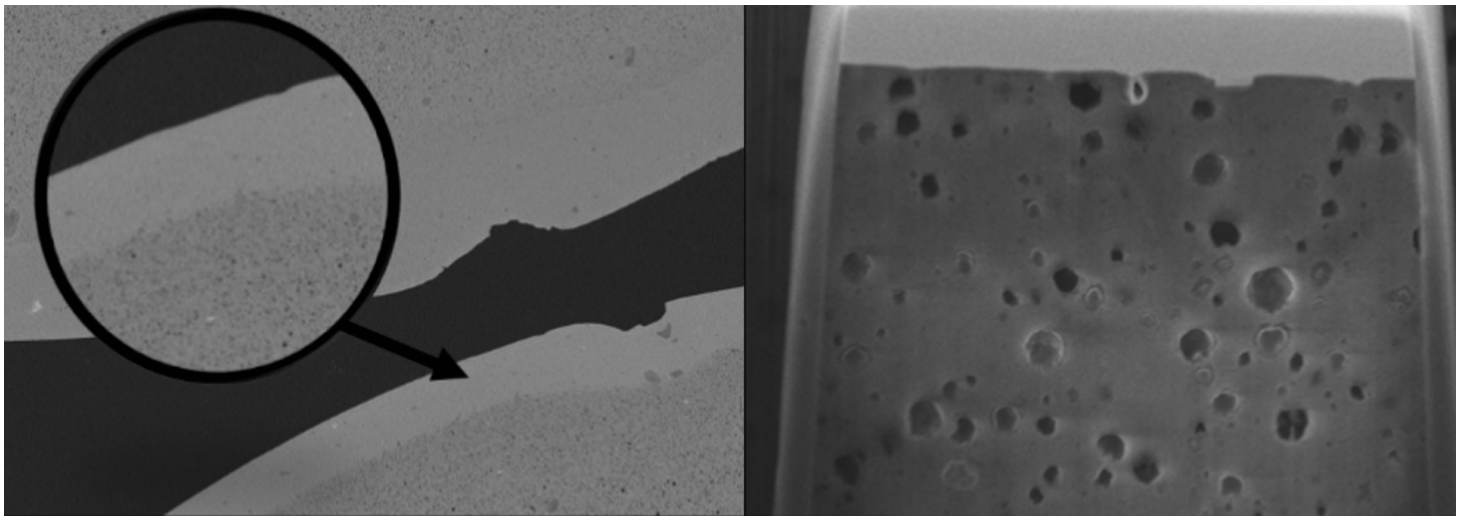


Rédigé le 09 mars 2026 3 minutes de lecture

Actualités

Recherche fondamentale

Analyse structurale et imagerie | Physique du transfert et du transport

Comprendre comment la structure d'un support catalytique détermine ses propriétés de diffusion est crucial pour améliorer l'efficacité globale des procédés catalytiques hétérogènes. Pour relever ce défi, les travaux de thèse de Stefano Collins [1], fruit d'une collaboration entre IFP Energies nouvelles et l'Université de Nottingham, ont mis en œuvre une combinaison inédite de techniques de caractérisation expérimentales de pointe, ce qui a permis d'étudier l'influence de la structure sur le transfert de matière à l'état gazeux à différentes échelles dans les matériaux d'alumine gamma méso/macroporeux.

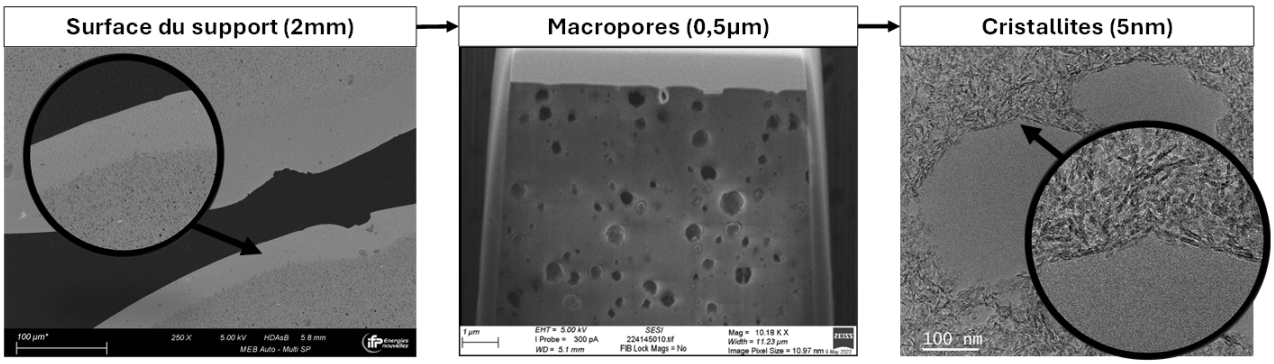
Une conception améliorée des supports de catalyseurs

Parmi les supports catalytiques, l'alumine gamma est très largement utilisée grâce à ses propriétés mécaniques, sa stabilité thermo-chimique, et ses propriétés texturales. Cependant, **sa structure complexe et désordonnée complique sa caractérisation**, notamment en ce qui concerne le transfert de matière, un paramètre clé pour optimiser les performances catalytiques.
Dans les réactions catalytiques hétérogènes[1], **il existe par ailleurs un compromis entre une surface spécifique élevée (favorisée par des pores fins) et une efficacité de diffusion accrue (requérant des pores plus larges)**. L'ajout de macroporosité contrôlée pourrait par conséquent offrir

aux réactifs un accès plus rapide au catalyseur, tout en maintenant une surface mésoporeuse importante.
Les travaux de thèse de Stefano Collins [1] se situent à l'interface de ces deux problématiques. Ils ont évalué l'efficacité d'une macroporosité contrôlée en utilisant des méthodes de caractérisation avancées et des modèles multi-échelles afin d'établir un lien entre les propriétés structurelles et diffusantes des supports en alumine gamma. Ils ont ainsi permis de dépasser les limites des méthodes traditionnelles en développant des outils analytiques innovants, au service d'une conception améliorée des supports de catalyseurs.

Etude expérimentale

L'étude a porté sur des pastilles cylindriques d'alumine gamma, fabriquées avec des taux de porosité variables grâce à l'ajout de porogène[2]. Leur caractérisation structurelle a été réalisée grâce à différentes techniques de microscopie électronique (MEB, MEB-FIB[3] et MET) qui ont révélé **des hétérogénéités d'organisation aux différentes échelles** (figure 1) : 1) à l'échelle de la pastille, la présence d'une couronne dense pouvant limiter l'accès des réactifs au cœur du catalyseur, 2) une taille de macropores hétérogène, 3) une organisation nématique[4] des cristallites d'alumine autour des macropores pouvant potentiellement jouer le rôle de barrière diffusionnelle. En complément, des mesures de tailles de pores ont été réalisées par les techniques usuelles que sont la physisorption d'azote et la porosimétrie au mercure.



Microscopie électronique à balayage | *Microscopie électronique à balayage couplée à une soude ionique focalisée* | *Microscopie électronique en transmission*

Figure 1 : microstructure des échantillons à différentes échelles

Des caractérisations du **transfert de matière à l'état gazeux** ont ensuite été effectuées par la mesure de la diffusion d'hexafluorure de soufre (SF6), suivie par la RMN à gradient de champs pulsé, et par le suivi du transport du xénon hyperpolarisé, par IRM [2]. Cette dernière technique a mis en évidence **des variations importantes dans les taux d'absorption de gaz** à l'échelle 2D des pastilles, démontrant ainsi l'impact des hétérogénéités structurelles observées. Néanmoins, d'après les coefficients de diffusion du SF6, en régime de Knudsen[5], les mésopores dominent le transfert de matière, tandis que les macropores y contribuent peu, même s'ils augmentent la porosité.
Enfin, la cryodiffusomètrie RMN[6] a permis d'étudier **la diffusion de l'eau liquide au sein du volume total de l'échantillon et des sous-ensembles de pores** [3]. Ainsi, une valeur de tortuosité[7]peut être obtenue en divisant la diffusivité intrinsèque de référence de l'eau, à une température donnée, par la diffusivité intrinsèque confinée mesurée. Cette grandeur représente la faculté de molécules d'intérêt à diffuser à travers le réseau poreux et donc permet de quantifier la résistance au transfert de matière. Parmi les modèles théoriques et empiriques appliqués, le modèle de **cluster aléatoire** (Random Cluster Model, RCM) a montré que la tortuosité est inversement proportionnelle à la porosité.

Cependant, des “volumes morts” ou porosités inutiles, ne contribuant pas au transfert de matière, ont été identifiés et quantifiés à l’aide de la porosimétrie au mercure. Cette dernière a révélé des effets d’enclavement du mercure dans des régions mal connectées du réseau poreux. La modification du modèle RCM pour inclure ces volumes morts a permis des prédictions précises de la tortuosité (figure 2).

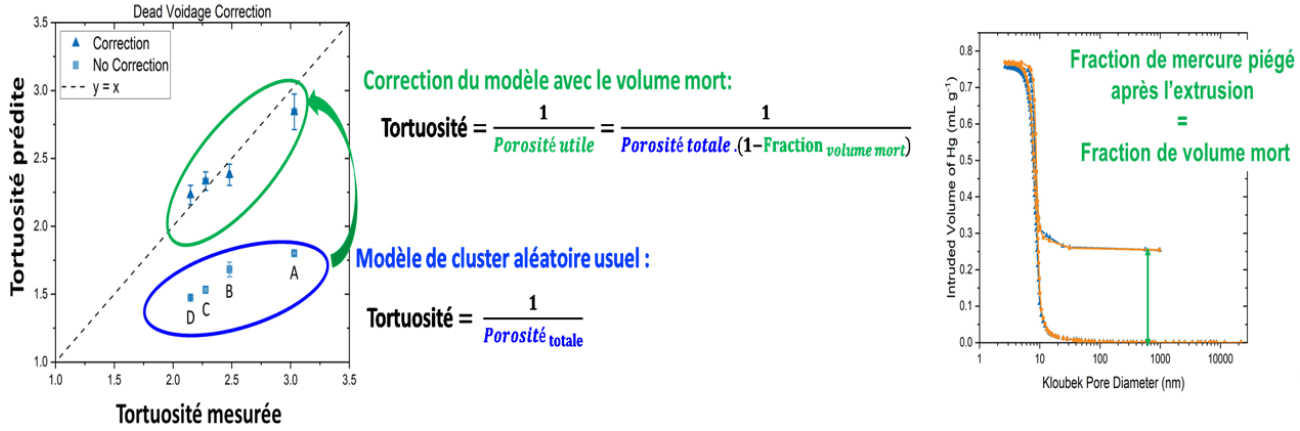


Figure 2 : prédiction de la tortuosité par cryodiffusométrie RMN et porosimétrie au mercure pour 4 supports de catalyseur à quantité de macropores et diamètre de mésopores croissants

En définitive, on a observé que l’introduction d’une macroporosité contrôlée conduit à une amélioration globale du transfert de matière, bien que les macropores créent des zones de faible connectivité et des "volumes morts", ce qui en limite l'efficacité et nécessite une optimisation supplémentaire de la structure du support catalytique.

Une approche multi-technique des matériaux poreux

En résumé, ces travaux de thèse démontrent l’importance d’**une approche multi-techniques pour caractériser les matériaux poreux complexes**. L’identification des volumes morts et leur impact sur la tortuosité souligne la nécessité d’une caractérisation fine de la connectivité des pores. La combinaison de techniques avancées et de cadres théoriques robustes offre des perspectives prometteuses pour la conception de supports catalytiques plus performants, avec des applications directes pour l’industrie, notamment pour le groupe IFPEN. Les avancées réalisées contribuent également à la recherche fondamentale sur les matériaux poreux.

[1] La catalyse hétérogène est une catalyse où la phase du catalyseur diffère de celle des réactifs ou des produits. Généralement, le catalyseur est solide et les réactifs sont gaz- ou liquides.
[2] Le porogène, aussi appelé « template », est introduit sous forme d’émulsion stabilisée par un surfactant puis a est éliminé par calcination, créant ainsi de la porosité et plus spécifiquement des macropores.
[3] Faisceau d’électrons focalisé (Focalized Ion Beam)
[4] Organisation préférentielle des cristallites selon une unique direction
[5] Dans le cas d’un gaz, les molécules sont relativement espacées. Dans ce cas, les collisions avec les parois des pores peuvent être plus fréquentes qu’entre les molécules elles-mêmes. Ce qui provoque une diminution du coefficient de diffusion effectif. On parle de régime de diffusion de Knudsen.
[6] Combinaison de la cryoporométrie et de la RMN à gradient de champs pulsé
[7] La tortuosité donne une représentation de la distance parcourue dans un milieu par la mesure du

temps moyen qu'a mis une molécule à le traverser. Géométriquement, la tortuosité est le rapport entre le chemin moyen parcouru par la molécule à travers le réseau par rapport à la ligne droite.

Références :

[1] S. Collins, ***New insights into the structure-transport relationship of ?-alumina solids through an innovative multi-technique approach***, PhD Thesis, University of Nottingham , 14302628 , 2025

[2] S. Collins, S. Humbert, D. Lofficial, C. Vallee, C. Parmenter, H.E.L. Williams, A. Harrison, M. Filkins, G.E. Pavlovskaya, T. Meersmann, S.P. Rigby, ***Hyperpolarized Xenon-129 MRI, Fluorine-19 PFG NMR, SAXS and electron microscopy studies of the impact on structure and gas phase mass transport of introducing controlled macroporosity into mesoporous, alumina, catalyst support pellets***, Chemical Engineering Science 321B (2026) 122843.
>> DOI = https://doi.org/10.1016/j.ces.2025.122843

[3] S. Collins, D. Lofficial, S. Humbert, T. Chevalier, C. Vallee, H.E.L. Williams, G.E. Pavlovskaya, T. Meersmann, S.P. Rigby, ***NMR Cryodiffusometry Determination of Pore Utility Differentials for Liquid-phase Diffusion within Alumina, Catalyst Support Pellets***, Chemical Engineering Science (2026), 123752
>> DOI = https://doi.org/10.1016/j.ces.2026.123752

Contact scientifique : Dina Lofficial

VOUS SEREZ AUSSI INTÉRESSÉ PAR

VS5 - Fabrication des supports catalytiques : un nouveau paramètre pour contrôler le malaxage des pâtes de boehmite
Spectroscopie et calcul quantique lèvent le voile sur les secrets des supports en alumine
Caractérisation multi-échelles de supports catalytiques : relation structure-transport de matière
09 mars 2026

Lien vers la page web :