

Suivez-nous sur :
lemta.univ-lorraine.fr
linkedin.com/company/laboratoire-lemta

Mesure de la distribution de tailles de pores par cryoporométrie RMN

Encadrant(s): Didier STEMMELEN, Didier.Stemmelen@univ-lorraine.fr

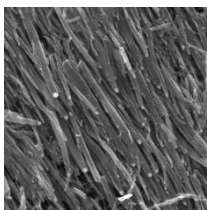
Sébastien LECLERC, Sebastien.Leclerc@univ-lorraine.fr

Domaine : Thermodynamique ; Thermique ; Milieux Poreux ; RMN bas champ.

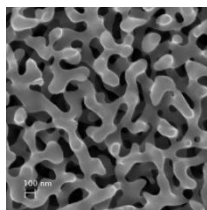
Description

1. Contexte

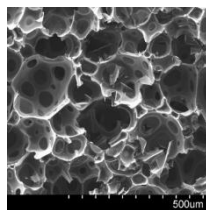
Les matériaux nanoporeux (argiles, silice poreuse, charbons, zéolites, nanotubes de carbone...) sont largement présents dans notre environnement et interviennent dans les domaines de la filtration, du stockage, de la dépollution... Leurs propriétés dépendent étroitement de la géométrie et de la distribution des tailles de pores.



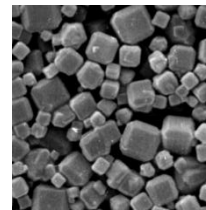
Nanotube de carbone



Verre nanoporeux



Charbon actif



Zéolithe

La taille des pores dans les matériaux micro- ou nanoporeux peut être déterminée par des techniques de microscopie (X- μ CT, MEB, FIB-SEM, imagerie synchrotron) ou par des méthodes plus globales et moins coûteuses, telles que l'intrusion au mercure, l'adsorption de gaz, la relaxation RMN ou encore la cryoporométrie RMN.

La cryoporométrie RMN permet de caractériser les pores de 1 à 100 nm. Elle repose sur la loi de Gibbs-Thomson, selon laquelle la température de fusion d'un liquide diminue lorsqu'il est confiné dans des pores de petite taille. La RMN bas champ, sensible uniquement aux phases liquides, mesure le volume du liquide contenu dans ces pores. En suivant la fonte progressive du liquide lors d'une rampe de température, on détermine la distribution de tailles des nano- pores. Cette distribution peut ensuite être comparée à celle obtenue par relaxation T_2 RMN, qui explore un domaine de tailles plus large (10 nm à 1 mm) à l'aide du même équipement RMN.

2. Travail demandé

L'objectif du stage est de contribuer au développement, au laboratoire, de la méthode de cryoporométrie RMN à l'aide des appareils bas champ disponibles. Elle sera appliquée à des milieux poreux étalons (verre fritté, silicagel, Vycor, nanopoudres...) et à divers fluides (eau, solutions ioniques, cyclohexane, dodécane...). L'étude portera aussi sur les effets de tension interfaciale glace/liquide, déterminants pour l'interprétation des résultats de cryoporométrie.

3. Références

- J.H. Strange, M. Rahman, E.G. Smith; Characterization of porous solids by NMR. *Phys. Rew. Lett.* V.71, n°21 (1993).
- J. Mitchell, J.B. Webber, J.H. Strange; Nuclear magnetic resonance cryoporometry. *Phys. Reports* 461, 1-36 (2008).
- O.V. Petrov, I. Furo ; NMR cryoporometry : principles, applications and potential. *Progress in NMR Spectroscopy* 54, pp. 97-122 (2009).

Écoulements à bulles observés par IRM

Encadrant(s): Didier STEMMELLEN, Didier.Stemmelen@univ-lorraine.fr

Sébastien LECLERC, Sebastien.Leclerc@univ-lorraine.fr

Domaine : Mécanique des fluides ; Écoulements diphasiques ; IRM ; Traitement d'images

Description

1. Contexte

L'imagerie par résonance magnétique nucléaire (IRM) est une technique de visualisation utilisée depuis longtemps dans le domaine médical, et à présent de plus en plus appliquée à l'étude des écoulements de fluides. Au LEMTA, en collaboration avec EDF, des recherches en cours visent à évaluer le potentiel des techniques d'IRM pour caractériser des écoulements à bulles dans des géométries complexes. Nous nous intéressons notamment à des écoulements représentatifs de ceux présents au cœur des réacteurs nucléaires : un écoulement diphasique liquide-gaz, à bulles dispersées, vertical ascendant dans un faisceau de tubes parallèles. L'objectif est de produire des données expérimentales pour valider des codes CFD en diphasique.

2. Travail demandé

L'objectif du stage est de participer aux campagnes de mesures réalisées sur la boucle ROMANE (**R**ésOnance **M**agnétique **N**ucléaire d'**É**coulements diphasiques), qui traverse un spectromètre RMN doté d'un système d'imagerie à haute résolution. La géométrie étudiée correspond à un sous-canal vertical délimité par 4 tubes de dimensions comparables à ceux d'un réacteur nucléaire. Le programme prévoit en particulier de tester un nouvel injecteur capable de générer des trains de bulles. Une première partie importante du travail consistera à traiter les données IRM, assimilables à du traitement d'images, à l'aide des logiciels Matlab ou Python. Viendra ensuite une interprétation des résultats en termes de vitesse, de taux de vide et de taille des bulles.



Photo de la boucle ROMANE traversant un spectromètre RMN

3. Références

- B. Oesterlé ; Écoulements multiphasiques, *Hermes-Science* 219 p. (2006).
- P. T. Callaghan, Principles of Nuclear Magnetic Resonance Microscopy, *Oxford*, 490 pp. (1994).
- L.F. Gladden et al. Dynamic MR imaging of single- and two-phase flows, *Chem. Eng. Res. Design* 84 (2006) 272–281.
- A. Oliveira, D. Stemmelen, S. Leclerc, T. Glantz, A. Labergue, G. Repetto and M. Gradeck, Velocity field and flow redistribution in a ballooned 7x7 fuel bundle measured by magnetic resonance velocimetry, *Nuclear Engineering and Design*, 369, pp.110828 (2020).

Détermination des propriétés de transport de la couche poreuse (PTL) dans les électrolyseurs PEM

Encadrant(s) : **Tien Dung Le**, tien-dung.le@univ-lorraine.fr

Christophe Morlot, christophe.morlot@univ-lorraine.fr

Gaël Maranzana, gael.maranzana@univ-lorraine.fr

Domaine : Électrolyseurs PEM, PTL, tomographie aux rayons X, propriétés de transport

Descriptif

1. Contexte

La technologie d'électrolyse de l'eau à membrane échangeuse de protons (PEMWE) présente un fort potentiel grâce à sa flexibilité et à sa réponse rapide aux variations de charge. Cependant, sa mise en œuvre à grande échelle industrielle se heurte encore à des défis importants, notamment en termes d'efficacité et de durabilité [1]. Certaines limitations sont liées aux phénomènes de transport de masse et de transfert de charge au sein des matériaux poreux. Une alimentation en eau insuffisante de la couche catalytique anodique, souvent causée par une évacuation incomplète de l'oxygène, conduit à des surtensions élevées et à une diminution des performances du dispositif. La couche poreuse de transport (PTL) joue un rôle crucial dans le fonctionnement du PEMWE : elle assure la conduction électronique depuis la couche catalytique, l'alimentation en eau des sites de réaction et l'évacuation de l'oxygène produit. L'efficacité de ces processus de transport au sein de la PTL dépend fortement de ses caractéristiques microstructurales. Par exemple, des PTL présentant des pores de plus grande taille peuvent améliorer le transport de l'eau et des gaz, mais augmenter la résistance électrique. À l'inverse, des pores plus fins réduisent la résistance mais peuvent freiner le transport des fluides [1], [2]. Ainsi, la compréhension de la relation entre la microstructure de la PTL et ses propriétés de transport est essentielle pour optimiser les performances du dispositif et faire progresser la technologie PEMWE.

2. Travail proposé

Ce stage a pour objectif de caractériser plusieurs couches poreuses de transport (PTL) commerciales présentant des microstructures différentes. La tomographie aux rayons X sera utilisée afin d'obtenir des images 3D de ces matériaux poreux. Ces images seront ensuite traitées et segmentées à l'aide du logiciel Avizo afin de distinguer les phases solide et poreuse. À cette étape, les principaux paramètres structuraux, tels que la porosité et la connectivité des PTL, seront déterminés.

Les images 3D segmentées seront ensuite utilisées pour calculer différentes propriétés de transport, notamment le coefficient de diffusion effectif, la perméabilité, la perméabilité relative et la courbe de pression capillaire. Ces simulations seront réalisées à l'aide du logiciel GeoDict. Les résultats obtenus fourniront des informations précieuses sur l'efficacité des transports au sein de ces matériaux poreux.

3. Références

- [1] J. Parra-Restrepo *et al.*, Influence of the porous transport layer properties on the mass and charge transfer in a segmented PEM electrolyzer, *Int. J. Hydrog. Energy*, 45, 8094-8106 (2020).
- [2] B. Amoury *et al.*, Experimental study of gas invasion mechanism in the porous transport layer of a PEM electrolyzer, *Transport in Porous Media*, 152:16 (2025).