

Proposition de sujet de thèse (OR2, AxeMINOS)

Etude expérimentale et modélisation hydro-thermodynamique de réacteurs poly-phasiques à cavitation pour la synthèse des nanoparticules

Directeur de thèse : Jean-Philippe PASSARELLO

Co-Directeur : Mounir BEN AMAR

Pertinence scientifique du projet de recherche doctoral:

L'élaboration de matériaux nano-structurés est réalisée depuis plusieurs années dans notre groupe de recherche à l'aide d'un réacteur rapide (turbulent) à T de mélange. Les récents travaux sur l'eau, ont montré un changement de phases (liquide-vapeur) à partir d'un certain régime d'écoulement. Le phénomène de cavitation devrait affecter sensiblement la morphologie et la distribution de tailles des nanoparticules issues du réacteur. D'un point de vue contrôle de l'élaboration des matériaux, il apparaît donc crucial de maîtriser les paramètres qui gouvernent ce changement de phases.

Les études réalisées jusqu'à présent sur l'eau pure (thèse de Kh. Ouahla, 2015), ont été très récemment étendues, dans le cadre d'un projet PEPS CNRS 2017, à des mélanges binaires. Ils mettent en jeu des milieux triphasiques où une phase solide dispersée apparaît par nucléation, soit dans le liquide soit à l'interface vapeur-liquide (surface des bulles).

A cette occasion un nouveau dispositif expérimental dédié a été monté, permettant d'étudier le comportement thermo-hydrodynamique du mélange binaire dans des conditions très variées. Le dispositif, qui fonctionne en circuit fermé, comporte notamment une pompe permettant de balayer une large gamme de débit (jusqu'à 12 litres / min) correspondant à de larges domaines de régimes hydrodynamique (i.e. nombre de Reynolds) et pouvant opérer à haute pression (jusqu'à 70 bar). L'instrumentation comporte : un débitmètre, une caméra thermique (des effets thermiques importants sont attendus) et une chaîne de mesure SLS / DLS (tailles de particules ou bulles).

Le dispositif expérimental est alors opérationnel ; nous avons pu préparer du solide à fort régime d'écoulement, mais de nombreux points restent encore à étudier et élucider.

De ce fait, il apparaît pertinent d'étudier la compétition entre les deux mécanismes de nucléation cités ci-dessus (en phase liquide et à l'interface liquide-vapeur) et identifier les paramètres influents la gouvernant. Dans cet objectif, la modélisation des phénomènes physiques mis en jeu peut s'avérer déterminante pour l'avancement de l'étude.

Adéquation avec les thématiques/axes du laboratoire :

Depuis plusieurs années, nous travaillons au LSPM sur l'élaboration de matériaux nanostructurés à base de nanoparticules d'oxydes métalliques dans un réacteur rapide à T de mélange. Ces travaux ont permis, durant ces dernières années, des avancées significatives dans l'élaboration de matériaux innovants à base de TiO₂, pour des applications dans les domaines de l'énergétique, l'environnement et la médecine.

Cette thèse, visant à élucider et modéliser les phénomènes mis en jeu en vue de contrôler le fonctionnement du réacteur à T de mélange, s'inscrit donc totalement dans la politique de recherche de l'axe MINOS du LSPM.

L'adéquation du projet au domaine de recherche du ou des directeurs/trices de thèse

Les encadrants ont des compétences complémentaires.

Le domaine de recherche du directeur de thèse J-P. Passarello est celui de la modélisation thermodynamique des équilibres de phases liquide-vapeur-solide se basant sur des modèles de thermodynamique statistique intégrant les interactions entre molécules.

Celui du co-directeur est en lien direct avec l'hydrodynamique / mécanique des fluides tant sur la plan expérimental que de la modélisation.

Calendrier prévisionnel du projet de recherche sur trois ans :

1^{ère} année

- étude bibliographique sur les lois de nucléation et croissance homogènes (dans une phase) et hétérogène (à une interface) de bulles de vapeur et de particules solides dans des conditions hydrodynamiques ; étude bibliographique sur les bilans (énergie, matière,...) et en particulier de populations (distribution en taille de bulles et de particules) à mettre en œuvre dans le cas d'un dispositif cavitant ainsi que des hypothèses faites. Identification des paramètres importants pour le fonctionnement (sursaturation, évolution de la pression, température, tension interfaciale,...)
- premiers essais de modélisation du phénomène de cavitation en solvant pur (par exemple de l'eau): écriture du modèle (hypothèses précisées, bilans effectivement utilisés), résolution numérique (avec Fluent / Comsol... ou par programmation) voire analytique. Obtention d'une distribution de taille de bulle le long du tube de sortie du réacteur en T en fonction des conditions de fonctionnement.
- test de l'installation expérimentale avec son instrumentation, en particulier SLS /DLS
- premières mesures dans différentes conditions hydrodynamiques et confrontation avec le modèle. Retour éventuel sur les hypothèses du modèle.

2^{ème} année

- finalisation du modèle dans le cas d'un solvant pur
- poursuite du travail de modélisation dans le cas d'une solution binaire solvant + soluté, ce dernier étant capable de cristalliser. Adaptation du modèle développé pour le solvant pur en intégrant l'apparition de solide via des lois de nucléation homogène (dans le liquide) et hétérogène (à l'interface des bulles). Résolution du modèle et étude de la compétition entre les deux mécanismes de nucléation du solide.
- définition et réalisation de mesures de nucléation-croissance en milieu binaire pour différents régimes d'écoulements triphasiques (liquide-vapeur-solide) en vue de valider le modèle

3^{ème} année

- Fin de la campagne de mesures
- Finalisation du modèle
- Rédaction de la thèse

Modalité et calendrier de suivi d'avancement des recherches mis en place dans le laboratoire d'accueil:

Au bout de 6 mois, point sur l'avancement bibliographique. Rédaction d'un court rapport.

Au bout d'un an et demi, rédaction d'un rapport de mi-thèse (40 pages environ) et soutenance de 20 min devant un comité constitué de membres de l'axe MINOS

Participation régulière et annuelle aux journées des doctorants organisées par le laboratoire

En outre des réunions régulières (présentation de quelques slides), au moins une fois tous les 2 mois, ont lieu au sein de l'opération de recherche concernée (incluant les directeurs et co-directeur de thèse). Si nécessaire la fréquence est augmentée.

Aussi, des discussions régulières en fin de chaque semaine entre le doctorant et les directeurs, co-directeur.

Moyens matériels

Espace de travail alloué par le laboratoire (bureau + salle de manipulation).

Moyens matériels de l'axe notamment pour les mesures SLS/DLS.

Crédits récurrents alloués à l'opération de recherche (quelques kEuros)

Réserve de crédits restant d'un précédent projet avec IFPEN (environ 16 kEuros)

Support du projet NANOCAV (PEPS 2018) de 15 kEuros

Réponse régulière à des appels à projets

Intégration

Les nouveaux doctorants sont formés dès leur arrivée dans l'axe MINOS aux techniques et à l'utilisation des appareils de mesures soit par des doctorants en deuxième ou troisième année soit par des permanents.

Les nouveaux doctorants sont formés dès leur arrivée dans l'axe MINOS aux techniques et à l'utilisation des appareils de mesures soit par des doctorants en deuxième ou troisième année soit par des permanents.

Comme mentionné ci-dessus, des discussions très régulières avec les directeur et co-directeur permettent de s'assurer aussi de la bonne intégration du doctorant dans l'axe et le laboratoire.

La journée des doctorants (présentation des travaux de recherche), de formations spécifiques (sécurité,...) et de événements organisés par les doctorants viennent compléter le dispositif.

Valorisation

3 publications visées pendant et à l'issue de la thèse.

Participation à des congrès nationaux et internationaux (3 au minimum)

J-P. PASSARELLO