertains.



**Figure 4.5.** Effet de la longueur du champ magnétique sur les pertes de charges.

#### 4.4. Validation thermique de la boucle

##### 4.4.1. Sans champ magnétique

Les premiers tests que nous avons effectués sur la boucle consistent à valider cet outil expérimental au regard des corrélations disponibles dans la littérature. Pour cela, nous avons utilisé l'eau comme fluide caloporteur. La puissance dissipée dans les quatre résistances chauffantes est de 100 W. Les régimes d'écoulement étudiés sont laminaires et turbulents. Afin de procéder à une comparaison avec les corrélations, nous avons choisi un nombre de Reynolds  $Re = 330$  permettant, dans le cas de l'eau, d'avoir une longueur d'établissement thermique de 500 mm conformément à l'équation (3.2).

La Figure 4.6 montre la variation du coefficient d'échange dans le canal de mesure pour deux configurations liées à la position spatiale de la section d'essais. Nous remarquons bien que la configuration horizontale permet un meilleur échange thermique par rapport à la configuration verticale. Etant donné que les paramètres de tests sont les mêmes pour les deux configurations, la différence remarquée peut-être liée à une contribution du champ de pesanteur. En effet, la position horizontale est favorable à la naissance des forces de flottabilité (variations de densité induites par le chauffage) qui contribuent à la diminution de l'écart entre la température de paroi et celle du fluide. Cela se traduit par une augmentation du coefficient d'échange convectif grâce à l'influence de la convection naturelle. Dans ce cas, l'échange de chaleur dans la section d'essais est fait par convection mixte. En revanche, dans le cas vertical, le transfert de chaleur fluide-paroi se fait perpendiculairement au champ de pesanteur. Cela revient à négliger les forces de flottabilité et par conséquent l'échange en convection libre. On en déduit donc que seule la

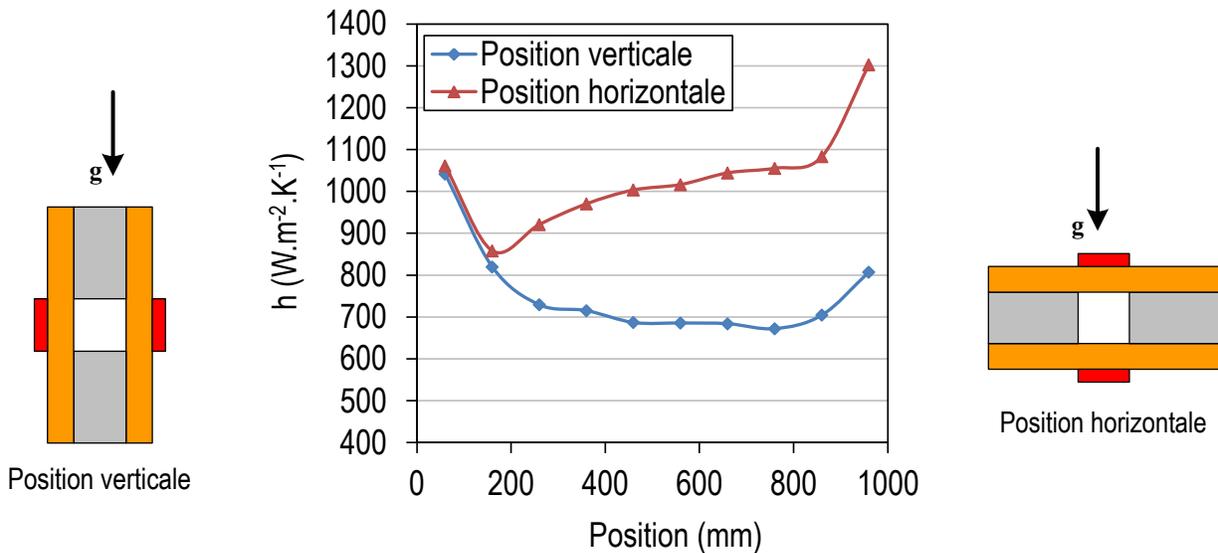
convection forcée commande le transfert de chaleur en position verticale. Il est aussi important de noter que les forces de flottabilité dans le cas horizontal sont dépendantes du coefficient de dilatation du fluide, de la viscosité et du débit. A l'instar des mesures de conductivité thermiques présentées au chapitre 3 (§3.3), au vu des propriétés physiques des ferrofluides (forte viscosité), la dominance de ces forces de gravité devant les forces visqueuses est marginale sauf à faibles débits (inférieurs à  $15 \text{ kg.h}^{-1}$ ).

Par ailleurs, les derniers points des courbes de la Figure 4.6 sont influencés par l'effet d'ailettes et la conduction longitudinale que nous avons décrits dans le chapitre 3. Ces effets ont pour conséquence de surestimer le coefficient d'échange convectif  $h$ .

Pour conclure, le nombre de Nusselt déterminé expérimentalement dans le cas vertical présente au maximum 10% de différence par rapport à la valeur donnée par les corrélations. En effet, dans le cas d'un canal rectangulaire chauffé par deux parois, le nombre de Nusselt ( $Nu = \frac{h D_h}{\lambda}$ , où  $\lambda$  est la conductivité thermique), dans des conditions d'établissement thermique et hydrodynamique en régime laminaire, estimé par la corrélation de Shah et London [3] est égal à 4,094, ce qui correspond à un coefficient d'échange convectif  $h = 630 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  pour ces essais. Nous avons donc estimé qu'en dépit des spécificités de notre installation, que ce résultat permet de valider thermiquement ces moyens expérimentaux. De plus, grâce à ce test de validation, nous avons pu optimiser la position de la section de tests et s'affranchir, ainsi, des effets de forces de flottabilité pendant l'étude des ferrofluides. Enfin, ces mesures en position verticale mettent clairement en évidence la zone de la section d'essais où nous pouvons considérer les conditions d'établissement thermique et hydraulique atteintes, à savoir entre 300 et 900 mm pour cet essai où le coefficient d'échange convectif est stable.

#### Remarque :

Les pertes thermiques de la section d'essais vers le milieu extérieur sont limitées grâce à un isolant de marque Armaflex HT d'épaisseur 5 mm. Nous avons procédé à une comparaison expérimentale entre un isolant d'une épaisseur 15 mm et celui de 5 mm (les deux isolants présentent la même conductivité thermique  $0,035 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). Les résultats obtenus (en termes de température de paroi) indiquent une très faible différence entre les deux épaisseurs. De plus, le choix de l'isolant 5 mm est aussi justifié par la dimension de l'entrefer magnétique. Ce choix permet donc de réduire les contraintes magnétique et mécanique lors du dimensionnement de la source de champ.

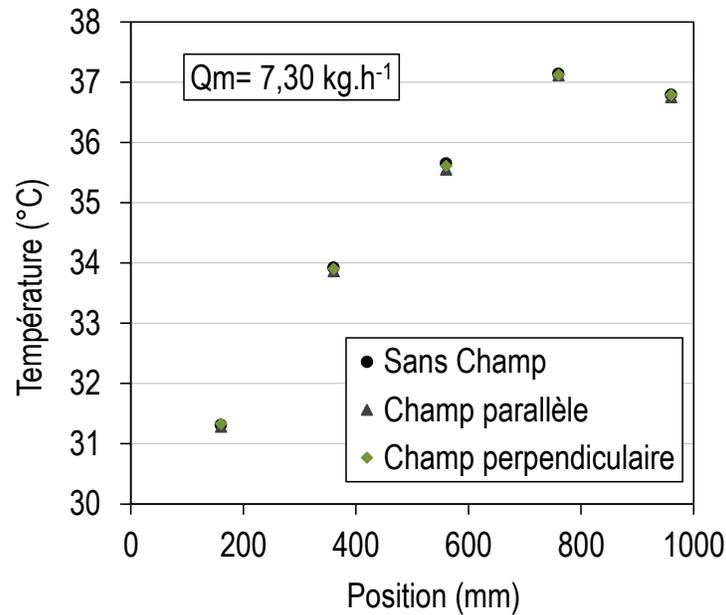


**Figure 4.6.** Influence de la position de la section d'essais dans la boucle thermohydraulique sur le coefficient d'échange convectif. Fluide testée eau,  $Re = 330$ .

#### 4.4.2. Avec champ magnétique

Cette étude a pour objectif de vérifier l'influence du champ magnétique sur les mesures de température à l'aide de thermocouples insérés dans les plaques en cuivre. Le test consiste à appliquer une puissance de dissipation sur un fluide amagnétique (dans notre cas de l'eau) et de mesurer la température de paroi en régime stationnaire sans et avec un champ magnétique. Le protocole expérimental de mise en marche de la boucle et d'acquisition des données est présenté dans l'annexe 3.

Nous avons appliqué une puissance de 50 W uniquement sur une seule plaque en cuivre. Afin de couvrir toute la zone de dissipation, nous avons utilisé dix circuits magnétiques élémentaires (cf. Figure 3.44). Le champ magnétique est appliqué parallèlement puis perpendiculairement au flux de chaleur. Les résultats obtenus sont donnés sur la Figure 4.7. Ces derniers concernent les thermocouples situés dans la plaque chauffée.



**Figure 4.7.** Effet du champ magnétique sur les mesures de température dans la boucle.

On en déduit que le champ magnétique n'exerce aucune influence sur les mesures de température et cela pour les deux configurations parallèle et perpendiculaire. En effet, les thermocouples sont dans un état statique et sont soumis à un champ magnétique stationnaire et uniforme. Cette configuration ne permet pas la naissance des courants induits qui peuvent perturber la tension délivrée par les thermocouples.

Par ailleurs, les éléments chauffants sont constitués de deux fils conducteurs électriques montés de manière à minimiser le champ magnétique créé par le passage du courant. La disposition de ces fils permet donc de limiter l'induction magnétique dans les ferrofluides lorsque ces derniers ne sont pas soumis à une source de champ externe.

Enfin, rappelons que la dernière température située à droite de la courbe de la Figure 4.7 est influencée par une dissipation thermique longitudinale due à un effet ailette présenté dans le chapitre 3 (§3.4.7). Ce phénomène entraîne une diminution du flux pariétal et un refroidissement dans cette zone caractérisé par une baisse de la température de la paroi en cuivre.

#### 4.4.3. Pertes thermiques dans la section d'essais

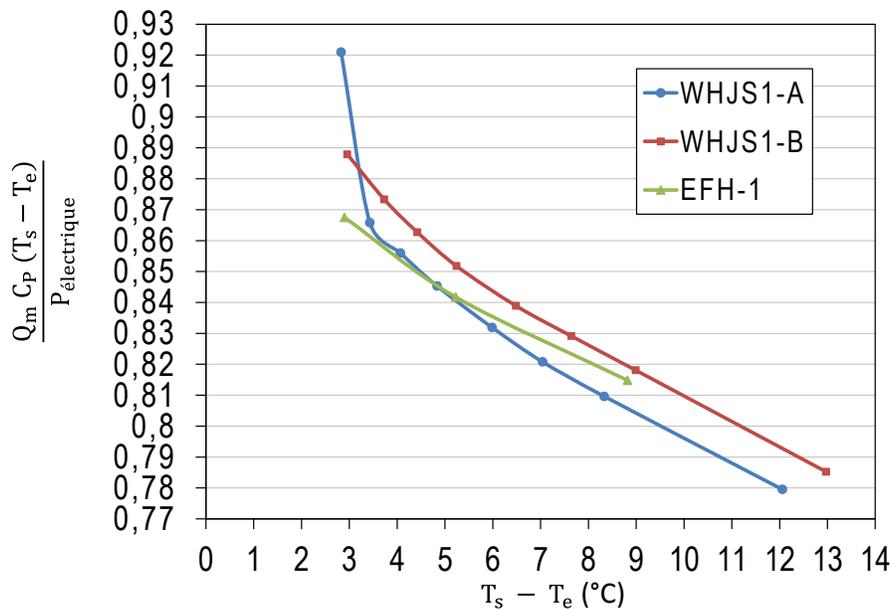
Pour les puissances thermiques étudiées, nous avons évalué les pertes thermiques, c'est à dire la fraction de puissance dissipée par les résistances qui n'est pas absorbée par le ferrofluide. Celles-ci sont dues aux pertes autour de l'isolant et à l'effet d'ailette qui est intensifié par un flux de chaleur longitudinal dans les plaques en cuivre. Une évaluation des pertes obtenues au cours des campagnes expérimentales sur les ferrofluides EFH-1, WHJS1-A et WHJS1-B est présentée sur la Figure 4.8 pour le cas sans champ magnétique. Sur cette figure, nous traçons l'évolution du rapport entre la puissance absorbée par le fluide et la puissance dissipée par les résistances en

fonction de la différence de température du fluide entre l'entrée et la sortie du canal. A température d'entrée du canal fixe, nous remarquons que les pertes thermiques sont les plus faibles lorsque l'échauffement du ferrofluide est faible c'est-à-dire quand le débit est fort. Celles-ci atteignent 25% de la puissance électrique dans le cas le plus défavorable. En effet, l'augmentation de la température moyenne du fluide engendre une augmentation de l'écart de température entre le fluide et l'environnement extérieur et par conséquent des pertes thermiques.

Ainsi, la présence de ces pertes non négligeables ne permet pas d'estimer précisément la densité de flux pariétal en mesurant seulement la puissance électrique absorbée par les résistances. C'est la raison pour laquelle, nous avons proposé de la calculer en utilisant un bilan de puissance sur la section d'essais (équation 3.3). Ce bilan étant basé sur une mesure de l'échauffement du fluide entre l'entrée et la sortie de la section d'essais, des erreurs de mesures non négligeables sur l'estimation de  $h$  peuvent être faites lorsque cet échauffement devient trop petit (quelques °C). Une solution à ce problème pourrait être d'augmenter la puissance mais nous avons vu que, pour de fortes puissance, nous observons un phénomène non négligeable de convection mixte à l'intérieur du canal similaire à celui de la Figure 4.6. Après de nombreux tests, nous avons donc choisi de travailler avec des puissances comprises entre 100 et 150W (Tableau 4.1) qui nous semblaient un bon compromis entre un échauffement suffisant du ferrofluide et une présence négligeable de la convection mixte.

Ferrofluides	EFH-1	WHJS1-A	WHJS1-B	M300
Puissance électrique (W)	100	150	150	100

**Tableau 4.1.** Puissance électrique totale imposée aux trois ferrofluides étudiés.



**Figure 4.8.** Rapport entre puissance absorbée par le fluide et puissance électrique dans la section

d'essais en fonction de la température d'entrée et de sortie du fluide. La puissance électrique de l'EFH-1 est de 100 W. Celle du WHJS1-A et du WHJS1-B est de 150W.

Remarque : pour le calcul du coefficient  $h$ , la température de paroi est considérée égale à celle donnée par les thermocouples. En effet, la différence de température paroi/thermocouple est très inférieure à  $0,05\text{ }^{\circ}\text{C}$  dans les conditions de mesure effectuées. Cette différence est incluse dans la gamme d'incertitude de la mesure par thermocouple.

À présent, nous allons présenter ci-dessous les mesures du coefficient d'échange convectif  $h$  selon les configurations présentées dans le début de ce chapitre. Nous avons étudié deux types de champ magnétique : i) un champ magnétique statique et uniforme sur la section du canal, ii) un champ statique non uniforme (gradient de champ). Le but de cette démarche est, dans un premier temps, d'estimer le degré d'intensification du coefficient  $h$  et la réponse du ferrofluide dans les cas de gradient de champ et champ uniforme. Dans un second temps, il sera discuté les possibilités d'utilisation des ferrofluides, en particulier, dans les systèmes de refroidissement.

#### **4.5. Mesures du coefficient d'échange convectif sous champ magnétique avec le canal au centre de l'entrefer**

##### **4.5.1. Influence de la direction du champ sur le coefficient $h$ des ferrofluides**

La méconnaissance de la conductivité thermique des ferrofluides sous champ magnétique pour l'ensemble des ferrofluides étudiés ne permet pas de déterminer le nombre adimensionnel de Nusselt, habituellement utilisé pour caractériser les échanges thermiques en convection forcée. L'analyse des résultats sera donc basée sur le coefficient de transfert convectif  $h$  local. Ces coefficients de convection locaux sont déduits du bilan énergétique global de notre section d'essais conformément aux formulations présentées dans le chapitre 3 (cf. §3.4.5.).

Les mesures sont faites sur les quatre ferrofluides à savoir : EFH-1, M-300, WHJS1-A et WHJS1-B. Pour ces deux derniers ferrofluides, des tests complémentaires sur leur fluide de base (le kérosène) sont également réalisés. Les tests sous champ magnétique ont été effectués en utilisant quatre culasses magnétiques, soit une longueur de la source de champ de 400 mm, avec une induction de  $0,57\text{ T}$ . L'emplacement de la source de champ est similaire à celui de la Figure 4.3. Dans ce cas, celle-ci est positionnée dans la zone où l'écoulement est thermiquement établi lorsque le champ n'est pas appliqué. Par ailleurs, la puissance électrique totale injectée dans les quatre résistances est donnée dans le Tableau 4.1.

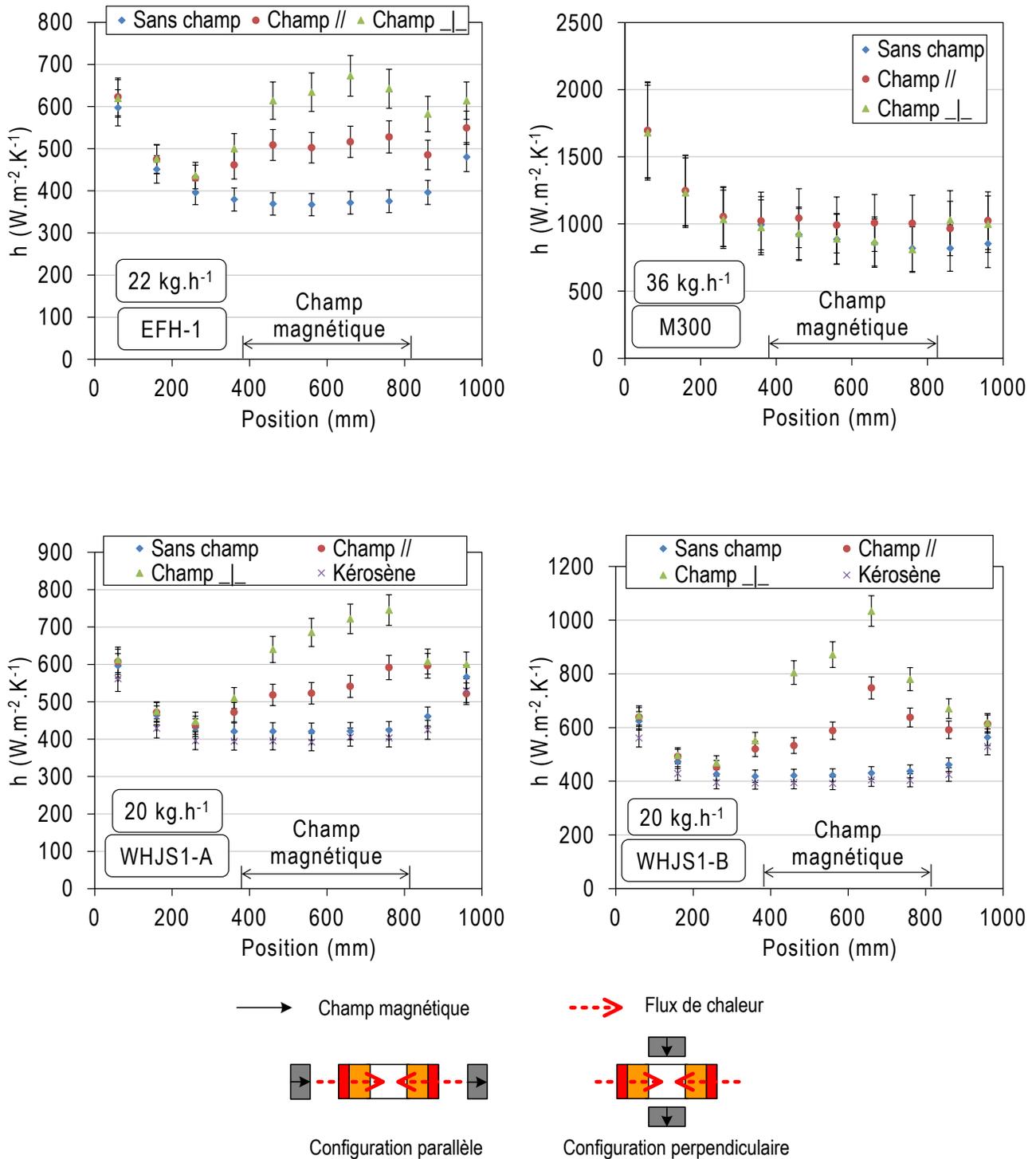
Les résultats expérimentaux pour ces différents ferrofluides sont donnés sur la Figure 4.9. Cette figure représente l'évolution du coefficient d'échange convectif local  $h$  en fonction de la position dans la section d'essais en régime laminaire ( $Re < 500$  calculé dans des conditions sans champ

magnétique). Nous remarquons bien que le coefficient d'échange est le plus élevé dans la zone où le champ est appliqué.

Pour le ferrofluide EFH-1, nous constatons une amélioration maximale du coefficient d'échange  $h$  à l'abscisse 660 mm de plus de 40% par rapport au cas sans champ lorsque le champ magnétique est parallèle au flux de chaleur. Ce pourcentage d'amélioration du coefficient d'échange  $h$  est presque similaire au WHJS1-A. En revanche, pour le WHJS1-B, il dépasse les 70%. Dans le cas perpendiculaire, nous observons une intensification encore plus importante du  $h$  par rapport au cas parallèle. En effet, une augmentation locale supérieure à 80% comparée au cas sans champ est constatée pour l'EFH-1 et le WHJS1-A. De son côté, le WHJS1-B présente une amélioration de plus de 140% dans ces conditions.

Notons encore que les deux derniers points situés en sortie de la section d'essais des courbes sans champ magnétique de la Figure 4.9 sont caractérisés par un coefficient d'échange thermique élevé. Cette élévation est le résultat de l'effet ailette sur l'extrémité de la section d'essais correspondant à une diminution du flux pariétal et donc d'une surestimation du coefficient d'échange local. Cette remarque est aussi valable pour la mesure localisée à l'entrée de la section d'essais. De plus, nous pouvons dire que le point localisé à l'abscisse 360 mm (entrée dans la zone sous champ magnétique) subit un gradient de champ dû aux fuites magnétiques sur les bords de la culasse magnétique. Comme nous le verrons plus tard, ce gradient de champ peut impliquer une élévation du coefficient  $h$ . Ce phénomène peut être aussi remarqué à la sortie de la zone de champ magnétique où nous remarquons que les ferrofluides ne reviennent pas vers leur l'état initial (cas sans champ).

Concernant le ferrofluide M-300, une amélioration moindre par rapport aux autres ferrofluides est remarquée et cela dans les deux configurations de champ. Cela se traduit toutefois par une amélioration du coefficient d'échange dans le cas parallèle d'au maximum 20% dans la zone sous champ, et par une augmentation localisée de ce dernier à la sortie du champ dans le cas perpendiculaire. Comme nous l'avons signalé lors de l'étude des pertes de charges, nous pensons que ce ferrofluide s'est sédimenté lors des tests dans la boucle. De plus, hormis le blocage des engrenages du débitmètre, ce ferrofluide a formé un dépôt au niveau de la pompe de circulation. L'instabilité de ce ferrofluide peut être liée à l'évaporation de la phase liquide dans la boucle notamment lors de la phase du remplissage (mise sous vide du circuit hydraulique). Dans ce cas, la fraction volumique du ferrofluide devient très importante provoquant ainsi des dépôts de particules. Néanmoins, nous n'avons pas pu soumettre le ferrofluide M-300 à des analyses chimiques afin de mieux comprendre le phénomène de dépôt observé. Les résultats obtenus avec ce fluide ne seront donc plus présentés dans les paragraphes suivants.



**Figure 4.9.** Évolution du coefficient d'échange  $h$  local en fonction de la position dans le canal pour différentes directions du champ magnétique.

La Figure 4.9 permet aussi de comparer les ferrofluides WHJS1-A et WHJS1-B par rapport à leur fluide de base (kérosène), et d'observer un effet dû à leurs fractions volumiques différentes. Les

résultats de mesures montrent une faible amélioration (de l'ordre de 8%) du coefficient d'échange  $h$  avec le ferrofluide dans des conditions sans champ par rapport au fluide de base. Cette amélioration reste similaire pour les deux ferrofluides WHJS1-A (fraction 5%) et WHJS1-B (fraction 10%). Notons que cette intensification des transferts de chaleur convectifs respecte bien les ordres de grandeur donnés dans le chapitre 1 (Tableau 1.2) dans le cas des nanofluides.

Par ailleurs, dans le cas des ferrofluides WHJS1-A et WHJS1-B, la fraction volumique des particules n'a aucune influence sur les coefficients d'échange convectif quand le champ n'est pas appliqué. Comme nous l'avons vu dans le chapitre 2, en l'absence d'un champ, les interactions magnétiques entre particules peuvent être conséquentes notamment si leur diamètre est grand. Cela se traduit par de petits groupements de particules. Ces regroupements aléatoires ne contribuent pas à une amélioration du coefficient  $h$ , lorsque la fraction volumique est augmentée. Ceci peut expliquer les résultats des ferrofluides WHJS1-A et WHJS1-B. Cependant, cette analyse n'est plus valable sous champ magnétique. En effet, en présence d'un champ, l'augmentation de la fraction volumique permet une meilleure intensification des échanges de chaleur. Un gain de 27% est remarqué dans le cas parallèle lorsque la fraction volumique augmente de 5 à 10% tandis que, dans la configuration perpendiculaire, ce gain avoisine les 40%.

#### **4.5.1.1. Réflexion sur l'influence de la direction du champ et consolidation de la théorie d'intensification**

Nous avons démontré expérimentalement que l'amélioration locale du coefficient d'échange  $h$  était plus importante dans le cas perpendiculaire que dans le cas parallèle au flux de chaleur pour les trois ferrofluides étudiés. Comme nous l'avons expliqué dans le chapitre 2, l'explication donnée par plusieurs auteurs à l'intensification du coefficient  $h$  sous champ magnétique est liée à la formation des chaînes de particules. Ces agrégats provoquent ainsi une augmentation de la conductivité thermique responsable de l'amélioration du  $h$ . Toutefois, si cette approche était valide, lorsque la direction du flux thermique est parallèle à celle du champ magnétique, l'amélioration du coefficient  $h$  devrait être plus importante que dans le cas perpendiculaire. Or, c'est le contraire qui est observé i.e. le cas perpendiculaire qui est le plus favorable. Pour rappel, l'étude expérimentale de la conductivité thermique du ferrofluide EFH-1 (chapitre 3) a montré que, dans le cas perpendiculaire, aucune amélioration de la conductivité thermique n'était remarquée.

Les courbes de la Figure 4.9 permettent alors d'affirmer que l'amélioration du coefficient d'échange  $h$  n'est pas due principalement aux chaînes de particules comme cela est fréquemment explicité dans la littérature. Ainsi, l'explication à donner à cette amélioration serait donc plutôt liée à la déformation du profil de champ de vitesse lors de l'application d'un champ magnétique comme cela est proposé par Motozawa et al [2]. Cette déformation se traduit par un fort gradient de vitesse au niveau de la paroi. La forte variation de la vitesse à la paroi implique un meilleur échange de chaleur et en conséquence une amélioration du coefficient  $h$ .

Par ailleurs, à partir des courbes de la Figure 4.9 nous pouvons dire que la déformation du profil de vitesse n'est pas la même pour tous les ferrofluides. L'évolution du  $h$  local le long de la section d'essais est différente. En effet, dans le cas des ferrofluides EFH-1 et WHJS1-B, la valeur maximale du  $h$  est donnée pour l'abscisse 660 mm, tandis que pour le ferrofluide WHJS1-A, la position correspond à 760 mm. Il est difficile d'expliquer les raisons de ces divergences sans avoir recours à une analyse expérimentale plus approfondie, par exemple en mesurant le profil de champ de vitesse sous champ magnétique. Toutefois, nous supposons que certains paramètres peuvent influencer la distribution du champ de vitesse comme :

- la fraction volumique (cas des deux ferrofluides que nous venons de voir),
- la granulométrie des particules : l'interaction avec le champ magnétique est plus importante avec les particules de grandes tailles ce qui induit une plus forte déformation du champ de vitesse,
- la viscosité : elle détermine le comportement du fluide, i.e. newtonien ou non newtonien,
- l'aimantation à saturation : elle traduit le degré d'interaction avec le champ magnétique.

#### 4.5.1.2. Incertitudes sur les mesures

Les courbes de la Figure 4.9 comportent des barres d'incertitudes relatives pour chaque point représentant le coefficient d'échange  $h$  local. Ces incertitudes sont dues aux erreurs de mesures. Elles ont été estimées par la méthode Moffat (cf. Annexe 4) [4]. Nous remarquons que l'erreur sur la mesure du coefficient  $h$  est inférieure à 5,5% pour les ferrofluides WHJS1-A et WHJS1-B. Pour l'EFH-1, l'erreur maximale est de l'ordre de 7%. Ces erreurs faites sur l'évaluation du coefficient  $h$  sont identiques quelle que soit la configuration de test utilisée (sans champ, parallèle, perpendiculaire). Ainsi nous pouvons dire que l'erreur sur le coefficient d'échange est conservative. Cela tend à conforter le fait que les pourcentages d'amélioration donnés ci-dessus sont proches de la réalité.

Par ailleurs, la précision de la mesure du coefficient  $h$  dépend fortement de l'écart de température entre l'entrée et la sortie ( $\Delta T_{\text{entrée/sortie}}$ ) du fluide. Ainsi, les calculs d'incertitudes sur le ferrofluide WHJS1-A permettent, pour la gamme de débit massique allant de 2 à 120  $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$ , d'établir les ordres de grandeur suivants :

- si  $\Delta T_{\text{entrée/sortie}}$  est inférieur à 4°C, l'incertitude maximale sur le coefficient  $h$  est de 20%.
- si  $\Delta T_{\text{entrée/sortie}}$  est supérieur à 6°C, la précision est inférieure à 10%.

Enfin, malgré ces constatations, au vu de la conservation des erreurs entre des tests utilisant plusieurs configurations de champ, les pourcentages d'intensification devraient être proches de la réalité même lorsque le  $\Delta T_{\text{entrée/sortie}}$  est inférieur à 4°C et même si le flux de fuite dépend de la température des parois en cuivre et donc de l'intensification des transferts de chaleur.

#### 4.5.2. Influence du débit sur le coefficient $h$ sous champ

En maintenant la source de champ à l'emplacement donné sur la Figure 4.3, une étude de la variation du coefficient d'échange convectif  $h$  en fonction du débit a été effectuée. Les résultats obtenus pour les trois ferrofluides sont donnés sur la Figure 4.10. L'axe des ordonnées représente la moyenne du coefficient convectif  $h$  calculée en ne prenant en compte que les  $h$  locaux dans les zones sous champ magnétique. Nous remarquons ainsi que l'influence du champ magnétique sur le  $h$  est plus intéressante à faible débit.

En effet, en augmentant le débit, les pourcentages de gain en termes d'intensification des transferts de chaleur diminuent. À titre d'exemple, pour le ferrofluide WHJS1-B, une amélioration de 90% par rapport au cas sans champ est remarquée dans le cas perpendiculaire pour un débit de  $36 \text{ kg.h}^{-1}$ , tandis que, pour un débit de  $100 \text{ kg.h}^{-1}$ , l'amélioration de  $h$  est seulement de 47%. Cette approche semble mettre en évidence un intérêt majeur de l'utilisation des ferrofluides pour les faibles débits qui sont caractérisés dans notre cas par des écoulements en régime laminaire ( $Re$  calculé avec les données de viscosité sans champ).

Lorsque le nombre de Reynolds augmente, l'écoulement a tendance à contrôler majoritairement les transferts thermiques, rendant l'intensification des échanges de chaleur par l'usage de ferrofluides sous champ magnétique moins forte. Cela est prouvé partiellement par les résultats obtenus avec le ferrofluide WHJS1-A. En effet, la viscosité de ce dernier permet d'atteindre un régime transitoire avec un développement progressif de la turbulence ( $Re = 2360$ ) lorsque la valeur de débit est égale à  $100 \text{ kg.h}^{-1}$ . Dans ce cas, le comportement du ferrofluide sans champ présente une meilleure intensification des échanges de chaleur que dans les deux configurations sous champ. De plus, si nous procédons à une comparaison par rapport au fluide de base (kérosène), nous déduisons qu'il est plus intéressant d'utiliser le kérosène comme fluide caloporteur lorsque le débit est supérieur à  $40 \text{ kg.h}^{-1}$ . En effet, la viscosité du kérosène étant de  $1,92 \text{ mPa.s}$  contre respectivement  $4,3$  et  $8,39 \text{ mPa.s}$  pour les ferrofluides WHJS1-A et WHJS1-B, le kérosène atteint le régime transitoire à partir de  $40 \text{ kg.h}^{-1}$  générant ainsi de la turbulence favorable aux transferts thermiques convectifs alors que les ferrofluides, pour ce même débit massique, sont toujours en régime laminaire moins favorable aux transferts thermiques convectifs. Pour des valeurs inférieures, le ferrofluide est en revanche plus adapté. Par ailleurs, il est important de noter que ces observations doivent être confrontées aux mesures de pertes de charges afin de déterminer l'intérêt d'utiliser des ferrofluides. Nous reviendrons sur ce point dans le paragraphe 4.7.

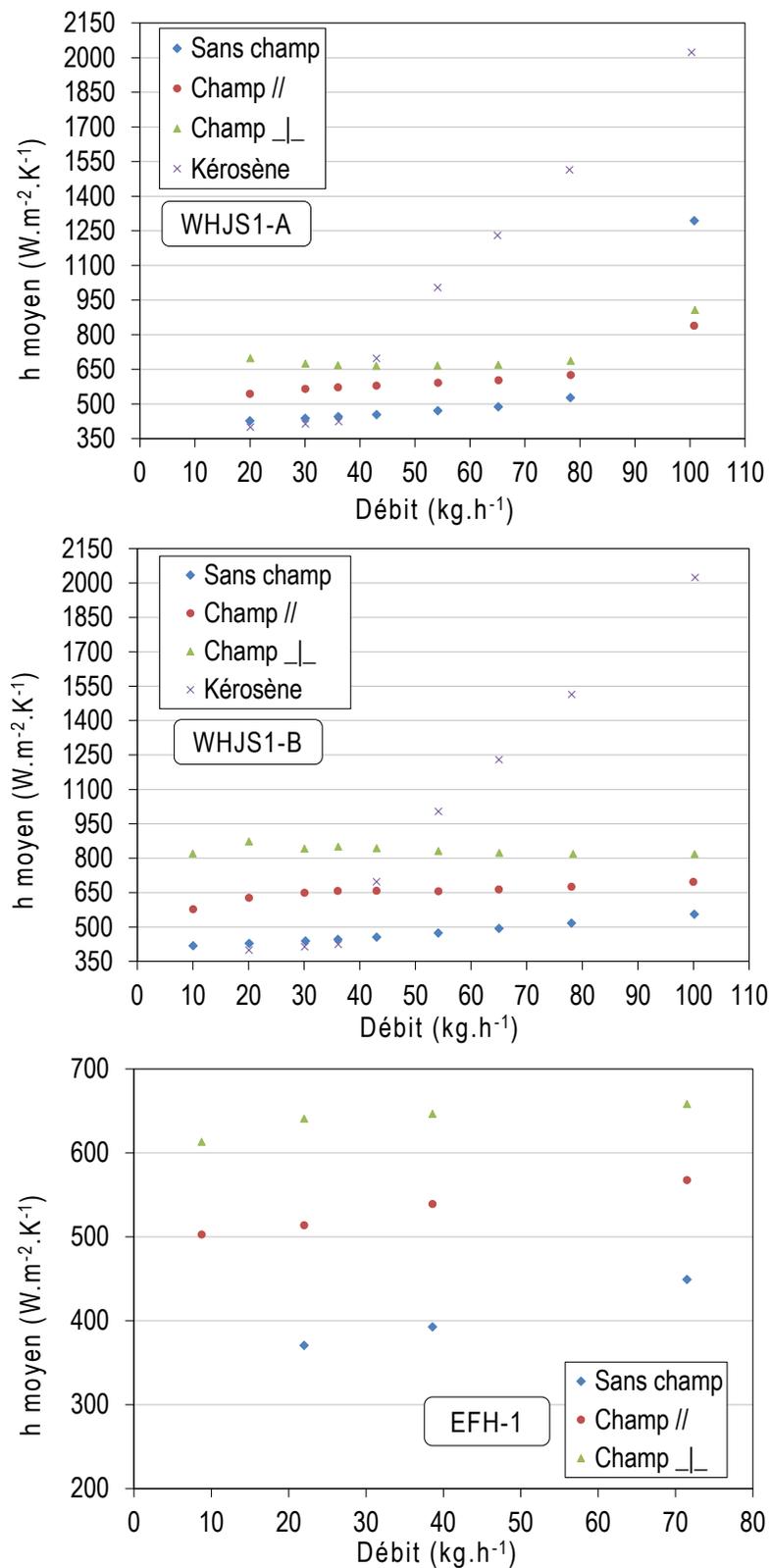


Figure 4.10. Évolution du  $h_{\text{moyen}}$  sous champ magnétique en fonction du débit.

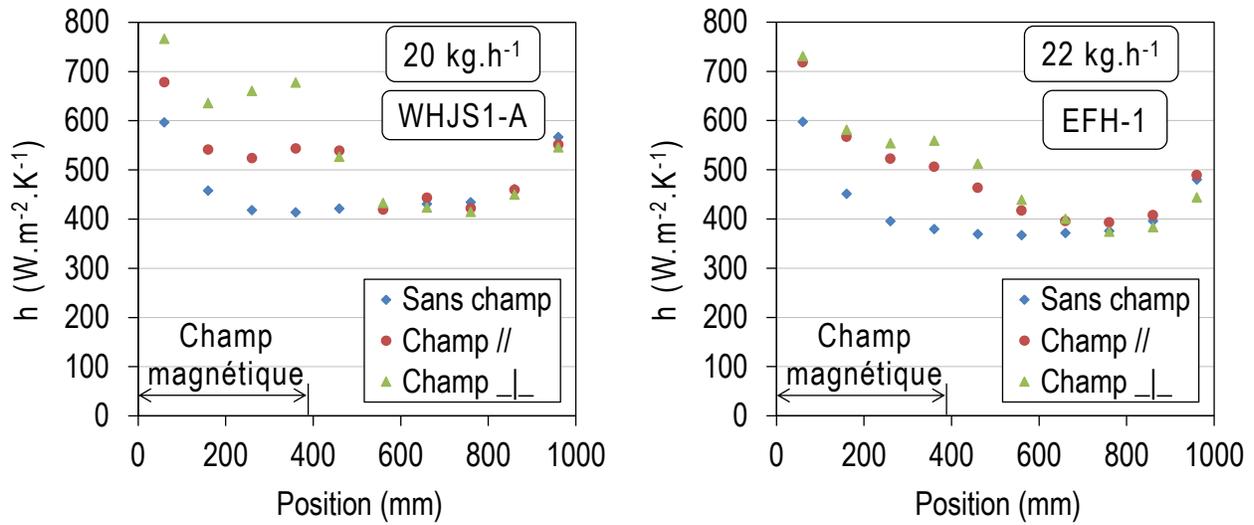
### 4.5.3. Mesure de $h$ dans la zone d'établissement thermique

D'autres tests ont été effectués en positionnant la source de champ magnétique (longueur 400 mm, intensité 0,57 T) à l'entrée de la zone chauffée de la section d'essais. La Figure 4.11 montre tout d'abord que, sans champ magnétique, le coefficient d'échange convectif devient stable à partir d'une position comprise entre 200 et 300 mm en fonction du ferrofluide étudié. Cette stabilisation du coefficient d'échange est une illustration de l'établissement thermique du système. Cette figure permet également de montrer une amélioration locale du coefficient  $h$  dans le cas où la source de champ est positionnée dans la zone en cours d'établissement thermique. Cette amélioration est toujours meilleure dans le cas perpendiculaire.

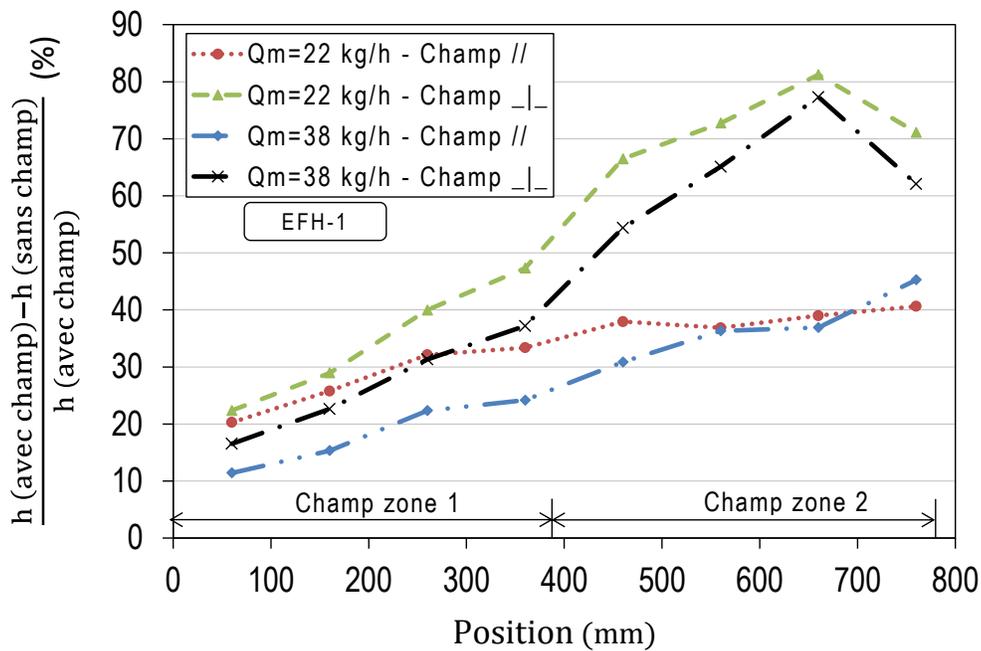
La Figure 4.12 est une synthèse des résultats de la Figure 4.9 et de la Figure 4.11 pour le ferrofluide EFH-1. Nous avons représenté sur celle-ci le pourcentage d'amélioration local du coefficient  $h$  en fonction de la position pour les deux positions de la source de champ. Ainsi, les zones 1 et 2 correspondent respectivement à l'emplacement de cette source au niveau de l'entrée thermique et au niveau de la zone où l'écoulement est établi thermiquement lorsqu'il n'y a pas de champ. Dans le cas perpendiculaire, nous observons que l'amélioration moyenne du coefficient  $h$  dans la zone 2 est 40% supérieure à celle de la zone 1.

Cette différence peut être liée au développement de la couche limite thermique. En effet, la naissance de la couche thermique à l'entrée provoque un gradient thermique qui dépend de l'épaisseur de cette couche. Ainsi, lors de l'application d'un champ magnétique, le profil de champ de vitesse est modifié. Cette perturbation influe sur l'épaisseur de la couche limite thermique qui se manifeste par une amélioration des transferts de chaleur dans cette zone. Par conséquent, l'effet du champ est plus important lorsque l'épaisseur de la couche limite thermique est grande, donc dans la zone thermiquement établie. Par ailleurs, il est important de noter que la perturbation liée au champ magnétique dépend de plusieurs paramètres tels que la nature du fluide de base, la fraction volumique, la granulométrie des particules... En effet, dans le cas du ferrofluide WHJS1-A, l'amélioration moyenne du coefficient  $h$  dans la zone 2 est environ de 16% (faible différence) supérieure à celle de la zone 1 et cela dans la configuration perpendiculaire. Ainsi, une analyse plus approfondie devrait être faite afin de déterminer la pertinence de chaque paramètre et d'identifier la position optimale de la source de champ.

Enfin, comme nous l'avons évoqué dans le §4.5.1, la Figure 4.11 montre bien qu'en dehors de la source de champ, le coefficient d'échange  $h$  local reste intensifié sur une distance non négligeable par rapport au cas sans champ. Ce phénomène est probablement dû à l'établissement thermique de l'écoulement à la sortie de la zone sous champ.



**Figure 4.11.** Évolution du coefficient  $h$  sous champ dans zone en cours d'établissement thermique.



**Figure 4.12.** Influence de la zone de champ sur l'intensification du coefficient  $h$ .

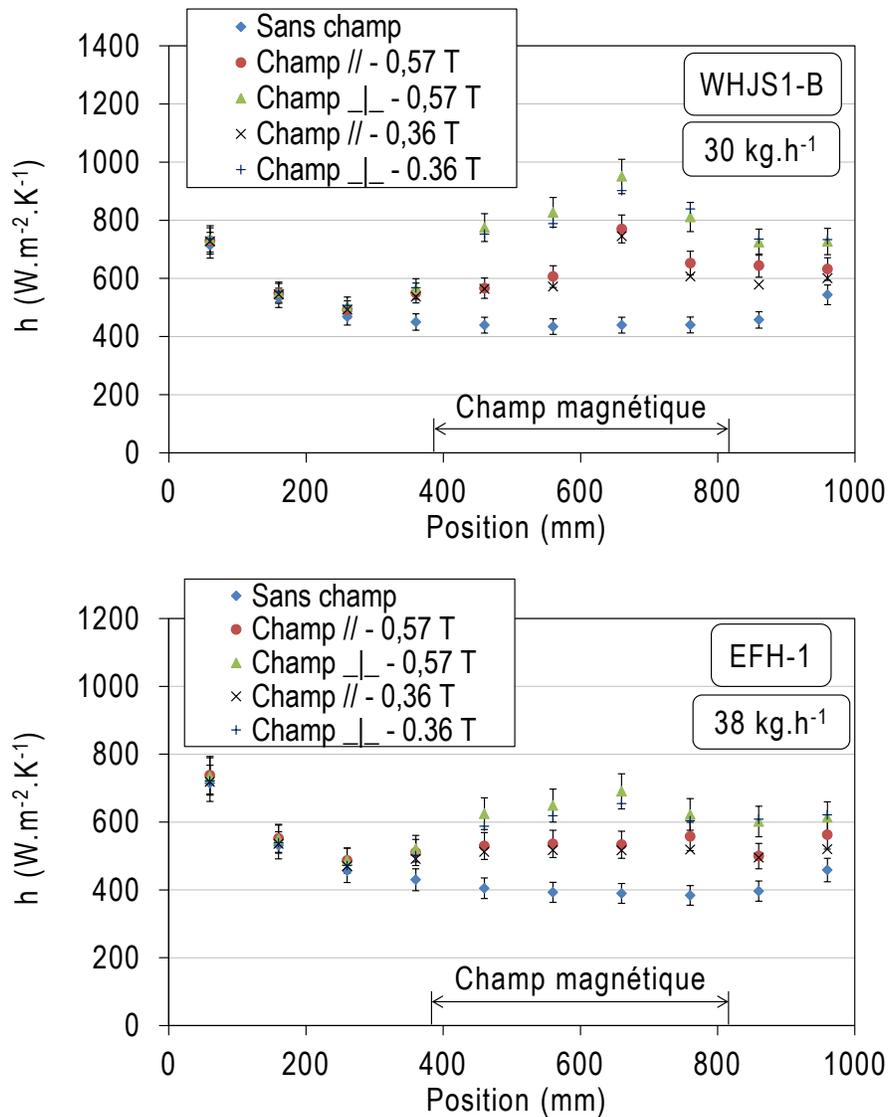
#### 4.5.4. Influence de la longueur de la source de champ et de son intensité

##### Intensité du champ

Comme nous l'avons signalé dans le chapitre précédent, la source de champ magnétique est équipée d'un système de réglage de l'entrefer permettant de régler la valeur de l'induction dans le

ferrofluide. Avec ce dispositif, l'induction minimale que les culasses magnétiques peuvent produire est de 0,36 T.

Nous avons donc effectué d'autres tests sur les ferrofluides WHJS1-A/B et EFH-1 avec ce niveau d'induction. Les résultats de cette expérience sont donnés sur la Figure 4.13 pour les deux ferrofluides WHJS1-B et EFH-1. Nous avons positionné ici la source de champ dans la zone où l'établissement thermique est atteint.



**Figure 4.13.** Effet du niveau d'induction sur le coefficient d'échange convectif local.

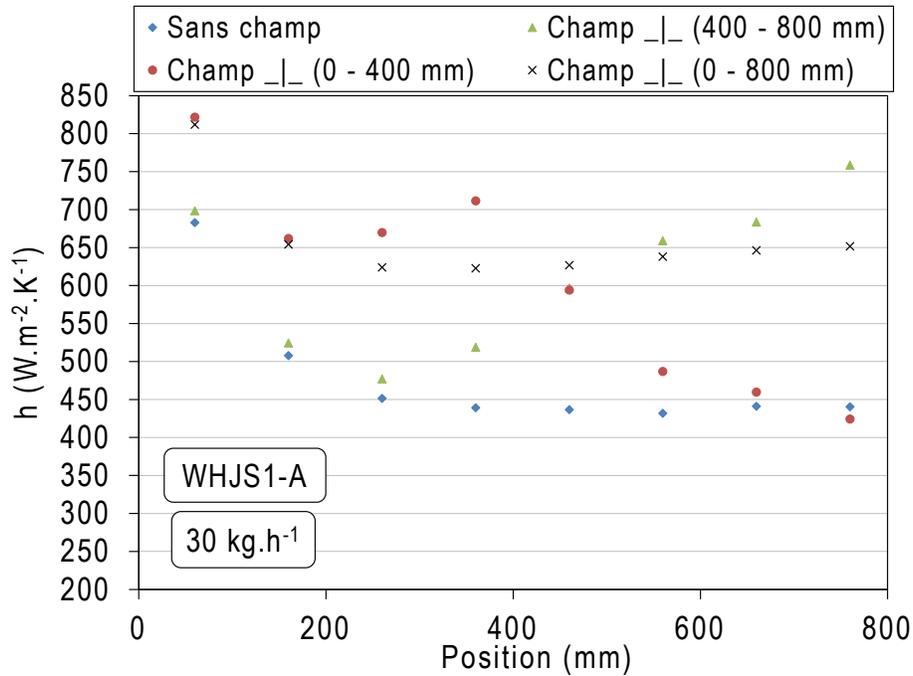
La Figure 4.13 ne montre pas d'effet significatif du niveau d'induction sur l'intensification des échanges de chaleur. Les cas perpendiculaire et parallèle donnent en effet des valeurs de  $h$  similaires pour 0,36 et 0,57 T. Nous supposons que ce résultat est dû au fait que les valeurs d'induction utilisées dans cette expérimentation induisent une forte saturation du ferrofluide.

Toutefois, les résultats de la Figure 4.13 sont à examiner avec précautions. Si nous nous référons aux résultats de la littérature (Motozawa [2] et Lajvardi [5] présentés dans le chapitre 2), nous constatons que l'augmentation de l'induction a tendance à intensifier les échanges de chaleur (amélioration du  $h$ ). Enfin, le comportement que nous avons remarqué pour le WHJS1-B et EFH-1 est aussi valable pour le WHJS1-A. Par manque de temps, nous n'avons pas pu mener plus d'investigation sur cet aspect. Cependant, pour mieux expliquer le phénomène observé et confirmer notre hypothèse, il conviendrait de travailler avec des valeurs d'induction proches de la saturation du ferrofluide.

#### Longueur de la source de champ magnétique

Dans cette expérience, nous avons effectué des essais avec le ferrofluide WHJS1-A en utilisant huit culasses magnétiques soit une longueur de la source de champ de 800 mm (intensité 0,57 T). Les tests sont réalisés uniquement dans le cas perpendiculaire pour différents débits. La Figure 4.14 permet de comparer l'évolution du coefficient  $h$  local pour les deux longueurs 400 et 800 mm de la source de champ magnétique.

Lorsque la longueur de la source de champ est de 800 mm, l'évolution du coefficient d'échange  $h$  du ferrofluide a une allure similaire au cas sans champ i.e. nous pouvons distinguer deux zones : une zone « d'établissement thermique » et une autre « d'établissement thermique atteint ». Il est bien clair que ce comportement est différent lorsque le champ est appliqué sur une longueur de 400 mm. Dans ce dernier cas, l'établissement thermique sous champ magnétique n'est pas atteint. Il en découle alors que, lorsque les conditions d'établissement thermique sont atteintes sous champ magnétique, cela limite l'amélioration du coefficient d'échange  $h$ . À l'instar d'un promoteur de turbulence classique que l'on peut retrouver au sein d'un échangeur de chaleur, ces résultats confirment l'utilité de déstabiliser périodiquement la couche limite thermique et hydrodynamique afin d'intensifier les transferts thermiques.



**Figure 4.14.** Comparaison du coefficient  $h$  local en fonction de la longueur de la source de champ.

Grâce à toutes les études menées dans cette partie, nous pouvons conclure que, pour les fluides utilisés, l'intensification est maximale si :

- le champ magnétique est perpendiculaire au flux de chaleur,
- le régime d'écoulement est laminaire,
- la source de champ est appliquée dans une zone où l'écoulement est thermiquement établi hors champ,
- la longueur de la source de champ ne permet pas un établissement thermique sous champ de l'écoulement.

A contrario, pour les cas présentés plus haut, le niveau d'induction semble avoir un effet négligeable.

#### 4.6. Mesure du coefficient d'échange convectif en présence d'un gradient de champ

Les essais présentés jusqu'ici ont été effectués en plaçant le canal au centre de l'entrefer. Cette position est notée « 1 » sur la Figure 4.15 qui représente la cartographie de l'induction  $B$  ainsi que la position du canal dans l'entrefer. Comme nous l'avons montré dans le chapitre 3 (cf. §3.4.8), cette position se caractérise par une faible variation de l'induction magnétique dans la section du canal. En effet, le Tableau 4.2 montre que les valeurs moyennes des variations de  $B_x$  (composante de l'induction selon  $x$ ) et de  $B_y$  sont négligeables. De plus, la composante  $B_x$  de

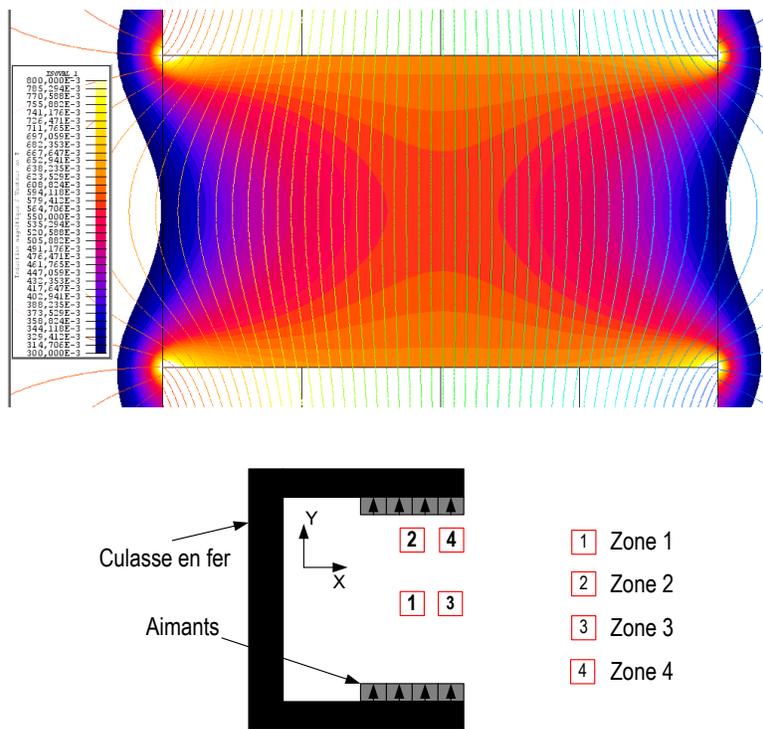
l'induction est très faible par rapport à  $B_y$ . Dans ce cas, la valeur de  $B_y$  est quasiment égale à celle de la norme de  $B$ .

$\overline{B_x}$ (T)	$\overline{B_y}$ (T)	$\frac{\overline{dB_y}}{dx}$ (T.mm <sup>-1</sup> )	$\frac{\overline{dB_y}}{dy}$ (T.mm <sup>-1</sup> )
Selon l'axe X		- 4,36 10 <sup>-6</sup>	6,88 10 <sup>-5</sup>
2,6 10 <sup>-6</sup>	5,71 10 <sup>-1</sup>		
Selon l'axe Y		- 4,36 10 <sup>-6</sup>	6,88 10 <sup>-5</sup>
2,2 10 <sup>-6</sup>	5,73 10 <sup>-1</sup>		

**Tableau 4.2.** Variation de l'induction magnétique dans la zone 1.

Afin d'étudier l'influence du gradient de champ magnétique sur l'intensification des transferts de chaleur convectifs, nous avons cherché grâce aux lignes de champ représentées sur la Figure 4.15, les zones caractérisées par une forte variation d'induction. Cette figure indique les trois zones de gradient choisies notées « 2 », « 3 » et « 4 ».

Nous allons, dans la suite, comparer les coefficients d'échange obtenus dans ces différentes zones avec le cas « 1 » qui nous servira de référence. Pour ces résultats, la longueur de la source de champ est 400 mm et elle est placée dans la zone où l'écoulement est thermiquement établi sans champ.



**Figure 4.15.** Cartographie et zones de gradient de champ dans un entrefer de 34 mm.

#### 4.6.1. Intensification des transferts de chaleur avec le canal en zone 2

L'étude de la configuration perpendiculaire entre le champ magnétique et le flux de chaleur dans la zone 2 nécessite l'augmentation de l'entrefer à 54 mm (entrefer maxi). Ainsi dans cette zone, nous avons étudié l'évolution du gradient de champ dans la section du canal. Les principaux résultats sont regroupés sur le tableau suivant :

$\overline{B_x}$ (T)	$\overline{B_y}$ (T)	$\frac{d\overline{B_y}}{dx}$ (T.mm <sup>-1</sup> )	$\frac{d\overline{B_y}}{dy}$ (T.mm <sup>-1</sup> )
Selon l'axe X		5,90 10 <sup>-5</sup>	4 10 <sup>-3</sup>
1,22 10 <sup>-3</sup>	4,11 10 <sup>-1</sup>		
Selon l'axe Y		5,90 10 <sup>-5</sup>	4 10 <sup>-3</sup>
1,66 10 <sup>-3</sup>	4,19 10 <sup>-1</sup>		

**Tableau 4.3.** Gradient d'induction moyen dans la zone 2.

Nous déduisons donc que la composante  $B_y$  de l'induction est plus importante que la composante  $B_x$  comme dans le cas de la zone 1. Le gradient de champ le plus important est dans la direction de l'axe y.

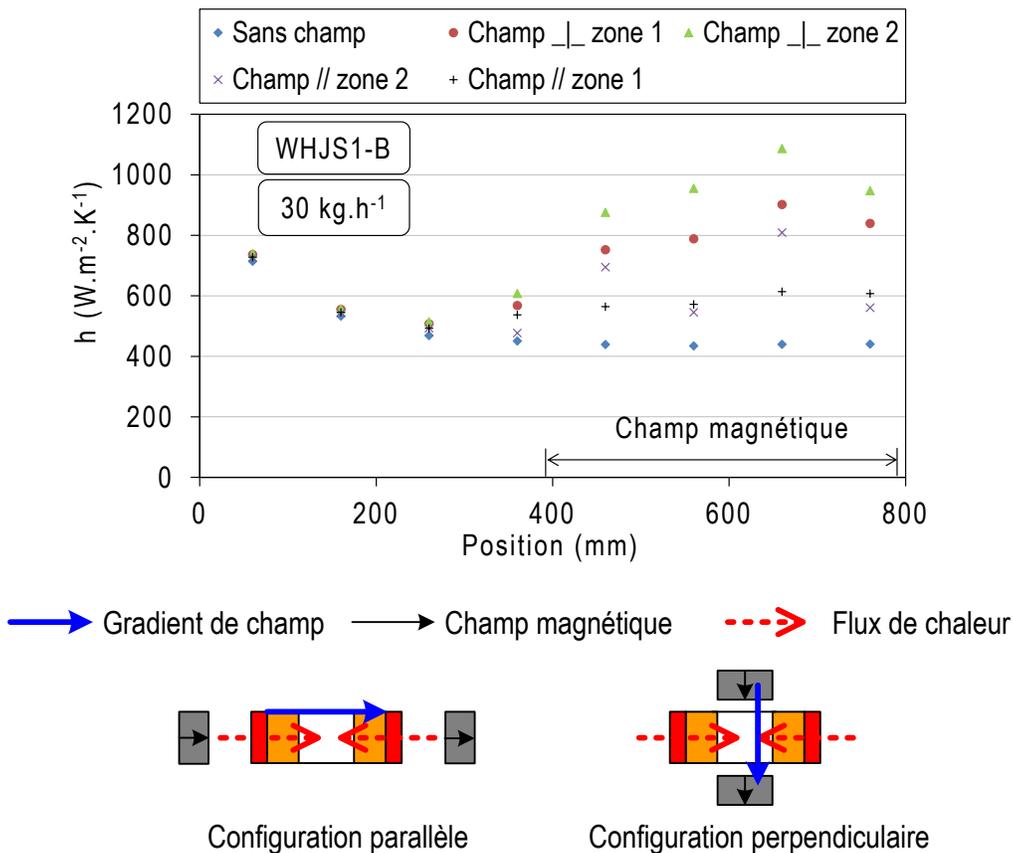
La campagne de tests dans la zone 2 est réalisée avec le ferrofluide WHJS1-B pour les deux configurations parallèles et perpendiculaires.

La Figure 4.16 montre une comparaison du coefficient h entre les deux zones 1 et 2. Nous remarquons bien que l'amélioration du coefficient h dans le cas perpendiculaire est plus importante avec un gradient de champ et que le cas perpendiculaire demeure plus favorable que le cas parallèle. En effet, avec la configuration perpendiculaire, une amélioration atteignant 150% par rapport au cas sans champ est obtenue avec un gradient de champ, tandis qu'avec un champ uniforme, cette augmentation est de 100%. Pour le cas parallèle, une différence maximale de 40% est observée entre le champ uniforme et le gradient de champ. De plus, nous remarquons dans ce dernier cas que le coefficient d'échange varie fortement d'un thermocouple à l'autre avec, en particulier, une diminution pour les abscisses 560 et 760 mm. Il est important de rappeler que la position des thermocouples de paroi est alternée entre les deux parois chauffantes. Cette alternance de mesure de température de paroi se visualise clairement sur les résultats sous champ parallèle dans la zone 2.

L'explication que nous pouvons donner à cette amélioration est liée certainement à la déformation du champ de vitesse. Toutefois, contrairement au cas de la zone 1 où la déformation se faisait d'une manière symétrique, dans le cas du gradient de champ, la déformation est asymétrique. En effet, l'étude du cas parallèle dans la zone 2 montre que la température de la paroi proche de celle des aimants est fortement diminuée entraînant par conséquent une

amélioration du coefficient  $h$ . Cela peut se traduire par une migration de particules (accumulation) vers la zone de plus forte intensité. Cette migration se fait donc selon la direction du gradient de champ  $\frac{dB_y}{dy}$ . Ainsi, ce phénomène d'accumulation peut provoquer une accélération locale du fluide au niveau de la paroi proche des aimants ou une amélioration locale de la conductivité thermique.

Par ailleurs, dans le cas perpendiculaire, la courbe d'évolution du coefficient  $h$  présente une allure similaire à celle de la zone 1. Dans ce cas, il est difficile de prédire la nature de déformation du profil de vitesse.



**Figure 4.16.** Effet du gradient de champ de la zone 2 sur le coefficient  $h$  pour un entrefer de 54 mm.

Notons que les phénomènes d'intensification observés ne peuvent pas être dus à l'intensité du champ magnétique. En effet, comme nous l'avons montré précédemment, l'intensité du champ magnétique n'a pas d'influence significative sur l'amélioration des échanges de chaleur. Ainsi, la valeur du gradient d'induction semble contribuer fortement à la déformation du profil de vitesse et à l'amélioration du  $h$ .

Au vu des résultats présentés sur les transferts de chaleur dans la zone 2, il semble que l'intensification des transferts de chaleur est meilleure quand la variation de champ est perpendiculaire au flux de chaleur. L'étude dans la zone 3 nous permettra de nous retrouver dans cette configuration avec une variation de champ beaucoup plus importante que celle dans la zone 2.

#### 4.6.2. Intensification des transferts de chaleur avec le canal en zone 3

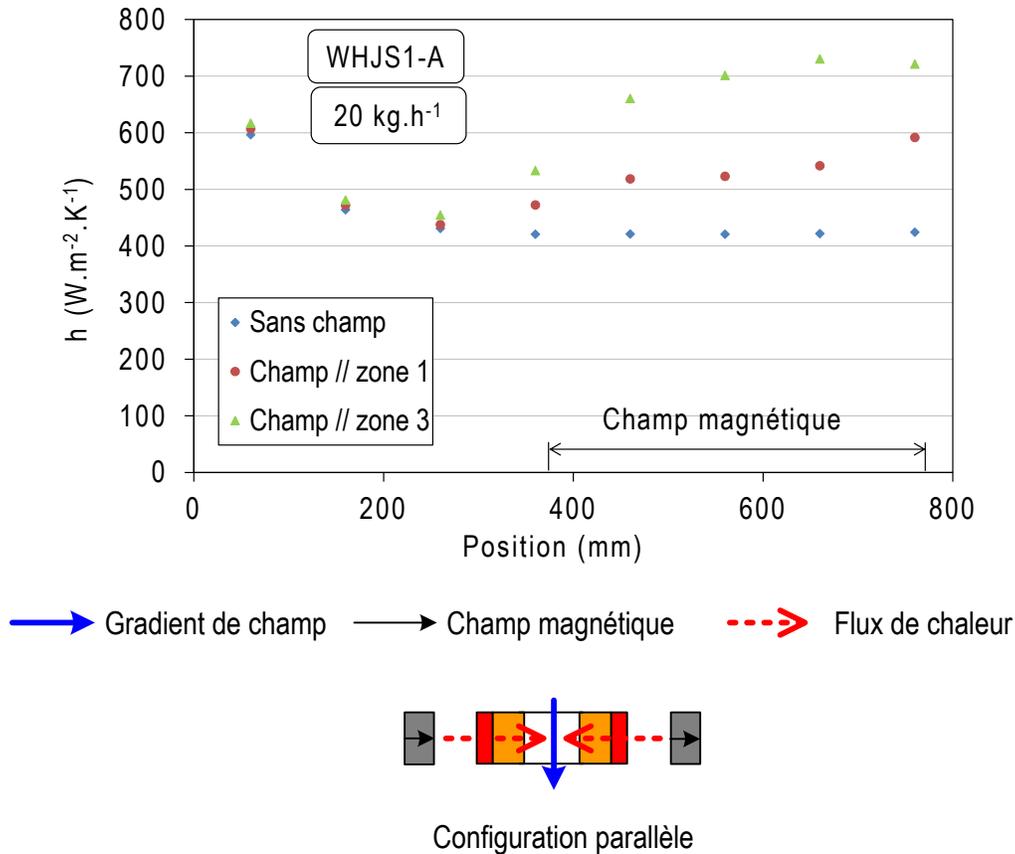
Dans les zones 3 et 4, nous n'avons étudié que les configurations parallèles en utilisant un entrefer de 34 mm. L'étude est réalisée avec le ferrofluide WHJS1-A.

La répartition du gradient de champ dans cette zone est donnée sur le Tableau 4.4. Ce dernier montre que la composante  $B_y$  de l'induction est prédominante et que le gradient de champ  $\frac{dB_y}{dx}$  selon l'axe x est plus important.

Avec cette configuration de champ magnétique, nous remarquons sur la Figure 4.17 que les échanges de chaleur sont meilleurs dans la zone 3 (amélioration du h de plus de 70% par rapport au cas sans champ) que dans la zone 1 (40% d'amélioration) pour le cas parallèle. Pour expliquer cela, nous allons nous servir de l'orientation du gradient de champ. En effet, le cas parallèle est défini par la colinéarité entre le flux de chaleur et la direction des aimants. Or dans le cas de la zone 3, la direction du gradient de champ magnétique est orientée perpendiculairement à la direction des aimants (cf. Figure 4.17), i.e au flux de Chaleur. Ainsi, cette direction du gradient semble être plus favorable à l'intensification.

$\overline{B_x}$ (T)	$\overline{B_y}$ (T)	$\frac{d\overline{B_y}}{dx}$ (T.mm <sup>-1</sup> )	$\frac{d\overline{B_y}}{dy}$ (T.mm <sup>-1</sup> )
Selon l'axe X		-1,47 10 <sup>-2</sup>	5,34 10 <sup>-5</sup>
8 10 <sup>-7</sup>	4,31 10 <sup>-1</sup>		
Selon l'axe Y		-1,47 10 <sup>-2</sup>	5,34 10 <sup>-5</sup>
1,76 10 <sup>-6</sup>	3,5 10 <sup>-1</sup>		

**Tableau 4.4.** Gradient de champ magnétique dans la section du canal pour la zone 3.



**Figure 4.17.** Effet du gradient de champ de la zone 3 sur le coefficient  $h$  pour un entrefer de 34 mm..

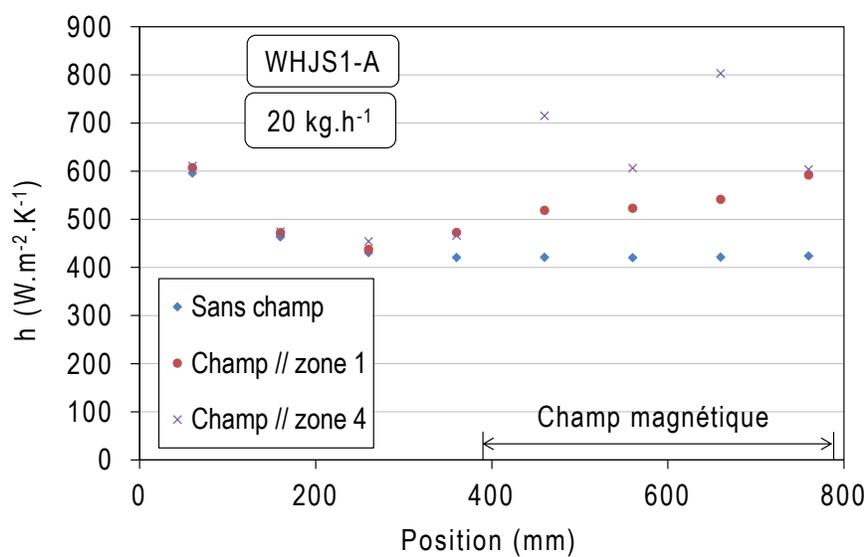
#### 4.6.3. Intensification des transferts de chaleur avec le canal en zone 4

Le but de positionner le canal de la section d'essais dans cette zone, est d'exploiter le gradient de champ magnétique généré simultanément selon les deux directions  $x$  et  $y$  (Tableau 4.5). Nous remarquons grâce au tableau que les valeurs de  $\frac{\overline{dBx}}{dy}$  et  $\frac{\overline{dBy}}{dx}$  sont quasi-similaires.

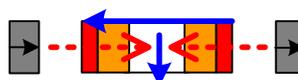
Les essais thermiques effectués avec le ferrofluide WHJS1-A dans la configuration parallèle sont donnés sur la Figure 4.18. L'allure de la courbe obtenue dans la zone 4 est similaire à celle de la zone 2. En effet, une intensification maximale de 90% (par rapport au cas sans champ) est remarquée sur la paroi proche des aimants pour les abscisses 460 et 660 correspondant à la position des thermocouples de cette paroi. Cela est signe d'une migration de particules et d'une déformation asymétrique du profil de champ de vitesse. Compte tenu de la valeur élevée de  $\frac{\overline{dBx}}{dy}$ , cette déformation peut être favorisée sur l'axe  $y$ . Ceci expliquerait la migration des particules et les pics d'intensification observés. Enfin, notons que la compétition entre les deux gradients  $\frac{\overline{dBx}}{dy}$  et  $\frac{\overline{dBy}}{dx}$  a pour conséquence d'intensifier fortement les échanges de chaleur.

$\overline{B_x}$ (T)	$\overline{B_y}$ (T)	$\frac{d\overline{B_x}}{dx}$ (T.mm <sup>-1</sup> )	$\frac{d\overline{B_x}}{dy}$ (T.mm <sup>-1</sup> )	$\frac{d\overline{B_y}}{dx}$ (T.mm <sup>-1</sup> )	$\frac{d\overline{B_y}}{dy}$ (T.mm <sup>-1</sup> )
Selon l'axe X		-1,23 10 <sup>-2</sup>	2,3 10 <sup>-2</sup>	-1,62 10 <sup>-2</sup>	4,066 10 <sup>-3</sup>
-0,15	0,48				
Selon l'axe Y		-1,23 10 <sup>-2</sup>	2,3 10 <sup>-2</sup>	-1,62 10 <sup>-2</sup>	4,066 10 <sup>-3</sup>
-0,152	0,36				

**Tableau 4.5.** Valeurs du gradient de champ moyen dans la zone 4.



→ Gradient de champ   
 → Champ magnétique   
 - - - → Flux de chaleur



Configuration parallèle

**Figure 4.18.** Effet du gradient de champ de la zone 4 sur le coefficient h pour un entrefer de 34 mm.

L'étude comparative entre les quatre zones 1 à 4 permet de conclure que :

- L'effet du gradient de champ induit une intensification des transferts de chaleur convectifs plus importante que lorsque le champ est uniforme,

- Le gradient de champ provoque une migration et/ou une déformation asymétrique du profil de vitesse induisant un meilleur refroidissement des zones proches des aimants,
- La direction du gradient par rapport à celle du flux de chaleur intervient fortement dans l'amélioration du coefficient h.

Comme nous l'avons dit dans les chapitres précédents, l'objectif final de notre étude était d'évaluer les potentialités des ferrofluides pour une utilisation dans les systèmes de refroidissement. Pour cela, nous avons effectué des mesures de température avec la section d'essais en prenant en compte la puissance de pompage. Cette étude permettra de mettre en évidence l'intérêt d'utiliser des ferrofluides dans ce type d'application.

#### **4.7. Comparaison des ferrofluides et de leurs fluides de base vis-à-vis de leur utilisation dans un système de refroidissement**

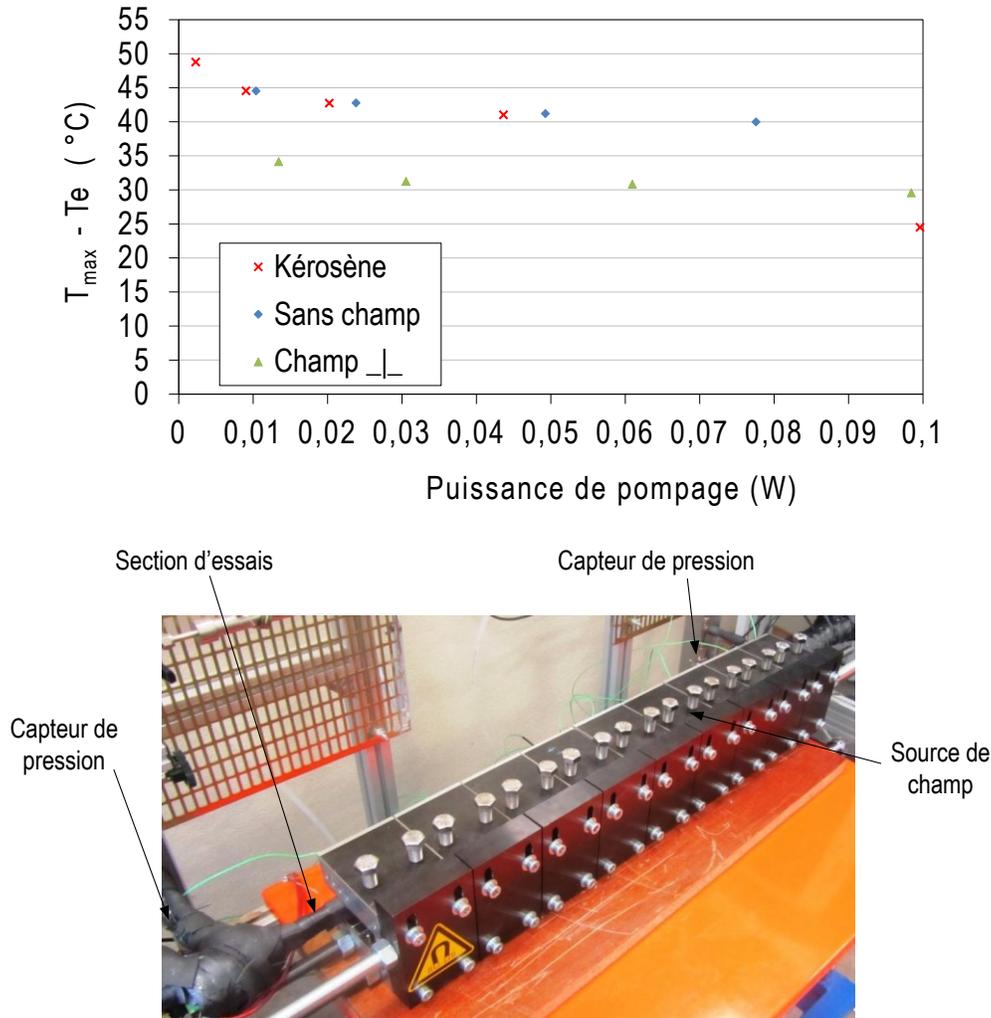
Comme dans les parties précédentes, les fluides testés sont soumis à un flux de chaleur imposé par les résistances chauffantes. Dans ces conditions, le critère de comparaison que nous avons utilisé est la valeur de la température maximale mesurée sur la section d'essais pour une puissance hydraulique et une température d'entrée du fluide données. La puissance hydraulique ou de pompage est calculée en faisant le produit entre les pertes de charge (Pa) dans le canal et le débit du fluide ( $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ ).

En effet, la différence entre température maximale de la section d'essai  $T_{\text{max}}$  et température d'entrée du fluide  $T_e$  est une image des performances thermiques du dispositif de refroidissement, alors que la puissance hydraulique permet, elle, d'estimer la consommation énergétique nécessaire à l'obtention de ces performances.

Cette étude étant très chronophage, nous n'avons pu la faire que sur un seul type de ferrofluide (WHJS1-A) et une seule configuration du champ magnétique (cas perpendiculaire avec le canal au centre de l'entrefer). Dans notre cas, la température maximale de la plaque en cuivre est tout le temps mesurée pour une abscisse de 760 mm dans les configurations suivantes :

- WHJS1-A sans champ,
- WHJS1-A avec champ (champ uniforme de 0,57 T en configuration perpendiculaire assuré par l'utilisation de 9 culasses - Figure 4.19),
- fluide de base seul.

La température d'entrée du fluide dans la section d'essais est maintenue à 20°C pour toute la gamme de débit étudiée (20 à 54  $\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$ ). Cette démarche permet d'avoir une base de comparaison commune à tous les fluides. La puissance électrique totale appliquée sur les quatre résistances chauffantes est de 150 W. Les résultats de cette expérience sont regroupés sur la Figure 4.19, cette dernière représentant l'évolution de  $T_{\text{max}} - T_e$  en fonction de la puissance de pompage.



**Figure 4.19.** Comparaison du refroidissement par ferrofluide avec et sans champ avec son fluide base en fonction de la puissance de pompage.

D'après la Figure 4.19, nous remarquons que le cas avec champ permet d'obtenir des températures inférieures aux autres configurations sur quasiment toute la gamme de puissance de pompage. En effet, à titre d'exemple, pour une puissance de 0,03 W, un gain de 10°C est constaté en rajoutant un champ magnétique. Pour le ferrofluide sans champ et son fluide de base,  $T_{\max} - T_e$  vaut 42,5°C. Aucun gain en température n'est ainsi remarqué en rajoutant les particules dans le fluide de base à puissance de pompage identique. Cela est en adéquation avec les résultats obtenus précédemment sur le coefficient  $h$  et certains résultats de la littérature sur les nanofluides [6].

Par ailleurs, l'apport du ferrofluide sous champ sur la température maximale de paroi est plus important pour les faibles débits alors que la Figure 4.19 montre que l'utilisation du fluide de base est meilleure pour les forts débits passant alors d'un écoulement laminaire à turbulent, ce

dernier étant plus favorable aux transferts de chaleur. Cette remarque rejoint les conclusions faites dans le paragraphe 4.5.2. L'intérêt du ferrofluide sous champ par rapport au fluide de base dépend donc du débit. Dans le cas du WHJS1-A, il est intéressant de travailler avec des débits inférieurs à  $40 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  soit un nombre de Reynolds inférieur à environ 800 calculé sur la base du diamètre hydraulique du canal, à  $20^\circ\text{C}$  et sans champ magnétique. Cette valeur de débit est toutefois imprécise car il faudrait avoir plus de points de mesure pour l'affiner.

En conclusion, il semble donc les ferrofluides aient un réel intérêt dans les applications à faible nombre de Reynolds (faible débit ou faible diamètre hydraulique). Dans le cas où l'écoulement est turbulent, le fluide de base, caractérisé par une plus faible viscosité, reste le plus performant.

#### 4.8. Conclusion

Nous avons axé la présentation de ce chapitre sur les paramètres qui peuvent intervenir sur l'intensification des échanges de chaleur dans les ferrofluides sous champ magnétique.

Dans un premier temps, nous avons vu que l'influence de la direction du champ magnétique par rapport à celle du flux de chaleur était déterminante dans l'intensification des échanges de chaleur. Cette démarche originale permet d'affirmer que l'intensification du coefficient  $h$  n'est pas liée à une modification de la conductivité thermique suite à la formation de chaînes de particules mais plutôt à une déformation du profil de champ de vitesse.

Dans un deuxième temps, l'étude de l'influence du débit et de la zone d'établissement sur le champ magnétique, a permis de mettre en évidence l'intérêt de l'intensification des échanges de chaleur pour les faibles débits (régime laminaire) et dans la zone où l'établissement thermique est atteint. Nous avons ensuite montré que le gradient de champ magnétique avait plus d'influence sur l'intensification des échanges de chaleur par rapport au champ uniforme. Ceci signifie que la déformation asymétrique du profil de vitesse permet une meilleure intensification du coefficient d'échange convectif local.

Pour compléter cette conclusion, notons qu'une étude expérimentale supplémentaire a été menée afin de valider l'intérêt des ferrofluides pour le refroidissement des composants électroniques de puissance. Pour cela, un module de puissance à refroidissement double face a été caractérisé thermiquement (mesures d'impédances thermiques) en présence ou non d'un champ magnétique. Les résultats se sont avérés peu convaincants, c'est pourquoi ils ne sont pas présentés ici. L'annexe 5 présente toutefois les résultats de ces travaux. Cette étude devrait être approfondie afin de mettre en place une expérimentation plus adaptée et plus représentative de l'utilisation des composants dans des conditions fonctionnelles. De plus, l'action du champ magnétique sur le fonctionnement des composants devrait également être étudiée pour évaluer son impact sur les performances des convertisseurs statiques.

## Références

- [1] Idel'cik, *Mémento des pertes de charges*, 3ème édition. Eyrolles, EDF, 1986.
- [2] M. Motozawa, T. Sekine, T. Sawada, et Y. Kawaguchi, « Variation of forced convective heat transfer in rectangular duct flow of a magnetic fluid under magnetic field », *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 412, n° 1, p. 012025, févr. 2013.
- [3] R. K. Shah et A. L. London, *Laminar flow forced convection in ducts: a source book for compact heat exchanger analytical data*. Academic Press, 1978.
- [4] R. J. Moffat, « Describing the uncertainties in experimental results », *Exp. Therm. Fluid Sci.*, vol. 1, n° 1, p. 3-17, janv. 1988.
- [5] M. Lajvardi, J. Moghimi-Rad, I. Hadi, A. Gavili, T. Dallali Isfahani, F. Zabihi, et J. Sabbaghzadeh, « Experimental investigation for enhanced ferrofluid heat transfer under magnetic field effect », *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 322, n° 21, p. 3508-3513, nov. 2010.
- [6] S. Ferrouillat, A. Bontemps, J.-P. Ribeiro, J.-A. Gruss, et O. Soriano, « Hydraulic and heat transfer study of SiO<sub>2</sub>/water nanofluids in horizontal tubes with imposed wall temperature boundary conditions », *Int. J. Heat Fluid Flow*, vol. 32, n° 2, p. 424-439, avr. 2011.

## Conclusion & Perspectives

L'intégration des ferrofluides dans les systèmes de refroidissement implique la connaissance de leurs propriétés thermophysiques et de leur comportement thermohydraulique. Dans ce contexte, notre démarche s'est orientée vers la mise en place de plusieurs bancs de caractérisation.

Sur l'aspect thermique, nous avons dans un premier temps, proposé un système de mesure de la conductivité thermique sous champ magnétique. Ce dispositif a montré que la conductivité thermique était améliorée grâce aux chaînes de particules dans le cas où le champ magnétique est dans la même direction que le flux de chaleur. Dans le cas perpendiculaire, aucune amélioration significative n'est observée. Toutefois, les résultats de ces mesures ne permettent pas d'exclure le cas perpendiculaire dans l'amélioration de la conductivité thermique. En effet, les tests n'ont pas été effectués dans un champ parfaitement uniforme mais plutôt dans un gradient de champ magnétique. Or les résultats concernant les performances thermohydrauliques des ferrofluides étudiés ont mis en évidence l'influence significative des gradients de champ dans l'intensification des transferts thermiques. La répartition des gradients semble donc favoriser la migration de particules et par conséquent l'amélioration potentielle de la conductivité thermique. Outre l'orientation du champ magnétique, il semble donc important de maîtriser et caractériser finement l'uniformité ou le gradient du champ magnétique appliqué.

Dans un second temps, nous avons présenté la boucle thermohydraulique qui assure la mesure du coefficient d'échange convectif  $h$  ainsi que des pertes de charges générées par le ferrofluide. Ce système a permis de mettre en évidence l'influence de la direction et de la nature du champ magnétique (champ uniforme et gradient de champ) sur les performances thermohydrauliques du ferrofluide. Comme fait marquant, des intensifications des transferts de chaleur locales allant jusqu'à 150% peuvent être observées par rapport aux fluides de base. Ainsi, grâce à cette étude et à celle menée sur la conductivité thermique, nous avons pu consolider la théorie de la modification du champ de vitesse sous l'influence d'une migration des particules responsable de l'intensification des échanges de chaleur. De plus, la réponse du ferrofluide semble être plus intéressante dans le cas d'un gradient de champ. Grâce à la boucle thermohydraulique nous avons pu mettre en évidence d'autres paramètres influents tels que : la fraction volumique de particules, la longueur d'établissement thermique et le débit d'écoulement. Les résultats montrent que de meilleures intensifications du coefficient d'échange convectif  $h$  sont obtenues pour un faible débit (régime laminaire) et dans la zone thermiquement établie. Par ailleurs, l'intérêt d'utiliser un ferrofluide est bien démontré en le comparant avec le fluide de base pour une puissance de pompage identique. Il en découle alors que pour les systèmes nécessitant un écoulement à faible débit, et pour une puissance de pompage similaire, l'utilisation des ferrofluides sous champ magnétique semble plus intéressante que celle du fluide de base.

Par ailleurs, le dispositif de mesures rhéologiques avait pour but de déterminer les lois de comportement rhéologiques des ferrofluides sous induction allant jusqu'à 1 T. Suites aux contraintes de fabrication rencontrées, les objectifs initiaux de ce dispositif n'ont pas été atteints. Ainsi, le dispositif retenu nous a permis de mettre en évidence l'augmentation de la viscosité sous champ magnétique conformément aux résultats de la littérature. Cependant, il est important de noter que les résultats rhéométriques obtenus ne sont donnés qu'à titre indicatif et nécessitent une qualification plus précise.

Enfin, compte tenu des nombreuses hypothèses formulées dans l'analyse des résultats obtenus dans ce manuscrit, ces travaux devront être complétés sur de nombreux aspects.

Le premier aspect concerne les propriétés des ferrofluides utilisés. Notre démarche s'est focalisée sur des ferrofluides commerciaux dont plusieurs paramètres sont inconnus comme : la granulométrie des particules, le type du surfactant, la forme géométrique des particules... Ces paramètres influent évidemment sur les performances thermophysiques des ferrofluides. Ainsi, la détermination d'un ferrofluide pour une utilisation dans les systèmes de refroidissement passe nécessairement par une connaissance précise de l'influence de chaque paramètre. Il est donc important de contrôler la fabrication de ces ferrofluides permettant une caractérisation fine de l'ensemble de ces paramètres a priori influant sur les propriétés thermophysiques.

Le second aspect est lié à la nature du champ magnétique. Nos expérimentations ont été réalisées avec un gradient de champ et un champ uniforme. Comme nous l'avons évoqué concernant les mesures de la conductivité thermique, il est primordial de mettre en place une source de champ parfaitement maîtrisée afin de comparer le cas avec champ uniforme et gradient de champ. De plus, la variation spatiale de la direction du champ magnétique peut être une piste intéressante afin de mettre en évidence des effets complémentaires à ceux démontrés dans cette étude. À long terme, il serait idéal de disposer d'un magnétomètre permettant de vérifier le rôle éventuel de la direction du champ magnétique sur l'apparition d'une anisotropie dans les propriétés magnétiques des ferrofluides. Ce travail a été déjà entamé dans la thèse de M. Petit et mérite d'être poursuivi.

Par ailleurs, des mesures du coefficient de convection sous champ alterné permettraient de procéder à une comparaison complète entre le champ uniforme et le gradient de champ. Conformément aux résultats de la littérature, cette démarche pourrait diminuer les pertes de charges (i.e la viscosité), ce qui augmenterait encore l'intérêt d'utiliser un ferrofluide.

Le troisième aspect concerne la boucle thermohydraulique. Dans un premier temps, il est nécessaire de procéder à une quantification du flux de chaleur longitudinal par simulation numérique et de déterminer les paramètres permettant potentiellement de le diminuer. Cette étude apportera les éléments nécessaires à l'amélioration du banc expérimental. Dans un second temps, les hypothèses que nous avons émises sur l'intensification du coefficient  $h$  sous champ magnétique doivent être confirmées par des moyens de visualisation des écoulements en

particulier le profil du champ de vitesse. La technique de Vélocimétrie par Images de Particules (PIV) pourrait permettre cette vérification.

Enfin, le dernier aspect concerne les mesures rhéologiques. Dans ce cadre, nous préconisons une révision complète du cahier des charges. Cette modification concernera la technique de mesure de la viscosité sous champ. Une technologie de type Couette pourrait être intéressante à condition d'optimiser la source de champ magnétique car l'uniformité du champ pourrait être plus facile à obtenir. Toutefois, un compromis serait à faire afin de minimiser le volume du ferrofluide.

## **Annexe 1 : Domaines d'applications des ferrofluides**

### **1. Visualisation des domaines magnétiques**

Certaines applications industrielles utilisent les ferrofluides pour l'observation des domaines de Weiss. Par définition, chaque matériau ferromagnétique est décomposé en plusieurs domaines de Weiss dans lequel les moments magnétiques sont tous orientés dans le même sens. Chaque domaine est séparé de l'autre par une paroi appelée paroi de Bloch. Les parois de Bloch présentent un fort gradient de champ magnétique ce qui attire les nanoparticules du ferrofluide. Malgré l'homogénéité du ferrofluide due à l'interaction forte entre particules magnétiques et molécules du fluide porteur, l'accumulation des nanoparticules au niveau des zones de fort gradient de champ permet d'observer les joints (parois de Bloch) séparant les domaines de Weiss. Pour ce type d'application, les ferrofluides à base d'eau sont les plus recommandées [1].

### **2. Étanchéité dynamique**

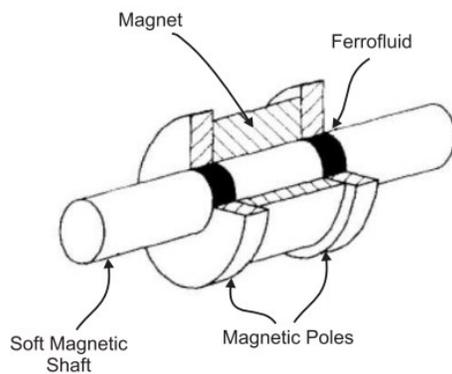
En statique, l'étanchéité est généralement réalisée par des joints toriques. L'utilisation de ces derniers dans des systèmes dynamiques n'est pas recommandée. Un joint Spi peut être par exemple préconisé dans le cas de systèmes arbre-alésage comme dans le cas d'un pont de boîte de vitesse. Cependant, lorsque les vitesses de rotation mises en jeux sont élevées, le mouvement provoque une usure du joint et ainsi une montée en température de l'ensemble mécanique. L'utilisation d'un joint liquide (ferrofluide) peut donc être intéressante pour réduire ces problèmes. Dans le domaine de l'informatique, l'axe du disque dur d'ordinateur entraîne par mouvement de rotation les plateaux magnétiques. La Figure A1.1 représente le principe d'étanchéité utilisé dans les disques durs. L'alésage est réalisé dans un aimant. Dans ce dernier est inséré un axe en matériau magnétique doux. Une rainure est usinée sur l'arbre (axe) afin de contenir le ferrofluide, celui-ci est maintenu en place grâce au champ magnétique généré par l'aimant. Bien entendu la fonction d'étanchéité est assurée grâce à un bon ajustement entre l'arbre et l'alésage. De plus, une optimisation de la quantité de ferrofluide est indispensable. Les ferrofluides utilisés pour la fonction d'étanchéité comportent des fluides porteurs à base d'huiles synthétiques.

### **3. Amortissement**

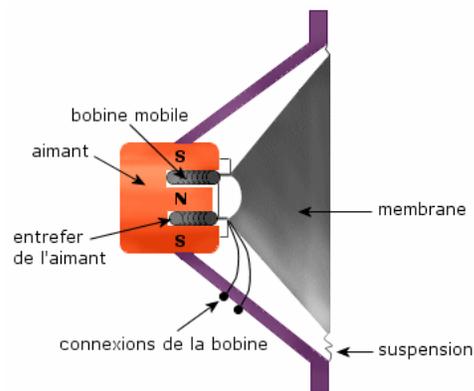
La viscosité remarquable des ferrofluides trouve une utilité dans les hauts parleurs. Lorsque le son est généré, la membrane oscille entraînant avec elle les bobines mobiles (Figure A1.2). Si les bobines mobiles se retrouvent dans un entrefer rempli d'air, elles peuvent être décentrées de l'entrefer de l'aimant. Cette déviation est plus marquée lorsque la puissance sonore est élevée. Par conséquent une distorsion des signaux audio est générée compromettant ainsi la qualité du

son. De plus, la dissipation thermique des bobines mobiles pourrait causer leur destruction. Afin de minimiser toutes ces contraintes, un ferrofluide est inséré dans l'entrefer de l'aimant. Le ferrofluide présente un intérêt double. D'une part, suite à sa viscosité élevée sous champ magnétique, le mouvement de la bobine est amorti (car cela favorise les forces magnétiques dans le ferrofluide) et par conséquent son centrage est assuré. D'autre part, la conductivité thermique élevée du ferrofluide sous champ magnétique permet une diminution de la résistance thermique et une bonne évacuation de la chaleur [2].

Par ailleurs, le ferrofluide est souvent utilisé dans les amortisseurs de siège ou de cockpit d'hélicoptères ou avion à hélice. De plus, pour des applications automobiles, le ferrofluide remplace l'huile d'amortisseur. L'efficacité d'amortissement est contrôlée via une bobine asservie par un calculateur qui régule le courant injecté (induction créée dans la bobine) selon les besoins d'amortissement (vitesse, état de la route). L'objectif est ici de faire varier la viscosité du ferrofluide [3].



**Figure A1.1.** Fonction d'étanchéité réalisée par ferrofluide [4].



**Figure A1.2.** Système d'amortissement utilisant des ferrofluides.

#### 4. Biomédical

Dans le domaine biomédical, les applications des ferrofluides se sont multipliées ces dernières années. En effet, ils sont utilisés dans les IRM comme agent de contraste afin d'augmenter le rendement diagnostique de l'examen. De plus, dans le procédé de séparation magnétique, les nanoparticules ont tendance à capturer les virus et bactéries. Une source de champ magnétique permet alors la séparation des nanoparticules du milieu considéré. Dès le début des années 2000, une nouvelle méthode pour la lutte contre le cancer est apparue nommée hyperthermie magnétique. Un échauffement local entre 41° et 46°C des cellules tumorales permet de les rendre inactives. Cette transmission de chaleur est réalisée par l'utilisation des nanoparticules. Ces dernières sont transportées jusqu'aux zones à traiter par l'effet du champ magnétique [4] [3].

Par ailleurs, les ferrofluides sont un moyen efficace pour lutter contre la contrefaçon de billets de 1 dollar américain. Ces derniers sont imprimés avec des fluides magnétiques.

Dans le domaine des turbomachines, le contrôle des épaisseurs des aubes ainsi que le diamètre des canaux de refroidissement se fait par introduction des ferrofluides. La précision de ces systèmes de mesure utilisant des ferrofluides peut atteindre les 0,0254 mm [1].

### Références

- [1] K. Raj et R. J. Boulton, « Ferrofluids—Properties and applications », *Mater. Des.*, vol. 8, n° 4, p. 233–236, 1987.
- [2] J. Popplewell, « Technological applications of ferrofluids », *Phys. Technol.*, vol. 15, n° 3, p. 150, 1984.
- [3] I. Milosevic, L. Motte, et F. Mazaleyrat, « Ferrofluides - Nanoparticules superparamagnétiques », *Tech. Ing.*, avr. 2011.
- [4] C. Scherer et A. M. Figueiredo Neto, « Ferrofluids: properties and applications », *Braz. J. Phys.*, vol. 35, n° 3A, p. 718–727, 2005.

## Annexe 2 : Propriétés thermo-physiques des ferrofluides

Les ferrofluides commerciaux que nous avons étudié sont au nombre de quatre. Les propriétés données par les fabricants manquent de précisions et ne sont pas complètes. Nous avons donc opté pour différentes caractérisations sans champ magnétique afin de déterminer certaines des propriétés thermo-physiques des ferrofluides dont : la capacité calorifique, la viscosité, la masse volumique, fraction volumique, l'aimantation à saturation. Les mesures de capacité calorifique et de viscosité ont été réalisées au CEA de Grenoble. Tandis que les mesures d'aimantations sont faites à l'aide d'un magnétomètre à extraction disponible à l'institut Néel à Grenoble. Enfin, la détermination de la masse volumique et de la fraction des particules est réalisée au G2Elab.

### 1. Ferrofluides WHJS1-A et WHJS1-B

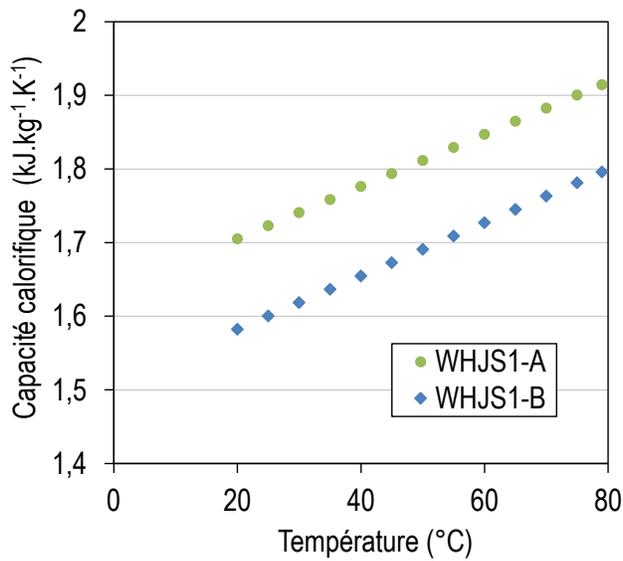
Ces deux ferrofluides sont produits par LiquidResearch. Leur différence principale réside dans la fraction volumique. Celle-ci engendre donc une influence sur les propriétés des deux ferrofluides.

	Fluide de base	Matériau particules	Fraction volumique	Ø moyen des particules (nm)	$\rho$ (kg.m <sup>-3</sup> )	Cp (J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	$\eta$ (mPa.s)	Saturation (mT)
<b>Kérosène</b>	-	-	-	-	800	2000	1,92	-
<b>WHJS1-A</b>	Kérosène	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	5%	10	1026	1705	4,30	18
<b>WHJS1-B</b>	Kérosène	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	10%	10	1226	1582	8,39	40

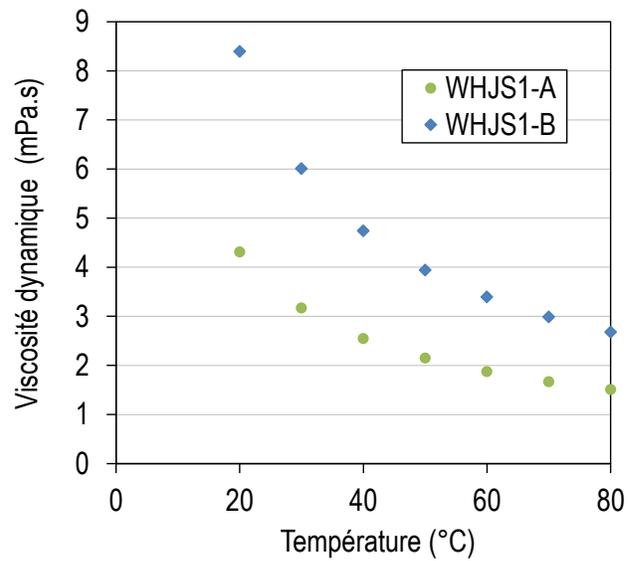
**Tableau A2.1.** Propriétés thermophysiques du WHJS1-A et WHJS1-B à 20°C.

#### 1.1. Variation de la viscosité dynamique et de la capacité calorifique en fonction de la température

La mesure de la viscosité est effectuée avec un rhéomètre de marque Haak. La géométrie utilisée est de type plan-plan.



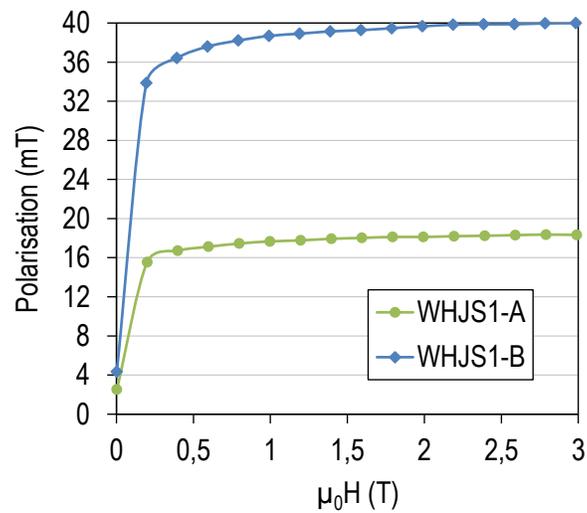
**Figure A2.1.** Évolution de la capacité calorifique massique en fonction de la température.



**Figure A2.2.** Variation de la viscosité en fonction de la température.

## 1.2. Mesure de l'aimantation à saturation

Les informations sur le magnétomètre utilisé sont disponibles dans [1]. La précision de mesure sur l'induction à saturation est de 1%. Celle-ci est due essentiellement à la détermination du volume.



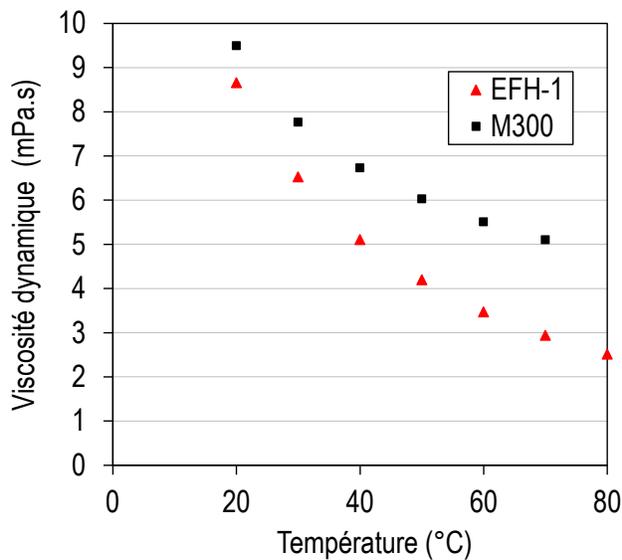
**Figure A2.3.** Aimantation à saturation des deux ferrofluides WHJS1-A et WHJS1-B à  $20^{\circ}\text{C}$ .  $\mu_0$  est la perméabilité du vide ( $\text{H}\cdot\text{m}^{-1}$ ), et  $H$  le champ magnétique dans le ferrofluide ( $\text{A}\cdot\text{m}^{-1}$ ).

## 2. Ferrofluides EFH-1 et M-300

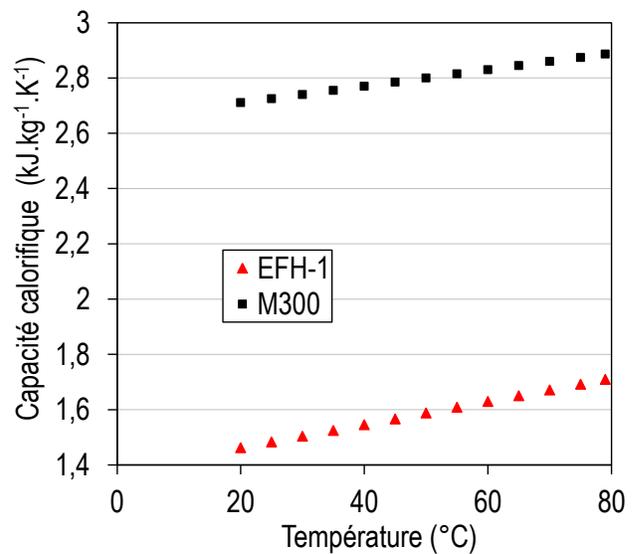
	Fluide de base	Matériau particules	Fraction volumique	Ø moyen des particules (nm)	$\rho$ (kg.m <sup>-3</sup> )	Cp (J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	$\eta$ (mPa.s)	Saturation (mT)
<b>Huile minérale</b>	-	-	-	-	920	1670	-	-
<b>EFH-1</b>	Huile minérale	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	7,3%	10	1210	1462	8,65	35
<b>Eau</b>	-	-	-	-	998,29	4182	1,003	-
<b>M-300</b>	Eau	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	10%	10	1410	-	9,50	32

**Tableau A2.2.** Propriétés thermophysiques de l'EFH-1 et du M300 à 20°C.

### 2.1. Variation de la viscosité dynamique et de la capacité calorifique de l'EFH-1 et du M-300 en fonction de la température

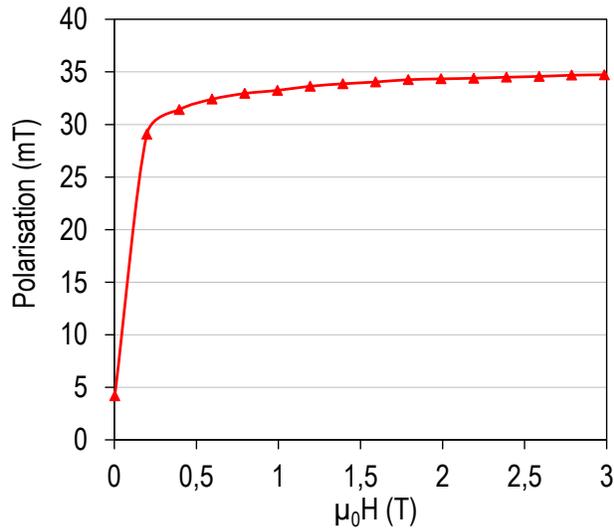


**Figure A2.4.** Viscosité de l'EFH-1 et du M300 en fonction de la température.

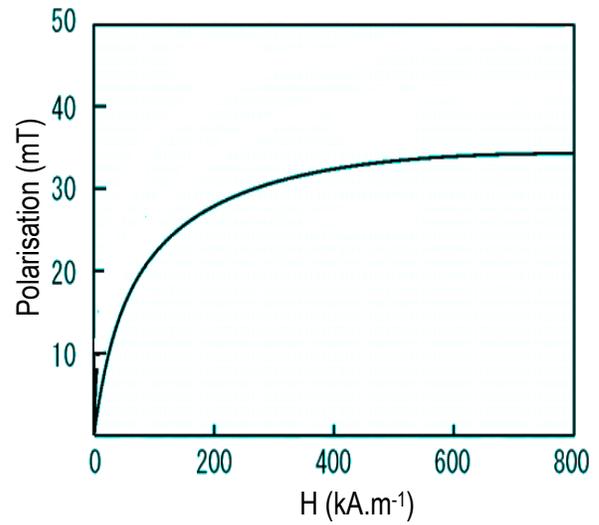


**Figure A2.5.** Effet de la température sur la capacité calorifique massique.

## 2.2. Aimantation à saturation de l'EFH-1



**Figure A2.6.** Courbe de saturation de l'EFH-1 à 20°C.



**Figure A2.7.** Aimantation à saturation du M300 à 20°C d'après les données fabricants.

## 3. Propriétés de la magnétite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

	Formule chimique	Aimantation à saturation (kA.m <sup>-1</sup> )	$\rho$ (kg.m <sup>-3</sup> )	C <sub>p</sub> (J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )
Magnétite	FeO Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ou Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	446	5180	670

## Référence

- [1] Dufer, D., Eyraud, E., et Lethuillier, P., 2000, An efficient 8 T extraction vector magnetometer with sample rotation for routine operation: Rev. Sci. Instrum., V71, no.2, p.458-461.

### **Annexe 3 : protocole de mise en marche de la boucle thermohydraulique**

Les mesures du coefficient d'échange convectif en convection forcée des ferrofluides se font en boucle fermée pour une gamme de débit allant de 2 à 120 kg.h<sup>-1</sup>. Chaque ferrofluide a fait l'objet d'une campagne de mesures selon les configurations définies précédemment. La détermination du coefficient h est basée sur un bilan énergétique global appliqué à la section d'essais. D'un point de vue expérimental, l'obtention de ce résultat (coefficient h) passe par plusieurs étapes que nous résumons comme suivant :

- 1- démarrage de la pompe à vide et baisse de la pression dans la boucle thermohydraulique (1 mbar),
- 2- remplissage du circuit avec le fluide à étudier,
- 3- mise en marche de la pompe de circulation et montée de la pression du circuit,
- 4- arrêt de la pompe et réglage du zéro du débitmètre et de la mise à niveau des capteurs de pression,
- 5- mise en marche à nouveau de la pompe et réglage sur un débit donné,
- 6- alimentation des résistances chauffantes et démarrage de la circulation du fluide de refroidissement dans l'échangeur de chaleur,
- 7- démarrage de l'acquisition des données de températures (chaque 500 ms), débit (1 s) et de pression (1 s). La stabilisation de la température se fait en moyenne entre 20 et 30 minutes,
- 8- régime permanent atteint : acquisition des grandeurs expérimentales moyennes sur une durée de 60 s, soit 120 valeurs pour chaque thermocouple et 60 valeurs pour le débit et la pression permettant d'estimer des valeurs moyennes,
- 9- coupure de l'alimentation des résistances chauffantes, refroidissement de la section d'essais et du fluide puis vidange de la boucle,
- 10- rinçage de la boucle avec un détergent de type Gigapur et avec eau, puis retour à l'étape 1.

Le traitement des résultats obtenus se fait avec une feuille de calcul Excel que nous avons mis en place. Cette dernière permet en rentrant les valeurs de température, de débit, et de la puissance imposée par l'alimentation des résistances d'obtenir les h locaux le long de la section d'essais comme décrit au §3.4.1 du chapitre 3.

## Annexe 4 : Calcul d'incertitude (Méthode Moffat)

La méthode de Moffat permet de calculer l'incertitude sur le coefficient d'échange convectif. Nous allons donc donner la démarche suivie pour la détermination des incertitudes présentées dans le chapitre 4.

Le coefficient d'échange convectif  $h$  est donnée par :

$$h = \frac{1}{\frac{S(T_{paroi} - T_f)}{Q_m C_p (T_s - T_e)}}$$

La méthode Moffat permet d'écrire :

$$\delta h = \sqrt{\left(\frac{\partial h}{\partial U_i} \delta U_i\right)^2} \quad \text{Avec : } U_i = \frac{S(T_{paroi} - T_f)}{Q_m C_p (T_s - T_e)} \quad \text{et} \quad \frac{\partial h}{\partial U_i} = \frac{-1}{U_i^2}$$

Les incertitudes dans le terme  $U_i$  sont liées au débit, température, capacité calorifique massique et la surface. Par conséquent, le terme  $\delta U_i$  s'écrit comme :

$$\delta U_i = \sqrt{\left(\frac{\partial U_i}{\partial S} \delta S\right)^2 + \left(\frac{\partial U_i}{\partial Q_m} \delta Q_m\right)^2 + \left(\frac{\partial U_i}{\partial C_p} \delta C_p\right)^2 + \left(\frac{\partial U_i}{\partial (T_{paroi} - T_f)} \delta (T_{paroi} - T_f)\right)^2 + \left(\frac{\partial U_i}{\partial (T_s - T_e)} \delta (T_s - T_e)\right)^2}$$

Avec :

$$\frac{\partial U_i}{\partial S} = \frac{(T_{paroi} - T_f)}{Q_m C_p (T_s - T_e)} = \frac{U_i}{S}$$

$$\frac{\partial U_i}{\partial Q_m} = -\frac{S(T_{paroi} - T_f)}{Q_m^2 C_p (T_s - T_e)} = \frac{-U_i}{Q_m}$$

$$\frac{\partial U_i}{\partial C_p} = -\frac{S(T_{paroi} - T_f)}{Q_m C_p^2 (T_s - T_e)} = \frac{-U_i}{C_p}$$

$$\frac{\partial U_i}{\partial (T_w - T_f)} = -\frac{S}{Q_m C_p (T_s - T_e)} = \frac{U_i}{(T_{paroi} - T_f)}$$

$$\frac{\partial U_i}{\partial (T_s - T_e)} = -\frac{S(T_{paroi} - T_f)}{Q_m C_p} = \frac{-U_i}{(T_s - T_e)}$$

Ainsi :

$$\delta U_i = U_i \sqrt{\left(\frac{\delta S}{S}\right)^2 + \left(\frac{\delta Q_m}{Q_m}\right)^2 + \left(\frac{\delta C_p}{C_p}\right)^2 + \left(\frac{\delta(T_{paroi} - T_f)}{(T_{paroi} - T_f)}\right)^2 + \left(\frac{\delta(T_s - T_e)}{(T_s - T_e)}\right)^2}$$

Or, l'expression de  $\delta h$  peut s'écrire comme suit :  $\delta h = \sqrt{\left(\frac{-1}{U_i^2} \delta U_i\right)^2}$  et sachant que :  $U_i = \frac{1}{h}$ ,

l'incertitude relative sur le coefficient d'échange convectif  $h$  s'écrit donc comme :

$$\frac{\delta h}{h} = \sqrt{\left(\frac{\delta S}{S}\right)^2 + \left(\frac{\delta Q_m}{Q_m}\right)^2 + \left(\frac{\delta C_p}{C_p}\right)^2 + \left(\frac{\delta(T_{paroi} - T_f)}{(T_{paroi} - T_f)}\right)^2 + \left(\frac{\delta(T_s - T_e)}{(T_s - T_e)}\right)^2}$$

## Annexe 5 : Refroidissement d'un composant électronique double face (3D) par ferrofluide

Le but de cette expérience est d'étudier la résistance thermique d'un composant électronique en fonction du débit. Cette étude a été réalisée avec le ferrofluide EFH-1 pour la gamme de débit massique allant de 4 à 90 kg.h<sup>-1</sup>. Ainsi, la résistance thermique du composant est étudiée suivant deux cas : 1) champ parallèle à la direction du flux de chaleur, 2) sans champ. Le cas perpendiculaire n'a pas pu être étudié à cause des dimensions du boîtier du composant.

### 1. Description du composant électronique

Le composant étudié est un module d'électronique de puissance à refroidissement double face (3D) avec une technologie sans bonding, récemment développé par Schneider Electric dans le cadre de la thèse M. Cong [1]. Il est constitué de deux diodes et de deux transistors bipolaires à grille isolée IGBT tel qu'il est montré sur la Figure A5.1. Le composant est inséré dans un boîtier en delrin qui permet la circulation du fluide caloporteur. Ce dernier est en contact direct avec les faces en cuivre dont lesquelles les diodes et les transistors sont montés. Ainsi, le canal d'écoulement du fluide caloporteur présente une géométrie rectangulaire de largeur 26 mm et de hauteur 0,5 mm. La longueur de ce canal est de 57,3 mm. La Figure A5.2 montre le boîtier du composant ainsi que de sa coupe transversale.

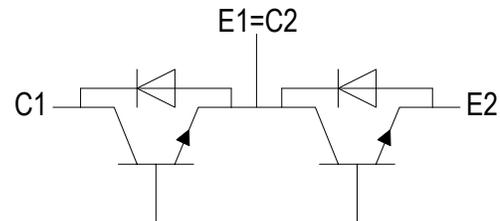


Figure A5.1. Schéma électronique du composant de puissance.

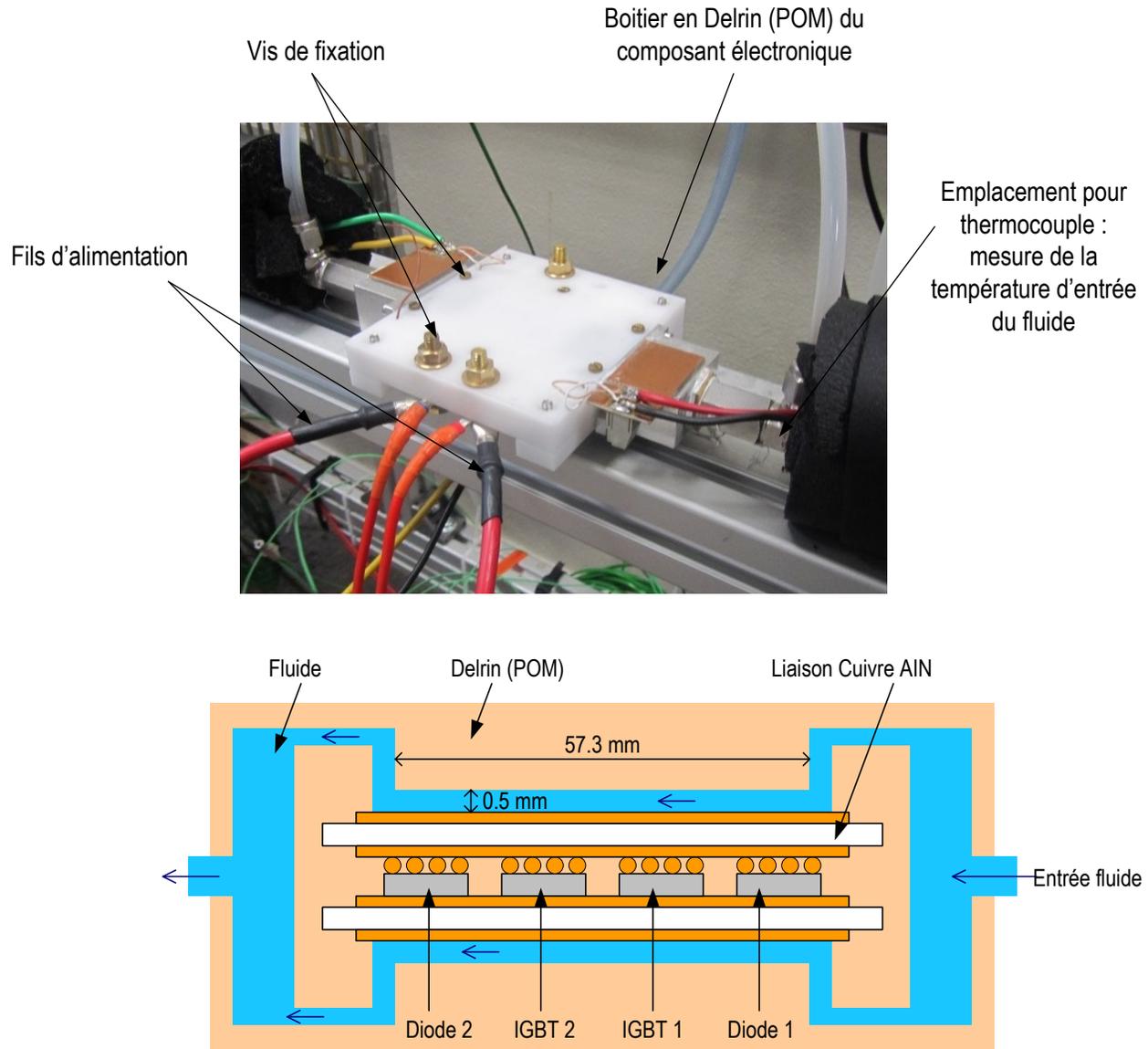
Les tests sur ce composant sont réalisés en le raccordant à la boucle thermohydraulique. Cette dernière étant équipée d'un débitmètre et d'un échangeur de chaleur permet donc de régler la température d'entrée dans le composant. Cette température est mesurée grâce à un thermocouple de type K inséré en amont du composant et intervient dans le calcul de la résistance thermique donnée par l'équation (4A.1) :

$$R_{th} = \frac{T_j - T_e}{P_{\text{électrique}}} \quad (4A.1)$$

où  $P_{\text{électrique}}$  (W) est la puissance électrique injectée,  $T_j$  et  $T_e$  (°C) représentent respectivement la température de jonction du composant et la température d'entrée du fluide dans le module.

Par ailleurs, la température  $T_j$  est mesurée par un paramètre thermosensible à savoir la variation de la tension directe à faible courant. Cette technique de mesure est décrite dans les travaux de

Avenas et al [2] Nous invitons donc le lecteur à se rapprocher de cette référence pour appréhender le principe de mesure.



**Figure A5.2.** Photo et coupe transversale du composant de puissance.

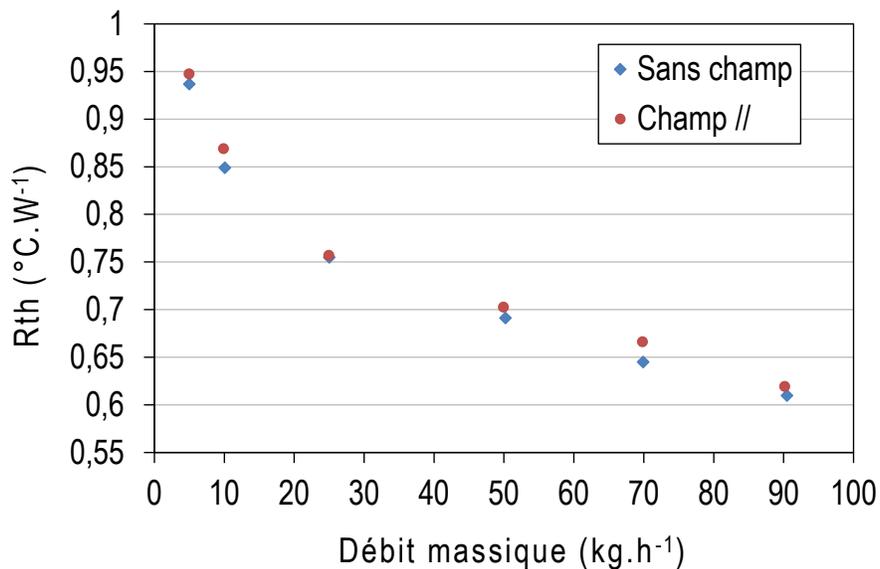
## 2. Résultats de mesures

La Figure A5.3 montre la variation de la résistance thermique de la diode 1 en fonction du débit pour le cas sans champ et avec champ. Ces deux courbes sont obtenues en injectant 100 W dans la diode 1 et en imposant une température d'entrée de 20°C au fluide. Les résultats ne montrent aucune diminution de la résistance thermique en présence d'un champ magnétique. En d'autres termes, la température de jonction de la diode 1 ne présente pas de variation entre le cas

sans champ et avec champ. Les hypothèses permettant d'expliquer ce phénomène observé peuvent être :

- 1) compte tenu de la largeur du canal (26 mm), le ferrofluide est soumis systématiquement à un gradient de champ magnétique. La migration des particules vers les zones de fort gradient engendre une déformation du profil de vitesse asymétrique en défaveur de la diode 1 (par exemple, pic observé à l'abscisse 560 mm dans la zone 2 sur la section d'essais dans le chapitre 4). Ce qui ne permet pas d'intensifier les échanges de chaleur à son voisinage. Cette migration peut engendrer une mauvaise répartition des particules et ainsi une diminution des performances thermiques locales du ferrofluide,
- 2) la position de la diode 1 dans le canal d'écoulement indique que l'écoulement est en cours d'établissement hydrodynamique et thermique. Il a été montré au paragraphe §4.5.5. que l'influence du champ magnétique sur l'intensification des transferts thermiques est d'autant plus faible que la couche limite thermique est faible notamment dans une zone où l'établissement thermique est en cours.

Enfin, il est difficile de conclure sur la non intensification des échanges de chaleur en présence d'un champ magnétique de la diode 1. De plus, les dimensions du boîtier du composant ne permettent pas de le positionner dans d'autres zones de l'entrefer. Il semble donc nécessaire de mener d'autres investigations avec une géométrie plus réduite afin d'arriver à conclure sur le refroidissement double face par l'utilisation de ferrofluides.



**Figure A5.3.** Résistance thermique de la diode 1 en fonction du champ magnétique.

**Références**

- [1] M. Wu Cong, « Etude Prospective de la Topologie MMC et du packaging 3D pour la réalisation d'un variateur de vitesse en moyenne tension. », Thèse de Doctorat, Institut Polytechnique de Grenoble, 2015.
- [2] Y. Avenas et L. Dupont, « Evaluation of IGBT thermo-sensitive electrical parameters under different dissipation conditions – Comparison with infrared measurements », *Microelectron. Reliab.*, vol. 52, n° 11, p. 2617-2626, nov. 2012.