

Recueil des communications et des posters

8èmes Journées
Sonochimie Ultrasons Procédés
JSUP8 Grenoble

7 juillet 2025 >>> 9 juillet 2025

Avec le soutien de





Le mot des organisateurs

C'est avec plaisir et enthousiasme que nous accueillons la huitième édition des Journées Sonochimie Ultrasons et Procédés (JSUP 2025). Ces journées scientifiques vont une nouvelle fois rassembler scientifiques, ingénieurs et industriels autour de la technologie ultrasonore, de ses effets et de leurs possibles utilisations.

Cette édition 2025 marque un retour de cette manifestation scientifique à Grenoble après la toute première édition organisée en 2011. Force est de constater, 14 ans plus tard, que l'intérêt autour de la cavitation et de la sonochimie est toujours aussi important. Gageons que cette manifestation sera cette fois encore l'occasion d'échanges constructifs à la fois sur les questions fondamentales et sur les aspects qualitatifs, sans déroger à la règle de la convivialité qui caractérise ces JSUP.

Cette année, nous avons souhaité mettre en avant les non-permanents ; un prix de la meilleure communication orale et un prix du meilleur poster seront attribués à l'une ou l'un des leurs. En attendant le palmarès, nous vous souhaitons de bonnes journées scientifiques.

Le comité local d'organisation

Frédéric AYELA
Stéphane BAUP
Odin BULLIARD-SAURET
Damien COLOMBET
Sébastien FERROUILLAT
Nicolas GONDREXON
Jean-Marc LEVEQUE
Philippe MARMOTTANT
Sonia MOLINA-BOISSEAU
Frédéric PIGNON

JSUP8
Programme



Université Grenoble Alpes

Lundi 7 juillet 2025 après-midi

13:00 Accueil et enregistrement

14:00 Introduction et ouverture du colloque

14:10 **Session Cavitation : théorie, dynamique et fondamentaux**

animateurs : **Olivier Louisnard & Odin Bulliard-Sauret**

14:15 ***Du son à la lumière : la voie du nano***
R. Pflieger, M. Moloney

14:55 *Rémanence de la sonochimiluminescence*
V. Avramovic, L. Hallez, O. Louisnard, J.-Y. Hihn

15:15 ***Caractérisation 3D des mécanismes d'endommagement d'aciers inoxydables soumis à différents dispositifs d'érosion par cavitation***
J. Hofmann, M. Riondet, L. Ton-That, P. Lhuissier, S. Gaudion, M. Fivel

15:55 *Retard du déclenchement de la cavitation hydrodynamique en présence de forts gradients de champ magnétique*
Y. Bouzehouane, O. Budenkova, F. Ayela

16:15 Pause poster et exposants

16:40 ***Impédance acoustique d'un milieu cavitant***
O. Louisnard

17:20 *Utilisation des spectres acoustiques pour la caractérisation de la cavitation produite par des ultrasons à basse fréquence*
H. Kalawoun, T. Chave, S. Nikitenko

17:40 *Interaction entre une bulle oscillante et une particule sphérique viscoélastique*
C. Inserra, G. Regnault, C. Mauger, A. Doinikov

18:00 *De l'analyse des distributions en tailles d'un nuage de bulles qui évolue vers une cavitation ultrasonore de faible intensité*
S. Labouret, J. Frohly

animateurs : **Rachel Pflieger & Frédéric Ayéla**

18:20 Fin de la demi-journée

JSUP8
Programme



UGA Université Grenoble Alpes

Mardi 8 juillet 2025 matinée

08:20 Accueil et enregistrement

08:30 **Session Valorisation des produits naturels**

animateurs : **Sonia Molina-Boisseau & François Delattre**

08:35 ***Valorisation de la biomasse assistée par cavitation***
E. Loranger

09:15 *Etude paramétrique de l'extraction des protéines de levures par application des ultrasons*
S. Mahfoud, N. Grimi, T. Auxenfans

09:35 *Amélioration du rendement et de la pureté des isolats protéiques de noyaux d'abricot par des techniques optimisées d'extraction assistée par ultrasons*
W. Zenasni, A. Ajal, H. Abdelmoumen, S. Ennahli, N. Grimi, A. Bajoub

09:55 *Extraction verte assistée par ultrasons de composés bioactifs à partir des grignons d'olivier : optimisation cinétique et minimisation de l'impact du solvant*
H. Dhaidhi, J.B. Mazzitelli, A. Servent, E.A. Ajal, H. Abdelmoumen, A.Bajoub, M. Dornier, M.A. Vian

10:15 *Valorisation des coques d'amandes et des coques de noix : extraction assistée par ultrasons de la cellulose et de la lignine*
Y. El Khayat Driaa, H. Maarir, N. Grimi, A. Moubarik, N. Boussetta

10:35 Pause poster et exposants

10:55 **Session Intensification des procédés**

animateurs : **Magali Barthes & Sébastien Ferrouillat**

11:00 *Courants acoustiques induits par des ultrasons de basse fréquence pour le contrôle du colmatage au sein d'une cellule microfluidique de filtration,*
J. Jambert, P. Naudet, X. Jacob, O. Liot, N. Hengl

11:20 *Intensification de procédés par ultrasons : application à la polymérisation en miniémulsion par calorimétrie*
I. Assaf, L. Balland, N. Brodu, I. Ben Talouba, N. Mouhab

11:40 *Influence de l'écoulement du fluide et de la puissance ultrasonore sur l'activité sonochimique dans un sonoréacteur continu,*
A. Javidani, H. Chaumat, J. Aubin, M. Poux, L. Barthe

12:00 *Phénomène de courant acoustique de Rayleigh à l'origine de l'orientation des nanocristaux de cellulose, lors de procédés d'ultrafiltration sous ultrasons,*
F. Bosson, M. Challamel, M. Karrouch, N. Hengl, H. Djeridi, F. Pignon

12:20 Pause déjeuner

cnrs CODEGEPRA Cermav Laboratoire Rhéologie et Procédés RT CAVITATION LEGI LIPhy tec21 the engineering of complexity MT2E GRENOBLE ALPES MÉTROPOLE

JSUP8
Programme



Mardi 8 juillet 2025 après-midi

13:30 — **Session Cavitation dans les applications médicales**

13:35 — ***Cavitation acoustique pour la distribution thérapeutique ciblée : mécanismes, applications et perspectives cliniques***
A. Delalande, C. Pichon

14:15 — *Préparation de nanoémulsions pour la délivrance de principes actifs dans le système nerveux central (partie A),*
S. Desgranges,, K. Ea, J.-M. Escoffre, P. Vourc'h, C. Contino-Pepin

14:35 — *Perméabilisation d'un modèle in vitro de « barrière hémato-encéphalique » par sonoporation (partie B)*
K. Ea, D. Fouan, C. Contino-Pepin, S. Desgranges, P. Vourc'h, J.-M. Escoffre

14:55 — *Effet de l'oxygène sur la modulation de l'interaction des HIFU avec les sonosensibilisateurs à noyau liquide*
A. Borich, R. Salomir, S. Desgranges, P. Guillemin, C. Pépin

15:15 — Pause poster et exposants

15:35 — Présentation industrielle

animateurs : **Nicolas Taulier & Claude Inserra**

15:45 — **Session Traitement sonochimique des effluents**

15:45 — *Synthèse et caractérisation d'oxydes simples et mixtes pour la dégradation sonocatalytique de composés organiques,*
V. Parent, A. Grieu, S. Nikitenko, S.Valange, T. Chave

16:05 — *Dégradation de la chloridazone par sonolyse à haute fréquence*
A. Zakhia, G. Enderlin, J. Dhainaut, F. Merlier, N. Boussetta

16:25 — *Élimination efficace des ions ammonium des solutions aqueuses assistée par ultrasons avec la zéolite LTA,*
W. Nzodom Djozing, S. Valange, S. Nikitenko, T. Chave

16:45 — *Remédiation d'un sol sablo-limoneux contaminé en cuivre par lavage assisté aux ultrasons*
R. Salameh, A. Leybros, R. Pflieger

animateurs : **Laurie Barthe & Stéphane Baup**

17:15 — **Réunion RT Cavitation, Tony Chave**

19:30 — Repas de gala (restaurant du téléphérique, Grenoble)

JSUP8
Programme



Mercredi 9 juillet 2025 matinée

08:30 Accueil et enregistrement

08:40 **Session Ultrasons, réactivité et matériaux**

animateurs : **Serguei Nikitenko & Jean-Yves Hihn**

08:45 ***Fabrication et transformation de matériaux bio-sourcés par soudage ultrasons***
Q. Charlier, M. David, L. Caban, J. Viguié, M. Caron, D. Imbault, B. Harthong, R. Peyroux, J. Bras

09:25 *Synthèse et optimisation ultrasonique de MXènes de type $Ti_3C_2T_x$ pour le stockage d'énergie*
M. Barry, D. Singh, M. Depriester, F. Delattre

09:45 *Synthèse d'oxydes de cuivre par sonoélectrochimie pulsée déphasée et sol-gel,*
S. Kouassi, J. Proust, R. Déturche, H. Benhayone, V. Mancier

10:05 *Structuration orthotrope et propriétés rhéologiques des composites NCC/PEGDA pour l'ingénierie tissulaire biomimétique du cartilage,*
F. Bosson, M. Karrouch, D. Blésès, W. Chevremont, T. Gibaud, L. Michot, B. Jean, V. Delplace, N. Hengl, F. Pignon

10:25 Pause poster et exposants

animateurs : **Tony Chave & Jean-Marc Lévèque**

10:40 ***Notions de piézoélectricité et leurs applications en sonochimie,***
L. Hallez, V. Avramovic, C. Inserra, J.Y. Hihn

11:20 *Utilisation des ultrasons pour la synthèse et l'incorporation de graphène dans les revêtements électrolytiques d'argent*,
A. Clerget, R. Pflieger, J.-Y. Hihn, L. Hallez

11:40 *Effets de couplage de la rugosité et des ultrasons pour améliorer l'électrolyse de l'eau alcaline*,
J. Gravelle, V. Avramovic, L. Hallez, J.-Y. Hihn, B. Pollet

12:00 Remise des prix
Discussion et mot de fin

12:30 Pause déjeuner

Cavitation : théorie, dynamique et fondamentaux

Du son à la lumière : la voie du nano

Rachel Pflieger[a1], Mícheál Moloney[a]

[a] ICSM UMR 5257, CEA, Univ Montpellier, CNRS, ENSCM, Marcoule, France

Mots-clés : sonoluminescence ; nanoparticules.

La spectrométrie de sonoluminescence (SL) est utilisée pour comprendre les mécanismes à l'œuvre en sonochimie. Elle permet de caractériser le plasma formé lors de l'implosion des bulles de cavitation, l'impact de divers paramètres expérimentaux (nature du gaz, fréquence ultrasonore, solutés…), de mettre en évidence la formation d'espèces excitées, etc. En cela, elle est complémentaire d'autres méthodes d'analyse, avec l'avantage de permettre un suivi in situ sans perturber le système étudié.

Si cet intérêt cognitif est reconnu, il a longtemps été considéré qu'une application de la SL était improbable, à cause d'un rendement énergétique très faible (seule une fraction d'environ 10^{-4} de l'énergie de l'implosion est convertie en photons). Quelques études récentes sont en train de bousculer cette certitude, et indiquent que le couplage SL – nanoparticules pourrait ouvrir la voie à des applications.

Le premier argument est que lorsqu'elles sont présentes dans le milieu liquide, les nanoparticules peuvent servir de sites de nucléation pour la formation de bulles et influencer la dynamique de cavitation. Ainsi, il a été observé que les conjugués nanoparticules d'or–protoporphyrine jouent ce rôle de sites de nucléation, réduisant le seuil de cavitation et augmentant l'intensité de SL [1]. Cette amélioration a été attribuée à la durée prolongée de relaxation non radiative de la protoporphyrine IX en présence de nanoparticules d'or. Ces résultats indiquent que les nanoconjugués Au-PpIX pourraient agir comme des sonosensibilisateurs efficaces, ouvrant des perspectives prometteuses pour des applications en thérapie sonodynamique.

De la même manière, l'utilisation de nanocristaux d'oxyde de zinc fonctionnalisés à l'aminopropyle ($ZnO\text{-}NH_2$ NCs) a permis de réduire de manière significative le seuil de cavitation et d'améliorer l'émission de SL [2]. Leur intérêt s'est avéré encore plus marqué lorsque des tampons biologiques ont été utilisés à la place de l'eau pure : la SL n'a été détectable qu'en présence de ces nanocristaux, soulignant leur potentiel en tant qu'agents de nanocontraste efficaces pour l'imagerie SL dans des applications biomédicales.

Enfin, certaines nanoparticules (comme les boîtes quantiques ou les nanoparticules métalliques) peuvent absorber ou diffuser la lumière émise, ouvrant la voie à des applications potentielles dans la détection, l'imagerie et les thérapies ciblées. L'utilisation de nanodots de carbone (CNDs) dans l'eau a montré un déplacement de l'émission de SL du bleu vers un orange vif [3]. Cette modulation de couleur suggère des applications potentielles dans le développement de capteurs optiques et de techniques d'imagerie basées sur la sonoluminescence.

[1]. Sazgarnia A., Shanei A. et al., 2013, *Ultrasonics*, 53, 29-35
[2] Vighetto V., Troia A. et al., 2022, *ACS Omega*, 7, 6591−6600
[3] Song D., Xu W. et al., 2021, *Nanoscale*, 13, 14130–14138

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : rachel.pflieger@cea.fr

Rémanence de la sonochimiluminescence

V. Avramovic[a1], L. Hallez[a], O. Louisnard[b], J-Y Hihn[a]

[a] Université Marie et Louis Pasteur, CNRS, Institut UTINAM UMR 6213 F-25000 Besançon, France
[b] IMT Mines-Albi, RAPSODEE Center, UMR CNRS 5302, University of Toulouse, Albi, France

Mots-clés : cavitation ; sonochimiluminescence ; hydrophone

La détection de la production d'espèces actives en sonochimie (radicaux H° OH° H2O2…) et leur localisation est très souvent étudiée à l'aide de la sonochimiluminescence. La réaction d'oxydation du luminol (3-aminophthalhydrazide) conduit à la formation de l'ion aminophtalate qui se désactive par phosphorescence à 430nm. Sa quantification est possible par comptage de pixel sur des photographies (figure 1) ou comptage de photons via un système fibre optique couplé à un photomultiplicateur « PM » [1]. Cela permet de déterminer les zones chimiquement actives et est très utile pour appréhender les changements d'échelle. Il est également possible de faire le lien avec les intensités de cavitation et ainsi apporter des informations sur la nature de la cavitation et le comportement des nuages de bulles.

Plusieurs études ont remarqué que la réaction d'oxydation du luminol était sous contrôle cinétique, c'est-à-dire qu'un délai a été constaté avant l'apparition de la luminescence [2]. Si cela peut s'expliquer par les mécanismes de croissance des bulles, une rémanence a parfois été observé après l'arrêt de l'irradiation ultrasonore [3]. Ce phénomène pourrait induire des mauvaises interprétations comme des décalages dans la localisation des zones actives, et doit être explicité. Dans cette étude, nous proposons de modéliser les cinétiques réactionnelles, et de les comparer à des résultats expérimentaux de mesures optique/hydrophone couplées [4]. Il est à noter que la calibration du banc de mesure a été faite par rapport à l'extinction d'une lampe LED (extrêmement rapide par rapport au phénomène recherché).

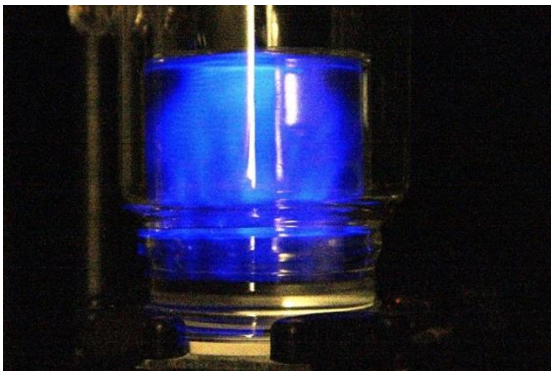


Figure 1. Image de sonochimiluminescence dans un réacteur à 575 kHz

[1] L. Hallez, F. Touyeras, J.Y. Hihn, J. Klima, Ultrason. Sonochem. 14 (2007) 6,739-749, ISSN 1350-4177,
[2] J. Lee, L. Hallez, F. Touyeras, M. Ashokkumar, JY. Hihn, Ultrason. Sonochem. 64 (2020)105047,
[3] L. Hallez « Caractérisation de transducteurs ultrasonores focalisés (HIFU) dédiés à la sonochimie : application à l'irradiation de polymères » - Thèse de l'Université de Franche-Comté 2009
[4] V. Avramovic, L. Hallez, C. Inserra, J-Y Hihn « Acoustic determination of cavitation threshold in a high frequency sonoreactor in water and PEG-water mixtures: hydrophone signal processing and comparison to sonochemiluminescence and dosimetry" submitted to Ultrasonics Sonochemistry (under revision)

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : vanessa.avramovic@cnrs.fr

Caractérisation 3D des mécanismes d'endommagement d'aciers inoxydables soumis à différents dispositifs d'érosion par cavitation

Julien Hofmann[a,b], Michel Riondet[b], Laurent Tôn-Thât[c]; Pierre Lhuissier[a], Sylvain Gaudion[d], Marc FIVEL[a1]

[a] Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, SIMaP, 38000
[b] Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, SIMaP, 38000
[c] Research Institute of Hydro-Québec, J3X 1S1 Varennes, Canada
[d] Laboratory General Electric Advanced Technology, 38000 Grenoble, France[c]

Mots-clés : Erosion de cavitation, Acier TRIP, Fatigue, Fissures, Microscopie à Balayage, Tomographie X.

L'objectif de cette étude est d'identifier les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures dans des aciers inoxydables couramment utilisés pour la fabrication de turbines hydroélectriques en vue d'élaborer un modèle d'endommagement. Plusieurs nuances d'aciers martensitiques X3CrNiMo13-3 et X4CrNiMo16-5-1 sont testées. La microstructure de ces aciers est composée de lamelles d'austénite de réversion qui peuvent se transformer en martensite lors de sollicitation mécanique : c'est l'effet TRIP pour Transformation Induced Plasticity. Cette transformation s'effectuant avec une augmentation du volume, elle est sensée favoriser la fermeture des fissures et ainsi ralentir la cinétique de l'endommagement.
Des échantillons sont exposés à l'érosion par cavitation au moyen de 3 dispositifs complémentaires en terme de pression, de vitesse de l'écoulement et de la fréquence des collapses de bulles : le tunnel hydrodynamique PREVERO (nombre de cavitation de σ=0,87 ; pression de 40 bars) disponible au LEGI, la cavitation ultrasonore du procédé MUCEF (fréquence de 20kHz, ASTM G32 [1]) développé à SIMaP et le procédé d'érosion par jet CAVIJET développé à Hydro-Québec (pression de 196 bars).
Sous ces conditions, les résultats montrent que le temps d'incubation le plus court est obtenu pour le procédé CAVIJET et le plus long pour PREVERO. Des observations méticuleuses au cours de l'exposition d'une même zone repérée sur la surface des échantillons montrent la dynamique de formation des arrachements de matière [2]. Pour les 3 dispositifs, la cinétique du mécanisme d'endommagement est toujours la même :
(i) les impacts répétés des collapses de bulles engendrent des déformations plastiques localisées (pits) qui recouvrent la surface
(ii) des bandes glissement intense, signature d'un mécanisme de fatigue se développent suivant la cristallographie des grains de la matrice de martensite,
(iii) des fissures se développent sur ces bandes ou sur des sites d'intermétalliques,
(iv) des particules de matière sont arrachées et créent de nouvelles surfaces fraiches qui suivront le même mécanisme.

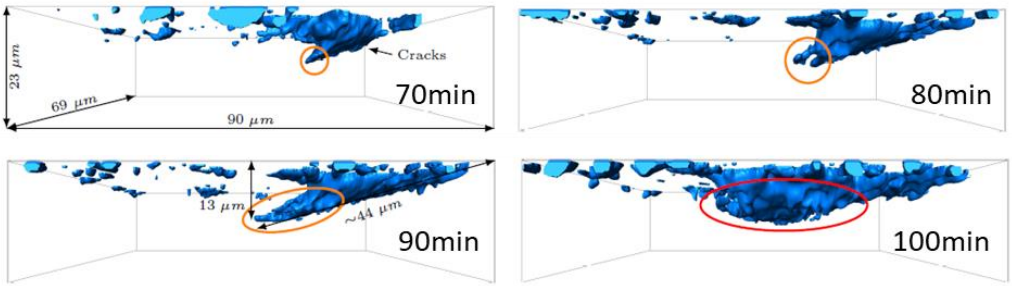


Figure 1. Identification par tomographie X de la propagation d'une fissure dans X3CrNiMo13-3 / MUCEF.

Dans le cas du dispositif MUCEF, des analyses complémentaires par tomographie aux rayons X in situ montrent que les fissures s'amorcent systématiquement en surface et se propagent le long des bandes de glissement avant de bifurquer à une profondeur de l'ordre de 15 microns pour s'orienter parallèlement à la surface jusqu'à détacher une particule de matière [3] (cf Figure 1).
Des analyses par diffraction montrent qu'il n'y a pas de corrélation directe entre le temps d'incubation (mesuré sur la courbe de perte de masse) et le temps requis pour transformer entièrement la fraction d'austénite de réversion.

[1]. ASTM, "ASTM G32: Standard Test Method for Cavitation Erosion Using Vibratory Apparatus".
[2] J. Hofmann, C. Thiebaut, M. Riondet, P. Lhuissier, S. Gaudion, M. Fivel, Comparison of acoustic and hydrodynamic cavitation : Material point of view, Physics of Fluids, 35, 017112, (2023).
[3] J. Hofmann, C. Thiébaut, M. Riondet, P. Lhuissier, S. Gaudion, M. Fivel, Influence of microstructural state on damage mechanisms caused by acoustic and hydrodynamic cavitation on martensitic stainless steels, soumis à Wear.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : Marc.Fivel@grenoble-inp.fr

Retard du déclenchement de la cavitation hydrodynamique en présence de forts gradients de champ magnétique

Y. Bouzehouane[a1], O. Budenkova[b], F. Ayela[a]

[a] Laboratoire des Écoulements Géophysiques & Industriels (Université Grenoble Alpes, C.N.R.S., 1209 rue de la piscine, 38610 Gières, France)
[b] Science & Ingénierie des Matériaux et Procédés (Université Grenoble Alpes, C.N.R.S., 1130 rue de la piscine, 38402 Gières, France)

Mots-clés : cavitation hydrodynamique ; champs magnétiques.

L'eau étant un liquide diamagnétique, elle est a priori peu susceptible d'être affectée par la force volumique magnétique $\vec{F} = \frac{\chi}{\mu_0} B.\overrightarrow{grad} B$ créée par un champ magnétique et son gradient. Néanmoins, en présence de fortes inductions et de forts gradients, l'effet Moïse [1] affecte l'interface liquide. La question à l'origine de notre étude a été de savoir dans quelle mesure, dans un écoulement cavitant, cette force pouvait modifier l'interface d'une bulle de vapeur d'eau et quelles en seraient les conséquences sur l'implosion des bulles en aval de l'écoulement. Par ailleurs, quelques rares publications sur le sujet indiquaient des effets inexpliqués [2, 3].
Grâce au concept de cavitation hydrodynamique 'sur puce', c'est à dire au cœur de microsystèmes fluidiques, nous avons pu dans un premier temps étudier le déclenchement de la cavitation dans des écoulements soumis à des champs magnétiques et des gradients de champ intense. Un premier montage a été constitué d'un aimant délivrant 0,5 T et un gradient de 120 T/m. Dans ces conditions, un retard du déclenchement de la cavitation (débit et pression critiques augmentés de 5 %) a été observé pour plusieurs configurations impliquant un écoulement cisaillé. Ce retard a été confirmé et amplifié lors d'une seconde campagne d'essai en présence d'inductions pouvant atteindre 7 T et de gradients de champ jusqu' 100 T/m.

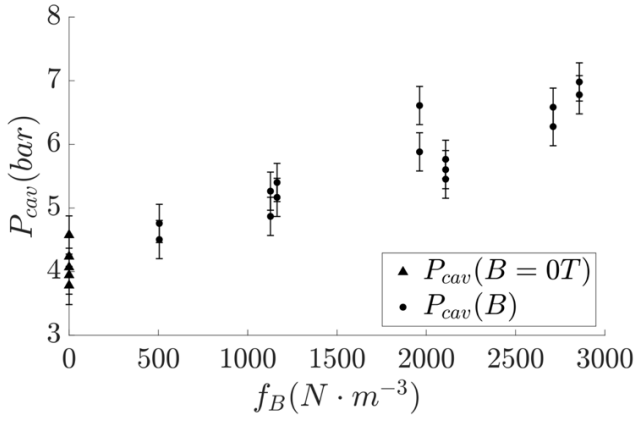


Figure 1. Évolution de la pression critique au-dessus de laquelle la transition vers un écoulement cavitant apparaît, en fonction de la force volumique magnétique exercée. La force maximale correspond ici à une induction de 4,7 Tesla et un gradient de 85 T/m.

On présentera l'ensemble des campagnes d'essais et les possibles pistes d'explications pour ce phénomène inédit.

[1]. Ueno S., et M. Iwasaka, 1994, *IEEE Transactions on Magnetics*, 30 (6), 4698-4700.
[2]. Young J.B., T. Schmiedel, et W. Kang, 1996, *Phys. Rev. Lett.*, 77 (23), 4816 – 4819.
[3]. Yang Y., C. Pham Pacia, D. Ye, Y. Yue, C.-Y. Chen, H. Chen, 2021, *Radiology*, 300 (3)

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : yael.bouzehouane@univ-grenoble-alpes.fr

Impédance acoustique d'un milieu cavitant

Olivier LOUISNARD[a1]

[a] Centre RAPSODEE, IMT Mines-Albi, UMR CNRS 5302, Université de Toulouse, 81013 Albi CT, France

Mots-clés: Cavitation acoustique, Impédance acoustique, Propagation.

La présence de bulles de cavitation modifie drastiquement les propriétés acoustiques d'un liquide. Ces effets peuvent être partiellement capturés par la réduction de modèles de liquides à bulles à une équation de Helmholtz non-linéaire :

$$\nabla^2 \mathrm{P} + \mathrm{k}^2(|\mathrm{P}|)\mathrm{P} = 0 \qquad (1)$$

où k est le nombre d'onde complexe, dont la partie imaginaire représente l'atténuation de l'onde [1]. La partie imaginaire de k^2 est par essence proportionnelle à la puissance mécanique dissipée par les bulles, et cette quantité devient très élevée en présence de bulles subissant des implosions. Ainsi, k^2 devient quasiment imaginaire pur dans les zones de cavitation forte au voisinage du transducteur. Dans ces conditions, $\mathrm{k} = \mathrm{Ke}^{-i\pi/4}$ ce qui signifie que $\mathrm{Re(k)}$ et $\mathrm{Im(k)}$ deviennent du même ordre de grandeur : concrètement l'onde est alors atténuée d'un facteur 10 après 1/3 de longueur d'onde, « effet de peau » acoustique bien connu.

Un calcul approximatif montre aussi que la phase de l'impédance mécanique $Z_m = F/V$ vue par le transducteur devrait être proche de $\pi/4$ en présence de cavitation forte à son contact. Afin de mesurer cette impédance à partir des données électriques fournies par le générateur, nous avons mis au point une méthode de reconstruction de la vitesse V et de la force F exercée sur le transducteur et l'avons appliquée à un sono-réacteur pour différents niveaux de remplissage [2]. La Fig. 1 montre que les puissances dissipées les plus élevées correspondent effectivement à une phase de $\pi/4$.

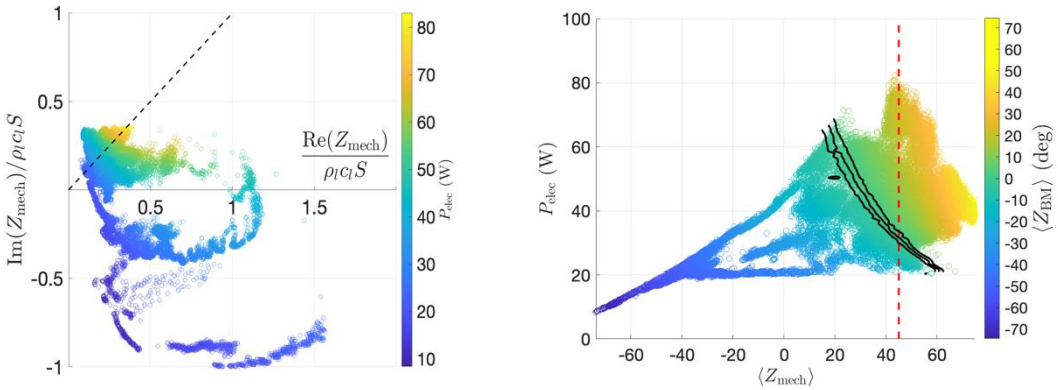


Figure 1. À gauche : tracé dans le plan complexe de l'impédance mécanique vue par le transducteur, pour différents niveaux de liquide dans un réacteur. À droite puissance en fonction de l'impédance mécanique.

Ces résultats suggèrent que l'impédance mécanique est un bon indicateur de la qualité acoustique d'un sono-réacteur, dont la mesure et l'utilisation mériteraient d'être popularisées et systématisées. Ils montrent aussi que l'hypothèse usuelle $Z_m = \rho c S_T$, qui permet d'estimer la pression acoustique p_a à partir des données calorimétriques ($\mathcal{P}_{cal} = \frac{1}{2}\mathrm{p_a^2 S_T}/\rho\mathrm{c}$), est injustifiée.

D'autres résultats montrent de plus que le maximum de rendement sonochimique d'oxydation de KI correspond à des configurations géométriques où $\langle Z_m \rangle = \pi/4$, indicateur d'une cavitation efficace engendrant une sonochimie importante proche du transducteur [3]. Enfin, la résolution analytique de l'équation (1) permettrait des prédictions de lois d'échelles universelles au voisinage du transducteur.

[1].Louisnard O., 2012, *Ultrasonics Sonochemistry*, 19, 56-65.
[2] Garcia-Vargas I., 2023, Thèse de Doctorat de l'Université de Toulouse, IMT Mines Albi / LGC / SinapTec.
[3] Garcia-Vargas I., Louisnard O. & Barthe L., 2025, *Ultrasonics Sonochemistry*, Under revision

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : olivier.louisnard@mines-albi.fr

Utilisation des spectres acoustiques pour la caractérisation de la cavitation produite par des ultrasons à basse fréquence

Hamed Kalawoun[a1], Tony Chave[a], Sergueï Nikitenko[a]

[a] ICSM, Univ Montpellier, UMR 5257, CEA-CNRS-UM-ENSCM, Marcoule, F-30207 Bagnols Sur Cèze, France

Mots-clés : Cavitation ; Spectre acoustique ; Particules ; Ultrasons

Depuis le siècle dernier, la sonochimie constitue un domaine important dans la recherche en raison de plusieurs atouts apportés par les ultrasons. À l'échelle du laboratoire, la cavitation acoustique est utilisée dans la synthèse de nanomatériaux, dans le prétraitement de la biomasse lignocellulosique, dans le traitement des eaux usées, dans la cristallisation, … [1,2]. Cependant, la non homogénéité de la distribution de l'activité cavitationnelle dans le volume total du sonoréacteur limite les bénéfices de l'implication des ondes ultrasonores. Par conséquent, il est important d'étudier l'effet de plusieurs paramètres (fréquence, puissance, température, volume, pression) sur l'activité sonochimique [3]. De plus, la caractérisation des sonoréacteurs permet de mieux comprendre et de valider les différentes théories et hypothèses proposées sur l'influence des ultrasons dans un milieu liquide. Parmi les différentes techniques de caractérisation appliquées, l'analyse du spectre acoustique fournit de nombreux renseignements sur la nature de la cavitation et la dynamique des bulles [4]. Pourtant, à cause de la complexité de traitement des données observées, il est rare d'utiliser cette technique en comparaison à d'autres méthodes (calorimétrie, dosimétrie).

Dans ce travail, nous avons analysé les spectres acoustiques afin de comprendre le mouvement des bulles dans un milieu irradié par des ondes à faible fréquence à l'aide d'une sonotrode (20 kHz). Afin d'évaluer l'influence des particules présentes dans le système sur le mouvement des bulles, des nanoparticules de TiO_2 ont été ajoutés en faisant varier leur concentration massique (0,01 ou 0,02 g/mL). De plus, les spectres acoustiques ont été enregistrés en variant l'amplitude ultrasonore ainsi que la position de l'hydrophone. Les résultats montrent que l'intensité des pics détectés dépend fortement de la position de l'hydrophone. Par ailleurs, l'augmentation de la puissance acoustique entraîne une modification dans la nature de la cavitation. Ceci est mis en évidence par le changement observé au niveau des pics sous-harmoniques et par l'augmentation d'un autre composant d'un spectre acoustique connu sous le nom de « broadband noise ». Les nanoparticules ont un effet également sur la propagation des ondes ultrasonores ainsi que sur la nucléation des bulles. La réduction de l'intensité du pic fondamental de plus de 31% avec l'augmentation de la quantité de la phase solide dans le milieu confirme cette influence.

[1]. Xu H, B.W. Zeiger, K.S. Suslick, 2013, *Chemical Society Reviews*, 42(7), 2555–2567.
[2]. Meroni D, R. Djellabi, M. Ashokkumar, C.L. Bianchi, D.C. Boffito, 2022, *Chemical Reviews*, 122(3), 3218-3259.
[3]. Hihn J.-Y, M.-L. Doche, A. Mandroyan, L. Hallez, B.G. Pollet, 2011, *Ultrasonics Sonochemistry*, 18, 881-887.
[4]. Grosjean V, C. Julcour, O. Louisnard, L. Barthe, 2019, *Ultrasonics Sonochemistry*, 56, 274-283.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : hamedkalawoun@gmail.com

Interaction entre une bulle oscillante et une particule sphérique viscoélastique

Claude Inserra[a1], Gabriel Regnault[a], Cyril Mauger[b], Alexander A Doinikov[b]

[a] LabTAU, Université Claude Bernard Lyon 1, Lyon, France
[b] LMFA, INSA Lyon, Ecole Centrale Lyon, Villeurbanne, France

Mots-clés : bulles, modélisation, contraintes de cisaillement

Pour de nombreuses applications industrielles ou médicales, les bulles de cavitation n'oscillent pas dans un milieu infini (loin de tout obstacle), mais à proximité d'autres objets viscoélastiques, tels que des cellules biologiques, des tissus, des biofilms ou des parois à nettoyer. L'interaction avec une paroi est en général abordée par la modélisation dite de la « bulle image virtuelle » : le système bulle/paroi est remplacée par un couple de bulles oscillantes en phase et placées en symétrie de la paroi. Cette modélisation n'est valide que dans des fluides non visqueux, et pour des murs plans (supposément infinis). Cette modélisation ne permet pas de quantifier les contraintes pariétales au second-ordre puisque la condition d'annulation de la vitesse tangentielle sur la paroi n'est pas respectée. Nous proposons une modélisation de l'interaction entre une bulle oscillante de manière stable (sur un mode volumique ou avec des déformations surfaciques) et une particule sphérique viscoélastique, dans un fluide incompressible et visqueux. La modélisation permet le calcul du champ de déplacement linéaire dans le fluide et au sein de la particule à l'échelle acoustique, ainsi que des champs de déplacements fluides moyens (microstreaming) et au sein de la particule. Cela permet de quantifier la contrainte de cisaillement induite par l'oscillation d'une bulle sur l'interface de la particule [1].

Pour un matériau viscoélastique donné (Figure 1) de rayon 5µm, une bulle de rayon d'équilibre 5µm, placé à 20µm de la particule sphérique et oscillant sur une combinaison d'oscillation radiale et de translation (d'amplitude 1µm chacune), génère les champs de déplacement, de contraintes radiales et tangentielles au 1er ordre et de contrainte de cisaillement moyennées au 2nd ordre présentés sur la Figure 1. Des contraintes de l'ordre de quelques Pa sont obtenues dans le cas d'une cellule biologique, ce qui correspond à des valeurs de sonoporation réversible sur cellules biologiques [2].

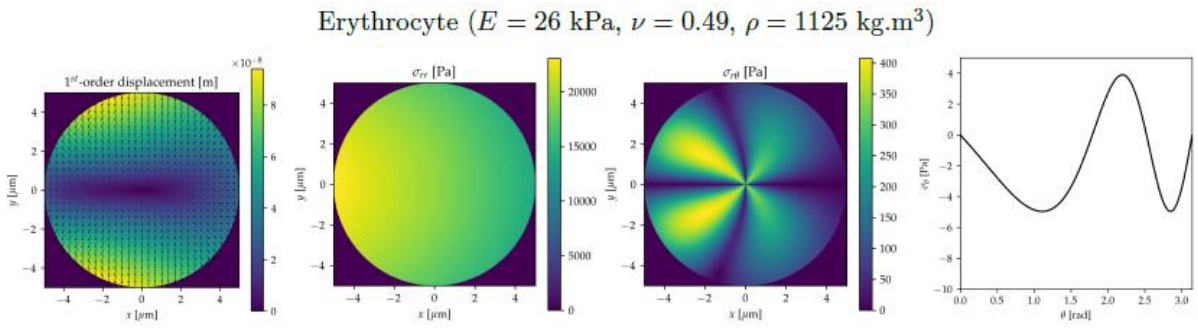


Figure 1. Action mécanique d'une bulle de rayon d'équilibre 5µm, placé à 20µm d'une cellule biologique de rayon 5µm et oscillant sur une combinaison d'oscillation radiale et de translation (d'amplitude 1µm chacune). De gauche à droite : champ de déplacement au 1er ordre dans la particule, champ de contrainte radiale au 1er ordre, champ de contrainte tangentielle au 1er ordre et distribution de la contrainte de cisaillement au 2nd ordre sur l'interface de la particule.

Lorsque le rayon de la particule tend vers l'infini, ce modèle permet de quantifier les contraintes de cisaillement induites sur un mur plan en fluide visqueux incompressible. Ce cas est généralement traité dans la littérature en utilisant l'approximation de Nyborg, qui utilise une théorie potentielle non visqueuse pour estimer la contrainte de cisaillement induite sur paroi uniquement à partir du champ de vitesse fluide linéaire au 1er ordre (à l'échelle acoustique donc). Notre modèle prédit des contraintes de cisaillement jusqu'à dix fois supérieures à celles calculées par l'approximation de Nyborg.

[1]. Doinikov A.A., C. Mauger, P. Blanc-Benon et C. Inserra, 2025, *J Fluid Mech*, 1008, A24.
[2]. Wu J., J.P. Ross et J.F. Chiu, 2002, *JASA*, 111, 1460-1464.

1 Auteur à qui la correspondance devra être adressée : claude.inserra@inserm.fr

De l'analyse des distributions en tailles d'un nuage de bulles qui évolue vers une cavitation ultrasonore de faible intensité.

S. Labouret[ab1], J. Frohly[b]

[a] LAGEPP, Université Lyon 1, 43 Boulevard du 11 novembre 1918, 69622 Villeurbannes Cedex.
[b] LOAE-IEMN, Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis, Le mont Houy, 59300 Valenciennes

Mots-clés : cavitation ; ultrasons ; distribution en taille de bulles ;

Les distributions en taille des bulles de cavitation ultrasonore obtenues il y a une quinzaine d'années (CFA-2010, ESS12-2010, JASA160th-2010) dans une onde plane stationnaire de fréquence 349 kHz en régime de cavitation de faible intensité (régime A ou cavitation non bruyante), ont été interprétées (ESS14-2014, JSUP3-2015, ESS15-2016..) de manière erronée en raison d'une erreur d'ordre de grandeur sur le coefficient de diffusion thermique de l'eau, et par une prise en compte peu performante (transformation polytropique du gaz) de l'échange thermique gaz-liquide .

Les nouveaux résultats de l'analyse des distributions en taille basés sur un modèle corrigé seront présentés. Le modèle utilisé est mono-bulle car il ignore les interactions (acoustique ou mécanique) entre les bulles, il reprend le modèle de R. Mettin et A. Doinikov [1] pour décrire les mouvements et les positions des bulles dans l'onde stationnaire, il en reprend aussi l'équation dynamique de la bulle sphérique mais substitue à la transformation adiabatique du gaz, le modèle explicite de conduction thermique à travers une couche de gaz proposée par Toegel *et al*. [2] ; les instabilités propres des bulles et leurs fragmentations sont prédites par le modèle de Lin *et al.* [3] ; le seuil de gonflage des bulles est également utilisé [4]. Enfin, le développement du nuage de bulles repose sur la récurrence de cycle gonflage - fragmentation des bulles.

Le modèle explicite de transfert thermique permet d'abord à la bulle de croître jusqu'aux tailles constatées sans besoin de coalescence pour "enjamber" une zone d'instabilité propre de la bulle qui se dresse sur sa trajectoire de gonflage ; il permet de plus de calculer d'abord une estimation de la dissipation de l'onde acoustique par les bulles de cavitation et ensuite celles des pressions acoustiques dans les ventres de pression après 0,1s et 0,15s d'irradiation ultrasonore (pas de distribution en taille avant) avec une baisse de moitié par rapport aux pressions initiales ; il montre encore que les tailles des plus grandes bulles correspondraient aussi aux tailles de fragmentation par instabilité propre, ce qui débouche sur une estimation des intervalles de pressions acoustiques auxquelles ont lieu ces fragmentations, toujours après 0,1s et 0,15s d'irradiation acoustique. La manière dont la pression acoustique sur les bulles baisse reste un peu incertaine : atténuation de l'onde ou contention des amplitudes d'oscillation des bulles organisées en grappes.

Enfin, ce modèle permet d'interpréter la baisse temporaire du nombre de bulles (surtout les plus petites) qui survient entre 0,15s et 0,25s d'irradiation, et de proposer des processus pouvant être à l'œuvre dans l'établissement et le fonctionnement du régime A au début de son établissement.

Les perspectives d'un point de vue pratique concernant l'utilisation de la méthode de mesure et du modèle d'analyses seront abordées en conclusion.

[1] Mettin R., Doinikov A., 2009, Applied Acoustics, 70.
[2] Toegel R., Gompf B., Pecha R, Lohse D, 2000, Phys. Rev. Letters, 85.
[3] Lin H., Storey B.D., Szeri J., 2002, Physics of Fluids, 14.
[4] Church C.C., 1989, J. Acoust. Soc. Am. 83.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : stephane.labouret@univ-lyon1.fr

Valorisation des produits naturels

Valorisation de la biomasse assistée par cavitation

Eric Loranger[a1]

[a] Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies, Université du Québec à Trois-Rivières, 3351 boulevard des Forges, Trois-Rivières (Québec), G8Z 4M3

Mots-clés : Effet mécanique, effet sonochimique, biomasse forestière.

Depuis plusieurs années, l'industrie forestière canadienne cherche à se diversifier afin de faire face à la baisse constante du marché des pâtes et papiers classique. C'est notamment une conséquence d'une utilisation accrue des médias numériques au lieu du papier journal et de l'ouverture des marchés internationaux. En parallèle, l'éveil du grand public envers la consommation responsable de biens et de produits favorise une prise de conscience de cette industrie. Conséquemment, la recherche actuelle passe par l'élaboration de nouveaux papiers à valeur ajoutée (papier conducteur, papier bioactif, etc.), par l'utilisation de la biomasse forestière pour la production d'énergie, par l'utilisation de la fibre cellulosique pour la fabrication de nanomatériaux, etc. Mon groupe de recherche travaille depuis quelques années à la conversion thermochimique par pyrolyse et à la fabrication de nanofibrille de cellulose à partir de biomasse forestière. Bien que ses deux avenues ne soient aucunement originales, l'utilisation des ultrasons de puissance et leurs effets dans ces processus le sont ! La vaste majorité des effets des ultrasons se basent sur la fréquence, la puissance et la configuration des émetteurs. Généralement, à basses fréquences (25-40 kHz), les ultrasons favorisent la baisse des résistances de diffusion des réactifs et l'érosion de surface par cavitation mécanique. À de hautes fréquences (100-170 kHz), nous assistons à la sonolyse de l'eau, créant des radicaux libres et des peroxydes, qui agissent plutôt à titre de catalyse sonochimique. Pour maximiser les effets, autant dit chimique que mécanique, on se doit aussi d'augmenter la puissance et la disposition des émetteurs. Bien que pouvant fonctionner à l'échelle de laboratoire, il faut aussi pouvoir penser à mettre à l'échelle les processus dans des contextes plus industriels, ce qui n'est pas toujours possible selon les différentes technologies. Notre groupe a développé et calibré un parc d'instruments ultrasonores, utilisant une technologie piézoélectrique. Avec l'utilisation de bains de 30L et 1000W opérant à 40, 68 et 170 kHz (seule ou combinée) et d'un système de sonoréateur de 40L en semi-continu de 2000W (émetteurs face à face) opérant à 25, 40, 68 et 170 kHz (seule ou combinée) ou un sonotube de 1000W (émetteurs en étoile) de 40, 68 et 170 kHz (seule ou combinée), nous pouvons étudier des aspects laboratoires jusqu'à l'échelle semi-pilote.

La conférence présentera en premier lieu la caractérisation des différents systèmes ultrasoniques de mon laboratoire, et surtout des aspects synergiques du sonoréacteur semi-pilote. En effet, selon sa configuration, le sonoréacteur présente des gains en efficacité sonochimique majeurs (+600%) en comparaison à ses homologues de laboratoire de même puissance. Par la suite, les résultats des prétraitements du bois, à de multiples fréquences, combinaison de puissance et de configuration, sur le processus de pyrolyse d'une biomasse forestière y seront présentés. Notamment, un gain en volume d'huile généré (+25%), sans réel changement de composition chimique, ainsi qu'une conséquence positive d'adsorption du biocharbon (résidus de bois). L'exposition aux ultrasons démontre une augmentation de surface spécifique (+20%) et une meilleure réponse à l'activation alcaline par rapport aux biocharbons produits par pyrolyse de bois non prétraité. L'adsorption d'ions classiques (cuivre, plomb, nickel) démontre aussi des gains au niveau de la sélectivité. Pour conclure le processus de pyrolyse, les résultats de post-traitement ultrasoniques sur l'huile produite permettront de constater un effet de stabilisation des huiles fraiches et même, un effet rajeunissant d'huiles vieillissantes (dépolymérisation). Un baume sur deux des obstacles majeurs à leur utilisation commerciale actuelle. Finalement, les travaux portant sur la production de nanofibrilles de cellulose fabriquée à partir d'une oxydation sélective de la pâte kraft de feuillu avec le système TEMPO-NaOCl-NaBr seront présentés. L'oxydation sélective de l'alcool primaire en C6 du monomère de glucose sous forme de carboxylates engendre une modification chimique de la cellulose qui accroît l'hydrophilicité des fibrilles et augmente l'efficacité de séparation des nanofibrilles. À ce titre, les ultrasons augmentent l'efficacité de ce processus radicalaire, permettant une réduction significative des quantités de réactifs et du temps requis (-50%) ainsi qu'un meilleur taux de formation des carboxyles (+160%). Des exemples d'applications des nanofibrilles de cellulose seront aussi présentés.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : eric.loranger1@uqtr.ca

Etude paramétrique de l'extraction des protéines de levures par application des ultrasons

Mahfoud Sarah[a,b1], Grimi Nabil[a], Auxenfans Thomas[b]

[a] Centre de Recherche de Royallieu, ESCOM, TIMR (Integrated Transformations of Renewable Matter), Université de Technologie de Compiègne, CS 60 319, 60 203 Compiègne CEDEX, France
[b] LESAFFRE INSTITUTE OF TECHNOLOGY, 59 700 Marcq-en-Barœul, France

Mots-clés : ultrasons ; extraction ; levure.

D'ici 2050, la population mondiale devrait atteindre 9,7 milliards de personnes. Avec cette explosion démographique, la demande alimentaire augmente rapidement, en particulier en produits protéinés. Dans un contexte de recherche de sources protéiques durables, alternatives et accessibles, les levures représentent une biomasse d'intérêt croissant en raison de leur richesse en protéines et de leur production à partir de substrats renouvelables. Néanmoins, leur valorisation reste entravée par deux verrous majeurs. D'une part, la robustesse de leur paroi cellulaire suscite une résistance mécanique aux méthodes de lyse conventionnelles. De l'autre part, la complexité de leur matrice intracellulaire expose les protéines cibles à des risques de dégradation, compromettant ainsi leur application dans l'alimentation humaine et animale [1].
Dans cette perspective, l'ultrasonication émerge parmi les technologies de désintégration cellulaire se distinguant par son intensité d'action localisée pouvant accélérer le transfert de masse entre le solvant et le matériau hôte. Elle repose sur des phénomènes de cavitation générant des micro-jets et gradients de pression capables de rompre efficacement les structures cellulaires, facilitant ainsi la libération des protéines intracellulaires avec la possibilité de préserver leur intégrité fonctionnelle [2], [3].
Cette étude explore de manière systématique l'influence mécanique des paramètres clés de l'application des ultrasons pour l'extraction des protéines de levures : la puissance acoustique (200 à 400 W), la durée du traitement (4 à 10 min), la concentration cellulaire dans l'eau (1 à 10% m/m) ou encore la température. L'évaluation du traitement aux ultrasons repose sur l'analyse de l'indice de désintégration (Z), de la solubilisation globale et du rendement en protéines. Sa spécificité et sa sélectivité sont étudiées vis-à-vis de la solubilisation azotée, de la récupération protéique et de la pureté. Par ailleurs, l'impact du traitement sur le taux de dégradation des protéines est également évalué via la quantification de la teneur en azote aminé libre dans l'extrait.
Les résultats révèlent que le couple puissance-durée constitue le levier principal de désintégration cellulaire avec un indice Z maximal jusqu'à 0,7. Dans ces conditions, le rendement d'extraction protéique maximal est de 55% avec une pureté de 63% dans la fraction soluble après séparation. Par ailleurs, une concentration cellulaire faible et une régulation de température pendant le traitement améliorent significativement l'efficacité de l'extraction.
Les résultats de cette étude confirment la pertinence de l'ultrasonication comme outil performant et modulable pour l'extraction des protéines de levures. Toutefois, ils mettent en évidence l'importance d'une optimisation fine des paramètres opératoires pour concilier rendement, qualité des protéines extraites et efficacité énergétique.

[1] M. E. Jach, A. Serefko, M. Ziaja, et M. Kieliszek, « Yeast Protein as an Easily Accessible Food Source », *Metabolites*, vol. 12, nº 1, Art. nº 1, janv. 2022, doi: 10.3390/metabo12010063.
[2] D. Liu, L. Ding, J. Sun, N. Boussetta, et E. Vorobiev, « Yeast cell disruption strategies for recovery of intracellular bio-active compounds — A review », *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.*, vol. 36, p. 181-192, août 2016, doi: 10.1016/j.ifset.2016.06.017.
[3] J. Ma, Y. Sun, D. Meng, Z. Zhou, Y. Zhang, et R. Yang, « Yeast proteins: The novel and sustainable alternative protein in food applications », *Trends Food Sci. Technol.*, vol. 135, p. 190-201, mai 2023, doi: 10.1016/j.tifs.2023.04.003.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : sarah.mahfoud@utc.fr

Amélioration du rendement et de la pureté des isolats protéiques de noyaux d'abricot par des techniques optimisées d'extraction assistée par ultrasons

Walid Zenasni[a,b,c], Ajal El Amine[d], Abdelmoumen Hanaa[b], Ennahli Said[a], Grimi Nabil[c1], Bajoub Aadil[a]

(a) Laboratoire de Chimie et de Technologie de Transformation des Aliments et des Sous-Produits Alimentaires, École nationale
de l'Agriculture à Meknès, km 10, Route Haj Kaddour, B.P. S/40, Meknès, Maroc.
(b) Faculté des Sciences Rabat, Université Mohammed V, Rabat, BP 1014 R, Maroc.
(c) Université de Technologie de Compiègne UTC/ESCOM, Transformations Intégrées de la Matière Renouvelable (TIMR), Centre de Recherche Royallieu—CS 60319, CEDEX, 60203 Compiègne, France.
(d) UPR de Pharmacognosie, Faculté de Médecine et Pharmacie de Rabat, BP 6203, Maroc.

Mots-clés : Noyaux d'abricot ; isolats protéiques ; extraction assistée par ultrasons.

Au Maroc, les noyaux d'abricot, qui constituent des sous-produits générés en grande quantités par l'industrie de la confiture, représentent une ressource prometteuse en protéines et en composés bioactifs aux effets bénéfiques sur la santé. Cependant, malgré ce potentiel, ces sous-produits sont souvent considérés comme des déchets ou utilisés de manière très limitée, notamment pour l'extraction de l'huile des amandes qu'ils contiennent. Or, même dans cette utilisation, le résidu solide obtenu après extraction, appelé tourteau, reste non valorisé, alors qu'il présente une teneur élevée en protéines et pourrait donc constituer un ingrédient important pour la production d'isolats protéiques à haute valeur fonctionnelle [1].

Ce travail a été entrepris pour répondre à la problématique de la valorisation des noyaux d'abricot issus de l'industrie de la confiture au Maroc, en explorant l'extraction ultrasonique des protéines comme une alternative à la méthode d'extraction aqueuse conventionnelle. Pour ce faire, 10 kg de noyaux d'abricot ont été prélevés dans une unité de production de confiture située dans la région de Meknès (Maroc). Après concassage, les amandes ont été isolées, puis soumises à une pression à froid pour obtenir l'huile. Le résidu solide restant, ou tourteau, a ensuite fait l'objet d'une analyse approfondie de sa composition nutritionnelle. Ce dernier s'est révélé particulièrement riche en protéines (41,39 %), avec des teneurs respectives en humidité, lipides, cendres et fibres brutes de 7,67 %, 9,43 %, 2,28 % et 9,71 %. Toutefois, une concentration notable en acide cyanhydrique (101,76 mg/100 g de matière sèche) a également été détectée, soulignant l'importance d'un traitement préalable du tourteau pour garantir la sécurité de son utilisation comme source de protéines [2]. Par ailleurs, une méthode d'extraction ultrasonique a été optimisée dans le but d'améliorer à la fois le rendement et la pureté des isolats, en comparaison avec la méthode aqueuse conventionnelle. Deux paramètres clés ont été évalués : la durée de traitement (variant de 50 s à 2000 s) et la puissance appliquée (100 W, 200 W et 400 W). Les résultats obtenus montrent que la méthode ultrasonique optimisée surpasse l'extraction aqueuse, tant en termes de rendement qu'en qualité des isolats.

Les résultats de ce travail mettent en évidence le potentiel du tourteau de noyau d'abricot en tant que ressource renouvelable à valoriser dans une approche d'économie circulaire. Ce coproduit constitue une base prometteuse pour le développement d'ingrédients protéiques innovants, destinés à l'industrie alimentaire, à la nutrition fonctionnelle, aux compléments alimentaires, ainsi qu'à la production de bioplastiques et de films comestibles enrichis en protéines.

[1] M. J. Liu and Q. A. Zhang, "Valorization of the under-utilized apricot kernels protein based on the rheology and texture properties of dough," *LWT*, vol. 169, p. 114019, Nov. 2022, doi: 10.1016/J.LWT.2022.114019.

[2] P. C. Sharma, B. M. K. S. Tilakratne, and A. Gupta, "Utilization of wild apricot kernel press cake for extraction of protein isolate," *J. Food Sci. Technol.*, vol. 47, no. 6, pp. 682–685, 2010, doi: 10.1007/s13197-010-0096-z.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : nabil.grimi@utc.fr

Extraction verte assistée par ultrasons de composés bioactifs à partir des grignons d'olivier : optimisation cinétique et minimisation de l'impact du solvant

H. Dhaidhi[(a),(b),(c)], J.B. Mazzitelli[(e)], A. Servent [(b)], E.A. Ajal[(d)], H.Abdelmoumen[(c)], A.Bajoub [(a)], M.Dornier[(b)1], M.A. Vian[(e)]

(a) Laboratoire de Chimie et Technologie de Transformation des Aliments et Sous-Produits Agroalimentaires, École Nationale d'Agriculture, km 10, Route de Haj Kaddour, B.P. S/40, Meknès, Maroc.
(b) QualiSud, Univ Montpellier, Avignon Univ, CIRAD, Institut Agro, IRD, Univ de La Réunion, Montpellier, France.
(c) Equipe de Microbiologie et de Biologie Moléculaire, Centre de Biotechnologie Végétale et Microbienne, Biodiversité et Environnement, Faculté des Sciences, Université Mohammed V de Rabat, Maroc.
(d) Unité de Pharmacognosie, Faculté de Médecine et de Pharmacie de Rabat, B.P. 6203, Maroc.
(e) INRAE, UMR SQPOV, Green Team, Avignon University, Avignon F-84000, France

Mots-clés: Hydroxytyrosol ; Extraction verte ; grigons d'olive

Le secteur oléicole représente un pilier économique essentiel pour le Maroc. Cependant, il génère une quantité considérable de sous-produits et son impact environnemental soulève des questions sur sa durabilité à long terme, malgré la richesse de ces sous-produits en composés phénoliques. Cette étude vise à optimiser l'extraction des composés bioactifs du grignon d'olive humide tout en réduisant l'utilisation de solvants organiques. Elle propose que l'intensification ultrasonique puisse compenser la réduction du volume de solvant en améliorant l'accessibilité des composés bioactifs par les phénomènes de cavitation. Une caractérisation physicochimique a été réalisée sur le grignon issu d'extraction biphasique au Maroc. L'extraction assistée par ultrasons a été optimisée en testant divers paramètres : deux rapports matrice/solvant (1:5 et 1:10), deux types de solvants (eau et un mélange eau/éthanol à 90:10), et deux températures (25°C et 50°C). Un suivi cinétique a été conduit avec prélèvement toutes les 15 minutes. Les polyphénols totaux ont été quantifiés par la méthode de Folin-Ciocalteu, tandis que l'hydroxytyrosol a été analysé par HPLC. Les résultats ont montré que la concentration initiale des composés phénoliques totaux variait de 0,83 à 1,09 g/kg de poids frais pour tous les traitements. La plupart des combinaisons ont atteint leurs concentrations maximales entre 30 et 60 minutes, à l'exception de la combinaison TUS4 (1:10 ; 50°C ; 100% eau), qui a atteint 5,13 g/kg en seulement 15 minutes. Concernant l'hydroxytyrosol, le traitement TUS4 a démontré une efficacité d'extraction nettement supérieure, extrayant 2 g/kg en 15 minutes. Cette approche démontre l'efficacité de l'intensification ultrasonique pour réduire significativement les temps d'extraction tout en maintenant des rendements élevés et ouvre des perspectives prometteuses pour la valorisation durable des sous-produits oléicoles.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : manuel.dornier@institut-agro.fr

Valorisation des coques d'amandes et des coques de noix : extraction assistée par ultrasons de la cellulose et de la lignine

Y. El Khayat Driaa[a,b,1], H. Maarir[b], N. Grimi[a], A. Moubarik[b], N. Boussetta[a]

[a] Laboratoire Transformation Intégrée et Matière Renouvelable TIMR (UTC/ESCOM), Université de Technologie de Compiègne - Alliance Sorbonne Université, Centre de Recherche de Royallieu, Rue du Docteur Schweitzer, CS 60319, 60203 Compiègne, France.
[b] Equipe des Procédés Chimiques et des Matériaux Appliqués, Faculté Pluridisciplinaire, Université Sultan Moulay Slimane, SBP : 592 Beni Mellal, Maroc.

Mots-clés : Ultrasons ; Cellulose ; Lignine.

La cellulose et la lignine, principales composantes de la biomasse lignocellulosique, suscitent un intérêt croissant en raison de leurs applications dans les domaines des matériaux biosourcés, de l'énergie, et de la chimie verte. La cellulose, polymère naturel le plus abondant sur Terre, est largement utilisée dans la fabrication de papiers, textiles, composites et nanomatériaux. La lignine, quant à elle, représente une ressource précieuse pour le développement de biopolymères, d'additifs et de produits à haute valeur ajoutée. Face à la nécessité de valoriser des ressources renouvelables et de réduire les déchets agricoles, les coques d'amandes et de noix, riches en cellulose (24–41 %) et en lignine (33–54 %), représentent une biomasse prometteuse encore peu exploitée [1].
Cependant, leur structure compacte limite l'efficacité des procédés d'extraction classiques, généralement basés sur des traitements chimiques sévères. Dans cette étude, les ultrasons (US) ont été explorés comme méthode de prétraitement pour améliorer l'extraction de la cellulose et de la lignine à partir de ces coques. Un traitement aux ultrasons (400 W, 24 kHz) utilisant une sonotrode en titane a été mis en œuvre, provoquant une cavitation acoustique qui a désorganisé la matrice lignocellulosique et facilité l'accès aux polymères internes [2].
Comparé à un traitement alcalin classique (teneur en hydroxyde de sodium : 5–20 %, température d'extraction : 50–98 °C), l'application des ultrasons a permis une meilleure récupération de lignine et une préservation plus efficace de la cellulose. Les extraits ont été caractérisés par diverses techniques (FTIR, DRX, RMN 2D HSQC, ATG, DSC, MEB), révélant une amélioration significative de la stabilité thermique et des propriétés morphologiques [3]. Ces résultats confirment le rôle prometteur des ultrasons comme technologie verte, efficace et peu énergivore, pour la valorisation durable de résidus agro-industriels.

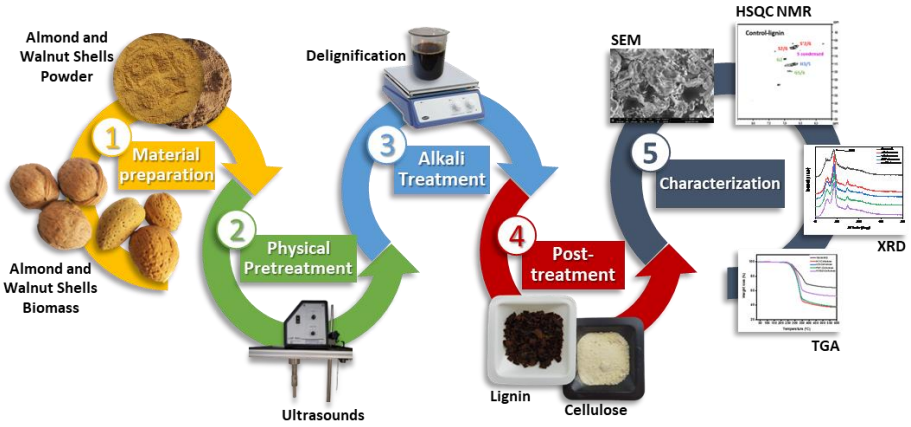


Figure 1. Extraction assistée par ultrasons de la cellulose et de la lignine à partir de coquilles d'amandes et de noix [3].

[1] V. Halysh *et al.*, "Walnut shells as a potential low-cost lignocellulosic sorbent for dyes and metal ions," *Cellulose*, vol. 25, no. 8, pp. 4729–4742, 2018, doi: 10.1007/s10570-018-1896-y.
[2] M. Brahim *et al.*, "Impact of ultrasounds and high voltage electrical discharges on physico-chemical properties of rapeseed straw's lignin and pulps," *Bioresour. Technol.*, vol. 237, pp. 11–19, 2017, doi: 10.1016/j.biortech.2017.04.003.
[3] Y. El Khayat Driaa *et al.*, "Ultrasound, pulsed electric fields, and high-voltage electrical discharges assisted extraction of cellulose and lignin from walnut shells," *Int. J. Biol. Macromol.*, p. 139319, 2025, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2024.139319.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : yassine.el-khayat-driaa@utc.fr

Intensification des procédés

Courants acoustiques induits par des ultrasons de basse fréquence pour le contrôle du colmatage au sein d'une cellule microfluidique de filtration

Jambert Julie[a11], Naudet Paul[a], Jacob Xavier[a], Liot Olivier[a], Hengl Nicolas[a]

[a] Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse (IMFT, 2 allée Camille Soula,31400 Toulouse, France)

Mots-clés : Acousto-fluidique ; Filtration ; Colmatage.

Les procédés de séparation par membrane, utilisés dans divers secteurs industriels, sont limités par le colmatage de ces milieux poreux. Face aux coûts élevés des nettoyages conventionnels, des études explorent l'influence de l'application locale d'ultrasons à basse fréquence (20-500 kHz) [1] sur les performances de la filtration pour réduire l'accumulation de matière. Bien que cette technique soit prometteuse, les mécanismes physiques sous-jacents (force de radiation, courant acoustique, cavitation) [2] restent mal compris faute d'observations microscopiques. Ainsi, l'objectif principal de ce travail est d'identifier et de quantifier les phénomènes physiques induits par les ultrasons à basse fréquence dans une cellule microfluidique, et d'étudier leur impact sur le phénomène de colmatage. Nous proposons une approche originale, schématisée Figure 1.a), couplant un dispositif de filtration microfluidique et des ultrasons à basse fréquence appliqués localement.
Des cellules microfluidiques en PDMS ont été développées pour permettre des observations locales du colmatage au cours du temps par microscopie à fluorescence. Des filtrations frontales de suspensions de particules de polystyrène fluorescentes de 5 µm ont été menées sous différentes pressions transmembranaires ΔP = [10 - 100 mbar]. Pour assurer une application locale des ultrasons, une lame vibrante couplée à un transducteur piézoélectrique résonnant à 61 kHz est insérée dans une fente, prévue à la conception des cellules. L'émission ultrasonore est contrôlée à l'aide d'un générateur de fréquence et un amplificateur. La puissance appliquée et l'impédance électrique peuvent être mesurées en continu. Le niveau de vibration du montage est caractérisé au préalable par vibrométrie laser. Une caméra rapide et des algorithmes de suivi de particules sont utilisés pour suivre les particules fluorescentes et observer les champs hydrodynamiques induits par les ultrasons.

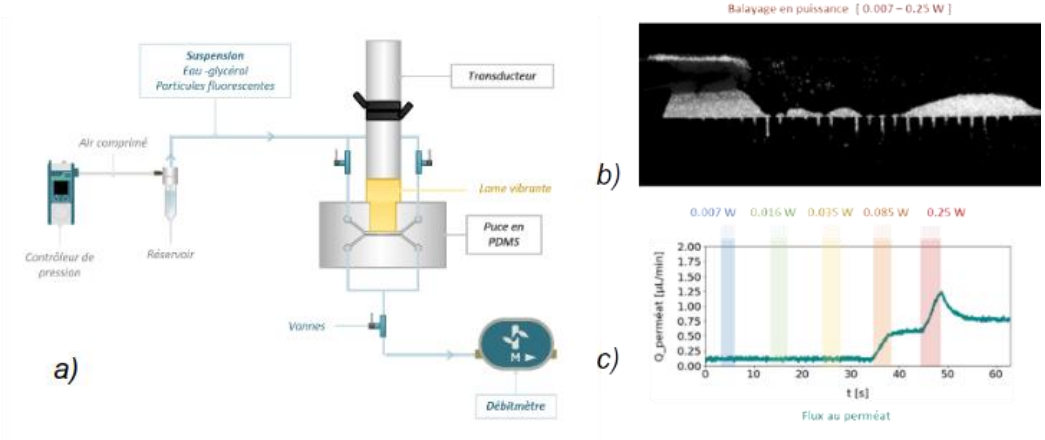


Figure 1. a) boucle de filtration intégrant la puce PDMS et le dispositif ultrasonore, b) Gâteau de filtration de particules, c) Variation du flux de perméation au cours du temps sous différentes puissances US (ΔP=30 mbar, T° ambiante, fréquence = 61 kHz)

Les résultats montrent que l'application locale d'ultrasons sur un gâteau de filtration, illustré Figure 1.b), génère différents phénomènes physiques selon la puissance appliquée. Pour des puissances appliquées croissantes (de 0,007 à 0,25 W), les effets observés évoluent, de l'agitation localisée des particules, la remise en suspension d'agrégats, jusqu'à la génération de courants acoustiques, conduisant au décolmatage de la membrane et à une augmentation du flux de perméat, représentée Figure 1.c).

[1] Y. Jin, N. Hengl, S. Baup, F. Pignon, N. Gondrexon, M. Sztucki, G. Gésan-Guiziou, A. Magnin, M. Abyan, M. Karrouch, D. Blésès, 2014, *Journal of Membrane Science*, Volume 470, Pages 205-218,
[2] T. G. Leighton, 2007, Progress in Biophysics and Molecular Biology,Volume 93, Issues 1–3, Pages 3-83

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : julie.jambert@imft.fr

Intensification de Procédés par Ultrasons : Application à la Polymérisation en Miniémulsion par Calorimétrie

Ibrahim ASSAF[a1], Laurent BALLAND[a], Nicolas BRODU[a], Imed BEN TALOUBA[a], Nordine MOUHAB[a]

[a] Laboratoire de Sécurité des Procédés Chimiques (LSPC UR4704), Rouen, France

Mots clés : Ultrasons ; Intensification de procédés ; Calorimétrie

La polymérisation en miniémulsion (MEP) est connue pour sa capacité robuste à synthétiser des polymères de latex en raison de sa polyvalence et de son meilleur contrôle sur la morphologie des particules par rapport à la polymérisation en émulsion agitée conventionnelle. L'innovation fondamentale de MEP est la capacité de nucléer directement les fines gouttelettes de monomères stabilisés à des concentrations plus faibles de tensioactifs, chaque goutte agissant comme un nanoreacteur distinct [1]. Cela n'est possible que lorsque de grands réservoirs de gouttelettes sont rompus par l'action des forces de cisaillement et l'action d'une substance hydrophobe. La sonication est largement utilisée pour produire des émulsions et s'est révélée plus efficace que les mélangeurs ou homogénéisateurs statiques en raison de ses propriétés de cavitation, notamment dans le cas des monomères visqueux [2]. La taille des gouttelettes peut être optimisée durant l'étape de sonification, améliorant le transfert de matière lors de la polymérisation et permettant une qualité uniforme des polymères.

Le but de ce travail est d'étudier l'effet des paramètres opératoires de la sonde à ultrasons à basse fréquence (temps et amplitude) sur la stabilité des émulsions, la cinétique de polymérisation et les morphologies des particules. Le monomère (phase dispersée dans l'eau), l'amorceur et le surfactant utilisés ont été respectivement le méthacrylate de butyle (BMA), le Persulfate de potassium (KPS) et le dodécylsulfate de sodium (SDS). La réaction de polymérisation a été menée dans un réacteur calorimétrique RC1-RTCal, permettant de suivre l'avancement de la réaction en continu via la mesure de la puissance thermique. Des analyses DLS ont été effectuées pour observer la distribution moyenne des émulsions. Le poids moléculaire moyen et le PDI ont été obtenus via la chromatographie par perméation (GPC).

L'énergie transmise par sonication a un impact majeur sur la stabilité et la taille des gouttelettes post- sonication. La cinétique de la réaction est modifiée également (Figure 1). Le temps et l'amplitude utilisés lors de la sonication ont été optimisées pour intensifier la MEP à une concentration idéale de tensioactif afin de trouver un optimum entre l'énergie consommée, la consommation de réactifs et les propriétés des polymères.

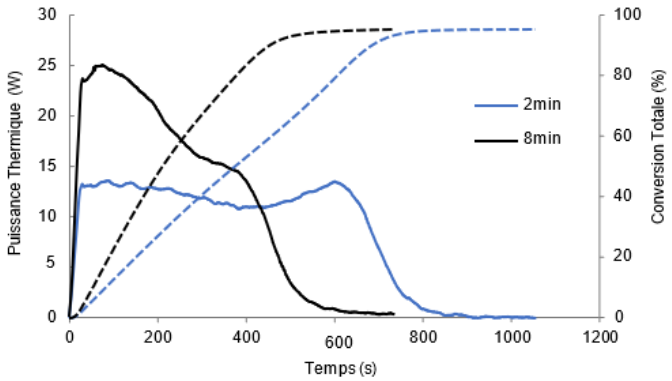


Figure 1. Effet du temps de sonication sur la puissance thermique et le taux de conversion chimique pour la polymérisation en miniémulsion de BMA à 70°C. Conditions opératoires : 0°C, amplitude sonification : 50 %

Références

[1]. Thickett S. C. et R. G. Gilbert, 2007, Polymer, (48), 6965- 6991
[2]. A. López et al., 2008, Ind. Eng. Chem. Res., (47), 6289- 6297

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : ibrahim.assaf@univ-rouen.fr

Influence de l'écoulement du fluide et de la puissance ultrasonore sur l'activité sonochimique dans un sonoréacteur continu.

Amirmohammad JAVIDANI, Hélène CHAUMAT, Joelle AUBIN, Martine POUX, Laurie BARTHE[1]

Laboratoire de Génie Chimique, Université de Toulouse, CNRS, INPT, UPS, France

Mots-clés : cavitation acoustique, sonoréacteur tubulaire, caractérisation

Parmi les procédés intensifiés, les systèmes mettant en jeu le phénomène de cavitation acoustique ont été identifiés comme prometteurs [1]. L'implosion des bulles entraînant localement des densités d'énergie très élevées peut conduire à la sonolyse de l'eau et à la génération de radicaux hydroxyles (OH°). Ces radicaux, hautement réactifs, réagissent avec de nombreuses molécules, en particulier organiques, et peuvent activer des réactions chimiques [2]. Afin d'optimiser les performances d'un réacteur ultrasonore, il est essentiel de caractériser ces effets sonochimiques, aussi bien les quantités de radicaux produits que la distribution de la zone de cavitation chimiquement active au sein du sonoréacteur. De nombreuses études ont été menées sur les performances des réacteurs ultrasonores discontinus en fonction de paramètres opératoires et géométriques [3-5] ; toutefois, peu de recherches ont été consacrées à la caractérisation des sonoréacteurs continus, très pertinents pour leur utilisation industrielle. Ainsi, ces travaux se concentrent principalement sur les effets du débit et de la puissance ultrasonore sur l'activité sonochimique dans un sonoréacteur tubulaire continu.

Le sonoréacteur est constitué d'un tube en PMMA d'un diamètre interne de 1 cm et d'une longueur de 30 cm. Une sonde ultrasonore opérant à 35 kHz (puissance maximale de 50 W, amplitude entre 40 et 100%) avec une pointe de 0,6 cm est insérée horizontalement dans le tube, pénétrant de 3,9 cm à l'intérieur. Le fluide de travail est pompé à travers le sonoréacteur à l'aide d'une pompe à débit réglable, allant de 200 à 1800 ml/min (Re = 424 - 3820). En aval du système tubulaire, une vanne 3 voies permet de sélectionner un fonctionnement en boucle ou en continu.
Pour les conditions étudiées, des essais calorimétriques ont permis de mesurer l'énergie transmise au fluide. La quantification globale des radicaux a été réalisée par la dosimétrie de l'iodure de potassium (KI), basée sur l'oxydation de l'iodure (I^-) en triiodure (I_3^-) avec un suivi de la concentration du produit formé par spectrophotomètrie UV-vis à 353 nm. La sonochimiluminescence (SCL) a permis de cartographier la zone chimiquement active de la cavitation. Lorsque le luminol est oxydé par les radicaux hydroxyles, il émet une lumière bleue, indiquant la zone sonochimiquement active dans le sonoréacteur. Ces essais ont été réalisés dans une pièce noire à l'aide d'une caméra avec un temps d'exposition contrôlé (30 s).

Les mesures de calorimétrie ont montré une corrélation linéaire entre l'amplitude (40% à 100%) et les puissances transmises à tous les débits testés. Au-delà de 60 % d'amplitude, l'augmentation du débit a entraîné une augmentation de la puissance calorimétrique, ce qui suggèrerait que l'écoulement du fluide améliore la dissipation de l'énergie acoustique dans le sonoréacteur.
En fonctionnant en boucle fermée pendant 5 minutes, la quantité de radicaux formés augmente avec le débit jusqu'à un certain point, après quoi une tendance à la baisse a été observée. Il est intéressant de vérifier que lorsque l'on compare les essais avec un nombre de passes équivalent, les débits les plus faibles produisent bien une plus grande quantité de radicaux. La puissance ultrasonore a également montré une relation directe avec la quantité de radicaux produits. Toutefois, si l'on considère l'efficacité sonochimique (nombre de moles de radicaux formés par unité d'énergie dissipée dans le milieu), une faible puissance ultrasonore a donné de meilleurs résultats.
La cartographie de la SCL sous différents débits et puissances ultrasonores a révélé que, dans la gamme étudiée, l'augmentation de l'amplitude ultrasonore de 40 % à 100 % a élargi et allongé la zone active de cavitation. À une faible puissance ultrasonore (40 %), le débit a un effet négligeable sur l'intensité de la SCL. En revanche, avec des puissances plus élevés (60 %, 80 % et 100 %), l'intensité de la SCL la plus élevée a été observée au débit le plus faible de 200 ml/min.

[1]. Meroni D, Djellabi R, Ashokkumar M, Bianchi CL, Boffito DC., 2022, *Chem Rev.*,122(3), 3219–58. 8.
[2]. Pflieger R, Nikitenko SI, Cairós C, Mettin R., 2019, *Characterization of Cavitation Bubbles and Sonoluminescence* . 1-3
[3] Barchouchi A, Molina-Boisseau S, Gondrexon N, Baup S, 2021, *Ultrason Sonochem.*; 72(April), 105407
[4]. Garcia-Vargas I, Louisnard O, Barthe L., 2023, *Ultrason Sonochem.*; 99(June),106542.
[5]. Goris Q, Adams M, Stefanidis GD, Van Gerven T., 2025, *Chem Eng Res Des*., 215, 580–92.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : laurie.barthe@ensiacet.fr

Phénomène de courant acoustique de Rayleigh à l'origine de l'orientation des nanocristaux de cellulose, lors de procédés d'ultrafiltration sous ultrasons

F. Bosson[a1], M. Challamel[a], M. Karrouch[a], N. Hengl[a], H. Djeridi[b], F. Pignon[a1]

[a] Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP (Institute of Engineering Univ. Grenoble Alpes), LRP, F-38000 Grenoble, France
[b] Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP (Institute of Engineering Univ. Grenoble Alpes), LEGI, F-38000 Grenoble, France

Mots-clés : Courant acoustique de Rayleigh ; ultrafiltration ; ultrasons.

Le courant acoustique de Rayleigh, un phénomène résultant de l'interaction des ultrasons (US) avec un fluide, a été révélé pour la première fois lors d'un procédé d'ultrafiltration frontale sous ultrasons sur une suspension de nanocristaux de cellulose (CNC). Des cellules de filtration sous US ont été développées pour générer simultanément une force acoustique verticale via une lame vibrante ultrasonore en haut de la cellule et pour concentrer les CNC sous une force de pression transmembranaire en bas de la cellule. Ces cellules de filtration sous US ont été développées pour caractériser d'une part l'orientation des CNC par diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS) et d'autre part les lignes de courant par vélocimétrie par images de particules (PIV). Les mesures de SAXS sous différentes pressions transmembranaires ont mis en évidence un changement d'orientation des CNC en fonction de la distance depuis la surface de la membrane jusqu'à la lame vibrante, avec l'apparition d'une organisation orthotrope : les CNC sont orientés verticalement près de la lame vibrante, puis ont une organisation isotrope au milieu de la cellule et enfin présentent des orientations horizontales près de la surface de la membrane [1].

Dans ce travail, il a été mis en évidence que cette organisation orthotrope apparaît au-dessus d'un seuil de pression transmembranaire d'environ 0,6 × 10^5 Pa. En parallèle, les mesures de micro-PIV in situ ont révélé la formation d'un courant acoustique de Rayleigh dans la suspension de CNC, pour le même seuil de pression transmembranaire et les mêmes conditions US, mettant en évidence l'origine de cette organisation orthotrope. Il a été proposé que ce seuil est nécessaire pour permettre une accumulation suffisante des CNC près de la surface de la membrane, impliquant ainsi un écoulement confiné, pour générer le courant acoustique [2]. Ce travail met en évidence l'interaction entre le courant acoustique et l'orientation des particules de CNC, faisant progresser sur la compréhension de l'organisation de suspensions de type cristaux liquides dans les applications micro-fluidiques.

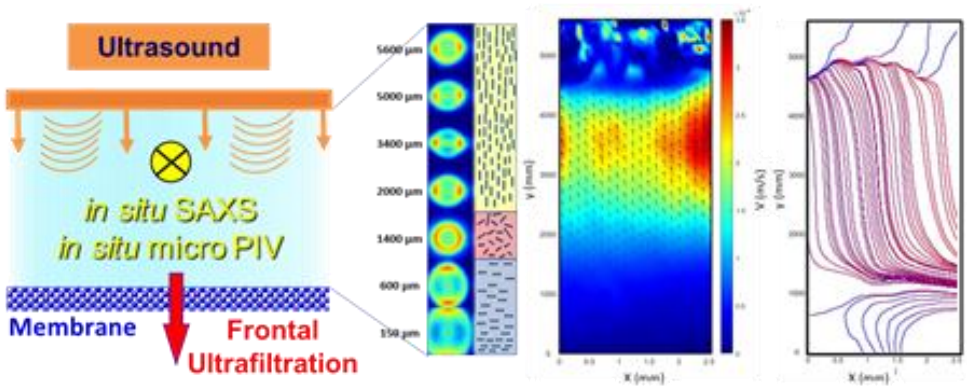


Figure 1. Courant acoustique de Rayleigh à l'origine de l'orientation verticale des nanocristaux de cellulose et de l'organisation orthotrope induite par ultrafiltration frontale sous ultrasons.

[1]. Pignon F. et al., 2024, *J. Colloid Interface Sci.*, 659, 914-925, https://doi.org/10.1016/j.jcis.2023.12.164
[2]. Bosson F. et al., 2025, *Nanoscale*, accepted 2025, https://doi.org/10.1039/D5NR00521C

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

Cavitation dans les applications médicales

Cavitation acoustique pour la distribution thérapeutique ciblée : Mécanismes, Applications et Perspectives cliniques

Anthony Delalande, Chantal Pichon[1]

ART-ARNm, Innovative therapies and Nanomedicine INSERM, 14 Avenue de l'Hôpital 45100 Orléans

Mots-clés : Cavitation, sonoporation, microbulles cationiques, thérapie génique

La cavitation ultrasonore, phénomène physique résultant de l'interaction d'ondes acoustiques avec des microbulles, représente une approche innovante pour la délivrance ciblée d'agents thérapeutiques tel que des agents de thérapie génique. Le développement de microbulles fonctionnalisées pour la délivrance de thérapie génique permet de transporter la thérapie au site de délivrance. De plus, en exploitant les régimes de cavitation stable ou inertielle, il devient possible de moduler la perméabilité vasculaire et cellulaire, d'ouvrir transitoirement la barrière hémato-encéphalique et de déclencher la libération contrôlée de vecteurs thérapeutiques.

Cette présentation donnera un aperçu des mécanismes physiques sous-jacents de la cavitation stable et inertielle, et de leur utilisation pour améliorer l'administration de médicaments, de gènes ou de nanoparticules dans les tissus cibles. Une attention particulière sera accordée aux applications dans le système nerveux central, le traitement des tumeurs cérébrales et des maladies neurodégénératives, où les ultrasons focalisés combinés à des agents de cavitation tels que les microbulles ou les nanobulles permettent une délivrance localisée à travers la barrière hémato-encéphalique.

Les progrès récents, les défis technologiques et les perspectives d'application clinique seront présentés allant des études précliniques aux études cliniques. Ce domaine émergeant rapidement montre le potentiel des ultrasons thérapeutiques couplés aux microbulles de gaz en tant qu'outil non invasif, précis et polyvalent pour de nombreuses applications thérapeutiques.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : chantal.pichon@inserm.fr

Préparation de nanoémulsions pour la délivrance de principes actifs dans le système nerveux central (partie A)

Desgranges, S[a1], Karen Ea[b], Jean-Michel Escoffre[b], Patrick Vourc'h[b], Christine Contino-Pépin[a]

[a] Avignon Université, Équipe Systèmes Amphiphiles bioactifs et Formulations Eco-compatibles, UPRI, 84000 Avignon, France (christine.pepin@univ-avignon.fr)
[b] UMR 1253, iBraiN, Université de Tours, Inserm, 37032 Tours, France

Mots-clés : nanoémulsions ; drug delivery ; barrière hémato-encéphalique

Au cours des deux dernières décennies, les nanoémulsions (huile/eau) ont suscité un intérêt considérable en tant que systèmes de délivrance des principes actifs (PA). Elles sont composées de nanogouttelettes (NG) suffisamment stables dans la circulation sanguine, capables d'extravaser dans les tissus en raison de leur taille nanométrique et, dont la charge en PA est plus élevée que les liposomes [1]. Les pathologies du système nerveux central (SNC) sont parmi les maladies les plus difficiles à traiter en raison, d'une part, du nombre limité d'options thérapeutiques disponibles et, d'autre part, de l'existence de la barrière hémato-encéphalique (BHE) qui empêche la délivrance efficace de PA. Il existe plusieurs méthodes pour franchir la BHE et améliorer ainsi la biodisponibilité des PA dans le cerveau. Parmi elles, l'ouverture de la BHE à l'aide d'ultrasons focalisés couplés avec l'injection de microbulles (MB). En conditions de cavitation stable, l'oscillation des MB induit une perméabilisation réversible et contrôlée de la BHE autorisant le passage des NG [2, 3]. Nous avons précédemment montré que des NG de perfluorocarbure (PFOB dans notre cas) de taille inférieure à 100 nm et stabilisées par nos tensioactifs fluorocarbonés (famille des F-TAC) pouvaient atteindre le SNC dans de telles conditions d'ouverture de la BHE [4]. De nouvelles NG contenant un cœur huileux, permettant une charge plus importante en PA, ont été récemment développées en utilisant des tensioactifs hydrocarbonés (H-TAC). La nature du tensioactif (de longueur de tête polaire et queue hydrophobe variable) ainsi que l'huile constituant le cœur des NG ont été criblées afin d'atteindre un diamètre optimal (inférieur à 100 nm). Les meilleurs candidats de NG ont ensuite été chargés en un marqueur fluorescent (DiIC18(5)) pour des études de suivi *in vitro*. La préparation des NG ainsi que les cinétiques de relargage de différents PA chargés dans leur cœur seront présentés lors de cette communication.

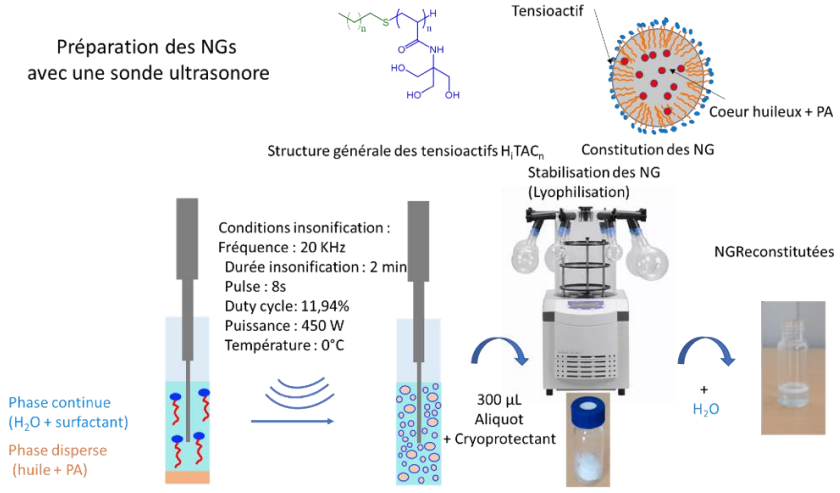


Figure 1. Préparation des nanoémulsions

[1] A. Gupta, H.B. Eral, T.A. Hatton, P.S. Doyle, Nanoemulsions: formation, properties and applications, Soft Matter 12(11) (2016) 2826-2841.
[2] B. Marty, B. Larrat, M. Van Landeghem, C. Robic, P. Robert, M. Port, D. Le Bihan, M. Pernot, M. Tanter, F. Lethimonnier, S. Mériaux, Dynamic Study of Blood–Brain Barrier Closure after its Disruption using Ultrasound: A Quantitative Analysis, Journal of Cerebral Blood Flow & Metabolism 32(10) (2012) 1948-1958.
[3] N. Sheikov, N. McDannold, N. Vykhodtseva, F. Jolesz, K. Hynynen, Cellular mechanisms of the blood-brain barrier opening induced by ultrasound in presence of microbubbles, Ultrasound in Medicine & Biology 30(7) (2004) 979-989.
[4] C. Bérard, S. Desgranges, N. Dumas, A. Novell, B. Larrat, M. Hamimed, N. Taulier, M.A. Estève, F. Correard, C. Contino-Pépin, Perfluorocarbon Nanodroplets as Potential Nanocarriers for Brain Delivery Assisted by Focused Ultrasound-Mediated Blood-Brain Barrier Disruption, Pharmaceutics 14(7) (2022).

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : stephane.desgranges@univ-avignon.fr

Perméabilisation d'un modèle *in vitro* de « barrière hémato-encéphalique » par sonoporation (Partie B)

Karen EA[a1], Damien FOUAN[a], Christiane CONTINO-PÉPIN[b], Stéphane DESGRANGES[b], Patrick VOURC'H[a], Jean-Michel ESCOFFRE[a]

[a] Université de Tours, INSERM, Imaging Brain & Neuropsychiatry iBraiN U1253, 37032, Tours, France
[b] Équipe Systèmes Amphiphiles bioactifs et Formulations Eco-compatibles, UPRI, Université d'Avignon, Avignon, France

Mots-clés : Sonoporation ; Barrière hémato-encéphalique ; Nanogouttes

La barrière hémato-encéphalique (BHE) est une barrière sélective qui protège le parenchyme cérébral contre les agents pathogènes et les molécules toxiques présents dans la circulation sanguine [1-2]. Cette sélectivité représente un problème majeur pour l'administration de molécules thérapeutiques dans le système nerveux central. La sonoporation constitue une stratégie prometteuse pour la perméabilisation transitoire de la BHE et l'administration de médicaments dans le cerveau [3-7]. Le projet a pour objectif de perméabiliser un modèle *in vitro* de « barrière hémato-encéphalique » par sonoporation, constitué de cellules endothéliales immortalisées de microvaisseaux cérébraux humains (hCMEC/D3). Les cellules hCMEC/D3 ont été cultivées dans des inserts Transwell® pendant 7 jours. Des MBs (Vevo MicroMarker, VisualSonics-FujiFilm) ont été ajoutées dans le dispositif de sonoporation puis la séquence US suivante a été immédiatement appliquée : 1 MHz, 1 ms PRP, 5% DC, 0,4 MPa PNP pendant 2 min. Après sonoporation, les inserts ont été transférés dans des plaques 12 puits. La perméabilité de la BHE a été évaluée en mesurant la résistance électrique transendothéliale (TEER), le transport transendothélial de la Lucifer Yellow (LY) et de nanogouttes (NG) chargées en DiD (NG-DiD). Ces mesures ont été faites immédiatement, 24 heures et 48 heures après sonoporation. Des tests de viabilité cellulaire au MTT et au bleu de Trypan ont été réalisés 48 heures après la sonoporation. L'intégrité de la barrière endothéliale a été confirmée avant la sonoporation par un test d'immunofluorescence. Cette intégrité a été perturbée immédiatement après la sonoporation et restaurée 48 heures plus tard. En outre, la sonoporation de la barrière endothéliale a entraîné une diminution significative des mesures de TEER par rapport aux conditions contrôles. Cette valeur est revenue à son état initial 48 heures après la sonoporation sans affecter la viabilité de la barrière endothéliale. Ces résultats ont été confirmés en utilisant le test de perméabilité à la LY. En effet, l'exposition de la barrière endothéliale à la sonoporation a significativement augmenté le transport transendothélial de la LY. Quarante-huit heures plus tard, la perméabilité sélective était revenue à la normale. Des tests préliminaires concernant le transport endothélial des NG-DiD nous ont permis d'observer que la présence de la barrière endothéliale réduisait le transport des NG-DiD. Dans nos conditions expérimentales, la sonoporation a induit une perméabilisation réversible de notre barrière endothéliale sans affecter sa viabilité. Nous allons par la suite mesurer le transport des NG-DiD à travers la barrière endothéliale après sonoporation.Ce travail a été soutenu, en partie, par l'Agence Nationale de la Recherche ANR (ANR-22-CE19-0031), par l'Inserm et l'Université de Tours (J.-M. E., P. V.). K. E. est titulaire d'une bourse de doctorat de la Région Centre-Val de Loire.

[1] N. J. Abbott, A. A. K. Patabendige, D. E. M. Dolman, S. R. Yusof, et D. J. Begley, « Structure and function of the blood-brain barrier », *Neurobiol Dis*, vol. 37, nº 1, p. 13-25, janv. 2010, doi: 10.1016/j.nbd.2009.07.030.
[2] N. J. Abbott, L. Rönnbäck, et E. Hansson, « Astrocyte-endothelial interactions at the blood-brain barrier », *Nat Rev Neurosci*, vol. 7, nº 1, p. 41-53, janv. 2006, doi: 10.1038/nrn1824.
[3] K. Hynynen *et al.*, « Focal disruption of the blood-brain barrier due to 260-kHz ultrasound bursts: a method for molecular imaging and targeted drug delivery », *J Neurosurg*, vol. 105, nº 3, p. 445-454, sept. 2006, doi: 10.3171/jns.2006.105.3.445.
[4] F. Marquet, Y.-S. Tung, T. Teichert, V. P. Ferrera, et E. E. Konofagou, « Noninvasive, transient and selective blood-brain barrier opening in non-human primates in vivo », *PLoS One*, vol. 6, nº 7, p. e22598, 2011, doi: 10.1371/journal.pone.0022598.
[5] N. McDannold, C. D. Arvanitis, N. Vykhodtseva, et M. S. Livingstone, « Temporary disruption of the blood-brain barrier by use of ultrasound and microbubbles: safety and efficacy evaluation in rhesus macaques », *Cancer Res*, vol. 72, nº 14, p. 3652-3663, juill. 2012, doi: 10.1158/0008-5472.CAN-12-0128.
[6] N. Rapoport, « Drug-Loaded Perfluorocarbon Nanodroplets for Ultrasound-Mediated Drug Delivery », *Adv Exp Med Biol*, vol. 880, p. 221-241, 2016, doi: 10.1007/978-3-319-22536-4_13.
[7] K. Ea *et al.*, « Intracerebral drug delivery using microbubble/nanodroplet-assisted ultrasound to address neurodegenerative diseases », *Journal of Clinical and Translational Research*, vol. 0, nº 0, Art. nº 0, févr. 2025, doi: 10.36922/jctr.24.00061.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : karen.ea@univ-tours.fr

Effet de l'oxygène sur la modulation de l'interaction des HIFU avec les sonosensibilisateurs à noyau liquide.

A. Borich[a1], R. Salomir[a] , Stéphane Desgranges[b], P. Guillemin[a] , C. Pépin[b]

[a] Université de Genève, rue du Général Dufour 24,1211 Genève, Suisse
[b] Avignon Université, rue Louis Pasteur 74, 84 029 Avignon, France

Mots-clés : ablation thermique par ultrasons sous guidage IRM, micro-gouttes PFOB, sono-sensibilisation, concentration tissulaire en oxygène

Les ultrasons focalisés de haute intensité (HIFU) guidés par imagerie de résonance magnétique (MRgHIFU) représentent une technique non invasive et non ionisante qui permet une ablation précise de la tumeur avec un suivi en temps réel de la température [1]. Nos recherches précédentes [2-3] ont démontré que l'ajout de microgouttes PFOB-FTAC de taille 1 à 2 microns, à noyau liquide et présentant un point d'ébullition élevé, qui ne subissent pas de changement de phase et ne sont pas consommés lors de l'interaction avec les HIFU, peut améliorer de manière significative l'absorption locale des ultrasons dans les tissus perfusés. Les échanges gazeux à l'interface hydrophile – hydrophobe semblent jouer un rôle clef dans cet effet, qui permet ainsi de réduire la puissance acoustique et de minimiser les effets secondaires potentiels. Dans la présente étude, nous avons étudié quantitativement l'impact de la concentration en oxygène sur l'élévation de la température induite par les HIFU en présence de micro-gouttes PFOB-FTAC. Une montage expérimental dédié a été développé, permettant une modulation contrôlée et une mesure précise des niveaux d'oxygène au sein d'un dispositif simulant un tissu perfusé avec un liquide enrichi en oxygène contenant des microgouttelettes. Nos résultats démontrent une dépendance significative de la réponse thermique du niveau d'oxygène tissulaire dissout, avec un point de maximum. Au-delà, les concentrations plus élevées en oxygène ont montré un effet inhibiteur sur l'élévation de température. Cette observation est illustrée dans la Figure 1 par une analyse comparative utilisant 0,02 % v/v de gouttelettes, révélant l'importance potentielle du contrôle de l'oxygénation pour optimiser l'effet d'amplification exogènes des thérapies basées sur les HIFU.

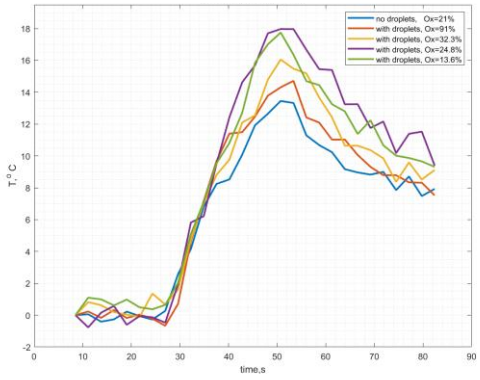


Figure 1. Élévation de la température induite par une insonification HIFU de 24s à différents niveaux d'oxygène tissulaire.

[1]. K. Hynynen, MR-Guided Focused Ultrasound Surgery, 1997, Interventional Magnetic Resonance Imaging. Medical Radiology. Springer.
[2]. R. Holman, P. Guillemin, O. Lorton, S.Desgranges, C. Pépin, R. Salomir, Assessing Enhanced Acoustic Absorption From Sonosensitive Perfluorocarbon Emulsion With Magnetic Resonance–Guided High-Intensity Focused Ultrasound and a Percolated Tissue-Mimicking Flow Phantom, 2023, *Ultrasound in Medicine & Biology,*49.
[3]. O. Lorton, P. Guillemin, R. Holman, S.Desgranges, R. Salomir et al, Enhancement of HIFU thermal therapy in perfused tissue models using micron-sized FTAC-stabilized PFOB-core endovascular sonosensitizers, 2020, *International Journal of Hyperthermia,* 37, pp.*1116—1130.*

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : anna.borich@unige.ch

Traitement sonochimique des effluents

Synthèse et caractérisation d'oxydes simples et mixtes pour la dégradation sonocatalytique de composés organiques

Valentin Parent[a1], Athénaïs Grieu[a], Sergey I. Nikitenko[a], Sabine Valange[b], Tony Chave[a]
[a] CEA, CNRS, Université de Montpellier, ENSCM, UMR 5257 Institut de Chimie Séparative de Marcoule (ICSM), 30207 Bagnols-sur-Cèze
[b] Université de Poitiers, CNRS, UMR 7285 Institut de Chimie des Milieux et Matériaux de Poitiers (IC2MP), 86073 Poitiers

Mots-clés : sonochimie ; chimie analytique et de synthèse ; dépollution

L'industrie chimique représente 5 % des émissions anthropiques mondiales de CO_2. [1] Afin de réduire cette empreinte carbone, le projet ECOCHEM vise à concevoir des procédés catalytiques plus économe en CO_2 (économie d'atomes et d'énergies) [2]. L'un des procédés d'oxydation avancés (AOP) pouvant remplir ces critères est la sonocatalyse. En effet, cet AOP permet la décontamination d'effluents aqueux fortement pollués à température ambiante et pression atmosphérique, sans ajout de réactifs ni génération de déchets supplémentaires (principes de la chimie durable). [3-4] Cela est rendu possible grâce aux effets synergiques observés entre l'activation par les bulles de cavitation (générées par les ultrasons (US)) et les catalyseurs d'oxydation. D'ailleurs, les effets mécaniques générés par les US (onde de choc, micro-jets) permettent d'assister la synthèse de catalyseurs, leur conférant des propriétés intéressantes (réduction de la taille et meilleure répartition des nanoparticules). [5]
L'objectif de l'étude est de synthétiser et de caractériser différents types de catalyseurs à base de métaux de transition non nobles, comme le cobalt et le manganèse, en utilisant différentes voies de synthèse, afin de comprendre l'influence de leur composition, de leur morphologie et de leur surface spécifique sur les futures réactions sonocatalytiques. Ainsi, des catalyseurs à base d'oxyde de cobalt (Co_3O_4) ou d'oxyde mixte de cobalt et de manganèse ($Co_{1,5}Mn_{1,5}O_4$) ont été synthétisés, sous US ou sous agitation magnétique, selon deux méthodes de précipitation : à l'oxalate d'ammonium ou au carbonate de potassium. La caractérisation de ces catalyseurs a été réalisé par différentes techniques d'analyses physico-chimiques qualitative (MET-HR, MEB, DRX) et quantitative (physisorption d'azote, MEB-EDS).
La comparaison des résultats a permis de mettre en évidence des différences morphologiques, spatiales ou granulométriques entre les nano-catalyseurs d'oxydation, selon les différentes voies de synthèses employées. Ces différences inter-catalyseurs se sont traduites par l'obtention de surfaces spécifiques variables, globalement plus élevées par traitement sous US. Il sera intéressant de réaliser la dégradation sonocatalytique de différents composés organiques avec ces différents catalyseurs, afin de mieux comprendre le mécanisme d'interaction bulle de cavitation/catalyseur/composé organique. Cela permettra d'optimiser la minéralisation ou l'oxydation sélective de différents composés organiques, dont des polluants organiques persistants (POPs), tout en réduisant les émissions de carbone générées par ces réactions.

Le financement de cette étude a été assuré par le projet ciblé ECOCHEM du PEPR Spleen

[1] Net-zero emissions chemical industry in a world of limited resources. One Earth. 16 juin 2023;6(6):682-704.
[2] PEPR Décarbonation de l'industrie - Catalyseurs et procédés efficient (ECOCHEM) | CNRS Disponible sur: https://www.cnrs.fr/fr/pepr/decarbonation-industrie-spleen.
[3] Qiu P, Park B, Choi J, Thokchom B, Pandit AB, Khim J. A review on heterogeneous sonocatalyst for treatment of organic pollutants in aqueous phase based on catalytic mechanism. Ultrason. Sonochem.2018, 45, 29-49.
[4] Parizot, L., Chave T., Galvez M-E., Dutilleul H., Da Costa P., Nikitenko,S. I. Sonocatalytic Oxidation of EDTA in aqueous solutions over noble metal-free Co_3O_4/TiO_2 catalyst, Appl. Cat. B: Environ. 2019, 241, 570-577
[5] Pflieger R., Chave T., Virot M., Nikitenko S.. La sonochimie, une chimie sans réactifs. L'Actualité Chimique, 2015, La chimie fête la lumière, 397-398, pp.135-136. ffhal-04765775f

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : parentvalentin35@gmail.com

Dégradation de la chloridazone par sonolyse à haute fréquence

Amine ZAKHIA[a,b1], Gérald ENDERLIN[a], Jérémy DHAINAUT[c], Franck MERLIER[b] & Nadia BOUSSETTA[a]

[a] Université de Technologie de Compiègne, ESCOM, TIMR (Transformations Intégrées de la Matière Renouvelable), Centre de recherche Royallieu, CS 60319, 60203 Compiègne Cedex, France.
[b] Université de Technologie de Compiègne, Génie Enzymatique et Cellulaire (GEC), UMR-CNRS 7052, CS 60319, 60203 Compiègne Cedex, France
[c] Univ. Lille, CNRS, Centrale Lille, Université Artois, UMR 8181 – UCCS – Unité de Catalyse et de Chimie du Solide, Lille, 59000, France.

Mots-clés : Micropolluants, Dégradation par ultrasons, Procédés d'oxydation avancée

En raison de leur utilisation excessive, les pesticides sont désormais reconnus comme des micropolluants émergents dans l'eau. Les risques associés découlent non seulement de leur présence dans les eaux de surface et souterraines, mais aussi des produits de transformation qu'ils génèrent dans l'environnement, encore plus abondants, persistants et difficiles à éliminer [1]. De plus, certains procédés d'assainissement de l'eau peuvent produire des sous-produits potentiellement plus toxiques [2]. Cette problématique est pertinente dans la région Hauts-de-France, où l'eau potable est contaminée par des métabolites de pesticide. En 2023, cette pollution était majoritairement due aux métabolites de l'herbicide chloridazone [3].

Pour lutter contre la pollution causée par les pesticides et leurs métabolites et minimiser les risques associés, il est crucial d'adopter des méthodes de traitement efficaces permettant d'éliminer ou de réduire considérablement leur présence dans l'eau potable. Parmi les approches prometteuses, les procédés d'oxydation avancée se sont révélés très efficaces pour la dégradation des polluants organiques. Ces techniques reposent sur la production *in situ* d'oxydants puissants, notamment des espèces radicalaires, capables de décomposer les contaminants [4,5].

Cette étude se concentre sur la dégradation de la chloridazone, en tant que molécule modèle, par sonolyse à haute fréquence, réalisée dans un réacteur de type cup-horn de 250 mL (525-565 kHz, 80 W). Différents paramètres opératoires ont été étudiés tels que la fréquence des ultrasons, et la température et le pH de la solution.

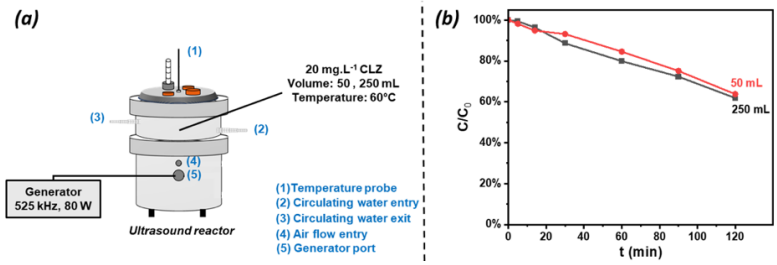


Figure 1: (a) Montage expérimental, (b) Dégradation de la chloridazone pour un volume de 50 et 250 mL de solution traitée à 60°C avec 525 kHz et 80 W

A titre de comparaison, d'autres procédés d'oxydation avancée (photocatalyse et réaction de Fenton) ont été appliqués dans des conditions similaires. Les échantillons prélevés à intervalle régulier ont été analysés par chromatographie liquide haute performance équipée d'un détecteur UV (HPLC-UV) pour déterminer la cinétique de dégradation de la chloridazone, ainsi que par chromatographie liquide ultra haute performance couplée à la spectrométrie de masse à haute résolution (UHPLC-HRMS) afin d'identifier les produits de dégradation générés. La toxicité de ces composés a ensuite été estimée à l'aide du logiciel « Toxicity Estimation Software Tool (T.E.S.T) ». Des analyses photo-colorimétriques ont également permis d'estimer la quantité d'ozone dissous et de peroxyde d'hydrogène produits au cours de la sonolyse.

[1] S. Mitra, R. K. Saran, S. Srivastava, and C. Rensing, 2024, Pesticides in the environment: Degradation routes, pesticide transformation products and ecotoxicological considerations, Science of The Total Environment 935, 173026.
[2] C. K. Schmidt and H.-J. Brauch, 2008, N,N -Dimethylsulfamide as Precursor for N -Nitrosodimethylamine (NDMA) Formation upon Ozonation and its Fate During Drinking Water Treatment, Environ. Sci. Technol. 42, 6340.
[3] Résultats du contrôle sanitaire de l'eau distribuée commune par commune - data.gouv.fr, https://www.data.gouv.fr/fr/datasets/resultats-du-controle-sanitaire-de-leau-distribuee-commune-par-commune/.
[4] D. B. Miklos, C. Remy, M. Jekel, K. G. Linden, J. E. Drewes, and U. Hübner, 2018, Evaluation of advanced oxidation processes for water and wastewater treatment – A critical review, Water Research 139, 118.
[5] M. Pirsaheb and N. Moradi, 2020, Sonochemical degradation of pesticides in aqueous solution: investigation on the influence of operating parameters and degradation pathway – a systematic review, RSC Adv. 10, 7396.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : amine.zakhia@utc.fr

Élimination efficace des ion ammonium des solutions aqueuses assistée par ultrasons avec la zéolite LTA

William's Nzodom Djozing[a1], Sabine Valange[b], Sergey I. Nikitenko[a], Tony Chave[a]*

[a] ISCM,UMR-5257CEA,CNRS,ENSCM, Bagnols sur Cèze, France
[b] IC2MP, UMR CNRS 7285, Université de Poitiers, ENSI Poitiers, Poitiers, France

Mots-clés : Ammonium, Zéolithe LTA, Ultrason

Le développement de l'agriculture intensive et de l'élevage pour nourrir la population s'est accompagné de l'utilisation intensive d'engrais pour augmenter les rendements. Les engrais les plus utilisés sont ceux riches en ammoniac. Lorsqu'il est utilisé en excès, l'ammoniac transporté par les eaux de ruissellement en période de pluie contamine les eaux souterraines, les rivières et même la mer, causant des problèmes écologiques et sanitaires majeurs. Des méthodes chimiques et biologiques ont été mises au point pour éliminer l'ammoniac de l'eau polluée et le transformer en composés moins toxiques. Nous proposons donc une nouvelle méthode de traitement combinant l'utilisation de zéolithe LTA et l'irradiation par ultrasons pour l'élimination efficace de l'ammoniac des solutions aqueuses.
Grâce au couplage simultané des ultrasons avec des conditions hydrothermales rendu possible grâce à un réacteur sono-hydrothermal (SHT) spécialement conçu à l'ICSM[1] la zéolithe LTA a pu être synthétisée dans des conditions plus douces et à un coût inférieur par rapport au chauffage hydrothermal conventionnel. Le temps nécessaire pour obtenir une zéolithe LTA entièrement cristalline dans des conditions SHT à 20 kHz n'était que de 25 minutes, ce qui souligne une vitesse de cristallisation nettement améliorée par rapport aux conditions silencieuses (4 heures à 100 °C).
En comparant trois méthodes d'adsorption des ions ammonium à savoir le reflux (80 °C), l'agitation mécanique (à température ambiante) et l'irradiation ultrasonore (70 °C, 33 W) nous avons constaté que la capacité d'adsorption des ions ammonium dépend de la méthode utilisée. Sous irradiation ultrasonore, l'adsorption des ions ammonium était plus élevée que sous reflux, lui-même plus efficace que l'agitation mécanique. Cet effet observé est attribué au phénomène de cavitation acoustique. Ce processus implique la formation, la croissance et l'implosion de bulles générées lorsqu'un liquide est soumis à des ondes de pression. L'effondrement des bulles de cavitation crée des conditions locales de pression et de température intenses, entraînant des effets physiques tels que la fragmentation des agrégats, la formation de microjets et l'accélération du transfert de masse, ainsi que des effets chimiques.

[1]. Cau, C. *et al.* Sonohydrothermal Synthesis of Nanostructured (Ce,Zr)O_2 Mixed Oxides with Enhanced Catalytic Performance. *J. Phys. Chem. C* **117**, 22827–22833 (2013).

1 Auteur à qui la correspondance devra être adressée : David-William's.NZODOMDJOZING@cea.fr

Remédiation d'un sol sablo-limoneux contaminé en cuivre par lavage assisté aux ultrasons

Rita SALAMEH[a,b1], Antoine LEYBROS[a], Rachel PFLIEGER[b]

[a] CEA/DES/ISEC/DMRC, Univ Montpellier, Marcoule, France
[b] Institut de chimie Séparative de Marcoule (ICSM), Univ Montpellier, CEA, CNRS, ENSCM, Bagnols-sur Cèze 30207, France

Mots-clés : sol, ultrasons, métaux lourds.

Avec le développement de l'activité anthropique et industrielle, le nombre de sols pollués par les métaux lourds a augmenté de manière significative et s'est transformé en un vrai problème environnemental. En 2018, les métaux lourds représentent 35 % des polluants identifiés dans les sols/nappes phréatiques en Europe [1]. Pour répondre à cet enjeu, de nombreuses méthodes de remédiation physiques, chimiques et biologiques existent et peuvent être utilisées, soit in-situ, soit ex-situ après excavation. Toutefois, elles restent perfectibles, en termes de durée de traitement, des coûts élevés et de production de déchets secondaires. Une nouvelle méthode de remédiation reposant sur le couplage entre lavage et mise en œuvre d'ultrasons permet d'opérer dans des conditions plus douces que les procédés thermiques et de lixiviation classiques, tout en garantissant des rendements d'extraction élevés [2-3]. L'objectif de l'étude est d'évaluer l'apport de l'utilisation des ultrasons à différentes fréquences (45 kHz et 358 kHz) en termes cinétiques (potentiel gain en termes de durée de traitement) et thermodynamiques (potentiel gain en termes d'extraction des métaux lourds considérés). Trois agents de lixiviation ont été testés : l'acide chlorhydrique (0,1 M) ainsi que deux alternatives biosourcées, à savoir l'acide citrique (0,2 M) et l'acide humique (4,5 g/L). Après caractérisations du sol en termes de structure, porosité et composition, un fractionnement granulométrique a été effectué selon le protocole inspiré de la norme Afnor NF X31-107 afin d'identifier dans quelles fractions (argile, sable et limon), le Cu est préférentiellement fixé. L'influence du traitement lavage /US a ensuite été étudiée sur le sol ainsi que sur ses différentes fractions. Plusieurs matrices ont été utilisées : le sol entier ainsi que 2 de ses fractions (le limon fin et le sable fin) et une comparaison avec un sol modèle (la vermiculite) a été réalisée.

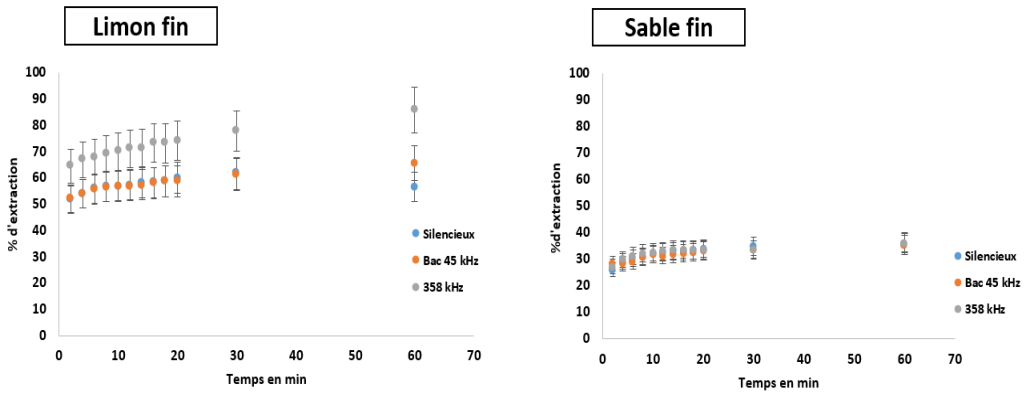


Figure 1. Pourcentage d'extraction du Cu dans 2 fractions (limon et sable fins) du sol en lavant avec une solution d'acide citrique 0,2M (pH final=2,5 et rapport solide/liquide= 1/20).

Les résultats montrent que l'application d'ultrasons à 358 kHz est à privilégier, quelle que soit la fraction du sol considérée, afin de garantir un rendement de désorption du Cu plus élevé (par exemple, 90% après 1h de traitement pour le limon fin au lieu de 50% en mode silencieux). Le pourcentage d'extraction dans le sable fin ne dépasse pas 35% pour les trois conditions expérimentales (Figure 1). Le logiciel PhreeqC a été utilisé pour prédire la spéciation du Cu selon le pH et l'agent lixiviant considéré.

[1]. P. Panagos, M. Van Liedekerke, Y. Yigini et L. Montanarella, J. Environ. Public Health, vol. 2013, p. 1-11.
[2]. S. Kim, W. Lee, et Y. Son, Jpn. J. Appl. Phys., 2016, vol. 55, no 7S1, p. 07KE04.
[3]. A. Leybros, S.Herr, R. Salameh et R. Pflieger, Molecules, 2025, 30(5), 1110.

1 Auteur à qui la correspondance devra être adressée : rita.salameh@cea.fr

Ultrasons, réactivité et matériaux

Fabrication et transformation de matériaux bio-sourcés par soudage ultrasons

Quentin Charlier[a1], Mathilde David[a], Léa Caban[a,b], Jérémie Viguié[a,c], Marie Caron[c], Didier Imbault[b], Barthélémy Harthong[b], Robert Peyroux[b], Julien Bras[a]

[a] Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LGP2, F-38000 Grenoble, France
[b] Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, 3SR, F-38000 Grenoble, France
[c] Centre Technique du Papier (CTP), F-38044 Grenoble, France

Mots-clés : matériaux biosourcés, soudage ultrasons, moulage par compression ultrasonore.

Le soudage par ultrasons (US) est un procédé permettant d'assembler des matériaux par l'application combinée d'une vibration haute-fréquence et d'une contrainte. Il est déjà utilisé à l'échelle industrielle pour assembler métaux et polymères ou composites thermoplastiques. Ces dernières années, des travaux de recherche menés par des acteurs de la région grenobloise ont commencé à s'intéresser à l'utilisation de cette technologie pour l'assemblage des papiers et cartons, avec pour objectif de supprimer l'usage des adhésifs pétro-sourcés des zones collées [1-4]. Les résultats obtenus au travers des différents projets de recherche autour de la thématique, principalement financés par l'ANR et l'institut Carnot PolyNat, ont abouti à des résultats très intéressants, soulevant une nouvelle question : est-il envisageable d'utiliser cette technologie pour fabriquer des matériaux à partir de biomasse lignocellulosique ?

Cette présentation consiste donc en une restitution des principaux travaux de recherche des laboratoires LGP2 et 3SR autour de la fabrication et la transformation de matériaux lignocellulosiques par soudage US et moulage par compression ultrasonore (UCM). L'UCM est un procédé dérivé du soudage par ultrasons et inspiré du frittage de poudre qui consiste à former un matériau par soudage de particules sous contrainte. Dans un premier temps, la présentation couvrira l'assemblage par soudage US des papiers et cartons, discutant des paramètres les plus influents et leurs effets sur les performances mécaniques des joints soudés. Puis quelques cas d'étude concrets seront présentés : assemblage de papiers modèles 100% lignocellulosiques et de papiers hydrophobes, assemblage et renforcement de cartons plats. Dans un second temps, un état des lieux concernant la fabrication de matériaux biosourcés par UCM sera effectué, montrant l'état d'avancement actuel des travaux, les limitations aux causes identifiées et non identifiés associées à la technologie et les perspectives de recherche à poursuivre.



Figure 1. Papiers soudés par ultrasons (gauche), densification du réseau fibreux dans la zone de soudure observée par tomographie à rayons X (centre), et échantillons de chènevottes obtenus par UCM (droite).

[1]. Regazzi A., Viguié J., Harthong, B., *et al*., 2019, *Journal of Materials Science*, 54, 12938–12950.
[2]. Charlier Q., Viguié J., Harthong, B., *et al*., 2021, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 52(8), 891-906.
[3]. Charlier Q., Viguié J., Harthong, B., *et al*., 2022, *Cellulose*, 29(18), 9939-9951.
[4]. Monot C., Viguié J., Charlier Q. *et al*., 2021, *Bioresources*, 16(3), 5766-5779.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : quentin.charlier@grenoble-inp.fr

Synthèse et optimisation ultrasonique de MXènes de type Ti3C2Tx pour le stockage d'énergie

Mamadou Barry [a,b] , **Dharmendra Pratap SINGH** [a], **Michael Depriester** [a], **François Delattre** [b, 1]

[a] UDSMM (EA 4476), MREI-1, Université du Littoral Côte d'Opale, Dunkerque, 59140, France
[b] UCEIV (EA4492), Université du Littoral Côte d'Opale, Dunkerque, 59140, France

Mots-clés : MXènes ; ultrasons ; stockage d'énergie.

Les MXènes représentent une famille de carbures et de nitrures bidimensionnels de métaux de transition possédant des propriétés physico-chimiques remarquables pour le stockage et la conversion d'énergie. Cependant, les méthodes classiques de synthèse génèrent des sous-produits tels que AlF_3 et Al_2O_3, susceptibles de s'adsorber sur les feuillets de MXènes et de diminuer leurs propriétés électriques, thermiques et électrochimiques [1,2]. Ainsi, la délamination assistée par ultrasons via intercalation organique constitue une approche prometteuse permettant une exfoliation efficace tout en limitant la contamination par les sous-produits [3]. Toutefois, les conditions optimales de cette délamination, notamment la densité puissance et la durée de sonication ainsi que la concentration de l'intercalant organique sont très peu étudiées. Dans ce travail, nous avons mené une étude systématique afin d'optimiser la délamination. Nos expériences montrent qu'une densité de puissance de 166 W/L pendant une heure et une concentration de TBAOH de 0,64 mol/L permettent une délamination optimale des MXenes. Les MXènes délaminés sous ultrason possèdent de meilleures propriétés électriques et électrochimiques grâce notamment à l'élimination de l'Al_2O_3, un isolant qui réduit la surface active des MXènes. De plus, l'élimination de AlF_3 sous l'effet des ultrasons augmente la stabilité thermique des MXènes, car la présence de AlF_3 affecte leur stabilité thermique en modifiant leur structure et en favorisant certaines réactions de dégradation lors de traitements thermiques.

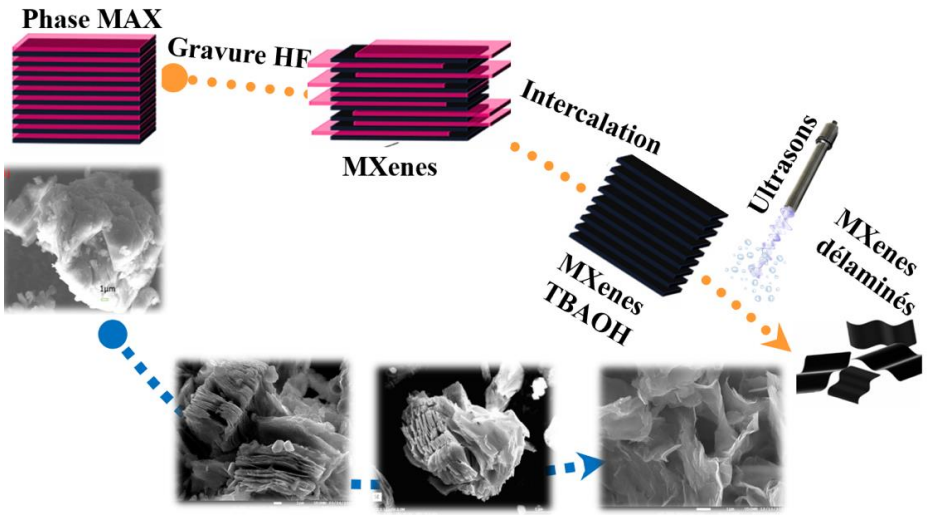


Figure 1 : Représentation schématique des étapes de préparation des MXènes

[1] W. Zhang et al., Ultrasonics Sonochemistry 89 (2022) 106122.
[2] B. Scheibe et al., Materials 2019, 12, 353.
[3] A. G. Juandito et al., J Nanopart Res (2024) 26:110.

1 Auteur à qui la correspondance devra être adressée : delattre@univ-littoral.fr

Synthèse d'oxydes de Cuivre par Sonoélectrochimie Pulsée Déphasée et Sol-gel

Stéphane Kouassi[a], Julien Proust[b], Régis Déturche[b], Hicham Benhayoune[a], Valérie Mancier[a]

[a] Université de Reims Champagne Ardenne, Institut de Thermique, Mécanique et Matériaux (ITheMM, EA 7548), UFR SEN - Campus Moulin de la Housse - Bâtiment 6 - Chemin des Rouliers 51687 Reims Cedex 2
[b] Université Technologique de Troyes, laboratoire Lumière, Nanomatériaux et Nanotechnologies (L2n, UMR 7076), 12, rue Marie CURIE - CS42060 - 10004 Troyes Cedex

Mots-clés : Sonoélectrochimie ; nanoparticules ; oxydes de cuivre

Les nanomatériaux de taille inférieure à 100 nm, sont utilisés pour leurs propriétés particulières comparées à celles des matériaux massiques [1]. Leur taille améliore les propriétés optiques, électroniques et catalytiques, comme c'est le cas pour les oxydes de cuivre [2]. Ainsi, cette étude porte sur la synthèse de nanopoudres de Cu_2O et de CuO par sonoélectrochimie pulsée déphasée (SPD) et par voie sol-gel. L'objectif principal est d'obtenir ces oxydes à l'échelle nanométrique en contrôlant leur taille et leur morphologie. La synthèse par SPD a été réalisée à l'aide d'un potentiostat à trois électrodes, comprenant une électrode de travail en titane (sonotrode), une électrode de référence au sulfate de mercure saturée et une contre électrode en cuivre. L'analyse par diffraction de rayons X confirme des résultats précédemment obtenus [3] à savoir que la cuprite Cu_2O (la nanopoudre de CuO n'a pas encore été synthétisée par cette technique) possède une structure cristalline cubique, tandis que les résultats obtenus à la microscopie à transmission mettent en évidence une poudre polydispersée et une morphologie alternante entre les formes cubiques et hexagonales. Par ailleurs, la méthode sol-gel a permis d'obtenir séparément les nanopoudres de Cu_2O et de CuO, présentant respectivement des diffractogrammes révélateurs d'une structure cubique et monoclinique. Les observations au microscope électronique à balayage (figure 1) révèlent des différences significatives de morphologie : si les nanoparticules des deux types d'oxydes sont du même ordre de grandeur (diamètre moyen d'une trentaine de nm), celles de Cu_2O se présentent essentiellement sous forme cubique (figure 1a) tandis que celles de CuO (figure 1b) sont plutôt sphériques. Cependant les premiers résultats obtenus par spectrométrie de masse pour les deux oxydes montreraient une distribution de taille plus large comprise entre 40 nm et 60 nm, probablement due à l'agglomération des particules.

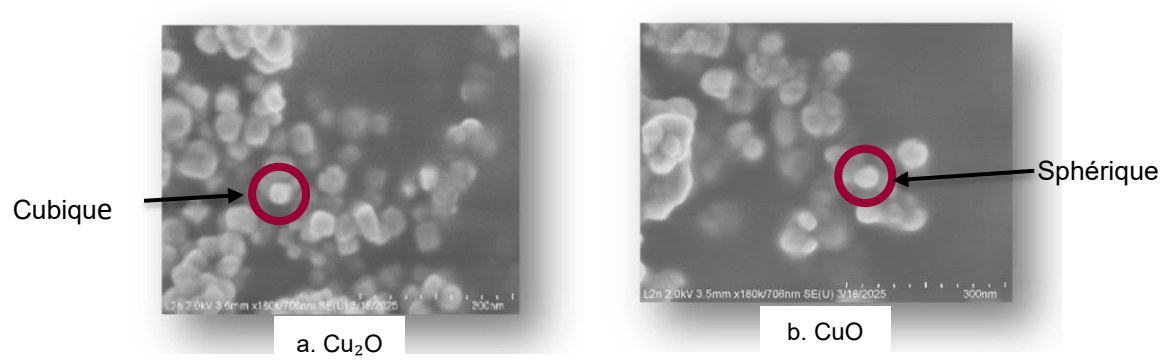


Figure 1.

[1] Dörner L., Cancellieri C., Rheingans B., Walter M., Kägi R., Schmutz P., Kovalenko M. V., Jeurgens L. P. H., 2019, *Scientific Reports*, 9(1), 11758.
[2] Botsa S. M., Dharmasoth R., Basavaiah K., 2019, *Current Nanoscience* 15(2), 209-213.
[3] Fattoum S., Chopart J-P., Charpentier E., Mejia J., Gangloff S.C., Mancier V., 2022, *Materials Chemistry and Physics* 290, 126614.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : stephane.kouassi@univ-reims.fr

Structuration orthotrope et propriétés rhéologiques des composites NCC/PEGDA pour l'ingénierie tissulaire biomimétique du cartilage

F. Bosson,[a1] M. Karrouch,[a] D. Blésès,[a] W. Chèvremont,[b] T. Gibaud,[c] L. Michot,[d] B. Jean,[e] V. Delplace,[f] Nicolas Hengl,[a] and Frédéric Pignon[a]

[a]Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP (Institute of Engineering Univ. Grenoble Alpes), LRP, F-38000 Grenoble, France
[b]ESRF, The European Synchrotron, F-38043 Grenoble, France
[c]Univ Lyon, ENS de Lyon, Univ Claude Bernard, CNRS, Laboratoire de Physique, F-69342 Lyon, France
[d]Sorbonne Université, CNRS, Physicochimie des Electrolytes et Nanosystèmes Interfaciaux, PHENIX, F-75005 Paris, France
[e]Univ. Grenoble Alpes, CNRS, CERMAV, F-38000, Grenoble, France
[f]Nantes Université, Oniris, CHU Nantes, INSERM, Regenerative Medicine and Skeleton, RMeS, UMR 1229, F-44000 Nantes, France

Mots-clés : nanocristaux de cellulose ; ultrafiltration assistée par ultrasons ; organisation orthotrope

Cette étude porte sur les propriétés mécaniques et le comportement structurel des composites à base de nanocristaux de cellulose (NCC) et de poly(éthylène glycol) diacrylate (PEGDA) pour l'ingénierie tissulaire du cartilage. Inspiré par l'organisation orthotrope du cartilage articulaire, un procédé combinant l'ultrafiltration frontale (UF) et les ultrasons (US) (20 kHz) en une seule étape a été développé pour reproduire cette structure. Ce dispositif utilise une lame vibrante pour générer une force acoustique verticale combinée à une pression transmembranaire, ce qui a permis l'obtention d'orientations distinctes des NCC. Près de la membrane, les NCC s'alignent horizontalement en raison des forces de pression, tandis que les forces ultrasonores dominent plus loin, orientant les NCC verticalement. A l'interface entre ces zones, un équilibre entre ces forces donne lieu à une organisation isotrope des NCC. L'orientation des NCC a été caractérisée à plusieurs échelles en utilisant la diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS), le dichroïsme et la diffusion de lumière aux petits angles (SALS).

Par la suite, la structure a été figée par photopolymérisation UV pour préserver cette structure anisotrope, ce qui a été confirmée par la caractérisation par SAXS. Les essais mécaniques de compression ont démontré un comportement élastique, avec un module d'Young de 0,76 MPa, similaire à celui du cartilage articulaire pour une déformation de 30%. Ces résultats soulignent le potentiel du composite NCC/PEGDA en tant que matériau biomimétique pour l'ingénierie des tissus cartilagineux, offrant des propriétés mécaniques et une structure hiérarchique proches des tissus biologiques. Par ailleurs, différentes améliorations sont encore possibles, comme l'intégration de constituants spécifiques au cartilage, tels que le collagène, afin de mieux imiter la matrice extracellulaire du cartilage. Cette étude souligne l'intérêt des composites à base de NCC pour reproduire des architectures biologiques complexes.

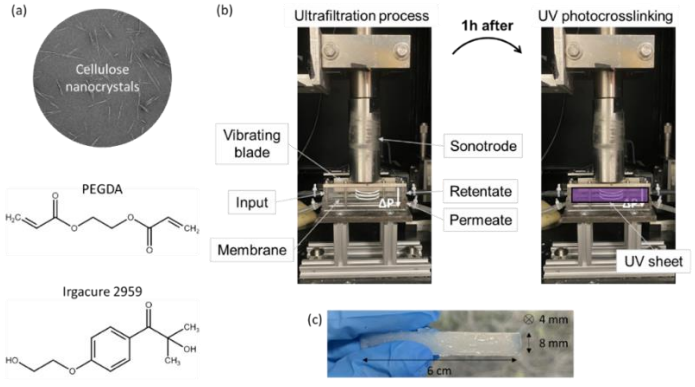


Figure 2. Préparation des nanocomposites NCC/PEGDA. (a) Composés utilizes dans la formulation du nanocomposite : NCC, PEGDA et le photoinitiateur Irgacure 2959. (b) Procédé UF-US. La suspension NCC/PEGDA est pompée dans le canal. Après 1h de filtration sous une pression transmembranaire ΔP de $1.2 * 10^5\ Pa$ *et une puissance acoustique* P_a *of* $1.2\ W.cm^{-2}$*, la lame UV est positionnée sur un coté de la cellule UF-US. Cette étape permet de fixer la structure par réticulation UV. (c) Echantillon composite final à l'état humide.*

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

Notions de piézoélectricité et leurs applications en sonochimie

L. Hallez[a], V. Avramovic[a], C. Inserra[b] J-Y Hihn[a]

[a] Université Marie et Louis Pasteur, CNRS, Institut UTINAM UMR 6213, F-25000, Besançon, France
[b] Univ Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, Centre Léon Bérard, INSERM, UMR 1032, LabTAU, F-69003 Lyon, France

Mots-clés : matériaux piézoélectriques ; adaptation d'impédance ; bruit de cavitation

Les matériaux piézoélectriques sont omniprésents dans les laboratoires de sonochimie. Les transducteurs ultrasonores utilisent l'effet piézoélectrique inverse pour convertir l'énergie électrique en énergie mécanique de vibration et les hydrophones utilisent l'effet direct pour convertir les sons en tensions électriques, à l'image des microphones.
Les matériels de génération d'ultrasons sont souvent vendus clé en main, c'est-à-dire qu'ils contiennent tous les composants permettant la génération d'ultrasons à partir d'une prise secteur :
Générateur de signal → amplificateur → adaptateur d'impédance → transducteur → sonotrode
Mais il arrive que certaines équipes de recherche, comme l'équipe Sonochimie et Réactivité des Surfaces de l'institut UTINAM, fabriquent leurs propres émetteurs (transducteurs hautes fréquences) et hydrophones. Des questions d'adaptation d'impédance électrique dans les lignes de transmission et de conversion électromécanique des matériaux piézoélectriques se posent alors.
Dans cette communication, nous rappellerons des notions sur le comportement des matériaux piézoélectriques, qui permettront d'illustrer les deux sujets d'étude qui seront présentés.
Le premier sujet s'intéressera à la mesure de l'impédance des transducteurs ultrasonores (figure 1), puis à la présentation d'un adaptateur d'impédance réglable qui a été spécifiquement conçu pour les matériels de sonochimie.

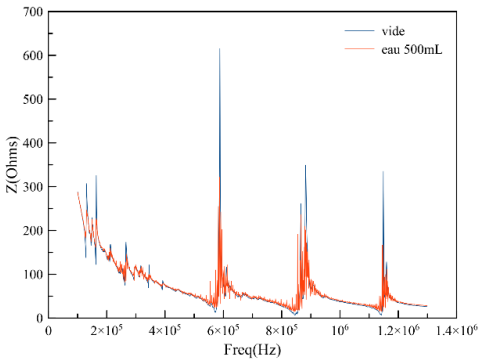


Figure 1. Spectre d'impédance d'un transducteur Meinhardt® multifréquence

Le second sujet présentera des résultats de mesures de spectres acoustiques pour l'étude des bruits de cavitation par hydrophones (figure 2). Les seuils de cavitation seront déterminés dans des milieux visqueux : de 1 à 54 mPa.s.

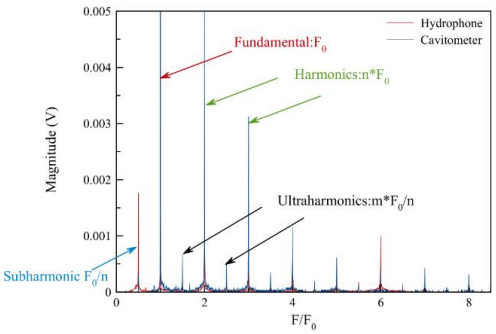


Figure 2. Mesure du bruit de cavitation[1]

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : loic.hallez@univ-fcomte.fr

Utilisation des ultrasons pour la synthèse et l'incorporation de graphène dans les revêtements électrolytiques d'argent

Alix CLERGET[a,b1], Rachel PFLIEGER[a], Jean-Yves HIHN[b], Loïc HALLEZ[b]

[a] Institut de chimie Séparative de Marcoule (ICSM), Université de Montpellier, CEA, CNRS, ENSCM, Bagnols-sur Cèze 30207, France
[b] Institut UTINAM, Université de Franche-Comté, Besançon 25000, France

Mots-clés : argenture ; graphène ; ultrasons.

L'argent est largement utilisé, par électrolyse, dans le secteur de la connectique en raison de sa conductivité électrique élevée, de sa faible oxydabilité (bien qu'il soit sensible au soufre) et de son coût inférieur à celui de l'or. Cependant, certaines de ses propriétés, telles que la résistance à l'usure due au frottement, doivent être améliorées, notamment pour les applications de connecteurs à contact glissant-tournant. Afin de remédier à cette contrainte, l'introduction de particules de graphite dans le revêtement d'argent a été envisagée. Le graphite est un matériau peu coûteux, non toxique, permettant d'apporter une lubrification à sec lors de son utilisation. Toutefois, le graphite est salissant et perturbe les processus de traitement. Pour résoudre ce problème, l'objectif est de remplacer le graphite par du graphène, ce qui permettrait d'effectuer des ajouts de particules plus réduits tout en conservant les mêmes propriétés sans engendrer de pollution.
Le graphène étant relativement coûteux, un second objectif est de développer une méthode de production par exfoliation assistée par ultrasons dans une solution de tensioactif, afin d'obtenir une dispersion stable et adaptée à l'exfoliation et à l'électrodéposition. Des études ont montré que l'utilisation d'ultrasons à basse fréquence (20 kHz) sur des solutions aqueuses contenant du graphite permet la production de particules de graphène grâce à l'action mécanique des ultrasons.
Des expérimentations ont été effectuées afin de connaître les conditions optimales pour obtenir du graphène de qualité et en quantité. Le graphène sera ensuite analysé par spectroscopie Raman afin d'obtenir des informations sur la pureté du produit, par DLS pour connaître la taille et la dispersion du graphène en solution et spectroscopie UV-Visible afin de connaître la concentration de graphène en solution.
Après l'obtention d'une solution de graphène, celle-ci est ajoutée dans une solution d'électrolyse d'argent non cyanurée. Le revêtement formé sera ensuite caractérisé de plusieurs manières différentes : par tribomètre afin de connaître le coefficient de frottement de l'argent/graphène et sa résistance à l'usure, par SDL afin de vérifier si le graphène est présent dans l'épaisseur du revêtement et par MEB-EDS afin de connaître le taux massique du graphène dans le revêtement.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : alix.clerget@edu.univ-fcomte.fr

Effets de couplage de la rugosité et des ultrasons pour améliorer l'électrolyse de l'eau alcaline

Jérémy GRAVELLE[a], Vanessa AVRAMOVIC[b], Loïc HALLEZ[b], Jean-Yves HIHN[a,b], Bruno G. POLLET[a]

[a] Green Hydrogen Lab (GH2Lab), Hydrogen Research Institute (HRI), Université du Québec à Trois-Rivières (UQTR), 3351 Boulevard des Forges, Trois-Rivières, Québec G9A 5H7, Canada
[b] Université Marie et Louis Pasteur, CNRS, Institut UTINAM UMR 6213, 25000 Besançon, France

Mots-clés : Sonoélectrocatalyse, Nickel, Porosité.

En 2023, la production mondiale d'hydrogène a atteint 97 Mt, mais l'hydrogène à faibles émissions ne représentait pas plus de 1 %, ce qui a entraîné 920 Mt d'émissions de CO_2. L'hydrogène vert est produit en couplant un électrolyseur avec un système de production d'énergie renouvelable, dont les électrolyseurs alcalins (AWE) y constituent 60% de la capacité mondiale de production [1]. Pour rendre ce type de production d'hydrogène compétitif par rapport aux méthodes à base d'hydrocarbures, il est nécessaire de développer des électrodes financièrement abordables. L'avantage des AWEs est la possibilité d'utiliser des électrodes à base de nickel, matériau relativement moins cher que ceux du groupe du platine. De plus, ces électrolyseurs fonctionnent à basse température, ce qui entraîne des pertes d'énergie dues à la formation de bulles de gaz à la surface de l'électrode, réduisant ainsi l'activité électrocatalytique et la conductivité de l'électrolyte [2]. Une éjection efficace des bulles devient alors essentielle pour améliorer l'efficacité des AWEs, et deux stratégies émergent selon la source d'énergie.

Un travail précédent a exploré la combinaison de deux méthodes—l'utilisation d'une électrode poreuse (passive) et des ultrasons de puissance (active)—pour améliorer l'élimination des bulles de gaz à l'électrode d'hydrogène. Les électrodes ont été fabriquées en deux étapes : tout d'abord, une couche de nickel planaire est électrodéposée, suivie de la création d'une couche poreuse de nickel à l'aide de la méthode *Dynamic Hydrogen Bubble Template* (DHBT). L'électrode poreuse présente deux principaux avantages : (i) une surface électrochimiquement active (ECSA) plus grande et (ii) une meilleure superaérophobie. L'ultrasonore puissance (20 et 580 kHz, 0-67 W) aide significativement à l'élimination des bulles de gaz, au dégazage de l'électrolyte et à l'amélioration du transport de masse des espèces électroactives, tout en favorisant l'activation et le nettoyage de la surface de l'électrode. Dans nos conditions expérimentales, nous avons observé que le surpotentiel cathodique (η) à -10 $mA.cm^{-2}$ (j) diminue significativement entre l'électrode planaire et porouse, et que l'ajout d'ultrasons accentue cette amélioration. Pour ce qui est de la pente de Tafel (b), cette dernière augmente, indiquant une modification du mécanisme, probablement due à la formation de radicaux par sonolyse de l'eau. Une érosion a été notée lors de l'ultrasonication lorsque l'électrode était placée dans les nœuds de pression, où le transfert de masse et les performances sont optimaux [3].

Dans cette étude, nous étendons l'effet de couplage de la création de rugosité par différents processus, conduisant à des plages de magnitudes variées, et combiné à une irradiation ultrasonore à des fréquences basses (20 kHz) et élevées (580 kHz). Une attention particulière a été portée à la caractérisation de la surface, afin d'établir une relation entre les ultrasons et les paramètres de rugosité.

[1] Global Hydrogen Review 2024, International Energy Agency, 2024.
[2] K. Zouhri, S. Lee, Evaluation and optimization of the alkaline water electrolysis ohmic polarization: Exergy study, Int. J. Hydrog. Energy 41 (2016) 7253–7263. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.03.119.
[3] J. Gravelle, V. Avramovic, L. Hallez, J.Y. Hihn, B.G. Pollet, Synergetic Effects of a Perpendicularly Ultrasonic field on Porous Electrodes for Hydrogen Production in Alkaline Conditions, (To be submitted).

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : Jeremy.Gravelle@uqtr.ca

POSTERS

Optimisation de l'extraction assistée par ultrasons des composés phénoliques à fort potentiel bioactif à partir des grignons d'olives.

M. Kabbaj[a,b,c], Aikaterini Filiogloui[b], W. Zenasni[a], I. Ouled Bouallala[a],.A. Ajal[d], S. Ennahli[a], A. Carrasco-Pancorbo[d], A. Moubarik[c], N. Grimi[b1], E A. Bajoub[a,e]

(a) Laboratoire de Chimie et Technologie de Transformation des Aliments et Sous-Produits Agroalimentaires, École Nationale d'Agriculture, km 10, Route de Haj Kaddour, B.P. S/40, Meknès, Maroc.
(b) Sorbonne Universités, Université de Technologie de Compiègne. Laboratoire Transformations intégrées de la Matière Renouvelable EA 4297 TIMR. Centre de Rechercche de Royallieu. CS 60319 60203 Compiègne Cedex, France
(c) Laboratoire des Procédés Chimiques et Matériaux Appliqués, Faculté Polydisciplinaire, Université Sultan Moulay Slimane, B.P. 592, Béni Mellal, Maroc.
(d) Unité de Pharmacognosie, Faculté de Médecine et de Pharmacie de Rabat, B.P. 6203, Maroc.
(e) Département de Chimie Analytique, Faculté des Sciences, Université de Grenade, Av. Fuentenueva s/n, 18071, Grenade, Espagne.

Mots-clés : grignons d'olives ; composés phénoliques ; extraction assistée par ultrasons.

La production d'huile d'olive vierge, moteur économique majeur pour les pays méditerranéens, génère de grandes quantités de sous-produits dont la valorisation durable représente un défi environnemental et économique. Cette étude se concentre sur l'optimisation de l'extraction assistée par ultrasons des composés phénoliques bioactifs à partir des grignons d'olives. Une caractérisation préliminaire a été réalisée sur les grignons issus de moulins utilisant un système d'extraction diphasique, au Maroc pour la variété " Picholine Marocaine" (prédominante au Maroc) et en Espagne pour les variétés "Picual" et "Arbequina". L'analyse des propriétés physico-chimiques et de la teneur en composés phénoliques a permis de mieux comprendre les spécificités de ces sous-produits. L'optimisation de la méthode d'extraction assistée par ultrasons a été effectuée en ajustant des paramètres tels que la composition du solvant (éthanol-eau), l'amplitude ultrasonique, le temps de sonication et le ratio échantillon/solvant. Les conditions optimales ont ensuite été appliquées aux grignons des trois variétés, permettant de comparer les rendements et l'activité antioxydante des extraits. Les résultats ont montré que l'extraction assistée par ultrasons permettait de réduire le temps d'extraction par rapport à la macération conventionnelle, tout en améliorant l'efficacité et la richesse en composés phénoliques, notamment hydroxytyrosol, tyrosol et oléuropéine. Enfin, la comparaison des extraits des trois variétés a révélé des différences significatives dans la teneur en composés bioactifs, soulignant l'impact de la variété sur la qualité des extraits. Ces résultats confirment le potentiel de l'extraction assistée par ultrasons comme méthode durable et performante pour la valorisation des grignons d'olive à haute valeur ajoutée.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : nabil.grimi@utc.fr

Valorisation des hémicelluloses issues de sciure de sapin : extraction hydrothermale et alcaline à différentes sévérités, assistée par ultrasons

Nicole Najjoum[a, b1], Patrice Castignolles[b], Mohammed Benali[a], Nabil Grimi[a]

[a] Sorbonne Universités-Université de Technologie de Compiègne, Unité Transformations Intégrées de la Matière Renouvelable – EA 4297, Centre de Recherches de Royallieu, BP 20529 - 60205 Compiègne cedex, France
[b] Sorbonne Université - Institut Parisien de Chimie Moléculaire, UMR 8232, Chimie des polymères, Campus Pierre et Marie Curie, 75252 Paris, France

Mots-clés : Ultrasons ; Hémicelluloses ; Sciure de sapin.

Dans le contexte du développement durable et de la transition vers une économie biosourcée, la valorisation des composants de la biomasse lignocellulosique suscite un intérêt croissant. Parmi ces composants, les hémicelluloses représentent une classe polyvalente d'hétéropolysaccharides [1], aux applications prometteuses dans les domaines de l'alimentation [2], de l'emballage [3], et de la pharmacie [4], grâce à leur biodégradabilité, leur caractère renouvelable et leurs propriétés fonctionnelles. Toutefois, leur structure complexe, leur composition hétérogène et leur forte association avec la lignine et la cellulose au sein de la paroi cellulaire végétale rendent leur extraction et leur purification particulièrement difficiles [5]. La sciure de sapin, sous-produit abondant des industries forestières et de transformation du bois, constitue une source précieuse mais encore peu exploitée d'hémicelluloses. Sa valorisation permettrait non seulement d'ajouter de la valeur à ces résidus industriels, mais aussi de contribuer à la réduction des déchets. Pour récupérer les hémicelluloses à partir de matrices aussi complexes, il est essentiel de concevoir des stratégies d'extraction adaptées, permettant d'optimiser à la fois le rendement, la pureté et la préservation de l'intégrité structurale des polymères. Dans cette étude, des extractions hydrothermales et alcalines à différentes sévérités ont été mises en œuvre pour isoler les hémicelluloses à partir de sciure de sapin. Afin d'améliorer l'efficacité de l'extraction et de surmonter la récalcitrance des matériaux lignocellulosiques, un prétraitement par ultrasons a été appliqué en amont. Les ultrasons génèrent un phénomène de cavitation acoustique conduisant à une perturbation des parois cellulaires, à une meilleure pénétration du solvant et à un transfert de masse accru [6]. Cette technologie verte suscite un intérêt croissant en raison de son potentiel à intensifier les processus d'extraction sans recourir à des produits chimiques agressifs. Après l'extraction, la composition chimique, la structure et les propriétés physicochimiques des hémicelluloses ont été caractérisées à l'aide d'une approche multi-techniques. Deux techniques analytiques innovantes, l'électrophorèse capillaire et l'analyse par dispersion de Taylor ont été introduites pour la première fois afin de comparer les effets du prétraitement et de l'extraction sur les hémicelluloses.

Les résultats ont démontré que le choix de la méthode d'extraction, la sévérité et le prétraitement influence significativement le rendement et les caractéristiques moléculaires des hémicelluloses. L'extraction assistée par ultrasons s'est révélée particulièrement prometteuse pour améliorer l'efficacité et la sélectivité du processus. Ce travail contribue au développement de stratégies plus durables et optimisées pour la récupération des hémicelluloses.

[1] Z. Anwar, M. Gulfraz, and M. Irshad, "Agro-industrial lignocellulosic biomass a key to unlock the future bio-energy: A brief review," *J. Radiat. Res. Appl. Sci.*, vol. 7, no. 2, pp. 163–173, Apr. 2014, doi: 10.1016/j.jrras.2014.02.003.
[2] D. Lv, L. Zhang, F. Chen, L. Yin, T. Zhu, and Y. Jie, "Wheat bran arabinoxylan and bovine serum albumin conjugates: Enzymatic synthesis, characterization, and applications in O/W emulsions," *Food Res. Int.*, vol. 158, p. 111452, Aug. 2022, doi: 10.1016/j.foodres.2022.111452.
[3] M. Chadni, N. Grimi, O. Bals, I. Ziegler-Devin, S. Desobry, and N. Brosse, "Elaboration of hemicellulose-based films: Impact of the extraction process from spruce wood on the film properties," *Carbohydr. Res.*, vol. 497, p. 108111, Nov. 2020, doi: 10.1016/j.carres.2020.108111.
[4] Z. X. Lu, K. Z. Walker, J. G. Muir, and K. O'Dea, "Arabinoxylan fibre improves metabolic control in people with Type II diabetes," *Eur. J. Clin. Nutr.*, vol. 58, no. 4, pp. 621–628, Apr. 2004, doi: 10.1038/sj.ejcn.1601857.
[5] M. J. Taherzadeh and K. Karimi, "Pretreatment of Lignocellulosic Wastes to Improve Ethanol and Biogas Production: A Review," *Int. J. Mol. Sci.*, vol. 9, no. 9, pp. 1621–1651, Sep. 2008, doi: 10.3390/ijms9091621.
[6] P. G. Del Río *et al.*, "Comparative study of biorefinery processes for the valorization of fast-growing Paulownia wood," *Bioresour. Technol.*, vol. 314, p. 123722, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.biortech.2020.123722.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : nicole.najjoum@utc.fr

Etude de l'influence de la cavitation par ultrasons de forte puissance et haute fréquence sur la cristallisation du paracétamol

Gwenn TANI[a1], Stéphane LABOURET[a], Denis MANGIN[a], Roman PECZALSKI[a]

[a] LAGEPP, Université Lyon 1, bât CPE, 43 bd du 11 novembre 1918, 69100 Villeurbanne

Mots-clés : Cristallisation ; polymorphes ; cavitation.

Introduction :
L'ensemencement est la méthode classique utilisée pour déclencher la cristallisation et contrôler au mieux la granulométrie et le polymorphisme. Cependant cette technique nécessite un ajout de matière dans le réacteur qui peut ainsi contaminer le milieu. De plus il est nécessaire de faire de nombreuses analyses sur la poudre d'ensemencement pour être sûr qu'elle corresponde bien au cahier des charges. Les ultrasons de puissance sont une méthode alternative prometteuse permettant de réduire le temps d'induction et de contrôler le polymorphisme.

La cristallisation et le polymorphisme du paracétamol sous ultrasons de puissance ont été peu décrits dans la littérature. L'intérêt de ce sujet est que la forme cristalline instable II offre de bien meilleures propriétés galéniques que la forme stable I. Mori *et al.* [1] ont obtenu 100% de cristaux de forme II (identifiée par DRX) mais dans des conditions ultrasonores mal spécifiées. Bhangu *et al.* [2] ont obtenu jusqu'à 32% de forme II identifiée sur la base du rapport longueur sur largeur des cristaux sans que le critère exact n'ait été ni précisé ni justifié. La présente étude porte sur la caractérisation des formes cristallines du paracétamol obtenues sous ultrasons de forte puissance et haute fréquence, dans des conditions et selon des critères bien maitrisés.

Méthodes :
Un volume de 24mL de solution aqueuse de paracétamol est refroidi rapidement jusqu'à 5°C pour atteindre une sursaturation relative (σ) de 2 puis est irradié par des ultrasons à une fréquence de 1126 kHz à partir d'un disque céramique ferroélectrique de 30 mm de diamètre, alimenté par un amplificateur commandé par un générateur de fonction. Une sonde de courant et une sonde de tension branchées aux bornes du transducteur permettent de déterminer la puissance électrique qu'il absorbe. La puissance acoustique émise dans le paracétamol est estimée en admettant un rendement électro-acoustique du transducteur de 30%.

Le comptage des formes cristallines I et II repose principalement (comme dans l'étude de Bhangu [2]) sur les rapports longueur/largeur des cristaux observés sous microscope. Les résultats de cette méthode optique directe, sont fondés sur l'identification de la forme polymorphique des différentes formes géométriques des cristaux par une autre méthode reposant sur la solubilisation des cristaux, les deux formes cristallines présentant des courbes de solubilité différentes.

Résultats :
On considère que les bâtonnets de ratio d'aspect de 3 à 9 correspondent plutôt à la forme II et les ovoïdes de ratio d'aspect de 1 à 2 correspondent à la forme I. Jusqu'à 40% de cristaux en forme de bâtonnet ont été observés lors des premières expériences de cristallisation sous ultrasons. Cette méthode graphique permet de différencier les formes polymorphiques de manière très rapide mais elle devra être comparée à des analyses DRX. D'autres expériences de cristallisation seront prochainement réalisées pour différentes conditions thermiques et ultrasonores (durée d'irradiation, continue ou intermittente) les résultats seront présentés lors du congrès.

[1]. Y. Mori et al., 2015, *Applied Physics Express*, 8,065501-4,.
[2]. S. K. Bhangu, M. Ashokkumar, et J. Lee, 2016, *Crystal Growth Design*, 16, 1934−1941.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : gwenn.tani@univ-lyon1.fr

Étude expérimentale de l'influence des ultrasons sur les lois de frottement

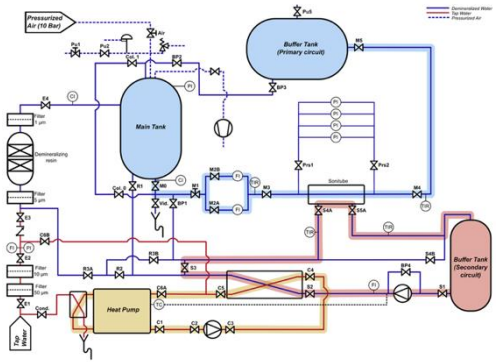
AUBERT Emmanuel[a,b1], BULLIARD-SAURET Odin[b], FERROUILLAT Sébastien[b] et GONDREXON Nicolas[a]

[a] LRP, Université Grenoble-Alpes, CNRS, Grenoble INP, 38000 Grenoble, France
[b] LEGI, Université Grenoble-Alpes, CNRS, Grenoble INP, 38000 Grenoble, France

Mots-clés : Intensification ; Pertes de charge ; transferts

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 avec une disparité significative des résultats sans changement prédictible des pertes de charges alors que ceux de Viriyananon (2021) [2] montrent avec une moindre disparité des résultats une faible augmentation du facteur de frottement révélant ainsi l'absence de conclusions généralisables.

(a)



(b)

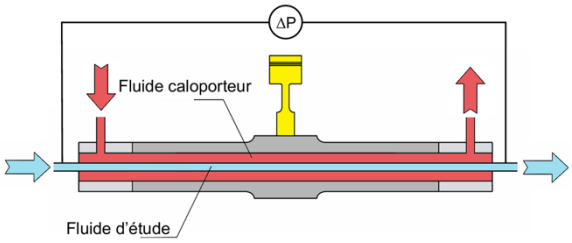


Figure 1. Schéma PID du banc d'essais avec la boucle en conditions d'essais surlignée (fluide d'étude en bleu et fluide caloporteur en rouge) (a) et schéma de principe de la section d'essais (b).

Les travaux engagés ont permis de mettre au point un banc d'essais (*Fig. 1.a*) 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 indirecte, maîtrisée et supposée homogène, du fluide circulant dans un tube intérieur sur une longueur de 1m (*Fig. 1.b*). Ce dispositif sera caractérisé conjointement par calorimétrie, vibrométrie laser et test d'oxydation du KI afin d'attester la présence de cavitation acoustique dans le fluide de travail. 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 (*Fig. 1.a*). Afin d'éviter les vibrations et les variations de débit inhérentes aux systèmes de pompage traditionnels, le fluide est mis en mouvement en pressurisant un réservoir amont. Les mesures de pertes de charge et de débits dans la section d'essais 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.

[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. Mingbunjerdsuk, 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.

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : emmanuel.aubert@univ-grenoble-alpes.fr

Caractérisations expérimentales des effets ultrasonores au sein d'un concept de milli-échangeur réacteur continu

R. Vanoorenberghe[a1], O. Bulliard-Sauret[a], S. Ferrouillat[a], N. Gondrexon[b]

[a] LEGI, Université Grenoble-Alpes, CNRS, Grenoble INP, 38000 Grenoble, France
[b] LRP, Université Grenoble-Alpes, CNRS, Grenoble INP, 38000 Grenoble, France

Mots-clés : Caractérisation ultrasonore ; Transfert de masse.

Sur la base d'un prototype de milli-échangeur réacteur continu assisté par ultrasons, une méthode de caractérisation globale est nécessaire pour comprendre finement l'impact des ultrasons sur les transferts de matière. Ce prototype est construit à partir d'une sonotrode évidée créant ainsi un canal vibrant au sein duquel deux fluides sont mis en contact en entrée de canal. Cette démarche expérimentale vise d'une part la caractérisation et la maitrise de l'onde ultrasonore émise au sein des fluides et d'autre part la quantification de l'impact de cette onde sur les transferts de matière via la cavitation acoustique induite et ses effets au sein du fluide.
Classiquement réalisée sur des réacteurs ultrasonores discontinus, la caractérisation calorimétrique de ce réacteur continu permettra de déterminer la proportion réelle de la puissance électrique (mesurée) transmise au fluide [1]. De plus, la mise en place d'un dispositif de vibrométrie laser doppler permettra de remonter aux amplitudes de vibration de la sonotrode [2]. Cette dernière caractérisation visera à déterminer l'influence des paramètres opératoires sur le comportement vibratoire du dispositif (couple de serrage, puissance US, température).
Parallèlement, l'impact des ultrasons sur les transferts de masse sera quantifié via plusieurs approches permettant d'accéder au niveau de mélange induit à des échelles microscopique et macroscopique. Tout d'abord une mesure de Distribution des Temps de Séjour (DTS) donnera accès au nombre de Péclet massique, permettant de caractériser le comportement macroscopique de ce réacteur chimique [3]. Complémentairement, la détermination d'un coefficient de mélange entre deux liquides par colorimétrie, compris entre 0% (état ségrégué) et 100% (mélange homogène) [4] permettra aussi d'accéder aux effets ultrasonores à l'échelle macroscopique., Tel que représenté sur la figure 1, ce coefficient de mélange augmente avec l'augmentation de l'énergie volumique.

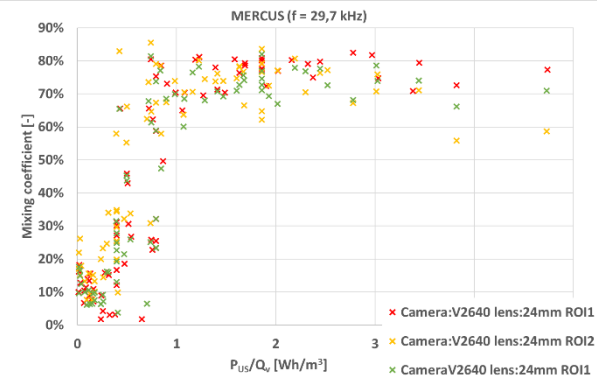


Figure 1. Evolution du coefficient de mélange sous ultrasons 30 kHz

Enfin, afin d'accéder à des échelles plus petites, la mise en place de la réaction compétitive de Villermaux-Dushman permettra de quantifier le mélange aux échelles microscopiques [5]. Cette méthode de caractérisation, déjà éprouvée sous irradiation ultrasonore [6], est complémentaire de la colorimétrie, permettant de passer de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique. La réaction d'oxydation du KI [7] ainsi que la réaction de sonochimiluminescence du luminol [8] seront-elles aussi utilisées afin de mesurer la part de l'augmentation du transfert de matière lié aux effets chimiques induits par la cavitation ultrasonore.

[1]. T Kikuchi and T Uchida, 2011, *Journal of Physics: Conference Series*, Volume 279, 12.
[2]. S.J. Rothberg, M.S. Allen, P. Castellini, D. Di Maio, J.J.J. Dirckx, D.J. Ewins, B.J. Halkon, P. Muyshondt, N. Paone, T. Ryan, H. Steger, E.P. Tomasini, S. Vanlanduit, J.F. Vignola, 2017, *Optics and Lasers in Engineering*, Volume 99, 11-22.
[3]. J. Villermaux, 2000, *Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés*, Volume J5.
[4]. L. Ahoure, O. Bulliard-Sauret, C. Andre, J. Bergraser, M. Gaudeau, S. A. Bahrani, 2023, *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, Volume 183, 109-212.
[5]. M.-C. Fournier, L. Falk, J. Villermaux, 1996, *Chemical Engineering Science*, Volume 51, 5053-5064.
[6]. J. Jordens, B. Bamps, B. Gielen, L. Braeken, T. Van Gerven, 2016, *Ultrasonics Sonochemistry*, Volume 32, 68-78.
[7]. A. Barchouchi, 2020, *Université Grenoble Alpes*.
[8]. O. Louisnard, Q. Goris, I. Garcia-Vargas, 2025, *Modeling and Simulation of Sono-Processes*, 277-297.

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

Caractérisation des performances d'un réacteur sonochimique haute-fréquence en présence de particules modèles

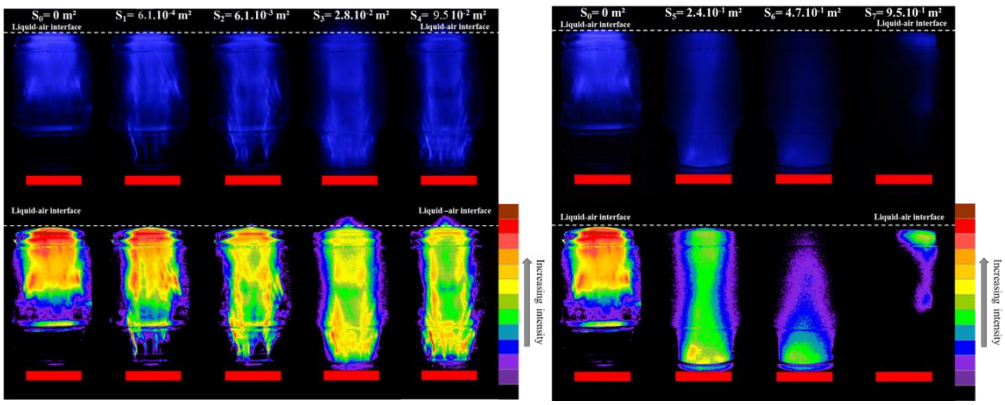
Barchouchi A[a], Molina-Boisseau S[b], Gondrexon N[a], Baup S[a1],

[a] Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LRP, 38000 Grenoble, France

[b] Univ. Grenoble Alpes, CNRS, CERMAV, 38000 Grenoble, France

Mots-clés : sonochimiluminescence, hétérogénéités, surface spécifique.

La compréhension des effets chimiques et de la réactivité sous champ ultrasonore, si elle est abondamment abordée dans la littérature en solution homogène, l'est beaucoup moins en milieu hétérogène. L'étude de l'influence d'un ajout de billes de verre lisses (8-12 µm) à des concentrations variables de 3.10^{-3} à 80 $g.L^{-1}$ sur l'activité sonochimique d'un réacteur ultrasonore haute fréquence (f = 575 kHz) a été entreprise. La puissance ultrasonore évaluée par calorimétrie n'a pas été impactée par la présence des particules alors que, quelle que soit la technique dosimétrique employée (iodométrie, dosimétrie de Fricke, oxydation de l'acide téréphtalate) et donc quel que soit le mécanisme réactionnel impliqué, l'activité sonochimique a montré sa dépendance vis-à-vis de la surface d'échange déployée par la quantité de particules introduite dans le milieu liquide soumis aux ondes ultrasonores [1]. Il a ainsi été clairement démontré qu'au-delà d'une certaine valeur seuil de surface développée, les effets sonochimiques sont atténués et les performances du réacteur à ultrasons chutent rapidement, ce que confirme la mesure de la puissance ultrasonore par pression de radiation. Il a également été mis en évidence que pour des valeurs de surface développée inférieures au seuil observé, les effets ne sont pas améliorés bien que les particules semblent contribuer à une meilleure hydrodynamique du réacteur via une répartition plus homogène des effets chimiques comme l'attestent les images de sonoluminescence (figure 1a). Au-delà de ce seuil de surface développée, ces images illustrent une extinction progressive de la sonoluminescence (figure 1b) et avec elle une diminution des effets sonochimiques et donc des performances du réacteur.



a *b*

Figure 1. Images de sonoluminescence dans un réacteur HF pour des valeurs de la surface développée inférieures au seuil limite observé (a), supérieures au seuil limite observé (b)

Au final, les performances d'un réacteur à ultrasons en milieu hétérogène, si elles dépendent évidemment de la nature des particules présentes, semblent étroitement liées à la quantité et à la taille des particules introduites dans le milieu. L'estimation, quand la surface spécifique des particules est connue, de la surface développée par ces mêmes particules dans le milieu constitue un indicateur possible de la limite du régime de bon fonctionnement du réacteur.

[1]. Barchouchi A., Boisseau S., Gondrexon N., Baup S, 2021, *Ultrasonics Sonochemistry* (72), 105407. https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105407

[1] Auteur à qui la correspondance devra être adressée : stephane.baup@univ-grenoble-alpes.fr

Avec le soutien de



