



Organisé avec le partenariat de :



Et avec le soutien de :



Auvergne
Rhône - Alpes



Avant-Propos / Remerciements

Chers adhérents, chers participants,

2024 marque une nouvelle étape dans nos rencontres scientifiques annuelles. Après les éditions précédentes qui ont encore mis en lumière la diversité et la richesse de notre discipline, c'est cette année à Lyon, au cœur de notre belle région AURA, que nous nous retrouvons pour une journée scientifique qui s'annonce passionnante et dynamique. Comme tous les cinq ans, cette étape lyonnaise nous propose un programme alléchant à tous points de vue.

Cette édition, coorganisée magnifiquement par le LAGEPP et soutenue par ses partenaires CPE Lyon, l'École Doctorale Chimie de Lyon, l'Institut Carnot Ingénierie@Lyon et le pôle de compétitivité Axelera, est le témoin d'un bel engagement collectif pour faire avancer le GP.

Deux conférences plénières exploreront des thématiques d'actualité : "Sur la place de la CFD dans l'industrie chimique", présentée par Thomas Boucheres (Arkema), et "Régulation de l'humidité dans l'air à l'aide de matériaux mésoporeux", animée par Elsa Jolimaître et Melaz Tayakout (Sosponge / LAGEPP). Ces interventions mettront en lumière des problématiques clés et des solutions innovantes en lien avec notre belle discipline.

L'édition 2024 met également à l'honneur les travaux de nos jeunes chercheurs, avec trois sessions de communications orales et des sessions posters qui leur permettront, de partager leurs avancées et d'échanger avec la communauté. Une fois n'est pas coutume, deux prix de thèse CODEGEPRA-SFGP Sud Est seront remis cette année. Le premier ira à Laura Reyes pour sa thèse intitulée "Valorisation de la liqueur noire par distillation réactive et catalyse hétérogène" et effectuée au CP2M ; le second sera attribué à Simone Braccio pour son travail, mené au LOCIE, sur "l'étude numérique et expérimentale d'un cycle combiné de production de froid et d'électricité basé sur la technologie à absorption $\text{NH}_3/\text{H}_2\text{O}$ ". Ces prix récompensent des contributions exceptionnelles à notre discipline.

Enfin, ce rendez-vous est l'occasion de consolider les liens entre doctorants, chercheurs, industriels et enseignants-chercheurs de la région Sud-Est, et de réfléchir ensemble au rôle central du génie des procédés face aux défis énergétiques et climatiques.

Cette édition 2024 marque aussi le démarrage d'une belle aventure. En effet, en 2026 sera organisée le congrès de la SFGP à Clermont Ferrand, congrès pour lequel l'association et notre communauté régionale joueront un rôle central.

Nous vous remercions chaleureusement pour votre participation active et votre contribution à la vitalité de notre communauté scientifique. Nous espérons que cette journée, riche en échanges, vous apporte pleine satisfaction. Je tiens à remercier l'équipe du LAGEPP, en particulier Melaz Tayakout et Nouredine Lebaz, pour leur organisation de la journée scientifique.

Fabrice GROS
Président du CODEGEPRA

Table des matières

Avant-Propos / Remerciements	1
Programme prévisionnel	4
Conférences plénières.....	5
Sur la place de la CFD dans l'industrie chimique.....	5
Réduction de la consommation d'énergie pour la régulation de l'humidité dans les bâtiments	6
Prix de thèse CODEGEPRA 2024	7
Valorisation de la liqueur noire par distillation réactive et catalyse hétérogène	7
Prix de thèse CODEGEPRA 2024	8
Etude numérique et expérimentale d'un cycle combiné de production de froid et d'électricité basé sur la technologie à absorption NH ₃ /H ₂ O	8
Communications des chercheurs non permanents.....	9
P1 - Caractérisation et optimisation d'un réacteur multiphasique à lit élastique	10
P2 - Densification des boues activées par hydrocyclones – Optimisation du procédé à l'aide de la modélisation	11
P3 - Compréhension et optimisation des mécanismes d'adsorption du chlorure de lithium par la bayérite lithiée.....	12
P4 - Captage et valorisation du CO ₂ par un procédé continu de carbonatation des gravats de béton.....	13
P5 - Adaptation d'un pilote de fonctionnalisation de surface des papiers pour la fonctionnalisation d'une anode de batterie.....	14
P6 - Similitude de l'effet de l'énergie volumique ultrasonore sur les transferts thermiques et de matière ...	15
P7 - Étude expérimentale des lois de frottements au sein d'un écoulement soumis aux ultrasons	16
P8 - Méthodologie d'études des hétérogénéités de fonctionnement d'une pile à combustible PEMFC de grande taille.....	17
P9 - Modeling in microfluidics to assess kinetic constants of CO ₂ capture solvents.....	18
P10 - Préparation d'émulsions doubles dans un réacteur agité : étude expérimentale et modélisation par bilans de population	19
P11 - Etude, modélisation et commande d'un photobioréacteur pilote à dilution du flux solaire.....	20
P12 - Modélisation par bilan de population de la préparation des émulsions : analyse d'incertitude et de sensibilité paramétrique	21
P13 - Détermination des paramètres biocinétiques de la biométhanation du gaz de synthèse	22
P14 - Système de détection de couches parasites par mesure de résistance thermique locale	23
P15 - Séchage des <i>Saccharomyces cerevisiae</i> par atomisation et lyophilisation	24
P16 - Système Laccase/Médiateurs pour la biodégradation des antibiotiques en bioréacteur intensifié.....	25
P17 - "mRNA-loaded lipid nanoparticles (LNP-mRNA) preparation process and CFD-based scale-up"	26
P18 - Cinétique réactionnelle de la conversion hydrothermale.....	27
P19 - Experimental data analysis at steady-state of an ammonia-water Generator-Absorber Heat-Exchange (GAX) absorption machine	28
P20 - Intensification du procédé de synthèse de méthanol à partir de CO ₂ /H ₂ par couplage réaction-sorption des produits.....	29
P21 - Recyclage du PET : Compréhension du rôle des impuretés sur le procédé de cristallisation du monomère BHET	30
P22 - Lixiviation des éléments des terres rares à partir du phosphogypse dérivé des minerais phosphatés magmatique et sédimentaire.....	31
P23 - Comportement des matériaux réfractaires sous atmosphères hydrogénées pendant la réduction directe des minerais de fer.....	32

P24 - Caractérisation et fonctionnalisation d'internes structures innovants pour l'optimisation des colonnes de distillation thermiquement intégrées : impact sur le transfert thermique.....	33
P25 - Comparaison de performance en hydrotraitement des pyrolysats de pneu pour la production des carburants	34
P26 - Efficacité énergétique des bioprocédés - Etude du couplage entre l'immobilisation de biocatalyseurs et la structuration de milli réacteurs pour la synthèse enzymatique en flux continu.....	35
P27 - From Leaf to Canopy: Scaling Plant Growth Models for Space	36
P28 - Investigating Heat and Mass Exchange Between a Leaf Replica and Its Environment in Microgravity Conditions	37
P29 - Dévoiler le rôle du fer dans la réaction d'oxydation de l'urée catalysée par le nickel.....	38
P30 - Les formations en Génie des Procédés au service de la filière H ₂	39
P31 - Impact of Hydroxide Electrolyte Concentration and Flow Rate on Anion-Exchange-Membrane Water Electrolyzer Performance	40
P32 - Rôle des phases colloïdales dans le transport des contaminants dans les eaux pluviales urbaines : approche par ultrafiltration.....	41
P33 - Etude numérique du comportement de la poudre dans un tambour tournant et un convoyeur à vis ..	42
P34 - Modélisation multi-échelle des procédés intensifiés de photooxygénation	43
P35 - Visualisation ex situ et in situ du colmatage colloïdal sur les membranes de filtration pour les procédés de dessalement	44
P36 - Développement d'une méthode de visualisation et de quantification du transfert d'hydrogène en phase aqueuse	45

Programme prévisionnel

9h00 : Mot d'accueil

9h05 : 1^{ère} conférence plénière animée par Thomas Boucheres d'Arkema **sur la place de la CFD dans l'industrie chimique.**

9h30 : Présentation de l'Institut Carnot Ingénierie@Lyon, Eric Zamai

9h55 : Communications orales des non permanents (1^{ère} session)

11h00 : Pause-café - poster

11h15 : Remise du prix de thèse 2024 à Laura Reyes pour son travail sur **la valorisation de la liqueur noire par distillation réactive et catalyse hétérogène**

11h40 : Communications orales des non permanents (2^{ème} session)

12h30 : Buffet et séance posters

14h00 : 2^{ème} conférence plénière, Elsa Jolimaître et Melaz Tayakout (Sosponge/LAGEPP) : **Réduction de la consommation d'énergie pour la régulation de l'humidité dans les bâtiments**

14h25 : Communications orales des non permanents (3^{ème} session)

15h15 : Remise du prix de thèse 2024 à Simone Braccio pour **l'étude numérique et expérimentale d'un cycle combiné de production de froid et d'électricité basé sur la technologie à absorption NH₃/H₂O**

15h40 : Pause-café - poster

16h00 : Assemblée générale du CODEGEPRA

16h30 : Remise des prix poster/communication orale

16h45 : Fin de la journée

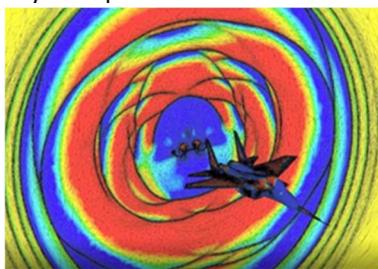
Conférences plénières

Sur la place de la CFD dans l'industrie chimique

BOUCHERES Thomas

Arkema, Centre de Recherche Rhone-Alpe (CRRA), 69310, Oullins-Pierre-Bénite

La CFD (acronyme de Computational Fluid Dynamic, a.k.a Mécanique des Fluides Numérique) est sortie des laboratoires académiques il y a maintenant plusieurs décennies. Des premiers calculs sur carte perforée au calcul intensif actuel dans le cloud, elle s'est petit à petit fait une place de choix dans les processus décisionnels de plusieurs industries de premier plan : de l'aérospatial à l'automobile en passant par la prospection pétrolière, nombreux sont les domaines à avoir bénéficié de l'essor de cette discipline et de sa capacité à prédire certains phénomènes hydrodynamiques fondamentaux.



Mais alors quid de son usage dans l'industrie chimique, souvent appelée – à juste titre – « l'industrie de l'industrie » ?

Où l'on imaginerait aisément qu'elle joue un rôle a priori majeur pour toutes les questions afférentes au génie des procédés, thématique consubstantielle à cette industrie s'il en est...



Au travers une sorte de crash cours CFD mêlant exemples industriels et problématiques techniques fort spécifiques, nous nous appliquerons à montrer que la situation est en réalité autrement plus nuancée !

Que la CFD reste encore aujourd'hui un des parents pauvres de l'industrie chimique.

Qu'il y a un certain nombre de « bonnes » raisons à cet état de fait.

Et qu'il y a tout autant de bonnes raisons à ce que les choses changent demain.

Références

Jakobsen, H. A. (2008). Chemical reactor modeling. Multiphase Reactive Flows.

Fox, R. O. (2003). Computational models for turbulent reacting flows.

Morel, C. (2015). Mathematical modeling of disperse two-phase flows.

Bakker, A. (2008). Lectures on Applied Computational Fluid Dynamics.

Réduction de la consommation d'énergie pour la régulation de l'humidité dans les bâtiments

JOLIMAITRE Elsa^a, TAYAKOUT Melaz^{a,b*}

^aSo Sponge, Axel'One Campus, 5 avenue Gaston Berger 69100 Villeurbanne

^bUniv Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, LAGEPP UMR 5007, F-69100 Villeurbanne

L'humidité de l'air est une préoccupation majeure pour la plupart des locaux d'habitation, de stockage ou de production industrielle, car des niveaux d'humidité mal contrôlés entraînent une dégradation des biens et une perte de confort pour les occupants. La société So Sponge, issue d'un brevet de l'UCBL, propose d'utiliser des matériaux adsorbants mésoporeux pour contrôler le niveau d'humidité tout en réduisant la consommation d'énergie par rapport aux procédés existants.

Matériaux et principe de fonctionnement

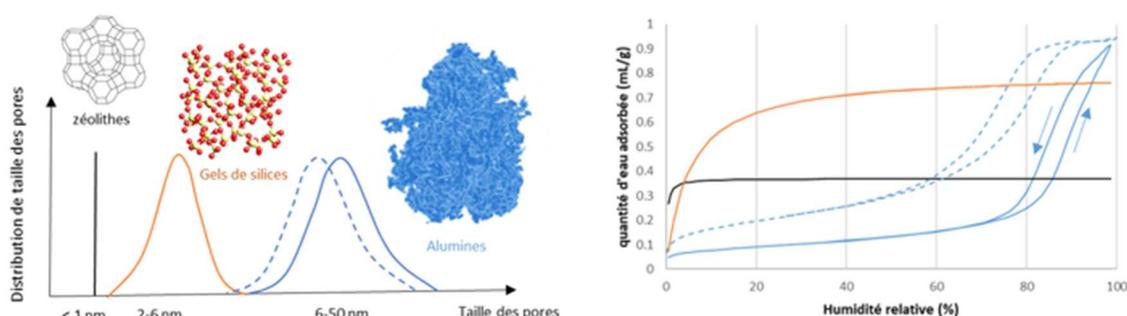


Figure 1. Structure poreuse et isothermes d'adsorption des matériaux So Sponge (en bleu) et des matériaux concurrents (en noir et orange)

Le réseau poreux des matériaux mésoporeux So Sponge (cf. Fig.1) est constitué de pores nanométriques à forte connectivité. La capacité d'adsorption se situe essentiellement au-delà de 60% d'humidité relative (HR), ce qui permet d'effectuer la régénération avec de l'air ambiant et donc avec très peu d'apport externe d'énergie.

Résultats

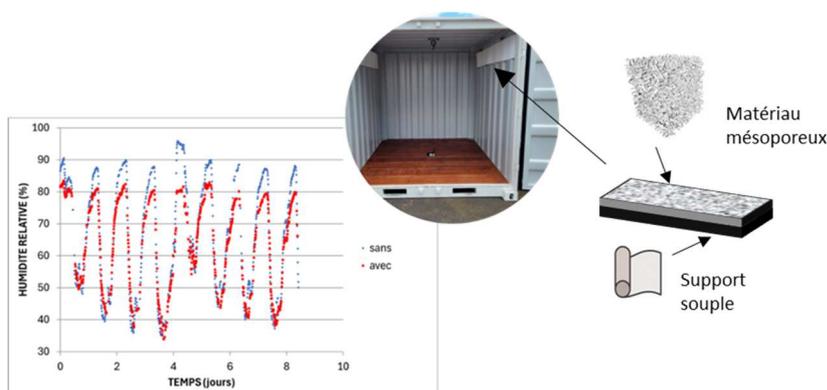


Figure 2. Ecrêtage des pics d'humidité dans un container

La figure 2 illustre la capacité des tissus So Sponge, fabriqués par enduction de poudre sur des supports textiles, à éviter la condensation dans des locaux fermés au cours des cycles thermiques jour/nuit.

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : melaz.tayakout-fayolle@univ-lyon1.fr

Prix de thèse CODEGEPRA 2024

Valorisation de la liqueur noire par distillation réactive et catalyse hétérogène

REYES Laura

Docteur de l'Université Claude Bernard Lyon 1

Les acides carboxyliques sont des molécules plateformes importantes pour la chimie fine, les arômes et les polymères. Leur synthèse dépend généralement de dérivés ou de procédés pétrochimiques qui nécessitent beaucoup d'énergie. Afin de garantir une production plus durable à long terme, de nombreuses ressources alternatives et renouvelables ont été étudiées, l'une de ces alternatives consistant à récupérer les acides carboxyliques présents dans la liqueur noire (black liquor, BL). Ces produits chimiques sont générés en tant que sous-produits lors de l'étape de cuisson du procédé de Kraft et sont ensuite brûlés avec les autres composés contenus dans la BL pour générer de l'énergie. Néanmoins, compte tenu de la grande quantité entrant dans l'unité, un surplus d'énergie est fréquemment produit ; par conséquent, la récupération des acides et leur utilisation ultérieure comme matière première renouvelable pourraient potentiellement être considérées comme une avancée dans la valorisation des déchets. Dans ce contexte, ce travail concerne la valorisation de la fraction acide carboxylique de la Kraft BL par distillation catalytique réactive.

Parmi les composés représentatifs de la BL, les acides lactique et glycolique ont été pris comme molécules modèles. En raison de la non-volatilité et de la thermo dégradation des acides, ils doivent être transformés en leurs esters respectifs pour être récupérés par distillation. Pour cela, la cinétique de la réaction modèle, l'estérification, a été élucidée avec un composant autocatalytique et un composant hétérogène avec TiO₂-WOX comme catalyseur dans un réacteur batch avec de l'éthanol comme second réactif. Chaque réaction a d'abord été étudiée séparément, puis les deux acides ont été étudiés dans un milieu mixte. Il a été conclu que les réactions ne sont pas inhibitrices et la compétition a été écartée car il était possible de décrire de manière satisfaisante le comportement cinétique en mélange avec les paramètres obtenus individuellement. De plus, ciblant un processus de distillation réactive (DR), la structuration du catalyseur a été étudiée, avec des mousses à cellules ouvertes actives robustes comme garnissage innovant pour la DR. Les mousses ont été testées de manière satisfaisante dans un réacteur batch et une colonne DR. Une étude paramétrique de la DR a permis d'élucider l'influence du débit d'alimentation, de la composition de l'alimentation, du taux de reflux et de la charge de catalyseur dans l'estérification de l'acide glycolique avec l'éthanol. Cela a permis de trouver des paramètres optimisés pour étudier ultérieurement un système modèle avec les deux acides et une forte teneur en eau dans le milieu. Les résultats expérimentaux ont permis le développement d'une simulation réalisée dans ProSim, partiellement représentative du système étudié. Enfin, un système de prétraitement de la Kraft BL a été développé pour son utilisation directe dans la colonne DR. De la même manière, des tests Batch ont été préalablement réalisés, ce qui a permis de démontrer l'efficacité du catalyseur étudié (TiO₂-WOX) dans la production d'esters d'éthyles, lactiques et glycoliques, à partir de la BL prétraitée, aboutissant finalement à l'étude de la DR catalytique.

Les résultats de cette thèse ont été valorisés sous la forme de 5 communications orales à des congrès internationaux, 5 participations sous forme de communication orale à des journées scientifiques au niveau national, 4 posters scientifiques présentés aux niveaux national et international et 5 publications dont 3 publiées et 2 en cours de rédaction/soumission.

Prix de thèse CODEGEPR 2024

Etude numérique et expérimentale d'un cycle combiné de production de froid et d'électricité basé sur la technologie à absorption NH₃/H₂O

BRACCIO Simone

Docteur de l'Université Savoie Mont Blanc

Les systèmes à absorption, jusqu'à présent une technologie de niche, se prêtent bien à la valorisation d'énergie à basse température pour la production de froid. Les scientifiques se sont intéressés à l'amélioration des performances des systèmes de refroidissement tri-thermes (utilisant de la chaleur pour fonctionner) en combinant les cycles à absorption et les cycles de puissance. Ainsi, les performances du système sont améliorées par la production simultanée d'électricité et de refroidissement. En outre, un système à absorption combiné produisant de la réfrigération et de l'électricité pourrait être mieux adapté pour répondre à différents types de besoins, en fonctionnant en mode de production d'électricité seul ou réfrigération seul, ou dans des modes de fonctionnement intermédiaires produisant des ratios différents des deux productions.

Le travail mené dans cette thèse concerne l'étude expérimentale et numérique d'un cycle de production combiné de froid et d'électricité basé sur la technologie des machines à absorption utilisant de la chaleur à basse température (80-150°C).

L'architecture est celle d'une machine à absorption ammoniac-eau simple étage, auquel est intégrée une ligne de production d'électricité, comprenant une turbine pour la production de travail mécanique, en parallèle à la ligne de production de froid.

Une synthèse des principaux cycles thermodynamiques existants pour la production de froid et d'électricité a d'abord été dressée. Les machines à absorption et les cycles organiques de Rankine sont identifiés comme des technologies matures et efficaces et leur combinaison est envisagée pour atteindre des rendements plus élevés et augmenter la flexibilité opérationnelle. Sur la base de cette constatation, le développement d'un prototype a été entrepris en intégrant une turbine axiale à action dans une machine à absorption existante. Les caractéristiques très particulières de la turbine ainsi que l'architecture simplifiée du cycle à absorption rendent ce prototype unique. Malgré les difficultés rencontrées dans le développement du système, les premiers résultats expérimentaux ont été obtenus, donnant des informations importantes sur le fonctionnement du cycle. Les données expérimentales du prototype ont également été utilisées pour le développement de modèles numériques fiables. D'abord, un modèle détaillé de la machine à absorption a été développé, en utilisant des efficacités des échangeurs de chaleur, modélisé en utilisant des paramètres de fonctionnement adimensionnels, et ajusté sur les résultats expérimentaux. Ensuite, un modèle 1D gaz réel de turbine est développé. Ce modèle inclut une description de l'expansion supersonique dans l'injecteur et un modèle simplifié des pertes dans le rotor dont les coefficients ont été ajustés sur la base de simulations CFD réalisées sur la turbine. Des tests expérimentaux sur la turbine avec des fluides autres que l'ammoniac ont prouvé que le modèle est robuste et applicable à différents fluides de travail. Le modèle de la turbine a été intégré dans le modèle du cycle à absorption et utilisé pour effectuer une analyse paramétrique sur les conditions de fonctionnement. En particulier, puisqu'il y a deux produits utiles différents, une attention particulière a été accordée à l'étude du cycle d'un point de vue exergétique. La méthode de l'analyse exergo-économique a donc été utilisée pour calculer séparément le coût de chaque produit généré, comprendre le processus de formation des coûts et optimiser le système dans sa globalité. Finalement, les possibilités d'amélioration du système sont traitées. En particulier, sa mise à l'échelle et variations d'architecture qui pourraient augmenter sa flexibilité sont examinées. Parmi celles-ci, la possibilité d'intégrer un éjecteur dans le système a été considérée, en développant un modèle détaillé d'éjecteur et en le couplant au mode de cycle complet.

P1 - Caractérisation et optimisation d'un réacteur multiphasique à lit élastique

TRICAS Laura, FONGARLAND Pascal, PHILIPPE Régis et EDOUARD David

CP2M, Université Lyon 1, CNRS, CPE, 4 Rue Victor Grignard, 69100 Villeurbanne

L'intensification des procédés représente un défi majeur dans les systèmes multiphasiques où l'efficacité du procédé dépend souvent de la performance du réacteur et des phénomènes physiques impliqués, en particulier les transferts de chaleur et de masse. Pour améliorer les transferts gaz-liquide, plusieurs technologies sont couramment employées, comme les réacteurs à colonnes à bulles (BCR), les réacteurs à lits ruisselants (TBR), ainsi que l'utilisation de garnissage structurés (mélangeurs statiques, mousses à cellules ouvertes) ou d'opérations périodiques (réacteurs à siphon, à lit rotatif, OBR). Cependant, ces solutions peuvent être difficiles à mettre en œuvre et ne sont pas toujours adaptées aux écoulements de fluides complexes.

Dans ce contexte, nous proposons l'étude d'une « nouvelle famille » de réacteurs récemment décrite dans la littérature : le réacteur à lit élastique (Elastic Foam-bed Reactor, EFR).

Les propriétés élastiques des mousses sont exploitées à l'aide d'un vilebrequin relié à un piston, il entraîne une modification in-situ du lit à garnissage grâce à des cycles de compression et de détente des mousses (Fig.1). Ce mouvement permet d'assurer une bonne efficacité de mélange malgré une faible vitesse liquide. Le réacteur combine deux méthodes connues pour l'intensification des procédés multiphasiques : un support de garnissage structuré et des conditions opératoire dynamique.

Pour caractériser le réacteur en écoulement contre-courant gaz-liquide, une méthodologie expérimentale est mise en place pour mesurer trois paramètres effectifs : la rétention liquide, la perte de charge et le transfert gaz-liquide. Chacun des paramètres est évalué pour deux modes de fonctionnement du réacteur : (i) le mode lit fixe (Fixed Foam-bed Reactor, FFR) dans lequel les mousses ne subissent pas de cycle de compression/détente et (ii) le mode lit dynamique (fréquence du vilebrequin : 1Hz, amplitude : 3cm), Fig.1, a.

Cette approche comparative permet d'analyser l'efficacité de l'EFR par rapport à un système FFR

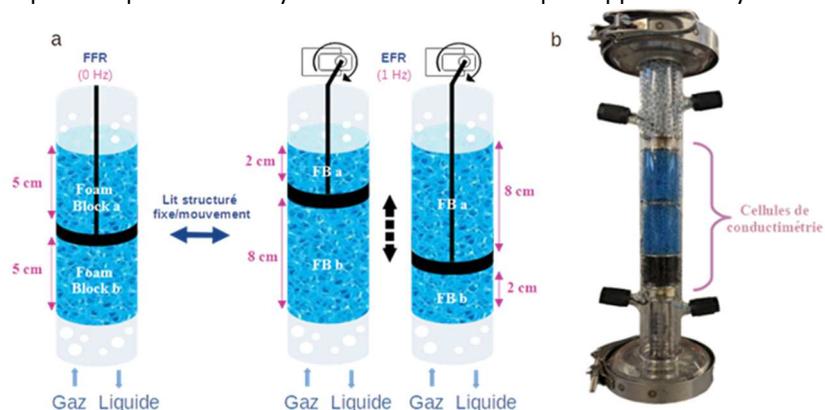


Figure 1, a : Schéma des deux modes de fonctionnements (FFR et EFR), b : Photo du réacteur

La rétention liquide ($\epsilon_l(t)$) est obtenue à l'aide d'une injection pulsé d'une solution de KCl suivi par conductimétrie Fig. 1, b. La perte de charge est quantifiée à l'aide d'un capteur différentiel de pression, situé en amont et en aval du réacteur. Enfin, le coefficient de transfert de masse gaz-liquide (k_{la}) est estimé lors d'un strippage de l' O_2 dans l'eau à l'aide de N_2 , le suivi de la concentration liquide en O_2 à la sortie du réacteur est fait grâce à une sonde à oxygène.

Références

- Avila, M. Kawas, B. Fletcher, D.F. Poux, M. Xuereb, C. Aubin, J. Design, Performance Characterization and Applications of Continuous Oscillatory Baffled Reactors. Chemical Engineering and Processing - Process Intensification 2022, 180, 108718.
- Michaud, M.; Bornette, F.; Rautu, E.; More, S. H.; Leonardo Martinez Mendez, M.; Jierry, L.; Edouard, D. Unprecedented Continuous Elastic Foam-Bed Reactor for CO_2 Capture. Chemical Engineering Journal 2023, 452, 138604.
- Stemmet, C. P.; Meeuwse, M.; van der Schaaf, J.; Kuster, B. F. M.; Schouten, J. C. Gas-Liquid Mass Transfer and Axial Dispersion in Solid Foam Packings. Chemical Engineering Science 2007, 62 (18-20), 5444-5450.

P2 - Densification des boues activées par hydrocyclones – Optimisation du procédé à l'aide de la modélisation

LEPAGE Mathilde^{a,b}, ROCHE Clément^b, FOROUZANMEHR Farhang^b, FILALI Ahlem^c et GILLOT Sylvie^a

^aINRAE, UR REVERSAAL, 5 rue de la Doua, 69626, Villeurbanne Cedex, France

^bSUEZ International, TOUR CB21 - 16 Place de l'Iris, 92040 Paris La Défense Cedex, France

^cUniversité Paris-Saclay, INRAE, UR PROSE, 1 rue Pierre-Gilles de Gennes 92761 Antony Cedex FRANCE

Les boues granulaires aérobies (AGS) sont constituées d'agrégats, d'une taille minimale de 200 μm , dotés d'une structure dense, de forts gradients de diffusion, et de vitesses de décantation élevées (Gao et al., 2011). Ce procédé de traitement des eaux usées en réacteur biologique séquentiel a gagné en popularité en raison de sa compacité, de ses bonnes performances de traitement des polluants et des coûts d'exploitation et énergétiques réduits par rapport aux systèmes de boues activées conventionnels (CAS). Les avantages inhérents aux AGS ont conduit à leur intégration dans les systèmes à alimentation continue, aboutissant au développement de la densification des boues activées (DAS), composée d'un consortium de biomasse floculée et biomasse granulaire (Roche et al., 2022).

Ce procédé repose sur la combinaison d'une sélection de micro-organismes spécifiques, favorisant la croissance des granules via un sélecteur anaérobie, et d'une sélection physique par hydrocyclones, permettant de recirculer préférentiellement les boues plus denses dans le système biologique (Figure 1). Cette technologie a montré son efficacité en améliorant la décantabilité des boues indépendamment des variations saisonnières, et en augmentant la capacité de traitement des stations d'épuration (Roche et al., 2022). Cependant, les limitations de diffusion dans les granules peuvent nuire aux bénéfices de la densification, entraînant une consommation d'énergie excessive (Strubbe et al., 2022). L'optimisation de ce procédé repose donc sur la maîtrise de l'équilibre entre performances de traitement accrues et dépenses énergétiques minimisées.

Les modèles mathématiques peuvent être utilisés pour concevoir et optimiser les stations d'épuration et pour étudier les mécanismes impliqués dans les processus biologiques. Ces modèles sont déjà largement appliqués aux AGS mais rarement aux systèmes continus. Par ailleurs, ils négligent, pour la plupart, la coexistence de la biomasse granulaire et floculée, cruciale dans les systèmes DAS car les granules représentent 30 à 40% de la biomasse densifiée totale. Les processus clés spécifiques aux DAS doivent donc être identifiés et intégrés au modèle afin de prédire le pourcentage de granules et la distribution des biomasses résultant de la compétition microbienne entre les floccs et les granules. C'est l'objectif principal de ce projet. Le modèle sera in fine utilisé pour optimiser la conception et les paramètres opérationnels des systèmes DAS dans le but d'améliorer les performances de traitement et de minimiser les coûts énergétiques et/ou de construction.

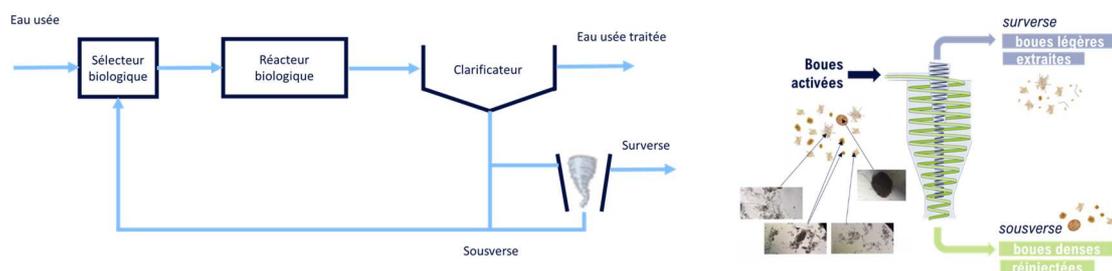


Figure 1 : Schéma DAS (gauche) et fonctionnement d'un hydrocyclone (droite)

Références

- Gao, D., Liu, L., Liang, H., Wu, W.-M., 2011. Aerobic granular sludge: characterization, mechanism of granulation and application to wastewater treatment. *Crit. Rev. Biotechnol.* 31, 137–152.
- Roche, C., Donnaz, S., Murthy, S., Wett, B., 2022. Biological process architecture in continuous-flow activated sludge by gravimetry: Controlling densified biomass form and function in a hybrid granule–floc process at Dijon WRRF, France. *Water Environ. Res.* 94, e1664.
- Strubbe, L., Pennewaerde, M., Baeten, J.E., Volcke, E.I.P., 2022. Continuous aerobic granular sludge plants: Better settling versus diffusion limitation. *Chem. Eng. J.* 428, 131427.
- G. Rossino et al., 2022, *Chirality*, 34 (11), 1403-1418.

P3 - Compréhension et optimisation des mécanismes d'adsorption du chlorure de lithium par la bayérite lithiée

SUVOROVA Anastasiia^{a*}, EDOUARD David^b, FARRUSSENG David^c, GIARDELLA Lucas^a, TARDIVAT Caroline^a, TUEL Alain^c

^aSaint-Gobain Research Provence, 550 Rue Alphonse Jauffret, F-84300 Cavailon, France

^bUniv Lyon, CPE Lyon, CNRS, CP2M UMR 5128, 43 boulevard du 11 novembre, F-69100 Villeurbanne, France

^cUniv Lyon, CNRS, IRCELYON UMR 5256, 1, 2, avenue Albert Einstein, F-69626 Villeurbanne, France

Le marché du lithium est aujourd'hui bouleversé par une forte demande en véhicules électriques et donc en batteries. Ces dernières sont fabriquées avec de nombreux métaux, tel le lithium (Li) qui est devenu un métal stratégique et considéré comme critique dans la dernière analyse de la commission européenne. Suite à cette hausse, la priorité au développement de technologies d'extraction du lithium à faible coût et/ou fort rendement, ainsi que la diversification des sources d'approvisionnement sont devenus des enjeux majeurs.

L'objectif du projet est donc de proposer une solution technique pour intensifier de manière éco-responsable un procédé d'adsorption du lithium à partir des saumures. L'idée est de développer une technique d'extraction directe de lithium (DLE) grâce à des adsorbants sélectifs. Cette opération pouvant s'opérer en lit fixe (ou réacteur) et consiste en la mise en contact d'un adsorbant sélectif du lithium avec une saumure contenant différents ions, dont Li⁺. Dans le cas du procédé en lit fixe, le matériau d'adsorption préféré est la lithium bayérite. Des études approfondies sur ce matériau sont menées lors de ce projet entre Saint-Gobain Research Provence et le CNRS.

La lithium bayérite est un matériau avec la formule générale LiCl₂[Al(OH)₃]_n.H₂O. Chaque réseau est constitué de doubles couches d'anions hydroxyles OH⁻ dans lesquelles les cations Al³⁺ occupent les 2/3 des sites octaédriques. Le Li⁺ est ensuite incorporé dans les lacunes cationiques. L'espace inter lamellaire est occupé par des molécules d'eau, ainsi que par les anions échangeable avec la composition finale (Al_{2/3}Li_{1/3}OH₂)^{+1/3}Cl⁻_{1/3/n} avec n = 1. Grâce à cette structure, la lithium bayérite devrait atteindre la capacité d'adsorption théorique égale à 35 mg/g. Néanmoins, les courbes de percées obtenues expérimentalement à Saint-Gobain montrent que la capacité d'adsorption effective reste faible et ne dépasse pas 4-8 mg/g (Figure 1).

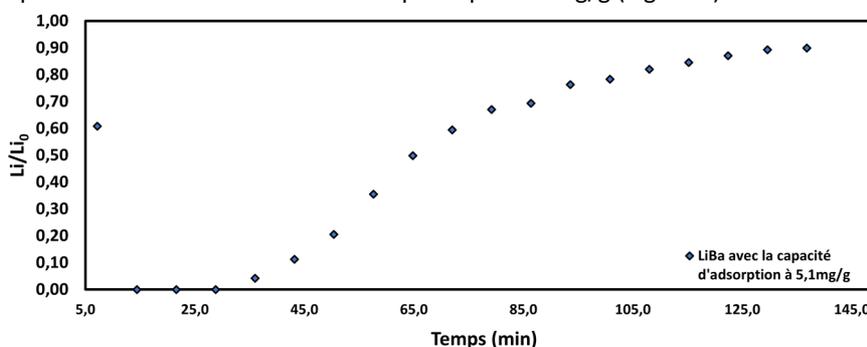


Figure 1. Exemple de la courbe de percée obtenue expérimentalement et représentant la concentration du lithium ($[Li]/[Li_0]$) en fonction du temps (min) pour trouver la capacité d'adsorption du matériau

Un axe d'amélioration des performances d'extraction de la lithium bayérite repose sur la création de défauts intrinsèques pour accélérer la diffusion intraparticulaire par du dopage. De plus, les outils de modélisation dynamique couplant les phénomènes hydrodynamiques et d'adsorption/désorption devraient nous permettre d'identifier les étapes limitantes du procédé global. Les premières expériences d'adsorption réalisées au laboratoire et le modèle seront présentés.

Références

- Britto, S. et Kamath, P.V., Inorg.Chem., 2009, 48, 11646-11654
 Grace S.T. et Kamath P.V., Mater.Res.Bull., 2002, 37, 705-713
 Zhang, L. et al., Nano Res., 2023, 17, 1646-1654

*Auteur/s à qui la correspondance devra être adressée : anastasiia.suvorova@saint-gobain.com

P4 - Captage et valorisation du CO₂ par un procédé continu de carbonatation des gravats de béton

TOLLET Malo^{a,b}, BOUROUINA Amine^b, CHABANON Elodie^b, LEBAZ Nouredine^b, AGUSTI Géraldine^b, POILLOT Julien^c, BARNES-DAVIN Laury^c, LEFEBVRE Eric^c, DELAVERNHE Laure^c, GAGNIERE Emilie^b et EDOUARD David^{a*}

^aCatalyse, Polymérisation, Procédés et Matériaux, UMR 5128, France

^bLaboratoire d'Automatique, de Génie des Procédés et de Génie Pharmaceutique, UMR 5007, France

^cVicat, France

Le béton est actuellement le deuxième produit le plus consommé après l'eau et sa production est responsable de 8% des émissions mondiales de CO₂ (Petroche et Ramirez, 2022). Il est connu que les gravats de béton peuvent permettre de capturer une partie du CO₂ émis par les cimenteries (Ho et al., 2021). L'objectif de ce projet est de recycler les gravats en dissolvant le calcium qu'ils contiennent puis de le faire réagir, en solution aqueuse, avec le CO₂ émis lors de la production du ciment. Afin de favoriser l'économie circulaire du béton, le carbonate de calcium (CaCO₃) ainsi formé pourrait être utilisé pour la production de ciment.

Méthodes

Le procédé de carbonatation continu envisagé (Figure 1) est d'abord composé d'une colonne garnie d'un lit fixe composé des gravats à dissoudre. À sa sortie, la solution, basique et riche en ions calcium, est envoyée dans un réacteur de précipitation innovant : un réacteur gaz-liquide garni de mousses élastomères à cellules ouvertes (Michaud et al., 2023) fonctionnant à contre-courant. Les cristaux de CaCO₃ formés sont dans un premier temps filtrés par les mousses qui garnissent la colonne. Ensuite, grâce à des cycles de compression/détente des mousses, réalisés in situ à l'aide d'un vilebrequin, les précipités sont récupérés en sortie de réacteur, sans qu'il soit nécessaire d'arrêter le procédé pour le nettoyer.

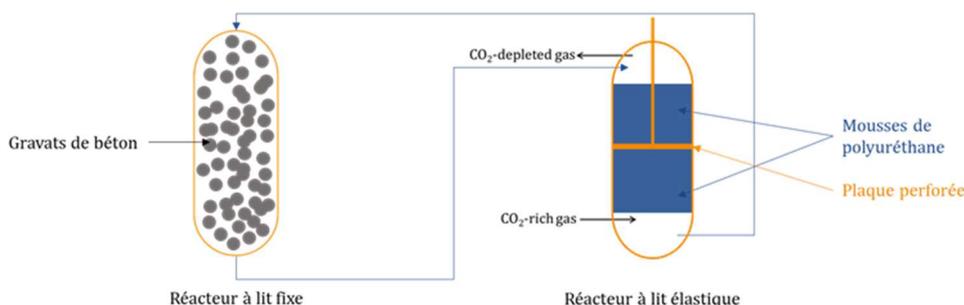


Figure 1. Procédé de carbonatation des gravats de béton.

Résultats

La dissolution des gravats en lit fixe a dans un premier temps été étudiée en faisant varier le débit d'eau en entrée de réacteur. La concentration en ions calcium en sortie est mesurée par titrage à l'EDTA. Cette colonne a été modélisée par un modèle de piston dispersif. La comparaison des points expérimentaux et le modèle nous a permis d'estimer les coefficients de transfert entre les différentes phases.

La précipitation dans le réacteur élastique a été menée en utilisant du CO₂ gazeux pur et des solutions modèles de Ca(OH)₂ dissous. Les expériences ont pu montrer une bonne filtration des cristaux formés dans les mousses élastomères. À la fin de l'opération de précipitation, le décolmatage mécanique des mousses nous a permis de récupérer environ 50 % des cristaux formés.

Références

- Ho, H-J., Iizuka, A., Shibata, E., Tomita, H., Takano, K., Endo, T., 2021, Journal of Cleaner Production 312 127832
 Michaud, M., Bornette, F., Rautu, E., More, S.H., Mendez, M.L.M., Jerry, L., Édouard D., 2023, Chemical Engineering Journal, 452, 138604
 Petroche, D.M., Ramirez, A.D., 2022, Buildings, 12, 311.

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

P5 - Adaptation d'un pilote de fonctionnalisation de surface des papiers pour la fonctionnalisation d'une anode de batterie

^aLaboratoire de Génie des Procédés pour la Bio Raffinerie, les Matériaux Bio-sourcés et l'Impression Fonctionnelle, UMR 5518/CNRS – Grenoble INP – Agefpi

^bSWM International

La transition énergétique est aujourd'hui une préoccupation mondiale. En effet, le pétrole étant une ressource de plus en plus rare et très émettrice de gaz à effet de serre, un bouleversement de la production, du stockage et de la consommation de l'énergie est un enjeu majeur pour notre société. Dans ce contexte, l'union européenne a renforcé le règlement (UE) 2019/631 qui interdit la vente de voiture neuve à émission directe de CO₂ à partir de 2035 par le journal officiel de l'union européenne en 2023. Ainsi, en 2023, en France, la vente de voiture électrique et hybride a augmenté de 16,2 % par rapport à 2022 et cette hausse est de +26,3 % pour les voitures électriques seules par la plateforme automobile. De plus, dans un objectif de souveraineté industrielle, le gouvernement français veut soutenir des projets de réindustrialisation afin de construire les industries du futur.

Dans les batteries lithium-ion (Fig. 1.), les porteurs de charge sont les ions lithium (Li⁺). Les collecteurs de courant utilisés sont des films de cuivre à l'anode et d'aluminium à la cathode. La matière active est du graphite à l'anode et un composé inorganique complexe à base d'ion lithium à la cathode. Des additifs et des liants sont ajoutés pour permettre la bonne conduction des ions et améliorer la cohésion. Les encres ainsi formulées sont déposées par un procédé de fonctionnalisation de surface de type "slot die". Dans le domaine papetier, ce procédé est largement utilisé et maîtrisé et de nombreux travaux de recherche ont été menés afin de réduire les défauts de surface ou encore la formation de plis par Le Gallic, F en 2022.

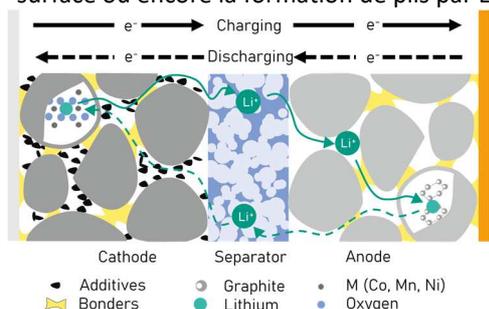


Fig. 1. Schéma d'une batterie lithium ion par Schmitt, M en 2015.

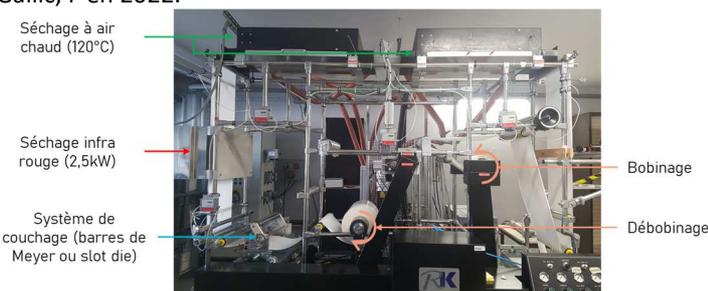


Fig. 2. Pilote de fonctionnalisation des papiers LGP2

L'objectif de cette étude, focalisée sur la fabrication de l'anode, est de faire l'analogie entre les phénomènes d'hydro-expansion des matériaux fibreux et les phénomènes liés à la dilatation thermique des bandes de cuivre. Les fonctionnalisations de surface des deux types de substrats, papier de référence et bande de cuivre, seront réalisées sur le pilote bobine/bobine RK Coater (Fig. 2.). Ce pilote est équipé d'un sècheur infra-rouge (IR) d'une puissance totale de 2,5 kW et de deux sècheurs à air chaud qui peuvent souffler de l'air jusqu'à 200°C à un débit de 370 m³.h⁻¹. Le procédé de couchage "slot die" va être installé car il permet un meilleur contrôle de l'épaisseur de l'encre déposée par rapport au système déjà présents. Il est également plus facile de s'adapter à la rhéologie de l'encre avec le procédé "slot die".

Références

- European Parliament. EU ban on sale of new petrol and diesel cars from 2035 explained.url: <https://www.europarl.europa.eu/topics/en/article/20221019STO44572/eu-ban-on-sale-of-new-petrol-and-diesel-carsfrom-2035-explained>.
- Plateforme automobile. Marché automobile - PFA. url : <https://pfa-auto.fr/marche-automobile/>. [consulté le 2 février 2024].
- Le Gallic, F. (2022). Understanding of the wrinkles formation during the coating functionalization of lightweight fibrous material : A multiscale approach [Phd thesis, Université Grenoble Alpes].
- Schmitt, M. (2016). Slot die coating of lithium-ion battery electrodes. PhD thesis. Karl-sruher Institut für Technologie (KIT)

P6 - Similitude de l'effet de l'énergie volumique ultrasonore sur les transferts thermiques et de matière

VANOORENBERGHE R^{a,*}, AUBERT E.^a, BUSSARD H.^a, PONCET C.^a, AHOURE L.^{b,c,d}, BULLIARD-SAURET O.^a, BAHRANI S.A.^d, ANDRE C.^{b,c}, FERROUILLAT S.^a, BERGRASSER J.^f, GAUDEAU M.^f, VIGNAL L.^a, GONDREXON N.^c

^aLEGI, Université Grenoble-Alpes, CNRS, Grenoble INP, 38000 Grenoble, France

^bHEI Junia Hauts de France, 13 Rue de Toul, 59014 Lille Cedex, France

^cINRAE - UMET PIHM, 369 Rue Jules Guesde, 59650 Villeneuve-d'Ascq, France

^dIMT Nord Europe, Univ. Lille, Center for Energy and Environment, F-59000 Lille, France

^eLRP, Université Grenoble-Alpes, CNRS, Grenoble INP, 38000 Grenoble, France

^fMINAKEM Recherche, 145 Chemin des Lilas, 59310 Beuvry-la-Forêt, France

A l'aide de deux sections d'essais différentes, la caractérisation de l'effet de l'énergie volumique ultrasonore, définie par le rapport de la puissance ultrasonore sur le débit volumique, sur les transferts thermiques et sur les transferts de matière a été menée.

Dans des conditions de convection forcée, sous l'influence d'un générateur ultrasonore plan de 25 kHz positionné en face d'une plaque plane chauffée à flux imposé, l'intensification du transfert thermique sur cette plaque plane a été quantifiée par un facteur d'amélioration (HTEF) intégrant le nombre de Nusselt [1,2] et défini par :

$$HTEF = (Nu_{avec\ US} - Nu_{sans\ US}) / Nu_{sans\ US} \times 100$$

L'influence des ultrasons sur les transferts de matière a été étudiée à l'aide d'une sonotrode évidée créant ainsi un canal vibrant au sein duquel deux fluides sont mis en contact en entrée de canal. La qualité du mélange de ces deux fluides sous ultrasons de 30 kHz est évaluée par colorimétrie et caractérisée par un coefficient de mélange compris entre 0 et 1, correspondant respectivement à une ségrégation complète et à un mélange parfait des deux fluides [3].

Les résultats présentés sur la figure 1 révèlent l'évolution du coefficient de mélange sous ultrasons de 30 kHz (a) et du HTEF sous ultrasons de 25 kHz (b) en fonction de l'énergie volumique ultrasonore.

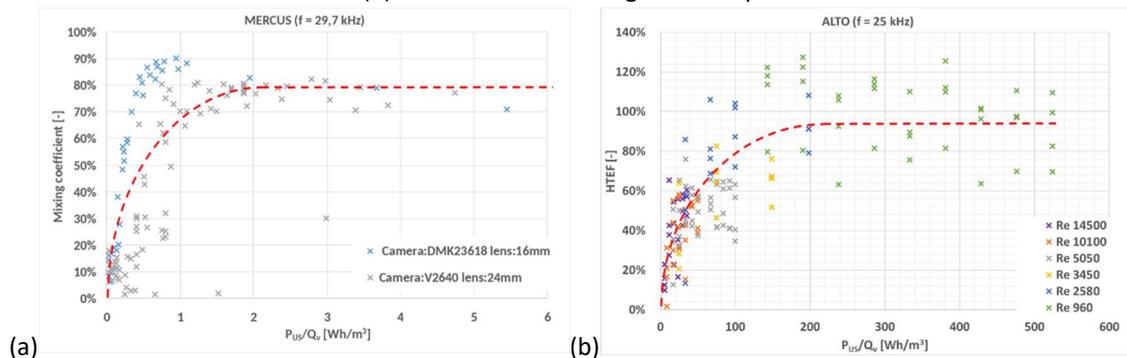


Figure 1. Evolution du coefficient de mélange sous ultrasons de 30 kHz (a) et du facteur d'intensification thermique sous ultrasons de 25 kHz (b) en fonction de l'énergie volumique ultrasonore

Références

- [1]. Bulliard-Sauret et al., Exp. Therm. Fluid Sci, 2019, 10.1016/j.expthermflusci.2019.03.003
- [2] Poncet et al., Appl. Therm. Eng., 2022, 10.1016/j.applthermaleng.2022.119069
- [3] Ahoure et al., Chem. Eng. Proc. 2023, 10.1016/j.cep.2022.109212

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

P7 - Étude expérimentale des lois de frottements au sein d'un écoulement soumis aux ultrasons

AUBERT Emmanuel^{a,b*}, BULLIARD-SAURET Odin^b, FERROUILLAT Sébastien^b et GONDREXON Nicolas^a

^aLRP, Université Grenoble-Alpes, CNRS, Grenoble INP, 38000 Grenoble, France

^bLEGI, Université Grenoble-Alpes, CNRS, Grenoble INP, 38000 Grenoble, France

L'usage des ultrasons pour améliorer les transferts de matière et de chaleur est reconnu dans les domaines de l'industrie et de la recherche. Dans une perspective d'optimisation énergétique des procédés, un enjeu important consiste à quantifier leur effet sur les pertes de charge, directement liées aux puissances de pompage nécessaires pour compenser ces pertes. Cependant l'influence directe des ultrasons sur l'écoulement et les pertes de charge associées reste ambiguë du fait du faible nombre de publications à ce sujet et de l'hétérogénéité des bancs d'essais et méthodes de mesure, ainsi que des fréquences étudiées. A titre d'exemple, les travaux de Treegosol (2021) [1] mettent en avant une variation du facteur de frottement sans changement prédictible des pertes de charges (Figure 1.a) alors que ceux de Viriyananon (2021) [2] montrent une faible augmentation du facteur de frottement (Figure 1.b) révélant ainsi une disparité dans les résultats et l'absence de conclusions généralisables.

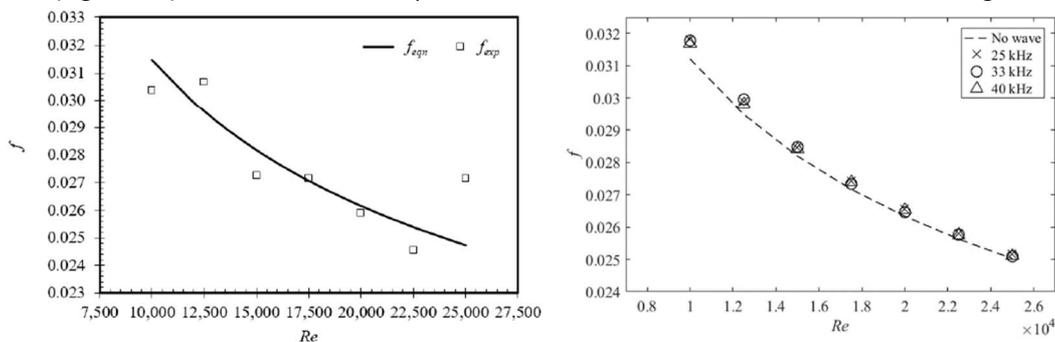


Figure 1. Coefficient de frottement moyen expérimental pour Treegosol et al., 2021 [1] (a) et Viriyananon et al., 2021 [2] (b).

Les travaux engagés visent à mettre au point un banc d'essai et un protocole de mesure permettant de maîtriser la métrologie et les conditions expérimentales afin de déterminer précisément et irréfutablement l'impact des ultrasons sur les pertes de charge. Pour cela, une section d'étude, comprenant un Sonitube® de 20 kHz piloté par un générateur de 700 W, permet une irradiation ultrasonore homogène et maîtrisée du fluide sur une longueur de 1m. Ce dispositif sera caractérisé conjointement par calorimétrie et vibrométrie laser et la mesure de la cavitation acoustique est également envisagée pour mieux comprendre son effet sur les écoulements. Associé à cette section d'étude, un banc d'essais a été conçu pour fonctionner avec un fluide aux propriétés physiques contrôlées, grâce à un système de filtration et de déminéralisation et muni d'un dispositif de contrôle de la température. Afin d'éviter les vibrations et les variations de débit inhérentes aux systèmes de pompage traditionnels, le fluide est mis en mouvement en pressurant un réservoir amont. Les mesures de pertes de charge et de débits dans la section d'essai sont effectuées respectivement à l'aide de quatre capteurs de pression différentielle et de deux débitmètres à effet Coriolis, chacun opérant dans sa gamme de mesure optimale pour minimiser les erreurs de mesure.

Références

- [1] P. Treegosol, J. Priyadumkol, K. Katchasuwanmanee and W. Chaiworapuek, "Investigation of pressure loss in a circular pipe under ultrasonic waves released along main stream flow", IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, vol. 1137, p. 012064, May 2021.
- [2] K. Viriyananon, J. Mingbunjerdasuk, T. Thungthong and W. Chaiworapuek, "Characterization of heat transfer and friction loss of water turbulent flow in a narrow rectangular duct under 25–40 kHz ultrasonic waves", Ultrasonics, vol. 114, p. 106366, 2021.
- Zheng, S., Khrutphisit, T., & Fogler, H. S. (2017). Entrapment of water droplets in wax deposits from water-in-oil dispersion and its impact on deposit build-up. *Energy & Fuels*, 31(1), 340-350.

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

P8 - Méthodologie d'études des hétérogénéités de fonctionnement d'une pile à combustible PEMFC de grande taille

CORNET Marine^{a,b}, POIROT-CROUVEZIER Jean-Philippe^a et BULTEL Yann^{b*}

^aUniv. Grenoble Alpes, CEA, LITEN, DEHT, 38000 Grenoble, France

^bUniv. Grenoble Alpes, Univ. Savoie Mont Blanc, CNRS, Grenoble INP, LEPMI, 38000 Grenoble, France

La pile à combustible à membrane échangeuse de protons (PEMFC) est un dispositif électrochimique considéré comme une solution pertinente pour limiter les émissions de CO₂ du transport longue distance et d'applications stationnaires. Outre les problèmes de production d'hydrogène vert, de mise en place d'infrastructures de ravitaillement etc., l'utilisation de masse des PEMFCs se heurtent encore à des problèmes de performance et de durabilité.

Leur fonctionnement implique la présence d'hétérogénéités dans la production de courant, de chaleur et d'eau le long de la surface active. En effet, les PEMFCs sont des systèmes ouverts et, en tant que tels, les hétérogénéités de fonctionnement sont inhérentes à leur fonctionnement. Les études menées jusqu'à présent se sont concentrées sur la relation entre les hétérogénéités de fonctionnement et la dégradation locale pour une gamme limitée de conditions opératoires. La littérature est aussi riche de tentatives pour obtenir une distribution uniforme de la densité de courant. Ces études sont principalement axées sur le design des plaques bipolaires et les conditions opératoires, avec l'hypothèse sous-jacente qu'une densité de courant uniforme est corrélée à une amélioration des performances. Une meilleure compréhension des hétérogénéités de fonctionnement à l'échelle de la cellule est nécessaire, ce qui nécessite de tester une large gamme de conditions de fonctionnement.

Pour éviter les contraintes expérimentales, les simulations numériques semblent être l'option la plus viable. Il est donc nécessaire de disposer de modèles à l'échelle de la cellule qui soient à la fois rapides et précis. Dans cette optique, un nouveau modèle P3D d'une cellule de grande taille, à moyenne spatiale, multi-physique, monophasique, non-isotherme et en régime permanent est développé et calibré. En particulier, il capture l'influence du fonctionnement du caloporteur sur la distribution de la température et de l'eau dans la cellule. En outre, une nouvelle méthodologie est proposée pour calibrer la loi électrochimique de tension de cellule pour n'importe quel assemblage membrane-électrodes (AME). L'émulation des conditions locales d'une grande surface active est réalisée avec une cellule différentielle, ce qui permet la calibration de la loi de polarisation. Suite au calage, des simulations sont effectuées pour étudier l'impact du gradient de température du caloporteur, de la température de sortie du caloporteur et de l'humidité relative des gaz sur les performances et les hétérogénéités. L'étude numérique est suivie d'une étude expérimentale à l'échelle stack. Les stacks sont soumis à des essais dans diverses conditions opératoires afin d'étudier leur impact sur les performances et la distribution de la densité de courant.

Ce travail multi-échelle combine donc des approches numériques et expérimentales, étudie l'impact des paramètres associés au refroidissement, paramètres qui ont été relativement peu étudiés, et cherche à comprendre la relation entre les performances et la distribution de la densité de courant.

Références

- R. Can Samsun and M. Rex, "Deployment of Fuel Cell Vehicles in Road Transport and the Expansion of the Hydrogen Refueling Station Network: 2023 Update," Jul. 2023. [Online]. Available: https://www.ieafuelcell.com/fileadmin/publications/2023/2023_Deployment_of_Fuel_Cell_Vehicles_and_Hydrogen_Refueling_Station.pdf
- S. J. C. Cleghorn, C. R. Derouin, M. S. Wilson, and S. Gottesfeld, "A printed circuit board approach to measuring current distribution in a fuel cell," J. Appl. Electrochem., vol. 28, no. 7, Art. no. 7, Jul. 1998, doi: 10.1023/A:1003206513954.
- S. Rodosik, "Etude de l'impact d'architectures fluidiques innovantes sur la gestion, la performance et la durabilité de systèmes de pile à combustible PEMFC pour les transports," phdthesis, Université Grenoble Alpes, 2019. Available: <https://theses.hal.science/tel-02493175>

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : yann.bultel@grenoble-inp.fr

P9 - Modeling in microfluidics to assess kinetic constants of CO₂ capture solvents

NISOLLE Maëlle^{a,*}, LECOLIER Eric^b, PETAUD Guillaume^a, PERRIN Sylvie^b, GAGNIERE Emilie^c, LEBAZ Nouredine^c, TAYAKOUT Mélaz^c

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

^bIFP Energies nouvelles, 1 et 4 avenue de Bois-Préau, 92852 Rueil-Malmaison

^cUniversité Claude Bernard Lyon 1, LAGEPP UMR 5007 CNRS, Villeurbanne, France

Over the past decades, concerns about carbon dioxide (CO₂) emissions have grown due to their role in global temperature increases (Alivand, 2019). Despite international coordination recently exemplified by the Paris Agreement, atmospheric CO₂ concentrations continue to rise. To mitigate this trend and maintain resulting world warm-up below 2°C, estimated 10 % of the global effort (decarbonized primary energy mix, behavior...), attributed to Carbon Capture Utilisation and Storage (CCUS) strategies, must take place (IPCC, 2024). Significant resources are focused on new capture technologies to accelerate solution deployment. The presented work is centered on the treatment of large emitters' streams including energy producers that are still mostly fossil-fuel-based and whose activity projections still suggest increasing trends (Alivand, 2019). The development of new solvents is a major challenge to consider for an effective retrofit deployment of carbon capture processes on industrial sites. A vast array of scientific literature explores active chemicals, optimized solvents or promoters and some of these systems exhibit interesting behaviors such as solid-liquid phase change (Wang, Li, 2015). This study presents a simple, cost-effective, and adaptable microfluidics tool to evaluate CO₂ capture performance by evaluating the kinetics of new solvent systems (Figure 1). Gas and liquid fluids are injected into two coaxial capillaries to generate gas-liquid segmented flow (Figure 2). CO₂ absorption is observed through the reduction of bubble size, recorded using a high-speed camera microscope. A mathematical model based on CO₂ gaseous and liquid balances was developed to fit the experimental data of CO₂ consumption and to extract kinetics. To our knowledge, no such comprehensive model has been reported in the literature, highlighting the novelty of this approach. Microfluidics offers notable advantages, including low reactants consumption, rapid analysis, and diverse cell designs making it a particularly advantageous method for the rapid screening and evaluation of solvent performances for CO₂ capture.

This work was supported by the Agence Nationale de la Recherche under the project CATALPA - CO₂ cApTure At Low or decarbonized energy PenAlty [grant number ANR-22-PESP-0007].

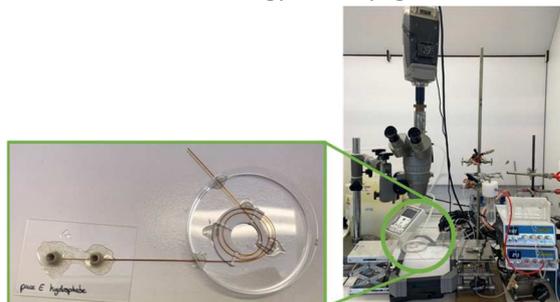


Figure 1: Experimental setup

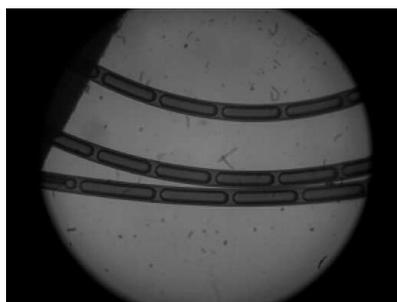


Figure 2: gas-liquid segmented flow

Références

Alivand, M. S.; Mazaheri, O.; Wu, Y.; Stevens, G. W.; Scholes, C. A.; Mumford, K. A., *Applied Energy* 2019, 256, 113911. DOI: 10.1016/j.apenergy.2019.113911.

IPCC. Global Warming of 1.5 °C —. <https://www.ipcc.ch/sr15/> (accessed June 19, 2024).

Wang, X.; Li, B. C., Morreale, B., Shi, F., Eds.; *Science Direct e-books*; Elsevier, 2015; pp 3–22. DOI: 10.1016/B978-0-444-63259-3.00001-X.

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : maelle.nisolle@ifpen.fr

P10 - Préparation d'émulsions doubles dans un réacteur agité : étude expérimentale et modélisation par bilans de population

CHAKLEH Ranim, LEBAZ Nouredine, SHEIBAT-OTHMAN Nida

Université Claude Bernard Lyon 1, LAGEPP, UMR 5007, CNRS, Villeurbanne, Lyon

Les émulsions doubles sont des structures composées de fines gouttelettes dispersées dans des gouttes de plus grande taille qui sont elles-mêmes dispersées dans une phase externe. Elles peuvent être de type eau/huile/eau (E/H/E) ou huile/eau/huile (H/E/H). Elles sont utilisées dans diverses applications, notamment l'encapsulation de principes actifs dans les procédés pharmaceutiques, la préparation de produits agroalimentaires à taux de gras réduit (Heidari et al., 2022) et l'élimination des polluants dans les procédés de traitement des eaux usées (Boyadzhiev et al., 1984) entre autres.

Les émulsions doubles sont préparées avec un procédé en deux étapes : la première étape consiste à préparer une émulsion très fine avec un procédé à haute énergie (système rotor-stator, homogénéisateur à haute pression, procédé à ultrason, ...) ; dans la deuxième étape, l'émulsion initialement préparée est dispersée dans une phase continue dans un système à faible énergie (système rotor-stator, cuve agitée, ...) pour éviter l'extraction des gouttes internes. A cause de leur structure spécifique, les propriétés des émulsions doubles sont difficilement contrôlables. En effet, les distributions de taille des gouttes internes/externes dépendent des propriétés des deux phases et du procédé de dispersion (énergie dissipée, taux de cisaillement, ...). De plus, la taille des gouttes internes impose une pression de Laplace élevée, généralement contrebalancée par la pression osmotique en dissolvant un composé (ex. sel dans notre cas) (Mezzenga et al., 2004) dans la phase interne. D'autres mécanismes de déstabilisation peuvent avoir lieu telles que la libération des gouttes internes (diffusion, brisure des gouttes externes), coalescence des différentes phases.

Dans ce travail, la préparation des émulsions doubles de type E/H/E est basée sur la méthode en deux étapes avec l'utilisation d'un procédé rotor-stator pour l'émulsion interne et une cuve agitée pour la dispersion de cette émulsion. L'objectif est d'étudier expérimentalement l'influence des propriétés physicochimiques des deux phases et les paramètres du procédé sur l'évolution des distributions de taille des gouttes externes et le taux d'encapsulation (fraction de gouttelettes internes en fin du procédé) lors de la deuxième étape de préparation. Un modèle numérique basé sur le couplage de l'équation de bilan de population (Eq. (1)) et bilan matière (Eq. (2)) est développé pour décrire cette dynamique :

$$\frac{\partial n_M(t, v)}{\partial t} = R_{Br} \quad (1)$$

$$\frac{\partial N_{sel}(t, v)}{\partial t} = R_{Leakage} + R_{Escape} \quad (2)$$

Où $n_M(t, v)$ est la fonction de densité en nombre des gouttes externes de taille v et à l'instant t , $N_{salt}(t, v)$ est le nombre de mol total du sel dans ces gouttes, R_{Br} la vitesse de variation du nombre de gouttes externes par phénomènes de brisure (naissance et disparition) alors que $R_{Leakage}$ et R_{Escape} sont les vitesses de libération par brisure et coalescence à la surface, respectivement. En Effet, les résultats expérimentaux montrent que la libération est due à deux phénomènes qui prennent place simultanément, notamment la brisure connue par *Leakage* et la coalescence des gouttes d'eau interne avec l'eau externe à la surface des gouttes externes (*Escape*).

Références

Boyadzhiev, L., Bezenshek, E., Lazarova, Z., 1984, Journal of membrane science 21, 137–144.

Heidari, F., Jafari, S.M., Ziaifar, A.M., Malekjani, N., 2022, Advances in Colloid and Interface Science 299, 102567, <https://doi.org/10.1016/j.cis.2021.102567>

Mezzenga, R., Folmer, B.M., Hughes, E., 2004, Langmuir 20, 3574–3582.

P11 - Etude, modélisation et commande d'un photobioréacteur pilote à dilution du flux solaire

FISCHBACH Anne, CORNET Jean-François, DAUCHET Jérémi, VOURC'H Thomas, GROS Fabrice,
Université Clermont Auvergne, Clermont Auvergne INP, CNRS, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand,
France

Les microalgues et cyanobactéries présentent un vaste potentiel d'applications pour la transformation de l'énergie solaire en molécules d'intérêt, rendant crucial l'optimisation de leur production. Le réacteur DiCoFluV (Dilution Contrôlée du Flux solaire en Volume), outil de travail de cette thèse, a été conçu sur le concept de la dilution du flux solaire dans le cadre d'une optimisation énergétique [1]. Il s'agit d'un photobioréacteur (PBR) pilote à TRL 5, dans lequel la dilution est assurée par une captation solaire grâce à 25 lentilles de Fresnel (0,45 m²) avant sa redistribution en volume par 977 fibres optiques à éclairage latéral (8 m²) (Figure 1a). Elles plongent dans le volume réactionnel et permettent l'éclairage de la biomasse microalgale dont l'agitation est fournie par un système air-lift externe [2].

L'objectif de ce photobioréacteur est d'approcher le rendement thermodynamique maximum de la photosynthèse qui est de 10%, là où il n'atteint pas 0,5% dans les conditions naturelles et 1 à 2% en photobioréacteur conventionnel. Un aspect fondamental du travail de thèse sera de vérifier en conditions solaires fluctuantes réelles sur la plateforme PAVIN solaire (Figure 1b) si l'on atteint les performances énergétiques attendues. Cela nécessitera d'optimiser la commande du PBR qui présente une dynamique très lente par rapport à celle des fluctuations solaires. Pour cela, un modèle simplifié du PBR en 1D et en milieu absorbant pur sera considéré comme loi de commande afin de prendre en compte l'impact de la densité de flux solaire variable sur la journée N+1 et ajuster ainsi le soutirage de la biomasse en fin de journée.

Pour estimer la vitesse moyenne de production de biomasse dans le réacteur, un modèle de connaissance prédictif est développé. A partir des propriétés optiques de la teneur en pigments et de la distribution de taille des microalgues, on utilise un modèle d'électromagnétisme (théorie de Mie ou approximation de Schiff) afin de prédire leurs propriétés radiatives. Ces dernières servent à résoudre l'équation de transfert radiatif (ETR) conduisant au champ de vitesse d'absorption du rayonnement en volume à partir duquel on peut déduire le champ des vitesses de réaction en formulant le couplage thermocinétique. Cette thèse vise à reformuler cette loi de couplage en y intégrant des lois d'évolution des pigments selon la densité de flux, car les modèles actuels considèrent les pigments comme constants au cours du temps.



Figure 1 - a) Installation complète en « lumière artificielle » avec les 977 fibres optiques éclairées, et le panneau de lentilles de Fresnel pour la concentration du soleil. b) Héliostat permettant de diriger la lumière du soleil sur le panneau de lentilles de Fresnel

Références

- [1] Cornet, J.-F. Chemical Engineering Science 65, 2 (2010): 985-998.
- [2] Rochatte, V. Thèse (2016), Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, n° d'ordre 2705.

P12 - Modélisation par bilan de population de la préparation des émulsions : analyse d'incertitude et de sensibilité paramétrique

TOUMA Kristy*, LEBAZ Nouredine and OTHMAN Nida

Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, LAGEPP UMR 5007, F-69100, Villeurbanne, France

Dans un procédé impliquant une étape d'émulsification, il est important de prédire l'évolution de la taille des gouttes. Un modèle par bilan de population (Population Balance Modeling) peut décrire cette évolution, en prenant en compte les noyaux (sous-modèles) de brisure et de coalescence¹. Cependant, différents noyaux semi-empiriques existent dans la littérature, et leurs paramètres sont identifiés souvent sur une plage réduite de condition opératoire, ce qui les rend non-prédicatifs. Ce projet vise à identifier les conditions permettant une identification fiable des paramètres ainsi qu'à choisir des noyaux adaptés, afin de développer un modèle applicable à divers contextes. En l'absence de coalescence de gouttes, le PBM est donné par Équation 1. Il s'appuie sur la probabilité de rupture des gouttes (Équation 2) et la distribution de leurs tailles (Équation 3). Deux méthodes d'optimisation ont été comparées, fréquentiste et bayésienne, et elles montrent une convergence vers des valeurs identiques, avec une erreur relative des estimations inférieure à 10 % (Tableau 1). Les résultats révèlent toutefois une corrélation élevée entre certains paramètres, en particulier B_1 avec B_2 et B_3 , nécessitant une analyse d'identifiabilité². L'analyse a également permis de faire une sélection des noyaux les plus pertinents et de déterminer quand certains termes du modèle peuvent être négligés. Par exemple, il a été observé que sous certaines conditions de faible viscosité dispersée (Figure 1), le terme B_3 peut-être omis sans perte de précision.

$$\frac{\partial n(t,x)}{\partial t} = \int_x^\infty b(t,x,x')S(t,x')n(t,x')dx' - S(t,x)n(t,x) \quad (1)$$

$$S(t, \varepsilon) = B_1 d_i^{-2/3} \varepsilon^{1/3} \exp \left[-B_2 \frac{\sigma}{\rho_c \varepsilon^3 d^3} - B_3 \frac{\mu_d}{\sqrt{\rho_c \rho_d} \varepsilon^3 d^3} \right] \quad (2)$$

$$\beta(t, x, \varepsilon) = \frac{\Gamma(a+b)}{\Gamma(a)\Gamma(b)} f_{bv}^{a-1} (1 - f_{bv})^{b-1}, \quad f_{bv} = \frac{v(x')}{v(x)} \quad (3)$$

Tableau 1. Résultats de l'estimation des paramètres obtenus avec le modèle de Coualaloglou et Tavlarides.

	Valeurs estimées [B_1, B_2, B_3]	Erreur relative (%)	Matrice de corrélation			
			B_1	B_2	B_3	
Méthode Bayésienne	[0,0186, 0,4428, 0,3464]	[0,5, 0,4, 0,6]	B_1	1		
			B_2	0.5462	1	
			B_3	0.7435	0.0594	1

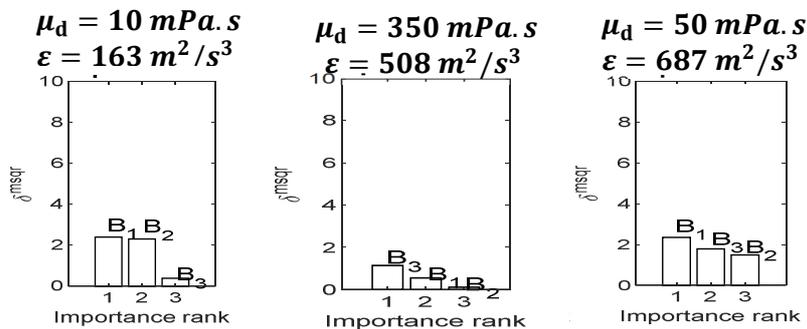


Figure 1. Classement de la fonction de sensibilité δ pour les trois paramètres dans trois expériences différentes.

Références

- [1] Lebaz, N. et al. (2024) Chemical Engineering and Processing - Process Intensification, 199, p. 109770.
 [2] Loosdrecht, M.C.M. van, Nielsen, P.H., Lopez-Vazquez, C.M., Brdjanovic, D. (Eds.), 2016. IWA Publishing, London.

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

P13 - Détermination des paramètres biocinétiques de la biométhanation du gaz de synthèse

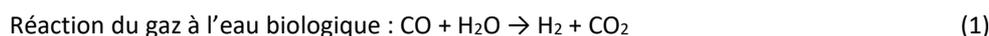
LEMONNIER Mathis ^{a,b}, FIGUERAS Julie^a, BENBELKACEM Hassen^a, BUFFIÈRE Pierre^a

^aLaboratoire DEEP, INSA de Lyon, 11 rue de la Physique VILLEURBANNE 69100

^bENOSIS, 12 rue Louis Courtois de Viçose TOULOUSE 31000

L'augmentation de la population mondiale entraîne une augmentation de la demande en énergie et de la production de déchets. Dans ce contexte, la gazéification, procédé permettant de valoriser des déchets ménagers et/ou de l'industrie du bois en énergie, est une solution prometteuse s'inscrivant dans une dynamique d'économie circulaire. L'énergie est produite sous la forme de gaz de synthèse ou syngaz, mélange de CO₂, de CO, d'H₂, de N₂ et de composés minoritaires tels que des hydrocarbures et des composés aromatiques (Couto & al. 2013). Afin de faciliter le transport et le stockage de l'énergie générée, le syngaz peut être converti en méthane par le procédé de méthanation biologique ou biométhanation (Paniagua & al. 2022). En effet, le méthane est un vecteur énergétique avantageux car bénéficiant en France et en Europe d'une infrastructure de stockage et de transport, déjà implémentée pour le gaz naturel d'origine fossile.

En régime thermophile à 55°C, la biométhanation du syngaz repose sur deux mécanismes : le transfert de matière gaz-liquide et deux réactions biologiques opérées par un consortium microbien (Grimalt-Alemany & al. 2018) :



Le développement de modèles biocinétiques permettant de décrire les cinétiques de ces réactions est essentiel pour dimensionner et piloter les procédés de biométhanation. Cependant la faible solubilité du CO et du H₂ dans l'eau induisent une limitation par le transfert de matière gaz-liquide. Les vitesses de conversion observées correspondent donc généralement à la vitesse de transfert, ce qui limite la détermination des paramètres cinétiques biologiques. A notre connaissance, il n'existe pas d'études dans la littérature ayant permis d'identifier des paramètres biocinétiques dans des conditions vérifiées de non-limitation par le transfert de matière gaz-liquide sur un consortium mixte adapté à la biométhanation. Par conséquent, l'objectif de ce travail est de développer un dispositif expérimental et une méthodologie adaptés permettant de déterminer ces paramètres biocinétiques.

Pour favoriser une situation de limitation par la cinétique biologique, le transfert de matière gaz-liquide peut être amélioré par l'utilisation d'une pression élevée, et la vitesse biologique limitée par le choix d'une faible concentration en biomasse. Dans cette optique, un banc d'essai composé de réacteurs batch agités et pressurisés a été conçu. Un modèle batch numérique permet de déterminer les paramètres biocinétiques par ajustement aux données expérimentales. Des résultats prometteurs ont été obtenus : la méthode proposée permet bien de différencier un régime de transfert et un régime biologique. Les paramètres biocinétiques de la réaction de méthanogenèse hydrogénotrophe (2) ont été déterminés. La suite des travaux portera sur la réaction de conversion du CO (1) et la prise en compte d'éventuels phénomènes d'inhibition.

References

- Couto, N.; Rouboa, A.; Silva, V.; Monteiro, E.; Bouziane, K. Influence of the Biomass Gasification Processes on the Final Composition of Syngas. *Energy Procedia* 2013, 36, 596–606.
- Paniagua, S.; Lebrero, R.; Muñoz, R. Syngas Biomethanation: Current State and Future Perspectives. *Bioresource Technology* 2022, 358, 127436.
- Grimalt-Alemany, A.; Łężyk, M.; Kennes-Veiga, D. M.; Skiadas, I. V.; Gavala, H. N. Enrichment of Mesophilic and Thermophilic Mixed Microbial Consortia for Syngas Biomethanation: The Role of Kinetic and Thermodynamic Competition. *Waste Biomass Valor* 2020, 11 (2), 465–481.

P14 - Système de détection de couches parasites par mesure de résistance thermique locale

RICHERMOZ Nathan^a, PHAM Quynh Trang^a, ANXIONNAZ-MINVIELLE Zoé^a, BOUVIER Laurent^b, DELAPLACE Guillaume^b

^aUniv. Grenoble Alpes, CEA, LITEN, France

^bUniv. Lille, CNRS, INRAE, Centrale Lille Institut, UMR 8207 – UMET, France

L'encrassement est un processus de dépôt non souhaité d'un matériau sur une paroi. Dans le cas de cette étude, l'encrassement concerné est un fluide circulant dans une installation, produisant une couche parasite sur une surface solide avec ou sans échange de chaleur. L'encrassement est un enjeu d'efficacité énergétique ; 70% de la consommation d'eau d'un procédé (Simeone et al. 2018) peut notamment y être dédiée. Le gain en efficacité peut être fait sur le nettoyage en le déclenchant et l'arrêtant au moment opportun. Ceci requiert un moyen de détection de l'encrassement fiable et sensible à de faibles épaisseurs de dépôt. Une sonde est ainsi présentée avec des premiers résultats expérimentaux sur fluide réel.

La sonde est constituée d'une piste de Nickel thermorésistive entre deux couches de Kapton. La sonde mesure environ 60 μm d'épaisseur et ses autres dimensions peuvent être personnalisées. Sa souplesse lui permet d'être fixée sur toute surface. La réponse en température à plusieurs paliers de puissance thermique est analysée pour quantifier l'épaisseur de la couche encrassante.

Un banc d'essai, composé d'un système de circulation (jusqu'à 60 kg/h), d'un système de régulation en température (de l'ambient jusqu'à 150°C) et d'une sonde fixée sur la paroi extérieur d'une conduite tubulaire qui s'encrasse en interne par le passage d'un produit laitier à 140°C et qui a été nettoyé à l'eau sous des environnements thermo-hydrauliques divers.

Il est établi que l'environnement thermo-hydraulique industriel agressif (écoulement, chaleur, vibration...) ne nuit pas à l'implantation et l'utilisation de la sonde. La réponse de la sonde permet de quantifier une croissance de couche parasite par le calcul d'une résistance thermique d'encrassement (Fig 1).

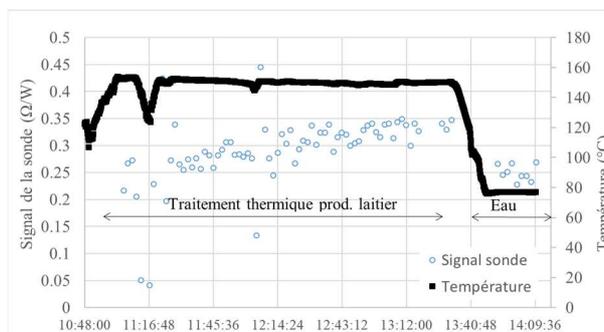


Figure 1. Evolution du signal de sonde en fonction du temps et au cours de la croissance d'une couche parasite

La sonde thermo résistive développée permet de déterminer une résistance thermique d'encrassement par différence à un état initial. Les résultats démontrent la capacité du dispositif à distinguer le dépôt d'une couche parasite d'un état de surface plus propre et à déterminer les résistances de convection en accord avec la littérature (6% d'erreur). Une étude supplémentaire via une modélisation 1D en cours vise à mieux maîtriser la puissance thermique dissipée de la sonde vers le fluide industriel et le milieu ambiant.

Référence

Simeone, Alessandro, Bin Deng, Nicholas Watson, and Elliot Woolley. 2018. "Enhanced Clean-In-Place Monitoring Using Ultraviolet Induced Fluorescence and Neural Networks." *Sensors* 18(11): 3742. doi:10.3390/s18113742.

P15 - Séchage des *Saccharomyces cerevisiae* par atomisation et lyophilisation

FIROOZ Mohammad Tahir^a, RESENDE DE AZEVEDO Jacqueline^a, SELMI Abdelkader^b, COGNE Claudia^a

^aLAGEPP, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, UMR 5007, ^bBioFactory, CPE LYON, 43 boulevard du 11 novembre 1918, F-69100, Villeurbanne, France

Les probiotiques sont des micro-organismes vivants produisant un effet bénéfique pour la santé intestinale lors d'administration en quantité suffisante (FAO/WHO, 2002). Pour garantir cet effet, il est essentiel de maintenir l'activité métabolique et la viabilité des micro-organismes pendant la formulation, le traitement et le stockage. La production de formulations probiotiques sèche offre des avantages (moins de capacité de stockage et de coûts de transport par rapport aux formes liquides) et des avantages stratégiques (meilleure stabilité de la formulation). Les procédés de lyophilisation et d'atomisation sont largement utilisés dans l'industrie pour la production de formes sèches de probiotiques (Chandrasekhar et al., 2017). Cependant, chacun a ses avantages et ses inconvénients. La lyophilisation est la méthode la plus couramment utilisée pour sa capacité à préserver la viabilité des bactéries, mais elle est très longue, énergivore et nécessite une optimisation significative pour chaque formulation (Verlhac et al., 2019). En ce qui concerne l'atomisation, elle est une alternative en raison de ses coûts d'exploitation plus bas, mais elle entraîne un stress thermique, un faible rendement en poudre et des difficultés de nettoyage de la machine (Nguyen et al., 2014). La mise en place de stratégies d'optimisation de la formulation et ces procédés constituerait une excellente opportunité pour l'industrie afin de produire des probiotiques de manière plus responsable.

Des essais préliminaires de lyophilisation et d'atomisation de *Saccharomyces cerevisiae* ont révélé des taux de survie limités. Afin d'améliorer la viabilité des cellules, le chitosane a été introduit comme agent protecteur, en combinaison avec le tréhalose, la maltodextrine et la gomme arabique. Ces composants ont été intégrés dans des formulations binaires, ternaires et quaternaires, avec une concentration totale fixée à 15 %. Après séchage, trois paramètres sont estimés pour définir l'efficacité du séchage : l'humidité des poudres, le taux de survie des levures après séchage et le rendement du procédé (estimé à partir des masses de poudres récupérées). Un plan d'expériences a été développé pour limiter le nombre de manipulations.

L'analyse des résultats permet de conclure que les formulations contenant des agents protecteurs ont significativement amélioré les taux de survie des cellules. Le taux de survie des levures après lyophilisation est supérieur à celui obtenu par atomisation. Le rendement de la lyophilisation est proche de 100 %. En revanche, le rendement de l'atomisation est très variable, s'expliquant par des pertes de matière sur les parois de l'atomiseur lors de la collecte de la poudre sèche. Concernant le taux d'humidité résiduelle, il est inférieur à 2 % pour les échantillons lyophilisés, alors qu'il varie entre 3 % et 8 % pour les échantillons obtenus par atomisation. L'ajout de chitosane a pour effet de diminuer légèrement les taux de survie et le rendement, tout en augmentant le taux d'humidité résiduelle. Cependant, le chitosane présente un effet positif sur la stabilité de la poudre lors du stockage, notamment après 60 jours.

L'évaluation approfondie de l'impact des paramètres procédés sur les propriétés fonctionnelles des formulations est actuellement en cours.

Références :

- Chandrasekhar et al., (2017). Rôle of carrier Materials in encapsulation of yeast (*Saccharomyces cerevisiae*) by spray drying. *Drying Technology*, 4-5.
- FAO/WHO (2002) Report on Joint FAO/WHO Expert Consultation on evaluation of health and nutritional properties of probiotics in food including powder milk with live lactic acid bacteria. <http://www.fao.org/es/ESN/Probio/probio.htm>.
- Grange et al., (2023). Design of a water-soluble chitosan-based polymer with antioxidant and chelating properties for labile iron extraction *Scientific Reports*, 13-18
- Nguyen et al., (2014). Étude comparative expérimentale des opérations d'atomisation. These à la Rochelle 3-8.
- Verlhac et al., 2019 Étude et optimisation des cycles de lyophilisation d'une souche probiotique modèle. *Drying technology* 4-6

P16 - Système Laccase/Médiateurs pour la biodégradation des antibiotiques en bioréacteur intensifié

PANZIRONI Giulia^{a,b,*}, STAITA Karima^{b,c}, LAMBERT Julien^b, TURBÉ-DOAN Annick^b, LOMASCOLO Anne^b, FAULDS Craig^b, SAVINO Carmelinda^d, MECHICHI TAHAR^c, FERRASSE Jean-Henry^b, RECORD Eric^b, BERTRAND Emmanuel^a, BARCA Cristian^a, SCIARA Giuliano^b

^a M2P2 UMR7340, Aix-Marseille Université, CNRS, Centrale Marseille, Marseille, France

^bBBF UMR 1163, Aix-Marseille Université, INRAE, Marseille, France

^cEcole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, Sfax, Tunisie

^dInstitute of Molecular Biology and Pathology, IBPM CNR, Rome Italy

Les antibiotiques (ABs) sont largement utilisés dans les traitements humains et animaux, et leur consommation devrait augmenter de 200 % entre 2015 et 2030, si aucune mesure n'est prise (Klein et al., 2018). Prévalents dans les eaux usées et seulement partiellement traités dans les stations d'épuration, les ABs s'accumulent dans l'environnement et contribuent à la résistance aux ABs, une menace majeure pour la santé. Selon l'Organisation mondiale de la santé (OMS), la résistance aux AB pourrait causer jusqu'à 106 décès par an d'ici 2050 (De Kraker et al., 2016). Il est donc essentiel de procéder à une dégradation efficace des ABs avant le rejet des eaux usées. Les processus biologiques à base d'enzymes sont prometteurs pour le traitement des polluants, car ils offrent une alternative écologique aux catalyseurs chimiques synthétiques dangereux. Financée par le projet EU-PRIMA « FUNZYbio », axé sur la bioremédiation des AB, notre étude consiste à cribler l'activité de six laccases, purifiées ou présentes dans les surnageants de culture fongique, pour transformer neuf classes d'AB. Un protocole original à haut débit a été développé pour identifier et suivre rapidement les transformations des ABs en utilisant la spectrophotométrie UV/Vis et la chromatographie liquide à haute performance (HPLC). Un test d'antibiogramme à haut débit a également été développé pour évaluer l'activité antimicrobienne résiduelle des ABs biotransformés. Ces résultats sont essentiels pour identifier des enzymes efficaces pour la biorestauration des ABs. Les méthodes miniaturisées à haut débit conçues dans notre étude permettent de réduire le temps d'expérimentation et les quantités d'échantillons dans les expériences de criblage. La suite du travail de thèse consistera en le dimensionnement d'un réacteur à lit fluidisé intensifié comprenant le meilleur couple laccase immobilisée / médiateur identifié dans les expériences de criblage

Références

- Klein, E. Y., Van Boeckel, T. P., Martinez, E. M., Pant, S., Gandra, S., Levin, S. A., Goossens, H., & Laxminarayan, R., 2018, Global increase and geographic convergence in antibiotic consumption between 2000 and 2015. *Proc. Natl. Acad. Sci.*, 115(15) E3463-E3470.
- De Kraker, M. E. A., Stewardson, A. J., & Harbarth, S. 2016, Will 10 Million People Die a Year due to Antimicrobial Resistance by 2050? *PLOS Medicine*, 13(11), e1002184.

* Auteur à qui la correspondance devrait être adressée : giulia.panzironi@univ-amu.fr

P17 - “mRNA-loaded lipid nanoparticles (LNP-mRNA) preparation process and CFD-based scale-up”

HOURDEL Laurine^{a,b,*}, LEBAZ Noureddine^a, RIPOLL Manon^b, PERAL Florent^b, BENSAID Fethi^b, LUTHRA Sumit^b, BRIANÇON Stéphanie^a, COGNÉ Claudia^a

^aUniversité Claude Bernard Lyon 1, LAGEPP UMR 5007 CNRS, F-69100, Villeurbanne, France

^bSanofi, 1541 Avenue Marcel Mérieux, Marcy-l'Étoile, 69280, France

Thanks to the COVID-19 crisis, the first mRNA vaccine was marketed in 2019. The speed and ease with which it is adaptable from one application to another makes it a major asset for the pharmaceutical industries. In addition, the process (rapid mixing of an aqueous phase with an organic phase) allows the optimal control of production conditions. However, the processes currently used are mainly micromixers which are parallelized to achieve an industrial production volume.

The objective of this poster is to describe the strategy defined by Sanofi to develop a scale-up of the encapsulation process to have a large-scale process, usable for industrial scale. This strategy focuses on three axes:

1. The modeling of the fluids flows in the mixer to understand the fluids mixing.
2. The definition of the key parameters to achieve a scale up.
3. The development of a digital twin capable of predicting the physicochemical and biological properties of LNPs according to the process parameters applied.

The modelling of fluids flow is done by computational fluid dynamic (CFD) and validated by experimental assays. Model results will then be related to physicochemical and biological properties of LNPs to better understand the LNP formation and find the key parameters to achieve a scale up. These results will also be used to develop the digital twin.

This work was funded by Sanofi.

References

- C. Lopes, J. Cristóvão, V. Silvério, P. R. Lino, et P. Fonte : Microfluidic production of mRNA-loaded lipid nanoparticles for vaccine applications (Expert Opin. Drug Deliv., vol. 19, no 10, p. 1381-1395, oct. 2022)
- N. M. Belliveau et al. : Microfluidic Synthesis of Highly Potent Limit-size Lipid Nanoparticles for In Vivo Delivery of siRNA (Mol. Ther. Nucleic Acids, vol. 1, no 8, p. e37, aug. 2012)
- S. J. Shepherd et al. : Scalable mRNA and siRNA Lipid Nanoparticle Production Using a Parallelized Microfluidic Device (Nano Lett., vol. 21, no 13, p. 5671-5680, jul. 2021)

* Auteur à qui la correspondance devrait être adressée : laurine.hourdel@etu.univ-lyon1.fr

P18 - Cinétique réactionnelle de la conversion hydrothermale

Bezza Oumayma^{a,b}, Anne ROUBAUD^a, Geert HAARLEMMER^{a,b}

^a CEA, LITEN, DTCH, Laboratoire Réacteurs et Procédés (LRP), Grenoble Alpes University, 38000 Grenoble, France

^b ED I-MEP², Université Grenoble, 38400 Saint-Martin-d'Hères, France

La liquéfaction hydrothermale (HTL) est un procédé thermo-chimique qui convertit la biomasse en biocarburants et produits chimiques sous haute température (200-374°C) et pression (10-25 MPa). Elle produit quatre phases: une phase aqueuse riche en composés organiques, une bio-huile pouvant être valorisée énergétiquement, un résidu solide appelé biochar et une phase gazeuse constituée majoritairement de CO₂ (souvent en faible quantité).

Cette étude examine la HTL de diverses biomasses et des molécules modèles pour simplifier la compréhension du processus. Elle prend en compte à la fois la compréhension des paramètres opérationnels, la quantification des produits de la liquéfaction hydrothermale et le développement d'un modèle cinétique. Les expériences ont été réalisées sur trois types de biomasses : des noix, des tourteaux de noix et des tourteaux de tournesol, à des températures de 300 °C et 350 °C, pour des durées de réaction de 5 à 15 minutes. Les composés obtenus ont été analysés par différentes techniques, notamment la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS), la chromatographie en phase liquide haute performance (HPLC) et la chromatographie ionique (CI). Ces outils ont permis d'identifier et de quantifier les composés formés afin d'élaborer un schéma réactionnel détaillé.

Les résultats (figure 1) ont montré que :

1. Le meilleur rendement en bio-huile (92%) a été obtenu avec une biomasse riche en lipides à 300°C pendant 5 minutes.
2. Les tourteaux de noix, riches en protéines, ont permis d'obtenir un bon rendement en biohuile (54%) à 300°C et 15 minutes.
3. Les tourteaux de tournesol, riches en fibres, nécessitent une température plus élevée (340°C) pour atteindre leur meilleur rendement en bio-huile (53%).

Ces résultats soulignent l'importance de la composition biochimique de la biomasse sur les rendements et les conditions optimales de réaction. Les biomasses riches en lipides semblent être les plus efficaces pour la production de bio-huile, suivies par celles riches en protéines, tandis que les biomasses riches en fibres nécessitent des conditions plus sévères.

Les molécules identifiées ont été classées par familles de composés pour établir un schéma réactionnel général. Cette étude contribue à optimiser le processus HTL en fonction du type de biomasse et à mieux comprendre les mécanismes de conversion impliqués.

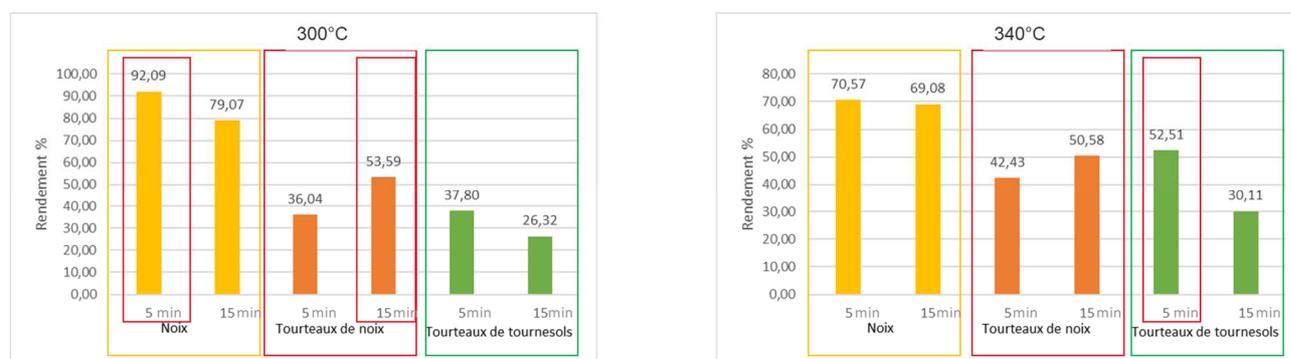


Figure 1 : Rendement en bio-huile des noix, tourteaux de noix et tourteaux de tournesols à 300 et 340 °C

P19 - Experimental data analysis at steady-state of an ammonia-water Generator-Absorber Heat-Exchange (GAX) absorption machine

PHAM Van Kha ^{a,b}, LE PIERRÈS Nolwenn ^{a*}, PHAN Hai Trieu ^b

^aLaboratoire procédés énergie bâtiment (LOCIE) – CNRS, Université Savoie Mont Blanc, Savoie Technolac, 73370 Le Bourget du Lac, France

^bCEA, LITEN – Université Grenoble Alpes, Campus INES, 73375 Le Bourget du Lac, France

In the next two decades, the increase in cooling demand, resulting in increased electricity consumption and greenhouse gas emissions, is a challenge. Absorption chillers can be one of the solutions to the above problem. The conventional compressor in the refrigeration system which consumes a lot of electrical energy is replaced by a "thermal compressor" in the absorption cycle, using flexible heat sources such as solar energy and industrial waste heat. One of the limitations associated to this system is the performance. It can be improved by using a Generator-Absorber Heat-Exchange (GAX) effect which allows a part of the heat rejected by the absorption process to be recovered to generate the refrigerant vapor, thereby reducing the required heat from the external heat source supplied at the generator. The determination of the occurrence and limits of the GAX effect when operating at low cold temperature conditions needs to be clarified. With the goal of better describing the behavior of a GAX cycle, a prototype capable of producing negative temperatures as low as $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ was built [1]. The experimental results at steady-state of the prototype were analyzed and compared with the simulation results of a conventional single-effect cycle model and a simple model of GAX cycle [2] under the same chilled water outlet temperature ($T_{E,out}$) and cooling water temperature (T_A) (Fig 1). The simulation and experimental results show that the COP of the GAX cycle is greater than that of the single-effect cycle, especially when the generator temperature (T_G) is greater than $130\text{ }^{\circ}\text{C}$. In perspective, the modeling of the GAX cycle will be improved by considering detailed models of the heat exchangers based on effectiveness, giving more accurate predictions of the performance and the operating limits of the machine.

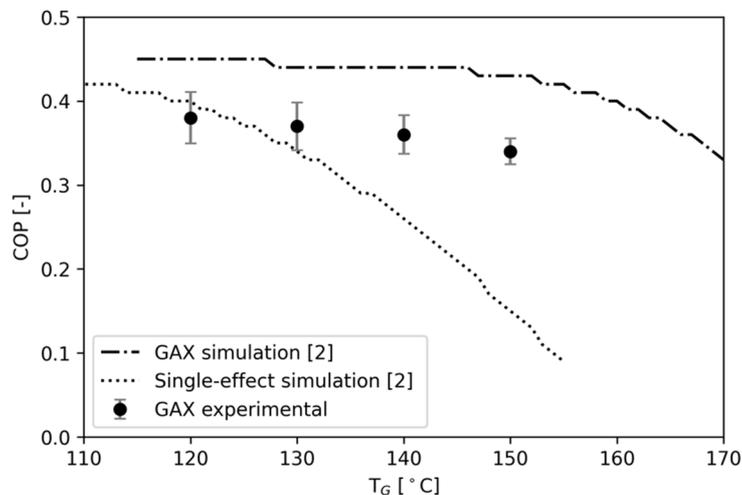


Figure 1. Comparison of cycles Coefficient of Performance (COP) at $T_{E,out} = -20\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_A = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$

Références

- [1] H. Demasles, A. Muller, and H. T. Phan, "Development of NH₃/H₂O absorption chillers for negative cooling in industrial solar systems," International Institute of Refrigeration (IIR), 2023. doi: 10.18462/iir.icr.2023.0054.
- [2] F. Aste and H. T. Phan, "Numerical study on multi-effect and multi-stage NH₃/H₂O absorption chillers for negative cooling in SHIP systems," presented at the International Conference on Concentrating Solar Power and Chemical Energy Systems, Oct. 2021, p. 140001. doi: 10.1063/5.0149485.

* Auteur à qui la correspondance devrait être adressée : nolwenn.le-pierres@univ-smb.fr

P20 - Intensification du procédé de synthèse de méthanol à partir de CO₂/H₂ par couplage réaction-sorption des produits

ANTONUCCIO Enrico, AUBERT Guillaume, BORNETTE Frédéric, VANOYE Laurent EDOUARD David,
 FONGARLAND Pascal

CP2M, UMR 5128 CNRS – UCBL – CPE Lyon, 43 bd 11 Novembre, 69616 Villeurbanne

Le méthanol est généralement obtenu à partir de la conversion d'un mélange de CO₂ (et/ou CO) et H₂ dans un réacteur à lit fixe entre 40-80 bar et 200-300 °C. Le rendement de ce procédé est limité d'un côté par l'équilibre thermodynamique de la réaction exothermique (1) et de l'autre côté par une réaction secondaire, le RWGS (2), qui consomme du CO₂ en baissant la sélectivité.



Une stratégie pour intensifier ce procédé réside dans l'emploi d'un adsorbant qui puisse sélectivement adsorber l'eau et/ou le méthanol, permettant de déplacer l'équilibre de (1) vers la droite. Techniquement, cela est réalisé grâce à des cycles alternés de réaction-adsorption et désorption déclenchés par changement de la température et/ou de la composition. Cette technologie est connue comme 'Temperature Swing Adsorption' et le procédé dans son ensemble comme 'Sorption Enhanced Reaction Process' [1].

L'objectif de notre projet est de mieux comprendre l'interaction entre les différentes contributions (transfert matière, chaleur, réaction catalytique et sorption) par le biais de la simulation et de l'expérience, afin d'optimiser le procédé (durée et nature des cycles, scale-up, choix des matériaux adsorbants...).

Grâce à un réacteur pilote rempli avec un mélange de catalyseur commercial Cu/ZnO/Al₂O₃ et de zéolites 4A il a été possible de mener une première campagne expérimentale. Les résultats de l'expérience et de la simulation sont comparés dans les figures 1 et 2. Il apparait que les données simulées, basées sur la littérature, interprètent assez bien la réalité expérimentale, néanmoins ils faillissent dans l'interprétation de certains aspects du procédé. La cause de cette dérive est l'hypothèse que la zéolite 4A a beaucoup moins d'affinité avec le méthanol qu'avec l'eau, ce qui est erroné. Par conséquent, le dépassement de la contrainte thermodynamique représentée en simulation (fig.2) par l'overshoot de concentration du méthanol n'est pas avérée dans la réalité (fig.1), car le méthanol est également retenu par l'adsorbant et sa percée arrive au même moment que celle de l'eau.

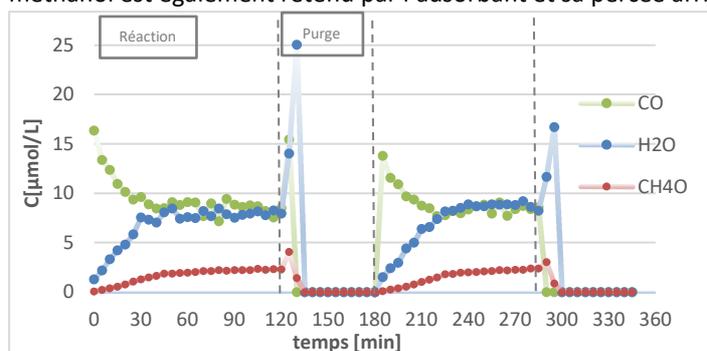


Figure 1 Courbes de percée expérimentales. P=15 bar, T=235°C, H₂:C=3 ; 2 cycles de réaction et purge par hausse de la température à 300°C

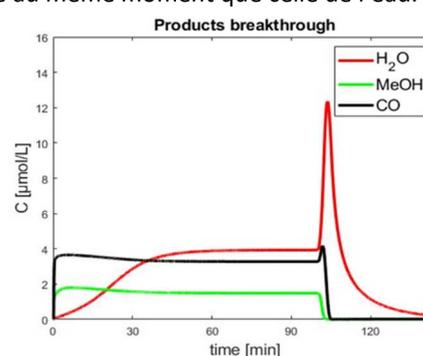


Figure 2 Courbes de percée simulées via Matlab 1 cycle dans les mêmes conditions que la figure 1.

Un ajustement paramétrique sur les isothermes d'adsorption des produits avec davantage de données issues de l'expérience permettra d'affiner le modèle afin de représenter le processus observé de façon la plus fiable possible.

Références :

[1] Terreni, J.; Trottmann, M.; Franken, T.; Heel, A.; Borgschulte, A. Sorption-Enhanced Methanol Synthesis. *Energy Technology* 2019, 7 (4). <https://doi.org/10.1002/ente.201801093>.

P21 - Recyclage du PET : Compréhension du rôle des impuretés sur le procédé de cristallisation du monomère BHET

RACHED Pedro^{a,b*}, LIASCUKIENE Irma^b, CHICHE David^a, BLANCKE Guillaume^a et PUEL François^b

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

^bUniversité Paris-Saclay, CentraleSupélec, Laboratoire de Génie des Procédés et Matériaux, 91190, Gif-sur-Yvette, France

Dans l'objectif de recyclage, le polyéthylène téréphtalate (PET) est dépolymérisé par glycolyse avec de l'éthylène glycol (EG). Il est décomposé en son monomère constitutif (bis(2-hydroxyéthyl) téréphtalate (BHET)), qui peut être contaminé par certaines impuretés. Puisque le BHET doit être repolymérisé pour redevenir du PET, il est également crucial d'éliminer les impuretés présentes afin de garantir que le PET obtenu soit conforme aux exigences des applications prévues [Huang, J. et al., 2021].

La cristallisation en solution est une méthode de purification qui consiste à séparer le composé d'intérêt des impuretés en fonction de leur solubilité dans un solvant donné. Le BHET produit par glycolyse, peut être soumis à une étape de cristallisation dans l'eau pour enlever les impuretés et optimiser la distribution de taille des cristaux (DTC). La présence d'impuretés peut néanmoins influencer la cristallisation en altérant la solubilité du BHET et en modifiant la cinétique des mécanismes de nucléation et de croissance, pouvant ainsi impacter le faciès et la taille des cristaux finaux [Sangwal, K., 1993].

Par conséquent, l'objectif de ce travail porte sur l'étude de la cristallisation batch de BHET par une double approche expérimentale et de simulation par bilan matière (équation 1) et bilan de population (équation 2).

$$\frac{dy_{\text{BHET}}}{dt} = \frac{F_{\text{BHET}}^{S \rightarrow C} (y_{\text{BHET}} - 1)}{m_T (1 - c_{\text{BHET}})} \quad (1)$$

$$\frac{1}{V_T(t)} \frac{\partial [V_T(t)\psi(\vec{L}, t)]}{\partial t} + \nabla_{\vec{L}} \cdot [R_G(\vec{L}, t)\psi(\vec{L}, t)] = \hat{R}_N(\vec{L}, t) \quad (2)$$

L'effet de certaines impuretés sur la cristallisation est inclus dans le modèle proposé, et validé expérimentalement. Les figures 1 et 2 montrent l'effet de l'impureté A sur la dynamique de consommation en BHET et sur la taille des cristaux de BHET, respectivement.

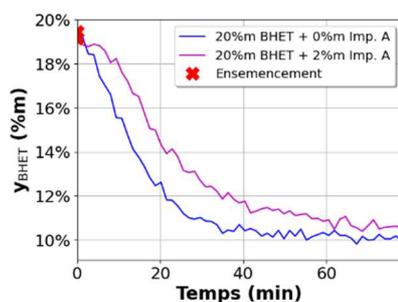


Figure 1. Evolution de la composition de la phase fluide lors d'une cristallisation.

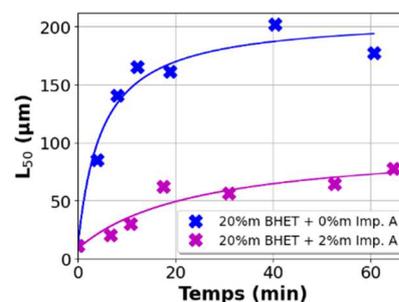


Figure 2. Evolution de la longueur médiane des cristaux générés.

Références

- Huang, J., Yan, D., Dong, H., Li, F., Lu, X., Xin, J., 2021, Removal of trace amount impurities in glycolytic monomer of polyethylene terephthalate by recrystallization, Journal of Environmental Chemical Engineering, 9:106277
Sangwal, K., 1993, Effect of impurities on the processes of crystal growth, Journal of Crystal Growth 128:1236-1244.

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : pedro.de-oliveira-abi-rached@ifpen.fr

P22 - Lixiviation des éléments des terres rares à partir du phosphogypse dérivé des minerais phosphatés magmatique et sédimentaire

BELLEFQIH Hajar ^{a*}, AJBAR Wassila ^a, MAZOUZ Hamid ^b, BILAL Essaid ^a

^aEcole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, CNRS UMR, EVS, 5600, F42023 Saint Etienne, France

^bCentre d'expertise pour les phosphates (CEPH), Université Mohammed IV Polytechnique (UM6P), Ben Guerir 43150, Maroc

Les éléments des terres rares (REEs) sont des ressources stratégiques essentielles pour l'économie mondiale et figurent parmi les matières premières critiques (CRMs) de l'Union européenne [1]. Cependant, l'Europe reste largement dépendante des importations de ces éléments, principalement en provenance de Chine, pour satisfaire la demande croissante des technologies de pointe. Cette dépendance pourrait être considérablement réduite en valorisant des ressources primaires ou secondaires locales, telles que le phosphogypse (PG) [2]. Exploiter ces ressources permettrait non seulement de renforcer l'autosuffisance de l'Europe, mais aussi de promouvoir une économie circulaire durable, en valorisant les sous-produits industriels tout en réduisant l'impact environnemental.

Dans le cadre du projet PG2CRM "Phosphogypsum Processing to Critical Raw Materials", notre objectif est de comparer les procédés de lixiviation des terres rares à partir de deux types distincts de PG : le PG magmatique (MPG) issu de l'usine chimique de Wizow en Pologne, et le PG sédimentaire (SPG) provenant de Jorf Lasfar au Maroc. Pour la première fois, des agents oxydants et réducteurs ont été utilisés pour optimiser l'efficacité de la lixiviation, en employant HNO_3 , HCl et H_2SO_4 , accompagnés de NaClO_3 et H_2O_2 comme oxydants, et de Fe et Zn comme réducteurs. Le MPG a permis des récupérations exceptionnelles, atteignant jusqu'à 88 %, tandis que le taux de récupération du SPG a progressé de 34 % à 48 % grâce à l'ajout de Fe . L'analyse micro-EDXRF a révélé que, dans le MPG, les terres rares forment des sels solubles facilement lixiviables, tandis que dans le SPG, les REEs sont emprisonnées dans le réseau cristallin du gypse, rendant leur extraction plus complexe. Cette étude démontre que le phosphogypse est une source prometteuse de REEs, tout en offrant un gypse résiduel adapté à des applications en agriculture durable et en construction, soutenant ainsi l'économie circulaire et la transition vers un avenir plus durable.

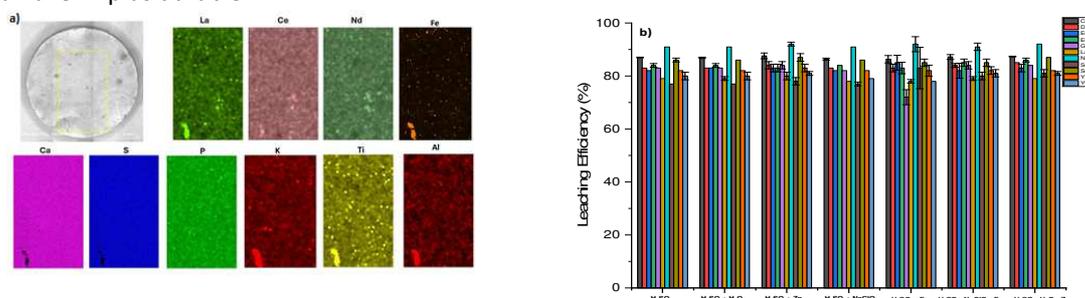


Figure 1. (a) Cartes de distribution spatiale en 2D de la Micro-EDXRF des REEs, Ca, S, P, Ba, Ti, Fe, Al, K et Sr dans le MPG. (b) Efficacité de la lixiviation des REEs (avec barres d'erreur) à l'aide de H_2SO_4 2M à partir du MPG, en addition de différents agents oxydants (H_2O_2 et NaClO_3), agents réducteurs (Fe et Zn), et combinaisons des deux.

Références

- [1] Tercero Espinoza, L., Kroll, H., Stijepic, D., Bettin, S., Favreuille, S., Mesbahi, Z., ... et Ladikas, M., 2024. The role of research and innovation in ensuring a safe and sustainable supply of critical raw materials in the EU.
- [2] Bilal, E., Bellefqih, H., Bourgier, V., Mazouz, H., Dumitraş, D. G., Bard, F., ... et Haneklaus, N. 2023., Phosphogypsum circular economy considerations: A critical review from more than 65 storage sites worldwide. Journal of Cleaner Production, 414, 137561.

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : Hajar.bellefqih@emse.fr

P23 - Comportement des matériaux réfractaires sous atmosphères hydrogénées pendant la réduction directe des minerais de fer

HELLO Mouna^{a,c}, FAVERGEON Loïc^a, FISCHER Marc^a, DARGAUD Marielle^b et MARÉCHAL David^c

^aMines Saint-Etienne, CNRS, LGF UMR 5307, Centre SPIN, Saint-Etienne

^bSaint Gobain Research Provence, Cavaillon

^cIRT-M2P, Metz

La réduction des émissions de CO₂ stimule le développement de procédés de réduction directe du minerai de fer par l'hydrogène. Cependant, cette transition des procédés conventionnels de réduction à base de carbone vers des environnements riches en hydrogène pose des défis pour le comportement et la durabilité des matériaux réfractaires dans des conditions extrêmes en paroi des fours de réduction. Cette étude vise à explorer ce comportement à travers une méthodologie en trois étapes : la modélisation des conditions de température et de pressions partielles dans un four de réduction directe du minerai de fer (DRI), l'étude expérimentale de la corrosion des matériaux réfractaires dans les conditions du four de DRI, et le développement d'un modèle cinétique prédictif de la corrosion de ces matériaux réfractaires sous hydrogène. Dans la première étape, des modèles numériques à petite échelle et à échelle pilote ont été développés avec COMSOL Multiphysics, en s'appuyant sur les travaux de Meshram et al. Le modèle à petite échelle, simulant la réduction d'une particule de minerai de fer, a été validé en reproduisant précisément les réactions gaz-solide dans une géométrie axisymétrique 2D. Le modèle pilote intègre des dynamiques d'écoulement et de transfert thermique à une échelle élargie, avec pour objectif de l'étendre à une échelle industrielle. Ce modèle industriel fournira une cartographie des conditions opérationnelles dans les réacteurs industriels pendant la réduction directe par l'hydrogène. Concernant l'étude expérimentale de la corrosion des matériaux réfractaires, un test de corrosion à haute température a été réalisé sur dix matériaux réfractaires différents, exposés à l'hydrogène pur à 1200 °C, pour évaluer leur durabilité. De plus, des tests thermogravimétriques (TGA) ont été menés sous différentes atmosphères réductrices et différents programmes de température afin de caractériser la cinétique des réactions mises en jeu pour des échantillons de compositions différentes. Les caractérisations par microscopie et par EDX des échantillons avant et après corrosion permettront de proposer des mécanismes de dégradation des matériaux. Enfin, en se basant sur les résultats précédents et sur les prédictions thermodynamiques, un modèle cinétique sera proposé en se basant sur l'écriture d'un mécanisme en étapes élémentaires utilisant le concept de défauts ponctuels. Grâce à l'hypothèse de l'étape limitante, la résolution de ce mécanisme permettra de dériver des lois de vitesse en fonction de la température et des pressions partielles des gaz mis en jeu. Ces lois seront ensuite comparées aux résultats TGA pour identifier l'étape limitante et déterminer l'expression de la vitesse de réaction. Cette démarche intégrée, apportera une meilleure compréhension du comportement des matériaux dans les procédés de réduction du minerai de fer par l'hydrogène. Les connaissances acquises guideront l'optimisation de la conception des réacteurs et le choix de matériaux réfractaires durables, contribuant ainsi à la durabilité des procédés de réduction par l'hydrogène.

Références

- Meshram, A.; Govro, J.; OMalley, R.J.; Sridhar, S.; Korobeinikov, Y. Modeling Isothermal Reduction of Iron Ore Pellet Using Finite Element Analysis Method: Experiments & Validation. *Metals* 2022, 12, 2026, <https://doi.org/10.3390/met12122026>.
- Meshram, A.; Korobeinikov, Y.; Nogare, D.D.; Zugliano, A.; Govro, J.; OMalley, R.J.; Sridhar, S. Modeling the First Hydrogen Direct Reduction Pilot Reactor for Ironmaking in the USA Using Finite Element Analysis and Its Validation Using Pilot Plant Trial Data. *Processes* 2023, 11, 3346, <https://doi.org/10.3390/pr11123346>.

P24 - Caractérisation et fonctionnalisation d'internes structures innovants pour l'optimisation des colonnes de distillation thermiquement intégrées : impact sur le transfert thermique

CAIAIA Antonio, PHILIPPE Régis, NIKITINE Clémence, AUBERT Guillaume, BORNETTE Frédéric, CAMPOLI Fabrice, EDOUARD David, SWESI Youssef et FONGARLAND Pascal
 CP2M, Villeurbanne, 69100, France

La distillation est la technique de séparation la plus consommatrice d'énergie, représentant 40 % de la consommation énergétique de l'industrie américaine [1]. Les colonnes de distillation thermiquement intégrées (HIDiC) permettent une meilleure économie d'énergie en distillation, jusqu'à 80 % d'économie par rapport aux colonnes classiques [1]. L'un des inconvénients de cette technologie est l'utilisation du compresseur, qui la rend coûteuse et moins attractive à l'échelle industrielle. L'une des solutions pour améliorer l'efficacité des HIDiC est de minimiser le travail du compresseur en augmentant la surface d'échange thermique et le coefficient de transfert thermique global des internes des colonnes, afin de le rendre plus attractif pour une application industrielle [1].

Des nouveaux internes structurés pour des colonnes sont conçus par CAO et imprimés par impression 3D. Au-delà d'un meilleur transfert de masse, hydrodynamique, et moins de pertes de charge, ils présentent un très bon transfert de chaleur radial [1], ce qui en fait des candidats potentiels pour l'optimisation des HIDiC.

Différente de l'approche de transfert thermique pseudo-homogène utilisée dans les réacteurs catalytiques pour caractériser les propriétés de transfert thermique des internes, l'approche classique globale de transfert chaleur, couramment utilisée en distillation, ne prend pas en compte l'hétérogénéité de la structure poreuse, la morphologie, ne mettant pas non plus en évidence l'influence de la géométrie dans la conduction thermique et la convection. De même, elle cache certaines propriétés de transport importantes, comme des cavités millimétriques (pour améliorer la mouillabilité) prises en compte lors de la conception des nouveaux internes structurés, car l'impression 3D offre une grande liberté de conception.

La caractérisation thermique des internes structurés est largement trouvée dans la littérature pour des configurations d'écoulement de gaz ascendant et descendant ainsi que pour gaz-liquide en co-courant. À notre connaissance, il n'existe pas d'étude dans la littérature concernant la caractérisation du transfert thermique des internes structurés dans une configuration d'écoulement gaz-liquide en contre-courant, similaire à la configuration d'écoulement trouvée dans une colonne de distillation. Un modèle pseudo-homogène tri-phasique à gaz-liquide en contre-courant contenant cinq paramètres recherchés (conductivités thermiques effectives axial et radial, coefficients d'échange thermique pariétale, et les coefficients d'échanges thermiques aux interfaces S-L et L-G) a été développé en se basant sur la même démarche que David Edouard et al [2].

Un dispositif expérimental composé d'un réacteur en acier inoxydable ($d_{int}=49\text{mm}$, $H=53\text{cm}$) comportant 49 thermocouples a également été construit afin de capturer les profils de température locaux (radial et axial). Le liquide et le gaz sont envoyés chauds à l'intérieur du réacteur et refroidis à l'extérieur. La gamme des conditions opératoires est celle proche de la distillation en se plaçant en dessous de la zone d'engorgement. Les paramètres

recherchés sont trouvés par fitting du profil de température issu du modèle et le profil de température expérimental (moindres carrés non linéaires). Un interne en mousse métallique (cf. figure 1) est en train d'être étudié, deux autres seront aussi caractérisés et puis comparés en termes de performances thermiques.

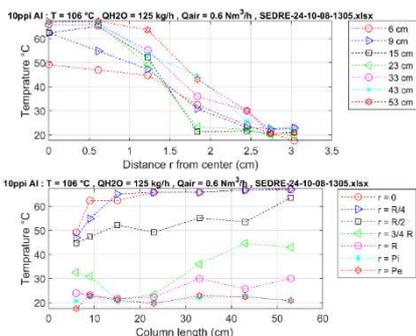


Figure 1. Profil de température radiale (en haut) et axial (en bas). G-L à contre-courant. $T_{gin}=106^{\circ}\text{C}$ et $T_{lin}=70^{\circ}\text{C}$. $T_{caloporteur}=15^{\circ}\text{C}$. Mousse alliage Aluminium, $\varepsilon = 96$, 10ppi.

Références

- [1] Olujic, Z.; Fakhri, F.; de Rijke, A.; de Graauw, J.; Jansens, P. J., Journal of Chemical Technology & Biotechnology 2003, 78 (2–3), 241–248. <https://doi.org/10.1002/jctb.761>.
 [2] David Edouard et al, The effective thermal properties of solid foam beds. Journal of Heat & Mass Transfer

P25 - Comparaison de performance en hydrotraitement des pyrolysats de pneu pour la production des carburants

BADLAOUI Meryem^{a*} PEJPICHESTAKUL Warumporn^a, CAO Ngoc Yen Phuong^a, CELSE Benoit^a, CHARON Nadège^a, GUICHARD Bertrand^a, NGUYEN Minh Tuan^a et THYBAUT Joris W.^b

^aIFP Energies nouvelles, Rond-point de l'échangeur de Solaize, 69360 Solaize, France

^bLaboratory for Chemical Technology, Ghent University, Technologiepark 125, B-9052 Ghent, Belgium

La quantité importante de pneus usagés jetés chaque année, ainsi que leur teneur élevée en carbone / bio-carbone et en hydrogène font d'eux une ressource prometteuse pour la production de carburants durables (Hita et al. 2016). La pyrolyse, une des méthodes de valorisation des pneus usagés, permet de produire, entre autres, l'huile de pyrolyse (TPO). Cependant, les TPOs ne peuvent pas être utilisés directement comme carburant à cause de leur viscosité élevée ainsi que leur grande teneur en impuretés. L'hydrotraitement est un procédé qui permet alors d'améliorer ces TPOs en réduisant leur teneur en azote N, soufre S, oxygène O, et en carbone aromatique Ca (Straka et al. 2023).

Cette étude vise à caractériser l'hydrotraitement des trois TPOs, nommé TPO A, TPO B et TPO C, en comparant leur réactivité à celle d'un distillat sous-vide VGO. L'hydrodésazotation HDN, l'hydrodésulfuration HDS, l'hydrodésoxygénation HDO et l'hydro-désaromatisation HDCa sont les réactions d'hydrotraitement étudiées.

Les tests expérimentaux ont été réalisés dans un réacteur autoclave semi-continu à 140 barg et 362 °C, pendant 4 h à une agitation à 1000 tr/min. Le réacteur a été chargé avec 200 g de charge et 42 g d'un catalyseur Ni-Mo pré-sulfuré. Le taux de conversion HDX de chaque réaction d'hydrotraitement est ensuite calculé dans l'équation (1) en fonction des masses m_c et m_p de la charge et des produits liquides respectivement, des concentrations C_c et C_p de N, S, O, ou de Ca dans la charge et dans les produits liquides respectivement :

$$\text{HDX}(\%m) = \left(1 - \frac{m_p}{m_c} \cdot \frac{C_p}{C_c}\right) \times 100 \quad (1)$$

La figure 1 présente la performance d'hydrotraitement pour les différentes charges. Les charges TPOs ont une concentration plus importante de N, de O et de Ca que la charge VGO, tandis qu'elles ont une concentration plus faible en S. La performance HDN de la charge A, très riche en azote (0.76 %m), est inférieure à celles du VGO. Le taux de conversion HDS est similaire pour toutes les charges. La charge TPO C, contenant une concentration en hétéroatomes inférieure à celle des charges TPO A et TPO B entraîne un taux de conversion HDN et HDO supérieure à ceux des autres TPOs. La charge TPO B a le plus faible taux de conversion HDS, HDO et HDCa. En ce qui concerne le carbone aromatique, le VGO a le taux de conversion le plus élevé.

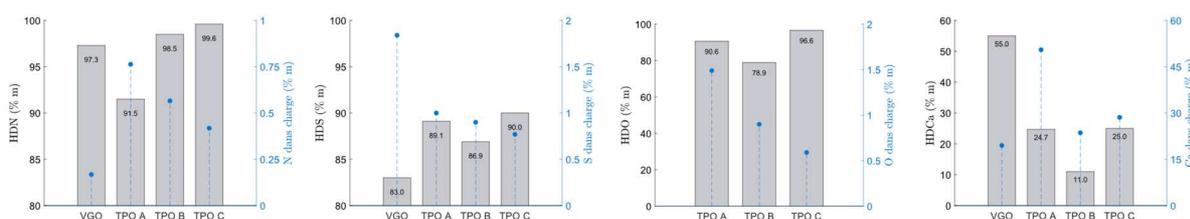


Figure 1. Performance d'hydrotraitement des différentes charges (taux de conversion : histogramme, concentration initiale : point)

Références

- I. Hita, M. Arabiourrutia, M. Olazar, J. Bilbao, J.M. Arandes, P. Castaño, Opportunities and barriers for producing high quality fuels from the pyrolysis of scrap tires, *Renewable and Sustainable Energy Reviews* (2016) 745–759
- P. Straka, M. Auersvald, D. Vrtiška, H. Kittel, P. Šimáček, P. Vozka, Production of transportation fuels via hydrotreating of scrap tires pyrolysis oil, *Chemical Engineering Journal* (2023), Volume 460, 141764

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : meryem.badlaoui@ifpen.fr

P26 - Efficacité énergétique des bioprocédés - Etude du couplage entre l'immobilisation de biocatalyseurs et la structuration de milli réacteurs pour la synthèse enzymatique en flux continu.

DRABO Adama^{a,b,c}, ANXIONNAZ MINVIELLE Zoé^{a*}, NONGLATON Guillaume^b, MICHAUD Maïté^{a,b}, DE BERARDINIS Véronique^d, PETIT Jean-Louis^d, ZAPARUCHA Anne^d, VERGNE-VAXELAIRE Carine^d, NARDIN Corinne^c

^aUniv. Grenoble Alpes, CEA, Liten F-38000, Grenoble, France

^bUniv. Grenoble Alpes, CEA, Leti F-38000, Grenoble, France

^cUniversité Pau et des Pays de l'Adour (UPPA), 64053, Pau, France

^dGénomique Métabolique, Genoscope, Institut François Jacob, CEA, CNRS, Univ. Evry, Université Paris-Saclay, 91057 Evry, France

Dans le contexte de la transition actuelle vers des procédés de synthèse chimique industriels durables et économiquement viables, le projet Billie vise à développer un bioréacteur enzymatique continu innovant, qui s'adresse principalement aux industries pharmaceutique et de chimie fine [1]. Afin de surmonter les limitations des systèmes de réacteur discontinus ou fermés (*batch*) et en lit fixe (réutilisation d'enzymes, perte de charge), nous proposons une approche d'immobilisation enzymatique en paroi de réacteurs à canaux milli-structurés en poly(méthacrylate de méthyle) (PMMA)[2]. L'objectif final est de transposer les systèmes de réacteurs fermés vers des systèmes continus afin de résoudre les défis liés au recyclage des enzymes au transfert de masse et à la perte de charge (efficacité énergétique), tout en améliorant la productivité et la stabilité enzymatique en conditions extrêmes (pH, température, solvant) [3,4]. La nitrilase catalyse l'hydrolyse des nitriles en acide nicotinique mais elles sont peu utilisées jusque-là.

Nos premiers résultats portent sur la comparaison de deux méthodes d'immobilisation en discontinu, transposable éventuellement en réacteur continu (Figure 1) en termes de rendement d'immobilisation, de taux de conversion du substrat et de l'activité retrouvée (rapport entre l'activité spécifique de l'enzyme immobilisée et celle de l'enzyme libre). Le greffage covalent sur billes de PMMA-NH₂ a permis d'atteindre un rendement d'immobilisation optimal de 92 % avec une activité retrouvée de 27 % obtenue à 30°C, 50 mM de substrat et 124,4 µg/mL d'enzyme. L'encapsulation dans une matrice microporeuse de silice obtenue par procédé sol-gel s'est révélée également avantageuse, avec un rendement d'immobilisation de 100 % et une activité retrouvée de 47 %, obtenue à 30°C, 10 mM de substrat et pour une concentration d'enzyme de 18,7 µg/mL. Ces résultats ouvrent la voie à des procédés de synthèse enzymatique en continu. Les prochaines étapes concernent la transposition du processus d'immobilisation vers les réacteurs milli-structurés pour étudier leur stabilité et ainsi caractériser leur productivité à long terme.

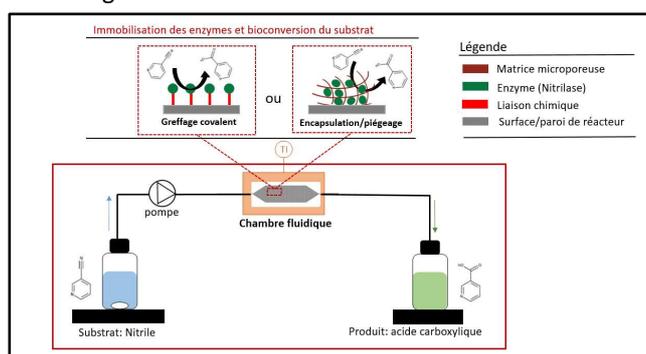


Figure 1 : Schéma de principe de la biocatalyse en flux avec l'immobilisation des enzymes en paroi du réacteur.

Références

- [1] Tamborini, L.; Fernandes, P.; Paradisi, F.; Molinari, F., Trends Biotechnol. 2018, 36 (1), 73–88.
- [2] Michaud, M.; Nonglaton, G.; Anxionnaz-Minvielle, Z., ChemBioChem 2024, 25 (11), e202400086.
- [3] Teepakorn, C.; Zajkoska, P.; Cwicklinski, G.; De Berardinis, V.; Zaparucha, A.; Nonglaton, G.; Anxionnaz-Minvielle, Z., Biotechnol. J. 2021, 16 (10), 2100010. <https://doi.org/10.1002/biot.202100010>.
- [4] Zhang, C.; Yan, K.; Hu, C.; Zhao, Y.; Chen, Z.; Zhu, X.; Möller, M., J. Mater. Chem. B 2015, 3 (7), 1261–1267.

P27 - From Leaf to Canopy: Scaling Plant Growth Models for Space

FLEISCHER Louise^a, POULET Lucie^a, DUSSAP Claude-Gilles^a, PAILLET Alexis^b et FONTAINE Jean-Pierre^a

^aUniversité Clermont Auvergne, Clermont Auvergne INP, CNRS, Institut Pascal, F-63000 Clermont–Ferrand, France

^bSpaceship FR projet, Centre National d'études Spatiales, 18 avenue Edouard Belin, 31400 Toulouse, France

As space missions progress toward longer durations, growing plants in space becomes crucial for providing in situ food production, air recycling, and water regeneration, therefore reducing dependency on Earth-based resources. The whole question is therefore to adapt the growth models of higher plants to the very particular environmental conditions in space, that is to say to non-terrestrial gravity conditions, disturbed radiation environments and highly modified convective conditions in aerial and root parts. While existing leaf-level models have been developed, there is a notable gap in space-ready canopy-wide models. This research aims to address this gap by developing multi-scale computational fluid dynamics (CFD) and canopy models for extra-terrestrial greenhouses. The current research approach is developed in this poster, structured in three phases, parametrization, simulation and validation, with future possible directions depicted. This PhD research aims to bridge unlock at-scale simulation of plant growth in extraterrestrial environments, thereby enabling future efficiency optimization for long-term human space agriculture.

This work is being funded by CNES and University Clermont Auvergne.

Références

Poulet, L., et al., 2017, Modelling higher plants gas exchange in reduced gravity environment, 47th International Conference on Environmental Systems.

Fatnassi, et al., 2023, Use of computational fluid dynamic tools to model the coupling of plant canopy activity and climate in greenhouses and closed plant growth systems: A review, biosystems engineering, 230, 388-408.

Gu, S., et al., 2022, Use of 3D modeling to refine predictions of canopy light utilization: A comparative study on canopy photosynthesis models with different dimensions, Frontiers in Plant Science, 13, 735981.

P28 - Investigating Heat and Mass Exchange Between a Leaf Replica and Its Environment in Microgravity Conditions

KUZMA Joanna^{a,b,c,*}, POULET Lucie^a, FONTAINE Jean-Pierre^a, GODIA-CASABLANCAS Francesc^b et DUSSAP Claude-Gilles^a

^aUniversité Clermont Auvergne, Clermont Auvergne INP, CNRS, Institut Pascal, F-63000 Clermont–Ferrand, France

^bUniversitat Autònoma de Barcelona, Escola d'Enginyeria, 08193 Bellaterra, Barcelona, Spain

^cCentre National d'Études Spatiales, 18 Av. Edouard Belin, 31400 Toulouse, France

Future Bioregenerative Life Support Systems will incorporate plants to generate food, oxygen, and water for human crews. Consequently, it is essential to gain a comprehensive understanding of the fundamental aspects of plant metabolism and its interactions with its surroundings. The growth of higher plants is deeply affected by their environment, necessitating precise control in bioregenerative life-support systems. This precision requires a comprehensive understanding of basic processes like heat and mass transfer. These processes are significantly influenced by air movement and are governed by forced and natural convection. However, natural convection does not occur in microgravity conditions. This work reports on an experiment performed on the 65th and 66th CNES parabolic flight campaigns. To focus on these physical phenomena and avoid the variability of biological stress on plants, leaf replicas that mimic real plants stomatal conductance and its thermal properties have been used, in the form of a solid substrate with an emissivity similar to real plant leaves on the top surface and laser-perforated holes on the underside to imitate transpiration through stomata (Figure 1).



Figure 1. Leaf replica design scheme and a photo with the dimensions

The experimental setup comprises four units, equipped with a LED system fan, a stepper motor to orientate the replica, thermocouples, T&H sensors, anemometer and an IR camera to collect the data. Throughout the experiment, the environmental parameters and the surface temperature of the leaf replicas were continuously recorded. The experiments examined various inclinations of the leaf replicas relative to the airflow direction (from -30 degrees to +30 degrees), along with different airspeeds ranging from 0 to 0.5 m/s. The replica was illuminated during the whole experiment. The initial results indicate an increase in the surface temperature of the replicas by up to 1.2 °C during the microgravity phase for airspeeds close to 0 m/s, and minimal surface temperature differences observed at airspeeds above 0.3 m/s.

Additionally, the orientation of the replica in relation to the airflow influences the heat and mass exchange, with the surface temperature of the replica being on average 0.2 °C lower when the transpiring side faces the airflow.

This work was funded by the French National Center of Space Studies (CNES), the MELISSA Foundation, and the European Space Agency (ESA).

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : joanna.kuzma@doctorant.uca.fr

P29 - Dévoiler le rôle du fer dans la réaction d'oxydation de l'urée catalysée par le nickel

ZEMTSOVA Viktoriia^a, OSHCHEPKOV Alexandr^b, SAVINOVA Elena^b, CHATENET Marian^a

^aLPEMI-Phelma UMR 5279-CNRS-Grenoble-INP, 1130 rue de la piscine, 38402 St Martin d'Hères Cedex, France

^bICPEES UMR 7515-CNRS-Université de Strasbourg, 25, rue Becquerel, 67087 Strasbourg Cedex 2, France

L'urée est un composé naturellement abondant, connu pour être un polluant du sol comme de l'eau. Cette contamination est généralement liée à une élimination négligente des urines humaines et animales, à l'épandage agricole et à l'élimination des déchets industriels. Les produits de clivage de l'urée sont toxiques pour l'homme et les animaux et peuvent également augmenter le pH du sol, ce qui pose des problèmes pour l'agriculture¹. En outre, des données récentes suggèrent que la pollution des océans par l'urée peut entraîner la production d'acide domoïque toxique par les algues océaniques¹. Par conséquent, le traitement des eaux usées provenant de l'urée est un défi important.

L'oxydation électrocatalytique de l'urée (UOR, en anglais) est l'une des solutions envisagées qui a suscité un intérêt considérable de la part des chercheurs au cours des dernières décennies². En outre, la réaction d'oxydation de l'urée à l'anode se produit généralement à des potentiels inférieurs à ceux de la réaction de dégagement de l'oxygène (OER), ce qui permet d'utiliser l'urée pour la production de H₂ (par la réaction cathodique de dégagement de l'hydrogène, HER, en anglais), dite "assistée", à une tension inférieure à celle de l'électrolyse de l'eau. Ainsi, l'urée peut être considérée comme un combustible renouvelable et l'UOR peut être utilisée comme une méthode alternative au traitement de l'urée.

Les catalyseurs à base de nickel sont considérés comme les plus prometteurs pour l'UOR en milieu alcalin. Cependant, les matériaux actuellement développés nécessitent l'application de surtensions importantes en raison de la lenteur de la cinétique de l'UOR. Ces dernières années, de nombreux catalyseurs bimétalliques à base de Ni (NiFe) ont été conçus et testés pour l'UOR^{3,4}. Cependant, les données disponibles dans la littérature sur l'activité des catalyseurs NiFe dans l'UOR sont plutôt contradictoires³.

Dans ce travail, nous comparons l'UOR sur des hydroxydes monométalliques de Ni et bimétalliques de NiFe avec différents rapports de métaux, tout en accordant une attention particulière aux corrélations entre la structure et la composition de phase des hydroxydes de Ni(M) formés et leur activité UOR ainsi que les produits de la réaction. Les études électrochimiques sont complétées par une caractérisation physico-chimique détaillée ex situ (XPS, SEM, AFM) des matériaux ainsi que par une analyse in situ par spectroscopie FTIR. En outre, des études spectroélectrochimiques in situ suggèrent l'apparition parallèle de l'UOR suivant deux voies de réaction. Cependant, le rapport entre les produits dépend du potentiel et est affecté par la présence du second métal (Fe), comme nous le verrons dans la présentation (Figure 1.). Des aperçus supplémentaires sur l'effet du second métal sur la structure et la composition de la phase des hydroxydes de Ni(M) produits sont obtenus à partir des mesures XAS effectuées à la ligne BAM du synchrotron BESSY II.

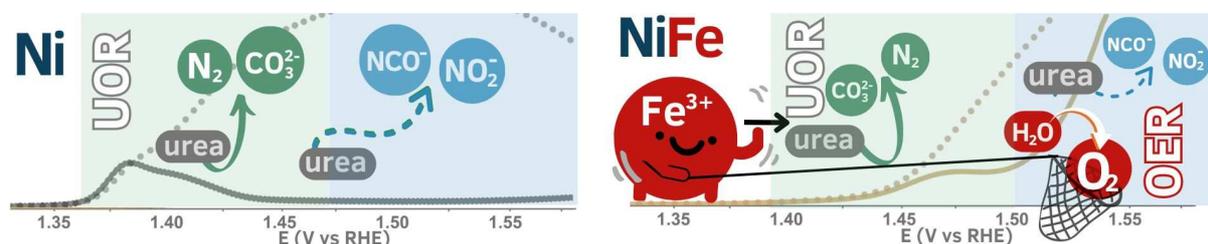


Figure 1. Représentation schématique des deux voies de l'UOR sur Ni et NiFe en fonction du potentiel appliqué.

Références

- [1] Singh Pankaj Kumar, 2023, Bioresource Technology, Elsevier Ltd, V 377.
- [2] Paygozar Shahab and al., 2023, International Journal of Hydrogen Energy, Pergamon, V 48.
- [3] Zemtsova Viktoriia M. Oshchepkov, Alexandr G. and Savinova, Elena R., 2023, ACS Catalysis, American Chemical Society
- [4] Chen Zhijie, Zheng Renji et al., 2023, Chemical Engineering Journal, Elsevier, V 465.

P30 - Les formations en Génie des Procédés au service de la filière H₂

DRUART Florence^{a*}, BULTEL Yann^b, BUIILLARD-SAURET Odin^d, GONDREXON Nicolas^d, PICARD Cyril^e,
THIVEL Pierre-Xavier^c, SIEDEL Samuel^b

^aGrenoble INP-Phelma -UGA, 3 Parvis Louis Néel, 38 000 Grenoble

^bGrenoble INP- Ense³-UGA, 21 avenue des Martyrs, 38 000 Grenoble

^cPolytech Grenoble INP-UGA, 14, Place du Conseil National de la Résistance, 38400 Saint-Martin-d'Hères

^dFaculté des sciences – UGA, UFR Chimie-Biologie, 470 rue de la Chimie, 38400 Saint-Martin-d'Hères

^eEUT – UGA, IUT1, 151 rue de la Papeterie, 38 400 Saint-Martin-D'Hères

Le projet AMHY de Grenoble [1] (Accélération du Montage des formations Hydrogène de Grenoble, ANR-22-CMAS-0022) vise à l'accompagnement du développement de la filière Hydrogène pour le stockage de l'énergie et de l'électricité mais aussi pour son usage dans l'industrie décarbonée. Le consortium inclut des partenaires académiques et du monde industriel (Air Liquide, Technip Energies, Enerka, Axelera, Tenerrdis). Nous avons pu identifier pour nos formations des besoins [2,3] tant au niveau technicien qu'ingénieur dans les domaines de la chimie, des matériaux, de l'électricité, des fluides, de la thermique, de la mécanique et automatisme, des besoins en compétence sur les objets (Electrolyseur, Pile à Combustible, etc.) les systèmes (purification, transport et stockage) ainsi que les activités (conception, fabrication, installation, exploitation et maintenance). Ce projet permettra d'accélérer la transformation de notre offre de formation en formations initiales et par apprentissage mais aussi de la formation professionnelle pour les salariés et les demandeurs d'emploi. Un accent est mis également sur l'attractivité et l'orientation des plus jeunes vers le secteur de l'énergie et de l'industrie décarbonée.

Le rôle des procédés dans la filière hydrogène est essentiel ; tout est question d'élaboration des matériaux, de transport et de transfert, d'écoulement diphasique, de conditionnement, distribution et stockage de gaz, de conversion d'énergie mais aussi de rendement, d'économie circulaire, de recyclage et d'acceptation sociétale.

AMHY de Grenoble s'articule donc en quatre actions : enrichir les plateformes pédagogiques d'enseignement par la pratique, structurer une offre de formation initiale, accélérer la création de formations professionnelles, augmenter l'attractivité du secteur industriel et faciliter l'orientation des plus jeunes.

Pour développer l'enseignement par la pratique, AMHY de Grenoble investit 900 k€ dans des démonstrateurs pédagogiques (pile à combustible, électrolyseur, équipement de caractérisation des matériaux, gestion des gaz...). En parallèle, la création de formations courtes (3 à 5 jours) voire d'un certificat de compétences (150h) étoffera l'offre de la formation à destination des salariés travaillant sur toute la chaîne de valeur de la filière hydrogène. D'autre part afin d'améliorer la visibilité et l'attractivité de nos filières et maintenir un flux d'étudiants conséquent vers nos structures d'enseignement, un déploiement massif de mallettes pédagogiques à destination des collégiens et des lycéens a été initié en concertation avec les inspecteurs d'académie.

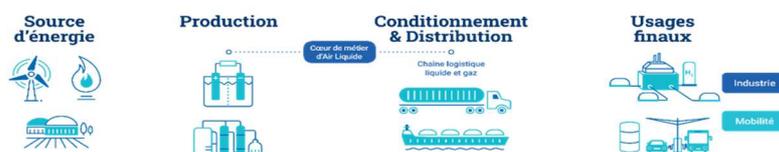


Figure 1. Filière hydrogène de la production aux usages.

Références

[1] <https://grenoble-inp.fr/amhy>

[2] Etude prospective Métiers de la filière hydrogène Auvergne-Rhône-Alpes, sept. 2021, 2A. Territoires -Groupe Arthur Hunt

[3] Rapport de synthèse DEF'HY, Développer l'emploi et les formations pour la filière hydrogène, juillet 2023

*Coordinatrice du projet AMHY de Grenoble : florence.druart@grenoble-inp.fr

P31 - Impact of Hydroxide Electrolyte Concentration and Flow Rate on Anion-Exchange-Membrane Water Electrolyzer Performance

TARDY Erwan^{a,b}, BULTEL Yann^{a*}, DRUART Florence^a, BONNEFONT Antoine^a, GUILLOU Melaine^b et LATOUR Benoit^b

^aUniv. Grenoble Alpes, Univ. Savoie Mont Blanc, CNRS, Grenoble INP, LEPMI, F-38000 Grenoble, France

^bManufacture Française des Pneumatiques Michelin, 23, Place des Carmes, F-63040 Clermont-Ferrand, France

Les électrolyseurs à membrane échangeuse d'anions (AEMWE) suscitent un intérêt croissant pour la production d'hydrogène vert. Contrairement aux systèmes à membrane échangeuse de protons (PEM), cette technologie fonctionne dans un environnement alcalin, permettant l'utilisation de matériaux catalytiques non nobles, plus économiques, et de membranes polymères non fluorées. Néanmoins, la performance et la stabilité des AEMWE sont fortement influencées par la concentration de l'électrolyte alcalin [1].

Dans cette étude, un modèle 3D multiphysique et multicomposant est développé pour analyser l'impact de la concentration et du débit de l'électrolyte KOH sur la performance de l'AEMWE, ainsi que sur les distributions locales de densité de courant et de fraction volumique de gaz. Les résultats numériques obtenus ont été comparés aux données expérimentales de la littérature [2] (Figure 1a). Pour des densités de courant supérieures à 1 A/cm², les simulations révèlent une distribution non uniforme notable des gaz produits. En augmentant le débit d'électrolyte KOH de 10 à 100 ml/min, la performance de la cellule est nettement améliorée pour des densités de courant au-delà de 1 A/cm² à cause de la mauvaise évacuation des gaz produits réduisant ainsi l'utilisation des catalyseurs. Ces résultats montrent l'importance de prendre en compte la géométrie 3D des AEMWE ainsi que les effets d'écoulement diphasique pour modéliser précisément leur fonctionnement et optimiser leur performance.

Cette étude a été réalisée en collaboration entre le LEPMI et Michelin dans le cadre du laboratoire commun CNRS- Michelin, Alcal'HyLab.

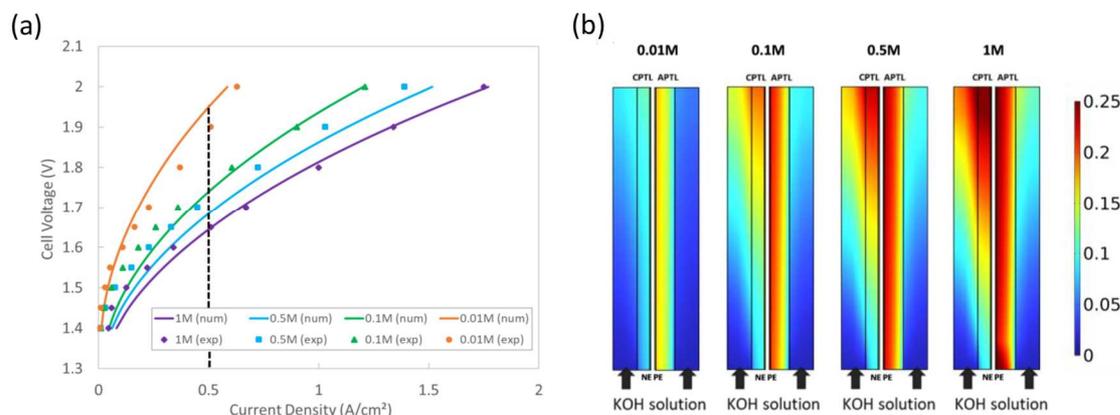


Figure 1. (a) comparaison de courbes de polarisation de la littérature (symboles) et obtenues numériquement (trait plein) selon plusieurs concentrations en KOH. (b) fraction volumique gazeuse à 2 V selon plusieurs concentrations en KOH.

Références

- Chatenet, M. et al. Water electrolysis: From textbook knowledge to the latest scientific strategies and industrial developments. *Chem. Soc. Rev.* 2022, 51, 4583–4762. DOI: 10.1039/d0cs01079k
- Liu, J. et al. Elucidating the Role of Hydroxide Electrolyte on Anion-Exchange-Membrane Water Electrolyzer Performance. *J. Electrochem. Soc.* 2021, 168, 054522. DOI : 10.1149/1945-7111/ac0019
- Tardy, E. et al. Three-Dimensional Modeling of Anion Exchange Membrane Electrolysis: A Two-Phase Flow Approach. *Energies* 2024, 17, 3238. DOI : 10.3390/en1713238

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : erwan.tardy@grenoble-inp.fr

P32 - Rôle des phases colloïdales dans le transport des contaminants dans les eaux pluviales urbaines : approche par ultrafiltration

POTREAU Sarah^a, BLANC Denise^a, GAUTIER Mathieu^a,

^a INSA Lyon, DEEP, UR7429, 69621 Villeurbanne, France

L'urbanisation et l'imperméabilisation des sols modifient le cycle de l'eau. Lors d'épisodes pluvieux, cela génère des eaux de ruissellement chargées en matière organique et en contaminants tels que les hydrocarbures, les éléments traces métalliques et les pesticides (Makepeace et al., 1995). Ces polluants, issus des surfaces urbaines, peuvent affecter les écosystèmes aquatiques et menacer les eaux souterraines. Différents types d'ouvrages ont été développés pour gérer les eaux pluviales du point de vue hydraulique, mais des études complémentaires sont nécessaires pour évaluer les « performances de traitement sous l'angle de l'impact environnemental » et la « protection de la qualité de l'eau ». La distribution des contaminants dans les phases particulières, colloïdales et dissoutes détermine leur devenir au sein des ouvrages de gestion et de traitement des eaux. La filtration des eaux dans un milieu poreux tend à retenir les particules les plus grosses à la surface tout en laissant infiltrer les plus petites particules et les éléments dissous. Les colloïdes, qui sont des particules de petite taille, comprises entre 1 nm et 1 µm, jouent un rôle crucial dans le transport des contaminants, notamment des éléments traces métalliques et de la matière organique, en raison de leur capacité à adsorber et stabiliser les contaminants (Sen et Khilar, 2006), ainsi que de leur capacité à s'infiltrer dans de petits interstices (Mitropoulou et al., 2013). Une compréhension approfondie de la dynamique des colloïdes et des facteurs influents est essentielle pour développer des stratégies efficaces de remédiation.

L'objectif de cette étude est de caractériser les eaux de ruissellement de deux sites distincts de la région lyonnaise, présentant des caractéristiques différentes en termes de surface de ruissellement, d'usages et de dispositifs de gestion des eaux pluviales. Les dispositifs étudiés se répartissent en deux types de gestion : à la source (ouvrages de type noue et tranchée) et centralisée (ouvrages de type bassin de rétention et d'infiltration). Cette caractérisation porte sur les phases colloïdales et dissoutes des eaux de ruissellement urbaines, à travers l'utilisation d'une méthode d'ultrafiltration permettant de fractionner différentes phases. Une séparation des phases particulières (> 0,45 µm), colloïdales (0,45 µm - 3 kDa) et dissoutes (< 3 kDa) a été réalisée d'après un protocole adapté de Pokrovsky et al. (2016). Les fractions obtenues sont ensuite analysées pour déterminer la teneur en carbone organique et en éléments majeurs et traces, fournissant des informations sur la composition chimique des eaux de ruissellement. Des mesures spectroscopiques (UV-visible) sont également réalisées pour caractériser la nature de la matière organique. L'objectif initial est d'obtenir des informations plus précises sur la nature colloïdale des phases présentes dans les eaux de ruissellement.

Les résultats obtenus et à venir devraient permettre de mieux comprendre la répartition des contaminants dans les différentes phases des eaux de ruissellement afin de saisir les mécanismes d'agrégation et de remobilisation en jeu. Ces processus sont essentiels pour une meilleure compréhension de la performance des systèmes de gestion des eaux pluviales dans un contexte de développement de la désimperméabilisation.

Références

- Makepeace, D. K., Smith, D. W., & Stanley, S. J. (1995). Urban stormwater quality: summary of contaminant data. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 25(2), 93-139.
- Mitropoulou, P. N., Syngouna, V. I., & Chrysikopoulos, C. V., 2013, Transport of colloids in unsaturated packed columns: role of ionic strength and sand grain size. *Chemical Engineering Journal*, 232, 237-248.
- Pokrovsky, O. S., Manasypov, R. M., Loiko, S. V., et Shirokova, L. S., 2016, Organic and organo-mineral colloids in discontinuous permafrost zone. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 188, 1-20.
- Sen, T. K., et Khilar, K. C., 2006, Review on subsurface colloids and colloid-associated contaminant transport in saturated porous media. *Advances in colloid and interface science*, 119(2-3), 71-96.

P33 - Etude numérique du comportement de la poudre dans un tambour tournant et un convoyeur à vis

HIPPOLYTE Antonin^a, BONNEFOY Olivier^a, MARTIN Sylvain^a et CAPELLI Elisa^b

^aMines Saint Etienne

^bORANO

Dans le cadre du développement de réacteurs à sels fondus on souhaite réaliser la synthèse de sels de plutonium (chlorure de plutonium) à partir d'oxalate de plutonium. Cette réaction a lieu dans des fours de conversion (four tournant ou four à vis). Pour l'industrie nucléaire, et encore davantage quand il s'agit de plutonium, on se doute que les expérimentations ne sont pas simples. Le risque sanitaire et même stratégique nécessite des protocoles extrêmement stricts, une grande anticipation des besoins et des résultats et une très faible marge de manœuvre en cas de résultats inattendus.

L'objectif de la thèse est de s'affranchir des contraintes d'une expérimentation physique en réalisant des simulations multiphysiques à grande échelle de cette réaction. Pour le travail que nous allons présenter, nous nous concentrerons sur la dynamique des grains et notamment les phénomènes de ségrégation qui peuvent avoir un impact sur les transferts thermochimiques.

Des simulations DEM ont été réalisées avec un convoyeur à vis et un four tournant. Les grains sont particulièrement polydispersés (un facteur 3 entre d_{10} et d_{90}) mais la dynamique du système est très lente (un tour par minute). On observe des types de ségrégation différents pour chacune des géométries.

Le tambour tournant présente une ségrégation par rapport au centre du lit de particules. Les plus grandes ont tendance à s'en éloigner. On observe également un phénomène plus marginal : les plus petites particules ne se retrouvent pas au centre mais au sommet du lit de poudre, contre la paroi.

Le convoyeur à vis a la même vitesse de rotation que le four tournant mais sa géométrie le rend moins actif. On observe cependant également une ségrégation de haut en bas significative, bien que plus faible que pour le tambour tournant.

À moyen terme la thèse va se focaliser sur deux objectifs. Le premier est le développement de méthodes de scale-up pour deviner le comportement du système à grande échelle à partir d'une réplique homothétique plus petite. Cela diminuera la durée des simulations et donnera des informations sur le scale-up potentiel des systèmes réels, un tel type d'étude a été réalisé pour d'autres objectifs. Le second est l'étude de l'empalement des grains par le gaz réactif. Les débits de gaz peuvent en effet être assez forts pour que la force de traînée l'emporte sur le poids, il nous reste à vérifier cela dans la géométrie particulière de la vis, de manière expérimentale et avec les simulations.

Références

- Henein, H., J.K. Brimacombe et A.P. Watkinson, 1985, An experimental study of segregation in rotary kilns, *Metallurgical Transactions B*, 16(4), 763–774.
- Ouriemi, M., P. Aussillous, M. Medale, Y. Peysson et É. Guazzelli, 2007, Determination of the critical shields number for particle erosion in laminar flow, *Physics of Fluids*, 19(6).
- Vu, D.C., L. Amarsid, J.-Y. Delenne, V. Richefeu et F. Radjai, 2024, Rheology and scaling behavior of polyhedral particle flows in rotating drums, *Powder Technology*, 434, 119338.
- Yin, H., M. Zhang et H. Liu, 2014, Numerical simulation of three-dimensional unsteady granular flows in rotary kiln, *Powder Technology*, 253, 138–145.

P34 - Modélisation multi-échelle des procédés intensifiés de photooxygénation

FONTANA LAZZARI Eduardo^{a,b,*}, ABBAS Micheline^a, BLANCO Jean-François^a, DAUCHET Jérémie^b, GROS Fabrice^b, VOUREH Thomas^b, CORNET Jean-François^b et LOUBIERE Karine^a

^aLaboratoire de Génie Chimique (LGC), Université de Toulouse, CNRS, INPT, UPS, France

^bUniversité Clermont Auvergne, Clermont Auvergne INP, CNRS, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand

La photochimie, branche de la chimie qui étudie les réactions induites par l'absorption des photons, offre des avantages considérables dans un contexte de développement de procédés durables et de décarbonation de l'industrie. Elle permet, par exemple, la production de carburants solaires via la photosynthèse artificielle et la dépollution photo-catalytique des effluents. Parmi ces applications, la photochimie préparative permet la synthèse de composés organiques de structures complexes dans des conditions douces et en une étape grâce à la réactivité spécifique des molécules dans leur état excité (Hoffmann, 2008).

Malgré cet intérêt croissant, force est de constater que la transposition industrielle de la photochimie reste limitée, essentiellement en raison de limitations telles qu'une consommation énergétique élevée des sources lumineuses ou des difficultés à maîtriser la pénétration de la lumière. Les technologies microstructurées éclairées par des LEDs (ou à terme de l'énergie solaire) ouvrent aujourd'hui de nouvelles possibilités pour pallier ces obstacles, en améliorant le rendement des procédés photoréactifs tout en réduisant leur impact énergétique (Loubière et al., 2016). Ainsi, le domaine de la « photochimie en flux » connaît un essor considérable depuis ces dernières années. Au LGC, une attention particulière a été portée sur la mise en œuvre de la photooxygénation de l' α -terpinène via la génération *in situ* de l'oxygène singulet (1O_2) - par mécanisme de photosensibilisation - pour former de l'ascaridole en conditions vertes dans un réacteur microstructuré (Radjagobalou, 2019). Le photosensibilisateur choisi est le Rose de Bengale en raison de son spectre d'absorption dans le domaine du visible, de sa solubilité dans l'éthanol et de son bas coût. Il est soit solubilisé soit greffé de manière covalente dans des colloïdes en polymère de 100-200 nm de diamètre.

La construction de modèles de connaissance permettant la simulation et l'optimisation de tels dispositifs microstructurés reste une question scientifique ouverte, peu considérée dans la littérature dédiée. Elle comprend a minima (i) la résolution de l'équation du transfert radiatif (ETR), qui fait appel à des corpus sous-jacents de la physique, tels que le calcul des propriétés radiatives et des propriétés optiques des interfaces ; et (ii) la formulation d'un modèle de couplage thermocinétique permettant d'accéder au champ de vitesse de réaction (Cornet, 2007). Ces modèles multi-échelles présentent une grande complexité rendant leur résolution et leur utilisation délicate. Néanmoins, les dernières avancées de la méthode de Monte Carlo permettent d'estimer les observables radiatives par la reformulation intégrale du problème, tout en bénéficiant d'une insensibilité du temps de calcul à la complexité géométrique et au rapport d'échelles (Delatorre et al., 2014).

Ce travail se propose d'étudier expérimentalement le couplage thermocinétique de la réaction de photooxygénation de l' α -terpinène dans un réacteur parfaitement mélangé de géométrie simple cartésienne 1D et de développer un modèle pour le transport de photons qui sera confronté aux résultats expérimentaux. Le modèle sera étendu aux applications dans des réacteurs microfluidiques continus. Le développement des modèles théoriques sera toujours accompagné d'une mise en œuvre informatique robuste des algorithmes de Monte Carlo appliqués au transfert de rayonnement dans les systèmes photoréactifs, envisageant à terme l'implémentation d'un logiciel libre qui puisse estimer des observables de transport de photons pour un réacteur de géométrie quelconque avec un milieu réactionnel absorbant, diffusant et luminescent.

Références

- Cornet, J.-F. HDR. Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2007.
Delatorre, J. et al. *Solar Energy* 103 (2014): 653-681.
Hoffmann, N. *Chemical Reviews* 108.3 (2008): 1052-1103.
Loubière, K.; Oelgemöller, M.; Aillet, T.; Dechy-Cabaret, O.; Prat, L. *CEP : Process Intensification* 104 (2016): 120-132.
Radjagobalou, R. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, 2019.

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : eduardo.fontanalazzari@toulouse-inp.fr

P35 - Visualisation ex situ et in situ du colmatage colloïdal sur les membranes de filtration pour les procédés de dessalement

Louise RATEL^a, Noshin KARIM^b, Nitish SARKER^b, Amy BILTON^b et Catherine CHARCOSSET^a

^aLaboratoire d'Automatique, de Génie des Procédés et de Génie Pharmaceutique (LAGEPP), Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, France

^bWater and Energy Research Laboratory (WERL), University of Toronto, Canada

La raréfaction croissante des ressources en eau douce à l'échelle mondiale positionne le dessalement de l'eau salée comme une solution stratégique pour répondre à l'augmentation de la demande en eau potable. Parmi les technologies disponibles, les procédés membranaires se distinguent par leur prévalence et leur efficacité (Greenlee et al. 2009). Toutefois, le colmatage des membranes demeure un obstacle majeur, limitant les performances et la durabilité de ces systèmes (Wang et al. 2011). Une gestion optimale du colmatage repose sur une surveillance continue et une analyse approfondie des mécanismes sous-jacents.

Cette étude explore les approches de visualisation des phénomènes de colmatage membranaire, en mettant l'accent sur le colmatage colloïdal, à travers une analyse critique de la littérature existante et des investigations expérimentales. L'autopsie membranaire classique, bien qu'efficace pour caractériser la morphologie et la composition du colmatage (Darton et al. 2004), est désormais complétée par des outils tels que le « simulateur de colmatage membranaire » (membrane fouling simulator (MFS)), qui offre une visualisation non destructive et en temps réel des mécanismes de formation de la couche de colmatage (Vrouwenvelder et al. 2006).

En s'appuyant sur ces avancées, nous avons développé à l'échelle laboratoire une cellule de filtration miniature, le MFS-Opticell, optimisée pour l'observation microscopique in situ sous des conditions de filtration typiques ; les expériences ont également été réalisées avec un module commercial en acier inoxydable (SEPA® CF II) pour comparaison.

Les dispositifs expérimentaux ont pour objectif de reproduire des conditions de dessalement membranaire et évaluer le dépôt colloïdal de silice, utilisée comme colmatant modèle, tout en variant les conditions opérationnelles (flux tangentiel, pression transmembranaire, concentration de silice, etc.). La cellule miniature permet l'utilisation de techniques microscopiques avancées in situ, telles que la microscopie confocale en mode réflexion pour la reconstruction tridimensionnelle des dépôts. Une approche ex situ (suivi des paramètres opératoires, autopsie membranaire) est également conduite sur les deux dispositifs.

La complémentarité des approches in situ et ex situ dans l'analyse des mécanismes de colmatage colloïdal offre une compréhension accrue de ses dynamiques et de son comportement. À terme, les outils développés pourront être appliqués à d'autres types de colmatage, tels que les biofilms, et contribuer à l'étude des interactions entre différentes catégories de colmatage. Ces travaux ouvrent ainsi la voie à de nouvelles stratégies d'atténuation du colmatage, renforçant l'efficacité des procédés membranaires de dessalement.

Références

- Greenlee, L.F., Lawler, D.F., Freeman, B.S., Marrot, B. and Moulin, P., 2009, *Water Res.*, 43, n°9:2317-48.
Wang, L.K., Chen, J.P., Hung, Y. and Shammam, N.K., 2011, *Membrane and Desalination Technologies*, Humana Press.
Darton, T., Annunziata, U., Del Vigo Pisano, F. and Gallego, S., 2004, *Desalination*, 167:239-45.
Vrouwenvelder, J., Vanpaassen, J., Wessels, L., Vandam, A. and Bakker, S., 2006, *J. Membr. Sci.*, 281, n° 1-2:316-324.

P36 - Développement d'une méthode de visualisation et de quantification du transfert d'hydrogène en phase aqueuse

TAULEIGNE Blandine*, MARCATI Alain et VIAL Christophe

Université Clermont Auvergne, Clermont Auvergne INP, CNRS, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France

Dans le cadre de la transition énergétique, un fort intérêt se développe autour de l'hydrogène et de son utilisation. De nouveaux procédés plus verts se développent autour de l'hydrogène, dans lesquels le transfert de l'hydrogène est souvent montré comme une étape limitante. C'est pourquoi il apparaît essentiel d'examiner cette limitation en étudiant l'interface gaz/liquide afin de comprendre l'effet de certains paramètres influents (température, pression, présence d'agents de surface...), et ce, d'autant plus que l'hydrogène est moins étudié que d'autres gaz tels que l'air, l'oxygène ou le dioxyde de carbone.

Le développement d'une méthode colorimétrique pour visualiser le transfert d'hydrogène s'inscrit ainsi dans un travail de compréhension de ce transfert à l'échelle de la bulle, à l'image de la méthode avec la résazurine pour le transfert d'oxygène (Dietrich & Hebrard, 2018). Toutefois, cet indicateur n'est pas adapté pour la visualisation du transfert d'hydrogène autour d'une bulle, car il ne présente pas une forme oxydée incolore et une forme réduite colorée, ou une différence de couleur suffisamment marquée entre celles-ci. Pour notre méthode, l'antraquinone-2-sulfonate de sodium (AQ2S) a été choisie du fait de sa solubilité dans l'eau, et son passage de l'incolore au rouge de son état oxydé à réduit (Silverman & Bradshaw, 1956). Cet indicateur fait toutefois face à une contrainte : la nécessité d'un catalyseur pour permettre sa réaction avec l'hydrogène.

Des premiers tests avec l'AQ2S et le complexe de chlorure de palladium (PdCl_2) sont actuellement réalisés dans une cuve étanche avec deux hublots permettant la mise sous atmosphère de gaz choisi et une visualisation des phénomènes. Les changements de coloration sont ainsi suivis au cours de la réaction à l'aide d'une caméra couleur et les résultats exprimés en valeurs RGB. Au cours d'une réaction, la variation RGB s'avère en grande partie linéaire dans le temps (figure 1.A), conformément à la théorie de transfert avec une accumulation en hydrogène dissous nulle constatée à l'aide d'une sonde à hydrogène dissous sur le temps de réaction. Lors de la phase de transfert pure, la concentration d'hydrogène augmente, permettant le calcul du coefficient de transfert volumétrique de l'ordre de 3.10^{-4}s^{-1} , comparable à celui obtenu par analyse des valeurs RGB. Un suivi quantitatif du transfert semble alors possible par cette méthode avec un suivi d'intensité de coloration, ce qui semble également confirmé par un suivi cinétique d'absorbance sur les deux pics de l'AQ2S réduite (figure 1.B).

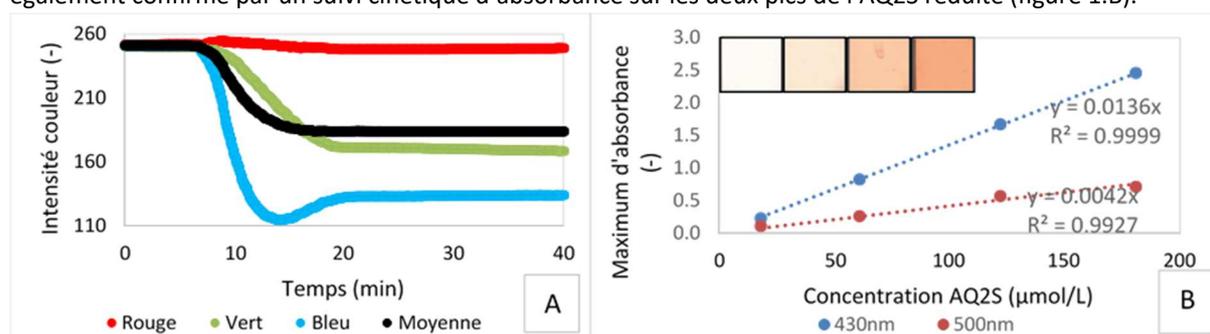


Figure 1.A. Evolution des valeurs RGB et de leur moyenne en fonction du temps ($C_{\text{AQ2S}} = 187 \mu\text{mol/L}$ + épaisseur liquide = 1 cm) B. Validation de la loi de Beer-Lambert et représentation de la couleur associée (épaisseur de liquide = 1 cm).

Références

- Dietrich, N., & Hebrard, G. (2018). Visualisation of gas-liquid mass transfer around a rising bubble in a quiescent liquid using an oxygen sensitive dye. *Heat and Mass Transfer*, 54(7), 2163-2171.
- Silverman, L., & Bradshaw, W. (1956). Determination of small quantities of hydrogen in the inert gases. *Analytica Chimica Acta*, 15, 31-42.

* Auteur/s à qui la correspondance devrait être adressée : blandine.tauleigne@doctorant.uca.fr

