



**COmité de DEveloppement du
GEnie des Procédés en Rhône-Alpes Auvergne**

Siège : LGP2 / Grenoble INP-Pagora
461, rue de la Papeterie – CS 10065
38402 Saint-Martin-d'Hères Cedex

Tél : 33 (0)4 76 82 69 00

Fax : 33 (0)4 76 82 69 33

Association régie par la loi de 1901

E-mail : asso.codegepra@grenoble-inp.fr

Site web: <http://pagora.grenoble-inp.fr/codegepra/>



- Section Sud-Est

Journée scientifique

CODEGEPRAs - SFGP Sud-Est

**Le Génie des Procédés en Auvergne-Rhône-Alpes et
Provence-Alpes-Côte d'Azur**

Jeudi 21 Novembre 2019

INSA Lyon / DEEP – UCB Lyon 1 / LAGEPP

Villeurbanne

Cette journée a été organisée et soutenue financièrement par :



Université Claude Bernard



Lyon 1



Avant Propos / Remerciements

Après Grenoble (2003, 2010, 2016), Saint Etienne (2005, SFGP 2007, 2012, 2018), Chambéry (2006, 2011, 2017), Lyon (2009, SFGP 2013, 2014) et Clermont Ferrand (2015), la journée scientifique annuelle du CODEGEPRA célèbre cette année le 10^{ème} anniversaire de l'association créée en tant que telle. Quoi de mieux donc d'élargir notre journée à la communauté « Génie des Procédés » de la Région PACA pour couvrir ainsi la grande Région Sud-Est de la SFGP définie dans le Livre Blanc - Le Génie des Procédés en France - 2017. Le campus de la Doua à Villeurbanne, lieu assez central, nous accueille donc. Plus précisément, l'INSA de Lyon et le laboratoire DEEP ainsi que l'Université Claude Bernard Lyon 1 et le laboratoire LAGEPP sont nos hôtes. Ainsi, les deux conférences plénières aborderont chacune un thème de recherche important pour chaque laboratoire précité, à savoir respectivement, la « Modélisation dynamique du traitement biologique des effluents liquides » par Mme Ahlem FILALI (Research scientist, Irstea-INRAE – UR PROSE) et « La lyophilisation dans l'industrie pharmaceutique » par M. Sébastien TRICHOT (Expert équipement de formulation, remplissage et conditionnement, Sanofi Pasteur). Trois sessions de "short" communications orales présentant les travaux des doctorants et post doctorants dans toutes les thématiques d'application du Génie des Procédés encadreront la séance posters illustrant ces communications et permettant de poursuivre les échanges de façon conviviale autour d'un buffet. Le prix de thèse 2019 (thèses soutenues en 2018) sera remis à Saheb MAGHSOODLOO BABAKHANI pour son travail portant sur « Cristallisation à l'équilibre et hors équilibre d'hydrates mixtes de gaz : Mesures PVTx et modélisation thermodynamique » et réalisé au Centre SPIN - MINES Saint-Etienne. L'assemblée générale de l'association et la remise des prix communication/poster viendront compléter cette journée qui, avec plus de 60 inscrits et 26 communications, se présente donc une fois encore sous les meilleurs auspices avec cependant un petit regret lié au manque de participation de nos collègues PACA... partie remise à l'évidence. Je tiens donc à remercier l'ensemble des participants car ils sont les acteurs de cette journée. J'adresse un remerciement plus particulier aux chercheurs et enseignants-chercheurs permanents présents d'avoir, dans nos agendas très contraints, pris le temps de venir et sollicité leurs doctorants. Un grand merci également à notre conférencière et notre conférencier plénières pour leur temps et leurs contributions à cette journée. Mes remerciements chaleureux vont à nos soutiens et sponsors : tout particulièrement l'INSA de Lyon et le laboratoire DEEP pour l'accueil dans leurs locaux et leur participation financière au buffet ainsi que le LAGEPP pour l'organisation.

**Marc Arousseau
Président du CODEGEPRA**

Sommaire

Programme.....	1
Résumés des conférences plénières.....	3
Liste et résumés des « short » communications orales / posters.....	9
Résumé de la thèse de, prix de thèse CODEGEPRA 2019.....	39

Programme

9h30 Accueil

10h00 1^{ère} Conférence plénière

Sébastien Trichot (Sanofi Pasteur)

Lyophilisation dans l'industrie pharmaceutique

10h30 Communications orales (doctorants et post-doctorants)

11h00 Pause café – posters

11h15 Communications orales (doctorants et post-doctorants)

12h30 Buffet et séance posters

14h00 2^{ème} Conférence plénière

Ahlem Filali (Irstea – UR PROSE)

Modélisation dynamique du traitement biologique des effluents liquides

14h30 Communications orales (doctorants et post-doctorants)

15h15 Remise du prix de thèse 2019 à Saheb Maghsoodloo (centre SPIN)

15h45 Pause café – posters

16h00 AG du CODEGEPRA

16h30 Remise des prix poster/communication orale

16h45 Fin de la journée

Résumés des conférences plénières

"La lyophilisation dans l'industrie pharmaceutique"

Sébastien TRICHOT

Expert équipement de formulation, remplissage et conditionnement

Sanofi Pasteur

"Modélisation dynamique du traitement biologique des effluents liquides"

Ahlem FILALI

Research scientist

Irstea-INRAE – UR PROSE

La lyophilisation dans l'industrie pharmaceutique

Sébastien TRICHOT

Sanofi Pasteur

CAMPUS MERIEUX – 1541 Avenue Marcel Mérieux - 69280 MARCY L'ETOILE – France

Résumé

Les principes de la lyophilisation

Le produit à lyophiliser doit être totalement congelé et à basse pression pour permettre la sublimation. Lors de la lyophilisation, le produit va dégager une certaine quantité de vapeur d'eau. Il faut piéger cette vapeur sur un condenseur froid. La température du produit doit toujours être supérieure à celle du piège froid (ou condenseur) pour garder un sens de migration de la vapeur "produit" vers le piège. La tension de vapeur est inversement proportionnelle à la température. Pour que la sublimation se fasse correctement, il faut donc avoir un maximum d'écart de température (donc de tension de vapeur) entre le produit et le condenseur. Le maintien permanent du déséquilibre de tension de vapeur d'eau entre le produit et le piège, dans le sens produit/piège, impose un apport de chaleur.

L'apport de chaleur peut se faire par l'air ambiant, lors de lyophilisation sur manifold, ou par des plateaux chauffants, lors de travail en enceinte sous vide.

Un procédé, utilisé dans l'industrie, consiste à maîtriser le niveau de vide dans les enceintes pour conserver un minimum d'air servant alors à améliorer la conduction thermique entre les surfaces chaudes et les surfaces de contenant du produit à lyophiliser.

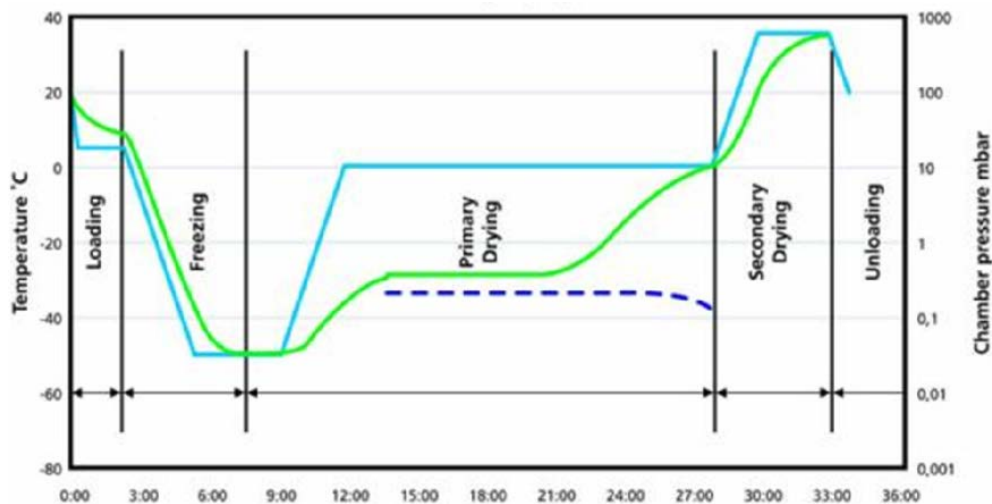


Figure 1. Courbe type d'un cycle de lyophilisation

La lyophilisation dans l'industrie pharmaceutique

Dans l'industrie pharmaceutique le procédé de lyophilisation s'inscrit dans un processus plus global de remplissage aseptique, de chargement du lyophilisateur et de déchargement. Toutes ces opérations doivent être faites de façon aseptique.

De plus un certain nombre de sous-process de nettoyage en place, stérilisation, tests de performances doivent être réalisés entre chaque lot afin de maîtriser le risque de contamination et aseptique du procédé de lyophilisation.

Les limitations de ce procédé qui sont le risque aseptique, les hétérogénéités de traitement entre flacons, un procédé très énergivore conduisent les industriels à développer des procédés de lyophilisation en continu. De nombreux prototypes sont actuellement en cours de mise au point.

Références

A3P Lyophilisation – 4 juillet 2019 – présentation IMA Life

Modélisation dynamique du traitement biologique des effluents liquides

FILALI Ahlem^a, GILLOT Sylvie^b

^a Irstea, UR PROSE

1 rue Pierre-Gilles de Gennes - CS10030 - 92 761 Antony Cedex

^b Irstea, UR REVERSAAL

5 rue de la Doua - CS 20244 - 69625 Villeurbanne Cedex

Résumé

Les enjeux de l'assainissement vont au-delà de la seule épuration des eaux usées. Parmi les défis que doivent relever les stations d'épuration figurent : l'optimisation des consommations, le recyclage des ressources qu'elles contiennent (énergie, matières), la réduction des impacts environnementaux et la maîtrise des coûts. Dans ce contexte, les modèles mathématiques du fonctionnement des stations sont apparus comme un outil de choix pour l'aide à la conception et à la gestion des stations ainsi qu'à la formation du personnel et à la recherche.

La représentation mathématique du fonctionnement des installations de traitement des eaux nécessite plusieurs modèles, parmi lesquels : un modèle d'écoulements ; des modèles représentant les phénomènes physico-chimiques (précipitation-dissolution, décantation, filtration, adsorption ...), un modèle biocinétique représentant les phénomènes biologiques ; un modèle de fractionnement de la matière organique en classe de biodégradabilité, permettant de convertir les analyses réalisées sur l'eau usée en variables d'état utilisées dans les modèles; et un modèle de transfert gaz-liquide (aération, émissions de gaz, ...).

Cette présentation vise à montrer des exemples de travaux réalisés à l'aide d'approches de modélisation et à illustrer l'apport de ces outils dans le développement de connaissances et leur implication opérationnelle. Les challenges actuels sont également abordés.

Liste des « short » communications orales / posters

- P1.** "Valorisation d'une biomasse lignocellulosique locale : production d'éthanol de seconde génération", **ABDOU ALIO M. et al.**, Université Clermont Auvergne – Institut Pascal et University of Bacau (Roumanie), Faculty of engineering – Chemical and Food engineering Department
- P2.** "Caractérisation de l'activité sonochimique d'un réacteur haute fréquence en présence de billes de verre ", **BARCHOUCI A. et al.**, Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP - LRP et Univ. Grenoble Alpes, CNRS – CERMAV
- P3.** "Réacteur à Lit Compressible basé sur un support catalytique structuré élastomère pour la production d'hydrogène propre et pur", **BIRBA L. et al.**, Univ. Lyon, CNRS, CPE Lyon, UCB Lyon 1 – LAGEPP et Univ. Lyon, CNRS, CPE Lyon, UCB Lyon 1 – LGPC
- P4.** "Prediction of transfer performances in trickle bed reactors using CFD simulations", **BOURAS H. et al.**, IFP Energies Nouvelles – Site de Lyon et Univ Lyon, UCB Lyon 1, CPE Lyon, CNRS – LGPC
- P5.** "Valorisation de déchets agricoles et prétraitements avant méthanisation", **COARITA FERNANDEZ H. et al.**, Université de Lyon, INSA Lyon – DEEP
- P6.** "Etude expérimentale de l'extraction multiphasique (MPE) à l'échelle pilote de laboratoire", **LAAFAR A. et al.**, Univ Lyon, INSA Lyon – DEEP et Univ Lyon, ENISE Saint-Etienne – LTDS
- P7.** "Flottation réactive à l'ozone appliquée au désencrage de papiers de bureau : étude sur un modèle à base de fibres cellulosiques vierges", **GHORBEL A. et al.**, Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP – LGP2
- P8.** "Analyse du mélange dans les conditions opératoires de « fermentation sombre » pour des fluides newtoniens et non-newtoniens", **DANICAN A. et al.**, Université Clermont Auvergne, CNRS, SIGMA Clermont – Institut Pascal
- P9.** "Modélisation du transfert de chaleur dans une mousse à cellules ouvertes décrite par des graphes associés aux phases solide et fluide", **LOUATI H. et al.**, Univ. Lyon, UCB Lyon1, CNRS – LAGEPP et Technical University of Munich (Germany), Department of Mechanical Engineering – Chair of Automatic Control et Univ. Lyon, CNRS, CPE Lyon, UCBL – LGPC et Université de Aix-Marseille, CNRS – IUSTI
- P10.** "Étude expérimentale de la formation d'hydrate de gaz dans un système gaz-eau-huile", **ALMEIDA V., NAUKANOVA M. et al.**, EMSE – Centre SPIN et TOTAL S.A. – CSTJF (Pau)
- P11.** "Ultrafiltration de suspensions de NanoCristaux de Cellulose assistée par ultrasons", **CHALLAMEL M. et al.**, Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP – LRP et Univ. Grenoble-Alpes, Grenoble INP, CNRS – LEGI et Univ Lyon, Ens de Lyon, Univ Claude Bernard, CNRS – LP et ESRF (Grenoble)
- P12.** "Élaboration de billes de carbone activé à partir de chitosane pour le traitement du formaldéhyde", **GUY F et al.**, Université Savoie Mont-Blanc – LCME et Université Savoie Mont-Blanc, CNRS – LOCIE
- P13.** "Développement d'un modèle pour la gazéification de grignons d'olive", **RUIZ J. et al.**, Univ Lyon, CNRS, INSA-Lyon, Université Lyon 1 – CETHIL et Univ Lyon, INSA-Lyon – DEEP et PROVADEMSE (Villeurbanne)

- P14.** "Utilisation de la spectroscopie Raman pour caractériser et modéliser les propriétés physicochimiques de solutions aqueuses contenant des carbohydrates et polyols", **DUMOUILLA V. et al.**, ROQUETTE FRERES (Lestrem, France) et Université Clermont Auvergne, CNRS, Sigma Clermont – Institut Pascal
- P15.** "Réactivité des poudres de Ti-6Al-4V dans différents environnements gazeux à haute température pour des applications dans les procédés de fabrication additive", **SIBLANI M. M. et al.**, Mines Saint-Etienne, Univ Lyon, CNRS – LGF / Centre SPIN
- P16.** "Récupérer les ressources de l'eau par traitement par filtres plantés de roseaux", **MACIEJEWSKI K. et al.**, Univ Lyon, INSA Lyon – DEEP et SCIRPE Centre-Est (Sainte Foy Lès Lyon, France)
- P17.** "Use of steam explosion to produce microfibrillated cellulose from Posidonia Oceanica waste", **KHADRAOUI M. et al.**, Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP – LGP2 et National Institute of Applied Science and Technology (Tunis, Tunisie) et University of Monastir, Faculty of Sciences, UR13 ES 63 – Research Unity of Applied Chemistry & Environment (Monastir, Tunisie) et Higher Institute of Technological Studies of KsarHellal – Department of Textile (Tunisia) et Université de Lorraine, Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur le MAteriau Bois
- P18.** "Modeling intragranular transport in a catalytic reactor: Descriptors and representation of the porous structure", **LEDEZMA G. et al.**, IFP Energies Nouvelles site de Solaize et Univ Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS – LAGEPP
- P19.** "CO₂ hydrogenation into liquid hydrocarbons on a K-Fe/Al₂O₃ catalyst", **PANZONE C. et al.**, CEA Grenoble – LITEN / Laboratoire Echangeurs-Réacteurs (LER) et Université de Lyon, CNRS, CPE Lyon, UCBL – LGPC
- P20.** "Étude expérimentale et modélisation de la cohésion d'un lit de particules", **ROUABAH M. et al.**, Univ Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS – LAGEPP
- P21.** "Conception et caractérisation thermique d'un réacteur à induction pour la pyro-gazéification de déchets solides", **SOSA SABOGAL O. et al.**, Univ. Grenoble Alpes, CEA, LITEN, DTBH – L2CS et Mines Albi, CNRS – Centre RAPSODEE (Albi)
- P22.** "Étude du captage du carbone dans le traitement des eaux usées par procédé "A"", **GUTHI R. et al.**, Irstea-INRAE – UR REVERSSAL et INSA Lyon – DEEP
- P23.** "Biométhanation du syngaz, étude cinétique et mise en œuvre à l'échelle pilote", **FIGUERAS J. et al.**, Univ Lyon, INSA Lyon – DEEP et Université de Toulouse, CNRS, INRA, INSA Toulouse – TBI et ENOSIS (Toulouse)
- P24.** "Étude de la déformation et de la rupture de bulles dans les milieux biologiques et alimentaires : impact sur la taille et le transfert de matière", **SANOGO B. et al.**, Université Clermont Auvergne – Institut Pascal
- P25.** "Adaptation de méthodes de mesure rhéologique pour la caractérisation de biomasse traitée par méthanisation en voie sèche : Coulabilité et rhéologie", **HERNANDEZ-SHEK M. A. et al.**, Easymetha (France) et UniLaSalle – Transformations & Agro Ressources et Alliance Sorbonne Université, UTC, ESCOM – TIMR (Compiègne)
- P26.** "Data Analysis et System Dynamic Modeling : Deux procédés pour éclaircir les boîtes noires en hydrologie", **PASCOLETTI Y. et al.**, EMSE, CNRS – EVS (Saint Etienne)

P1. Valorisation d'une biomasse lignocellulosique locale : production d'éthanol de seconde génération

ABDOU ALIO Maarouf^{a*}, TUGUI Oana-cristina^b, PONS Agnès^a, VIAL Christophe^a

^aInstitut Pascal, Génie des Procédés, Energétique et Biosystèmes, Université Clermont Auvergne – Clermont-Ferrand, FRANCE

^bFaculty of engineering, Chemical and Food engineering Department, “Vasile Alecsandri” University of Bacau, ROUMANIE

Résumé

Ce travail porte sur l'étude de la faisabilité de la production de bioéthanol de 2^{ème} génération à partir d'un substrat végétal de type « déchet bois », constitué de sciure récupérée auprès d'une scierie locale. Cette sciure est un mélange de quatre espèces de bois de types résineux (sapin, épicéa, pin sylvestre et Douglas), représentatives des essences locales.

L'analyse chimique de ce déchet a montré qu'il contient environ 70% (g/g) de source potentielle de sucre sous forme de cellulose et d'hémicellulose exploitables pour la production d'éthanol de 2^{ème} génération par voie biochimique qui fait intervenir trois étapes clés : (i) un *prétraitement* qui déconstruit la matrice lignocellulosique et permet d'isoler la cellulose des autres constituants (notamment de la lignine) ; (ii) une *hydrolyse enzymatique* conduisant à l'obtention de sucres fermentescibles à partir de la cellulose ; (iii) enfin, une étape de *fermentation* qui transforme ces sucres en éthanol. Le choix de l'étape de prétraitement repose sur une méthode Organosolv. Ce procédé utilise un solvant organique pur ou dilué, additionné d'un catalyseur pour éliminer la lignine tout en favorisant la récupération de la cellulose et des hémicelluloses et en limitant la formation d'inhibiteurs. La lignine, coproduit du fractionnement, peut être valorisée par ailleurs. Les principaux paramètres étudiés pour optimiser le fractionnement du bois, le rendement et la pureté de la cellulose, la récupération de la lignine et l'absence de formation d'inhibiteurs sont : (i) la concentration en acide sulfurique (H₂SO₄) en qualité de catalyseur ; (ii) le rapport éthanol/eau dans le solvant d'extraction ; (iii) la température de traitement ; (iv) la pression appliquée.

Pour le prétraitement, les conditions optimales qui ont été obtenues expérimentalement sur la sciure sont les suivantes : un rapport éthanol/eau de 60/40 avec 0,25 % de H₂SO₄ pour une extraction d'une heure à 175°C. Ces conditions ont permis d'éliminer 50 % de la lignine tout en préservant 82 ± 3 % de la cellulose initiale avec une pureté de 71 ± 3 % (Alio et al., 2019). Ensuite, l'hydrolyse enzymatique du substrat prétraité a été conduite dans des conditions optimales par un cocktail d'enzymes Cellic® Ctec2, (Novozymes, Danemark) à 50°C et sous agitation (180 trs./min), ce qui a permis d'atteindre un taux de conversion de la cellulose en glucose de 80 % après 12 jours. Enfin, après enrichissement de l'hydrolysat obtenu (Kristiansen, 1994), la fermentation de celui-ci par une souche de *Saccharomyces cerevisiae* a conduit à l'obtention d'un rendement de fermentation alcoolique proche de 80 % du rendement théorique, ce qui semble cohérent avec l'absence de composés inhibiteurs observée durant les différentes étapes.

Références

- Alio, M.A., Tugui, O.-C., Vial, C., Pons, A., 2019. Microwave-assisted Organosolv pretreatment of a sawmill mixed feedstock for bioethanol production in a wood biorefinery. *Bioresource Technology* 276, 170–176.
<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.12.078>
- Kristiansen, B. (Bjørn), 1994. *Integrated design of a fermentation plant : the production of baker's yeast*. Weinheim ; New York : VCH.

* Auteur à qui la correspondance devrait être adressée : maarouf.abdou_alio@uca.fr

P2. Caractérisation de l'activité sonochimique d'un réacteur haute fréquence en présence de billes de verre

A. BARCHOUCI^{a1}, S. BOISSEAU^b, N. GONDREXON^a, S. BAUP^a,

^a Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LRP, 38000 Grenoble, France

^b Univ. Grenoble Alpes, CNRS, CERMAV, 38000 Grenoble, France

Résumé

De nombreux procédés industriels, tels que l'extraction solide-liquide, la filtration ou la synthèse de nanoparticules exploitent les effets physicochimiques des ultrasons de puissance, notamment en milieu hétérogène [1]. Cependant, la question reste posée de savoir comment l'activité ultrasonore dans un réacteur est impactée par la présence de solides en suspension. En effet, l'hétérogénéité du milieu est potentiellement une source supplémentaire de nucléation de bulles ou a contrario une source de perturbation et d'atténuation des ultrasons [2,3].

L'objectif de ce travail est d'étudier l'impact de l'ajout de billes de verre sur l'activité dans un réacteur sonochimique à haute fréquence. Les résultats présentés ont été obtenus à 575 kHz. Dans un premier temps, l'évolution de l'activité chimique, représentée par les radicaux libres, a été suivie par les techniques de dosimétries classiquement utilisées dans la littérature (dosimétrie du KI, de Fricke et celle de l'acide téréphtalique) [4,5] d'une part, et par le suivi de la dégradation du diméthylphénol (DMP) d'autre part. Il est à noter que les résultats obtenus en milieu hétérogène ont été normalisés par ceux obtenus en milieu homogène et reportés sur la figure 1. Ce graphique montre clairement que l'activité sonochimique diminue au-delà d'un certain seuil de surface et que cette tendance est indépendante de la technique de dosimétrie utilisée.

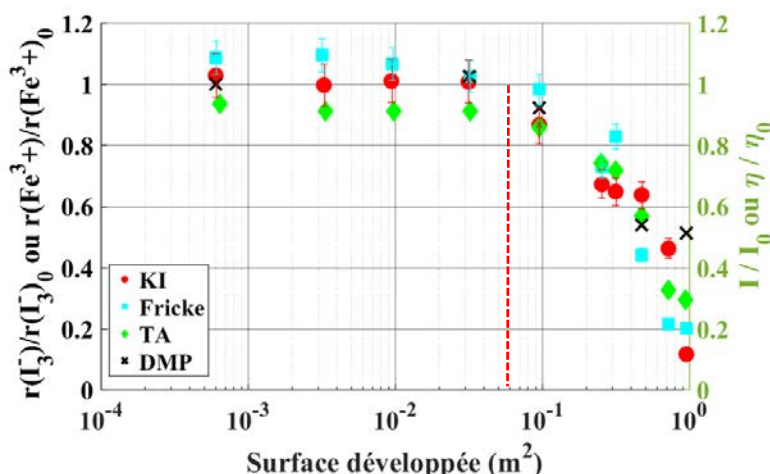


Figure 1. Caractérisation chimique des ultrasons (575 kHz, diamètre des billes : 8-12µm)

Références

- [1] J.C. Colmenares, G. Chatel, eds., Sonochemistry, Springer International Publishing, Cham, 2017. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-54271-3>.
- [2] A. Keck, E. Gilbert, R. Köster, Influence of particles on sonochemical reactions in aqueous solutions, Ultrasonics. 40 (2002) 661–665. [https://doi.org/10.1016/S0041-624X\(02\)00195-6](https://doi.org/10.1016/S0041-624X(02)00195-6).
- [3] N. Her, J.-S. Park, Y. Yoon, Sonochemical enhancement of hydrogen peroxide production by inert glass beads and TiO₂-coated glass beads in water, Chemical Engineering Journal. 166 (2011) 184–190. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2010.10.059>.
- [4] S. Koda, T. Kimura, T. Kondo, H. Mitome, A standard method to calibrate sonochemical efficiency of an individual reaction system, Ultrasonics Sonochemistry. 10 (2003) 149–156. [https://doi.org/10.1016/S1350-4177\(03\)00084-1](https://doi.org/10.1016/S1350-4177(03)00084-1).
- [5] Y. Iida, K. Yasui, T. Tuziuti, M. Sivakumar, Sonochemistry and its dosimetry, Microchemical Journal. 80 (2005) 159–164. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2004.07.016>.

¹ Auteur à qui la correspondance devra être adressée : ayoub.barchouchi@univ-grenoble-alpes.fr

P3. Réacteur à Lit Compressible basé sur un support catalytique structuré élastomère pour la production d'hydrogène propre et pur

Laura BIRBA^{a, b}, Pascal FONGARLAND^b et David EDOUARD^{a*2}

^aLaboratoire d'Automatique, de Génie des Procédés, et de Génie Pharmaceutique, Université Claude Bernard Lyon 1
43 Boulevard du 11 Novembre 1918, 69622 Villeurbanne, France

^bLaboratoire de Génie des Procédés Catalytiques, Université Claude Bernard Lyon 1- CNRS
43 Boulevard du 11 Novembre 1918, 69622 Villeurbanne, France

Résumé

L'hydrogène, en tant que vecteur énergétique non carboné présente un fort potentiel pour la production d'énergie sans émission de gaz à effet de serre. Actuellement, plus de 95% de l'hydrogène produit est issu de la transformation de produits carbonés (vaporeformage, gazéification du charbon, ...) ou de l'électrolyse de l'eau. Ces techniques sont énergivores et peuvent nécessiter des étapes supplémentaires de séparation du gaz. De plus, le stockage sûr de l'hydrogène est aussi énergivore et peu économique (gaz à 700 bar ou liquéfaction). Ces conditions sont donc défavorables à son utilisation comme vecteur énergétique. Une alternative prometteuse pour le stockage et la production d'hydrogène est l'utilisation d'hydrures tels que le tétrahydroborure de sodium (NaBH₄). En effet, NaBH₄ présente une densité volumique en H₂ élevée comparé à l'hydrogène liquéfié ou comprimé. C'est un produit relativement peu coûteux et l'hydrogène produit est pur (hydrolyse spontanée du sel dans les conditions normales de température et de pression). Pour un meilleur contrôle de la réaction, une solution aqueuse et alcaline de NaBH₄ sera privilégiée dans un procédé de fabrication d'H₂. Dans ces conditions l'hydrolyse spontanée de NaBH₄ est inhibée et la production d'hydrogène nécessite l'utilisation d'un catalyseur. Ces travaux de thèse ont pour objectif de développer un nouveau procédé pour la production d'hydrogène propre et pur à température ambiante à partir d'une solution alcaline stable de NaBH₄. Le catalyseur développé est constitué de particules de cobalt supportées sur un support catalytique structuré innovant : une mousse à cellule ouverte en polyuréthane (Open Cell Polyurethane Foam, OCPUF, Fig.1.A). En plus d'être élastiques et disponibles à fort tonnage, ces mousses présentent une morphologie permettant d'intensifier les propriétés de transport (faible perte de charge, transfert de matière élevée). Leur fonctionnalisation peut se faire à température ambiante et dans l'eau par un dépôt de film en polydopamine (PDA). La PDA est un polymère bio-inspiré à l'origine des propriétés adhésives des moules marines. De récentes études ont montré qu'il est possible via ce polymère, d'accrocher des particules actives de manière robuste et sans altération des propriétés élastiques du support mousse. Dans un premier travail, nous montrons qu'il est possible de réduire in situ des particules de cobalt sur OCPUF fonctionnalisée par PDA. L'activité et la robustesse des mousses obtenues (notées OCPUF@PDA@Co) est d'abord validée en réacteur Batch. La mousse présente des performances catalytiques de l'ordre de 74 L·h⁻¹·g_{Co}⁻¹. La stabilité est assurée jusqu'à 10 utilisations successives sans perte significative d'activité après une période de mise en régime du catalyseur. Ces tests préliminaires ont cependant révélé de possibles limitations de transferts de matières (notamment gaz/liquide). En effet, une partie de l'hydrogène formé sur la surface de la mousse reste piégé dans les pores de cette dernière. Une solution technique pour intensifier ce transfert consiste à exploiter les propriétés élastiques du support en comprimant la mousse catalytique pour faciliter la désorption du gaz. Afin de mettre en œuvre cette technique, nous avons développé un réacteur catalytique innovant : le Réacteur à Lit Compressible. Ce réacteur présenté Figure 1.B et Figure 1.C, consiste en un lit fixe dont le lit catalytique (*i.e.* : OCPUF fonctionnalisée) peut être comprimé et détendu périodiquement. Les performances du réacteur à lit compressible sont alors comparées à celle d'un lit fixe « classique ». L'objectif étant de mettre en avant le potentiel de cette nouvelle technologie dans l'intensification des procédés catalytiques (notamment pour les réactions multiphasiques). Ce réacteur innovant ouvre de nouvelles perspectives en terme de contrôle du procédé. En effet, des stratégies de contrôle peuvent être mises en place : ralentir ou accélérer la production en travaillant avec une mousse comprimée (faible volume de réactif) ou détendue (volume de réactif important). Enfin, pour la première fois la morphologie du lit catalytique (porosité, tortuosité, volume) va être modifiable in-situ pour l'intensification de la réaction.

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : david.edouard@univ-lyon1.fr

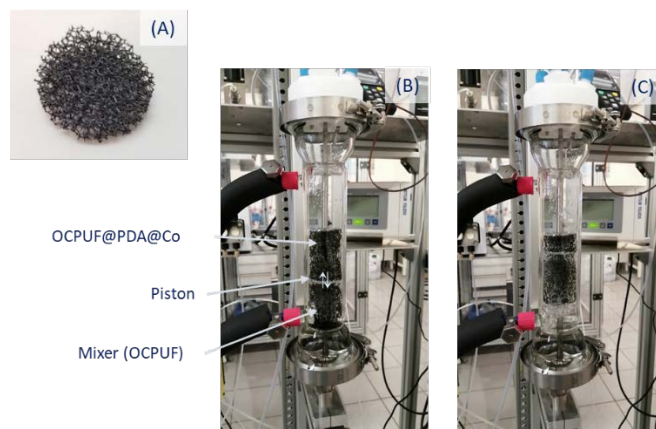


Figure 2: (A) Mousse polyuréthane à cellule ouverte (OCPUF), (B) Réacteur à lit Compressible lorsque la mousse catalytique est détendue, (C) Réacteur à lit Compressible lorsque la mousse catalytique est comprimée : libération du gaz piégé dans la mousse.

Références

- Turner, J. A. A Realizable Renewable Energy Future. *Science* 1999, 285 (5428), 687–689.
- Berry, G. D.; Aceves, S. M. The Case for Hydrogen in a Carbon Constrained World. *J. Energy Resour. Technol.* 2005, 127 (2), 89–94.
- Abe, J. O.; Popoola, A. P. I.; Ajenifuja, E.; Popoola, O. M. Hydrogen Energy, Economy and Storage: Review and Recommendation. *Int. J. Hydrog. Energy* 2019, 44 (29), 15072–15086.
- Schlapbach, L., Züttel, A., Gröning, P. et al. *Appl Phys A*. 2001, 72: 245.
- Schlesinger, H. I.; Brown, H. C.; Finholt, A. E.; Gilbreath, J. R.; Hoekstra, H. R.; Hyde, E. K. Sodium Borohydride, Its Hydrolysis and Its Use as a Reducing Agent and in the Generation of Hydrogen 1. *J. Am. Chem. Soc.* 1953, 75 (1), 215–219.
- Liu, B. H.; Li, Z. P.; Suda, S. Nickel- and Cobalt-Based Catalysts for Hydrogen Generation by Hydrolysis of Borohydride. *J. Alloys Compd.* 2006, 415 (1–2): 288–293.
- L. Giani and G. Groppi, *Ind. EngChem. Res.*, 2005, 44, 4993.; J. T. Richardson, Y. Peng and D. Remue, *Appl. Catal., A*, 2000, 204, 19.
- Lee, H.; Dellatore, S. M.; Miller, W. M.; Messersmith, P. B. Mussel-Inspired Surface Chemistry for Multifunctional Coatings. *Science* 2007, 318 (5849): 426–430.
- Pardieu, E., Chau, N. T. T., Dintzer, T., Romero, T., Favier, D., Roland, T., Edouard, D., Jierry, L., Rittleng, V. Polydopamine-Coated Open Cell Polyurethane Foams as an Inexpensive, Flexible yet Robust Catalyst Support: A Proof of Concept, *Chem. Commun.* 2016, 52 (25):4691–4693.
- Lefebvre, L.; Kelber, J.; Jierry, L.; Rittleng, V.; Edouard, D. Polydopamine-Coated Open Cell Polyurethane Foam as an Efficient and Easy-to-Regenerate Soft Structured Catalytic Support (S 2 CS) for the Reduction of Dye, *J. Environ. Chem. Eng.* 2017, 5 (1):79–85.

P4. Prediction of transfer performances in trickle bed reactors using CFD simulations

BOURAS Hanane^a, HAROUN Yacine^a, FOURATI Manel^a, AUGIER Frédéric^a, PHILIPPE Régis^b et FONGARLAND Pascal^b

^aIFP Energies Nouvelles, Etablissement de Lyon
 Rond-point Echangeur Solaize, F-69360 Solaize, France

^bUniv. Lyon, LGPC, UMR 5285 CNRS-CPE Lyon UCBL
 43 Boulevard 11 Novembre 1918, F-69616 Villeurbanne, France

Abstract

Trickle-bed reactors (TBR) are widely used in various industries (petrochemicals, refining etc.). In this type of reactors, gas and liquid flow co-currently downward through a packed catalyst bed, creating a complex multiphase flow (flow patterns, phase distributions, catalyst wetting surface, etc.). The transfer phenomena and thus the performances of such reactors are often scale-dependant, difficult and expensive to measure in large scale vessels, and globally complex to predict. In this context, CFD is a very interesting tool to simulate and track accurately the fluid-fluid interface and predict mass transfers. Several numerical methods have been developed or implemented for this purpose, including the VOF “Volume Of Fluid” model used in this work. Despite numerous studies conducted on trickle-bed reactors, few contributions have been made towards the direct numerical simulation of gas-liquid flow in these reactors including mass transfer and catalytic reaction.

The aim of this work is to model and simulate the performances of trickle bed reactors on a representative catalyst loading. To achieve this purpose, a model has been built and first validated upon simple cases for which analytical solutions (Higbie 1935) or experimental results are available. The two phase flow is modelled using the VOF method, which is then coupled with a concentration convection diffusion equation to solve for mass transfer. As a result, the characteristics of the liquid film flow are obtained such as the liquid film thickness as shown in figure 1, which is validated against experimental data from the work published by Tourvieille et al.. Moreover, the mass flux is computed at the interface and used to calculate the local and global mass transfer coefficient $k_L a$ in the liquid side, as well as the solute conversions and global mass transfer coefficient in reactive conditions. Figure 2 shows the variation of α -methylstyrene conversion both with pressure and liquid flow rate, where we observe a good agreement with the experimental results published by Tourvieille et al.

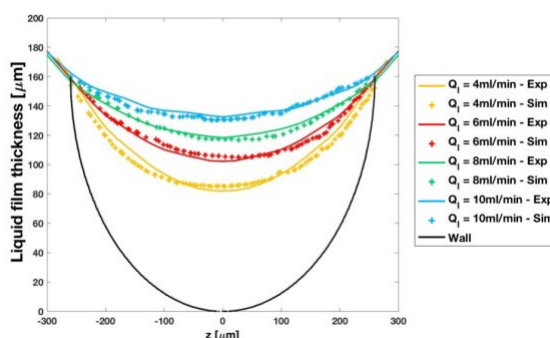


Figure 1. Liquid film thickness in an elliptical channel, Comparison to experimental results (Continuous lines) (Tourvieille et al. 2013) for four different liquid volume flow rate conditions

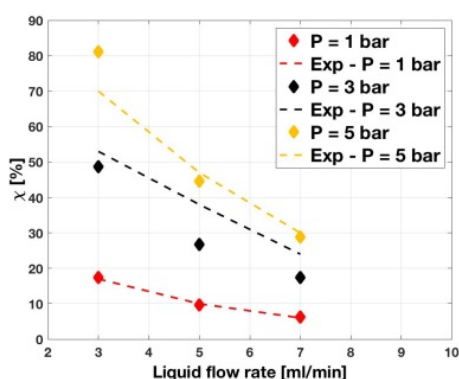


Figure 2. α -methylstyrene conversions for different pressure conditions and liquid flow rates, comparison to the experimental results (Tourvieille et al. 2013)

References

- Ubbink, O., and Issa, R., 1999. Journal of Computational Physics.
- Haroun, Y., Legendre, D., and Raynal, L., 2010. Chemical Engineering Science.
- Tourvieille, J.-N., Bornette, F., Philippe, R., Vandenberghe, Q. and De Bellefon, C., 2013. Chem. Eng. Journal.
- Higbie, R., 1935. Trans. AIChE.

P5. Valorisation de déchets agricoles et prétraitements avant méthanisation

COARITA FERNANDEZ Helen^a, BUFFIERE Pierre^a, BAYARD Rémy^a

^a Université de Lyon, INSA Lyon, Laboratoire DEEP, EA7429, 69621 Villeurbanne
11 rue de la Physique, Bâtiment Carnot 69621 Villeurbanne cedex

Résumé

La méthanisation est un processus biologique de production de biogaz en absence d'oxygène. Ce biogaz est valorisé sous forme d'électricité (et de chaleur via la cogénération) ou de biométhane susceptible d'être injecté dans le réseau de gaz naturel (Scarlat et al., 2018). A l'heure actuelle, la majorité des sites de méthanisation en fonctionnement sont des installations agricoles où les sous-produits agricoles ainsi que les cultures intermédiaires à vocation énergétiques (CIVEs) sont les principaux gisements de biomasses disponibles (Degueurce, 2016). Malgré le développement technologique de la méthanisation, cette filière est encore largement tributaire des tarifs préférentiels d'achats du biométhane. Il est nécessaire de poursuivre le développement pour réduire les coûts de production et optimiser la productivité des digesteurs. Le prétraitement des biomasses avant méthanisation est l'un des défis techniques actuellement. Ce défi est d'autant plus important puisqu'il s'agit d'améliorer les rendements et d'utiliser des résidus agricoles hétérogènes. Par ailleurs, des difficultés sont rencontrées sur les installations au niveau de l'incorporation des biomasses, et l'agitation dans les digesteurs (Mönch-Tegeger et al., 2014, 2015).

Cette étude vise à identifier les effets des prétraitements mécaniques de résidus agricoles riches en ligno-celluloses. Il s'agit de mieux maîtriser les conditions de préparation mécanique selon les caractéristiques des biomasses lignocellulosiques à prétraiter. Pour cela, une procédure de caractérisation bio-physico-chimique a été développée et mise en œuvre sur une sélection de biomasses agricoles: fumiers, pailles, ensilage. D'essais de prétraitement réalisés à l'échelle du laboratoire et plusieurs dispositifs industriels de prétraitement mécaniques ont été testés. Des paramètres comme le potentiel en méthane et sa cinétique de biodégradation ont été évalués ainsi que l'effet de réduction de taille, le comportement des biomasses au contact de l'eau et des propriétés rhéologiques comme le seuil de contrainte et la viscosité apparente.

Les essais de caractérisation des biomasses ont permis de mettre en évidence une légère augmentation du potentiel biométhanogène, et l'augmentation de la vitesse de réaction de production de méthane. La réduction de taille des intrants est variable selon les conditions de prétraitements testés. Les propriétés rhéologiques sont améliorées. Les modifications des caractéristiques des biomasses testées permettent d'envisager une augmentation du rendement des installations, en particulier avec la réduction des coûts énergétiques associés à l'agitation de la matière dans le digesteur.

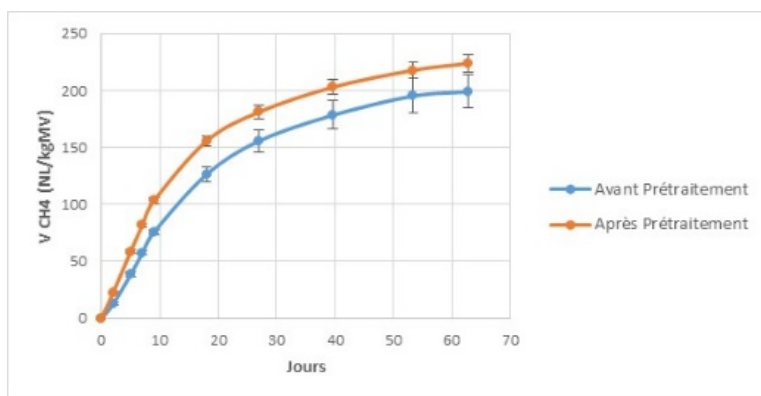


Figure 1. Potentiel Biométhanogène avant et après prétraitements dans les fumiers.

Références

- Degueurce, A., 2016. Fumiers de bovins, une ressource à fort potentiel pour la filière de méthanisation en France ? 9.
- Mönch-Tegeger, M., Lemmer, A., Hinrichs, J., Oechsner, H., 2015. Development of an in-line process viscometer for the full-scale biogas process. *Bioresour. Technol.* 178, 278–284. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.08.041>
- Mönch-Tegeger, M., Lemmer, A., Oechsner, H., 2014. Enhancement of methane production with horse manure supplement and pretreatment in a full-scale biogas process. *Energy* 73, 523–530. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2014.06.051>
- Scarlat, N., Dallemand, J.-F., Fahl, F., 2018. Biogas: Developments and perspectives in Europe. *Renew. Energy* 129, 457–472. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.03.006>

P6. Etude expérimentale de l'extraction multiphasique (MPE) à l'échelle pilote de laboratoire

LAAFAR Amin^{ab}, KACEM Mariem^b, BESANÇON Celine^b, BENADDA Belkacem^a

^aLaboratoire DEEP : Déchets, Eau, Environnement, Pollution, INSA-Lyon
20, Avenue A. Einstein, Bât S. Carnot 69621, Villeurbanne, France

^b Univ Lyon, ENISE Saint-Etienne, Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes LTDS
58 Rue Jean Parot, 42100 Saint-Étienne

Résumé

Aujourd'hui, plus de 65% des sites pollués le sont par des composés organiques volatils en France [1], considérés comme étant dangereux et toxiques pour l'homme et l'environnement. L'extraction multiphasique (MPE) est une méthode physique de traitement des COVs. La MPE présente l'avantage d'être in-situ, d'être peu onéreuse et de permettre la remédiation simultanée des zones saturée et non saturée. L'efficacité de la MPE dépend des conditions d'application qui doivent être optimisées. Le but de ce travail est de déterminer les paramètres importants influençant l'efficacité d'un tel procédé.

Afin de simuler la MPE, un pilote de laboratoire a été conçu et réalisé (Fig.1). Des expériences ont été effectuées sur un sol modèle (sableHN31). Des essais d'infiltrations ont été effectués avec 1 L de solution de n-décane à 10g/L d'hexane, colorée avec du bêta-carotène afin de représenter une pollution aux hydrocarbures. Une injection gravitaire est réalisée à 3 cm de profondeur sous la surface du sable pour limiter la volatilisation des polluants, avec un débit moyen de 1mL/min.

Les observations visuelles montrent la propagation du polluant dans le sol (Fig.1). L'écoulement est vertical dans la zone non saturée. Au contact de la zone capillaire, le polluant forme une lentille à la surface de cette zone et continue à se propager verticalement avec une vitesse moins importante due à la présence d'eau. Ces résultats ont aussi été observés dans la littérature [2]

Les extractions sont réalisées à l'aide d'une pompe à vide et à travers sept vannes situées à droite de la cellule 2D. L'aspiration est réalisée de manière à extraire la phase gaz et la phase liquide du polluant. Le système de vannes permet de pouvoir appliquer la MPE à différentes profondeurs du pilote. Le changement de vanne s'opère en absence de phase liquide à l'extraction. Une analyse chromatographique continue du gaz donne la concentration du n-décane extraite en fonction du temps avec la procédure d'ouverture des vannes adoptée. La phase liquide extraite est recueillie et analysée à posteriori (Fig. 2).

Les résultats montrent qu'une hausse de dépression par changement de vanne engendre une hausse de débit d'extraction et donc une hausse de la concentration en n-décane extraite en phase liquide et gaz. L'absence de n-décane en phase liquide est observée après 20min d'extraction en moyenne. La concentration de n-décane en phase gaz augmente en l'absence de phase liquide. La majorité du n-décane est extraite sous forme gaz. Aucune teneur de décane résiduel n'est observée en fin de MPE.

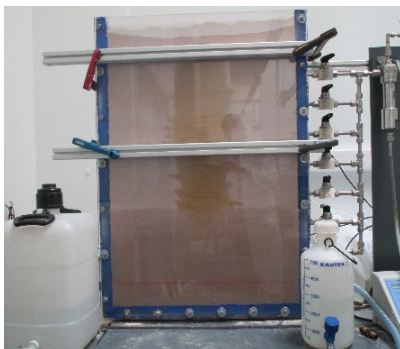


Figure 1. Pilote MPE 2D

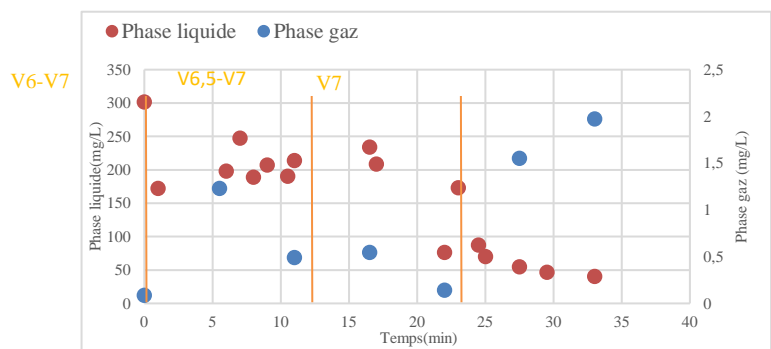


Figure 2. Concentration en n-décane extraite en phase gaz et liquide

Références

- [1] Véronique Antoni, « Basols: un panorama des sites et sols pollués, ou potentiellement pollués, nécessitant une action des pouvoirs publics ». Paris : Ministère de l'écologie - 2013, nov-2013.
- [2] M. Kamon, K. Endo, J. Kawabata, T. Inui, et T. Katsumi, « Two-dimensional DNAPL migration affected by groundwater flow in unconfined aquifer », *Journal of Hazardous Materials*, vol. 110, n° 1, p. 1-12, juill. 2004.

P7. Flottation réactive à l'ozone appliquée au désencrage de papiers de bureau : étude sur un modèle à base de fibres cellulosiques vierges

Amina GHORBEL^a, Nathalie MARLIN^a, Marc AUROUSSEAU^a, Agnès BOYER^a

^a Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP*, LGP2, F-3800 Grenoble, France

Résumé

De nos jours, les papiers et cartons récupérés représentent une ressource cellulosique aussi importante que le bois pour la fabrication des papiers et cartons. Pourtant le taux d'utilisation des fibres secondaires dépend de la sorte de papier ; par exemple pour la production de sortes blanches (papiers impression écriture), le taux d'utilisation n'est que de 11% (CEPI, 2017), les fibres vierges sont donc majoritaires dans la composition de ce type de papier. Pour produire des papiers de haute blancheur, on utilise généralement des papiers de bureaux désencrés, la flottation à l'air étant l'opération clé dans le procédé industriel de désencrage (Kemper, 1999). Ainsi, pour améliorer l'efficacité et la durabilité des lignes de désencrage, l'idée est d'ajouter de l'ozone (O₃) en tant que gaz réactif dans le flux de gaz mis en œuvre dans la flottation (Marlin et al., 2013). En effet, l'ozone est un oxydant bien connu dans le traitement des eaux de procédé (Wei et al., 2016) ainsi que dans le domaine du blanchiment des fibres vierges dans l'industrie papetière (García et al., 2009). L'ajout d'ozone pendant la flottation d'un mélange de journaux et de magazines a donné des résultats prometteurs avec une réduction de 64% de la DCO des effluents et une augmentation du rendement en fibres de 1 point par rapport à une flottation conventionnelle à l'air (Ghorbel et al., 2018). Afin d'étudier plus précisément l'action de l'O₃ pendant la flottation sur les fibres cellulosiques et les contaminants présents dans la suspension fibreuse, des essais de flottation ont été conduits sur un mélange de fibres vierges sans encre représentatif de la composition en fibres de papiers de bureau (90% de pâte chimique blanchie et 10% de pâte mécanique) remis en suspension dans de l'eau du réseau ou dans une eau modèle caractéristique des eaux du procédé de désencrage c'est-à-dire contenant les contaminants solubles les plus fréquemment retrouvés (Herisson, 2018).

Table 1. Effet de la flottation sur les propriétés de résistance des fibres, sur la qualité des effluents et consommation d'ozone au cours de la flottation réactive à l'ozone

	T (N·m/g)	Z humide (N·m/g)	DCO entrée (mg/L)	DCO sortie (mg/L)	pH	Cons. (g)
Air – Eau du réseau	42 ± 2	50 ± 2	400	372	9.9	-
O ₂ /O ₃ - Eau du réseau	48 ± 3	51 ± 3	400	240	7.6	3.18
Air – Eau modèle	48 ± 4	50 ± 2	680	643	9.2	-
O ₂ /O ₃ - Eau modèle	46 ± 1	48 ± 2	868	564	7.0	3.76

Entrée flottation : T = 43 ± 3 et Z = 52 ± 3 (N·m/g), pH = 9,6 ; Dose d'ozone appliquée au cours de la flottation : 4,46 g

D'après les résultats du tableau 1, la résistance du réseau fibreux (T) et la résistance intrinsèque des fibres (Z_{humide}) sont conservées, ce qui montre que les fibres et le réseau fibreux ne sont pas dégradés par O₃. Après la flottation à l'air, la DCO soluble reste presque inchangée (baisse de 5-7 %) alors qu'en présence d'O₃ une réduction de 35-40 % est observée. En parallèle, le pH varie peu en présence d'air seul et reste proche de la valeur initiale de 9,6 alors qu'il diminue sensiblement, jusqu'à une valeur de 7 pour l'eau modèle, lorsque O₃ est rajouté ce qui indique la formation de produits acides issus de la réaction de O₃ avec les contaminants et les espèces dissoutes. D'autre part, la consommation d'O₃ avec l'eau du réseau seule à pH 9 a été mesurée, pour les mêmes conditions opératoires, à 2,69 g, i.e. 60 % de l'ozone introduit. Ainsi, il apparaît que l'O₃ est principalement décomposé par l'eau (auto-décomposition et réaction avec les espèces solubles dans l'eau du réseau), les contaminants et les fibres ne consommant que 0,58 et 0,49 g, i.e. 13 et 11 % de l'O₃ introduit, respectivement (Ghorbel et al., 2019).

Références

- CEPI, 2017. CEPI's Key statistics report 2017. CEPI
Ghorbel, A., et al., 2019. The 12th European Congress Of Chemical Engineering, Florence, pp. 1985–1986.
Ghorbel, A., et al., 2018. 6th International Congress on Green Process Engineering. Toulouse (France), p. 172 (4pages).
Herisson, A., 2018. Communauté Université Grenoble Alpes, Laboratoire de Génie des Procédés Papetiers, LGP2.
Kemper, M., 1999. Int. J. Miner. Process. 56, 317–333.
Marlin, N., et al., 2013. Sci. Eng. 35, 381–389.
Wei, C., et al., 2016. Rev. Chem. Eng. 33, 49–89.

P8. Analyse du mélange dans les conditions opératoires de « fermentation sombre » pour des fluides newtoniens et non-newtoniens

Amaury DANICAN^{a,3}, Jean-Pierre FONTAINE^a, Christophe VIAL^a

^a Université Clermont Auvergne, CNRS, SIGMA Clermont, Institut Pascal, F-63000 CLERMONT-FERRAND, France

Résumé

Cette étude s'inscrit dans le cadre du développement des énergies renouvelables, dans le but de réduire l'utilisation des énergies fossiles et donc de ralentir les émissions de gaz à effet de serre. Il est ici question de produire du biohydrogène de 2^{ème} génération par conversion de la biomasse (déchets agro-industriels, eaux usées, etc.) grâce à un consortium bactérien selon le procédé de « fermentation sombre ». L'objectif final de ces travaux sera de déterminer les conditions opératoires du procédé optimales pour la croissance des micro-organismes afin de maximiser le rendement de production de biogaz par rapport à la puissance mécanique consommée, tout en obtenant un procédé économiquement viable. Cet objectif s'inscrit dans la continuité des travaux de Chezeau et Vial (2018, 2019) centrés sur les influences couplées de la viscosité de fluides newtoniens et de la vitesse d'agitation sur la production de biohydrogène.

Dans le présent travail, le milieu étudié est désormais non-newtonien, ce qui se rapproche des futurs substrats organiques qui seront employés en conditions réelles. Dans un premier temps, l'étude s'est concentrée sur la mesure des temps de mélange en fonction de la rhéologie du digestat et de la vitesse d'agitation afin d'assurer une homogénéité du milieu réactionnel. Les techniques expérimentales utilisées sont la décoloration chimique et la PLIF (*Planar Laser-Induced Fluorescence*). Les résultats ont été comparés à ceux obtenus sur les fluides newtoniens afin de déceler les éventuelles différences sur la qualité du mélange. Dans un second temps, un modèle numérique de CFD (*Computational Fluid Dynamics*) utilisant le code Phoenix[®] (CHAM Ltd., G.-B.) a été établi et validé expérimentalement par la 2D-PIV (*Particle Image Velocimetry*). Le but est d'obtenir la structure de l'écoulement local afin de la mettre en perspective avec l'évolution des temps de mélange obtenus précédemment.

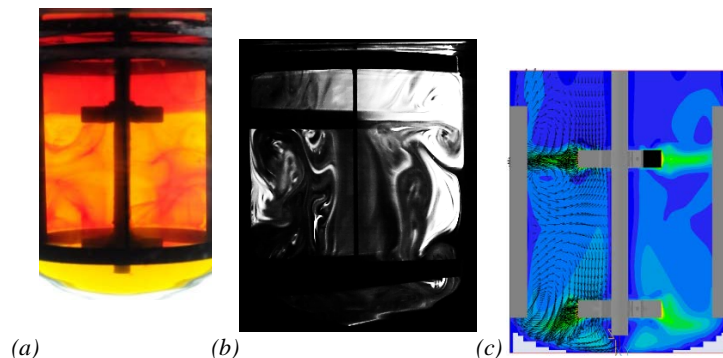


Figure 1. Mesure des temps de mélange par décoloration chimique (a), et par PLIF (b) ; structure de l'écoulement numérique prédite par CFD (c), pour un bioréacteur de 2L pour un nombre de Reynolds $Re = 210$.

Références

- Chezeau B., Vial C. (2018). Combined effects of digestate viscosity and agitation conditions on the fermentative biohydrogen production, *Biochemical Engineering Journal*, 142, 105–116.
Chezeau B., Fontaine, J.-P., Vial C. (2019). Analysis of liquid-to-gas mass transfer, mixing and hydrogen production in dark fermentation process, *Chemical Engineering Journal*, 372, 715–727.

¹Auteur à qui la correspondance devrait être adressée : amaury.danican@etu.uca.fr.

P9. Modélisation du transfert de chaleur dans une mousse à cellules ouvertes décrite par des graphes associés aux phases solide et fluide

LOUATI Haithem^{a*}, SCHEUERMANN Tobias^b, MASCHKE Bernhard^b, ZANOTA Marie-Line^b, VICENTE Jérôme, KOTYCZKA Paul^b et PITAULT Isabelle^a

^aUniv. Lyon, Université Claude Bernard Lyon1, CNRS, LAGEPP UMR 5007, 43 boulevard du 11 novembre 1918, F-69100 Villeurbanne, France.

^bTechnical University of Munich, Department of Mechanical Engineering, Chair of Automatic Control, Boltzmannstraße 15, 85748 Garching, Germany.

^cUniv. Lyon, CNRS, CPE Lyon, UCBL, LGPC UMR 5285, 43 boulevard du 11 novembre 1918, F-69100 Villeurbanne, France.

^dIUSTI, CNRS UMR 7343, Université de Aix-Marseille, Marseille 13453, France.

Résumé

Les mousses à cellules ouvertes sont des matériaux prometteurs pour plusieurs applications en Génie des Procédés, telles que les réacteurs catalytiques. Ses propriétés, notamment une large porosité et surface spécifique, permettent d'améliorer les phénomènes de transport et réduire la perte de charge. Cependant, la structure réelle des mousses commerciales, souvent irrégulière, anisotrope et hétérogène, rend la modélisation des phénomènes de transport très compliquée et très coûteuse en temps de calcul et n'est pas prise en compte dans les modèles effectifs.

Nous proposons ici une approche alternative de modélisation du transfert de chaleur dans les deux phases d'une mousse métallique à cellules ouvertes. Cette approche est basée sur une présentation graphique de la phase solide et fluide et peut être appliquée à différents milieux poreux. Ces graphes sont générés à partir d'une reconstruction 3D de tomographies aux rayons X et sont complétés par des informations topologiques et géométriques de la mousse en utilisant le logiciel iMorph© (Brun et al., 2008) (**Figure 1**). Ces informations sont ensuite utilisées pour construire une présentation discrète des variables physiques, appelée k-complexes (Poincaré, 1895 ; Tonti, 1976). Les lois de conservations discrètes sont, ensuite, évaluées sur ces k-complexes et écrites avec un formalisme de Systèmes Hamiltoniens à port (Macchelli et al., 2009).

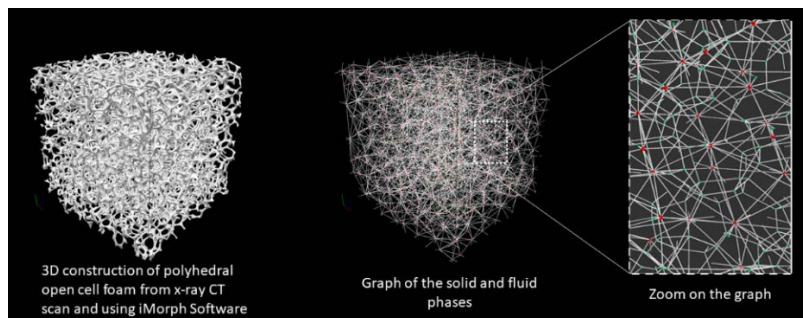


Figure 1. Construction des graphes de la phase solide et fluide d'une mousse à cellules ouvertes

Références

- Brun, E., Vicente, J., Topin, F., Occelli, R., iMorph: a 3D Morphological tool to fully analyse all kind of cellular materials in Cellmet's08, Dresden, Germany, 2008.
- Poincaré, M.H., Analysis Situs. Journal de l'école polytechnique, (II) 1, 1895, pp. 1-123.
- Tonti, E., The reason for analogies between physical theories. Appl. Math. Modelling, 1, 1976, pp. 37-50.
- Macchelli, A., Maschke, B., in V. Duindam et al., (Eds.), Infinite-Dimensional Port-Hamiltonian Systems, Springer, Berlin Heidelberg, 2009, pp. 211-271.

* Auteur à qui la correspondance devrait être adressée : haithem.louati@univ-lyon1.fr

P10. Étude expérimentale de la formation d'hydrate de gaz dans un système gaz-eau-huile

ALMEIDA Vinicius^{a*}, NAUKANOVA Madina^a, CAMEIRAO Ana^a, HERRI Jean-Michel^a, ABADIE Emilie^b et GLENAT Philippe^b

^aCentre SPIN, Ecole des Mines de Saint-Etienne
158 Cours Fauriel, 42023 Saint-Etienne, France

^bTOTAL S.A.
CSTJF, Avenue Larribau, 64018 Pau Cedex, France

Résumé

La formation d'hydrates de gaz peut poser un problème de production dans certaines conduites pétrolières. Les inhibiteurs thermodynamiques d'hydrate (THIs) et les inhibiteurs d'hydrates à faible dosage (LDHIs) qui comprennent les inhibiteurs cinétiques (KHIs) et anti-agglomérants (AAs) sont les additifs habituellement utilisés par l'industrie pour éviter la formation de bouchons d'hydrate. Les THIs et les LDHIs ont des avantages et des inconvénients. Les additifs LDHI-AA sont censés réduire la taille des particules d'hydrate et empêcher ou limiter leur agglomération. De nombreux travaux dans la littérature ont montré que les LDHI-AAs réduisent le blocage pour les systèmes à faible fraction d'eau, mais qu'ils ne sont apparemment pas très efficaces dans les scénarios à fortes fractions d'eau.

Le présent travail a pour but de mieux comprendre la formation d'hydrates dans les pipelines par le biais d'une étude expérimentale sur la formation d'hydrates de gaz dans un circuit en boucle se concentrant sur les systèmes à fort pourcentage d'eau avec et sans AA. Les tests sont réalisés dans la boucle Archimède à l'école des Mines de Saint-Etienne ([1] et [2]) avec gaz naturel, eau et l'huile Kerdane. La boucle est composée par un pipeline de 50 mètres, avec des sections horizontales, ascendantes et descendantes. Il est équipé d'un système de refroidissement, de sondes de perte de charge et de température. Il est possible de travailler avec une pression absolue allant jusqu'à 75 bars. Le système comporte également une mesure de réflectance du faisceau focalisé (FBRM) et un mesurage vidéo de particules (PVM). Les améliorations récentes de l'instrumentation comprennent l'installation de sondes à émission acoustique pour suivre la formation d'hydrates, l'agglomération et les dépôts.

Les résultats préliminaires montrent qu'avec l'émission acoustique, la distribution de la longueur des cordes et la mesure de la perte de charge, il est possible de suivre les particules d'hydrate et d'identifier les dépôts sur les parois et/ou les accumulations d'hydrate spécifiques le long du pipeline. Une autre amélioration du pilote expérimental a été l'installation d'une sonde de permittivité, qui aide à identifier la phase continue et à détecter l'inversion de phase dans certaines conditions après le début de la cristallisation. Avec les sondes d'émission acoustique et de permittivité, nous nous attendons à pouvoir caractériser le modèle d'écoulement avant et après la formation d'hydrate et à classer la sévérité de la formation d'hydrate en fonction des modèles d'écoulement observés.

Références

- [1] Melchuna, A., Cameirao, A., Herri, J-M., Glenat, P. Topological modelling of methane hydrate crystallization from low to high water cut emulsion systems. *Fluid Phase Equilibria*, Vol. 413, pp. 158 – 169 (2016).
- [2] Pham, T.K. Experimental study and modelling on methane hydrates crystallization under flow from a water-oil dispersion at high water cut. PhD Thesis, 334 p., Mines Saint Etienne, France (2018).

* Auteur à qui la correspondance devrait être adressée : vinicius.de-almeida@emse.fr

P11. Ultrafiltration de suspensions de NanoCristaux de Cellulose assistée par ultrasons

CHALLAMEL Mathilde^{a*}, AVALOS ROBERTTI Maria Veronica^a, BAUP Stéphane^a, PIGNON Frédéric^a, DJERIDI Henda^b, HENGL Nicolas^a, MANNEVILLE Sébastien^c, GIBAUD Thomas^c, SZTUCKI Michael^d

^a Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP*, LRP, 38000 Grenoble, France

^b Univ. Grenoble-Alpes, Grenoble INP*, CNRS, LEGI, 38000 Grenoble, France

^c Univ Lyon, Ens de Lyon, Univ Claude Bernard, CNRS, Laboratoire de Physique, F-69342 Lyon, France

^d ESRF, The European Synchrotron, CS 40220, 38043 Grenoble Cedex 9, France

(* Institute of Engineering Univ. Grenoble Alpes)

Résumé

Dans le domaine de la bioraffinerie, les techniques d'ultra- et microfiltration peuvent s'avérer indispensables pour la valorisation de produits issus du bois à haute valeur ajoutée. Concernant les nanocristaux de cellulose (NCC), les différentes voies de production conduisent à l'obtention de mélanges hétérogènes en taille, contenant à la fois des NCC et des particules micrométriques. Dans ce contexte, la séparation membranaire permettrait de répondre à cette problématique en isolant les NCC des particules de taille élevée. Cependant, ce procédé est limité par l'apparition des phénomènes de colmatage et de polarisation de concentration. Il faut noter que ces phénomènes sont particulièrement marqués pour les solutions de polysaccharides et les suspensions de NCC ou d'amidon. Dans ce contexte, l'utilisation d'ultrasons est une solution prometteuse.

Dans ce travail, il est proposé de combiner *in-situ* des ondes ultrasonores aux champs de pression et aux champs hydrodynamiques appliqués lors de la filtration tangentielle, afin d'intensifier le transfert de matière et donc, les performances du procédé. Basé sur les travaux de Jin et al., des filtrations de suspensions de NCC ont été menées en présence d'ultrasons et sous différentes conditions expérimentales. Des observations *in-situ* de l'organisation des nanoparticules (150 nm long x 10 nm large) dans les couches de polarisation par diffusion de rayons X aux petits angles (SAXS) ont été effectuées pour comprendre l'effet des différentes conditions opératoires (ultrasons, débit, pression transmembranaire, concentration) sur les modifications de structure et de concentration des couches aux échelles nanométriques à la surface des membranes.

Les résultats montrent l'effet positif des ultrasons sur les propriétés de filtration des suspensions de cellulose, et ce quel que soit le débit tangentiel imposé. Par ailleurs, ces résultats indiquent que sous ultrasons, le phénomène d'accumulation à la surface de la membrane est réversible alors que sans ultrasons, il apparaît une diminution du flux pour les différentes valeurs de débit. Les mesures de SAXS doivent permettre de confirmer ce comportement par l'observation et la mesure des couches concentrées au voisinage de la membrane avec et sans ultrasons.

Références

- Romdhane A et al., 2015, The Canadian Journal of Chemical Engineering, (93), 412-418.
Hengl N. et al. 2013. Ultrasonics Sonochemistry, (21), 1018-1025.
Jin Y. et al., 2015, Carbohydrate Polymers, (124), 66-76.

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : mathilde.challamel@univ-grenoble-alpes.fr

P12. Élaboration de billes de carbone activé à partir de chitosane pour le traitement du formaldéhyde

Fabrice GUY¹, Laurent DUCLAUX¹, Laurence REINERT¹, Michel ONDARTS², Evelyne GONZE², Jonathan OUTIN²

1- Université Savoie Mont-Blanc, LCME, F-73000 Chambéry
2- Université Savoie Mont-Blanc, CNRS, LOCIE, F-73000 Chambéry

Résumé

Une préoccupation sanitaire actuelle majeure est la pollution de l'air intérieur dont le formaldéhyde est l'un des principaux polluants, notamment du fait de sa présence ubiquiste. Le formaldéhyde est à l'heure actuelle difficile à éliminer par adsorption du fait de sa faible affinité avec la majorité des adsorbants commerciaux et des phénomènes de compétition avec la vapeur d'eau. Afin de traiter efficacement le formaldéhyde par adsorption, nos travaux de recherche se sont orientés vers l'élaboration de carbones activés. Ils peuvent être synthétisés à partir de polymères naturels (alginate, chitosane, lignine, cellulose...) sous forme de sphères (Nasrullah et al. 2018, Matei Ghimbeu et al. 2018). Le chitosane est un polysaccharide issu des déchets de crustacés, qui est un précurseur carboné intéressant du fait de son abondance, et de sa teneur en groupe azotés (Pochanavanich et al. 2002). L'objectif de ce travail est d'élaborer de nouveaux types de carbones activés sphériques, riche en azote afin d'augmenter les interactions vis-à-vis du formaldéhyde et ayant une bonne tenue mécanique, à partir de chitosane (CS).

Pour cela, le chitosane est solubilisé (3,5% massique) dans une solution d'acide formique (0,5 mol.L⁻¹). Afin de synthétiser les billes d'hydrogel : la solution obtenue est « projetée » dans une solution de KOH. Le choix de KOH est basé sur le fait qu'il est un agent activant efficace de microporosité. En fonction des rapports massiques d'imprégnation ($m_{\text{KOH}}/m_{\text{CS}}$), la structure des carbones activés après activation varie : un rapport important favorise la création de microporosité. Dans cette étude, les teneurs massiques d'imprégnation vont de 20,5% à 135%, la teneur en KOH du bain a été variée (2,5 à 15% massique)). Des hydrogels ont été aussi préparés en ajoutant à la solution acide de chitosane un sel métallique (5% en masse par rapport au chitosane introduit), le but étant d'améliorer la tenue mécanique du carbone activé obtenu. Après lavage, les hydrogels ont été activés thermiquement à 700°C sous flux d'azote pendant une heure (rampe de 5°C.min⁻¹, 100 mL.min⁻¹) afin d'obtenir un carbone activé préservant la forme géométrique de l'hydrogel.

Les surfaces spécifiques des carbones activés synthétisés (avec ou sans Cu) varient de 800 à 1150 cm²/g (mesurée par adsorption-désorption de N₂ à 77 K) et sont fonction de la teneur d'imprégnation. En effet, la porosité, et plus particulièrement la microporosité augmente avec l'augmentation de cette teneur. Les matériaux obtenus sont microporeux (\varnothing pores < 2 nm) jusqu'à une teneur en KOH inférieur à 63%. Au-delà, il y a apparition de méso porosité. Pour une teneur à 63%, le volume microporeux, déterminé par adsorption de CO₂ à 273 K est d'environ égale à 0,44 et 0,5 cm³.g⁻¹. Respectivement avec et sans Cu. Des billes de carbone activé, de bonne sphéricité et de taille milli métrique, ont été obtenues pour un rapport d'imprégnation optimal de 63% (Figure 1) au-dessus, la sphéricité et la tenue mécanique diminue avec la création de méso porosité. Les images en microscopie électronique à balayage montrent des carbones avec une porosité multi échelle pour un ratio d'imprégnation de KOH supérieur à 45%. L'analyse élémentaire par spectrométrie EDX, indique la présence, en plus du carbone, d'oxygène et de cuivre sous forme d'oxydes. Les analyses IR permettent de déterminer de manière qualitative la présence de groupe azotés et oxygénés au sein du carbone. Des analyses de tomographie X des billes sont en cours, afin de déterminer la macroporosité, l'inter connectivité des pores ainsi que la tortuosité. Des tests d'absorption de la vapeur et de formaldéhyde sont en cours pour déterminer les capacités d'adsorption de ces matériaux.

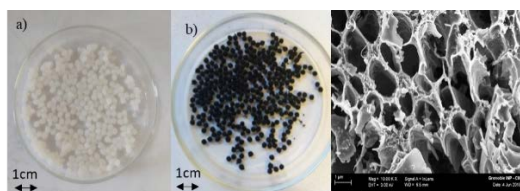


Figure 1. Hydrogels de chitosane a) billes de carbone activé b) vue MEB intérieur d'une bille de carbone activé

Références

- Nasrullah et al. International journal of biological macromolecules 107 (2018) 1792-1799
- Matei Ghimbeu, Luchnikov Microporous and mesoporous materials 263 (2018) 42-52
- Wrobel-Iwaniec et al. International journal of hydrogen energy 40 (2015) 5788-5796
- Pochanavanich, W. Suntornsuk, Lett. Appl. Microbiol. 35 (2002) 17-213

P13. Développement d'un modèle pour la gazéification de grignons d'olive

RUIZ Janett^{a,b,*}, DUCOM Gaëlle^b, TAGUTCHOU Jean-Philippe^c, MÉHU Jacques^{b,c}, CLAUSSE Marc^a

^a Univ Lyon, CNRS, INSA-Lyon, Université Lyon 1, CETHIL, UMR5008

^b Univ Lyon, INSA-Lyon, DEEP, EA7429

20 avenue Albert Einstein, F-69621 Villeurbanne, France

^c PROVADEMSE

66 Boulevard Niels Bohr, F-69100 Villeurbanne, France

Résumé

La gazéification est un procédé de transformation thermo-chimique convertissant un combustible solide en un gaz à fort potentiel énergétique que l'on appelle syngaz. C'est une voie prometteuse pour la valorisation de déchets solides issus de la biomasse. Cependant, malgré d'importants enjeux économiques, industriels et scientifiques liés au développement de la gazéification, plusieurs verrous technologiques liés à la compréhension des mécanismes mis en jeu (réactions chimiques, transferts de chaleur et de matière, phénomènes mécaniques) continuent de freiner le développement de cette filière. En conséquence, il est nécessaire de développer un modèle incluant les caractéristiques du combustible.

Dans les pays producteurs d'huile d'olive, de grandes quantités de déchets solides sont générées comme sous-produits. Ces déchets peuvent affecter l'équilibre économique de la filière en raison des coûts associés à leur élimination et à leur traitement. Ainsi, des procédés destinés à la valorisation énergétique tels que la gazéification représentent une alternative intéressante (Caputo et al., 2003).

L'objectif de ce travail est de proposer un modèle numérique fiable d'un gazéifieur à lit fixe, en utilisant des grignons d'olive comme charge en entrée. Une caractérisation complète des grignons d'olive utilisés a été réalisée (Ducom et al., 2020). Les campagnes expérimentales ont été réalisées dans un réacteur à co-courant de 100 kW (figure 1). Le réacteur est équipé de capteurs de température et de pression. Le débit d'air entrant est également mesuré. La composition du syngaz est analysée par chromatographie.

Le modèle, développé sur COMSOL Multiphysics®, prend en compte les transformations thermo-chimiques et le transport d'espèces ayant lieu dans le gazéifieur. A partir des données expérimentales, le modèle est en cours de validation. La prédiction de la composition du syngaz et des profils de concentration dans le réacteur est en bon accord avec les valeurs expérimentales.

Figure 1. Gazéifieur à lit fixe co-courant



Table 1. Comparaison des résultats numériques et des données expérimentales

Composants syngaz	Expérimental %	Modèle %
H ₂	12.5	9.3
O ₂	1.2	0
N ₂	39.3	43.4
CH ₄	1.7	4.7
CO	14.9	17.4
CO ₂	11.9	14.8
H ₂ O	12.0	10.4
TOTAL	94.3	100

Références

Caputo A.C., F. Scacchia et P.M. Pelagagge, 2003, Appl. Therm. Eng. 23, 197.

Ducom G., M. Gautier, M. Pietraccini, J.P. Tagutchou, D. Lebouil et R. Gourdon, 2020, Renew. Energy 145, 180.

*Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : janett-bianca.ruiz-sanchez@insa-lyon.fr

P14. Utilisation de la spectroscopie Raman pour caractériser et modéliser les propriétés physicochimiques de solutions aqueuses contenant des carbohydrates et polyols

DUMOUILLA Vincent^{1,2}, DUSSAP Claude-Gilles², TOURE Oumar¹, BOIT Baptiste¹

¹ ROQUETTE FRERES, Lestrem, France

² Institut Pascal, Axe GePEB, UMR 6602, Université Clermont Auvergne, CNRS, Sigma Clermont,
4 avenue Blaise Pascal, F-63178 Aubière Cedex.

Résumé : Les mélanges aqueux contenant des carbohydrates et des polyols sont largement utilisés dans l'industrie agroalimentaire pour produire et formuler de nombreux produits alimentaires (e. g. boulangerie, desserts, boissons, etc.). La connaissance des propriétés physicochimiques (activités, propriétés de transport, de sorption, diffusivités, etc.) de ces mélanges est nécessaire pour développer, contrôler, optimiser, extrapoler les procédés de l'industrie alimentaire qui mettent en jeu ce type de solutions aqueuses.

L'objectif de ce travail de recherche est d'utiliser la spectroscopie Raman pour étudier les interactions eau-carbohydrate, eau-polyol, considérant que le dernier progrès technique dans la mise en œuvre de la spectroscopie Raman permet de miniaturiser les dispositifs de mesure tout en conservant la capacité d'une implantation sur ligne c'est-à-dire la capacité de mesures instantanées. Ce travail de thèse se situe dans le cadre de ces développements industriels avec pour objectif d'interpréter les spectres Raman en termes de compréhension des interactions dans les solutions, en particulier des phénomènes d'hydratation qui sont essentiels en solutions aqueuses. De ce point de vue, l'objectif est donc, d'une part de développer des modèles de connaissance sur la compréhension et la métrologie en ligne sur les interactions complexes en solutions aqueuses et, d'autre part, de relier ces propriétés aux propriétés d'équilibre et de formation des solutés présents.

Dans le cadre de cette thèse, l'approche de modélisation thermodynamique utilisée est de type COSMO (**C**onductor Like **S**creening **M**odel). Les modèles COSMO sont basés sur des calculs de chimie quantique qui permettent de simuler de façon relativement simple les interactions électrostatiques entre molécules en solution et de caractériser la non-idéalité des solutions. Les modèles développés sont pertinents pour la caractérisation des équilibres liquide-liquide et liquide-vapeur. Pour utiliser ces modèles il est nécessaire d'établir la structure électronique de la molécule qui dépend de ses atomes et de sa forme géométrique.

Les outils de chimie numérique quantique (Gaussian, Turbomole) permettent de calculer les spectres Raman théoriques d'ensembles de molécules dont la structure tridimensionnelle des molécules est définie. En comparant les spectres Raman expérimentaux et les spectres Raman simulés, il est possible de déterminer la structure théorique des molécules dans l'état d'intérêt (liquide, hydraté) et de l'utiliser dans le modèle thermodynamique.

Les prémices des résultats de modélisation des spectres Raman de l'eau, de carbohydrates (glycerol) à l'état liquide et les spectres Raman expérimentaux de mélanges ternaires seront présentés et interprétés en s'appuyant sur les interactions en solution.

Références :

- M. Starzak and M. Mathlouthi (2003). Food Chemistry, 82(1), 3–22
- E. Wiercigrochet et al. (2017), Spectrochimica Acta, 185, 317–335.
- O.Toure C.G Dussap (2016), Fluid Phase Equilibria 90-104
- O.Toure C.G Dussap A. Lebert (2013), OGST 281-297

*Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : vincent.dumouilla@roquette.com

P15. Réactivité des poudres de Ti-6Al-4V dans différents environnements gazeux à haute température pour des applications dans les procédés de fabrication additive

SIBLANI Mohamad Mahdi, OLLIVIER Maelig, FAVERGEON Loïc

Mines Saint-Etienne, Univ Lyon, CNRS, UMR 5307 LGF, Centre SPIN,
158 cours Fauriel 42023 Saint-Etienne, France

Résumé

L'émergence au niveau industriel de la fabrication additive métallique comme procédé à part entière pour la production et le commerce de pièces à haute valeur ajoutée apporte d'un point de vue scientifique des questionnements nouveaux.

Différentes technologies ont été développées sur la base de la fabrication additive métallique comme par exemple la fusion sélective au laser (SLM) et la fusion par faisceau d'électrons (EBM). Ces deux procédés sont basés sur la fusion locale des poudres préalablement chauffées à 200°C (SLM) et 600°C (EBM) dans une enceinte contrôlée sous atmosphère inerte. Néanmoins, des traces d'impuretés dans cette atmosphère peuvent être présentes durant la fabrication des pièces.

En effet, il a été observé que dans un procédé typique de fabrication additive métallique seule une faible proportion de la poudre est effectivement nécessaire pour la fabrication finale de la pièce : entre 30 et 90 % de la poudre est ainsi mise de côté selon le procédé et la géométrie de la pièce fabriquée. Cependant, cette poudre non utilisée ne conserve pas ses propriétés chimiques et rhéologiques au fil du temps : après un nombre de passages évalué de manière phénoménologique, celle-ci doit être mise au rebut. La réutilisation ou bien le recyclage de cette poudre devient alors un enjeu à la fois économique et écologique pour l'industrie. L'un des verrous de cette problématique se situe sur la réactivité de telles poudres avec leur environnement gazeux.

Le titane est utilisé sous forme alliée pour sa résistance et sa légèreté dans des nombreux domaines tels que l'aéronautique, l'aérospatiale, la chimie, le secteur médical. Parmi les alliages du titane, le Ti-6Al-4V représente 50% du marché mondial, et les poudres de Ti-6Al-4V sont couramment utilisées dans les procédés de fabrication additive. En conséquence, il est nécessaire de comprendre l'interaction entre ces poudres et leur environnement gazeux. Malgré les nombreuses études sur la corrosion du Ti-6Al-4V, la majorité de celles-ci portent sur le Ti-6Al-4V massif (Du, 1994). En revanche, peu d'études ont été consacrées à la corrosion de poudres de Ti-6Al-4V et l'effet de la géométrie et des dimensions des grains sur les cinétiques de corrosion (Pijolat, 2018).

Dans le but de comprendre et de modéliser la cinétique de corrosion de ces poudres, l'effet des différents paramètres thermodynamiques, i.e. la température et les pressions partielles d'oxygène et d'azote, ainsi que l'effet du temps ont été étudiés. Des expériences en thermobalance en condition isotherme et isobare ont été réalisées dans une gamme de température allant de 600 à 750°C pour des pressions partielles d'oxygène entre 0 et 20 hPa et d'azote entre 0 et 80 hPa. Des caractérisations physico-chimiques des échantillons en cours de corrosion et des produits de corrosion obtenus ont aussi été réalisées. Les résultats ont notamment mis en évidence la formation d'une double couche d'oxyde constituée de TiO₂ (couche interne) et de Al₂O₃ (couche externe) avec une croissance préférentielle du TiO₂. De plus, un effet bénéfique de la présence d'azote dans l'atmosphère a été observé.

Références :

H. L. Du, P. K. Datta, D. B. Lewis, J. S. Burnell-Gray, Corrosion Science, vol. 36, n° 4, p. 631-642, avr. 1994.
M. Pijolat, L. Favergeon, in Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry, vol. 6, Elsevier, 2018, p. 173-212.

Mots clés : Ti-6Al-4V; poudre ; corrosion haute température; fabrication additive

P16. Récupérer les ressources de l'eau par traitement par filtres plantés de roseaux

MACIEJEWSKI Kevin^{a,b}, GAUTIER Mathieu^a, BANC Camille^a, KIM Boram^a, KANIA Manon^a, GOURDON Rémy^a

^aUniv Lyon, INSA Lyon, EA 7429, 20 Av. Albert Einstein, 69621 Villeurbanne cedex, France

^bSCIRPE Centre-Est, 5 Allée Alban Vistel, 69110 Sainte Foy Lès Lyon, France

kevin.maciejewski@insa-lyon.fr

Résumé

L'activité humaine et son développement sont sources de contraintes importantes sur notre environnement. Cet impact d'origine anthropique doit être maîtrisé et limité pour éviter toutes formes de dégradation des milieux naturels. Outre l'épuisement des ressources qui en résulte, les impacts sur la biodiversité, la qualité des milieux physiques, et les équilibres climatiques sont devenus critiques (Ripple et al., 2017). Les rejets anthropiques peuvent être considérés comme des ressources alternatives mais sont cependant susceptibles de contenir des fractions ou substances indésirables voire dangereuses au regard de l'utilisation envisagée. Ainsi par exemple, si les eaux usées domestiques et les boues issues de leur épuration contiennent des nutriments utiles, elles renferment aussi des micropolluants. Des procédés appropriés doivent donc être développés pour le traitement des rejets anthropiques tout en valorisant des éléments de ressource.

C'est dans ce contexte global que s'inscrit le système de traitement par Filtres Plantés de Roseaux (FPR). Ce procédé est constitué d'une succession de massif filtrant de différentes granulométries permettant de retenir en surface les matières en suspension des eaux usées. Le dépôt de surface joue un rôle capital dans le fonctionnement du procédé, puisqu'il participe aux processus de minéralisation et d'humification de la matière organique (Kania et al., 2018). De plus, ce dépôt est aussi un piège pour le phosphore contenu dans les eaux usées (Kim et al., 2014). En revanche, si le carbone et le phosphore sont retenus dans les boues, le comportement de l'azote est très différent. Majoritairement sous la forme ammoniacal et organique dans les eaux usées brutes, l'azote subit une série de dégradations métaboliques l'amenant à subsister sous forme de nitrates, solubles et directement biodisponible.

Cette étude porte sur le devenir des nutriments et des micropolluants au sein de plusieurs ouvrages de FPR français. Il a été montré que, en plus de jouer son rôle principal d'épurateur, ce procédé basé sur la nature (Nature Based Solution) génère deux types de sous-produits exploitables comme ressource : les boues de surface à forte teneur en matière organique et en phosphore, et les eaux traitées contenant de l'azote nitrique résiduel

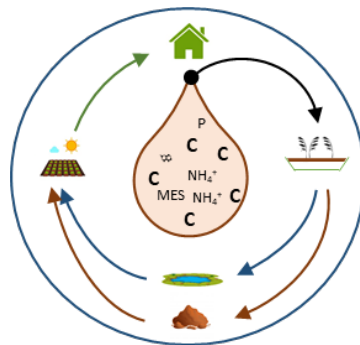


Figure 1 : Concept d'économie circulaire appliqué au traitement des effluents domestiques par filtre planté de roseaux avec récupération des boues de surface pour l'épandage et réutilisation des eaux traitées.

Références

- Kania, M., Gautier, M., Michel, P., Gourdon, R. Study of aggregation in surface sludge deposits from 14 full-scale French constructed wetlands using particle size distribution and dynamic vapor sorption analyses. *Water Sci. Technol.*, 2018, 77 (1), 79 - 90.
- Kim, B., Gautier, M., Prost-Boucle, S., Molle, P., Michel, P., Gourdon, R. (2014) Performance evaluation of partially saturated vertical-flow constructed wetland with trickling filter and chemical precipitation for domestic and winery wastewaters treatment. *Ecol. Eng.*, 71, 41–47.
- Ripple, W.J., Wolf, C., Newsome, T.M., Galetti, M., Alamgir, M., Crist, E., Mahmoud, M.I., Laurance, W.F. (2017) World Scientists' Warning to Humanity: A Second Notice. *BioScience*. 67, 1026–1028.

P17. Use of steam explosion to produce microfibrillated cellulose from *Posidonia Oceanica* waste

M. KHADRAOUI^{a,b}, R. KHIARI^{c,d}, N. BROSSE^e, L. BERGAOUT^b, E. MAURET^a

^aUniv. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LGP2, F-38000 Grenoble, France

^bNational Institute of Applied Science and Technology, BP 676, 1080, Tunis Cedex, Tunisia

^cUniversity of Monastir, Faculty of Sciences, UR13 ES 63 - Research Unity of Applied Chemistry & Environment, 5000 Monastir, Tunisia.

^dHigher Institute of Technological Studies of KsarHellal, Department of Textile-Tunisia.

^eUniversité de Lorraine, Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur le MAteriau Bois, Faculté des Sciences et Technologies, BP 70236, 54506 Vandoeuvre-lès-Nancy Cedex, France

Résumé

Posidonia oceanica (leaves and balls) is the dominant sea grass in the Mediterranean Sea. This biomass has great potential for use as a novel lignocellulosic material on an industrial scale. In this approach, the valorisation of this marine biomass was carried out by preparing a bio-based and a renewable material namely: microfibrillated cellulose (MFC). First, the fibres were isolated by delignification-bleaching process, followed by refining and Tempo-mediated oxidation to facilitate the further nanofibrillation. In this study, Tempo-oxidized MFC were produced using an energy efficient process: the steam explosion (SE). The prepared MFC were compared to the Tempo-oxidized MFC produced by grinding (Masuko Supermasscolloider). Then the efficiency of the combination of Tempo-mediated oxidation and steam explosion was discussed. To this purpose, the produced MFC were characterized by several techniques such as optical microscopy, atomic force microscopy, transmission electron microscopy, MorFi analysis, tensile test, and turbidity. We determined a quality index to evaluate the quality of MFC, Q.I* (Demaisons et al., 2017):

$$QI^* = 0.30 * x_1 - 0.03 * x_2 - 0.071 * x_3^2 + 2.54 * x_3 - 5.35 * \ln(x_7) + 59.9$$

where x_1 represents the nanosized fraction (%), x_2 the turbidity (NTU), x_3 the Young's modulus (GPa), and x_7 the average microparticle size (μm^2). MFC with a width between 25 and 35 nm, close to those obtained with MFC grinded by Masuko, were produced by the steam explosion. The degree of polymerization and crystallinity showed that the SE degrades the fibers less than the supermasscolloider grinder. Then, to better understand the microfibrillation effect of the SE, refined fibres (chemically untreated) were exploded. The obtained results prove the potential of steam explosion, as an ecofriendly process and good alternative for the production of microfibrillated cellulose.

Table 1. Charaterization of the produced MFC and values of the quality index QI (a : Posidonia balls ; b : Posidonia leaves ; c : steam explosion)*

	Macro size (μm^2)	Nanosized fraction (%)	Turbidity (NTU)	Young's modulus E (GPa)	QI*
PB ^a Tempo + SE ^c	10,7 ± 6,5	81,8 ± 4,8	213,0 ± 15,0	8,8 ± 0,4	83,8 ± 5,0
PB ^a Tempo + SE ^c	14,7 ± 12,8	76,4 ± 3,8	199,6 ± 7,6	7,4 ± 0,3	78,8 ± 5,2
PL ^b Tempo + Masuko	16,2 ± 9,5	85,6 ± 4,3	235,4 ± 5,0	11,5 ± 0,2	85,1 ± 4,1
PL ^b Tempo + Masuko	24,2 ± 16,9	85,4 ± 3,5	248,8 ± 9,7	12,0 ± 0,5	82,9 ± 4,6

Reference

Desmaisons J., Boutonnet E., Rueff M., Dufresne A., Bras J., 2017, A new quality index for benchmarking of different cellulose nanofibrils, *Carbohydr Polym*, 174, 318–329.

P18. Modeling intragranular transport in a catalytic reactor: Descriptors and representation of the porous structure

Gabriel LEDEZMA^{ab}, Jan VERSTRAETE^a, Loic SORBIER^a,
Damien LEINEKUGEL-LE COCQ^a, Elsa JOLIMATRE^a, Christian JALLUT^b

^a IFP Energies nouvelles, Rond-point de l'échangeur de Solaize, BP 3, 69360 Solaize, France

^b Univ Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, LAGEPP UMR 5007
43 boulevard du 11 novembre 1918, Villeurbanne, F-69100, France

Résumé

Understanding how transport phenomena and chemical reactions within porous catalysts are affected by the texture of the support opens the door to optimizing the catalyst performance. New and more rigorous heterogeneous models for chemical reactor design could be created by accounting explicitly for the phenomena occurring at the pore scale. To model porous catalysts structures several approaches can be found in literature (Wang 2016; Ye et al. 2017). The solid can be modeled starting from its genesis or directly from its final conformation. Considering the second approach, it is possible to classify the most common models able to produce clusters statistically representative at the mesoscopic scale in three categories: Image Reconstruction Models, Grain Based Models, and Pore Network Models. In this work, the impact of the porous structure of gamma-alumina catalyst supports on mass transfer phenomena in non-reactive and reactive systems is studied. The representation of the alumina support is based on Ferreira's work (Ferreira et al. 2017), in which a network of interconnected cylindrical pores is created by means of a stochastic assembly algorithm. By using a hierarchical network, Ferreira (Ferreira et al. 2017) was able to computationally generate several pore network structures whose textural and transport properties matched those obtained experimentally in Kolitcheff's work (Kolitcheff 2017). The objective is now to further constrain the number of possible structures by generating a network that allows representing experimental results obtained from different characterization techniques. Nitrogen porosimetry is such a characterization technique that delivers quantitative and qualitative information about the porous structure by using theoretical and empirical models. Pore size distribution, pore volume, and surface area are some of the textural properties that can be estimated using this technique. Hence, a simulation algorithm for nitrogen porosimetry was developed that accounts for the capillary phenomena occurring within the porous network during the characterization, and that is able to reproduce experimental sorption-desorption results obtained for alumina catalyst supports.

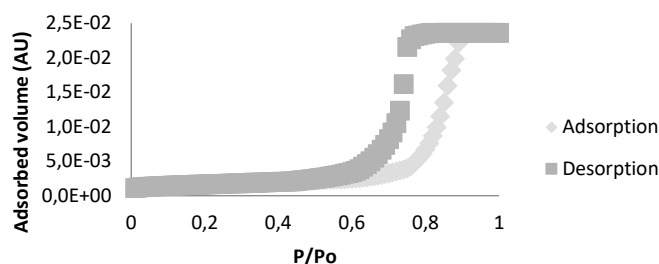


Fig1. Computational Nitrogen Porosimetry Isotherm performed on a 3D regular network of 3E6 pores.

References

- Wang H., 2016, Morphological Modelling and Transport Properties of Mesoporous Alumina. Materials. PSL Research University.
Ye G., Sun Y., Zhou X., Zhu K., Zhou J., Coppens M.O., 2017, Method for generating pore networks in porous particles of arbitrary shape, and its application to catalytic hydrogenation of benzene, Chemical Engineering Journal, Volume 329, pp. 56-65.
Ferreira S., Verstraete J., Jolimaitre E., Leinekugel-le-Cocq D., Jallut C., 2017, Random porous network generation and 1D mass transfer simulation for gamma-alumina supports, Computer-Aided Chemical Engineering, 40, Part A, 91-96.
Kolitcheff S., 2017, Approche multitechnique des phénomènes de diffusion en hydrotraitement de distillats. Université de Lyon.

P19. CO₂ hydrogenation into liquid hydrocarbons on a K-Fe/Al₂O₃ catalyst

PANZONE Carlotta^{a,b,*}, PHILIPPE Régis^b, CHAPPAZ Alban^a, VANOYE Laurent^b, NIKITINE Clémence^b,
BENGAOUER Alain^a et FONGARLAND Pascal^b

^aLaboratoire Echangeurs-Réacteurs (LER), LITEN, CEA Grenoble
17 Avenue des Martyrs, 38000 Grenoble, 38000 (France)

^bUniversité de Lyon, Laboratoire de Génie des Procédés Catalytiques (LGPC) UMR 5285, CNRS/CPE Lyon/UCBL
43 Bd du 11 novembre 1918, Villeurbanne, 69616 (France)

Résumé

In the context of the decarbonisation of the economy sector, the CO₂ utilisation for the production of fuels and chemicals is gaining lot of interest, as it also represents a solution for the intermittent renewable power storage. Research on CO₂ hydrogenation towards hydrocarbons is mainly focused on the development of a suitable catalyst. Alkali-promoted Fe-catalysts have been identified as significantly active. (Kim et al., 2006; Hwang et al., 2001) However, only few studies exist about the kinetics of this reaction and its modelling. (Riedel et al., 2001)

In this work, a suitable catalyst for the CO₂ hydrogenation towards liquid HCs has been synthesized and its catalytic performances are studied with the aim to understand the kinetics of the reaction and to develop a fairly detailed mathematical model. The global objective is the design of an efficient Compact Heat Exchange Reactor (CHER) structured at the milli-scale.

The catalyst used in this work is a K-Fe/Al₂O₃, synthesized by wet impregnation of an alumina support. After ex-situ reduction of the catalyst, a milli-fixed-bed reactor was filled up with the reduced catalyst and the reaction was conducted at 300°C, with a GHSV of 2000 NmL/g_{cat}h, a H₂/CO₂ molar ratio of 3 and pressure in the range 10-20 bar.

The results of the preliminary catalytic tests are reported in Table 1 and show that the catalyst is adequately stable and presents an activity comparable to other similar reported Fe-K catalysts. The catalyst is able to convert CO₂ to an extent of 20-30%, with CO and HCs selectivity of 40% and 33%, respectively. Low olefins are the most abundant product, but the presence of olefinic and paraffinic chains until 30 carbon atoms has been observed, as well as aromatics, alcohols, carboxylic acids, aldehydes and ketones. The weight distribution of linear olefins and paraffins appears to follow a bimodal ASF distribution, with values of alpha in the range reported in literature (α_2 for C₁₁-C₃₀ fraction is around 0.80). (Kim et al., 2006; Riedel et al., 2001).

Table 1. Results of the CO₂ hydrogenation.

x _{CO2}	S _{CO}	S _{HC}	HC distribution [% mol]						
			CH ₄	C ₂ -C ₄	C ₅₊	Oxygenated	C ₂ -C ₄ =	C ₂ -C ₄ -	Olefins
18%	40%	33%	32%	51%	10%	8%	44%	7%	52%

These results are globally in accord with published data, in terms of CO₂ conversion and product distribution. (Kim et al., 2006; Hwang et al., 2001) Further investigation will be made in order to study the effect of K/Fe ratio and the influence of different operating parameters (such as T, p, GHSV and H₂/CO₂ ratio).

Références

- Hwang, J. S., K.-W Jun et K.-W. Lee, 2001, Appl. Catal. A: General 208.
Kim, J.-S., S. Lee, S.-B. Lee, M.-J. Choi et K.-W. Lee, 2006, Catalysis Today, 115, 1-4.
Riedel, T., G. Schaub, K.-W. Jun et K.-W. Lee, 2001, Ind. Eng. Chem. Res. 40, 5.

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : Carlotta.PANZONE@cea.fr

P20. Étude expérimentale et modélisation de la cohésion d'un lit de particules

ROUABAH Maroua^{a*}, BOURGEOIS Sandrine^a, BRIANÇON Stéphanie^a et COGNÉ Claudia^a

^aUniv Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, LAGEPP UMR 5007

43 boulevard du 11 novembre 1918, F-69100, VILLEURBANNE, France

Résumé

La granulation humide est un procédé qui consiste en la transformation de particules de poudres fines en agglomérats de tailles plus importantes appelés granulés. Une solution de liant est ajoutée au mélange de poudres provoquant ainsi leur croissance par la formation de ponts liquides. Ce processus est très courant en pharmacie, avec comme exigence une bonne qualité du produit fini. C'est donc une opération à la fois simple mais complexe nécessitant une bonne maîtrise du procédé (Suresh et al., 2017).

En vue de s'intéresser à ce procédé complexe, une étude préliminaire expérimentale et numérique a été réalisée sur la caractérisation de poudres cohésives.

Expérimentalement, des séries de granulation humides ont été faites dans un granulateur de laboratoire à fort taux de cisaillement « Glatt – TMG 1/6 ». Deux poudres modèles ont été sélectionnées, la cellulose microcristalline (MCC Spheres 100) et le lactose monohydraté (FlowLac100). Le liant est une solution de PVP K30 (Polyvinylpyrrolidone) à 3%.m dissout dans l'eau. Les granulés des différents lots ont été caractérisés (granulométrie, forme et aptitude à l'écoulement). L'analyse des résultats a permis de définir les paramètres opératoires optimaux et de conclure que la MCC est le produit modèle à utiliser à l'étude numérique.

Numériquement, la modélisation par éléments discrets (DEM) est choisie pour modéliser le procédé. La méthode de calcul est basée sur la théorie de contact de Hertz-Mindlin (Fischer-Cripps, 1999). Elle consiste en la détermination des mouvements individuels de chaque particule qui résulte de l'ensemble des interactions avec les autres particules. Une première étape a consisté à ajuster les coefficients de frottement statique des particules de lactose et de MCC non granulées par des mesures de l'angle de repos. Par ailleurs, la modélisation de la formation des granulés nécessite un modèle de cohésion. Le plus couramment utilisé est le modèle JKR (Johnson-Kendall-Roberts) qui consiste à introduire des forces attractives sur les portions de surfaces en contact (Kendall, 1971). Afin de pouvoir valider le modèle JKR, des mesures d'angle de repos et de cinétique de tassement par volumétrie sur la poudre granulée de lactose et de MCC ont été réalisées expérimentalement et numériquement.

L'objectif à court terme est de finaliser la validation du modèle JKR. A moyen terme, des tests numériques et expérimentaux de granulation seront réalisés pour comparer les cinétiques de croissance des granulés. Enfin, l'étude de la granulation humide sera approfondie numériquement afin de comprendre l'influence des paramètres opératoires et sécuriser le changement d'échelle.

Références

- Fischer-Cripps, A.C., 1999. The Hertzian contact surface. *J. Mater. Sci.* 34, 129–137.
Kendall, K., 1971. The adhesion and surface energy of elastic solids. *J. Phys. Appl. Phys.* 4, 1186–1195.
Suresh, P., Sreedhar, I., Vaidhiswaran, R., Venugopal, A., 2017. A comprehensive review on process and engineering aspects of pharmaceutical wet granulation. *Chem. Eng. J.* 328, 785–815.

* Maroua ROUABAH : maroua.rouabah@univ-lyon1.fr

P21. Conception et caractérisation thermique d'un réacteur à induction pour la pyro-gazéification de déchets solides

SOSA SABOGAL Oscar^{a*}, VALIN Sylvie^a, THIERY Sébastien^a, et SALVADOR Sylvain^b

^a Univ. Grenoble Alpes, CEA, LITEN, DTBH, L2CS
17 rue des Martyrs, Grenoble, 38000, France

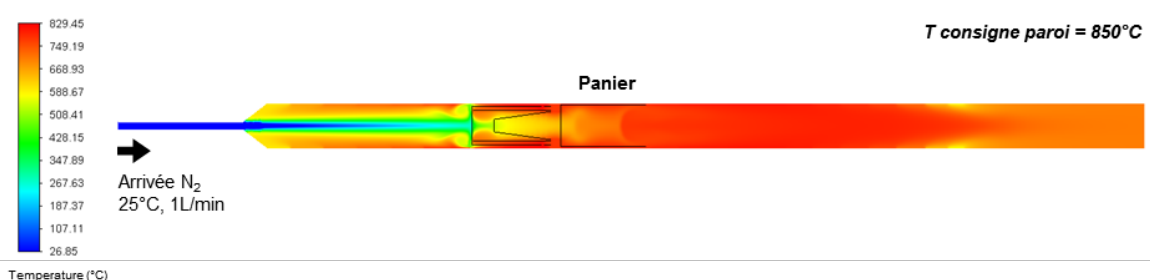
^b Centre RAPSODEE, Mines – Albi, CNRS UMR 5302
Allée des sciences, Albi, 81000, France

Résumé

Certaines fractions des déchets solides ne pouvant être réutilisées ou recyclées, mais avec un pouvoir calorifique élevé (>10MJ/kg) sont cependant mises en décharge. Les CSR (Combustibles Solides de Récupération) sont des mélanges de plastiques, papiers, textiles, et élastomères, issus de gisements variés (industries, ordures ménagères, collectivités). Ces combustibles solides peuvent être valorisés énergétiquement par gazéification, produisant ainsi un gaz de synthèse utilisable en cogénération (chaleur et électricité) ou pour la synthèse de carburants liquides ou gazeux. Les réactions prédominantes et la distribution des produits sont déterminées par les conditions de fonctionnement du réacteur (température, vitesse de chauffe, temps de séjour) (Baggio et al., 2009).

Afin d'améliorer la compréhension de la conversion thermochimique des déchets solides, des matériaux « modèles » (polymères plastiques, papier, ...) supposés être représentatifs de fractions de CSR ont été identifiés et caractérisés. Un dispositif à petite échelle (échantillon de quelques g) a été conçu pour se rapprocher des conditions de gazéification dans un lit fluidisé. La configuration du réacteur permet d'atteindre des vitesses de chauffe importantes (≈ 100 °C/s), un temps de séjour du gaz d'environ 2 secondes, et une température jusqu'à 850°C. Le rendement et la distribution des principales espèces gazeuses (CO, CO₂, CH₄, C₂H₄ et H₂) sont suivis par des analyseurs (μ GC, FTIR). Les résidus solides et les goudrons sont collectés, pesés et analysés dans le but d'obtenir des bilans massiques et élémentaires bouclés.

Pour caractériser la réponse thermique du système (constitué d'un réacteur tubulaire chauffé par induction), plusieurs essais avec des matériaux inertes ont été effectués dans différentes conditions de fonctionnement. Les données expérimentales ont été comparées aux résultats d'une simulation CFD, qui a permis de caractériser le profil de température du gaz et de l'échantillon. L'ensemble du système a été discrétisé à l'aide d'une géométrie 2D-axymétrique (Fig. 1).



Les résultats obtenus dans ce nouveau dispositif serviront pour l'élaboration d'un modèle visant à prévoir la nature et le rendement des produits de gazéification en fonction des caractéristiques initiales des matériaux modèles, pour ainsi aider à la conception et à la mise en œuvre de réacteurs pouvant fonctionner avec des déchets divers.

Références

Baggio, P., Baratieri, M., Fiori, L., Grigiante, M., Avi, D., & Tosi, P. (2009). Experimental and modeling analysis of a batch gasification/pyrolysis reactor. *Energy Conversion and Management*, 50(6), 1426-1435.
<https://doi.org/10.1016/j.enconman.2009.03.004>

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : oscar.sosasabogal@cea.fr

P22. Etude du captage du carbone dans le traitement des eaux usées par procédé "A"

GUTHI Raja^{a*}, BUFFIERE Pierre^b, GILLOT Sylvie^a, et CHAZARENC Florent^a

^aIrstea UR REVERSSAL 5 rue de la Doua, Villeurbanne

^bINSA DEEP 11, rue de la physique, Batiment Carnot, Villeurbanne

Résumé

L'objectif de ce projet est de mettre au point un procédé de traitement des eaux usées permettant de valoriser ses ressources. Le procédé à boues activées est le plus utilisé en épuration des eaux usées. Malgré ses avantages, il reste énergivore (0,7-2,6 kWh/kg DCO éliminé) pour éliminer les matières organiques qui pourraient être valorisées. Plusieurs technologies peuvent être proposées pour parvenir à cet objectif. Le Procédé-A est une forme de boues activées à très forte charge qui est caractérisée par un temps de séjour et un âge de boues très court (respectivement 30 minutes et < 1 jour) (Jimenez et al. 2015). Ces modes d'opération à très forte charge permettent de capter la matière organique par assimilation et biosorption et réduisent la minéralisation donc l'emploi d'oxygène donc d'énergie. Les boues produites, plus riches en matière organique, sont ainsi dirigées vers la digestion anaérobie pour la production de biogaz. On arrive à transformer jusqu'à 40% de la matière organique en entrée de la station sous forme de CH₄ par rapport à 10-15% pour une station classique. Néanmoins, peu d'études existent sur le Procédé-A à pleine échelle et aucune sur des eaux usées domestiques n'ont été réalisées en France. Dans ce contexte, le suivi des performances épuratoires et des processus mis en œuvre au sein d'un pilote de laboratoire (Figure 1) sont mis en œuvre pour mieux caractériser ce procédé. Les fractions de la matière organique dans les eaux usées sont solubles, colloïdales et particulaires et varient en quantités et en proportions au cours du temps et de la saison. Les mécanismes de captage par biosorption dont les interactions entre les substances polymériques extracellulaires (EPS) et la matière organique colloïdale sont peu étudiées. La compréhension de ces mécanismes permet d'optimiser les processus et de prévoir les performances du système à grande échelle grâce à la modélisation. Le Procédé-A est identifié comme un technologie clé au sein de développement de StaRRE – Station de Récupération de Ressources en Eaux, une solution durable face au changement climatique.

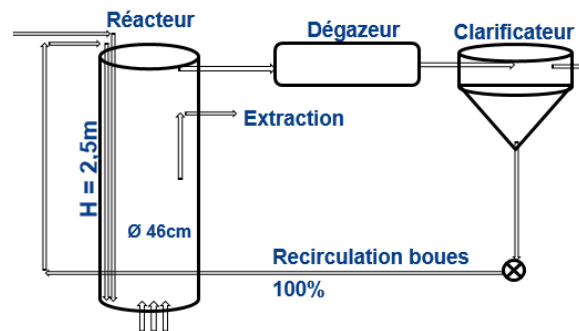


Figure 1 Schéma système continue - procédé-A

Références

Jimenez, Jose, Mark Miller, Charles Bott, Sudhir Murthy, Haydee De Clippeleir, and Bernhard Wett. 2015. "High-Rate Activated Sludge System for Carbon Management - Evaluation of Crucial Process Mechanisms and Design Parameters." *Water Research* 87: 476–82. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.07.032>.

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : raja-sekhar.guthi@irstea.fr

P23. Biométhanation du syngaz, étude cinétique et mise en œuvre à l'échelle pilote

FIGUERAS Julie^{a*}, BENBELKACEM Hassen^a, DUMAS Claire^b, PALMADE Stéphane^c et BUFFIERE Pierre^a

^aUniv Lyon, INSA Lyon, DEEP (Déchets Eaux Environnement Pollutions), EA 7429,
69621 Villeurbanne cedex, France

^bTBI, Université de Toulouse, CNRS, INRA, INSA,
31077 Toulouse CEDEX 04, France

^cENOSIS
31100 Toulouse Occitanie, France

Résumé

La biométhanation est le processus biologique de conversion du dihydrogène et du monoxyde de carbone ou du dioxyde de carbone en méthane par des micro-organismes anaérobies. Plus résistante aux impuretés dans le gaz et plus simple à mettre en œuvre que la méthanation catalytique (qui nécessite de hautes gammes de température et pression), elle peut, par exemple, être utilisée pour valoriser le CO₂ issu d'unités de méthanisation dans une logique de Power to Gas ou pour convertir le syngaz issu de la pyro-gazéification de résidus.

Le syngaz est un mélange de gaz (N₂, H₂, CO, CO₂) aux proportions variables en fonction du procédé de gazéification, des conditions opératoires et du type d'intrants. Ces paramètres influent aussi sur les types et les quantités de composés mineurs (H₂S, NH₃, goudrons...) présents dans le syngaz, qui peuvent entraîner des phénomènes d'inhibition sur les micro-organismes (Xu et al., 2011). D'autre part, il a été observé que le CO peut aussi être inhibiteur (Sancho Navarro et al., 2016). Dans le contexte de la biométhanation, le gaz doit être transféré dans le liquide contenant les micro-organismes, ce qui représente une étape limitante.

Bien que quelques études se soient penchées sur la biométhanation de H₂, CO, CO₂ en continu (Asimakopoulos et al., 2019), il n'existe pas à notre connaissance d'étude de la biométhanation d'un syngaz produit à partir de pyro-gazéification, ni de l'inhibition par des composés mineurs de ce syngaz. C'est donc l'objectif du travail présenté, via plusieurs problématiques : l'optimisation du procédé de biométhanation afin d'obtenir de hautes productivités de méthane, la caractérisation du transfert gaz-liquide et l'étude de l'impact des composés mineurs du syngaz sur la biologie.

Dans le cadre de cette étude, un pilote de laboratoire de 12 L a été conçu pour fonctionner en continu à 4 bars et 55°C. Le transfert gaz-liquide est opéré par l'agitation en continu et par le bullage du gaz via un fritté, ainsi que par le fonctionnement sous pression. Le choix de fonctionner en conditions thermophiles est lié à la plus grande activité des micro-organismes ainsi qu'au plus grand taux de croissance des méthanogènes dans cette gamme de températures, par rapport aux conditions mésophiles. Après caractérisation du transfert gaz-liquide, le pilote fonctionnera en continu avec des gaz synthétiques, en proportions similaires à certaines compositions de syngaz. L'objectif est d'adapter ainsi un consortium microbien opérationnel, puis de coupler le pilote de biométhanation à un pyro-gazéifieur.

Références

- Asimakopoulos, K., Gavala, H.N., and Skiadas, I.V. (2019). Biomethanation of Syngas by Enriched Mixed Anaerobic Consortia in Trickle Bed Reactors. *Waste Biomass Valorization*.
- Sancho Navarro, S., Cimpoia, R., Bruant, G., and Guiot, S.R. (2016). Biomethanation of Syngas Using Anaerobic Sludge: Shift in the Catabolic Routes with the CO Partial Pressure Increase. *Front. Microbiol.* 7.
- Xu, D., Tree, D.R., and Lewis, R.S. (2011). The effects of syngas impurities on syngas fermentation to liquid fuels. *Biomass Bioenergy* 35, 2690–2696.

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : julie.figueras@insa-lyon.fr

P24. Étude de la déformation et de la rupture de bulles dans les milieux biologiques et alimentaires : impact sur la taille et le transfert de matière

SANOGO Boubakar^{a4*}, MARCATI Alain^a, VIAL Christophe^a

^aInstitut Pascal, Génie des Procédés, Energétique et Biosystèmes, Université Clermont Auvergne – Clermont-Ferrand, FRANCE

Résumé

La forme et la taille des bulles revêtent une importance considérable dans la formation de mousses ainsi que pour le transfert gaz/liquide dans un bioréacteur. Que ce soit dans le procédé de foisonnement ou lors de l'aération d'un bioréacteur, les bulles sont sujettes à des déformations pouvant mener à leur rupture. Dans une base moussante ou un milieu de culture, protéines, sucres, sels ou corps gras peuvent se fixer à l'interface gaz/liquide et modifier profondément la déformation et le phénomène de rupture de bulles, ainsi que le transfert de matière gaz/liquide.

L'objectif de cette thèse est donc de mieux comprendre ce qu'il se passe à l'échelle de la bulle, voire de l'interface, afin d'interpréter et modéliser les résultats observés à l'échelle macroscopique du procédé. En particulier, la finalité des travaux sera d'identifier l'impact respectif d'une substance tensioactive (type, concentration), du type d'écoulement (cisailant, élongationnel), et du comportement rhéologique (newtonien, rhéofluidifiant) sur la déformation et la rupture des bulles, ainsi que sur le transfert de matière.

Le travail consistera principalement en une étude expérimentale utilisant des méthodes de mécanique des fluides et d'analyse d'image. En effet, à partir d'un dispositif de visualisation de la déformation/rupture en écoulement cisailant conçu lors de la dernière thèse sur le sujet, il s'agira de concevoir un dispositif expérimental complémentaire à l'existant permettant de générer des écoulements simples et de suivre la déformation 3D de bulles sous contrainte jusqu'à la rupture dans les mêmes milieux complexes représentatifs des systèmes alimentaires et biologiques. A partir des résultats obtenus et des propriétés physico-chimiques de la phase continue et du tensioactif, il s'agira *in fine* d'obtenir un modèle explicatif voire prédictif des modifications des contraintes à la rupture et du transfert de matière qui pourra être comparé aux données disponibles dans les fermenteurs et les outils de foisonnement.

⁴ * Auteur à qui la correspondance devrait être adressée : boubakar.sanogo@uca.fr

P25. Adaptation de méthodes de mesure rhéologique pour la caractérisation de biomasse traitée par méthanisation en voie sèche : Coulabilité et rhéologie

Manuel Alejandro HERNANDEZ-SHEK^{1,2,3}, Laura ANDRÉ², Stéphane MOTTELET², Philippe PEULTIER³,
André PAUSS¹ et Thierry RIBEIRO^{2*}

¹ Easymetha, France

² EA 7519 Transformations & Agro Ressources, UniLaSalle, France

³ EA 4297 TIMR UTC/ESCOM, Alliance Sorbonne Université, Université de technologie de Compiègne, France

Résumé

La méthanisation en voie sèche est un procédé anaérobie dans lequel la biomasse à une concentration élevée en solides (> 15 %) est dégradée jusqu'à l'obtention d'un biogaz riche en biométhane et d'un digestat à forte valeur ajoutée pour l'agriculture. La rhéologie concerne l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière (plasticité, viscosité, élasticité) lors qu'une contrainte lui est appliquée. La compréhension de propriétés rhéologiques est essentielle pour le dimensionnement, la conception et la modélisation des procédés de traitement et valorisation de la biomasse. Étant donné l'hétérogénéité des matrices biologiques et la présence de particules grossières (> 5 cm), l'utilisation de rhéomètres conventionnels ne convient pas pour des milieux biologiques comme le fumier et les ordures ménagères, alors que pourtant, la détermination de leurs propriétés rhéologiques a été identifiée comme l'un des verrous scientifiques importants pour le développement de la méthanisation en voie sèche pour des procédés en continu et en semi-continu (André et al., 2018).

Dans cette étude, deux méthodologies pour l'analyse de la coulabilité du béton et une pour l'analyse structurale des sols ont été adaptées et calibrées pour l'analyse rhéologique du fumier à longues fibres au cours de sa dégradation anaérobie ; ce qui a conduit à la conception et à la construction d'outils de caractérisation à des échelles de taille compatible avec la structure et la nature des substrats visés. La première de ces méthodologies correspond au test d'effondrement ou « Slump Test », dans lequel un échantillon est placé dans un conteneur cylindrique (9 L). Lorsque le conteneur est retiré, l'échantillon s'effondre par gravité. La hauteur finale de la matière est liée au seuil d'écoulement (Fig 1) (Garcia-Bernet et al., 2011). La deuxième méthodologie testée concerne le « L-Box » ou consistomètre (type Bostwick), constituée d'une boîte rectangulaire en PVC munie d'une vanne type guillotine, laquelle est ouverte promptement, l'échantillon s'écoulant alors de façon horizontale. La troisième et dernière méthodologie, la boîte de Casagrande (ou boîte de cisaillement) (15 L), est constituée de deux demi-boîtes rectangulaires superposées et indépendantes suivant un plan horizontal qui correspond au plan de cisaillement (Fig. 3). La méthode permet de déterminer la cohésion, l'angle de frottement et la coulabilité du fumier. Ces outils ont été utilisés et validés pour des substrats mis en œuvre dans la méthanisation en voie sèche. Il apparaît que selon la rhéologie apparente de l'échantillon, les échantillons sont mieux caractérisés par le slump-test et la L-box pour un comportement viscoplastique et par la boîte de Casagrande pour un comportement viscoélastique.

Références

- André, L., Pauss, A., Ribeiro, T., 2018. Solid anaerobic digestion: State-of-art, scientific and technological hurdles. *Bioresour. Technol.* 247, 1027–1037. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.09.003>
- Garcia-Bernet, D., Loisel, D., Guizard, G., Buffière, P., Steyer, J.P., Escudé, R., 2011. Rapid measurement of the yield stress of anaerobically-digested solid waste using slump tests. *Waste Manag.* 31, 631–635. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2010.12.013>

*Correspondance : thierry.ribeiro@unilasalle.fr, +33 (0)3 44 06 76 11

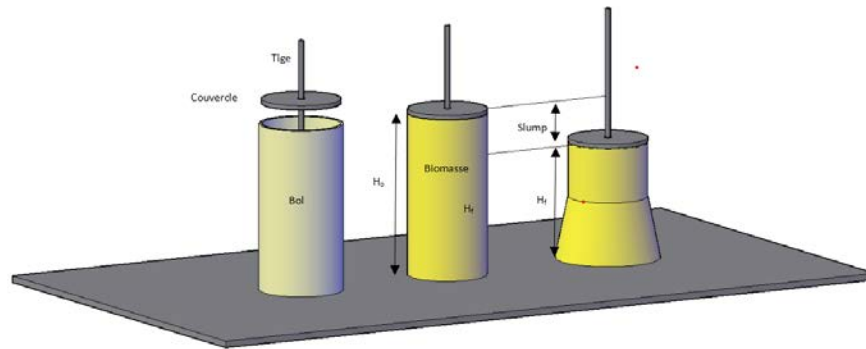


Figure 1. Schéma du « Slump test » - Remplissage et effondrement de la biomasse

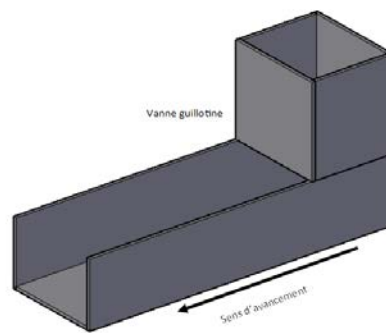


Figure 2. Schéma du « L-Box »

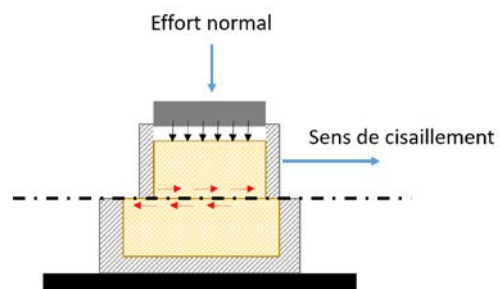


Figure 3. Schéma de la boîte de cisaillement.

P26. Data Analysis et System Dynamic Modeling : Deux procédés pour éclaircir les boîtes noires en hydrologie

PASCOLETTI Yvan^a, GRAILLOT Didier^a, PARAN Frédéric^a

^aUMR CNRS 5600 EVS - École des Mines de Saint-Etienne
158 Cours Fauriel, 42023 Saint-Etienne

Résumé

Les hydrosystèmes peuvent être assimilés à des boîtes noires qui transforment un signal d'entrée (pluies) en signal de sortie (débits). L'opacité de ces systèmes est un obstacle qui complique les démarches de quantification de la ressource en eau. La connaissance du signal d'entrée et du signal de sortie à l'aide de données peut néanmoins être utilisée pour clarifier les processus internes aux hydrosystèmes. Les techniques d'analyses statistiques permettent ainsi d'identifier les caractères transmissifs ou capacitifs des hydrosystèmes (Mangin 1984). Quant à la modélisation des systèmes dynamiques, elle permet de reconstituer les processus inhérents aux hydrosystèmes et de simuler leur fonctionnement (Fleury 2005). Ces procédés sont donc particulièrement pertinents dans le cas de formations anisotropes, c'est-à-dire dans lesquelles les écoulements semblent erratiques. En l'occurrence, ils ont été appliqués avec succès à deux formations : un massif karstique et une zone humide. La structure karstique en question se situe dans le département du Gard (30), elle correspond au plateau de Méjannes-le-Clap et borde la rivière Cèze. Les analyses statistiques ont permis d'identifier plusieurs sous-systèmes qui présentent un intérêt en termes de ressource hydrique. La zone humide se situe en Isère (38), il s'agit de la tourbière du col du Luitel. Dans ce cas de figure, les données de débits étaient manquantes, il a néanmoins été possible de reconstituer le complexe à l'aide d'un modèle de système dynamique. Ce modèle a par ailleurs permis d'avancer une estimation des débits sortant en situation d'étiage du cours d'eau attenant.

Figures et Tableaux

Figures

La figure suivante présente le schéma conceptuel du modèle réalisé pour simuler le fonctionnement de la tourbière du col du Luitel.

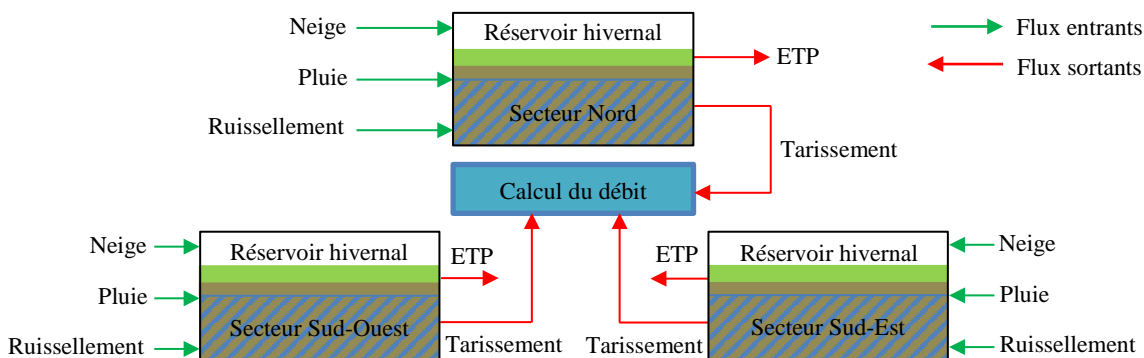


Figure 2. Schéma conceptuel du modèle de la tourbière du col du Luitel

Références

- Fleury P., 2005, Sources sous-marines et aquifères karstiques côtiers méditerranéens. Fonctionnement et caractérisation. Sciences de l'environnement. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI.
- Mangin, A., 1981, Utilisation des analyses corrélatoire et spectrale dans l'approche des systèmes hydrologiques. CR Acad. Sci. Paris 293, 401-404.

PRIX DE THESE CODEGEPRA 2019
(thèses soutenues en 2018)

**Cristallisation à l'équilibre et hors équilibre d'hydrates mixtes de gaz
: Mesures PVTx et modélisation thermodynamique**

Saheb MAGHSOODLOO BABAKHANI

Centre SPIN - MINES Saint-Etienne

Directeurs de thèse : Dr. Jean-Michel Herri (jean-michel.herri@mines-stetienne.fr)

Dr. Baptiste Bouillot (baptiste.bouillot@mines-stetienne.fr)

Résumé / présentation du travail

Les hydrates de gaz sont des composés solides non stœchiométriques de molécules de gaz et d'eau. Ils jouent un rôle important en "flow-assurance", dans des pipelines pétroliers, mais aussi dans d'autres domaines d'application. En effet, ils peuvent fournir des solutions techniques innovantes dans différents domaines comme le traitement de l'eau, le stockage et le transport de l'énergie, ou la séquestration du dioxyde de carbone.

Contrairement à la plupart des données de la littérature sur les hydrates mixtes de gaz, qui fournissent uniquement des données de température-pression-composition gaz (PTy), cette étude fournit également la composition, le volume, la capacité de stockage, la densité de la phase hydrate, ou encore le nombre d'hydratation et la conversion d'eau. En effet, les hydrates de gaz mixtes ont été étudiés expérimentalement non seulement à l'équilibre, mais aussi pendant la cristallisation dans des conditions non équilibrées. Les expériences ont été réalisées dans trois réacteurs à haute pression (volume de 1 à 2400 cm³). Les données expérimentales ont été obtenues par différentes techniques analytiques telles que la chromatographie en phase gazeuse (GC), la chromatographie ionique (IC) et la spectroscopie Raman. En outre, un modèle thermodynamique, basé sur la méthode de van der Waals et Platteeuw avec le potentiel de Kihara, a été utilisé.

Les résultats montrent que, lors d'une cristallisation rapide, le volume d'hydrate augmente de jusqu'à 69% selon le mélange gazeux. De plus, la capacité de stockage diminue avec l'augmentation de la vitesse de cristallisation. Une analyse par spectroscopie RAMAN a mis en évidence la coexistence de structures I et II pour un mélange CO₂/C₃H₈. De plus, un nouvel ensemble de paramètres Kihara pour le propane, basé sur une cristallisation lente, a été obtenu avec succès et comparé à la littérature. En conclusion, la vitesse de cristallisation influence significativement le procédé de formation d'un hydrate mixte. L'utilisation d'un flash thermodynamique, combinant thermodynamique et bilan de matière, montre bien qu'une cristallisation lente est nécessaire pour satisfaire l'équilibre thermodynamique, et donc augmenter la capacité de stockage, et optimiser les procédés hydrate. Enfin, les concepts présentés dans cette étude pourraient avoir un impact significatif sur les applications des hydrates dont l'équilibre thermodynamique est essentiellement pris en compte.

Mots clés

Clathrate hydrates, cristallisation, équilibre de phases, thermodynamique hors équilibre, spectroscopie Raman, calculs flash

Publications in peer-reviewed journals

- Maghsoodloo Babakhani, S., Bouillot, B., Douzet, J., Ho-Van, S., Herri, J.M., 2018. PVTx measurements of mixed clathrate hydrates in batch conditions under different crystallization rates: influence on equilibrium. *Journal of Chemical Thermodynamics*. 122, 73–84.
- Maghsoodloo Babakhani, S., Bouillot, B., Douzet, J., Ho-Van, S., Herri, J.M., 2018. A new approach of studying mixed gas hydrates involving propane at non-equilibrium conditions and final state: An experimental study and modeling. *Journal of Chemical Engineering Science*. 179, 150–160.
- Maghsoodloo Babakhani, S., Bouillot, B., Ho-Van, S., Douzet, J., Herri, J.-M., 2018. A review on hydrate composition and capability of thermodynamic modeling to predict hydrate pressure and composition. *Fluid Phase Equilibria*. 472, 22–38.
- Ho-Van, S., Bouillot, B., Douzet, J., Maghsoodloo Babakhani, S., Herri, J.M., 2018. Experimental measurement and thermodynamic modeling of cyclopentane hydrates with NaCl, KCl, CaCl₂, or NaCl-KCl present. *AIChE Journal*. 64, 2207-2218.
- Ho-Van, S., Bouillot, B., Douzet, J., Maghsoodloo Babakhani, S., Herri, J.M., 2018. Implementing Cyclopentane Hydrates Phase Equilibrium Data and Simulations in Brine Solutions. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 57(43), 14774-14783.
- Ho-Van, S., Bouillot, B., Douzet, J., Garcia, D., Cameiro, A., Maghsoodloo Babakhani, S., Herri, J.M., 2019. Crystallization Mechanisms and Rates of Cyclopentane Hydrates Formation in Brine. *Chemical Engineering & Technology, in press* (DOI: 10.1002/ceat.201800746).
- Maghsoodloo Babakhani, S., Ho-Van, S., Bouillot, B., Douzet, J., Herri, J.M., 2019. Phase equilibrium measurements and modelling of mixed cyclopentane and carbon dioxide hydrates in presence of salts. Submitted to *Chemical Engineering Science*. Manuscript Number: CES-D-19-01320.

International Conferences

- Maghsoodloo Babakhani, S., Ho-Van, S., Bouillot B., Douzet, J., Herri, J.M. Four phase equilibrium conditions of cyclopentane/carbon dioxide binary hydrate in brine solutions: A potential application in water desalination. The 25th international conference on industrial crystallization, Rouen, France. September 2018.
- Maghsoodloo Babakhani, S., Bouillot B., Herri, J.M. A new experimental and modelling study on non-equilibrium crystallization of mixed gas hydrates involving hydrate volume and composition. The 10th World Congress of Chemical Engineering, Barcelona, Spain. October 2017.
- Maghsoodloo Babakhani, S., Bouillot B., Herri, J.M. A new approach of experimental and modelling study of mixed gas hydrates under non-equilibrium conditions. 16ème Congrès de la Société Française de Génie des Procédés, Nancy, France. July 2017.
- Maghsoodloo Babakhani, S., Bouillot B., Herri, J.M. Influence of the crystallization rate on the mixed hydrates: experimental and modelling work. The 9th International Conference on Gas Hydrates, Denver, Colorado USA. June 2017.
- Ho-Van, S., Bouillot B., Douzet, J., Maghsoodloo Babakhani, S., Herri, J.M. Phase Equilibrium Data of Cyclopentane Hydrates in Saline Systems of Na₂SO₄-H₂O, MgCl₂-H₂O, MgCl₂-NaCl-H₂O, and MgCl₂-NaCl-KCl-H₂O: Experimental and Modelling. The 25th international conference on industrial crystallization, Rouen, France. September 2018.
- Ho-Van, S., Bouillot B., Douzet, J., Maghsoodloo Babakhani, S., Herri, J.M. Morphological Study of Cyclopentane Hydrates in Saline Water for Desalination Application. The 25th international conference on industrial crystallization, Rouen, France. September 2018.



**Pilote de station d'épuration
implanté dans le hall de recherche
de la Feyssine**

*(Lyon Métropole/Trstea-INRAE UR
REVERSAAL, crédit photo)*

Pilote de lyophilisation implanté au LAGEPP

(Univ. Lyon, CNRS, CPE Lyon, UCB Lyon 1)

(LAGEPP, crédit photo)



**COmité de DEveloppement du
GEnie des Procédés en Rhône-Alpes Auvergne**

Siège : LGP2 / Grenoble INP-Pagora
461, rue de la Papeterie – CS 10065
38402 Saint-Martin-d'Hères Cedex

Tél : 33 (0)4 76 82 69 00

Fax : 33 (0)4 76 82 69 33

E-mail : codegepra@pagora.grenoble-inp.fr

Site web: <http://pagora.grenoble-inp.fr/codegepra>



Association régie par la loi de 1901