Mesure de viscosités par relaxation d'anisotropie dans un ferrofluide

Elise Bourdin, Julie Charmasson, Julien Baglio

École Normale Supérieure de Cachan Université Pierre et Marie Curie

25 février 2007

Résumé

Ce projet expérimental a eu lieu du lundi 29 janvier 2007 au 2 février 2007, sur 4 jours. Le but de ce travail est de mesurer la viscosité d'un ferrofluide par une mesure de temps de relaxation de la magnétisation lorsque un champ magnétique appliqué, source de biréfringence optique, est coupé. Dans un premier temps une brève description théorique du phénomène est donnée, s'appuyant sur (1) et (5), puis le principe de l'expérience ainsi que les mesures et divers problèmes rencontrés seront abordés. Les vecteurs seront marqués en caractère gras.

1 Les ferrofluides et leurs propriétés magnétiques

1.1 Description et applications des ferrofluides

1.1.1 Description d'un ferrofluide

Avant de s'intéresser aux propriétés physiques des ferrofluides, nous allons les définir et donner quelques-unes de leurs applications.

Définition 1 Un ferrofluide est constitué de particules ferromagnétiques de taille nanométrique en suspension dans un liquide porteur.

ici la particule utilisée est de la maghémite γ -Fe₂O₃, variété allotropique de l'oxyde de fer. Afin d'éviter que le ferrofluide ne s'agrège, on essaye d'avoir des charges négatives en surface. On utilise donc un liquide porteur polaire, et l'on rajoute dans la synthèse du ferrofluide un surfactant pour stabiliser en solution les particules du type des polymères (cf la démixion, et les phénomènes de surface type Debye-Hückel). La synthèse se réalise sur des particules de taille 3 à 10 nm, et il existe donc une distribution de taille des particules en solution.

Les ferrofluides existent à l'état naturel : par exemple des bactéries s'en servent pour s'orienter à la surface de la Terre (grâce à la détection du champ magnétique terrestre).

1.1.2 Applications des ferrofluides

Outre l'utilisation des ferrofluides dans le cadre de notre projet en vue de mesurer la viscosité de liquides porteurs, il existe un grand nombre d'applications dans l'industrie et la recherche. Nous en détaillerons essentiellement deux ici.

Dans le domaine de la médecine et de la recherche en biologie, les ferrofluides sont utilisés pour séparer les groupes biologiques. Ainsi, dans la détection de la tuberculose, des ferrofluides se fixent sur les cellules malades, ce qui permet de les détecter et de les isoler par centrifugation ou application de champ magnétique. Une autre grosse application en ce moment est l'utilisation des ferrofluides en cancérologie, par hyperthermie : on amène des ferrofluides dans des tissus cancéreux, puis on soumet ces tissus à un champ magnétique alternatif, ce qui fait une dissipation d'énergie par frottement et rotation dissipative des moments magnétiques et permet de brûler la cellule cancéreuse. Enfin en IRM, les ferrofluides sont utilisés comme agent de constraste, en modifiant les périodes d'oscillations du proton.

Un autre domaine différent où les ferrofluides sont utilisés est le domaine des sciences de l'information : on essaye de faire de l'enregistrement magnétique haute densité, avec le codage de bits d'information par le biais de l'orientation d'un dipôle magnétique (10 nm \times 10 nm à comparer aux 800 \times 800 nm actuels des codages magnétiques).

1.2 Modèle d'aimantation d'un ferrofluide dans les conditions de l'expérience

On va utiliser le modèle de Langevin pour décrire l'aimantation du ferrofluide. Le champ magnétique appliqué est statique, on choisit un système d'axe tel que $\mathbf{B} = B\mathbf{e_z}$. Seules les interactions champ-dipôle sont prises en compte, et la répartition des dipôles suit une statistique de Maxwell-Boltzmann. Ceci est justifié par le fait que nos particules sont en suspension de telle sorte qu'il n'y ait pas agrégation, or une modélisation type Yukawa nous permet de voir que l'influence des voisins décroît vite avec la distance.

il y a symétrie cylindrique dans tout le problème, et l'on a donc $W_{int}(\theta, \phi) = -mB\cos\theta$. On a donc

$$<\mathbf{m}> = A \int_{\phi=0}^{2\pi} \int_{\theta=0}^{\pi} \mathbf{m}(\theta,\phi) \exp\left(\frac{mB\cos\theta}{kT}\right) \sin\theta d\theta d\phi$$

En moyenne, les dipôle magnétiques vont s'orienter suivant le champ pour respecter la symétrie du problème, et $m_z = m \cos \theta$. Sachant que A est une constante de normalisation de la probabilité, et en notant $a = \frac{mE}{kT}$ on obtient

$$\langle \mathbf{m} \rangle = m \left(\coth a - \frac{1}{a} \right) \frac{\mathbf{B}}{B}$$
 (1)

On note au passage $L(a) = \left(\coth a - \frac{1}{a}\right)$ fonction de Langevin. On a donc, en notant $\mathbf{M}_{\mathbf{0}} = p < \mathbf{m} >$ avec p densité de ferrofluide

$$\mathbf{M_0} = pmL(a)\frac{\mathbf{B}}{B} \tag{2}$$

1.3 Biréfringence et relaxation

Chaque particule ferromagnétique est un dipôle magnétique. Lorsque un champ magnétique est appliqué, il aligne tous les dipôles, ce qui crée une anisotropie magnétique macrocopique du système.

Or un ferrofluide n'est jamais rigoureusement sphérique, et pour des particules de la taille de la dizaine de nanomètres, cette anisotropie de forme suit l'anisotropie magnétique, ce qui crée une anisotropie optique Δn , ce que l'on utilise ici pour notre mesure de viscosité. Le mécanisme exact de l'anisotropie de forme n'est pas encore très clair cependant et reste sujet à des controverses dans la communauté scientifique. Ceci dit, pour notre expérience ce phénomène permet d'exploiter de façon satisfaisante nos résultats.

Lors de la coupure du champ, les particules vont relaxer thermiquement. L'équation typique dans un modèle de Debye est dûe à Schliomis (5):

$$\frac{d\mathbf{M}}{dt} = -\frac{1}{\tau}(\mathbf{M} - \mathbf{M_0}) \tag{3}$$

Dans les conditions de l'expérience on se place dans le cadre de particules de taille suffisamment petites pour ne pas prendre en compte une autre relaxation dite de Néel liée à une énergie d'anisotropie des particules. Le temps de relaxation est relié à la compétition entre l'agitation thermique et la friction visqueuse du liquide porteur : avec l longueur caractéristique, lorsque $t = \tau$ l'on a $1 = \frac{E_{\eta}}{kT}$. Or $E_{friction} \simeq lF_{\eta} \simeq l \times l^3 \eta \Delta v$. En introduisant τ cela donne $E_{\eta} \simeq \frac{l^3 \eta}{\tau}$. On pose $V = l^3$ volume hydrodynamique (c'est le volume de la particule ferrofluide augmenté de sa couche limite), on obtient alors $\tau = \frac{\eta V}{kT}$ à un facteur numérique près. On prend ici le triple de cette égalité, pour des raisons de dimensionalité du problème. On a donc

$$\tau = \frac{3\eta V}{kT} \tag{4}$$

On peut dériver cette égalité par un raisonnement rigoureux basé sur les équations du mouvement brownien en se basant sur des harmoniques sphériques, mais le manque de temps nous conduit à ne pas développer cette approche et à ne présenter que cette approche phénoménologique.

Au final, la relaxation de l'indice optique s'écrit

$$\Delta n = \Delta n_0 e^{-\frac{\iota}{\tau}} \tag{5}$$

2 Principe de l'expérience

2.1 Description de l'expérience

Le principe de la mesure repose sur le fait que le ferrofluide devient biréfringent lorsqu'il est en présence d'un champ magnétique **B** comme expliqué dans la partie 1. Nous avons donc construit un montage permettant de visualiser l'apparition et la disparition de la biréfringence via l'analyse par une photodiode de l'intensité d'un faisceau laser qui est modulée par la relaxation, comme expliqué plus loin en 2.3.

Pour observer la relaxation d'anisotropie, il faut que l'échantillon puisse se trouver en présence d'un champ \mathbf{B} alternativement non nul et nul. Pour cela, on place la cuve contenant l'échantillon à l'intérieur d'une bobine aux bornes de laquelle on applique une tension créneau et qui est percée pour laisser passer le faisceau laser.

Enfin, comme nous voulions pouvoir mesurer des viscosités à différentes températures, nous avons placé la bobine dans une boîte hermétique contenant un module de Peltier (situé en dessous de la bobine) et permettant une circulation d'eau afin d'évacuer la chaleur dans le cas où la face inférieure du module serait la face chaude.

Pour résumer, nous avons placé le long d'un banc d'optique un laser rouge (633 nm), un polariseur, une boîte contenant un module de Peltier et une bobine percée au centre de laquelle on pouvait placer un échantillon, un analyseur en position croisée avec le polariseur et enfin une photodiode. La tension aux bornes de la photodiode est visualisée à l'aide d'un oscilloscope numérique et pour alimenter la bobine, on a ajouté un circuit électronique entre le GBF, délivrant une tension créneau, et l'alimentation, ce qui permet d'améliorer la réponse du montage. Les principaux éléments du montage seront détaillés en 2.2.



FIG. 1 – Montage expérimental

2.2 Détail des divers élements

2.2.1 La bobine

Afin de créer le champ magnétique nécessaire pour provoquer l'anisotropie au sein du milieu, il a été nécessaire de concevoir une bobine qui soit trouée en son milieu. Ce trou permet de laisser passer le faisceau laser pour récupérer le signal sur une photodiode.

On rappelle succintement le calcul du champ magnétique d'une bobine. On part du champ magnétique d'une spire vue sous un angle θ sur l'axe de la spire, qui vaut $\mathbf{B} = \frac{\mu_0 i}{2R} \sin^3 \theta \mathbf{e_z}$ avec R rayon de la spire, i le courant constant la parcourant et $\mathbf{e_z}$ le vecteur unitaire de l'axe de la bobine. En notant n le nombre de spire par unité de longueur, on a, sur une longueur dz, dN = ndz spires, ce qui signifie en angle $dN = -n \frac{R}{\sin^2 \theta} d\theta$. En se plaçant au milieu de la bobine et en notant α l'angle entre ce point central et l'une des extrémités de la bobine, on obtient

$$\mathbf{B} = \mu_0 n i \cos \alpha \, \mathbf{e_z}$$

où $\mathbf{e_z}$ est le vecteur unitaire de l'axe de la bobine. Nous souhaitions utiliser un champ de 5 mT, pour un courant de 2 A environ afin de ne pas trop faire chauffer la bobine. La longueur de la bobine était de 10 cm, ce qui donne à l'aide de cette formule un nombre de spires nécessaires d'environ 130.

La bobine a été construite et soudée le premier jour, ce qui a nécessité trois heures environ, le fil de cuivre étant très emmêlé. Nous avons utilisé du téflon en ruban blanc pour isoler les trois tours de bobinage :



FIG. 2 – Bobine dans son logement, entourée d'isolant et connectée

Un essai au teslamètre a permis de vérifier que le champ délivré par la bobine vérifiait bien les spécifications souhaitées.

2.2.2 La photodiode

Nous utilisons une photodiode qui permet de suivre l'évolution de la polarisation de la lumière lors de son passage dans la cuve. Avant toute expérience il est nécessaire de tester la linéarité de la diode : elle doit vérifier la loi de Malus : $I_s = I \cos^2 \alpha$, avec I_s intensité en sortie de l'analyseur, I intensité incidente sur le polariseur et α l'angle entre le polariseur et l'analyseur.

On représente la tension aux bornes de la photodiode qui est proportionnelle à l'intensité reçue, en fonction de $\cos^2 \alpha$, et l'on constate que la diode suit effectivement la loi de Malus.

Toutefois, on remarque qu'elle sature à $12\mathrm{V}.$



FIG. 3 – Vérification de la loi de Malus sur la photodiode

2.2.3 Le montage électronique



FIG. 4 – Circuit électronique et schéma de principe du circuit, avec un seul transistor pour simplifier

Le but du montage est d'alimenter la bobine avec un signal créneau afin de créer un champ magnétique **B** alternatif. Le circuit électronique est composé de deux transistors, reliés à une bobine et une résistance en série.

- Le transistor est alimenté sur la patte C par une alimentation stabilisée. Il reçoit un signal créneau que lui envoie le GBF sur la patte B. Il délivre un signal amplifié en créneau sur la patte E, qui traverse ensuite la bobine.
- On relie la bobine en série à une résistance afin de diminuer la constante de temps introduite par la bobine $\tau = \frac{L}{R}$.

On observe à l'oscilloscope le signal délivré par le GBF sur la voie CH1 et le signal à la sortie de la photodiode sur la voie CH2.

La fréquence f du créneau choisie doit permettre d'observer la relaxation du fluide, il faut donc que sa période soit inférieure au temps de relaxation du ferrofluide. Pour le ferrofluide dans le glycérol, le temps de relaxation est de l'ordre de la milliseconde, on prendra f = 100 kHz. On ajustera cette fréquence pour des ferrofluides avec une constante de temps plus petite.

On veut que I_C soit de l'ordre de 2 à 3 A, or l'on a dans le transistor la relation suivante : $U_{alim} = U_{bobine} + 1V \simeq 3.5V$. On en tire $U_{BE} \simeq 0V$ et $U_{bobine} \simeq U_{GBF} \simeq 2.5V$.

Si la résistance R en série avec la bobine est de 1.5 $k\Omega$, il faudra que U_{bobine} soit tel que : $U_{bobine} = I_C \times R = 3.75V = U_{GBF}$

2.2.4 Module Peltier

Un module de Peltier est constitué de deux plaques entre lesquelles se trouvent des couples, constitués d'un matériau semi-conducteur dopé P et d'un matériau semi-conducteur dopé N. Ceux-ci sont connectés en série grâce à un matériau conducteur qui les relie et assure le passage du courant.



FIG. 5 – Schéma d'un module de Peltier

Intéressons-nous plus particulièrement au fonctionnement d'un seul couple. Selon le sens du courant électrique, les porteurs de charge se déplacent d'une plaque à l'autre. Les trous se déplacent dans le sens du courant, et les électrons dans le sens inverse. Or, les deux matériaux sont agencés de telle façon que cela corresponde dans les deux cas au déplacement des porteurs de charge d'une même plaque vers l'autre.



FIG. 6 – Détail d'un couple dans un module de Peltier

Le déplacement des porteurs de charges, de la plaque supérieure à la plaque inférieure sur le schéma, correspond à un transfert d'entropie vers la plaque du bas, qui gagne de la chaleur et devient alors une source chaude, alors que celle du haut en perd et se refroidit. Ce flux de chaleur s'oppose au flux thermique qui existe de la source chaude à la source froide à cause de la conductivité thermique. Dans notre expérience, le module de Peltier nous a servi à la fois à chauffer l'échantillon ou à le refroidir selon le sens du courant que nous imposions dans le module.

2.3 Lien entre le signal mesuré et le temps de relaxation d'anisotropie

Dans l'expérience nous allons utiliser l'anisotropie optique créee par le champ magnétique comme vu en 2) pour faire une mesure de temps de relaxation et ainsi remonter à la viscosité du fluide porteur.

A l'aide de la photodiode, nous collectons l'intensité lumineuse qui va donc varier en suivant la relaxation du ferrofluide. Nous décrivons ici le phénomène ce qui nous permet de relier le temps effectivement mesuré à l'oscilloscope avec le temps de relaxation.

Le faisceau laser passe à travers un dispositif de polariseur-analyseur, au milieu duquel est placé l'échantillon de ferrofluide au milieu de la bobine. D'après la loi de Malus, lorsque polariseur et analyseur sont croisés on a $I = tI_0 \cos^2 \frac{\pi}{2} = 0$: aucune lumière n'est transmise (ici t désigne la transmission du polariseur). L'effet de l'anisotropie va polariser le faisceau; l'angle entre le faisceau et l'analyseur ne sera donc plus de 90 °C et le faisceau est transmis. Afin d'optimiser le signal, on place l'axe du champ magnétique à 45 °C du polariseur. Si l'on note e l'épaisseur de fluide traversée, on a un déphasage de $\Delta \phi = 2\pi e \frac{\Delta n}{\lambda}$.



FIG. 7 – Vibration lumineuse avant l'entrée dans le ferrofluide (à gauche) et après la sortie du ferrofluide (à droite)

P et A désignent les plans de polarisations respectivement du polariseur et de l'analyseur; X et Y sont les axes d'anisotropie du ferrofluide. L'intensité du signal étant proportionnelle à la longueur du segment MN, on voit donc que si X, direction du champ magnétique**B**, est à 45 °C du polariseur, le signal sera optimisé.

On a à la sortie $I = I_0 t \sin^2 \frac{\phi}{2}$ (en appliquant la loi de Malus). En développant au premier ordre le sinus et en exploitant l'égalité (5), on obtient

$$I_{out} = I_0 t \frac{\pi^2}{\lambda^2} \left(e \Delta n_0 \right)^2 e^{-\frac{2t}{\tau}}$$
(6)

Ainsi, le signal récolté par la photodiode est au premier ordre un signal exponentiellement décroissant, avec un temps caractéristique $\tau = \frac{\tau_r}{2}$: notre dispositif expérimental mesure donc le double du temps de relaxation évoqué en 1.3.

3 Résultats et commentaires

3.1 Traitement des données

Nous expliquons ici comment l'on exploite nos mesures pour en déduire la viscosité, et nous abordons le problème des temps de réponse du montage.

3.1.1 Détermination de la viscosité

On applique ce qui a été développé en 2.3 : en mesurant τ sur l'oscilloscope, on accède à $\tau_{relaxation}$ qui nous donne finalement η .

Le temps de relaxation $\tau_{relaxation}$ est déterminé de la façon suivante. Nous enregistrons, à température fixée, le signal de la photodio de lorsque l'échantillon de fluide est soumis à un champ magnétique créneau. Nous traçons la tension U de ce signal en fonction du temps et nous faisons une modé lisation de la courbe obtenue par une exponentielle, ce qui nous donne la valeur de τ puis de $\tau_{relaxation} = 2\tau$ d'après 2.3 . Dans toute la suite nous note rons désormais τ pour $\tau_{relaxation}$.



FIG. 8 – Courbe de relaxation du glycérol pur à 19,7 ° C

Il est nécessaire que la fréquence du signal sortant du GBF soit telle que le fluide ait le temps de relaxer lorsque le champs est coupé.



FIG. 9 – Courbe de relaxation dilatée et dont le temps du régime permanent est relativement long

Pour vérifier l'approximation exponentielle, nous avons tracé $\ln(U)$ en fonction du temps t,

et nous observons que la relaxation ne suit pas une loi parfaitement exponentielle. Cela s'explique par la distribution de taille non uniforme des particules : en effet η dépend du volume hydrodynamique des particules qui n'est pas uniforme dans notre échantillon. Cette distribution est une log-normale mais nous n'avons pas eu le loisir de le vérifier explicitement.



FIG. 10 – Graphe montrant la distribution de taille non uniforme des particules de ferrofluide

Pour déterminer la viscosité du fluide, il nous faut déterminer le volume hydrodynamique des particules V_H . Pour cela nous utilisons la valeur du temps de relaxation du ferrofluide dans du glycérol pur. Nous considérons que cette mesure a été faite avec une faible erreur car les constantes de temps introduites par les éléments du montage sont inférieures au temps de relaxation du glycérol pur (voir ci-dessous).

Nous nous plaçons à T=20 °C fixée. En prenant la valeur de la viscosité du glycérol dans un Handbook ($\eta_{gly} = 1,42$ Pl), et en mesurant τ avec le protocole décrit précédemment, nous trouvons un volume hydrodynamique $V_H = \frac{\tau kT}{3\eta} = 8,5.10^{-25}$ m³ ce qui correspond à un rayon de 6 nm. Nous remarquons que nous sommes bien dans le régime souhaité en ce qui concerne la relaxation.

Nous nous servirons de cette valeur dans toutes les expériences.

3.1.2 Temps de réponse du montage

Lors des différentes expériences nous devons tenir compte des temps de réponses introduits par la photodiode et par le montage électronique.

Le temps de réponse de la photodiode τ_{photo} , de l'ordre de 1 μ s, nous limite dans la mesure de la viscosité de l'eau dont le temps de relaxation associé est aussi de l'ordre de 1 μ s.

Nous pouvons considérer que la mesure dans de τ pour le ferrofluide dans l'eau nous donne accès à la constante de temps de la photodiode.



FIG. 11 – Temps de réponse de la photodiode

Nous mesurons ici un temps de réponse pour la photodiode de $\tau_{photo} = 70 \mu s$.

Le circuit électronique introduit également une constante de temps $\tau_{circuit}$ que l'on peut faire varier par l'ajout d'une résistance en série avec la bobine.

On mesure directement cette constante en visualisant le signal en sortie de la bobine lorsqu'elle est soumise à un créneau.



FIG. 12 – Temps de réponse de la bobine avec $r = 1k\Omega$ et $r = 10k\Omega$

On mesure ainsi $\tau_{circuit} = 14\mu s$ dans le premier cas et $\tau_{circuit} = 2,8\mu s$ dans le second cas. Étant donné que $\tau_{circuit} << \tau_{photo}$, nous sommes avant tout limités par la photodiode.

Or l'introduction de résistances conduit à imposer des tensions plus grandes dans la bobine pour garder un courant de 2,5A, ce qui entraîne son échauffement. Nous prenons donc une résistance de $R = 1.5 \text{ k}\Omega$, c'est-à-dire la plus faible dont nous disposons.

3.2 Étude de la viscosité du glycérol en fonction de la température

Afin d'exploiter la méthode de viscométrie utilisée ici, nous avons entrepris d'étudier la viscosité du glycérol en fonction de la température. Cela nous permettait de pouvoir vérifier un résultat que l'on trouve dans la littérature, à savoir que la viscosité décroît exponentiellement : $\eta = A \exp(B/T)$.

Comme cela a été expliqué plus haut, le montage avait préalablement été conçu pour subir des variations de température grâce au module de Peltier. Néanmoins, le temps de thermalisation de la bobine est long et il existe un gradient de température le long de la bobine, dû à la différence de température entre le socle (à la température du module de Peltier) et le sommet de la bobine qui est à la température de l'air. De plus, la bobine, à cause du courant qui la traverse, dissipe énormément de chaleur par effet Joule. Ainsi, tout cela contribue au fait que la température ne peut se stabiliser durablement dans la bobine. Nous avons donc utilisé un thermocouple fixé à la cuve qui mesurait la température de l'échantillon à la hauteur même où le faisceau laser le traversait, ce qui suppose par ailleurs que celle-ci ne varie pas sur la largeur caractéristique du faisceau. Nous avons obtenu le graphe suivant



FIG. 13 – Etude du temps de relaxation en fonction de la température

Nous pouvons déjà remarquer que ce graphe est très semblable à ceux que l'on peut trouver dans la littérature, par exemple (1). Nous avons ensuite traçé le graphe de la viscosité, que nous avons ajusté puis comparé à quelques valeurs trouvées dans un Handbook :



FIG. 14 – Viscosité du glycérol en fonction de sa température

Les résultats sont bons, mais il apparaît clairement que nos mesures sont imprécises. Cela

est principalement dû au fait que la température de la bobine n'est pas stable. Le système de pompe permettant d'évacuer la chaleur n'est pas suffisant, en particulier parce que c'est un circuit fermé. En effet, à la fin d'une série de mesure, l'eau est tiède, et l'efficacité du système faiblit. On peut malgré tout considérer que la technique de viscométrie employée ici est valide sur la plage de température accessible au système, de 5° C à 35° C.

3.3 Étude de la viscosité du glycérol en fonction de sa dilution dans l'eau

Après avoir étudié l'évolution de la viscosité en fonction du glycérol pur en fonction de sa température, nous nous sommes penchés sur la variation de la viscosité du glycérol en fonction de sa dilution dans l'eau.

Pour cela, nous avons réalisé dix échantillons dans lesquels la proportion d'eau dans le glycérol allait de 0%, pour le glycérol pur, à 100% pour l'eau pure, en variant de 10% entre chaque échantillon. Le volume des échantillons était toujours fixé à 5 mL et, afin que la coloration dûe au ferrofluide soit toujours la même, la quantité de ferrofluide versée était constamment 0,5 mL.

Le ferrofluide étant dissous dans l'eau, il contribuait à la proportion d'eau introduite. Par exemple, pour l'échantillon à 30% d'eau nous avions introduit 0,5mL de ferrofluide, 1mL d'eau et 3,5 mL de glycérol. Afin que la dilution se fasse rapidement et que nous puissions obtenir des échantillons homogènes, nous avons agité le mélange et nous l'avons chauffé car cela diminuait la viscosité du glycérol et rendait le mélange plus facile. Notons que pour fabriquer l'échantillon de glycérol pur, nous avons introduit 5mL de glycérol, et toujours 0,5mL de ferrofluide et nous avons ensuite fait évaporer l'eau dans laquelle se trouvait le ferrofluide afin qu'il ne reste plus que du glycérol en solution.



FIG. 15 – Les divers échantillons synthétisés pour l'étude en fonction de dilution

Nous avons employé un traitement des donnés identique à celui utilisé pour l'étude en fonction de la température : une modélisation de chaque courbe de dilution, puis le tracé de la variation du temps de relaxation en fonction de la dilution (ce temps de relaxation étant proportionnel à la viscosité, à température T fixée).

Nous avons travaillé à une température de 19,7 °C. Voici le graphe montrant la variation du temps de relaxation en fonction de la dilution :



FIG. 16 – Variation du temps de relaxation du glycérol en fonction de sa dilution



FIG. 17 – Variation de la viscosité du glycérol en fonction de sa dilution

L'incertitude sur chaque mesure est en moyenne de 1,7 μ s lors de l'ajustement des données. Il est important de remarquer que lors des faibles dilutions, le temps mesuré correspond en fait au temps de réponse de la photodiode. En effet, ce temps de réponse est bien supérieur au temps de relaxation d'un ferrofluide dans l'eau, et nous n'avonc pas accès à la viscosité de l'eau lors de notre expérience. Il faudrait donc améliorer le montage électronique pour cela.

Nous pouvons déduire de ce graphe deux choses : d'une part la viscosité décroît lorsque le glycérol est de plus en plus dilué, ce qui n'est pas une surprise finalement puisque le glycérol est plus visqueux que l'eau, il est donc logique qu'au fil des dilutions, se rapprochant de l'eau, la viscosité décroisse.

D'autre part, nous remarquons l'existence d'un seuil de chute importante : entre un taux de glycérol à 90 % et un taux de glycérol à 80 %, la viscosité a pratiquement été divisée par deux. il aurait été intéressant de s'intéresser plus particulièrement à cette région, mais le temps nous a manqué. Enfin, dans la littérature nous trouvons que dans des conditions normales de température et de pression (ie 1 bar, 20 °C) la viscosité du glycérol dilué à 10 % est de 1,49 Pl, ce qui concorde avec nos mesures (rappel : 1 Pl = 1 Pa.s).

3.4 Application à d'autres fluides de la technique de viscométrie étudiée ici

Après avoir mesuré la viscosité du glycérol, nous avions pensé étendre la technique utilisée à d'autres fluides, tels que le miel, le sirop, différents gels cosmétiques, l'huile, etc. Cependant, nous nous sommes heurtés à différents problèmes.

D'une part, un problème lié au principe même de l'expérience, qui repose sur la mesure de la biréfringence du ferrofluide lorsqu'il est en présence d'un champ B. Tout d'abord, remarquons que, dans le cas du sirop, il ne faut pas que le fluide porteur soit trop foncé auquel cas la puissance lumineuse en sortie de la cuve serait trop faible pour être détectée par la photodiode et exploitée efficacement. De plus, cette méthode exclue d'office les fluides contenant des substances avec un pouvoir rotatoire non nul, car celles-ci font tourner la polarisation de la lumière et on ne peut plus observer l'apparition ou la disparition de la biréfringence du fluide lors des variations du champ B. Ainsi, on ne peut pas mesurer la viscosité du miel et du sirop avec cette méthode, car ceux-ci contiennent du sucre, qui possède un pouvoir rotatoire.

D'autre part, il existe un problème physico-chimique, lié quant à lui à la fabrication même du ferrofluide. En effet, nous avions à notre disposition du ferrofluide dans de l'eau, que nous souhaitions dissoudre dans le fluide à étudier. Dans le cas du glycérol, soluble dans l'eau, on rappelle qu'il nous avait simplement suffi, une fois le ferrofluide dissous dans le glycérol, d'évaporer l'eau pour obtenir du ferrofluide à base de glycérol pur. Nous avons donc essayé d'appliquer cette manipulation à de l'huile, type huile de cuisine, bien que l'eau ne soit pas soluble dans l'huile. Cela n'a malheureusement pas abouti. En effet, lorsque l'eau s'est évaporée, nous avons pu observer la floculation des particules magnétiques. Nous avons tout de même filtré la solution obtenue afin de voir si certaines particules avaient été dissoutes. Cela n'était pas le cas, ou alors dans une proportion infime, car l'huile avait conservée la même couleur, alors que le ferrofluide, de couleur brune, aurait dû la colorer.



FIG. 18 – Floculation des particules magnétiques dans l'huile de cuisine

Ce problème est essentiellement dû au fait que pour stabiliser les particules magnétiques dans le fluide porteur, et donc éviter qu'elles s'agrègent, il faut que celui-ci soit polaire afin que les interactions dipolaires soient écrantées au-delà de la couche de Debye.

En ce qui concerne les produits cosmétiques tels que les gels solubles dans l'eau, il ne semblait pas y avoir de difficulté apparente. Il n'y a pas eu floculation lors de la dissolution du ferrofluide. Nous n'avons pas effectué l'étape d'évaporation car d'après la composition du gel, il contenait de l'eau.



FIG. 19 – Ferrofluide dans du gel à usage cosmétique

La difficulté majeure que nous avons ensuite rencontrée était la composition de cette solution. En effet, notre idée initiale était, à supposer qu'un tel gel était principalement constitué d'eau et de glycérol, d'en mesurer la viscosité afin d'en déduire la proportion relative de ces deux composants. Mais nous ne pouvions pas ignorer toutes les autres substances présentes dans le gel et dont la viscosité n'était peut-être pas négligeable devant celles du glycérol. De plus, le glycérol n'est pas utilisé sous cette forme mais sous forme de composés dérivés dont nous ne pouvions pas savoir si leur viscosité est la même que celle du glycérol. Nous devions donc nous limiter à la mesure de viscosité sans pouvoir mettre à profit l'étude réalisée dans le 3.3. Cette mesure même n'a pas été réalisée car le temps nous a manqué pour résoudre un problème dû aux réglages du montage.

Ainsi, nous n'avons pas pu appliquer cette technique de viscométrie à aucun autre fluide. Néanmoins, cela aurait été réalisable pour l'huile car il est chimiquement possible de fabriquer des ferrofluides dans de l'huile, mais nous n'avions pas de tels ferrofluides à notre disposition.

Conclusion

Ce projet expérimental a été l'occasion de mettre en oeuvre une technique de viscosimétrie optique particulièrement intéressante. Nous avons pu la tester afin de mesurer la viscosité du glycérol en fonction de dilution et de sa température, ce qui a permis de voir que nos résultats étaient en accord avec la littérature, et qui montre que cette technique est efficace. Il existe un certain nombres d'autres méthodes de viscosimétries, telles que la viscosimétrie capillaire ou la viscosimétrie par mesure de contrainte avec la pénétration de piston dans le liquide étudié. L'avantage de la viscosimétrie développée ici à l'aide de ferrofluides est sa rapidité d'exécution et sa relative simplicité. Ceci dit, la dernière partie de notre rapport montre aussi ses limites : il faut que le liquide étudié puisse accueillir en son sein des ferrofluides. Ce n'est pas le cas de tous les liquides et cela limite grandement la technique.

Enfin, il est bon de résumer ce qui reste à améliorer dans le montage expérimental, et c'est principalement le temps de réponse de la photodiode qui peut l'être, en se penchant sur le montage électronique, ce que nous n'avons pas fait car nous avons préféré nous focaliser sur l'étude détaillée du glycérol.

Références

- J.-C. Bacri and Domique Salin, *Ferrofluid viscometer*, J. Physique Lett. 46(1985) (1985), L-1199 - L-1205.
- [2] B. Felderhof, Magnetoviscosity and relaxation in ferrofluids, Physical Review Letter E, volume 62, number 3 (2000), 3848–3854.
- [3] P Kohl, Tp de rhéologie avec données handbook sur le glycérol, ENCPB (2001), URL www.educnet.education.fr/rnchimie/phys/baillet/06/tp_rheol.pdf.
- [4] Beatrice Payet, étude de la relaxation magnétique dans les ferrofluides par une méthode optique, application à la mesure de viscosité, Thèse de Doctorat, Université de Saint-Etienne, 1997.
- [5] Mark Schliomis, *Ferrohydrodynamics : testing a new magnetisation equation*, arXiV :condmat v1 (2001).

Table des matières

1	\mathbf{Les}	ferrofluides et leurs propriétés magnétiques	1
	1.1	Description et applications des ferrofluides	1
		1.1.1 Description d'un ferrofluide	1
		1.1.2 Applications des ferrofluides	2
	1.2	Modèle d'aimantation d'un ferrofluide dans les conditions de l'expérience	2
	1.3	Biréfringence et relaxation	3
2	Pri	ncipe de l'expérience	3
	2.1	Description de l'expérience	3
	2.2	Détail des divers élements	4
		2.2.1 La bobine	4
		2.2.2 La photodiode	5
		2.2.3 Le montage électronique	6
		2.2.4 Module Peltier	7
	2.3	Lien entre le signal mesuré et le temps de relaxation d'anisotropie	8
3	Rés	sultats et commentaires	9
	3.1	Traitement des données	9
		3.1.1 Détermination de la viscosité	9
		3.1.2 Temps de réponse du montage	11
	3.2	Étude de la viscosité du glycérol en fonction de la température	13
	3.3	Étude de la viscosité du glycérol en fonction de sa dilution dans l'eau	15
	3.4	Application à d'autres fluides de la technique de viscométrie étudiée ici	17

Conclusion