



⑪ Numéro de publication : **0 450 031 B1**

⑫ **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

④⑤ Date de publication du fascicule du brevet :
01.06.94 Bulletin 94/22

⑤① Int. Cl.⁵ : **C21D 1/04**

②① Numéro de dépôt : **90915498.1**

②② Date de dépôt : **10.10.90**

⑧⑥ Numéro de dépôt international :
PCT/FR90/00724

⑧⑦ Numéro de publication internationale :
WO 91/05880 02.05.91 Gazette 91/10

⑤④ **PROCEDE DE PREPARATION DE MATERIAUX MAGNETIQUES DE TRES HAUTE QUALITE.**

③⑩ Priorité : **13.10.89 FR 8913869**

④③ Date de publication de la demande :
09.10.91 Bulletin 91/41

④⑤ Mention de la délivrance du brevet :
01.06.94 Bulletin 94/22

⑧④ Etats contractants désignés :
DE ES FR GB IT NL

⑤⑥ Documents cités :
EP-A- 0 293 286
DE-A- 3 542 257
Patent Abstracts of Japan, vol. 9, no. 180
(C-293)(1903), 25 July 1985; & JP-A-6050118
(Nippon Denki K.K.) 19 March 1985

⑤⑥ Documents cités :
Journal of Electrostatics, vol. 15, 1984, Else-
viere Science Publishers B.V., Amsterdam,
NL, I.J. Lin et al.: "General conditions for
dielectrophoretic and magnetohydrostatic
levitation", pages 53-65

⑦③ Titulaire : **CENTRE NATIONAL DE LA**
RECHERCHE SCIENTIFIQUE
15, quai Anatole France
F-75007 Paris (FR)

⑦② Inventeur : **TOURNIER, Robert**
L'Archat
F-38850 Bilieu (FR)

⑦④ Mandataire : **de Beaumont, Michel**
1bis, rue Champollion
F-38000 Grenoble (FR)

EP 0 450 031 B1

Il est rappelé que : Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

La présente invention concerne le domaine de la préparation de matériaux magnétiques de très haute qualité, et plus particulièrement la préparation de tels matériaux magnétiques solides obtenus après solidification d'une phase liquide ou par diffusion solide au voisinage de la température de fusion.

La fabrication des matériaux magnétiques de très haute qualité se heurte à des problèmes qui nuisent à la qualité du matériau après la solidification et parmi lesquels on peut mentionner l'influence des parois et les phénomènes de convection en phase liquide. Ces problèmes sont liés à la coexistence d'une part de gradients de composition, de température ou de densité et d'autre part du champ de gravité. Il se produit également des phénomènes de sédimentation et de stratification dans les liquides comprenant des suspensions solides, ou des suspensions liquides non miscibles ; les suspensions les plus lourdes se déplacent vers le bas. Ces différents effets sont à l'origine d'inhomogénéités de composition et de défauts dans le matériau magnétique après la solidification.

Pour éliminer ces divers problèmes, on a proposé des fabrications en satellite ou lors de chutes libres afin de se mettre en situation d'apesanteur ou de microgravité. Mais ceci exige la mise en oeuvre de moyens très importants et extrêmement coûteux.

Un objet de la présente invention est de prévoir un procédé de fabrication de matériaux magnétiques en assurant de façon simple des conditions partiellement ou totalement semblables à celles rencontrées en microgravité.

Pour attendre cet objet, la présente invention prévoit un procédé de préparation d'un échantillon d'une composition magnétique de susceptibilité magnétique χ comprenant les étapes suivantes :

- a) prévoir une induction magnétique B verticale qui présente un gradient d'induction magnétique dB/dz et qui est telle que la quantité $B \times dB/dz$ a un signe opposé à celui du poids de l'échantillon dans un repère choisi et telle que la force magnétique $(\chi \times B \times dB/dz)/\mu_0$ (où $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ dans le système d'unités SI) est supérieure au poids, et
- b) chauffer l'échantillon à une température voisine de sa température de fusion au moins pendant l'étape d'application de l'induction magnétique.

Selon une caractéristique de la présente invention, l'étape (b) est suivie d'une étape consistant à refroidir l'échantillon en présence de l'induction magnétique B et du gradient d'induction magnétique dB/dz .

Selon un premier mode de réalisation de la présente invention, l'échantillon est chauffé à l'étape (b) à une température supérieure à la température de fusion.

Selon un deuxième mode de réalisation de la pré-

sente invention, l'échantillon est chauffé à l'étape (b) à une température inférieure à la température de fusion et propre à favoriser les diffusions internes des atomes.

Ces objets, caractéristiques et avantages ainsi que d'autres de la présente invention seront exposés plus en détail dans la description suivante de modes de réalisation particuliers faite en relation avec les figures jointes parmi lesquelles :

la figure 1 représente en perspective un montage illustrant une première application du procédé selon l'invention ;

la figure 2 représente l'intensité de l'induction magnétique créée par une bobine sur son axe et le produit de l'induction par le gradient de cette induction magnétique en fonction de la position sur cet axe dans le montage de la figure 1 ; et

la figure 3 représente en coupe transversale un autre montage illustrant une deuxième application du procédé selon l'invention.

La figure 1 représente un montage illustrant une première application du procédé selon l'invention. Ce montage comprend une bobine 1. Un système d'axes de coordonnées cartésiennes (x, y, z) a son origine au centre de la bobine, à égale distance de ses deux extrémités. Cette bobine est placée de telle sorte que son axe, qui correspond à l'axe z du repère, est orienté selon le champ de gravité, orientation que l'on qualifiera de verticale ci-après.

Un récipient 2 cylindrique dans lequel une substance de composition magnétique 3 sous forme de solide ou de poudre comprimée a été introduite est placé dans la bobine 1 de telle façon que l'axe du récipient coïncide avec l'axe de la bobine et que le fond 4 du récipient soit au-dessous de la position $z = 0$. La substance repose initialement sur le fond du récipient à une hauteur $Z = z_a$. Le récipient 2 peut être déplacé verticalement et est en un matériau non magnétique. Un four (non représenté) est situé à l'intérieur de la bobine et entoure le récipient.

Dans un premier temps, un courant est mis en circulation dans la bobine pour induire une induction magnétique positive dans le repère choisi. L'intensité B de l'induction sur l'axe z est représentée en fonction de la hauteur z sur la figure 2. L'induction est maximale pour $z = 0$ et elle décroît progressivement quand la valeur absolue de z augmente. Ainsi il existe sur l'axe de la bobine, pour des valeurs de z différentes de zéro, d'une part une induction magnétique B et d'autre part un gradient d'induction magnétique dB/dz . En dehors de l'axe, il existe également une superposition de l'induction magnétique B, du gradient vertical dB/dz et de composantes horizontales de gradient d'induction magnétique dB/dz et dB/dy .

Si le matériau magnétique a une susceptibilité magnétique χ positive, ce qui est le cas d'une substance paramagnétique, il sera soumis d'après les lois de l'électromagnétisme à une force $(\chi \times B(Z_a) \times$

$dB(Z_a)/dz)/\mu_0$ ($\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ dans le système d'unités international). La courbe représentant la quantité $B \times dB/dz$ a également été représentée sur la figure 2 en fonction de la position z sur l'axe de la bobine. L'induction est toujours positive. Pour les valeurs de z inférieures à zéro, l'induction augmente quand on se rapproche de $z = 0$ et le gradient de l'induction est positif. La quantité $B \times dB/dz$ et ainsi la force magnétique ($\chi \times B \times dB/dz)/\mu_0$ sont donc positives puisque la susceptibilité magnétique est positive. Elles passent par un maximum pour une position $z = Z_m$ correspondant à la région de pente maximale de la courbe de l'induction. Pour les valeurs de z supérieures à zéro, l'induction est positive et son intensité diminue quand z augmente. Le gradient est négatif. La quantité $B \times dB/dz$, et ainsi la force magnétique ($\chi \times B \times dB/dz)/\mu_0$ sont négatives. Elles passent par un second extremum pour une position z correspondant à la région de forte pente négative sur la courbe de l'induction.

Dans le système d'axes choisi, le poids est négatif. Ainsi, la force magnétique ($\chi \times B \times dB/dz)/\mu_0$ s'oppose au poids lorsqu'elle est positive, c'est-à-dire pour les valeurs de z inférieures à zéro. Si cette force magnétique a une intensité supérieure à celle du poids, la substance magnétique sera soulevée jusqu'à ce que la force magnétique et le poids se compensent exactement. Les figures 1 et 2 présentent le cas où l'échantillon s'élève de la position Z_a située en dessous du maximum en $z = z_m$ de la courbe $B \times dB/dz$ et s'arrête en position d'équilibre en $z = z_b$.

Dans un deuxième temps, on chauffe l'échantillon au-delà de la température de fusion. La substance z est transformée en un liquide de composition magnétique. La figure 1 représente le cas où la position selon la direction z de la substance est pratiquement inchangée après la transformation en liquide. Cependant, la susceptibilité de certains matériaux peut diminuer sensiblement quand la température augmente. La hauteur de l'échantillon dans le récipient tend alors à diminuer, bien que la quantité $B \times dB/dz$ augmente. On peut aussi ajuster l'amplitude de l'induction de sorte que la force magnétique amène le matériau dans la position $z = z_m$ correspond au maximum de la force.

La présence d'un gradient d'induction magnétique selon la direction z implique la présence de gradients d'induction dans les directions horizontales puisque la relation

$$\text{div } B = \partial B/\partial x + \partial B/\partial y + \partial B/\partial z = 0$$

doit être respectée. Ainsi, l'équilibre est stable sur l'axe z mais les gradients d'induction horizontaux sont à l'origine de forces qui tendent à écarter vers l'extérieur la substance magnétique située en dehors de l'axe z . Les bords du récipient 2 permettent de retenir le matériau au voisinage de l'axe central de la bobine. La forme de la substance 3 plus épaisse sur l'extérieur provient des gradients d'induction horizontaux et des forces qui en résultent.

Dans ce qui précède, on a pris l'exemple d'une substance paramagnétique à susceptibilité positive. Dans le cas d'une substance diamagnétique, $\chi < 0$, la position d'équilibre en lévitation correspond à une valeur positive de z , et les gradients d'induction horizontaux tendent maintenant à rappeler vers l'axe z les régions de la substance extérieures à cet axe.

On utilise par exemple une bobine supraconductrice à multifilaments de niobium-titane (NbTi) et de niobium-étain (Nb₃Sn) pour créer une induction magnétique intense de l'ordre de 12 à 18 teslas. Le diamètre interne du bobinage est choisi ici légèrement supérieur au dixième de mètre pour $H=12T$ et 0,05m pour $H=18T$. La valeur du produit $B \times dB/dz$ varie de zéro pour $z = 0$ à une valeur de 500 à 2000 T²/m pour une hauteur z de l'ordre de 0,1 m pour une bobine placée dans un cryostat annulaire (non représenté) laissant libre un cylindre d'un diamètre de 0,1 à 0,03 m à la température ordinaire. Avec une telle valeur du produit $B \times dB/dz$, la substance magnétique pourra léviter si $|\chi| \geq 2,5$ à $0,6 \times 10^{-8}$ S.I./kg. Ces dernières valeurs de χ correspondent à celles que l'on observe pour de nombreuses substances organiques solides ou liquides (eau, glace, acétone, alcool éthylique, certaines protéines...).

La plupart des éléments du tableau périodique, et notamment les terres rares, les actinides et les métaux de transition présentent à la température de fusion des susceptibilités magnétiques supérieures à $2 \cdot 10^{-8}$ S.I./kg. L'holmium, par exemple, qui est une terre rare pouvant entrer dans la composition de matériaux a une susceptibilité magnétique de $6,2 \times 10^{-7}$ S.I./kg à la température de fusion de 1461°C.

En outre, il n'est pas nécessaire pour mettre en lévitation certains matériaux magnétiques d'avoir des inductions magnétiques intenses de l'ordre de la dizaine de teslas ou plus. Des matériaux composites comme des alliages fer-carbone pourront léviter dans des inductions de 2,3 teslas car la susceptibilité magnétique du fer en fusion est très élevée, de l'ordre de $3,2 \times 10^{-7}$ S.I./kg.

Ainsi, le procédé selon l'invention permet d'une façon particulièrement simple une mise en situation de lévitation. De préférence, la substance est mise en situation de lévitation à l'état solide ou solidifiée, puis elle est chauffée et refroidie en présence de l'induction et du gradient d'induction. Ce procédé conduit ainsi à une plus grande uniformité de composition et à une réduction des défauts pour un très grand nombre de matériaux magnétiques surtout préparés à partir de liquide conducteurs.

Dans le cas particulier des substances diamagnétiques, le fait de mettre la substance en lévitation à l'état solide puis de la liquéfier avant de la resolidifier présente l'avantage d'éviter tout contact avec les parois d'un récipient, en effet, la goutte ou la macrogoutte liquide obtenue après fusion tend, comme on l'a noté précédemment, à se concentrer sur elle-

même sous l'effet des forces associées aux gradients de champ horizontaux. Par contre, si l'on part de la substance à l'état liquide, ces forces peuvent être insuffisantes pour vaincre les forces de mouillage. A titre d'exemple, on pourra ainsi traiter des protéines en solution dans un liquide solidifié (de la glace) pour réaliser une cristallogénèse de protéines de façon similaire à ce qui est réalisé en navette spatiale.

Par ailleurs, dans un liquide de susceptibilité donnée comprenant en suspension solide ou liquide une substance de susceptibilité voisine, les particules de cette substance mises en situation de lévitation selon l'invention peuvent rester en suspension quels que soient leurs tailles et leurs poids. La solidification dans ces conditions peut ainsi avoir lieu sans stratification ni sédimentation quelle que soit la solubilité dans le liquide. On peut donc obtenir des matériaux composites contenant des précipités répartis de manière homogène dans la matrice.

Un avantage supplémentaire est la possibilité de réaliser en situation de lévitation une cristallogénèse ou une synthèse de matériaux orientés dès lors qu'à la température de fusion le matériau conserve une anisotropie magnétique, c'est-à-dire un axe de facile aimantation par rapport à la structure cristalline. On pourra ainsi former par exemple des cristaux du type $\text{TmBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ou des substances polycristallines très homogènes orientées, selon la vitesse de refroidissement.

Selon un mode de réalisation de cette première application du procédé selon l'invention, on peut appliquer simultanément à l'induction magnétique et au gradient d'induction magnétique des gradients de température qui peuvent faciliter des migrations de particules, de bulles ou d'atomes qui conduisent à une séparation de phase ou à une purification et qui peuvent contribuer à l'obtention d'une texturation si la direction de croissance associée au gradient de température est compatible avec celle favorisée par le champ magnétique. On peut obtenir de cette façon une céramique orientée, une substance polycristalline orientée ou des cristaux massifs.

La figure 3 représente en coupe transversale un autre montage illustrant une deuxième application du procédé selon l'invention. Une bobine 11 est placée dans un cryostat 12. Un barreau solide 13 de composition magnétique est introduit dans la bobine de sorte que son axe central se confond sensiblement avec l'axe vertical de la bobine. Le barreau est maintenu de part et d'autre des deux extrémités de la bobine par un dispositif de maintien 14 permettant le déplacement vertical du barreau vers le haut ou vers le bas.

Un dispositif de chauffage constitué par exemple d'une deuxième bobine 15 placée entre le barreau et le cryostat permet, toujours en présence de magnétique et du gradient d'induction magnétique, de former une zone fondue (zone flottante) 16 sur une tran-

che du barreau. De telles zones flottantes sont utilisées pour la purification des matériaux et pour la formation de oristaux. Un mouvement relatif du barreau par rapport à la bobine de chauffage en déplaçant par exemple le barreau du haut en bas permet d'obtenir sur toute la longueur, la zone fondue étant mise en situation de lévitation, des matériaux plus homogène et présentant moins de défauts.

De plus, dans le champ de gravité, le poids du liquide entraîne une déformation de la zone flottante et sa destruction si la taille et le poids de la partie liquide augmentent, car la tension superficielle ne permet de supporter que des hauteurs faibles de liquide. Ainsi, dans pratiquement tous les matériaux, excepté le silicium, la hauteur de la zone flottante n'excède pas une valeur de l'ordre du centimètre pour un diamètre de la zone de quelques centimètres. En l'absence de pesanteur, la hauteur de la zone flottante peut atteindre la valeur md où d est le diamètre de la zone flottante. Le volume de la zone flottante peut ainsi être augmenté de façon très importante, ce qui permet d'accroître fortement les rendements de traitement et de cristallogénèse.

Il est en outre possible dans le procédé selon l'invention d'inverser les étapes de mise en situation de lévitation et de chauffage. Ainsi, dans un premier temps, on peut chauffer l'échantillon de composition magnétique pour le transformer en liquide et dans un deuxième temps produire l'induction magnétique et le gradient d'induction magnétique pour faire léviter le liquide.

Selon une variante du procédé selon l'invention, l'échantillon de composition magnétique placé dans une induction magnétique et dans un gradient d'induction magnétique est chauffé à une température proche de la température de fusion et propre à favoriser les diffusions internes, mais inférieure à cette température de fusion, avant d'être refroidi. Le transport de matière par diffusion en situation de lévitation permet une réorganisation et une distribution des atomes plus homogènes. L'échantillon peut être dans ce cas un échantillon massif ou mince constitué de poudre comprimée ou non.

De nombreuses variantes et modifications supplémentaires apparaîtront à l'homme de l'art. Il est par exemple possible d'appliquer des inductions magnétiques et gradients d'inductions magnétiques moins importants pour placer un matériau magnétique en suspension dans un liquide en situation de gravité réduite qui peut être suffisante pour laisser en suspension des particules de faible poids.

De même, pour des particules telles que des fibres présentant une anisotropie de forme ou pour des particules présentant une anisotropie magnétique placées dans un liquide, il est connu qu'un champ magnétique permet d'orienter ces particules. Une mise en lévitation selon l'invention favorisera cette orientation et permettra d'opérer avec des couples liqui-

de/ particules pour lesquels la différence de densité interdirait normalement une mise en suspension.

Revendications

1. Procédé de préparation d'un échantillon d'une composition magnétique de susceptibilité magnétique χ , caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :
 - a) prévoir une induction magnétique B verticale qui présente un gradient d'induction magnétique dB/dz et qui est telle que la quantité $\chi \times B \times \text{dB/dz}$ a un signe opposé à celui du poids de l'échantillon dans un repère choisi et telle que la force magnétique $(\chi \times B \times \text{dB/dz})/\mu_0$ (où $\mu_0 = 4 \pi \cdot 10^{-7}$ dans le système d'unités SI) est supérieure au poids de l'échantillon soumis à cette force, et
 - b) chauffer l'échantillon à une température voisine de sa température de fusion au moins pendant l'étape d'application de l'induction magnétique.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'échantillon est mis en lévitation dans le champ et le gradient de champ tandis qu'il est à l'état solide et en ce que l'étape b) est postérieure à l'étape a).
3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'étape (b) est suivie d'une étape consistant à refroidir l'échantillon en présence de l'induction magnétique B et du gradient d'induction magnétique dB/dz.
4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'échantillon est chauffé à l'étape (b) à une température supérieure à la température de fusion.
5. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'échantillon est chauffé à l'étape (b) à une température inférieure à la température de fusion et propre à favoriser les diffusions internes des atomes.
6. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'induction magnétique B et le gradient d'induction magnétique dB/dz sont produits par une bobine (1) et en ce que l'échantillon (3) est contenu dans un récipient cylindrique (2) en un matériau non magnétique qui est placé à l'intérieur de la bobine et dont l'axe coïncide avec l'axe de la bobine.
7. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'induction magnétique B et le gradient

d'induction magnétique dB/dz sont produits par une bobine (11) et en ce que l'échantillon est formé par une zone fondue (16) obtenue en chauffant localement une tranche d'un barreau (13) dont l'axe coïncide avec l'axe de la bobine et qui est déplacé à l'intérieur de la bobine selon la direction verticale pour déplacer la zone fondue le long du barreau.

8. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que l'échantillon est un matériau contenant de l'holmium.
9. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que l'échantillon est constitué d'un alliage fer-carbone.
10. Procédé selon l'une des revendications 6 ou 7, caractérisé en ce que l'échantillon subit en plus de l'induction magnétique et du gradient d'induction magnétique un gradient de température.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen einer magnetischen Probe mit einer magnetischen Suszeptibilität χ , gekennzeichnet durch die folgenden Verfahrensschritte:
 - a) Vorsehen einer vertikalen magnetischen Induktion B, die einen Gradienten der magnetischen Induktion dB/dz aufweist und derart ist, daß die Größe $\chi \times B \times \text{dB/dz}$ ein Vorzeichen aufweist, das dem Vorzeichen des Gewichtes der Probe in einer ausgewählten Bezugsrichtung entgegengesetzt ist, und derart, daß die Magnetkraft $(\chi \times B \times \text{dB/dz})/\mu_0$ (wobei $\mu_0 = 4 \pi \cdot 10^{-7}$ in den SI-Einheitensystem ist) größer als das Gewicht der dieser Kraft ausgesetzten Probe ist, und
 - b) Aufheizen des Materiales auf eine Temperatur nahe seiner Schmelztemperatur zumindest während des Schrittes, in dem die magnetische Induktion angelegt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Probe in dem Feld und dem Feldgradienten in einen Schwebezustand versetzt wird, solange sie im festen Zustand ist, und daß der Schritt b) nach dem Schritt a) liegt.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß dem Schritt b) ein Schritt folgt, in dem die Probe in Gegenwart der magnetischen Induktion B und des Gradienten der magnetischen Induktion dB/dz abgekühlt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Probe in dem Schritt b) auf eine Temperatur aufgeheizt wird, die höher als die Schmelztemperatur liegt.

5

5. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Probe in dem Schritt b) auf eine Temperatur aufgeheizt wird, die unterhalb der Schmelztemperatur liegt und die internen Diffusionen von Atomen begünstigt.

10

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die magnetische Induktion B und der Gradient der magnetischen Induktion dB/dz durch eine Spule (1) erzeugt werden, und daß die Probe (3) in einem zylindrischen Behälter (2) aus einem nichtmagnetischen Material aufgenommen ist, der im Inneren der Spule angeordnet ist und dessen Achse mit der Achse der Spule zusammenfällt.

15

20

7. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die magnetische Induktion B und der Gradient der magnetischen Induktion dB/dz durch eine Spule (11) erzeugt werden, und daß die Probe durch eine geschmolzene Zone (16) gebildet wird, die dadurch erhalten wird, daß ein Abschnitt eines Stabes (13) lokal aufgeheizt wird, dessen Achse mit der Achse der Spule zusammenfällt und der im Inneren der Spule entlang der vertikalen Richtung bewegt wird, um die geschmolzene Zone längs des Stabes zu verschieben.

25

30

8. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Probe ein supraleitendes, Holmium enthaltendes Material ist.

35

9. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Probe eine Eisen-Kohlenstoff-Legierung ist.

40

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Probe außer der magnetischen Induktion und dem Gradienten der magnetischen Induktion noch einem Temperaturgradienten ausgesetzt wird.

45

Claims

50

1. A method for preparing a sample of a magnetic compound having a magnetic susceptibility χ , characterized in that it comprises the following steps:

55

a) providing a vertical magnetic induction B which has a magnetic induction gradient dB/dz and which is such that B.dB/dz has a

sign opposite to the sign of the weight of the sample along a selected reference axis and such that the magnetic force $(\chi \cdot B \cdot dB/dz)/\mu_0$ (where $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ in the international unit system) is higher than the weight of the sample subject to said force, and

b) heating the sample at a temperature close to its melting temperature, at least during the step of applying a magnetic induction.

2. A method according to claim 1, characterized in that the sample is set to a levitation state in the magnetic field and field gradient when it is in the solid state, step (b) following step (a).

3. A method according to claim 2, characterized in that step (b) is followed by a step consisting in cooling said sample in the presence of said magnetic induction B and said magnetic induction gradient dB/dz.

4. A method according to claim 3, characterized in that said sample is heated during step (b) at a temperature higher than the melting temperature.

5. A method according to claim 3, characterized in that said sample is heated during step (b) at a temperature lower than the melting temperature and adapted to enhance the internal diffusions of atoms.

6. A method according to claim 4, characterized in that said magnetic induction B and said magnetic induction gradient dB/dz are provided by a coil (1), said sample (3) being contained in a cylindrical crucible (2) made of a non-magnetic material which is positioned inside said coil, the axis of which corresponds to the coil axis.

7. A method according to claim 4, characterized in that said magnetic induction B and said magnetic induction gradient dB/dz are provided by a coil (11), said sample being formed by a molten zone (16) obtained by locally heating one portion of a magnetic bar (13), the axis of which corresponds to the coil axis and which is moved inside the coil along the vertical direction for displacing the molten zone along the magnetic bar.

8. A method according to claim 6, characterized in that said sample is a superconductor material containing holmium.

9. A method according to claim 6, characterized in that said sample is made of an iron-carbon alloy.

10. A method according to claim 6 or 7, characterized

in that said sample is subject to a temperature gradient in addition to the magnetic induction and magnetic induction gradient.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

7

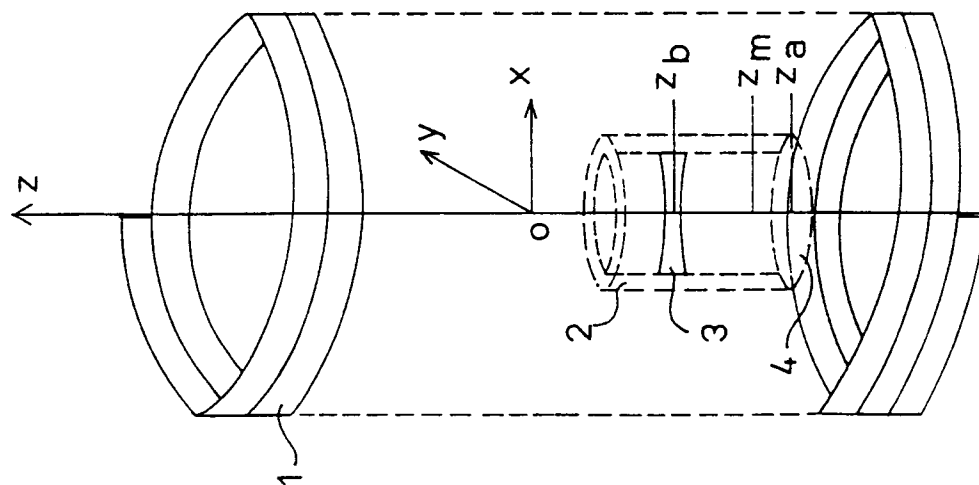


Fig. 1

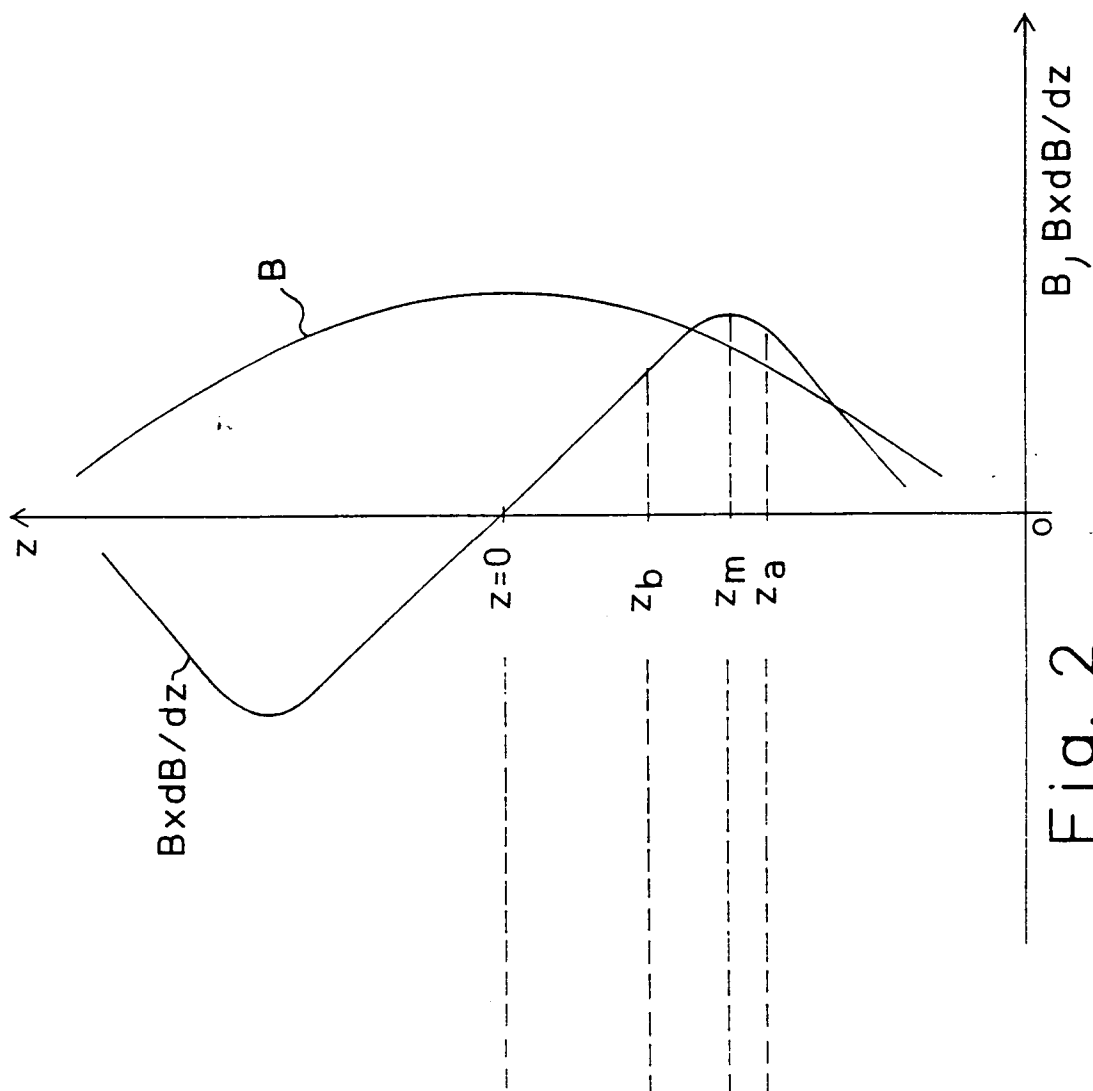


Fig. 2

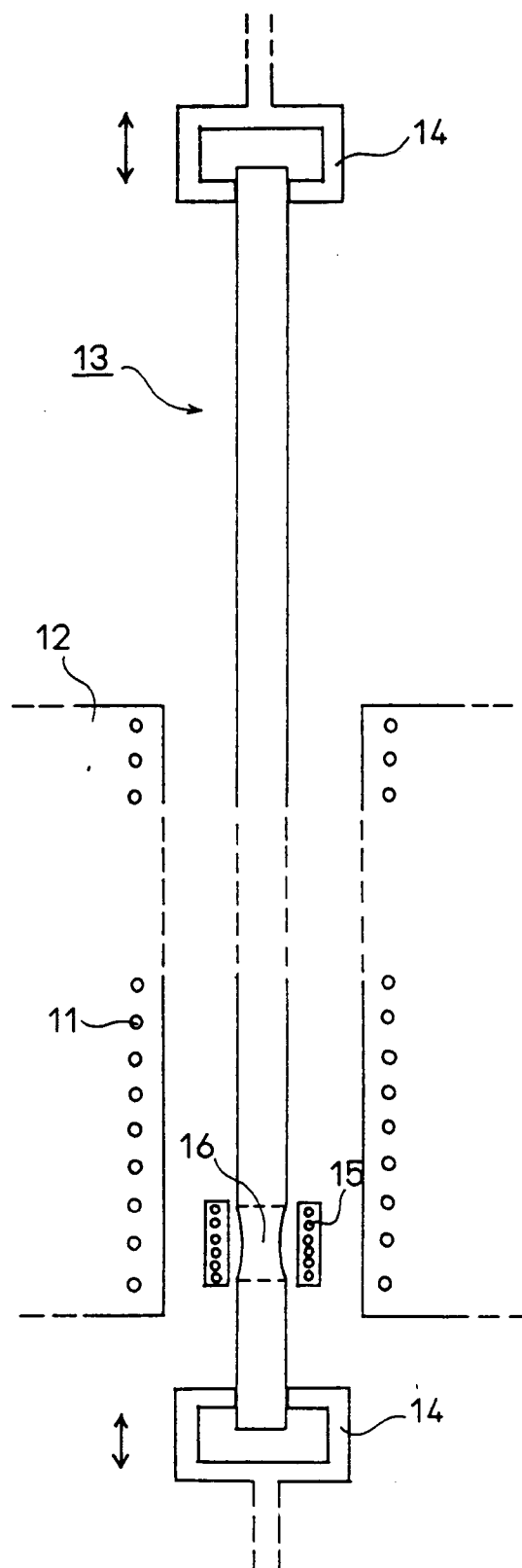


Fig. 3