

**NOUVELLE TECHNIQUE DE MESURES DE LA CONDUCTIVITE  
THERMIQUE ET DE LA CAPACITE CALORIFIQUE DU NICKEL PAR  
LA LEVITATION ELECTROMAGNETIQUE**

**Alimata DIARRA<sup>1\*</sup>, Jacqueline ETAY<sup>2</sup>, Annie GAGNOUD<sup>2</sup>, Christian GARNIER<sup>2,3</sup>, Stéphane MASSUCCI<sup>2,3</sup>, Mazen ALAMIR<sup>3</sup>, André SULPLICE<sup>4</sup>, Sophie RIVOIRARD<sup>4</sup>**

<sup>1</sup>FAGES-Université de Ségou, Ségou-Sébougou-RN 6/BP 24, Mali

<sup>2</sup>Laboratoire SIMAP, F-38000 Grenoble, France,

<sup>3</sup> Laboratoire GIPSA-LAB, F-38000 Grenoble, France,

<sup>4</sup> Institut Néel, F-38000 Grenoble, France,

*\*Auteur correspondant : [alimatadiarra30@yahoo.fr](mailto:alimatadiarra30@yahoo.fr)*

**Résumé**

La lévitation électromagnétique des métaux est une technique pour mesurer leurs propriétés thermo-physiques telles que : la densité, la capacité calorifique, la conductivité thermique, la viscosité, la tension superficielle... Les expériences menées en microgravité sur des charges liquides sont très coûteuses financièrement et demandent un temps de travail très long.

Une nouvelle technique de mesure a été mise en place dans le laboratoire de Science et Ingénierie des Matériaux et Procédé de Grenoble en collaboration avec l'Institut Néel de Grenoble. Il s'agit du léviteur électromagnétique placé dans un champ magnétique continu. C'est pour, à terme, diminuer les coûts tout en maintenant, voire améliorant la qualité des mesures que nous avons remplacé la microgravité par un champ magnétique continu qui va réduire le brassage électromagnétique à l'intérieur de la charge liquide lévitée.

Nous avons effectué des expériences par le procédé de la calorimétrie modulée au cours desquelles nous avons mesuré puis enregistrer en fonction du temps, des températures, des courants et des fréquences dans un logiciel d'acquisition des données appelé LabView. A l'aide d'un protocole de traitement des données écrit sous le logiciel Matlab, nous avons pu déterminer

la capacité calorifique et la conductivité thermique du nickel à l'état solide et à l'état liquide. Nous avons par la suite comparé les résultats expérimentaux aux données de la littérature. Ce qui nous a permis de valider le protocole de traitement des mesures.

**Mots-Clés :** Lévitiation électromagnétique, modulation calorimétrie, capacité calorifique, conductivité thermique

### **Abstract**

Electromagnetic levitation of metals is a technique for measuring their thermophysical properties such as density, heat capacity, thermal conductivity, viscosity, surface tension, etc. Experiments conducted in microgravity on liquid loads are very costly and require a very long time. A new measurement technique has been implemented in the Materials and Process Science and Engineering Laboratory in Grenoble in collaboration with the Neel Institute in Grenoble. This involves an electromagnetic levitator placed in a continuous magnetic field. To ultimately reduce costs while maintaining or even improving the quality of the measurements, we replaced microgravity with a continuous magnetic field, which will reduce electromagnetic mixing within the levitated liquid load. We conducted experiments using the modulated calorimetry process, during which we measured and then recorded temperatures, currents, and frequencies as a function of time in a data acquisition software program called LabView. Using a data processing protocol written in Matlab software, we were able to determine the heat capacity and thermal conductivity of nickel in the solid and liquid states. We then compared the experimental results with data from the literature. This allowed us to validate the measurement processing protocol.

**Keywords:** Electromagnetic levitation, modulation calorimetry, heat capacity, thermal conductivity

## **I. Introduction**

La métallurgie est la science des matériaux qui étudie les métaux (et leurs alliages), leurs élaborations, leurs propriétés et leurs traitements. La bonne connaissance des propriétés thermophysiques (la densité, la capacité calorifique, la conductivité thermique, la viscosité, la tension superficielle...) des métaux et des alliages métalliques est cruciale et indispensable pour la modélisation numérique des procédés tels que la coulée continue ou la coulée en moule.

La haute température de fusion de certains alliages métalliques à base de Nickel ou de Titane et la haute pureté nécessaire rendent des mesures très difficiles.

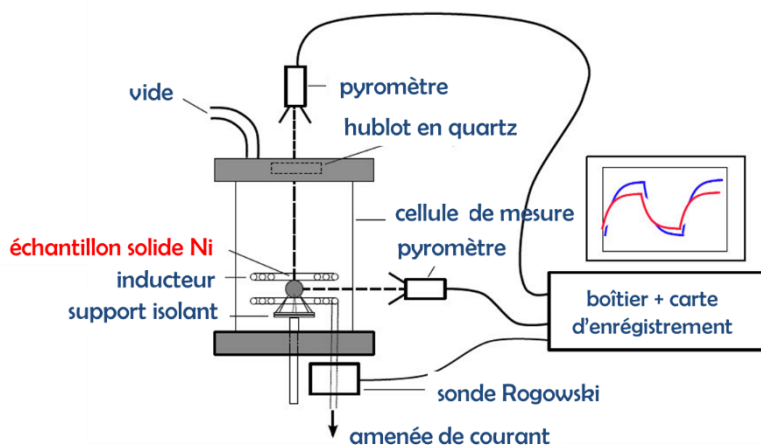
L'utilisation du Lévitateur ElectroMagnétique (EML) qui est un dispositif de mesures sans contact est une solution possible à ces difficultés.

Dans ce document, nous allons par la suite présenter les matériels utilisés lors de la lévitation électromagnétique des charges sphériques de nickel à l'état solide et à l'état liquide. Puis expliquer les méthodes expérimentales effectuées dans chacun des cas. Ensuite, nous présenterons les résultats et les discussions des mesures. En fin, la conclusion.

## II. Matériels et Méthodes

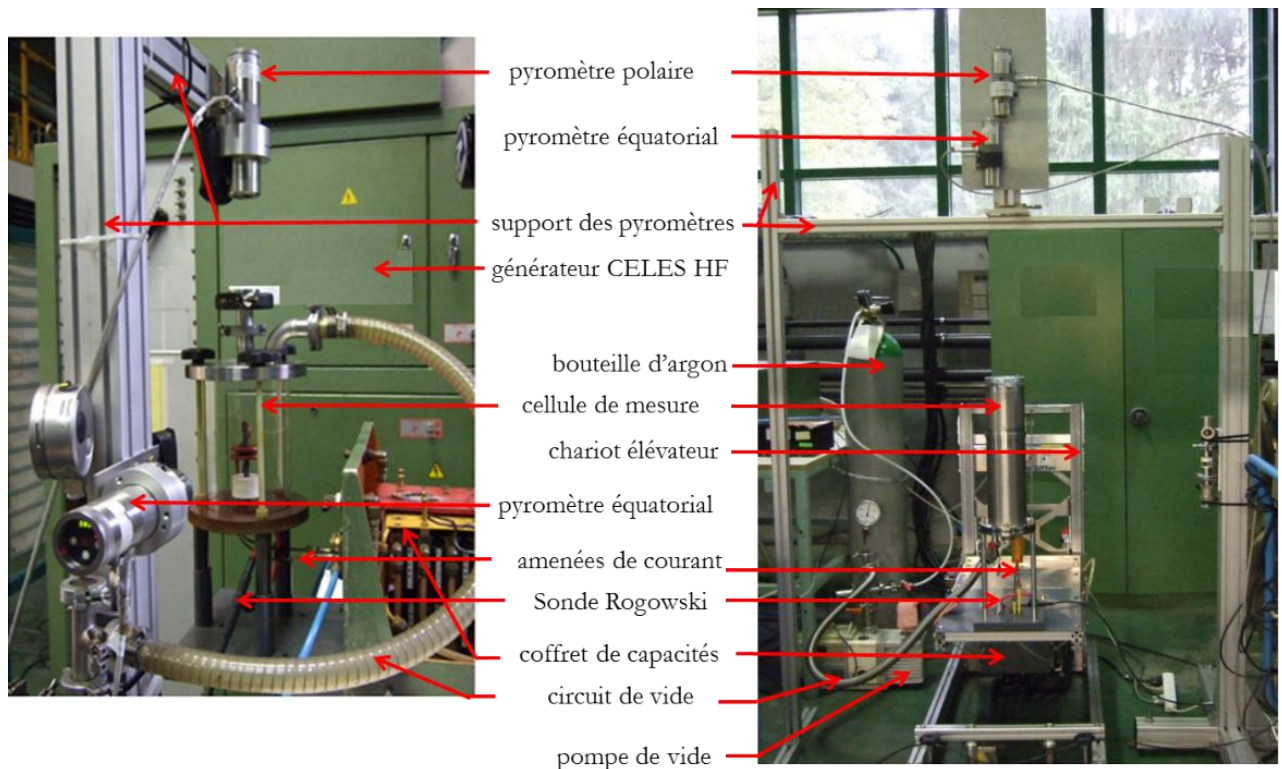
Nous avons utilisé deux installations expérimentales AEXAM-1 et 2 (Application aux EXpériences des Alliages Métalliques). L'installation AEXAM-1 permet de mesurer les propriétés physiques d'un échantillon solide tandis que l'installation AEXAM-2 nous sert pour des mesures sur un échantillon liquide.

La figure 1 est un schéma de ces installations. Les installations expérimentales de la lévitation électromagnétique se composent de 3 parties : une cellule de mesure, une partie électrotechnique et un système de pilotage et d'acquisition.



**Figure 1 :** Schéma des installations expérimentales AEXAM

Les figures 2 (gauche) et 2 (droite) sont des photos commentées des enceintes de mesure :



**Figure 2 : Installation AEXAM-1 à gauche : pour un échantillon solide ; Installation AEXAM-2 à droite : pour un échantillon liquide (sans les composantes du champ DC).**

### 2.1. Cellule de mesure

Les cellules de mesure sont des enceintes cylindriques étanches. Nous avons utilisé deux types d'enceintes, l'une en quartz et l'autre en acier inox pour effectuer respectivement des mesures sur des charges solide et liquide.

- **Enceinte n°1 en quartz** : elle est transparente (figure 2 à gauche). Nous nous en sommes servi pour réaliser les mesures sur une sphère de Nickel solide. Elle repose sur un socle en résine polymère. L'enceinte, d'une hauteur de 200 mm et d'un diamètre interne de 138 mm, est surmontée d'un hublot en quartz transparent fixé sur une flasque en inox. Ce hublot de diamètre 21,5 mm permet la mesure pyrométrique polaire.

- **Enceinte n°2 en acier inox** : nous a permis de réaliser les mesures sur du Nickel liquide. Elle est composée de deux compartiments (figure 2 à droite) d'une hauteur totale de 520 mm et d'un diamètre interne de 90 mm, dont une hauteur de 160 mm pour le compartiment supérieur. L'ensemble repose sur un support en acier rempli de résine. Elle est également dotée d'un hublot en quartz transparent sur la flasque supérieure d'un diamètre de 160 mm.

L'étanchéité de ces deux enceintes est réalisée avec des joints toriques et de la résine polymère et permet d'effectuer des balayages d'argon avant de commencer les expériences en légère surpression.

## 2.2. Partie électrotechnique

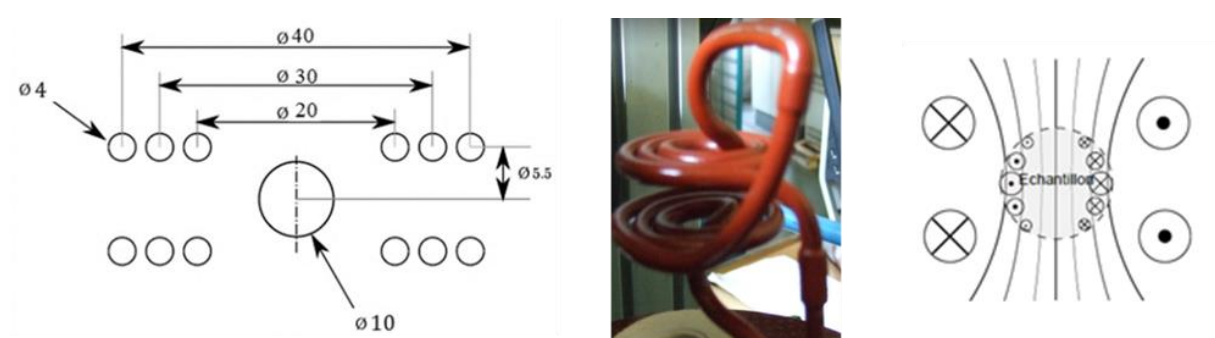
La partie électrotechnique est composée d'un générateur de puissance CELES à haute fréquence qui alimente un circuit oscillant constitué d'un inducteur et d'un ensemble de condensateurs montés dans un coffret.

L'inducteur est réalisé à partir d'un tube de cuivre de diamètres extérieur 4 mm et intérieur 2 mm. Le cuivre possède une excellente conductivité électrique ( $\sigma_{el} = 5,8 \cdot 10^7 \Omega^{-1}m^{-1}$ ) et est suffisamment ductile pour être tordu facilement. L'intérieur du tube sert à faire passer de l'eau de refroidissement empêchant ainsi l'inducteur de s'échauffer.

Les figures 3 et 4 présentent deux types d'inducteurs utilisés pour des mesures respectivement sur des charges solide et liquide.

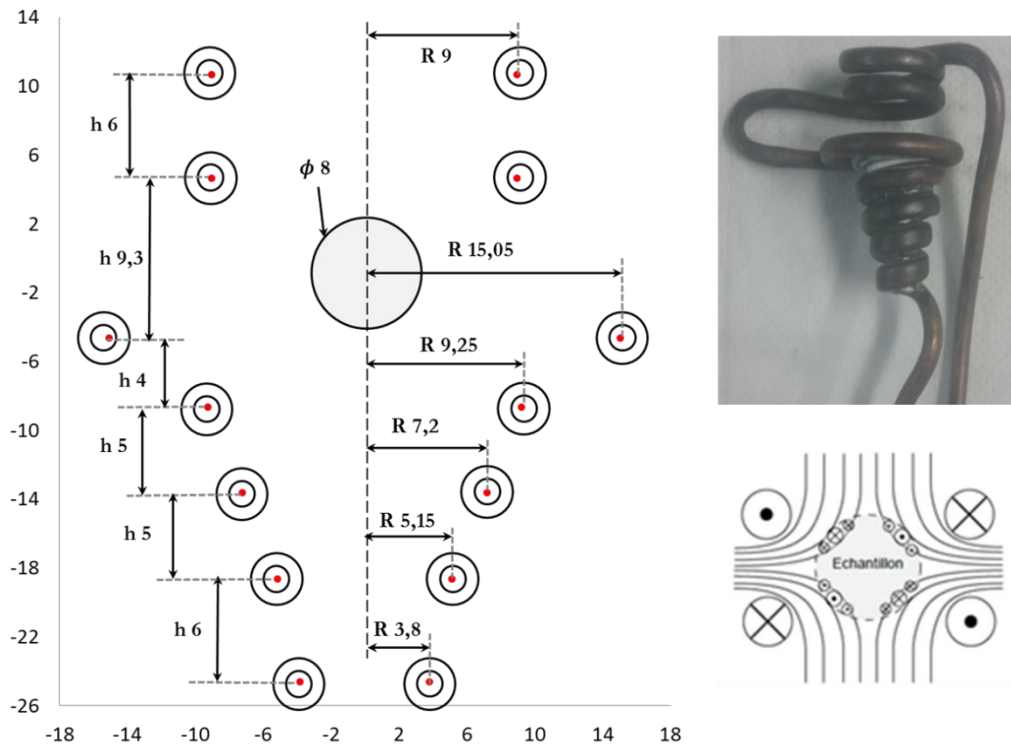
La forme de l'inducteur est adaptée à la nature de l'échantillon.

- Pour l'échantillon solide, il est constitué de 2 enroulements de 3 spires chacun, les enroulements sont montés en parallèle. Il produit un champ bipolaire (figure 3).



**Figure 3 :** Inducteur utilisé pour les échantillons solides. Schéma (gauche) ; photo (milieu) ; lignes de champ bipolaire (droite).

- Pour l'échantillon liquide, il s'agit d'un inducteur de lévitation conique de 5 tours inférieurs et 2 tours supérieurs pour les contre-spires (figure 4 : gauche et droite en haut). Il produit un champ quadripolaire (figure 4 : droite en bas). Sa forme doit être choisie pour minimiser les instabilités de la charge fondue.



**Figure 4\_:** Inducteur utilisé pour les échantillons liquide. Schéma (gauche) ; photo (droite en haut) ; lignes de champ quadripolaire (droite en bas).  $h$  correspond à la hauteur et  $R$  le rayon en mm.

Nous avons mesuré les caractéristiques électriques de chacun de ces 2 inducteurs (tableau 1) par la méthode du décrétement logarithmique à l'aide de l'appareil appelé « Tekscope ».

**Tableau 1 :** Caractéristiques électriques des inducteurs utilisés avec les générateurs de SIMaP-EPM et du CRETA de puissances nominales respectives 100 et 50 kW.

| Inducteur de lévitation | Capacité du coffret $C (\mu F)$ | Fréquence d'oscillation $f (kHz)$ | Inductance totale du circuit RLC $L_t (\mu H)$ | Resistance totale du circuit RLC $R_t (m\Omega)$ | Impédance totale du circuit RLC $Z_r (\Omega)$ | Facteur de qualité $L_t \omega / R_t$ |
|-------------------------|---------------------------------|-----------------------------------|------------------------------------------------|--------------------------------------------------|------------------------------------------------|---------------------------------------|
| du Ni solide            | 3,2                             | 96,15                             | 0,856                                          | 19,29                                            | 13,87                                          | 26,80                                 |
| du Ni liquide           | 1,32                            | 153,73                            | 0,812                                          | 28,87                                            | 21,30                                          | 27,16                                 |

### 2.3. Pilotage et acquisition

Le pilotage du générateur de puissance à haute fréquence (entre 100 à 400 kHz) est assuré grâce à la tension de commande ( $U_c$  (V)) qui est contrôlée soit manuellement par un potentiomètre situé sur le boîtier de commande de l'appareil, soit par un PC doté d'une carte National Instruments (NI PCI-6711) pilotée par un programme LABVIEW.

L'acquisition de l'intensité et la fréquence du courant inducteur est faite grâce à une sonde Rogowski CWT 15B de la marque PEM. Il s'agit d'un capteur inductif, placé autour d'une des amenées de courant entre le coffret capacitif et l'inducteur à l'extérieur de l'enceinte.

Il délivre une tension de même fréquence et proportionnelle à l'intensité du courant qui circule dans le tube qu'elle entoure.

L'acquisition des températures est faite grâce des pyromètres infrarouges Modline® 5 de la marque IRCON. Les modèles 5R-1810 et 5R-3015 que nous utilisons couvrent de larges gammes de températures, respectivement de 700 à 1800 °C et de 1000 à 3000 °C.

La pyrométrie est une technique de mesure de températures sans contact. Elle détermine la température d'un objet, sans contact physique, en mesurant l'intensité de l'énergie infrarouge émise par l'objet en question. Nos mesures sont réalisées à haute température (Température de fusion  $T_f = 1455$  °C). Les pyromètres sont réglés en mode bi-chromatique afin de s'affranchir de la connaissance de l'émissivité et en fonction « match ».

L'enregistrement des valeurs délivrées par la sonde Rogowski et les pyromètres est réalisé grâce à une carte NI 5102 et d'un programme LabVIEW.

L'ensemble des mesures : temps, tension de contrôle, intensité, fréquence du courant inducteur, température 1, température 2 sont stockées dans un fichier « .text » exploité par ailleurs par les logiciels Excel et Matlab.

### 2.4. Sonde de champ B

Nous avons aussi utilisé une sonde de mesure de champ magnétique AC de nature assez rudimentaire mais remarquablement efficace notamment dans les inducteurs à vide (sans charge). Il s'agit d'une sonde constituée de 7 spires de fil de cuivre de diamètre 0,2 mm enroulée autour d'un tube d'alumine de rayon 4 mm. Nous avons gratté le vernis aux deux extrémités de la sonde puis nous l'avons connectée à un oscilloscope pour mesurer la tension  $e$  (V) due à la variation temporelle du flux du champ magnétique dans la section  $S$  de la sonde et qui est proportionnelle à l'intensité du champ magnétique  $B$  (Tesla) :

$$B = e/N.S.\omega$$

$N$  est le nombre d'enroulement de spires et  $\omega$  la pulsation de l'inducteur.

Cette sonde peut être déplacée dans l'espace magnétisé par le champ magnétique alternatif et ainsi permettre d'avoir une cartographie de ce champ.

## 2.5. Echantillon

L'échantillon est choisi en fonction des buts recherchés.

Après avoir réalisé des expériences sur des barreaux de Niobium (Nb), de Nickel (Ni), de Fer (Fe) et des sphères de Nickel (Ni) solide, nous avons choisi le Nickel pour nos expériences. Il possède en effet un bas point de fusion ( $T_f = 1455\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) par rapport au Fer et au Niobium. Cependant, ce qui nous a le plus motivé à choisir le Nickel, est sa faible oxydation par rapport au Niobium et au Fer ainsi que la connaissance de ces propriétés physiques à l'état solide et liquide qui se trouvent dans la littérature. En outre, le Nickel est peu coûteux.

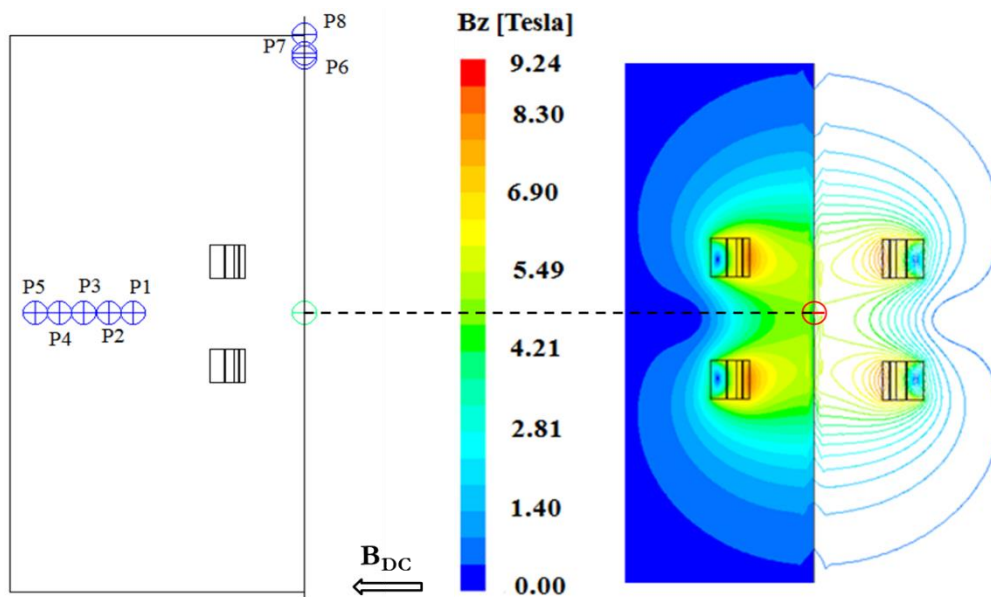
La masse de la charge est comprise entre 3,5 et 4 g soit un diamètre de sphère compris entre 4,7 et 4,9 mm. Sa position par rapport à l'inducteur doit être telle qu'elle soit entièrement visible dans l'espacement entre les spires.

## 2.6. Spécificité de l'installation 2 de la lévitation d'une charge liquide

### a) Champ magnétique DC

Le champ magnétique continu DC est produit par une bobine supraconductrice de type Helmholtz qui, en son centre, génère un champ magnétique DC d'axe horizontal. Un second générateur alimente cette bobine qui permet de délivrer un champ d'intensité maximale de 5 Teslas. La géométrie de ce champ magnétique est présentée sur la figure 5.





**Figure 5 :** Champ magnétique DC. Valeurs à différentes positions à l'extérieur de la bobine supraconductrice (gauche) ; carte des lignes de champ de la bobine (droite).

**Tableau 2 :** Valeurs du champ DC à différentes position sélectionnés sur la figure 5.

| Points | Coordonnées $(r; z)(m)$ | $B_{DC,z}(Tesla)$ |
|--------|-------------------------|-------------------|
| P0     | (0; 0)                  | 5,00              |
| P1     | (0,35; 0)               | 0,348             |
| P2     | (0,40; 0)               | 0,275             |
| P3     | (0,45; 0)               | 0,211             |
| P4     | (0,50; 0)               | 0,165             |
| P5     | (0,55; 0)               | 0,127             |
| P6     | (0; 0,55)               | 0,246             |
| P7     | (0; 0,56)               | 0,246             |
| P8     | (0; 0,60)               | 0,168             |

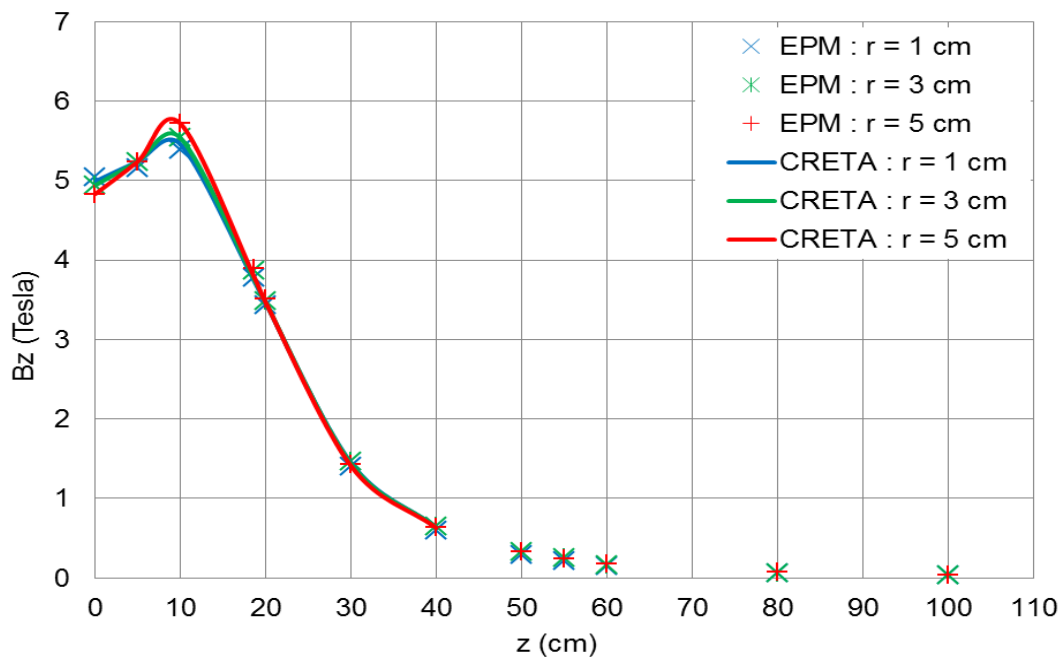
Le champ magnétique DC est maximal au centre de coordonnées  $r = 0 m ; z = 0 m$  ( $B_{DC,z} = 5$  Teslas). Il décroît plus vite suivant le rayon  $r$  que suivant  $z$  le long de l'axe de symétrie.

Les pyromètres infrarouges de série 5R (bichromatique) que nous utilisons devraient être situés à une distance focale supérieure à  $0,33 m$  de l'objet (la charge) (Modline® 5 Pyromètre

infrarouge, 2005). Au point P8 (figure 5) situé à 0,6 m du centre de la bobine, le champ magnétique DC vaut 0,168 Teslas.

Nous montrons sur la figure 6 l'évolution du champ magnétique  $B_{DC}$  en fonction de  $z$  pour diverses positions radiales  $r$ . Nos résultats et les données du constructeur se superposent.

Sur la figure 6, le champ DC croît légèrement de  $z$  égal à 0 jusqu'à 0,1 m (environ de 5 à 5,5 Teslas) puis décroît jusqu'à  $3.10^{-2}$  Teslas à  $z = 1 m$ . Ces calculs nous ont permis de déterminer la valeur du champ continu  $B_{DC}$  à 1 m.



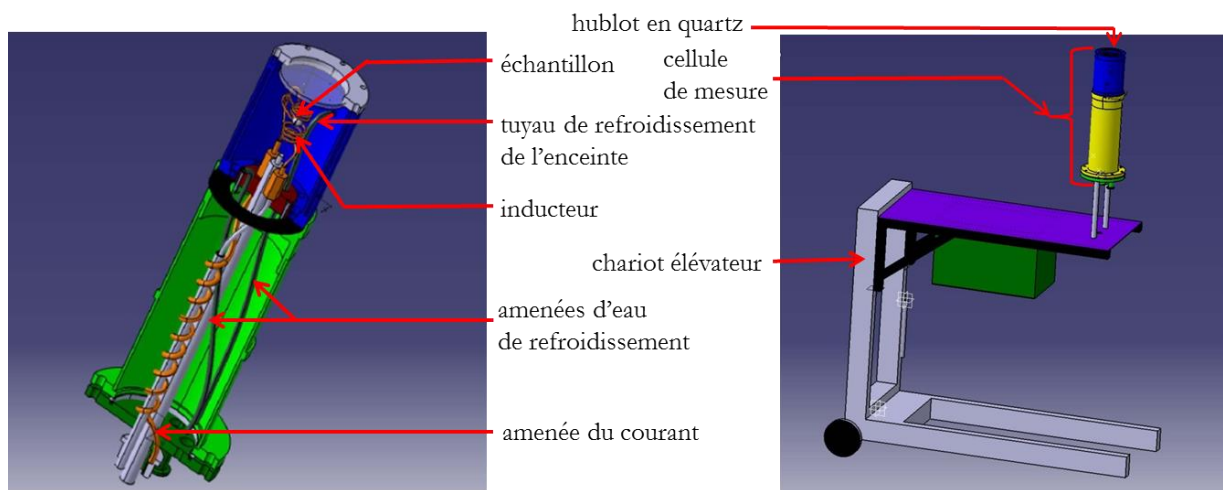
**Figure 6 :** Courbes du champ magnétique DC calculé en fonction de l'axe de symétrie  $z$  pour différent rayon  $r$ .  $B_{DC,z}$  pour  $r = 1 cm$ ,  $r = 3 cm$  et  $r = 5 cm$  et  $I_{eff} = 112,80 A$ . Comparaison des calculs et des données du constructeur Oxford Instruments que nous a donné le CRETA.

Ces calculs nous ont permis d'avoir une idée claire de la distribution du champ continu à l'intérieur de la bobine et dans son environnement. Nous avons également déterminé les valeurs de ce champ à différents points. Il est maximal dans les spires proches de l'axe de symétrie  $z$ . Au centre (0 ; 0), il est de 5 Teslas puis décroît rapidement suivant le rayon  $r$  et lentement suivant l'axe de symétrie. Grâce aux résultats obtenus, nous avons pu déterminer la position à partir de laquelle le champ DC est moins important lorsqu'on s'éloigne de la bobine suivant l'axe de symétrie quel que soit le rayon (figure 6). Nous allons donc placer les pyromètres au minimum à une distance de 1 m suivant l'axe de symétrie afin d'éviter tout effet de couplage électromagnétique susceptible de les abîmer.

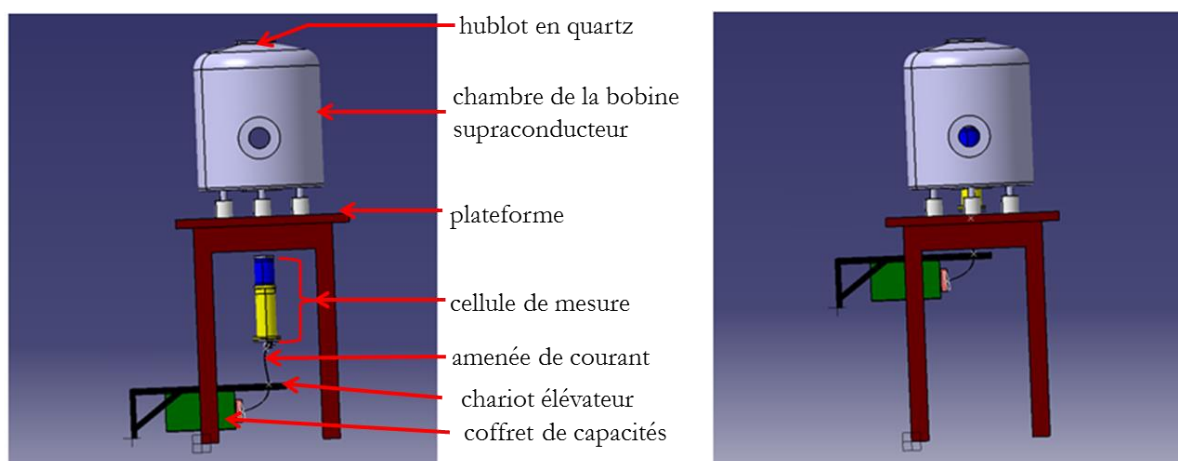
### b) Positionnement de la cellule de mesure dans un trou de champ magnétique DC

Cette bobine se trouve sur une plateforme au CRETA (Institut Néel de Grenoble). Sa chambre de refroidissement est constituée de deux compartiments. Le 1<sup>er</sup> est sous vide. Il permet d'isoler thermiquement la bobine supraconductrice. Le 2<sup>nd</sup> dans lequel se trouve le bobinage des fils supraconducteurs est rempli d'hélium liquide et permet de maintenir ces fils à une température de 4 K. Le diamètre du trou de champ dont nous disposons est de 121 mm et sa hauteur de 860 mm.

La cellule expérimentale de l'installation 2 (figure 7-gauche) est placée dans le trou de champ continu au moyen d'un chariot élévateur (figure 7-droite et figure 8). Une bague de centrage assure la position et le centrage de la cellule. Le lévitateur est positionné au centre du trou de champ.



**Figure 7:** Première partie de l'installation expérimentale AEXAM-2 (champ AC). Cellule de mesure (gauche) ; position de la cellule sur le chariot élévateur (droite).



**Figure 8 :** Illustration du positionnement de la cellule de mesure dans le « trou » de champ DC.

### c) Pilotage en aveugle dans le trou de champ DC

Quand la cellule de mesure est placée dans le trou de champ DC, nous n'avons aucune vue sur le comportement de l'échantillon pendant les mesures.

C'est pourquoi des expériences en amont ont été réalisées. Le but de ce travail a été de fixer les paramètres de pilotage qui sont la tension de contrôle  $U_c(V)$  et le temps de mesure  $t(s)$ . Nous avons effectué plusieurs expériences de ce type pour fixer les paramètres de pilotage qui seront présentés dans la suite.

Il est arrivé que l'expérimentateur monte sur la plateforme sur laquelle est posée la bobine produisant le champ magnétique DC pour regarder l'échantillon liquide à travers le hublot en quartz de la partie supérieure de la cellule. Toutefois, cette manière de regarder l'échantillon pendant la mesure n'est pas conseillée car les vibrations induites sur la plateforme sont susceptibles de perturber les mesures.

### d) Miroir

Notre protocole de mesure nécessite la mesure des températures polaire et équatoriale. Dans l'installation 2 cette dernière ne peut pas se faire de façon directe. Elle nécessite la mise en place d'un miroir réfléchissant. Ce qui pose deux problèmes : la nature et la position de ce miroir.

#### ➤ Nature du miroir

Nous avons testé 3 types de miroirs : un miroir en verre avec dépôt d'argent, un miroir en TiN déposé sur de Saphir, et un miroir en or. Nous avons effectué des mesures avec ses 3 types de miroirs et nous avons conclure :

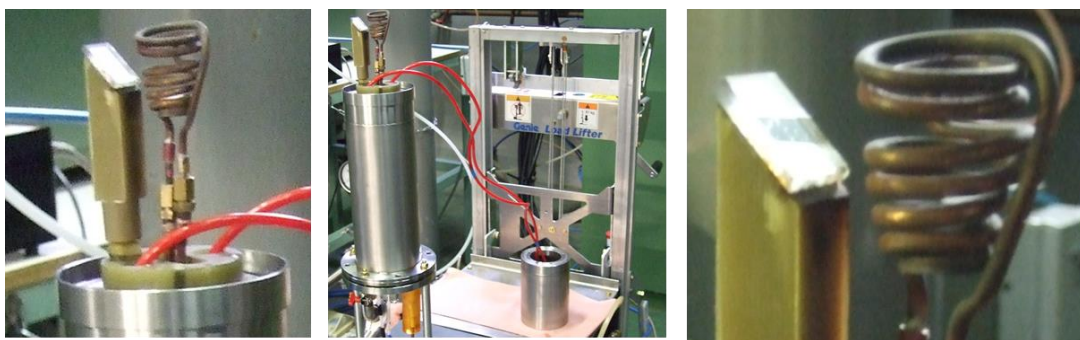
- le miroir en verre ne présente pas une longueur d'onde identique pour les 2 longueurs d'ondes choisies par le pyromètre fonctionnant en mode bichromatique.
- le miroir en TiN s'oxyde. Sa qualité réfléchissante diminue au cours du temps.
- le miroir en or choisi est le « Broadband IR Laser Mirror » de diamètre 25 mm. C'est lui qui présente les meilleures qualités. Toutefois, nous devons signaler que lorsqu'il chauffe, la température mesurée croît car le flux de rayonnement émis par le miroir s'ajoute au flux réfléchi en provenance de l'échantillon.

#### ➤ Position du miroir

Les oscillations verticales de l'échantillon liquide peuvent être suffisantes pour que la mesure de la température équatoriale  $T_e$  soit perdue (figure 9). Néanmoins, tant que le pyromètre voit une partie suffisante de l'échantillon, il donnera une mesure car il intègre automatiquement la valeur mesurée sur la partie la plus chaude du spot.

Toutefois, des mouvements oscillatoires de grande amplitude peuvent entraîner la perte de la mesure équatoriale. De plus, si le pyromètre équatorial ne pointe pas sur la zone la plus chaude de l'échantillon, le modèle, dit modèle à 2 zones, que nous utilisons dans le programme de post-traitement des mesures n'est plus valable.

La figure 9 présente la photo de la position du miroir par rapport à l'inducteur de lévitation.



**Figure 9:** Schéma de la position du miroir par rapport à l'inducteur et la charge (gauche) ; vue d'ensemble de la photo de la cellule de l'installation 2 avec le miroir à 45° (centre) ; zoom sur le miroir et l'inducteur (droite).

### ➤ Vapeur de Nickel

Pendant les expériences, quelques secondes après le début de la fusion du Nickel, de la vapeur de Nickel apparaît dans l'enceinte. Cette vapeur se condense sur les parties froides de la cellule entre le hublot supérieur et le miroir, empêchant ou faussant la mesure des températures.

Une analyse Microscope Electronique à Balayage (MEB) du dépôt sur le hublot a confirmé la nature chimique du dépôt. Or, comme les vapeurs de Nickel se condensent sur les parties froides, l'atmosphère de la cellule n'atteint jamais l'équilibre thermodynamique et l'échantillon se vaporise continuellement, engendrant une perte de masse de l'échantillon.

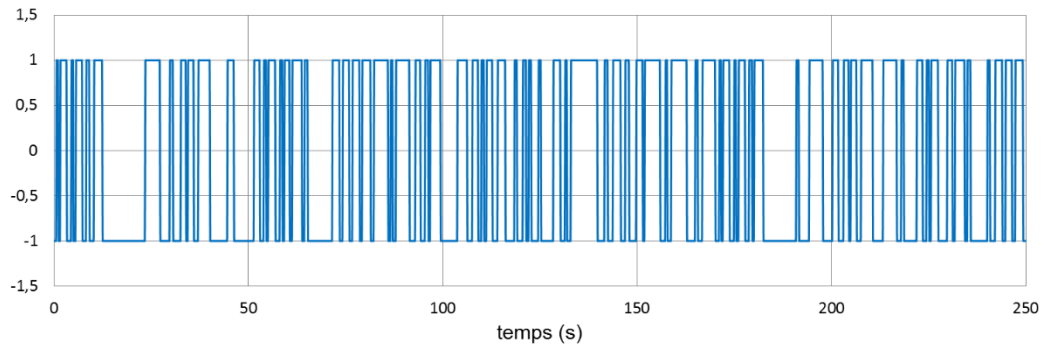
Pour éviter le dépôt de Nickel sur le hublot supérieur et le miroir, nous avons mis en place un flux d'argon capable de balayer les vapeurs de Nickel au niveau du hublot et du miroir.

## 2.7. Mise en œuvre de la procédure de mesure par modulation calorimétrie

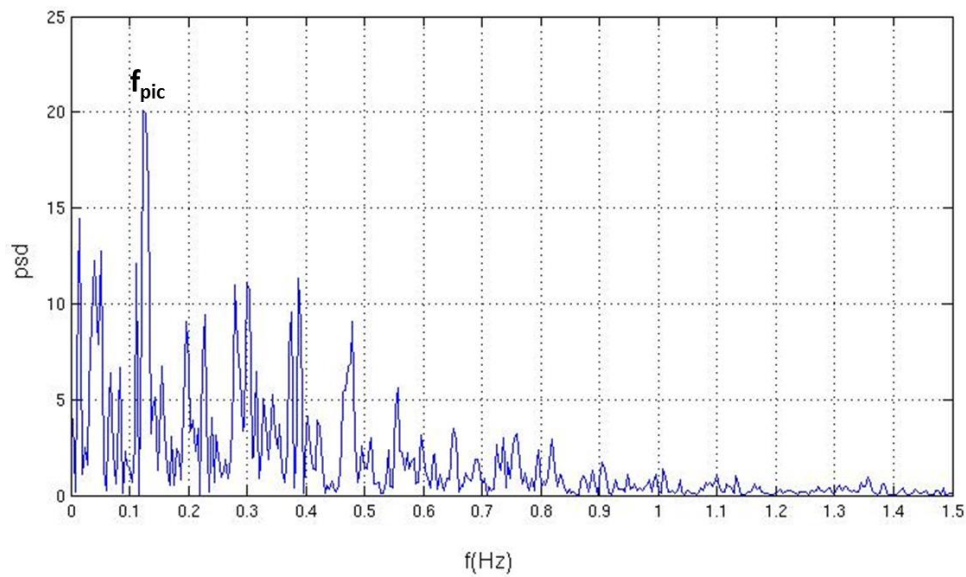
Pour mettre en œuvre la procédure de mesure, nous devons faire en sorte que la tension de consigne  $U_c$  du générateur soit modulée sous forme d'un bruit blanc. Ce contrôle peut se faire manuellement sur le potentiomètre du pupitre ou via un programme LabVIEW et de la carte NI PCI-6711. Cette tension  $U_c$  est comprise entre 0 et 5 V.

Un bruit blanc est un signal dont la densité spectrale est la même pour toutes les fréquences. Il se présente comme une séquence binaire (1 ou -1) (figure 10). Cette séquence doit être adaptée à l'échantillon dont on veut connaître les propriétés thermiques. La séquence de mesure de la modulation dure 250 s pour une charge sphérique et 500 s pour une charge cylindrique [SCHETELAT et ETAY 2009]. Le pas de temps  $t_s$  (la période d'échantillonnage) que nous avons utilisé dans le cas d'une goutte de Nickel est de 4 ms. Ce pseudo-bruit blanc, créé au format texte, est chargé dans le programme LabView et sert à moduler la tension de consigne du générateur  $U_c$  et par la suite le courant dans l'inducteur et donc la puissance Joule dissipée dans la charge. Le spectre du signal de ce pseudo-bruit blanc est illustré sur la figure 11. Le bruit utilisé n'est pas vraiment blanc mais comporte des harmoniques en dessous de 1 Hz.

Les résultats de ces mesures sont traités à l'aide d'un programme écrit par Alamir en langage de programmation Matlab, afin de déterminer les propriétés thermiques recherchées [ALAMIR 2011]. Ce programme correspond aux 2 étapes qui sont « système d'identification » et « mesure indirecte ». Cette procédure est résumée sur la figure 12.



**Figure 10 :** Pseudo-bruit blanc utilisé pour les essais réalisés avec l'installation 2.



**Figure 11 :** Spectre du signal de la figure 10. On note que le bruit n'est pas vraiment blanc, une puissance distribuée vers les basses fréquences. Sa fréquence pic est égale à 0,124 Hz.

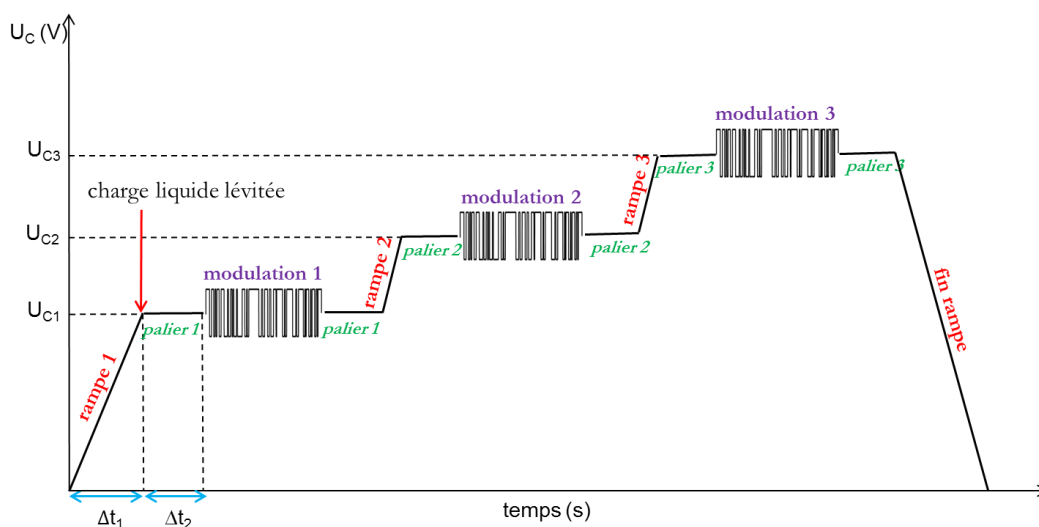
|                                                                     |                                                        |                                                                                                                                           |                                                        |
|---------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|
| Calcul des fonctions d'identification                               | $\tilde{T}_e, \tilde{T}_p, \tilde{P}$                  | $\begin{array}{c} \tilde{P} \rightarrow \begin{cases} H_p \rightarrow \tilde{T}_p \\ H_e \rightarrow \tilde{T}_e \end{cases} \end{array}$ | $H_e^{exp}, H_p^{exp}$<br>$\omega_{ext}, \omega_{int}$ |
| Calcul des propriétés physiques de l'échantillon (mesure indirecte) | $H_e^{exp}, H_p^{exp}$<br>$\omega_{ext}, \omega_{int}$ | $H_e^{exp} = H_e^{ana}$<br>$H_p^{exp} = H_p^{ana}$                                                                                        | $C_p, H_{int}, Bi, g_e, S_e$                           |

**Figure 12 :** Procédure de calcul des propriétés physiques d'un échantillon proposée par Schetelat [SCHETELAT et ETAY 2010].

L'étape d'identification est issue de la théorie du traitement du signal qui consiste à trouver les fonctions d'identification  $H^{exp}$  à partir des mesures. L'identification de système (ou identification paramétrique) est une technique de l'automatique consistant à obtenir le modèle mathématique d'un système à partir de mesures. En général, ce modèle est représenté sous forme de fonction de transfert utilisant la transformée en Z, c'est-à-dire l'équivalent discret de la transformée de Laplace.

Pour obtenir un modèle mathématique consistant, il est important d'exciter le système avec toutes les fréquences de sa plage de fonctionnement. Ainsi le signal d'entrée appliqué doit être riche en fréquences, c'est-à-dire posséder un large spectre (entre  $\omega_{ext}$  et  $\omega_{int}$ ). C'est ce que nous faisons quand nous appliquons un bruit blanc sur la consigne d'entrée du générateur.

Nous avons effectué des essais dont le scénario est illustré sur la figure 13.



**Figure 13 :** Forme de la variation temporelle de la tension de contrôle lors des essais de mesures calorimétriques d'un échantillon métallique liquide par lévitation électromagnétique sous champ DC.

La détermination des durées des divers paliers et les coefficients des rampes a été faite grâce aux essais reportés dans la thèse de Bardet et par des essais préliminaires [BARDET 2006]. Bardet qui, dans sa thèse, a réalisé des essais sur une bille de Nickel, a choisi une durée de mise en lévitation comprise entre 4 s et 6 s et une rampe de fin comprise entre 30 s et 50 s



Les essais préliminaires que nous avons réalisés ont permis de compléter ces données en répondant aux questions suivantes :

- quelles sont les valeurs de tension de contrôle  $U_c$  que nous ne devons pas dépasser lors de nos mesures pour permettre à la fois la lévitation de la goutte sans éjecter de liquide à l'intérieur de l'inducteur ?
- Quels sont les temps nécessaires :
  - a- pour la mise en lévitation de l'échantillon (charge) de Nickel (rampe 1) ?
  - b- pour que l'équilibre thermique de la charge soit atteint (palier 1, 2, 3) ?
  - c- pour que le refroidissement de l'échantillon liquide soit suffisant pour qu'il ne coule pas dans l'enceinte (fin rampe) ?

Les valeurs retenues pour les paliers et les rampes pour un échantillon de Nickel dont la masse est comprise entre 3,5 et 4 g sont portées dans le tableau 3.

**Tableau 3 :** Consignes d'entrées dans le programme LabView pour piloter les différences étapes de la mesure calorimétrique d'une goutte de Nickel dans l'installation AEXAM-2.

|                    | R 1 | P 1 | M 1 | P 1 | R 2 | P 2 | M 2 | P 2 | R 3 | P 3 | M 3 | P 3 | fin R |
|--------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-------|
| $U_c$ initiale (V) | 0   | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,6 | 2,6 | 2,6 | 2,6 | 2,7 | 2,7 | 2,7 | 2,7   |
| $U_c$ finale (V)   | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,6 | 2,5 | 2,6 | 2,6 | 2,7 | 2,7 | 2,7 | 2,7 | 0     |
| durée (s)          | 10  | 100 | 250 | 10  | 10  | 100 | 250 | 10  | 10  | 100 | 250 | 10  | 30    |

Dans le tableau 3, les notations R, M et P correspondent à la Rampe, à la Modulation et au Palier représentés sur la figure 13.

Une étude sommaire de la thermique de l'échantillon nous a permis d'estimer le temps de thermalisation d'un échantillon sphérique du Nickel liquide à environ 100 s . Les expériences nous ont montré que l'équilibre thermique était atteint au bout de 100 secondes pour une tension de contrôle  $U_c = 2,5 V$  c'est-à-dire une puissance Joule injectée dans la charge d'environ 120 W.

## 2.8. Mode opératoire

### a) Préparation des échantillons

Avant usage, on frotte les billes de Nickel avec du papier de verre, puis on les nettoie à l'alcool afin de retirer de la surface de la charge les éventuelles impuretés. On les pèse ce qui permettra

de faire le bilan de masse après les expériences. Le Nickel a une pureté de 99,8 % commercialisé par l'entreprise « Inco ».

#### **b) Nettoyage de l'inducteur et de l'enceinte de mesure**

Pour éliminer les particules de matières qui se sont posées sur l'inducteur et dans l'enceinte, avant chaque mesure, ils doivent être nettoyés à l'alcool.

#### **c) Vide par balayage d'Argon**

Placer la charge au centre de l'inducteur puis monter l'enceinte sur le chariot élévateur et la fermer avec le hublot. Faire le vide par balayage d'Argon 3 fois avant de commencer l'expérience.

#### **d) Balayage d'Argon pendant la mesure**

Mettre l'enceinte en légère surpression d'Argon pour éviter l'oxydation de l'échantillon lévité et contrôler le débit de l'Argon de balayage près du hublot et du miroir.

#### **e) Acquisition**

Lancer le programme LabView. Il enregistre automatiquement les valeurs de l'intensité et de la fréquence du courant inducteur, de la tension de consigne et des températures polaire et équatoriale.

#### **f) Acquisition sous champ DC**

Lorsqu'on souhaite utiliser un champ magnétique DC, ce dernier est mis en œuvre après que la lévitation et la fusion de la charge aient eu lieu c'est-à-dire 150 secondes après le début de l'expérience. Afin de préserver l'intégrité des fils supraconducteurs de la bobine, il faut que la variation temporelle du champ magnétique, nécessaire pour atteindre la valeur nominale (i.e 0,5, 1 ou 2 T du champ DC ne soit pas trop élevée. La pente de montée ou de descente du champ magnétique continu que nous avons utilisée est  $dB_{DC}/dt = 0,1 \text{ T/min}$ .

### **III. Résultats et discussions**

#### **3.1. Dépouillement des mesures**

Il consiste à exploiter les données du fichier « .text » enregistrées par LabView pendant les expériences. Dans un premier temps sous un fichier Excel, nous séparons les différents créneaux de modulation. Ensuite, le modèle thermique (modèle à 2 zones) utilisé dans le

programme de post-traitement permet de calculer les valeurs de la mesure indirecte de la capacité calorifique et de la conductivité thermique d'une sphère de Nickel.

Les inconnues du modèle thermique sont  $C_p$ ,  $H_{int}$ ,  $Bi$ ,  $g_e$  et  $s_e$ .

$g_e$  et  $s_e$  correspondent respectivement aux fractions volumique et surfacique de la zone équatoriale. Et  $Bi$  le nombre de Biot.

Pour trouver ses inconnues, Alamir a mis en place une fonction d'identification qui permet d'identifier les paramètres physiques et de valider le modèle [ALAMIR 2011].

Ces paramètres physiques sont calculés et optimisés grâce à leurs ordres de grandeurs qui permettent de calculer les données initiales que nous appelons dans le modèle.

Pour une fréquence  $\omega_2$  optimisée, Wunderlich a proposé l'expression suivante de la capacité calorifique totale  $C_p$  [WUNDERLICH et FECHT 2005] :

$$C_p = \frac{\tilde{P}_0}{\omega_2 \tilde{T}_{p,0}} \frac{1}{[1 + (g_e(1 - s_e) + s_e(1 - g_e))Bi]}$$

$\omega_2$ ,  $\tilde{P}_0$  et  $\tilde{T}_{p,0}$  correspondent respectivement à la pulsation de modulation du courant inducteur, à la puissance Joule instationnaire et à la température polaire instationnaire.

Le calcul de la conductivité thermique en fonction du coefficient de transfert interne global  $H_{int}$  s'écrit comme suit :

$$\kappa_{th} = H_{int} \frac{1 + (1 - (g_e)^{2/3})^{1/2}}{4\pi a \cdot (1 - (g_e)^{2/3})^{1/2} ((g_e)^{1/3})}$$

L'écart défini par l'équation ci-dessous, nous a permis de comparer les valeurs des mesures et de la littérature de la capacité calorifique  $c_p$  et de la conductivité thermique  $\kappa_{th}$ .

$$\text{écart} = \left| \frac{\text{valeur littérature} - \text{valeur mesurée}}{\text{valeur littérature}} \right|$$

### 3.2. Résultats d'une sphère de Ni solide

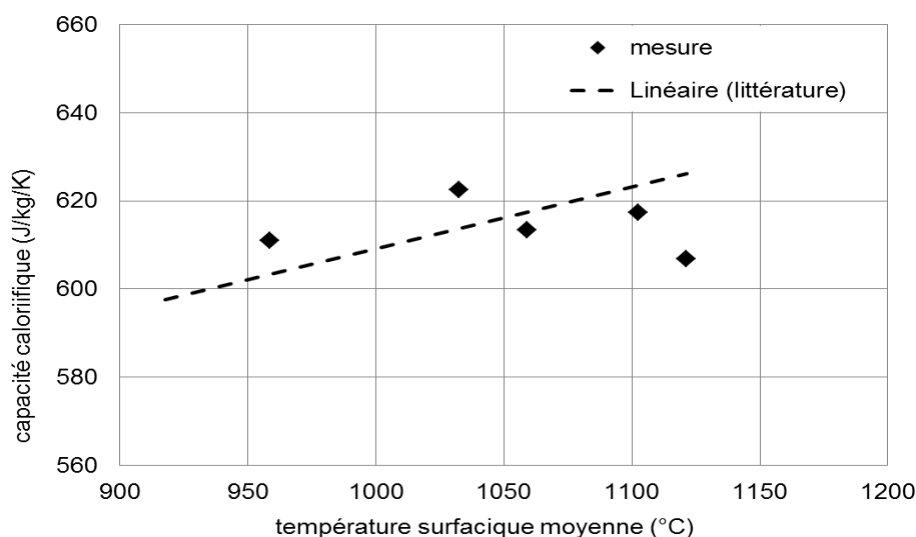
Les résultats des mesures de la capacité calorifique massique, de la conductivité thermique et des données de la littérature du Nickel solide sont portés dans le tableau 4. Les figures 14 et 15 représentent les valeurs de la capacité calorifique et de la conductivité thermique du tableau 4.

**Tableau 4 :** Comparaison des valeurs de la capacité calorifique  $c_p$  et de la conductivité thermique  $\kappa_{th}$  du Nickel solide issues du traitement des mesures et de la littérature [BRANDES et BROOK 1992].

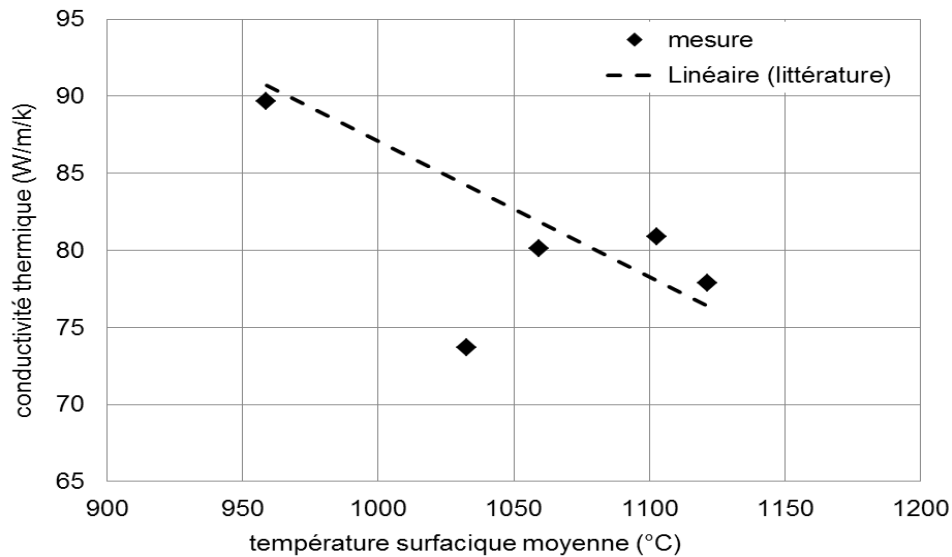
| mesure                             |                   |                          | littérature       |                          |                    |                            |
|------------------------------------|-------------------|--------------------------|-------------------|--------------------------|--------------------|----------------------------|
| $\langle T_{surf} \rangle$<br>(°C) | $c_p$<br>(J/kg/K) | $\kappa_{th}$<br>(W/m/K) | $c_p$<br>(J/kg/K) | $\kappa_{th}$<br>(W/m/K) | écart<br>$c_p$ (%) | écart<br>$\kappa_{th}$ (%) |
| 958,8                              | 611,0             | 87,3                     | 603,4             | 76,1                     | 1,2                | 14,7                       |
| 1032,5                             | 622,5             | 73,7                     | 613,6             | 77,6                     | 1,4                | 5,0                        |
| 1059,2                             | 613,4             | 80,1                     | 617,2             | 78,4                     | 0,6                | 2,2                        |
| 1102,5                             | 617,4             | 80,9                     | 623,5             | 79,6                     | 1,0                | 1,6                        |
| 1121,4                             | 606,8             | 77,9                     | 626,2             | 80,2                     | 3,1                | 2,9                        |

On voit que les valeurs de la mesure et de la littérature sont proches. Les écarts sont de l'ordre de 1 à 3 % et de 2 à 15 % respectivement pour la capacité calorifique et de la conductivité thermique. L'écart plus élevé de la conductivité thermique est lié à la façon dont la conductivité thermique est calculée. En effet, la mesure porte sur le coefficient de transfert thermique interne global, grâce auquel nous obtenons la conductivité thermique.

Or ce modèle bien que robuste ne représente pas les échanges internes avec une grande précision. Il se peut aussi que la qualité des sphères de Nickel que nous utilisons joue un rôle important sur la précision des mesures (pureté du Nickel 99,8 %).



**Figure 14 :** Représentation graphique de la capacité calorifique du Nickel solide mesurée (losange) et celle de la littérature (droite en pointillés) [BRANDES et BROOK 1992].



**Figure 15 :** Représentation graphique de la conductivité thermique du Nickel solide mesurée (losanges) et celle de la littérature (droite en pointillés) [HO et al 1972].

### 3.3. Résultats d'une sphère de Ni liquide

Les résultats des mesures de la capacité calorifique massique, de la conductivité thermique et des données de la littérature du Nickel liquide sont portés dans le tableau 5. Les figures 16 et 17 représentent les valeurs de la capacité calorifique et de la conductivité thermique du tableau 5.

**Tableau 5 :** Comparaison des valeurs de la capacité calorifique  $c_p$  et de la conductivité thermique  $\kappa_{th}$  du Nickel liquide issues du traitement des mesures et de la littérature [HO et al 1972].

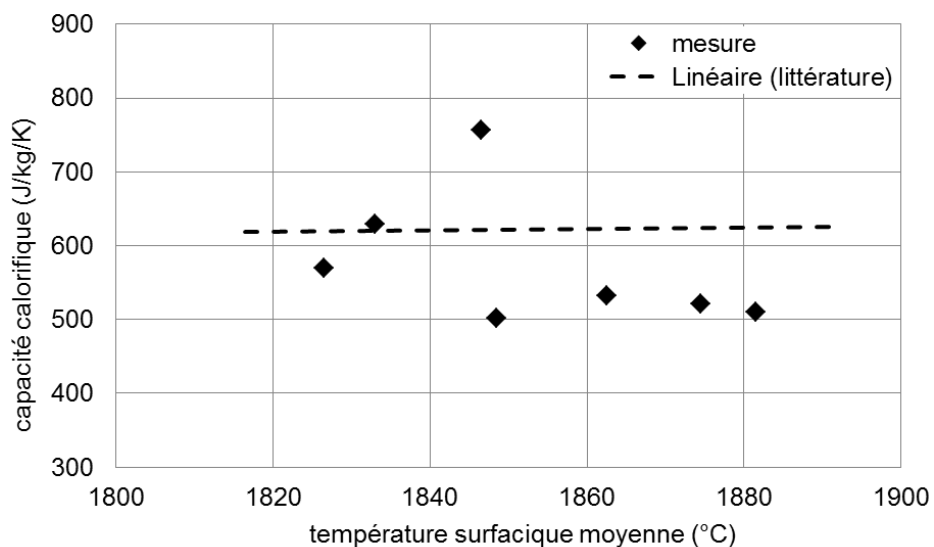
| mesure                             |                   |                          | littérature       |                          |                    |                            |
|------------------------------------|-------------------|--------------------------|-------------------|--------------------------|--------------------|----------------------------|
| $\langle T_{surf} \rangle$<br>(°C) | $c_p$<br>(J/kg/K) | $\kappa_{th}$<br>(W/m/K) | $c_p$<br>(J/kg/K) | $\kappa_{th}$<br>(W/m/K) | écart<br>$c_p$ (%) | écart<br>$\kappa_{th}$ (%) |
| 1833,0                             | 628,7             | 72,9                     | 617,6             | 80,2                     | 1,8                | 9,1                        |
| 1826,5                             | 569,6             | 67,8                     | 617,6             | 80,1                     | 7,7                | 15,4                       |
| 1848,5                             | 502,3             | 72,2                     | 617,6             | 80,4                     | 18,6               | 10,2                       |
| 1881,5                             | 509,5             | 73,6                     | 617,6             | 80,7                     | 17,5               | 8,9                        |

|        |       |      |       |      |      |      |
|--------|-------|------|-------|------|------|------|
| 1846,5 | 756,0 | 74,8 | 627,3 | 80,7 | 20,5 | 7,4  |
| 1862,5 | 532,8 | 72,0 | 627,3 | 80,9 | 15,1 | 10,9 |
| 1874,5 | 520,7 | 93,5 | 627,3 | 81,1 | 16,9 | 15,4 |

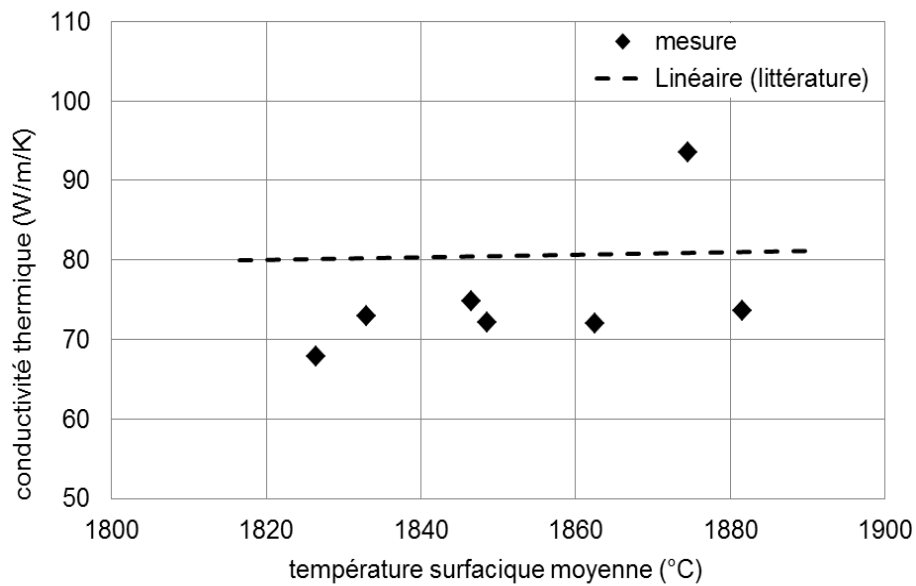
On voit que les valeurs de la mesure sont distribuées autour des valeurs données par la littérature. Les écarts sont de l'ordre de 2 à 21 % et de 7 à 15 % respectivement pour la capacité calorifique et de la conductivité thermique du Nickel liquide.

Ces écarts s'expliquent de la façon suivante :

- l'existence d'un champ magnétique DC n'est pas toujours favorable à la stabilité mécanique de la charge. Nous avons constaté des variations brutales du courant inducteur significatives, de brusques changements de la position de la charge. L'amplitude de ces variations est de 10 *Aeff*. Nous n'avons pas trouvé d'explication à ce phénomène
- le modèle à deux zones n'est pas bien adapté à la lévitation électromagnétique terrestre. Ceci est illustré sur la figure 18.



**Figure 16 :** Représentation graphique de la capacité calorifique du Nickel liquide mesurée (losange) et celle de la littérature (droite en pointillés) [BRANDES et BROOK 1992].

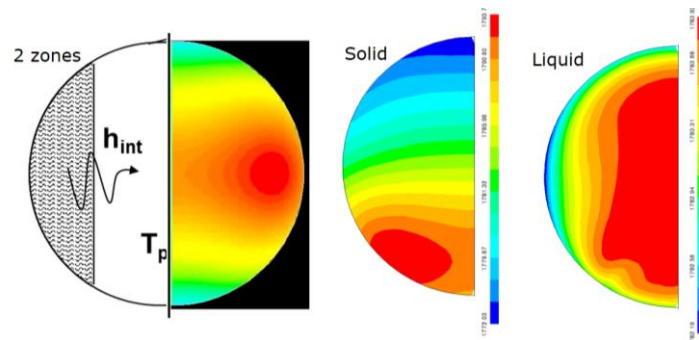


**Figure 17 :** Représentation graphique la conductivité thermique du Nickel liquide mesurée (losanges) et celle de la littérature (droite en pointillés) [HO et al 1972].

Sur la figure 18, nous avons présenté 3 distributions de température dans le plan méridien de la charge :

- à gauche, la distribution du modèle à 2 zones et la carte de température dans une sphère soumise à un champ bipolaire ;
- au centre, le carte de température dans une charge solide lévitée ;
- à droite, la carte de température dans une charge liquide placée dans un champ d'induction engendré par un inducteur de lévitation conique. On voit que la convection engendre une distribution de température plus homogène dans le liquide que dans le solide. Le fait de placer la charge dans un champ magnétique DC doit amortir cette convection et rapprocher la carte de température dans la charge fondue de ce qu'il serait dans une charge solide et donc rapprocher la géométrie mise en œuvre du modèle choisi pour exploiter les mesures. Toutefois, la présence de champ magnétique DC ne permet pas de rapprocher le champ des températures du modèle à 2 zones.

Etant donnée la différence de géométrie notable dans la distribution des températures entre la réalité (figure 18-centre) et le modèle choisi (figure 18-gauche), nous pouvons considérer les résultats de nos mesures comme satisfaisants.



**Figure 18 :** Distribution des températures : dans le modèle à 2 zones et dans un solide soumis à l'inducteur (gauche) ; dans un échantillon solide (centre) ; dans un échantillon liquide placé dans un inducteur conique de lévitation (droite) [ETAY et DIARRA 2015].

#### IV. Conclusion et perspectives

Les mesures réalisées en microgravité ont pour avantages de réduire les effets du brassage électromagnétique et de la déformation des échantillons fondus que sur la terre. Mais ces mesures spatiales sont coûteuses. Pour, à terme, diminuer les coûts tout en maintenant voire améliorant la qualité des mesures, nous avons souhaité remplacer la microgravité par un champ magnétique continu horizontal pour amortir l'oscillation verticale et le brassage électromagnétique de la charge liquide levité. Ceci nous a permis la mise en œuvre d'un nouveau protocole de mesure sur un métal liquide. Ce protocole est un programme de traitement des données basé sur le comportement du champ de température lorsque les sources thermiques internes à l'échantillon sont instationnaires. Pour obtenir un modèle mathématique consistant, il est important d'exciter le système en appliquant un bruit blanc sur la consigne d'entrée du générateur.

Cette méthode de mesure a pour avantages, d'être valable pour tous les nombres de Biot, pour toutes les conductivités électriques et elle ne nécessite pas de calibration préalable.

Nous avons précédemment validé le protocole sur du solide en remontant aux valeurs de la capacité calorifique et de la conductivité thermique.

Avant de réaliser des mesures sur une charge liquide de Nickel par modulation, nous avons déterminé le comportement de la masse avec le courant inducteur en présence du champ magnétique continu. Nous avons observé une perte de masse qui croît avec la durée de l'expérience et avec le poids la masse initiale de la charge. En absence de charge, le courant inducteur est tel que le champ magnétique continu soit inférieur ou égal à 1 T. Mais en présence de charge celui-ci croît avec le champ magnétique continu. Un phénomène que nous n'avons



pas compris. Nous avons observé également une augmentation du courant inducteur avec la masse. Pour une masse initiale supérieure ou égale à 4 g, nous avons observé des instabilités relatives sur les courbes du courant inducteur. Lorsque cette masse initiale est égale à 3,5 g, on observe une bonne reproductibilité des courants inducteurs contrairement à une masse initiale de 4 g.

Pour optimiser les pertes de masse, les instabilités sur les mesures du courant inducteur et la bonne reproductivité des mesures sur une charge liquide, nous avons choisi une masse initiale de 3,5 g pour faire les mesures avec modulation du courant inducteur dans un champ magnétique de 1 Tesla. Nous avons obtenu les valeurs de la capacité calorifique et de la conductivité thermique de la charge liquide. Celles-ci sont voisines des valeurs données par la littérature. Ce qui nous a permis de valider en partie le protocole de traitement des mesures.

Ce protocole de mesure original sur un métal liquide est prometteur. Pour réduire le nombre des mesures spatiales, des perspectives d'améliorations sont à apporter tant pour la partie expérimentale que pour la partie du protocole de traitement des données.

Dans l'installation expérimentale 2, un meilleur contrôle du flux d'Argon dans l'enceinte de mesure permettrait de moins déstabiliser la charge liquide lévitée.

Dans le futur, ce protocole peut être appliqué à d'autres matériaux tels que des métaux, des alliages métalliques, ... dont les propriétés thermiques sont impossibles à obtenir actuellement.

Par ailleurs, faire des simulations numériques de superposition des champs magnétiques AC et DC de l'installation expérimentale 2. Ces calculs permettront de comprendre et de déterminer le couplage entre le champ magnétique continu et électromagnétisme, de déterminer son influence sur la thermique et l'hydrodynamique de la charge, et enfin de déterminer son degré de stabilité sur l'échantillon liquide en lévitation électromagnétique terrestre.

## Références

[ALAMIR 2011] Mazen Alamir. *Data\_analysis : programme Matlab d'indentification*. Directeur de recherche au CNRS et chercheur au laboratoire GIPSA Lab de Grenoble. Ce programme se trouve dans l'annexe E, 2011.

[BARDET 2006] Benoit Bardet. *Lévitation électromagnétique. Expériences terrestres et simulations numériques*. Thèse de doctorat, spécialité : Mécanique des Fluides et Transferts, 2006.

[BRANDES and BROOK 1992] Ernst Anton Brandes and George Robert Brook. *Smithells metals référence book*, Seventh édition, 1992. ISBN 0 7506 3624 6.

[ETAY et DIARRA 2015] Jacqueline Etay, Alimata Diarra et al. *A new device for measuring thermal conductivity and heat capacity of metallic alloys by electromagnétiques levitation* – Proceedings EPM2015- Cannes (France) - October 12-16, 2015 – pp 499-502 – ISBN 978-2-9553861-0-1.

[HO et al 1972] Chung-Yao Ho et al. *Thermal Conductivity of the Elements*. Thermophysical Properties Research Center, Purdue University, West Lafayette, Indiana 47906. J. Phys. Chem. Ref. Data, 1(2): 280-421, 1972.

[Schetelat and Etay 2009] Pascal Schetelat and Jacqueline Etay. *New Measurement Protocol for Modulated Calorimetry using Electromagnetic Levitation*. International Symposium on Liquid Metal Processing and Casting, Sept., 2009 - Sante Fe, New Mexico, USA (sur CD) – ISBN 798-0-87339-743-8.

[Schetelat and Etay 2010] Pascal Schetelat and Jacqueline Etay. *A new approach for non-contact calorimetry: System identification using pseudo-white noise perturbation*. *Heat and Mass Transfer*, 47(7) :759-769, 2010. DOI : 10.1007/s00231-010-0711-6.

[Wunderlich and Fecht 2005] Rainer K. Wunderlich and Hans-Jörg Fecht. *Modulated electromagnetic induction calorimetry of reactive metallic liquids*. *Measurement Science and Technology*, 16 :402-416, 2005.