



HAL
open science

Méthodes et dispositifs RMN pour la caractérisation de la croissance de biofilms en milieux poreux

Jean-Christophe Perrin, Feryal Guerroudj, Lama Hamdouna, L Guendouz,
Laurence Mathieu, Nicolas Louvet

► To cite this version:

Jean-Christophe Perrin, Feryal Guerroudj, Lama Hamdouna, L Guendouz, Laurence Mathieu, et al.. Méthodes et dispositifs RMN pour la caractérisation de la croissance de biofilms en milieux poreux. 26eme Congrès Français de Mécanique, Aug 2025, Metz, France. <hal-05296048>

HAL Id: hal-05296048

<https://hal.univ-lorraine.fr/hal-05296048v1>

Submitted on 3 Oct 2025

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons CC BY-NC 4.0 - Attribution - Non-commercial use - International License

Méthodes et dispositifs RMN pour la caractérisation de la croissance de biofilms en milieux poreux

J.-C. PERRIN^a, F. GUERROUDJ^b, L. HAMDOUNA^a, L. GUENDOZ^a, L. MATHIEU^c, N. LOUVET^a

a. Université de Lorraine, CNRS, LEMTA, 54000 Nancy, France

*jean-christophe.perrin@univ-lorraine.fr** ; *lama.hamdouna@univ-lorraine.fr* ;

laoues.guendouz@univ-lorraine.fr ; *nicolas.louvet@univ-lorraine.fr*

b. Department of Chemistry and Chemical Engineering, Chalmers University of Technology, Gothenburg, Sweden *feryal@chalmers.se*

c. Université de Lorraine, CNRS, LCPME, 54000 Nancy, France; and EPHE, PSL Research University, LCPME, 54000 Nancy, France *laurence.mathieu@univ-lorraine.fr*

Résumé :

Les méthodes RMN/IRM sont bien adaptées à l'étude de systèmes complexes tels que les écoulements dans les milieux poreux ou dans les systèmes de faible dimension, à condition de développer une instrumentation spécifique pour améliorer la sensibilité des mesures. Dans cet article, nous développons des dispositifs spécifiques pour étudier les écoulements et les phénomènes de transfert dans ces systèmes complexes, et nous utilisons des méthodes RMN/IRM pour leur caractérisation.

La première application est l'étude de la croissance d'un biofilm dans un capillaire de dimensions submillimétriques, et la caractérisation de l'hydrodynamique de l'écoulement en présence du biofilm. Un dispositif spécifique a été mis en place, comprenant le système milli-fluidique et la bobine de radiofréquence (RF) adaptée à la géométrie et aux dimensions du système. La bobine a été gravée sur un substrat flexible en cuivre/Kapton®. Avec les paramètres géométriques considérés, les mesures IRM démontrent une amélioration du rapport signal/bruit par rapport à la sonde commerciale, ce qui permet une analyse détaillée des phénomènes mentionnés dans le contexte des applications milli-fluidiques.

La deuxième application concerne le suivi temporel du développement d'un biofilm dans un milieu poreux modèle. Le protocole consiste à injecter un milieu nutritif à travers un lit de billes colonisé par des bactéries dans un imageur IRM et à mesurer la distribution spatiale du biofilm formé.

Abstract :

NMR/MRI methods are well suited to the study of complex systems such as flows in porous media or in low-dimensional systems, provided that specific instrumentation is developed to improve measurement sensitivity. In this paper, we develop specific devices to study flows and transfer phenomena in such complex systems, and use NMR/MRI methods for their characterization.

The first application is the study of biofilm growth in a capillary of submillimeter dimensions, and the characterization of flow hydrodynamics in the presence of biofilm. A specific device was set up, comprising the milli-fluidic system and the radiofrequency (RF) coil adapted to the system's geometry

and dimensions. The coil was etched onto a flexible copper/Kapton® substrate. With the geometrical parameters considered, MRI measurements demonstrate an improvement in signal-to-noise ratio compared with the commercial probe, enabling detailed analysis of the above phenomena in the context of milli-fluidic applications.

The second application concerns the temporal monitoring of biofilm development in a model porous medium. The protocol involves injecting a nutrient medium through a bead packed bed colonized by bacteria into an MRI imager and regularly measuring the spatial distribution of the biofilm formed.

Mots clefs : Biofilms, Résonance Magnétique Nucléaire, Imagerie par Résonance Magnétique, milli-fluidique, milieux poreux

1 Introduction

L'étude des écoulements et des transferts se produisant dans les systèmes milli-fluidiques nécessite l'accès à des méthodes analytiques adaptées à la taille et à la géométrie des canaux ainsi qu'aux matériaux utilisés pour leur fabrication. Les méthodes optiques sont classiquement utilisées avec succès pour les études à haute résolution, à condition qu'un chemin optique soit accessible, ce qui n'est pas toujours garanti dans ces systèmes car la géométrie peut être complexe et les matériaux peuvent être opaques à la lumière. En outre, ces méthodes peuvent être invasives (par exemple, l'utilisation de traceurs qui peuvent modifier les propriétés du fluide) ou même destructrices (par exemple, l'utilisation de lasers dans les systèmes biologiques). Les méthodes de résonance magnétique nucléaire (RMN), quant à elles, permettent d'accéder à des milieux opaques et sont capables de fournir une grande quantité d'informations physicochimiques, ainsi que de suivre des phénomènes dans le temps dans le domaine de l'ingénierie des procédés. Par exemple, les méthodes de RMN et d'imagerie par résonance magnétique (IRM) ont été utilisées pour déterminer les propriétés de fluides complexes [1,2] et pour caractériser des phénomènes de transport (par exemple, la dispersion dans les milieux poreux [3,4], la diffusion dans les membranes électrolytiques [5,6], le transfert de chaleur dans les fluides complexes [7,8], l'écoulement de suspensions [9], les écoulements diphasiques dans les milieux poreux [10] ou l'imagerie de l'écoulement dans les canaux microfluidiques [11]). En raison de leur faible sensibilité, les méthodes RMN/IRM peuvent toutefois être limitées par l'utilisation d'instruments commerciaux standard lorsque le volume de l'échantillon est restreint. Les efforts visant à améliorer la sensibilité des mesures reposent sur différentes stratégies, telles que l'augmentation de l'intensité du champ magnétique statique, le développement de bobines supraconductrices ou de cryosondes ou l'utilisation de techniques dites d'hyperpolarisation. Une autre approche consiste à réduire les dimensions de la bobine de radiofréquence (RF) afin de maximiser le facteur de remplissage (approximativement la fraction entre le volume de l'échantillon à l'intérieur de la bobine et le volume sensible de la bobine RF), ce qui conduit à un rapport signal/bruit (SNR) plus élevé du spectre ou de l'image qui en résulte [12-14]. Le développement de bobines RF miniaturisées en combinaison avec des protocoles de mesure optimisés s'est avéré être une approche efficace pour l'analyse d'échantillons de petit volume ; cela a été démontré dans des études de spectroscopie et d'imagerie en chimie [15], en biologie [16], et dans des études de flux dans des dispositifs manipulant des volumes de l'ordre du microlitre [17-19]. La réalisation de ces bobines nécessite un dimensionnement approprié et l'utilisation de techniques de microfabrication spécifiques, notamment la gravure sur des substrats rigides tels que le CuFlon® [20,21] ou sur des substrats flexibles tels que les films de polyimide [22-25].

Les deux applications présentées dans cet article concernent l'écoulement de fluides dans les sous-sols et sont liées à l'énergie géothermique. La première application est l'étude de la croissance d'un biofilm dans un capillaire de dimensions submillimétriques, et la caractérisation de l'hydrodynamique de l'écoulement en présence du biofilm tandis que la seconde concerne le suivi du développement d'un biofilm dans un milieu poreux modèle. Le protocole consiste à injecter un milieu nutritif à travers un lit de billes colonisé par des bactéries et à déterminer des marqueurs RMN afin de déterminer la distribution spatiale du biofilm formé ainsi que son effet sur l'écoulement.

2 Protocole expérimental

Nous avons d'abord mis en place une méthodologie consistant à cultiver un biofilm bactérien dans un tube capillaire de section millimétrique et dans un milieu poreux modèle. Nous détectons ensuite sa présence par une modification du contraste de relaxation IRM et des propriétés hydrodynamiques de l'écoulement.

2.1 Culture du biofilm

Des bactéries *Shewanella oneidensis* sont cultivées dans un milieu nutritif à 31°C. Le nombre de bactéries augmente exponentiellement avec le temps jusqu'à une concentration d'environ 10^9 bactéries/ml. Le conditionnement de la surface du capillaire a été réalisé en faisant circuler la solution nutritive pendant 1h30min avant d'accueillir la culture bactérienne. L'ensemencement du capillaire ($1 \times 1 \times 100$ mm) a été réalisé sous circulation en boucle fermée de la culture bactérienne pendant 4h à température ambiante. Les bactéries retenues sur les parois du capillaire sont alimentées en continu avec le milieu nutritif dilué au dixième à température ambiante. Le débit d'alimentation imposé par la pompe est de 1.2 ml/min (correspondant à une vitesse moyenne d'environ 2 cm/s dans le capillaire).

2.2 Mesures IRM

Dans le cas du capillaire, une sonde de mesure commerciale Bruker MicWB40 est utilisée pour avoir accès à un large champ de vue et pouvoir suivre l'évolution de la croissance au cours du temps (Fig. 2a) tandis que qu'une sonde radiofréquence réalisée sur mesure est utilisée pour mesurer plus finement le champ de vitesse local (Fig. 3a). Les cartes des trois composantes du champ de vitesse dans le capillaire sont d'abord réalisées avec la bobine commerciale MicWB40 en utilisant le protocole Flowmap de la bibliothèque Bruker sous Paravision 5.1. Les cartes axiales sont mesurées avec une résolution de $40 \times 40 \mu\text{m}^2/\text{pixel}$ dans un plan situé près de l'entrée du capillaire (Fig. 2f). Le champ de vitesse est moyenné sur une épaisseur de 1 mm. Les mesures sont effectuées sur un spectromètre RMN Bruker 600 MHz WB.

Dans le cas du milieu poreux, l'instrumentation RMN est commerciale. Le schéma simplifié de la configuration expérimental est donné Fig. 1. Les expériences d'écoulement en milieu poreux sont réalisées dans un bioréacteur à lit fixe, composé d'une colonne en poly(méthacrylate de méthyle) (PMMA) de 3 cm de diamètre interne remplie de billes en polystyrène polydisperses ($400 - 600 \mu\text{m}$ de diamètre, Styrochem). La surface du milieu poreux accessible à la colonisation bactérienne est évaluée à 0.1018 m^2 . Le volume de travail du bioréacteur (colonne et circuit inclus) est de 300 mL. Le

bioréacteur est alimenté au moyen d'une pompe péristaltique (Ismatec). Un capteur de pression différentiel est disposé en amont de la colonne. Les mesures sont effectuées sur un imageur Bruker Biospec 24/40 100 MHz. Quel que soit le protocole utilisé, les images acquises sont axiales (perpendiculaires à la veine de mesure et à l'écoulement). Le champ de vue est de $5\text{cm} \times 5\text{cm}$, avec une matrice de 256×256 points. La largeur de coupe est de 2mm . Les voxels ont donc une dimension de $0.195 \times 0.195 \times 2\text{mm}$.

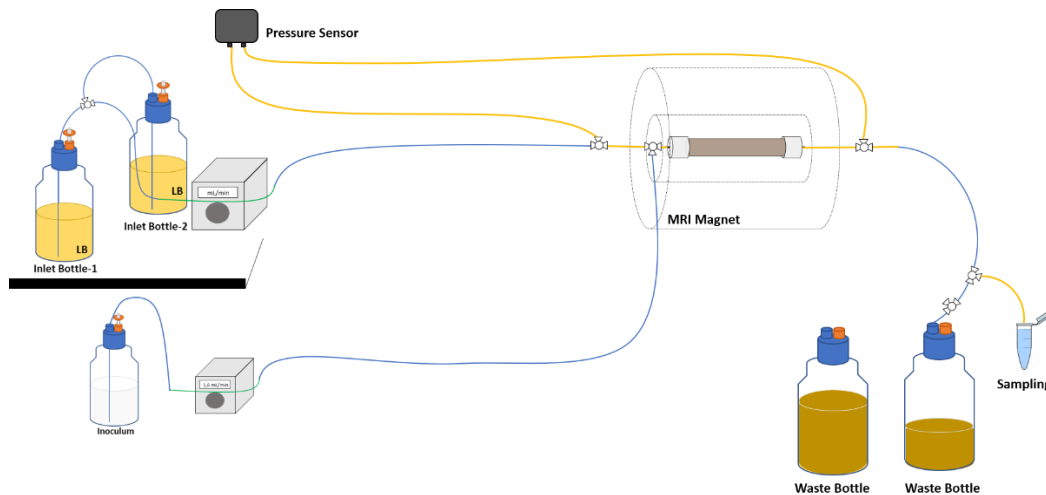


Figure 1. Configuration expérimentale de l'expérience de suivi par IRM de la croissance de biofilm en milieu poreux synthétique.

3 Caractérisation de la croissance du biofilm

3.1 Cas du capillaire

Avant de réaliser les expériences de RMN, des observations ont été faites à l'aide d'un microscope optique. Elles ont montré que le biofilm se forme après environ 24 heures à partir du début de l'alimentation. Les structures observées sont épaisses et distribuées le long du capillaire, principalement sur le premier tiers de l'entrée. Ces structures se développent et occupent la section du capillaire (Fig. 2b). Elles ne sont pas stables ni fixes et se détachent parfois au passage du flux d'alimentation. Il a été observé que le flux d'alimentation a un double rôle : il crée une contrainte qui conduit les bactéries à se coller aux parois et favorise ainsi leur adhésion, mais il contribue ensuite au détachement du biofilm lorsqu'il devient plus épais et réduit la section hydraulique [26,27]. L'écoulement le transporte alors et lui fait coloniser une autre surface en aval. C'est typiquement ce qui est observé sur les cartes de temps de relaxation T_2 (Fig. 2c) où l'on voit des amas de biofilms se former après environ 30 h sur une longueur capillaire d'environ 1.5cm . Certains amas grandissent légèrement avec le temps (t_3) tandis que d'autres disparaissent, emportés par le flux. La présence du biofilm est révélée dans les images par une diminution significative du temps de relaxation transversale, qui passe de $T_2 \sim 150\text{ms}$ pour la solution nutritive à t_0 à une valeur moyenne de $T_2 \sim 100\text{ms}$ pour les protons dans le biofilm (Fig. 2d).

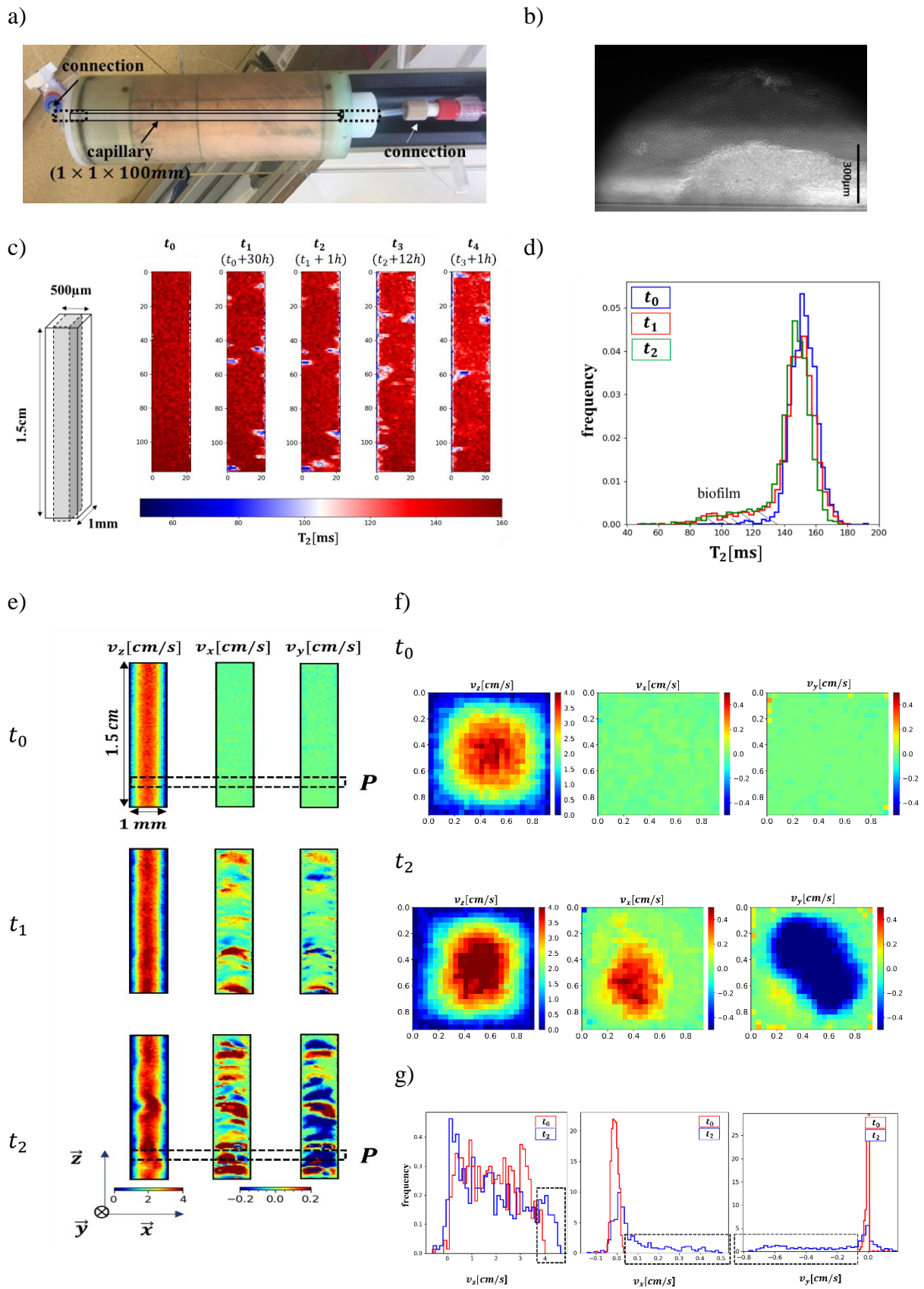


Figure 2 : Suivi de la croissance du biofilm dans un capillaire par microscopie optique (b) et par IRM avec la sonde commerciale (a, c, d, e, f, g). Les axes sont gradués en millimètres.

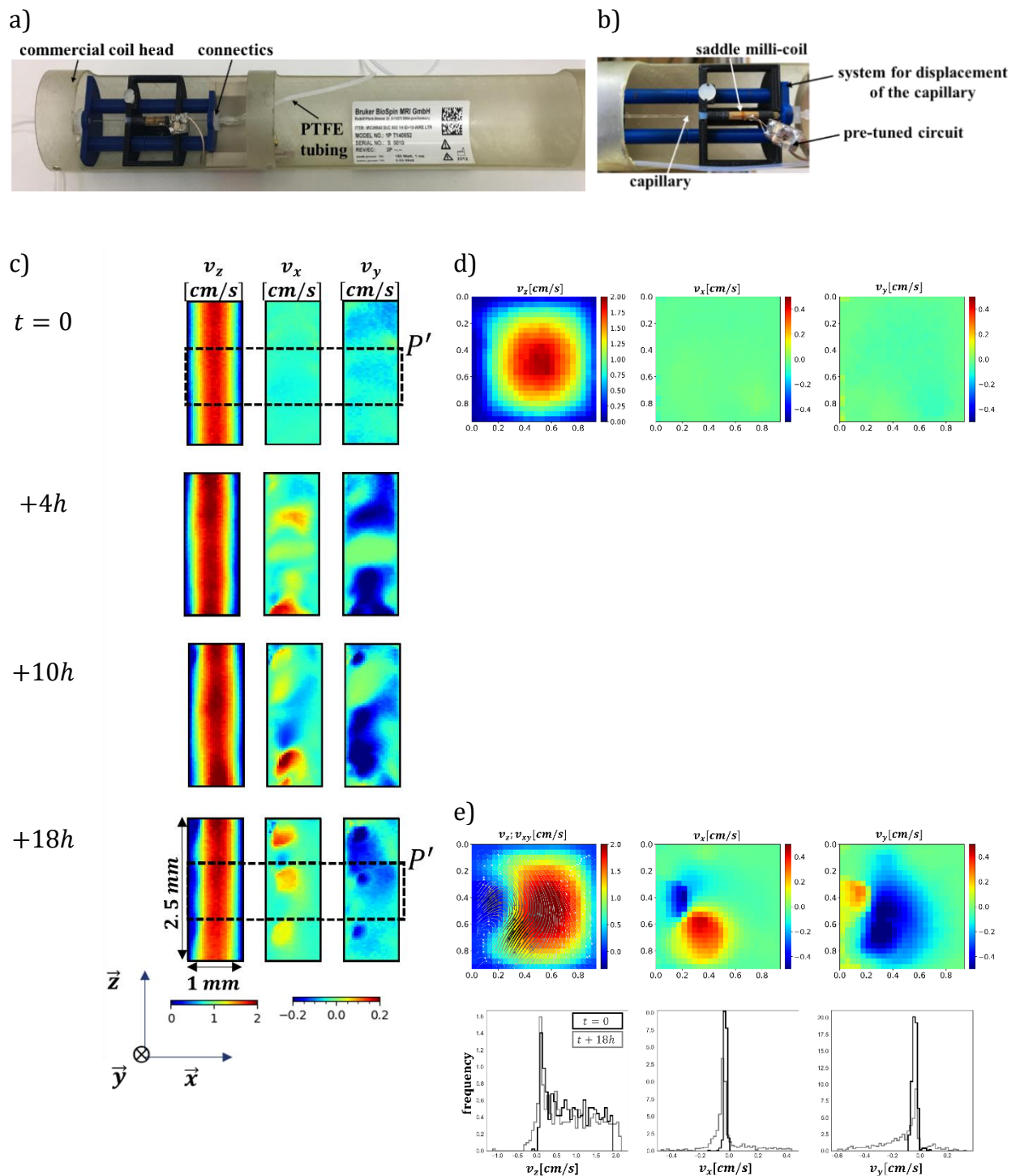


Figure 3 : Visualisation du champ de vitesse local en 3D pendant la croissance du biofilm dans un capillaire à l'aide de la bobine RF millimétrique développée pour l'étude. Les axes sont gradués en millimètres.

3.2 Cas du milieu poreux

Un exemple de mesure de carte IRM mesurées dans le cas du milieu poreux synthétique est donnée Fig. 4. Les mesures ont été réalisées 7 jours après l'inoculation en bactéries et mettent en relief l'effet de la présence d'un biofilm bactérien sur la valeur des temps de relaxation T_1 (Fig. 4b) et T_2 (Fig. 4c) et de la composante axiale de la vitesse de l'écoulement (Fig. 4a). Les temps de relaxation RMN T_1 et T_2 sont

des paramètres caractérisant le retour à l'équilibre de l'aimantation nucléaire après une excitation du système par l'onde radiofréquence produite par la bobine radiofréquence. Leurs valeurs reflètent d'une part la dynamique des porteurs de l'aimantation, c'est-à-dire ici des molécules d'eau, et d'autre part les interactions de ces porteurs avec leur environnement, c'est-à-dire ici les protons des autres molécules d'eau à l'intérieur ou à l'extérieur du biofilm. La diminution de la valeur moyenne des deux temps de relaxation indique un ralentissement de la dynamique moléculaire de l'eau dans la microstructure du biofilm. Le résultat indique que les temps de relaxation peuvent être utilisés comme des paramètres indicatifs de la présence de biofilm dans le milieu poreux. Ils pourront donc, dans nos futures études, être mesurés de façon systématique afin d'obtenir une cartographie 3D complète et résolue en temps de la croissance du biofilm.

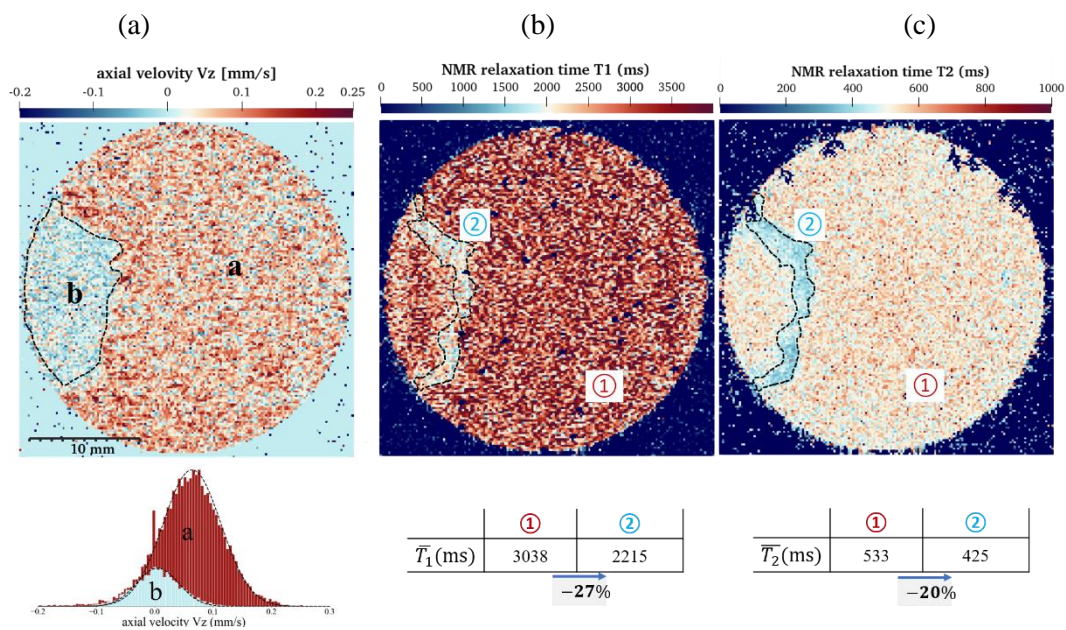


Figure 4. Images IRM axiales enregistrées à la même position à travers un lit de billes de polymère colonisé par des bactéries 7 jours après l'injection de nutriments. (a) champ de vitesse axial mesuré par vélocimétrie IRM. (b) et (c) : cartes de relaxation T_1 et T_2 . Les deux temps de relaxation diminuent de ~ 20 à 25% dans le biofilm.

4 Impact sur l'écoulement

4.1 Cas du capillaire

Au temps t_0 , les cartes de vitesse mesurées indiquent la présence d'une composante axiale v_z correspondant à un écoulement de Poiseuille sur toute la longueur visible du capillaire. Les composantes transversales v_x et v_y présentent toutes deux une distribution étroite centrée sur 0 (Fig. 2g). Au fur et à mesure que le temps de culture augmente, le profil de vitesse devient non uniforme et non symétrique sur la longueur du capillaire, contrairement à l'écoulement purement axial dans le capillaire à l'état initial (Fig. 2e, t_1 et t_2). Dans les zones où le biofilm est présent, la section transversale est réduite, ce qui entraîne des vitesses axiales plus élevées, tandis que des flux secondaires apparaissent dans le plan

transversal (Fig. 2f et encadrés dans la Fig. 2g). Ces flux secondaires modifient localement l'équilibre des forces et l'équilibre entre un régime de mélange dominé par la diffusion et par l'advection.

Le lien entre la présence du biofilm, la taille des amas, sa distribution spatiale d'une part et l'hydrodynamique de l'écoulement d'autre part est donc particulièrement important à étudier afin de mieux comprendre comment un biofilm se développe et comment les agents biocides peuvent interagir avec lui lors d'opérations de remédiation. Il est intéressant de noter, comme l'ont déjà fait Seymour *et al.* [28], que les flux secondaires semblent évoluer périodiquement le long de l'axe du capillaire, avec une périodicité qui semble ici proche de la dimension de la section carrée du tube capillaire (1 mm). Cette périodicité semble également correspondre à la façon dont les amas de biofilm sont distribués le long du capillaire (comparer les Fig. 2c et Fig. 2e à t_2), ce qui tendrait à dire que la façon dont le dépôt se produit pourrait être liée à la taille latérale du capillaire. Cette observation pourrait être importante pour comprendre la croissance des biofilms dans les milieux poreux et devra être étendue à d'autres tailles et géométries de capillaires.

Des mesures locales plus détaillées sont ensuite effectuées à l'aide de la bobine millimétrique fabriquée pour l'étude. Les figures 3a et 3b présentent le dispositif expérimental. Comme la zone d'homogénéité de la bobine est très petite, un système de déplacement a été réalisé afin de déplacer le capillaire le long de son axe dans la bobine. Comme prévu, la qualité des cartes de vitesse est nettement améliorée. Les observations faites précédemment avec le système commercial sont vérifiées. Les flux secondaires, absents à $t = 0$, sont clairement visibles à partir de $t = 10h$ et des structures périodiques sont à nouveau observées ($t = 18h$). L'image axiale de la figure 3e présente une vue détaillée de l'écoulement dans l'une de ces structures. Les composantes v_x et v_y présentent des signes alternatifs, démontrant la présence d'un tourbillon tournant dans le sens inverse des aiguilles d'une montre (voir les flèches noires montrant le vecteur \vec{v}_{xy}). La composante axiale v_z présente également des valeurs négatives, typiques des écoulements à contre-courant.

4.2 Cas du milieu poreux

Les zones (a) et (b) sur la carte de vitesse Fig.4a représentent respectivement des zones de sous-vitesse et de survitesse dues à la présence du biofilm. La distribution des vitesses axiales dans ces zones (voir histogramme) indique clairement un ralentissement lorsque du biofilm se trouve en amont de la coupe considérée. Les cartes de vitesse apportent donc une information supplémentaire sur l'écoulement que ne peuvent donner les cartes de temps de relaxation. La cartographie 3D du champ de vitesse pendant la croissance du biofilm pourra donc être utilisée en complément afin de quantifier l'impact du biofilm sur l'écoulement global. Les données du capteur de pression différentielle serviront quant à elles à faire le lien entre la mesure macroscopique standard et les cartographies à l'échelle centimétrique. La vélocimétrie par IRM sera également utilisée lors des prochaines campagnes de mesure afin de quantifier l'effet de l'injection de biocides dans le milieu poreux.

Conclusion

Les méthodes de résonance magnétique nucléaire sont bien adaptées à l'étude et le suivi de la croissance de biofilms. Lorsque la taille du système est petite (millimétrique), les méthodes standards doivent être adaptées pour augmenter le rapport signal/bruit et améliorer la qualité de la mesure. C'est ce qui a été

fait dans cette étude pour caractériser l'hydrodynamique de l'écoulement dans un capillaire servant de modèle de pore. A l'échelle du milieu poreux (plusieurs centimètres), l'appareillage commercial peut être utilisé afin de mesurer des cartes bidimensionnelles des temps de relaxation RMN, qui fournissent un contraste suffisant pour pouvoir détecter la présence du biofilm. La vélocimétrie par IRM complète alors le tableau, en fournissant une donnée supplémentaire pour faire le lien entre la distribution spatiale du biofilm et l'hydrodynamique de l'écoulement. Cet ensemble de méthodes peut être utilisé pour effectuer des études dans le domaine de la géothermie, où la présence de biofilms dans les sous-sols est préjudiciable sur les installations en raison de phénomènes d'obstruction qui impactent les écoulements.

Références

- [1] Blümich Bernhard 2000 *NMR imaging of materials* (Oxford New York: Clarendon Press Oxford University Press)
- [2] Callaghan P T 1999 Rheo-NMR: nuclear magnetic resonance and the rheology of complex fluids *Rep. Prog. Phys.* **62** 599–670
- [3] Ferrari, M., Moyne, C and Stemmelen, D. 2018, Study of Dispersion in Porous Media by Pulsed Field Gradient NMR: Influence of the Fluid Rheology *Trans. Porous Med.* **123** (1) 101-124
- [4] Seymour J D and Callaghan P T 1997 Generalized approach to NMR analysis of flow and dispersion in porous media *AIChE J.* **43** 2096–111
- [5] El Kaddouri A, Perrin J-C, Colinart T, Moyne C, Leclerc S, Guendouz L and Lottin O 2016 Impact of a Compressive Stress on Water Sorption and Diffusion in Ionomer Membranes for Fuel Cells. A ¹ H NMR Study in Vapor-Equilibrated Nafion *Macromolecules* **49** 7296–307
- [6] Robert M, Kaddouri A E, Perrin J-C, Leclerc S and Lottin O 2018 Towards a NMR-Based Method for Characterizing the Degradation of Nafion XL Membranes for PEMFC *J. Electrochem. Soc.* **165** F3209–16
- [7] Darbouli M, Métivier C, Leclerc S, Nouar C, Bouteera M and Stemmelen D 2016 Natural convection in shear-thinning fluids: Experimental investigations by MRI *International Journal of Heat and Mass Transfer* **95** 742–54
- [8] Leclerc S and Métivier C 2018 MRI temperature and velocity measurements in a fluid layer with heat transfer *Exp Fluids* **59** 34
- [9] Jenny M, Ferrari M, Gaudel N and de Richter S K 2018 Rheology of fiber suspensions using MRI *EPL* **121** 34003
- [10] Fannir J, Leclerc S, Panfilova I and Stemmelen D 2018 Two-Phase Displacement In Porous Media Studied By MRI Techniques *ECMOR XVI - 16th European Conference on the Mathematics of Oil Recovery* ECMOR XVI - 16th European Conference on the Mathematics of Oil Recovery (Barcelona, Spain)
- [11] Harel E and Pines A 2008 Spectrally resolved flow imaging of fluids inside a microfluidic chip with ultrahigh time resolution *Journal of Magnetic Resonance* **193** 199–206
- [12] Hoult D I and Richards R E 2011 The signal-to-noise ratio of the nuclear magnetic resonance experiment *Journal of Magnetic Resonance* **213** 329–43
- [13] Webb A G 2008 Microcoil nuclear magnetic resonance spectroscopy *NMR Spectroscopy in Pharmaceutical Analysis* (Department of Bioengineering, Director Huck Institute Magnetic Resonance Centre, Penn State University, University Park, PA, USA) p 48
- [14] Webb A G 2013 Radiofrequency microcoils for magnetic resonance imaging and spectroscopy *Journal of Magnetic Resonance* **229** 55–66
- [15] Shoolery J N 1995 The development of experimental and analytical high resolution NMR *Progress in Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy* **28** 37–52

- [16] Wiseman R W, Moerland T S and Kushmerick M J 1993 Biological applications for small solenoids: NMR spectroscopy of microliter volumes at high fields *NMR Biomed.* **6** 153–6
- [17] Massin C, Vincent F, Homisy A, Ehrmann K, Boero G, Besse P-A, Daridon A, Verpoorte E, de Rooij N F and Popovic R S 2003 Planar microcoil-based microfluidic NMR probes *Journal of Magnetic Resonance* **164** 242–55
- [18] McDonnell E E, Han S, Hilty C, Pierce K L and Pines A NMR Analysis on Microfluidic Devices by Remote Detection *Anal. Chem.* 2005, *77*, 8109-8114
- [19] Olson D L, Peck T L, Webb A G, Magin R L and Sweedler J V 1995 High-Resolution Microcoil ¹ H-NMR for Mass-Limited, Nanoliter-Volume Samples *Science* **270** 1967–70
- [20] Klein M, Perrin J-C, Leclerc S, Guendouz L, Dillet J and Lottin O 2013 Anisotropy of Water Self-Diffusion in a Nafion Membrane under Traction *Macromolecules* **46** 9259–69
- [21] Perrin J-C, Waldner C, Bossu J, Chatterjee A and Hirn U 2022 Real time monitoring of the through thickness moisture profile of thin sheets using NMR *Chemical Engineering Science* **251** 117464
- [22] Dechow J, Forchel A, Lanz T and Haase A 2000 Fabrication of NMR — Microsensors for nanoliter sample volumes *Microelectronic Engineering* **53** 517–9
- [23] Meier R C, Höfflin J, Badilita V, Wallrabe U and Korvink J G 2014 Microfluidic integration of wirebonded microcoils for on-chip applications in nuclear magnetic resonance *J. Micromech. Microeng.* **24** 045021
- [24] Murphree D, Cahn S B, Rahmlow D and DeMille D 2007 An easily constructed, tuning free, ultra-broadband probe for NMR *Journal of Magnetic Resonance* **188** 160–7
- [25] Woytasik M, Grandchamp J-P, Dufour-Gergam E, Gilles J-P, Megherbi S, Martincic E, Mathias H and Crozat P 2006 Two- and three-dimensional microcoil fabrication process for three-axis magnetic sensors on flexible substrates *Sensors and Actuators A: Physical* **132** 2–7
- [26] Thormann K M, Saville R M, Shukla S, Pelletier D A and Spormann A M 2004 Initial Phases of Biofilm Formation in *Shewanella oneidensis* MR-1 *J Bacteriol* **186** 8096–104
- [27] Thormann K M, Saville R M, Shukla S and Spormann A M 2005 Induction of Rapid Detachment in *Shewanella oneidensis* MR-1 Biofilms *J Bacteriol* **187** 1014–21
- [28] Seymour J D, Gage J P, Codd S L and Gerlach R 2004 Anomalous Fluid Transport in Porous Media Induced by Biofilm Growth *Phys. Rev. Lett.* **93** 198103