

Ingénieur Bac 2-LEPL1302	Équilibre Electrochimique	Prof. J. Proost
2023 – 2024	Laboratoire : Électrolyse de l'eau	Auteurs : JP, RR, FVW

## Laboratoire :

### Production électrochimique d'hydrogène par électrolyse de l'eau

#### Consignes à lire avant le laboratoire

A la fin de cette séance de laboratoire, vous aurez à présenter une synthèse des résultats obtenus par votre groupe. De ce fait, réalisez les essais prévus dans le plan d'expériences et synthétisez vos résultats en vue de la présentation, selon les consignes données dans la séance d'introduction spécifique à ce sujet.

#### Objectif

Le but de ce laboratoire est d'étudier la production électrochimique d'hydrogène par électrolyse de l'eau. Pour ce faire, vous allez mesurer un dégagement gazeux ( $O_2$  et  $H_2$ ) durant une électrolyse ; et par modification de certains paramètres en déterminer l'impact sur la réaction considérée.

#### Introduction : les électrolyseurs industriels

L'électrolyse de l'eau consiste en une réaction d'oxydo-réduction forcée durant laquelle on décompose de l'eau ( $H_2O$ ) en hydrogène ( $H_2$ ) et oxygène ( $O_2$ ). Si l'alimentation en énergie électrique provient de sources renouvelables comme des cellules photovoltaïques ou encore des éoliennes, l'électrolyse de l'eau permet la production verte d'hydrogène. Cet hydrogène pourra ensuite être utilisé tel quel, par exemple, dans la synthèse chimique de l'ammoniac (synthèse Haber-Bosch), du méthane, ou comme fuel pour produire de la chaleur. L' $H_2$  pourra également alimenter une pile à combustible où il produira de l'électricité en réagissant avec de l' $O_2$ , la réaction inverse de l'électrolyse. Cette électricité peut alimenter des industries, des ménages ou des véhicules. L'hydrogène est donc un vecteur énergétique qui permet de stocker l'énergie électrique.

Les premiers appareils d'électrolyse disposaient d'électrodes mono polaires (c'est-à-dire que chaque anode est connectée au pôle positif et chaque cathode au pôle négatif), les cellules d'électrolyse fonctionnent alors en parallèle. Les systèmes bipolaires, développés par la suite, utilisent des plaques jouant le rôle d'anode d'un côté et de cathode de l'autre, les cellules d'électrolyse fonctionnent alors en série. La grande majorité des systèmes industriels reposent sur la technologie bipolaire, alors que quelques fournisseurs d'électrolyseurs de petite capacité proposent encore des structures monopolaires.

L'électrolyse alcaline est le procédé le plus mature et le moins cher employé en industrie. Les électrolyseurs se présentent en modules de petite ou moyenne capacité (0,5-800  $Nm^3/h$  d'hydrogène), utilisant une solution aqueuse d'hydroxyde de potassium ou potasse dont la concentration varie en fonction de la température (typiquement de 25% en masse à 80°C jusqu'à 40% à 160°C). La potasse est préférée à la soude, essentiellement pour des raisons de conductivité supérieure à niveau de température équivalent et de meilleur contrôle des impuretés chlorures et sulfates. Les modules comprennent généralement : une alimentation électrique, les cellules d'électrolyse, une unité de purification de l'eau, une unité de déshumidification des gaz, une unité de purification de l'hydrogène, un compresseur et un système de contrôle. Certaines technologies

Ingénieur Bac 2-LEPL1302	Équilibre Electrochimique	Prof. J. Proost
2023 – 2024	Laboratoire : Électrolyse de l'eau	Auteurs : JP, RR, FVW

d'électrolyseurs fonctionnent directement sous pression. Les modules de petite capacité opèrent typiquement de 3 à 30 bars.

La Figure 1 montre un exemple d'électrolyseur industriel montrant la cellule d'électrolyse cylindrique en bas à droite. C'est un assemblage bipolaire : les cellules individuelles y sont connectées en série électriquement. Les parties jaunes sont des séparateurs isolant électriquement les cellules individuelles en permettant la circulation de l'électrolyte et des gaz produits. Les cellules sont donc branchées en série électriquement et en parallèle du point de vue des fluides.



Figure 1: Électrolyseur industriel (source: Hydrogenics)

L'électrolyseur montré à la Figure 1 peut produire jusqu'à 15 Nm<sup>3</sup>/h d'hydrogène. Sa consommation électrique est de 4,9 kWh par Nm<sup>3</sup> d'hydrogène produit. Il fonctionne à 10 barg (soit 10 bars en plus de la pression atmosphérique) et l'électrolyte est approximativement à 75°C. Grâce à l'équation de Nernst, il vous est possible d'expliquer l'intérêt de travailler à une température plus élevée que la température ambiante.

Dans ce laboratoire, vous allez étudier une cellule d'électrolyse opérée à pression et température ambiante. La partie théorique vous permettra de revoir les bases nécessaires à la compréhension des phénomènes en jeu dans ces réactions électrochimiques. Certains calculs élémentaires doivent être effectués avant d'entrer dans le laboratoire. Durant la séance, vous étudierez l'influence d'un certain nombre de paramètres sur la cellule. Nous vous invitons à réfléchir à l'importance de ces paramètres sur la réaction afin d'optimiser le design et les conditions expérimentales de votre cellule.

Ingénieur Bac 2-LEPL1302	Équilibre Electrochimique	Prof. J. Proost
2023 – 2024	Laboratoire : Électrolyse de l'eau	Auteurs : JP, RR, FVW

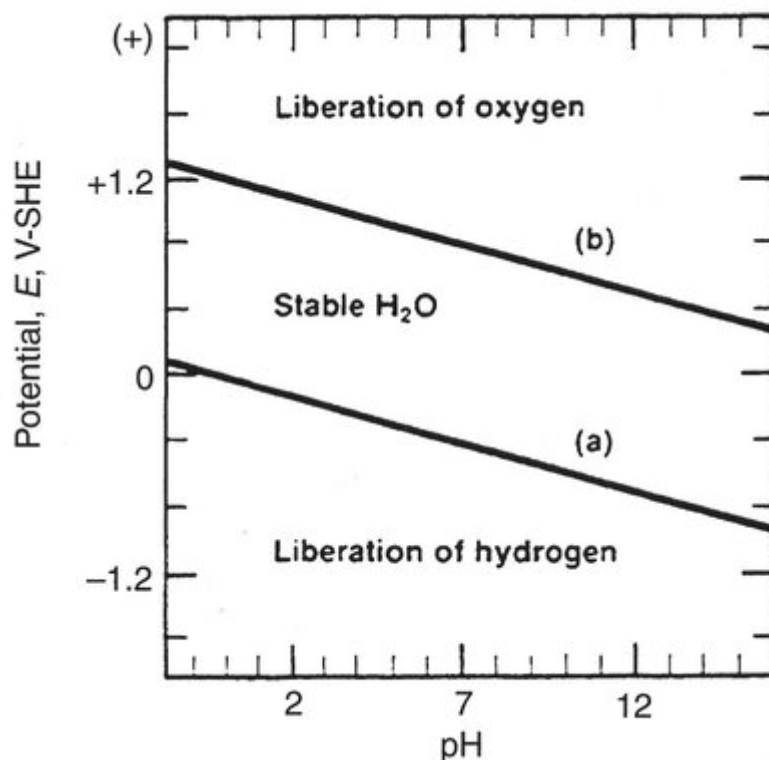
## Préparation du laboratoire à faire avant le laboratoire

Veillez vous rendre sur Moodle dans la section « Documents J.Proost ». Vous y trouverez le test moodle intitulé « Labo – test d'entrée ». Il vous est demandé de réaliser ce test AVANT le laboratoire. Celui-ci vaut pour un quart des points du laboratoire. Vous pouvez réaliser le test autant de fois que vous le désirez, la meilleure note sera retenue. Le graphe ci-dessous et la vidéo dans le dossier « Laboratoire » vous aideront à répondre aux différentes questions.

## Partie théorique

### *Loi de Nernst :*

La loi de Nernst (vue au cours) permet de calculer l'évolution du potentiel d'équilibre de chaque demi-réaction en fonction du pH. Le graphe ci-dessous représente cette évolution pour les deux demi-réactions d'électrolyse de l'eau à 25°C.



Ingénieur Bac 2-LEPL1302	Équilibre Electrochimique	Prof. J. Proost
2023 – 2024	Laboratoire : Électrolyse de l'eau	Auteurs : JP, RR, FVW

### ***Loi de Faraday :***

En fonction des conditions d'électrolyse, il est possible de calculer les vitesses théoriques de production de gaz. Pour cela, on utilise la Loi de Faraday :

$$\dot{n} = \frac{n}{t} = \frac{I}{z \cdot F} \quad (1)$$

Avec :

- $\dot{n}$  : la vitesse de production de gaz (mol/s) ;
- $n$  : la quantité de gaz produit (mol) ;
- $t$  : le temps (s) ;
- $I$  : l'intensité du courant (A) ;
- $z$  : le nombre de mole d'électrons échangés per mole de gaz ;
- $F$  : la constante de Faraday, c'est-à-dire la charge d'une mole d'électrons =  $1,602177 \cdot 10^{-19}$  [C/électron]  $\cdot 6,02214 \cdot 10^{23}$  [électrons/mol] = 96 485,3 C/mol.

### ***Loi des gaz parfaits :***

En introduisant la loi des Gaz Parfaits dans cette relation, on peut calculer la vitesse théorique de production de gaz en ml/s.

### ***Rendement Faradique :***

Durant vos expériences, vous allez mesurer la vitesse de production de gaz à chaque électrode. En divisant cette vitesse par la vitesse théorique, on obtient le rendement Faradique de l'expérience.

### ***Rendement énergétique :***

En mesurant le courant et la tension au cours de votre expérience, vous pourrez calculer l'énergie électrique consommée par votre électrolyseur. Avec le volume de gaz mesuré précédemment, vous pouvez calculer le nombre de moles de gaz produit. Avec l'enthalpie de dissociation de l'eau liquide (285.8 kJ/mol) vous pouvez calculer alors l'énergie nécessaire à la réaction. En divisant l'énergie nécessaire par l'énergie électrique consommée, on obtient le rendement énergétique de la réaction.

Ingénieur Bac 2-LEPL1302	Équilibre Electrochimique	Prof. J. Proost
2023 – 2024	Laboratoire : Électrolyse de l'eau	Auteurs : JP, RR, FVW

## Partie expérimentale

**Lieu des laboratoires :** Bâtiment Lavoisier (entrée étudiants par la rue Lavoisier)



Il s'agit de la seule entrée permise pour les étudiants. Les labos se trouvent au 1<sup>er</sup> étage (prendre les escaliers via la porte rouge). Les labos utilisés sont Lavo C11 (toutes les séances) et Lavo C12 (uniquement le 13/12).

Vous **ne pouvez pas** rentrer dans les labos tant qu'un encadrant n'est pas présent. Si vous arrivez en avance, vous devez donc attendre à l'entrée de ceux-ci.

Des casiers sont disponibles en dehors des labos pour y mettre vos affaires (sacs, manteaux, ...). Ceci dit, nous vous déconseillons fortement d'y mettre des objets précieux.

Ingénieur Bac 2-LEPL1302	Équilibre Electrochimique	Prof. J. Proost
2023 – 2024	Laboratoire : Électrolyse de l'eau	Auteurs : JP, RR, FVW

## Consignes générales de sécurité

### Vêtements :

Il vous est conseillé de ne pas porter de vêtements neufs. Vous allez travailler avec des solutions corrosives (solutions basiques) qui peuvent endommager vos vêtements.

Les solutions utilisées pouvant être dangereuses lors d'un contact avec la peau, vous devez **obligatoirement** porter des chaussures fermées (pas de sandales ou équivalent) ainsi que des vêtements totalement couvrants tels des pantalons longs. Il est **interdit** de porter des bas nylons car ceux-ci sont attaqués par les solutions basiques.

Enfin, les personnes ayant des cheveux longs doivent obligatoirement les attacher de manière à ce qu'ils ne pendent pas.

Toute personne ne respectant pas les consignes vestimentaires se verra refuser l'accès au laboratoire.

### Equipements de protections :

Lors des séances, les équipements de protections suivants seront fournis :

- Tablier de laboratoire.
- Gants.
- 1 paire de lunettes de protection par sous-groupe (uniquement pour la personne qui manipule le KOH).

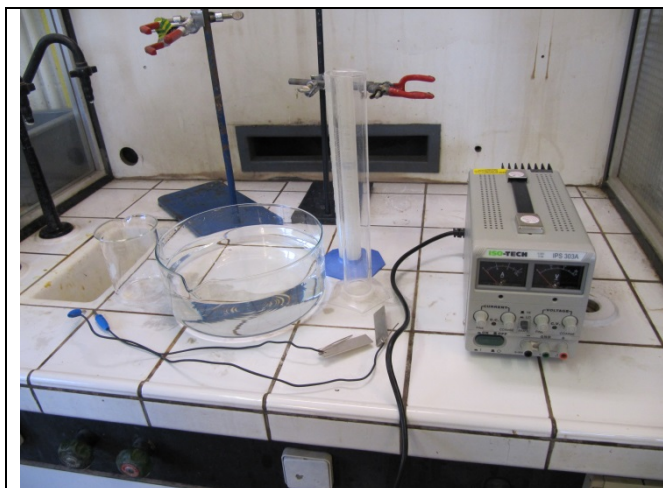
Ces équipements doivent **obligatoirement** être portés pendant toute la durée de la séance.



Ingénieur Bac 2-LEPL1302	Équilibre Electrochimique	Prof. J. Proost
2023 – 2024	Laboratoire : Électrolyse de l'eau	Auteurs : JP, RR, FVW

## Matériel Disponible

### Par groupe



Comme montrés dans la photo adjacente, tous les groupes auront comme matériel disponible :

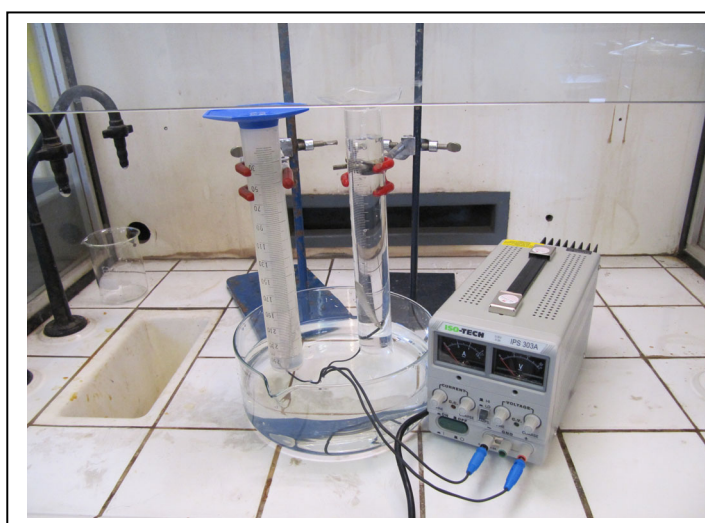
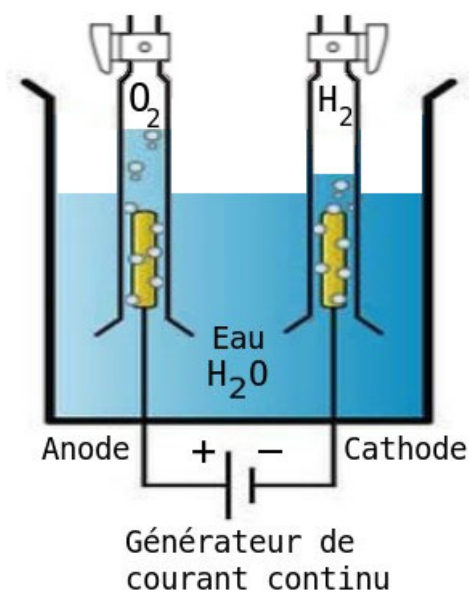
- 1 source de courant.
- 1 cristalliseur de 3500 ml.
- 2 électrodes en nickel reliées par un fil en nickel gainé à un raccord pour la source de courant.
- 2 verres à pied de 250 ml.
- 1 bécher.

### Par table

Chaque table aura à sa disposition 1l de solution de KOH 5M que vous emploierez pour préparer les solutions voulues pour vos essais.

## Montage expérimental

### *Schéma du montage expérimental :*



**Figure 2 : Schéma d'une électrolyse de l'eau**

Ingénieur Bac 2-LEPL1302	Équilibre Electrochimique	Prof. J. Proost
2023 – 2024	Laboratoire : Électrolyse de l'eau	Auteurs : JP, RR, FVW

Le set-up expérimental montré à la Figure 2 sera réalisé sous hotte et devra être vérifié par un encadrant avant que vous ne fassiez les branchements électriques. Ce montage sera utilisé pour suivre, en temps réel, l'évolution des volumes gazeux dégagés aux 2 électrodes.

Il y a 3 étapes clés à réaliser (cfr. vidéo sur Moodle) :

- Remplir les 2 verres à pied avec l'électrolyte. Ceci permettra une lecture aisée du volume de gaz dégagée.
- Insérer les 2 électrodes en Ni dans les 2 verres à pied (manipulation avec les mains immergées dans l'électrolyte).
- Branchement des électrodes à la source de courant ; cathode = arrivée des électrons (électrode négatif) ; anode = départ des électrons (électrode positif).

### Préparation des solutions

Vous allez devoir préparer vos solutions de KOH par dilution à partir d'une solution KOH 5M. Il est nécessaire de préparer un volume de 2,5 litres pour pouvoir réaliser le set-up dans des conditions optimales. Tout se fait à l'eau déminéralisée, disponible dans des bidons mises à disposition.

**ATTENTION** : il ne faut absolument pas voyager dans le laboratoire avec un récipient de KOH ouvert.

Suivant les essais que vous ferez, vous allez devoir préparer des solutions à pH variant entre 13 et 14. Voici un exemple de calcul pour la préparation d'une solution à pH 12.

On veut un pH de 12 c'est-à-dire par définition :  $-\log [H^+] = 12$ , soit  $[H^+] = 10^{-12} \text{ M}$ .

Connaissant le produit ionique de l'eau,  $K_w = 10^{-14}$ , on a  $[OH^-] = 10^{-14}/[H^+]$ .

On a donc besoin de  $[OH^-] = 10^{-2} \text{ M} = [KOH]$  car il s'agit d'une base forte, donc complètement dissociée en milieu aqueux.

Par conservation de masse, le produit de la concentration par le volume reste constant dans une dilution :  $C_m \cdot V_m = C_d \cdot V_d$ . Les index *m* et *d* indiquent respectivement la solution mère initiale et la solution diluée préparée. Donc, pour préparer une solution d'un litre de KOH  $10^{-2} \text{ M}$ , il faut prélever un volume de  $V_m = C_d \cdot V_d / C_m = (10^{-2} \cdot 1) / 5 = 2 \cdot 10^{-3} \text{ l} = 2 \text{ ml}$  de KOH 5 M à mettre dans 998 ml de l'eau (totalisant 1 l). Pour ce faire, verser toujours la solution mère dans de l'eau déminéralisée et pas le contraire, car la dilution est exothermique et l'eau absorbe et disperse bien la chaleur. Dans le cas contraire, les gouttes d'eau peuvent surchauffer, bouillir et éclabousser.

Vous pouvez vérifier votre résultat en faisant le calcul inverse. Si on prélève 2 ml de KOH 5M, on a  $0,002 \cdot 5 = 10^{-2} \text{ mol}$  que l'on met dans un volume total de 1 l, ce qui correspond bien à la concentration de  $10^{-2} \text{ M}$ .



Ingénieur Bac 2-LEPL1302	Équilibre Electrochimique	Prof. J. Proost
2023 – 2024	Laboratoire : Électrolyse de l'eau	Auteurs : JP, RR, FVW

### Mode opératoire

Pour cette séance de laboratoire, vous allez pouvoir étudier, au sein d'un même groupe, les paramètres suivants :

1. La distance entre les électrodes (cm)
2. Le pH
3. Le courant (A)
4. La tension (V)

Pour ce faire, vous devez vous fixer des paramètres de départ, réaliser un premier essai de cette manière puis modifier le paramètre étudié et effectuer l'essai suivant.

Le Tableau ci-dessous représente le plan expérimental pour chaque groupe. Vous formerez des sous-groupes de 2 excepté si vous êtes un nombre impair.

Répartissez-vous les paramètres à étudier par sous-groupe. La troisième colonne du Tableau 1 indique les paramètres qui vont être constants pour toutes les expériences de ce sous-groupe. Les 4 colonnes suivantes indiquent la valeur du paramètre étudié. La dernière colonne indique le graphique spécifique à réaliser par ce sous-groupe. D'un point de vue résultats, vous devez mesurer :

- Le temps
- Les volumes de gaz dégagé ( $O_2$  et  $H_2$ )
- La tension (ou le courant si vous imposez la tension)

Tableau 1 : plan expérimental

Sous-groupe	Paramètre étudié	Paramètres constants*	Valeurs pour le paramètre étudié*				Graphique
1	distance entre électrodes d (cm)	pH = 14, I = 1A	19	15	11	7	$U = f(d)$
2	pH	I = 1A, d = 7cm	13	13,5	14		$U = f(pH)$
3	courant I (A)	pH = 14, d = 7cm	1	0.75	0.5	0.25	$U = f(I)$
4	tension entre électrodes U (V)	pH = 14, d = 7cm	30	20	10	5	$I = f(U)$

\*ces valeurs sont un exemple, vous pouvez choisir des autres valeurs

Une fois que vous avez réparti les paramètres à étudier entre chaque sous-groupe, vous allez réaliser le montage expérimental. Avant de débiter votre premier essai, il est **obligatoire** de faire vérifier votre montage par un assistant.

<b>Ingénieur Bac 2-LEPL1302</b>	<b>Équilibre Electrochimique</b>	<b>Prof. J. Proost</b>
<b>2023 – 2024</b>	<b>Laboratoire : Électrolyse de l'eau</b>	<b>Auteurs : JP, RR, FVW</b>

## Informations pratiques

- 1) Pour pouvoir faire de bons graphes, il vous faut une bonne dizaine de points répartis sur 20-25 minutes.
- 2) Le sous-groupe 1, étudiant l'effet de la distance entre les électrodes, doit commencer avec la distance maximale de 19 cm pour son premier essai. Le courant maximal obtenu dans ce cas, doit être répété pour les autres distances.
- 3) Le sous-groupe 2, étudiant l'effet du pH, doit commencer avec un pH de 13 pour son premier essai. Le courant maximal obtenu dans ce cas, doit être répété pour les autres pHs. Il suffit d'analyser 3 pHs.
- 4) Les sous-groupes étudiant l'effet de la tension ou du courant doivent commencer avec les valeurs maximales de courant et tension pour leur premier essai.

## Trucs et astuces

Pour les sous-groupes 1, 2 et 3, il faut mesurer la tension en fonction du paramètre choisi. Pour ce faire, tournez le bouton du potentiomètre de la tension au max dans le sens horaire. Ensuite, tournez le bouton du potentiomètre du courant jusqu'à la valeur de courant désiré soit atteint. Après, enregistrez la valeur de la tension.

Pour le sous-groupe 4, il faut faire le contraire : tournez le bouton du potentiomètre du courant au max dans le sens horaire et réglez le bouton du potentiomètre de la tension jusqu'à la valeur de tension désirée soit atteint. Ensuite, enregistrez la valeur du courant.

Ingénieur Bac 2-LEPL1302	Équilibre Electrochimique	Prof. J. Proost
2023 – 2024	Laboratoire : Électrolyse de l'eau	Auteurs : JP, RR, FVW

## Résultats

Comme dit précédemment, vous allez présenter vos résultats en fin de laboratoire (à partir de 17h30 environ pour les sessions de l'après-midi et à partir de 12h pour les sessions du matin), donc merci de bien vouloir prévoir 4 portables par groupe pour le faire. Vous devrez donc expliquer vos résultats et en tirer des conclusions.

Résultats attendus (par groupe) :

- 1) Tracez graphiquement (en regroupant toutes les expériences sur le même graphe) l'évolution des volumes des gaz produits en fonction du temps. La pente de cette évolution vous permettra alors de calculer la vitesse de production d' $H_2$  et d' $O_2$ , ainsi que le rendement faradique de chaque expérience, comme vous avez pu le lire dans la partie théorique.
- 2) Représentez graphiquement pour chaque gaz produit et en fonction des 4 paramètres étudiés (pH, courant, etc.) :
  - a. L'évolution de ces vitesses de production
  - b. L'évolution des rendements faradique et énergétique
- 3) Chaque sous-groupe trace également le graphique spécifique lié à l'évolution de son paramètre étudié (par exemple, pour le sous-groupe 1, la tension de cellule en fonction de la distance). Réfléchissez sur les conclusions que vous pouvez en tirer, par exemple en termes de la conductivité de l'électrolyte.