



**HAL**  
open science

# Caractérisation et Intensification de Procédés sous l'effet d'une Contribution Externe

Stéphane Baup

► **To cite this version:**

Stéphane Baup. Caractérisation et Intensification de Procédés sous l'effet d'une Contribution Externe. Génie des procédés. Université de Grenoble, 2012. tel-00983791

**HAL Id: tel-00983791**

**<https://theses.hal.science/tel-00983791>**

Submitted on 6 May 2014

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

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

# DIPLÔME D'HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

Spécialité : **Mécanique des fluides, Energétique, Procédés**

Comité : **Matériaux et Génie des Procédés**

Présenté par

**Stéphane BAUP**

Maître de Conférences en Génie des Procédés  
62<sup>ème</sup> section CNU "Énergétique et Génie des Procédés"  
Université Joseph Fourier - Grenoble 1 / UFR Chimie

## Caractérisation et Intensification de Procédés sous l'effet d'une Contribution Externe

*soutenu le 22 mai 2012*

devant le jury composé de :

**M. Michel BAUDU**

Professeur d'Université à l'Université de Limoges, GRESE  
Président du jury

**M. Pierre LE CLOIREC**

Professeur d'Université à l'ENSC Rennes, SCR-CIP  
Rapporteur

**M. Jean-Yves HIHN**

Professeur d'Université à l'Université de Franche-Comté, IUT, UTINAM-SRS  
Rapporteur

**M. Naceur BELGACEM**

Professeur d'Université à Grenoble-INP, PAGORA, LGP2-TBE  
Rapporteur

**Mme Françoise DELPECH**

Professeur d'Université à l'Université Joseph Fourier, Polytech Grenoble, LRP  
Examineur

**M. Yves GONTHIER**

Professeur d'Université à l'Université de Savoie, LOGIE  
Examineur



## TABLE DES MATIERES

AVANT-PROPOS .....	3
PARTIE 1 : NOTICE INDIVIDUELLE DES TITRES ET DES TRAVAUX.....	5
1 Etat civil .....	5
2 Position administrative.....	5
3 Cursus universitaire.....	5
4 Déroulement de carrière dans l'enseignement supérieur .....	6
5 Activités pédagogiques .....	7
5.1 En tant que vacataire lors de mon doctorat (1997-2000).....	7
5.2 En tant que contractuel du Rectorat de l'Académie de Grenoble (2000-2001).....	7
5.3 En tant qu'ATER à l'Université Joseph Fourier (2001-2002).....	7
5.4 En tant que maître de conférences à l'Université Joseph Fourier (depuis 2002).....	7
5.5 Tableau de synthèse .....	9
6 Activités administratives et responsabilités collectives .....	11
6.1 Au niveau universitaire .....	11
6.2 Au niveau de la filière Génie des Procédés (ex GSI).....	11
6.3 Au niveau du laboratoire LEPMI.....	11
6.4 Au niveau du laboratoire Rhéologie et Procédés.....	11
6.5 Autres.....	11
7 Activités de recherche et encadrements .....	12
7.1 Co-encadrements de Doctorats .....	12
7.2 Encadrements de Diplôme de Recherche Technologiques (DRT) spécialité Génie des Procédés Thermiques et Chimiques (GPTC).....	13
7.3 Encadrements de Diplôme d'Études Approfondies et Master Recherche .....	14
7.4 Encadrements de Stages divers.....	15
8 Liste des travaux.....	16
8.1 Publications dans des revues internationales à comité de lecture (PICL) .....	16
8.2 Publications dans des revues nationales à comité de lecture et communications associées (PNCL).....	17
8.3 Communications lors de congrès internationaux avec actes (CI).....	18
8.4 Communications lors de congrès nationaux avec actes (CN).....	19

PARTIE 2 : SYNTHÈSE ET PERSPECTIVE DES ACTIVITÉS DE RECHERCHE :  
CARACTÉRISATION ET/OU INTENSIFICATION DE PROCÉDES SOUS L'EFFET  
D'UNE CONTRIBUTION EXTERNE..... 20

9	Apport de l'hydraulique pour une meilleure connaissance de l'adsorption : doctorat..	20
10	Apport de champs électromagnétiques pour une meilleure mise en œuvre de la cimentation : doctorat de Fabrice Gros.....	25
10.1	Caractérisation hydrodynamique de l'unité pilote .....	26
10.2	Étude des cinétiques de récupération du cuivre en solution.....	28
11	Apport de mélangeurs statiques pour une meilleure mise en œuvre de la biodegradation : doctorat de Arwa Abdelhay .....	30
11.1	Adaptation, optimisation et modélisation de la biodégradation du phénanthrène par <i>Mycobacterium</i> sp 6PY1. ....	30
11.2	Biodégradation du phénanthrène par <i>Mycobacterium</i> sp 6PY1 et transfert de dioxygène dans un bioréacteur diphasique (TPPB) .....	32
12	Perspectives et projet de recherche .....	35
12.1	Procédés de séparation membranaire de colloïdes : caractérisation des mécanismes aux échelles nanométriques et intensification par ultrasons : co- encadrement du Doctorat de M Yao JIN (2011-2014).....	40
12.2	Sonodégradation de micropolluants en présence de matière particulaire .....	44
12.3	Pertes de charge lors d'un écoulement sous ultrasons .....	46
	CONCLUSION GÉNÉRALE .....	48

## AVANT-PROPOS

C'est lors d'une entrevue avec celui qui allait devenir mon directeur de thèse, le Professeur Alain Laplanche, que je m'étais renseigné sur les démarches afin de devenir enseignant-chercheur. Une bonne quinzaine d'années plus tard, cette discussion informelle se révèle avoir été une étape charnière entre mon cursus universitaire, relativement classique et linéaire, et une volonté d'entrer dans un cadre professionnel, celui de l'enseignement supérieur et de la recherche.

Mais reprenons depuis le début... Après avoir effectué mes classes préparatoires aux grandes écoles au Lycée Pierre de Fermat de Toulouse, motivé par la chimie et l'environnement, j'avais choisi ce qui m'apparaissait alors comme une lointaine migration nordique en intégrant l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes. C'est là que j'effectuerai mes premières expériences de recherche, initiées lors d'un stage de 3<sup>ème</sup> année d'élève ingénieur suite à la conversation initialement rapportée. Elles étaient relatives à la production de bromates lors de l'étape d'ozonation en potabilisation et à leur analyse par oxydation par la chlorpromazine en milieu acide.

Suite à cette première expérience positive, mes études universitaires liées à la recherche se sont poursuivies sous la forme d'un stage de Diplôme d'Etudes Approfondies (1997) des Universités de Nancy-Pau-Poitiers et de mon doctorat (1997-2000). Elles avaient pour thématique l'adsorption de pesticides par des lits filtrants de charbon actif en grain. Toutes ces recherches ont été menées à Rennes, au laboratoire Chimie des Nuisances et Génie de l'Environnement rattaché à l'ENSCR.

L'année 2001 fut celle du changement et me fit découvrir la recherche dans un cadre bien différent de celui auquel j'étais habitué : nouveau campus, nouvelle université, nouveaux collègues, nouvelle thématique ... Mon année d'Attaché Temporaire à l'Enseignement et à la Recherche à l'Université Joseph Fourier m'a notamment permis d'acquérir une expérience d'enseignement, de diversifier mes activités de recherche, mais également de préparer le concours de maître de conférences. Suite à mon recrutement à l'UFR Chimie de l'Université Joseph Fourier au printemps 2002, j'ai été nommé au Laboratoire d'Electrochimie et de Physico-chimie des Matériaux et des Interfaces, puis affecté au Laboratoire Rhéologie et Procédés depuis 2011.

A posteriori, tout au long de ces années, la méthodologie suivie se révèle être la même pour les différentes thématiques de recherche : imposer à un système donné des conditions extérieures de quelque nature qu'elles soient, afin d'acquérir des informations relatives à ce système (coefficients de transfert par exemple) ou de l'intensifier. Cette démarche a été utilisée initialement lors de mon doctorat en plaçant le système d'adsorption étudié dans des

conditions hydrauliques telles que l'acquisition de coefficient de diffusion soit possible. Cette méthodologie a également été appliquée par la suite lors des co-encadrements de thèse que j'ai effectués, lors d'imposition de champs électromagnétiques extérieurs sur un réacteur pilote de cémentation ou lors d'aération de cultures biologiques par l'intermédiaire de dispositifs d'oxygénation extérieurs. De même, cette démarche est envisagée lors de futures recherches par le biais de l'imposition de champs ultrasonores extérieurs à un système d'ultrafiltration.

Le rapport rédigé à l'occasion de ma demande d'Habilitation à Diriger des Recherches a un double objectif. Il s'agit tout d'abord de faire le point sur ma carrière d'enseignant-chercheur, mais également de présenter les perspectives de recherche que j'envisage pour la suite de mes activités. A ce titre, le présent document comporte deux parties principales.

La première partie correspond à une notice individuelle, dédiée à la description de mon parcours et de l'évolution de ma carrière. Ainsi, cette partie présente mes activités d'enseignement, mes implications administratives ainsi que mes encadrements et co-encadrements en recherche. Elle s'achève par le bilan de la production scientifique à laquelle ces activités ont conduit.

La seconde partie de ce document présente, de façon chronologique, les thèmes de recherche que j'ai abordés. Le contexte de ces recherches, la description des dispositifs d'essais ainsi que les principaux résultats y sont détaillés. Pour chaque thématique, le bilan de la production scientifique est rappelé. Finalement, cette seconde partie fait état des perspectives de recherche envisagées.

# NOTICE INDIVIDUELLE DES TITRES ET DES TRAVAUX

## 1 ETAT CIVIL

Stéphane Baup  
né le 31 janvier 1972 à Agen (47)  
marié, 3 enfants  
nationalité française

50, Rue des Tanneurs,  
73000 CHAMBERY  
04 79 62 28 50  
stephanebaup@sfr.fr

## 2 POSITION ADMINISTRATIVE

**Maître de Conférences, en Génie des Procédés (section CNU 62),**  
Classe Normale, 4<sup>ème</sup> échelon (depuis le 1<sup>er</sup> Juin 2009)  
UFR Chimie / Université Joseph Fourier - Grenoble 1

### *Structure d'enseignement*

**Filière Génie des Procédés,  
UFR Chimie, UJF-Grenoble 1**

☰ 470 Rue de la Chimie,  
Domaine Universitaire  
BP 53  
38402 ST MARTIN D'HERES  
☎ 04 76 41 51 21

### *Structure de recherche*

**Laboratoire Rhéologie et Procédés,  
UMR 5520, UJF G-INP CNRS,**

☰ 1301 Rue de la Piscine,  
Domaine Universitaire  
BP 53  
38041 ST MARTIN D'HERES  
☎ 04 76 82 65 90

✉ stephane.baup@ujf-grenoble.fr

## 3 CURSUS UNIVERSITAIRE

1990 : Baccalauréat C, Lycée le Ferradou, Blagnac (31).  
Mention Bien.

-----  
1990-1993 : CPGE, Lycée Pierre de Fermat, Toulouse (31).

-----  
1993-1996 : **Diplôme d'Ingénieur Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes.**  
Spécialité "*Génie des Procédés appliqué au Traitement des Fluides*".

-----  
1996-1997 : **Diplôme d'Etudes Approfondies "*Chimie et Microbiologie de l'Eau*"**,  
option chimie, des Universités de Nancy, Pau et Poitiers.  
**"Adsorption de l'atrazine sur charbon actif en grain :  
modélisation et vérification expérimentale."**  
Laboratoire **Chimie des Nuisances et Génie de l'Environnement (ENSCR).**  
Mention Bien.

-----  
1997-2000 : **Doctorat de l'Université de Poitiers-ESIP, Allocataire MESR**  
Spécialité "**Chimie et Microbiologie de l'Eau**".

**"Élimination de pesticides sur lit de charbon actif en grain en présence de  
matière organique naturelle : Elaboration d'un protocole couplant  
expériences et calculs numériques afin de simuler les équilibres et les  
cinétiques compétitifs d'adsorption."**

#### Composition du jury :

Pr Joseph DE LAAT,	Université de Poitiers - ESIP	Directeur du jury
Pr Michel BAUDU,	Université de Limoges - ENSIL	Rapporteur
Pr Pierre LE CLOIREC,	École des Mines de Nantes	Rapporteur
Pr Alain LAPLANCHE,	Université de Rennes - ENSCR	Directeur de thèse
Dominique WOLBERT,	Université de Rennes - ENSCR	Co-Directeur
Sylvie DETOC,	Institut Français de l'Environnement	Membre invité
Jean-Pierre DUGUET,	SA de Gestion des Eaux de Paris	Membre invité
Gabriel RIOU,	Agence de l'eau Loire-Bretagne	Membre invité

Laboratoire **Chimie des Nuisances et Génie de l'Environnement (CNGE)**,  
**Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes (ENSCR)**.

Soutenu à l'ENSCR le 27 novembre 2000.

Mention Très Honorable avec les Félicitations du Jury.

#### **4 DEROULEMENT DE CARRIERE DANS L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR**

Février 2001 : **Qualification aux fonctions de maître de conférences,**  
**Section CNU n°62 "Energétique et Génie des Procédés"**

-----  
2001-2002 : **Attaché Temporaire à l'Enseignement et à la Recherche (100 %)**  
**en Génie des Procédés (section CNU n°62)**  
**à l'Université Joseph Fourier - Grenoble 1 / UFR Chimie,**  
Institut Universitaire Professionnalisant Génie des Systèmes Industriels (**IUP GSI**)  
Laboratoire d'Electrochimie et de Physico-chimie des Matériaux et des Interfaces  
(**LEPMI**) UMR 5631 CNRS-INPG-UJF, équipe Génie des Procédés Electrochimiques et  
Bioélectrochimiques (**GEPELEC**)

-----  
Depuis 2002 : **Maître de Conférences, en Génie des Procédés (section CNU n°62)**  
(cf. item "position administrative")

Au fil du temps, il est à noter que les structures dans lesquelles j'ai été initialement nommé ont évolué. Pour le confort du lecteur, il convient de résumer ces évolutions.

Ainsi, en septembre 2005, l'Institut Universitaire Professionnalisant *Génie des Systèmes Industriels* (IUP GSI) est entré de plein pied dans le système LMD par le biais d'une Licence et d'un Master mention *Chimie et Procédés* spécialité *Génie des Systèmes Industriels*. Puis, à l'amorce du nouveau contrat quadriennal en septembre 2011, cette formation a changé de nom pour une meilleure lisibilité. Elle est maintenant reconnue en tant que Licence et Master mention *Chimie et Procédés* spécialité *Génie des Procédés*.

Par ailleurs, l'équipe GEPELEC du LEPMI, suite à son regroupement avec la jeune équipe GRECA (Groupe de Recherche sur l'Environnement et la Chimie Atmosphérique) s'est appelée équipe GP2E (Génie des Procédés appliqués à l'Energie et à l'Environnement) en 2007. Puis, du fait de l'action structurante visant à la création du pôle Environnement Développement Durable de l'UJF en 2009, je suis affecté au Laboratoire Rhéologie et Procédés depuis le 1<sup>er</sup> janvier 2011.

## **5 ACTIVITES PEDAGOGIQUES**

### **5.1 En tant que vacataire lors de mon doctorat (1997-2000)**

Dans le cadre de vacances, j'ai été amené à encadrer différentes séances de Travaux Pratiques, que ce soit en génie chimique (IUT département Chimie Productique, Rennes) ou en chimie (INSA Rennes).

Par ailleurs, j'ai effectué des heures d'interrogations orales en sciences physiques en classes préparatoires aux concours des écoles vétérinaires du Lycée Chateaubriand.

### **5.2 En tant que contractuel du Rectorat de l'Académie de Grenoble (2000-2001)**

Suite au Doctorat soutenu en Novembre 2000, j'ai exercé en tant qu'enseignant contractuel du Rectorat de l'Académie de Grenoble. Pendant 5 mois, de Février à Juin 2001, j'ai eu la responsabilité de l'enseignement des Sciences Physiques et Chimiques en collège (18 heures hebdomadaires). J'intervenais à tous les niveaux (4 classes de 5<sup>ème</sup>, 4 classes de 4<sup>ème</sup> et 4 classes de 3<sup>ème</sup>), tout en étant professeur principal d'une classe de 5<sup>ème</sup>.

### **5.3 En tant qu'ATER à l'Université Joseph Fourier (2001-2002)**

Recruté en tant qu'Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche par l'Université Joseph Fourier de Grenoble / UFR Chimie, j'ai pris mes fonctions en Septembre 2001 à l'Institut Universitaire Professionnalisé "Génie des Systèmes Industriels".

J'ai alors pris en charge divers enseignements en génie des procédés : TD de transfert de matière; TP de génie des procédés, TD de mécanique des fluides au sein des milieux poreux.

En outre, ce recrutement avait pour objectif d'apporter une impulsion à l'option "Procédés Chimiques et Traitement des Effluents" (PCTE) de l'IUP GSI. Voilà pourquoi j'ai été amené à mettre en place un nouveau cours de "*Procédés membranaires*" ainsi qu'un cycle de TP de "*Traitements et chimie des eaux*". Par ailleurs, j'ai encadré des TP de chimie analytique.

### **5.4 En tant que maître de conférences à l'Université Joseph Fourier (depuis 2002)**

Tout au long de ma jeune carrière d'enseignant-chercheur, j'ai essayé d'apporter des nouveautés ou des compléments pédagogiques en cours, travaux dirigés ou travaux pratiques, à différents niveaux d'études.

- **Procédés membranaires (C)** (ex IUP3 GSI, actuel M2 GDP, option PCTE).

Il s'agit d'un enseignement introduit dès 2001-2002 lors de mon poste d'ATER. Ce cours débute par une présentation (vocabulaire, différents procédés, matériaux, possibilités technologiques). Puis, les principaux procédés membranaires sont abordés : microfiltration, ultrafiltration, nanofiltration, osmose inverse, en présentant les aspects théoriques et en insistant sur les différentes applications industrielles dans le cadre du traitement des eaux. Suite au recrutement d'un jeune collègue, je n'effectue plus ce cours depuis un an.

- **Traitements des eaux (C et TD)** (ex IUP3 GSI, actuels M1 et M2 GDP, option PCTE).

J'ai été amené à structurer l'enseignement de *Traitements des eaux* destiné aux étudiants en master de l'option environnement, afin de leur fournir les compétences indispensables dans le domaine de l'eau, que ce soit en eau potable, en eau usée urbaine ou en eau résiduaire industrielle.

En M1, l'accent est mis sur le contexte du traitement des eaux (paramètres analytiques, aspects législatifs, acteurs du monde de l'eau, aperçu des filières) avant de présenter les traitements primaires, puis les traitements secondaires ainsi que le traitement des boues.

En M2, certains traitements tertiaires sont présentés (adsorption, désinfection, ...). Par ailleurs, je gère l'Unité d'Enseignement "Traitements des eaux" en faisant intervenir des spécialistes extérieurs, sur des thématiques bien précises (traitements électrochimiques, filtres plantés de roseaux, oxydations avancées, travail de bureau d'études, réseaux, ...).

En outre, des visites pédagogiques de sites industriels sont organisées dans le cadre des ces 2 UE de traitements des eaux en M1 et M2.

- **Traitements des eaux (TP)** (ex IUP3 GSI, actuels M1 et M2 GDP, option PCTE).

L'enseignement précédemment décrit est complété par 2 cycles de Travaux Pratiques de *Traitements et Chimie des Eaux*, initiés en 2001-2002 lors de mon poste d'ATER et qui se sont développés au fil des ans.

En M1, les thèmes abordés relèvent de l'analyse des eaux (eaux propres, eaux usées), de l'équilibre calco-carbonique, de la déferrisation, de la coagulation-floculation ainsi que de la chloration.

En M2, sont abordés l'adsorption sur charbon actif, l'ozonation, les traitements électrochimiques, la flottation, les procédés membranaires et la photo-oxydation de micropolluants.

- **Etude de cas (C et TD)** (ex L2 GSI).

Dans le cadre du passage de l'IUP GSI dans le système LMD, une nouvelle UE a été créée en L2 GSI, en 2005. Elle repose sur l'ancien "projet industriel" de l'IUP1 GSI, mais également sur une nouvelle "étude de cas" relative à une usine de production de butan-2-ol. Cette étude permet de faire le lien entre les différentes facettes du génie des procédés enseignées dans la filière GDP. Dans le cadre d'une réorganisation du L2, cette UE a été abandonnée à partir de septembre 2011.

- **Transfert de matière (TD)** (ex IUP2 GSI, actuel M1 GDP, tronc commun).

En tronc commun de la 3<sup>ème</sup> année de l'IUP GSI, des travaux dirigés accompagnent le cours de transfert de masse. Aucun document n'étant disponible, j'ai été amené à créer la totalité de ces séances de TD (écriture des bilans, transferts par diffusion et par convection, nombres adimensionnels, transfert à travers une interface, avec ou sans réaction chimique. Ces TD ont ensuite été repris par d'autres intervenants.

- **Mécanique des fluides (C et TD)** (ex IUP1 GSI, actuel L3 GDP).

J'enseigne la mécanique des fluides appliquée au génie des procédés aux étudiants du L3 Génie des Procédés. Après un chapitre introductif sur les propriétés des fluides, cet enseignement aborde les thèmes de la statique des fluides, de la dynamique des fluides parfaits puis des fluides réels, du calcul des pertes de charge, de la mesure des débits avant de se conclure par l'étude des pompes.

Par ailleurs, depuis 2002, je suis responsable pédagogique de la 3<sup>ème</sup> année de Licence mention “Chimie et Procédés”, spécialité de “Génie des Procédés”. A ce titre, j'ai initié la modification d'un cycle de Travaux Pratiques et j'ai été à l'origine de la création d'un autre cycle de TP en L3 GDP.

- **Méthodes Instrumentales d'Analyses (TP)** (ex IUP1 GSI, actuel L3 GDP).

J'ai initié et participé à la refonte collective de certaines manipulations de chimie analytique afin de les adapter et d'éliminer et/ou de remplacer certains produits chimiques. En outre, sous mon impulsion, ces TP ont été déménagés sur le plateau analytique de l'UFR Chimie, ce qui a nécessité certaines adaptations. J'ai participé à ces enseignements pratiques pendant 4 ans afin d'assurer le bon fonctionnement de cette rénovation pédagogique.

- **Génie des Procédés (TP)** (L3 GDP).

En L3 GDP, aucune manipulation ne venait étayer ni l'enseignement de "Réacteurs homogènes", ni le cours relatif aux "Ecoulements au sein des milieux poreux" du semestre 6. Voilà pourquoi j'ai été à la base d'un travail collectif visant à créer un nouveau cycle de Travaux Pratiques constitué de 4 manipulations, relatives à ces thématiques (régimes d'écoulement et pertes de charges ; fluidisation ; Distribution de Temps de Séjour ; réaction d'ordre 2 au sein d'un réacteur parfaitement agité discontinu).

- **Réflexion sur l'évaluation et l'apprentissage en TP.**

Par ailleurs, je me suis bien souvent posé des questions quant à l'évaluation des Travaux Pratiques. Suite à diverses discussions avec des collègues et de nombreux contacts avec le Service Universitaire de Pédagogie, une grille critériée d'évaluation des TP a été élaborée en concertation. Cette grille permet de présenter aux étudiants les attentes en termes de savoir-être, de savoir-faire spécifiques et généraux et de connaissances attendues. Elle est certes un outil à l'évaluation, mais elle permet également aux étudiants de prendre conscience que les TP font partie intégrante de leur acquisition de compétences, théoriques, technologiques, mais aussi transverses. Cette grille a été mise en place lors de l'année universitaire 2011-2012.

*Je souhaite ici remercier sincèrement les collègues qui ont le plus étroitement collaboré à la création de certains de ces enseignements, à savoir  
Isabelle Pernin-Wetzel, Nicolas Gondrexon, Sébastien Marc et Primius Boldo  
de même que Michel Revol-Bourgeois et Philippe Le Pellec,  
sans oublier Julien Douady, Christian Hoffmann et Christophe Durand.*

## **5.5 Tableau de synthèse**

Le tableau synthétique suivant retrace l'ensemble de mes activités pédagogiques, pour mes enseignements effectués aussi bien avant qu'après ma nomination en tant que maître de conférences. Par souci de synthèse, le détail des enseignements en tant que maître de conférences se limite aux enseignements effectués en 2002-2003, lors de ma prise de fonction, et en 2010-2011, lors du dernier exercice universitaire.

Trois grands champs disciplinaires soutiennent ces activités pédagogiques, à savoir le génie des procédés (GdP), l'environnement (E) et la chimie analytique (CA). A travers ces 3 domaines, ce tableau présente les intitulés des enseignements, ainsi que leur volume horaire, le public et la structure d'enseignement.

Tableau n° 1 : Tableau récapitulatif des enseignements hors responsabilités pédagogiques

Année /fonction	Type d'enseignement /discipline	Champs disciplinaire	Structure /public	Volume horaire	Total annuel (hTD)
1997-1998 vacataire	TP Génie des Procédés	GdP	IUT Chimie Rennes 1 <sup>ère</sup> année	56 hTP	37,3
1998-1999 vacataire	Interrogations orales Physique-Chimie		Prépa véto Rennes Bac +1	12 h	12
1999-2000 vacataire	TP Chimie	CA	INSA Rennes 1 <sup>ère</sup> année	70 hTP	46,7
2000-2001 contractuel	Sciences Physiques		Collèges de Vif et de Vizille (38)	18 h hebdo	198
2001-2002 ATER	C procédés membranaires	GdP / E	IUP 3	8 hC	192
	TP traitement de l'eau	GdP / E / CA	Option PCTE	36 hTP	
	TD transfert de matière	GdP	IUP 3	16 hTD	
	TP génie des procédés	GdP	IUP 2	96 hTP	
	TD milieux poreux	GdP		12 hTD	
	Soutenance de stage				
	TP méthode analytiques	CA	IUP 1	64 hTP	
TP génie des procédés	GdP	IUT Chimie 1 <sup>ère</sup> année	28 hTP		
2002-2003 Maitre de conférences	C procédés membranaires	GdP / E	IUP 3 Option PCTE	10 hC	234
	C traitement des eaux	GdP / E		42 hC	
	TP traitement des eaux	GdP / E / CA		36 hTP	
	TP génie des procédés	GdP	IUP 2	72 hTP	
	TD milieux poreux	GdP		8 hTD	
	TP méthode analytiques	CA	IUP 1	64 hTP	
	Tutorat stage		IUP1-IUP2-IUP3		
C effluents gazeux	GdP / E	INPG 3 <sup>ème</sup> année	6 hC		
2010-2011 Maitre de conférences	C traitement des eaux	GdP / E	M2 GSI Option PCTE	6 hC	297
	TD traitement des eaux	GdP / E		6hTD	
	TP traitement des eaux	GdP / E / CA		48 h TP	
	C et TP analyses environnementales	E / CA	M2 ChemTecCo	2 hC 8 hTP	
	C traitement des eaux	GdP / E	M1 GSI Option PCTE	30,5 hC	
	TD traitement des eaux	GdP / E		11 hTD	
	TP traitement des eaux	GdP / E / CA	60 hTP		
	C mécanique des fluides	GdP	L3 GSI	19,5 hC	
	TD mécanique des fluides	GdP		18 hTD	
	Tutorat stage		L3, M1 et M2 GSI	34,5	
	C et TD étude de cas	GdP	L2 GSI	9 h	
Initiation au GdP	GdP	L1 SI	9 hTD 4 hTP		
C effluents gazeux	GdP / E	INPG 3 <sup>ème</sup> année	8 hC		

## **6 ACTIVITES ADMINISTRATIVES ET RESPONSABILITES COLLECTIVES**

Les activités administratives et les responsabilités collectives faisant partie intégrante de notre activité au sein des universités, j'ai toujours participé de façon active à ces tâches. Le détail en est présenté ci-dessous.

### **6.1 Au niveau universitaire**

- Membre élu suppléant, puis titulaire de la Commission de Spécialistes d'Etablissement 62<sup>ème</sup> section de l'UJF (2004-2008).
- Participation à un Comité de Sélection de l'UJF (campagne de recrutement 2010).
- Représentant de l'UFR Chimie au Conseil de Département de la Licence Sciences et Technologie (DLST) de l'UJF (2008-2011).
- Membre de l'équipe de formation du Département de la Licence Sciences et Technologie (DLST) de l'UJF (2005-2011).
- Membre élu du Conseil de l'UFR Chimie de l'UJF (depuis 2007).

### **6.2 Au niveau de la filière Génie des Procédés (ex GSI)**

- Responsable pédagogique de 1<sup>ère</sup> année de l'IUP GSI (2003-2005).
- Responsable pédagogique du L2 GSI (mention *Chimie et Procédés*, spécialité *Génie des Systèmes Industriels*) de 2005 à 2011.
- Responsable pédagogique du L3 GDP (mention *Chimie et Procédés*, spécialité *Génie des Procédés*) depuis 2005.
- Gestion du Hall de Génie des Procédés de la filière GDP et coordination des enseignements qui s'y déroulent depuis 2006.
- Responsable de plusieurs Unités d'Enseignements (L2-L3-M1-M2 GDP).
- Participation active à la bonne intégration de l'IUP GSI au sein du système LMD en 2005.
- Gestion des recrutements des étudiants en L3 GDP, participation au recrutement des étudiants en M1 GDP et M2 GP et promotion de la filière.
- Participation à la rédaction des contrats quadriennaux relatifs à la Licence et au Master Génie des Procédés.
- Participation à 2 jurys de Validation des Acquis par l'Expérience (VAE) : Maud G (Thalès Aéroporté, Maîtrise GSI option PCTE, 16/04/2004) et Valérie N (ST Microelectronics, Master GSI option PCTE, 04/11/2008).

### **6.3 Au niveau du laboratoire LEPMI**

- Membre élu du Conseil de Laboratoire du LEPMI (2003-2007).

### **6.4 Au niveau du laboratoire Rhéologie et Procédés**

- Membre nommé du Conseil de Laboratoire du LRP (depuis 2011).
- Membre du comité d'organisation des 1<sup>ère</sup> *Journées Ultrasons : Sonochimie et Procédés* (Grenoble, 4-5 Juillet 2011).

### **6.5 Autres**

- Rapporteur pour différentes revues : *Industrial Crops and Products* ; *Desalination* ; *Chemical Engineering and Processing*

## 7 ACTIVITES DE RECHERCHE ET ENCADREMENTS

Mes activités d'encadrement et de co-encadrement sont synthétisées dans le tableau suivant.

	Nombre
Co-encadrements de doctorants	4
Diplôme de Recherche Technologiques (DRT)	7
Diplôme d'Etudes Approfondies ou Master Recherche	6
Stagiaires	9

Par ailleurs, pour plus de détails, les encarts ci-dessous récapitulent mes activités d'encadrement, classées par niveaux d'études : doctorats, DRT, DEA et Master Recherche, stages.

### 7.1 Co-encadrements de Doctorats

Nom : <b>Yao JIN</b>	Début le 1 <sup>er</sup> octobre 2011
Titre : <b>Procédés de séparation membranaire de colloïdes : caractérisation des mécanismes aux échelles nanométriques et intensification par ultrasons.</b>	
Laboratoire : <b>LRP</b>	
Encadrement universitaire : <b>33 %</b>	
Directeur de thèse : <b>Frédéric PIGNON</b> (LRP, CNRS)	
Co-encadrant : <b>Nicolas HENGL</b> (LRP, UJF)	

Nom : <b>Salim BEKKOUCHE</b>	Prévue en mai 2012
Titre : <b>Adsorption compétitive de phénol et ions métalliques sur TiO<sub>2</sub> en présence d'ultrasons.</b>	
Laboratoire : <b>LEPMI / LIPE Université de Mentouri (Algérie)</b>	
Encadrement universitaire : <b>25 %</b>	
Directeur de thèse : <b>Mohammed BOUHELASSA</b> (Université de Mentouri, Algérie)	
Co-directeur : <b>Christian PETRIER</b> (LEPMI, UdS)	
Travaux : <b>PICL 14</b>	

Nom : <b>Arwa ABDELHAY</b>	Soutenue le <b>12 novembre 2008</b>
Titre : <b>Development of a two-phase partitioning bioreactor for phenanthrene degradation by Mycobacterium sp. 6PY1</b>	
Laboratoire : <b>LEPMI</b>	
Encadrement universitaire : <b>50 %</b>	
Directeur de thèse : <b>Jean-Pierre MAGNIN</b> (LEPMI, CNRS)	
Travaux : <b>PICL 5 ; PICL 6 ; PICL 12</b>	

Nom : <b>Fabrice GROS</b>	Soutenue le <b>17 octobre 2005</b>
Titre : <b>Récupération intensifiée de cuivre en solution : cémentation électrochimique sur lits fixe et fluidisé, mono ou bicomposant sous champs électromagnétique</b>	
Laboratoire : <b>LEPMI</b>	
Encadrement universitaire : <b>50 %</b>	
Directeur de thèse : <b>Marc AUROUSSEAU</b> (LGP2, INPG)	
Travaux : <b>PICL 3 ; PICL 4 ; PICL 10 ; PICL 11 ; PNCL 1 ; PNCL 2 ; CI 1 ; CI 2 ; CN 3 ; CN 4 ; CN 5</b>	

## 7.2 Encadrements de Diplôme de Recherche Technologiques (DRT) spécialité Génie des Procédés Thermiques et Chimiques (GPTC)

Nom : <b>Julien POINT</b>	<b>15 septembre 2011</b>
Titre : <i>Traitement des effluents de l'industrie des boissons : suivi d'une station pilote de phytoremédiation et gestion des eaux de rinçage</i>	
Société : <b>Refresco France</b>	
Encadrement universitaire : <b>100 %</b>	
Position actuelle : <b>Ingénieur environnement, Refresco France, Marges (26).</b>	

Nom : <b>Aline PRUVOST</b>	<b>9 septembre 2010</b>
Titre : <i>Etude et implantation d'un prototype d'un analyseur UV en ligne sur le Traitement des Eaux Résiduaires de la Raffinerie de Feyzin</i>	
Société : <b>Raffinerie de Feyzin, Total</b>	
Encadrement universitaire : <b>100 %</b>	
Position actuelle : <b>Ingénieur environnement, Solairgies, Le Fuilet (44)</b>	

Nom : <b>Simon GAUTHIER</b>	<b>13 septembre 2010</b>
Titre : <i>Microfiltration tangentielle appliquée au domaine des boissons</i>	
Société : <b>SIVA TAMI</b>	
Encadrement universitaire : <b>100 %</b>	
Position actuelle : <b>Ingénieur filtration, Novasep.</b>	

Nom : <b>Damien CACHEUX</b>	<b>8 juillet 2009</b>
Titre : <i>Mise en place d'un pilote de traitement d'effluents concentrés</i>	
Société : <b>Usine d'Achères, Total</b>	
Encadrement universitaire : <b>100 %</b>	
Position actuelle : <b>Consultant traitement des eaux / environnement, Sophia Conseil, Nice</b>	

Nom : <b>Cédric GREFFE</b>	<b>5 septembre 2008</b>
Titre : <i>Gestion et optimisation du traitement des eaux résiduaires</i>	
Société : <b>Raffinerie de Feyzin, Total</b>	
Encadrement universitaire : <b>50 %</b>	
Position actuelle : <b>Ingénieur Process / Environnement, Assystem, Vénissieux.</b>	

Nom : <b>Astrid DELIMAL</b>	<b>27 juin 2008</b>
Titre : <i>Suivi et amélioration du traitement par Filtres Plantés de Roseaux</i>	
Société : <b>Epur Nature</b>	
Encadrement universitaire : <b>100 %</b>	
Position actuelle : <b>Ingénieur traitements des eaux et cogérante de A.T.Eau, Grenoble.</b>	

Nom : <b>Cyril CODA</b>	<b>12 juillet 2007</b>
Titre : <i>La biofiltration, une solution pour le traitement des BTX</i>	
Société : <b>Raffinerie de Feyzin, Total</b>	
Encadrement universitaire : <b>100 %</b>	
Position actuelle : <b>Ingénieur Procédés, Total, Raffinerie de Gonfreville.</b>	

### 7.3 Encadrements de Diplôme d'Études Approfondies et Master Recherche

Nom : **Alexis MOTTET** 2004-2005  
Formation : **DEA Matériaux, Génie des Procédés, spécialité Génie des Procédés**  
Titre : *Désorption électrochimique des composés organiques préalablement adsorbés sur charbon actif*  
Encadrement : **100 %**  
Position actuelle : **Post-doc, LBE Narbonne**

Nom : **Abdelhalim MOKHTARI** 2004-2005  
Formation : **DEA Matériaux, Génie des Procédés, spécialité Génie des Procédés**  
Titre : *Etude hydrodynamique d'un pilote de cémentation électrochimique en lit fluidisé magnétiquement stabilisé.*  
Encadrement : **50 %**  
Position actuelle : **ST Microelectronics, Grenoble**

Nom : **Fabrice GROS** 2001-2002  
Formation : **DEA Sciences et Génie des Matériaux, spécialité Génie des Procédés**  
Titre : *Cémentation électrochimique en lit fluidisé sous champ électromagnétique.*  
Encadrement : **50 %**  
Position actuelle : **Maître de Conférences, ENSC Clermont-Ferrand.**

Nom : **Leonel RAMIREZ** 1999-2000  
Formation : **DEA Chimie et Microbiologie de l'Eau, Universités de Nancy Pau et Poitiers**  
Titre : *Adsorption de pesticides en eau naturelle sur du charbon actif en grain : modélisation et acquisition des paramètres d'équilibres et cinétiques.*  
Encadrement : **50 %**

Nom : **Christelle JAFFRE** 1998-1999  
Formation : **DEA Chimie et Microbiologie de l'Eau, Universités de Nancy Pau et Poitiers**  
Titre : *Adsorption sur charbon actif en grain des pesticides en eau naturelle : développement d'un protocole d'acquisition de données pour la simulation de procédés d'adsorption.*  
Encadrement : **50 %**

Nom : **Fabien HOLLEVILLE** 1997-1998  
Formation : **DEA Chimie Fine option chimie industrielle et environnement" Université de Rennes 1**  
Titre : *Protocole d'acquisition des informations nécessaires à la simulation de l'adsorption de micropolluants sur charbon actif en grain.*  
Encadrement : **50 %**  
Position actuelle : **Enseignant Sciences Physiques et Chimiques, Nancy**

#### 7.4 Encadrements de Stages divers

Nom : <b>Mohd Hilmi NOH</b>	avril-juin 2011
Formation : <b>L3 Génie des Procédés, UJF</b>	
Titre : <i>Sonodégradation de micropolluants en présence de matière particulaire.</i>	
Encadrement : <b>100 %</b>	
Position actuelle : <b>Etudiant</b>	
Nom : <b>Marco MAMBELLI</b>	février-juin 2010
Formation : <b>Master Chimie – Università de Bologna (Erasmus)</b>	
Titre : <i>Synthèse et caractérisation de particules de TiO<sub>2</sub> à haute activité photocatalytique.</i>	
Encadrement : <b>33 %</b>	
Position actuelle : <b>Etudiant</b>	
Nom : <b>Maria GIL VILLAESCUSA</b>	février-juin 2009
Formation : <b>L2 Chimie Industrielle – Universidad Polytecnica de Cartagena(Erasmus)</b>	
Titre : <i>Evaluation des performances des ultrasons pour l'élimination du phénol.</i>	
Encadrement : <b>33 %</b>	
Position actuelle : <b>Etudiante</b>	
Nom : <b>Alexandre PERRIN</b>	avril-mai 2006
Formation : <b>L3-IUP GSI, UJF</b>	
Titre : <i>Analyses et traitements des eaux.</i>	
Encadrement : <b>100 %</b>	
Position actuelle : <b>Ingénieur projet traitements des eaux, Aquacorp, Vienne</b>	
Nom : <b>Damien CACHEUX</b>	avril-mai 2006
Formation : <b>L3-IUP GSI, UJF</b>	
Titre : <i>Mise en place du dosage du lactose et du lactate par chromatographie liquide.</i>	
Encadrement : <b>75 %</b>	
Position actuelle : <b>Consultant traitement des eaux / Environnement, Sophia Conseil, Nice</b>	
Nom : <b>Jukie HICK</b>	mai-juillet 2005
Formation : <b>ENS Electrochimie Electrometallurgie 2<sup>ème</sup> année, INPG</b>	
Titre : <i>Cémentation du cuivre sur électrode à disque tournant de fer et de zinc.</i>	
Encadrement : <b>50 %</b>	
Position actuelle : <b>Ingénieur sécurité, Total, La Défense</b>	
Nom : <b>Abdelhalim MOKHTARI</b>	février-juin 2004
Formation : <b>IUP GSI 3<sup>ème</sup> année Maîtrise, UJF</b>	
Titre : <i>Etude de la cémentation du cuivre sur une électrode à disque tournant.</i>	
Encadrement : <b>50 %</b>	
Position actuelle : <b>ST Microelectronics, Grenoble</b>	
Nom : <b>Pascal LAPIERRE</b>	juin-juillet 2003
Formation : <b>IUP GSI 2<sup>ème</sup> année Licence, UJF</b>	
Titre : <i>Contribution à l'étude de la cémentation fer-cuivre et aluminium-cuivre</i>	
Encadrement : <b>50 %</b>	
Position actuelle : <b>Ingénieur recherche, Bretagne Valorisation, ENSC Rennes</b>	
Nom : <b>Guillaume DONARD</b>	Juin-août 2002
Formation : <b>IUP GSI 2<sup>ème</sup> année Licence, UJF</b>	
Titre : <i>Cémentation cuivre-fer et cuivre-aluminium sous champs électromagnétiques.</i>	
Encadrement : <b>50 %</b>	
Position actuelle : <b>Responsable de service, Véolia Eau, Couternon</b>	

## 8 LISTE DES TRAVAUX

Le tableau synthétique suivant résume la production scientifique liée à mes activités de recherche. Les détails de ces travaux sont mentionnés suite à ce tableau.

	Nombre de travaux
Publications dans des revues internationales à comité de lecture	14
Publications dans des revues nationales à comité de lecture et communications associées	3
Communications lors de congrès internationaux avec actes	7
Communications lors de congrès nationaux avec actes	9

### 8.1 Publications dans des revues internationales à comité de lecture (PICL)

- PICL1** S. Baup, C. Jaffre, D. Wolbert, A. Laplanche,  
*Adsorption of pesticides onto granular activated carbon: determination of surface diffusivities using simple batch experiments*  
Adsorption, 2000, 6(3) 219-228.
- PICL2** S. Baup, D. Wolbert, A. Laplanche,  
*Importance of surface diffusivities in pesticide adsorption kinetics onto granular versus powdered activated carbon: experimental determination and modeling*  
Environmental Technology, 2002, 23(10) 1109-1117.
- PICL3** F. Gros, S. Baup, M. Aurousseau,  
*Intensified recovery of copper in solution: Cementation onto iron in fixed or fluidized bed under electromagnetic field*  
Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, 2008, 47(3) 3295-3302.
- PICL4** F. Gros, S. Baup, M. Aurousseau  
*Hydrodynamic study of a liquid/solid fluidized bed under transverse electromagnetic field*  
Powder Technology, 2008, 183(2) 152-160.
- PICL5** A. Abdelhay, J.-P. Magnin, N. Gondrexon, S. Baup, J. C. Willison  
*Optimization and modeling of phenanthrene degradation by Mycobacterium sp. 6PY1 in a biphasic medium using response-surface methodology*  
Applied Microbiology and Biotechnology, 2008, 78(5) 881-888.
- PICL6** A. Abdelhay, J.-P. Magnin, N. Gondrexon, S. Baup, J. C. Willison  
*Adaptation of a Mycobacterium strain to phenanthrene degradation in a biphasic culture system: influence on interfacial area and droplet size*  
Biotechnology Letters, 2009, 31(1) 57-63.
- PICL7** C. Pétrier, R. Torres-Palma, E. Combet, G. Sarantakos, S. Baup, C. Pulgarin  
*Enhanced sonochemical degradation of bisphenol-A by carbonates*  
Ultrasonics Sonochemistry, 2010, 17(1), 111-115.

- PICL8** M. Chiha, S. Merouani, O Hamdaoui, **S. Baup**, N. Gondrexon, C. Pétrier  
*Modeling of ultrasonic degradation of non-volatile organic compounds by Langmuir-type kinetics*  
Ultrasonics Sonochemistry, 2010, 17(5), 773-782.
- PICL9** M. Chiha, O. Hamdaoui, **S. Baup**, N. Gondrexon, C. Pétrier  
*Effect of mineral and organic matrices on sonochemical degradation of 4-isopropylphenol at low concentrations*  
Separation Science and Technology, 2010, 45(11), 1587-1594.
- PICL10** F. Gros, **S. Baup**, M. Aurousseau  
*Copper cementation on zinc and iron mixtures: Part 1: Results on rotating disc electrode.*  
Hydrometallurgy, 2011, 106(1-2), 119-126.
- PICL11** F. Gros, **S. Baup**, M. Aurousseau  
*Copper cementation on zinc and iron mixtures: Part 2: Fluidized bed configurations*  
Hydrometallurgy, 2011, 106(1-2), 127-133.
- PICL12** A. Abdelhay, J.-P. Magnin, N. Gondrexon, **S. Baup**, J. C. Willison  
*Enhancement of mass transfer characteristics and phenanthrene degradation in Two-Phase Partitioning Bioreactor equipped with internal static mixers*  
Biotechnology and Bioprocess Engineering, 2011, 16(2), 413-418.
- PICL13** M. Chiha, O. Hamdaoui, **S. Baup**, N. Gondrexon  
*Sonolytic degradation of endocrine disrupting chemical 4-cumylphenol in water*  
Ultrasonics Sonochemistry, 2011, 18(5), 943-950.
- PICL14** S. Bekkouche, **S. Baup**, M. Bouhelassa, S. Molina-Boisseau, C. Pétrier  
*Competitive adsorption of phenol and heavy metal ions onto titanium dioxide (Dugussa P25)*  
Desalination and Water Technology, 2012, 37(3), 364-372.

## **8.2 Publications dans des revues nationales à comité de lecture et communications associées (PNCL)**

- PNCL1** F. Gros, **S. Baup**, M. Aurousseau  
*Récupération intensifiée de métaux en solution : cémentation en lit fixe ou fluidisé sous champ électromagnétique*  
**Récents progrès en génie des procédés**, 2005, 15 C-14, 1-8.  
**10<sup>ème</sup> congrès de la Société Française de Génie des Procédés**, Toulouse, France, 20-22 Octobre 2005
- PNCL2** F. Gros, **S. Baup**, M. Aurousseau  
*Fluidisation liquide/solide sous champ électromagnétique : caractérisation et application à la cémentation électrochimique*  
**Récents progrès en génie des procédés**, n° 96 (CDRom ISBN 2-910239-70-5, article n° 251), 2007, 8 pages.  
**11<sup>ème</sup> congrès de la Société Française de Génie des Procédés**, Saint Etienne, France, 9-11 octobre 2007

PNCL3 C. Pétrier, F. Mendez-Arriaga, R. Torres-Palma, C. Pulgarin, **S. Baup**  
*Sonochimie appliquée à l'élimination de l'ibuprofène*  
Techniques Hospitalières, 2009, 715, 27-30.

### 8.3 Communications lors de congrès internationaux avec actes (CI)

- CI1 F. Gros, **S. Baup**, M. Aurousseau  
*Comparison of cementation in different reactor configurations: fixed bed or fluidised bed assisted or not by electromagnetic field*  
55<sup>ème</sup> congrès de la Société Internationale d'Électrochimie (ISE), Thessalonique, 19-14 Septembre 2004.
- CI2 F. Gros, A. Mokhtari, **S. Baup**, M. Aurousseau  
*Cementation in fluidized bed under transverse electromagnetic field: case of monocomponent bed mixture*  
Actes issus d'une communication par affiche, 7<sup>th</sup> European Symposium on Electrochemical Engineering, Toulouse, France 3-5 Octobre 2005, 479-484.
- CI3 M. Burdet, N. Commenges-Bernole, **S. Baup**, N. Gondrexon  
*Copper cementation on iron balls assisted by 20 kHz ultrasound*  
Book of proceedings, 94  
Actes issus d'une communication par affiche, ISSS 2007, New horizons in Sonochemistry and Sonoprocessing, 6-9 Décembre 2007, Kyoto, Japon.
- CI4 R. Torres-Palma, E. Combet, **S. Baup**, N. Gondrexon, C. Pulgarin, C. Pétrier  
*Endocrine disrupting compounds sonochemical degradation in the presence of inorganic anions of natural water*  
Book of proceedings, 118-119  
Actes issus d'une communication orale au 11<sup>th</sup> Meeting of the European Society of Sonochemistry, 1-5 Juin 2008, La Grande Motte, France.
- CI5 M. Chiha, O. Hamdaoui, **S. Baup**, N. Gondrexon, C. Pétrier  
*Effect of mineral and organic matrices on sonochemical degradation of 4-isopropylphenol at low concentrations*  
2<sup>nd</sup> European Conference on Environmental Applications of Advanced Oxidation Processes (EAAOP), Nicosie Chypre, 9-11 Septembre 2009.
- CI6 N. Hengl, R. Mollard, F. Pignon; C. Pétrier; N. Gondrexon, **S. Baup**, A. Magnin, L. Michot, E. Paineau  
*Enhancement of crossflow filtration by ultrasound: application to colloidal suspensions*  
International Congress on Membranes and Membrane Processes ICOM 2011, Amsterdam, 23-29 Juillet 2011.
- CI7 J. Douady, C. Hoffmann, **S. Baup**, M.-F. Soulage, S. Marc  
*Une grille critériée générique pour l'évaluation des compétences expérimentales des étudiants à l'Université*  
24<sup>ème</sup> Colloque International de l'ADMEE-Europe, Luxembourg, 11-13 Janvier 2012.

#### 8.4 Communications lors de congrès nationaux avec actes (CN)

- CN1** S. Baup, D. Wolbert, A. Laplanche  
*Adsorption de pesticides sur charbon actif : comparaison entre le charbon actif en poudre et le charbon actif en grain*  
13<sup>ème</sup> Journées Informations Eaux, Poitiers, 21-23 septembre 1998. Proceeding 78-1/78-12.
- CN2** D. Abiven, S. Baup, D. Wolbert, A. Laplanche  
*Etude de la compétition entre plusieurs pesticides et la matière organique naturelle d'une eau lors de l'adsorption sur charbon actif*  
4<sup>ème</sup> Congrès International du Groupe de Recherches Universitaire des Techniques de Traitements et d'Épuration des Eaux (GRUTTEE), 22-23 Novembre 2001, Limoges, France.
- CN3** F. Gros, S. Baup, M. Aurousseau, G. Bienvenue, L. Vigny  
*Cémentation électrochimique en lit fluidisé sous champ électromagnétique*  
Journée Scientifique du Comité pour le Développement du Génie des Procédés en Rhône-Alpes (CODEGEPRA), Grenoble, Juin 2003.
- CN4** F. Gros, S. Baup, L. Vigny, M. Aurousseau  
*Cémentation électrochimique en lit fluidisé sous champ électromagnétique*  
Journées d'Électrochimie, Poitiers, 3-6 Juin 2003
- CN5** F. Gros, S. Baup, M. Aurousseau  
*Couplage entre fluidisation sous champ électromagnétique et réaction de cémentation*  
Journée Scientifique du CODEGEPRA, St Etienne, Juillet 2005
- CN6** S. Bekkouche, S. Baup, M. Bouhelassa, N. Gondrexon, C. Pétrier  
*Adsorption compétitive de phénol et d'ions métalliques sur dioxyde de titane*  
Book of proceedings, 154-157  
Actes issus d'une communication orale au 8<sup>ème</sup> Congrès International du Groupe de Recherches Universitaire des Techniques de Traitements et d'Épuration des Eaux (GRUTTEE), 26-28 Octobre 2009, Nancy, France.
- CN7** M. Chiha, S. Baup, O. Hamdaoui, N. Gondrexon, C. Pétrier  
*Effect of organic or mineral matrix on sonochemical degradation of 4-isopropylphenol at low concentrations*  
Book of proceedings, 129-132  
Actes issus d'une communication orale au 8<sup>ème</sup> Congrès International du Groupe de Recherches Universitaire des Techniques de Traitements et d'Épuration des Eaux (GRUTTEE), 26-28 Octobre 2009, Nancy, France.
- CN8** N. Hengl, R. Mollard, F. Pignon; C. Pétrier; N. Gondrexon, S. Baup, A. Magnin  
*Intensification du procédé d'ultrafiltration par ultrasons application à des dispersions colloïdales*  
Journées Sonochimie : Ultrasons et Procédés, Grenoble, 4-5 Juillet 2011.
- CN9** N. Hengl, R. Mollard, F. Pignon; C. Pétrier; N. Gondrexon, S. Baup  
*Intensification du procédé d'ultrafiltration par ultrasons application à des dispersions colloïdales*  
Journée Scientifique du CODEGEPRA, Chambéry, Octobre 2011.

## **SYNTHESE ET PERSPECTIVE DES ACTIVITES DE RECHERCHE : CARACTERISATION ET/OU INTENSIFICATION DE PROCÉDES SOUS L'EFFET D'UNE CONTRIBUTION EXTERNE**

Les travaux qui ont mené à la production scientifique présentée dans le paragraphe précédent ont été réalisés à Rennes, au laboratoire Chimie des Nuisances et Génie de l'Environnement (Doctorat), puis à Grenoble, au Laboratoire d'Electrochimie et de Physico-chimie des Matériaux et des Interfaces ainsi qu'au Laboratoire Rhéologie et Procédés.

Tout au long de ces années, la méthodologie suivie se révèle être bien souvent la même pour les différents axes de recherche évoqués. Il s'agit d'imposer au système étudié des conditions extérieures de quelque nature qu'elles soient, afin

- de le caractériser par l'acquisition d'informations diverses tels que des coefficients de transfert
- d'en améliorer ses performances.

Cette démarche a été utilisée initialement lors de mon doctorat en plaçant le système d'adsorption dans des conditions hydrauliques telles que l'acquisition de coefficient de diffusion soit possible. Cette méthodologie a également été ensuite appliquée lors des co-encadrements de thèse que j'ai effectués, lors d'imposition de champs électromagnétiques extérieurs ou lors d'utilisation de dispositifs extérieurs d'aération. De même, cette démarche est envisagée lors de futures recherches via l'imposition de champs ultrasonores. Le détail de ces travaux de recherche est présenté dans les chapitres suivants, par ordre chronologique.

### **9 APPORT DE L'HYDRAULIQUE POUR UNE MEILLEURE CONNAISSANCE DE L'ADSORPTION : DOCTORAT**

*Élimination de pesticides sur lit de charbon actif en grain en présence de matière organique naturelle : élaboration d'un protocole couplant expériences et calculs numériques afin de simuler les équilibres et les cinétiques compétitifs d'adsorption.*

*ou comment acquérir des coefficients de diffusion en imposant des contraintes sur l'écoulement.*

Mon stage de Diplôme d'Etudes Approfondies (1997) a consisté de fait en une étude préliminaire à mon doctorat. Effectué au laboratoire Chimie des Nuisances et Génie de l'Environnement (CNGE) département Procédés et Analyses pour l'Environnement (UPRES 2239) de l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie des Rennes (ENSCR), il portait sur la simulation de l'adsorption d'un pesticide (l'atrazine) sur du charbon actif en grain au sein d'un réacteur parfaitement agité discontinu. Les premières bases ont été établies : bibliographie, choix des modèles d'adsorption, conception d'un premier programme de simulation, réflexion sur les dispositifs expérimentaux nécessaires. Les premiers résultats, encourageants, ont conduit à la poursuite de ces travaux dans le cadre d'un doctorat, financé via une allocation ministérielle.

Face à la pollution persistante des eaux naturelles par les **pesticides**, le **charbon actif en grain** (CAG) représente une réelle possibilité de traitement, afin d'atteindre les concentrations maximales admissibles imposées par la législation relative à l'alimentation en eau potable. L'efficacité de ce traitement dépend non seulement des **équilibres** et des **cinétiques d'adsorption**, mais également de l'**hydrodynamique du réacteur** et de la **compétition avec la matière organique naturelle** (MON), contenue dans les eaux brutes destinées à la potabilisation et correspondant à un ensemble complexe de substances en quantité beaucoup plus importante que les pesticides visés.

Cependant, qu'il s'agisse de la mise en place d'une nouvelle filière de potabilisation ou de la modification d'une structure déjà existante, de nombreuses questions étaient auparavant éludées lors de la conception et de la mise en place d'un filtre de charbon actif : critère du choix du charbon, évaluation de sa durée de vie, prévision de ses performances en fonction de la composition des eaux brutes, étude d'éventuels relargages. Ces informations peuvent être estimées par des études pilotes effectuées sur site, mais de tels essais s'avèrent longs (six à douze mois) et coûteux (plusieurs dizaines de milliers d'euros). En outre, les résultats obtenus ne sont pas transposables à d'autres cas. C'est pour pallier ce problème que de nombreuses recherches sont consacrées à l'élaboration de modèles de simulation des procédés d'adsorption de micropolluants organiques sur charbon actif, en configuration statique ou dynamique, en composé pur ou en compétition.

Dans ce cadre, une collaboration a été initiée par l'ensemble des Agences de l'Eau. Elle regroupait des instances administratives et des laboratoires de recherches dans le domaine de l'eau et de l'environnement, à savoir :

- l'Agence de l'Eau Loire-Bretagne,
- le Fond National pour le Développement des Adductions d'Eau (FNDAE) du Ministère de l'Agriculture et de la Pêche,
- l'Institut Français de l'Environnement (IFEN),
- l'Institut d'Analyses et d'Essais du Centre Ouest (IANESCO-Chimie),
- le laboratoire Chimie de l'Eau et de l'Environnement de l'Ecole Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers,
- le laboratoire Sciences de l'Eau et de l'Environnement de la Faculté des Sciences de Limoges,
- le laboratoire Chimie des Nuisances et Génie de l'Environnement de l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes,

Cette vaste collaboration portait sur le thème de recherche commun "*Elimination des pesticides dans les eaux souterraines par l'utilisation du charbon actif - Mise au point d'un outil méthodologique*".

En ce qui concerne le laboratoire CNGE, notre objectif de recherche était double.

Il s'agissait d'une part de concevoir, d'écrire et de valider un logiciel de simulation d'adsorption qui prenne en compte simultanément trois aspects clés inhérents à l'adsorption d'un pesticide contenu dans une eau naturelle : les cinétiques d'adsorption ; la compétition pesticide/MON ; l'hydrodynamique du réacteur d'adsorption.

Parallèlement à ce volet numérique, le deuxième but était de développer un protocole expérimental permettant :

- d'acquérir les paramètres d'équilibre et cinétiques,
- de simuler l'adsorption d'un pesticide contenu dans une eau naturelle sur un lit de charbon actif en grain.

Afin de répondre à ce double objectif, deux logiciels de simulation de l'adsorption compétitive sur charbon actif en grain ont été conçus et écrits. Leur approche théorique s'appuie sur les trois aspects clés inhérents à l'adsorption d'un pesticide contenu dans une eau naturelle précédemment cités et détaillés ci-après :

(1) le modèle de la diffusion de surface homogène (HSDM)

Ce modèle de cinétique d'adsorption prend en compte une étape de **transfert de matière externe** (transfert à travers la couche externe liée à l'adsorbant) suivi d'une étape de **diffusion superficielle** (transfert intragranulaire). La valeur du coefficient de transfert de matière externe ( $k_f$ ) est obtenue par l'utilisation de formules semi-empiriques. En revanche, il n'existe pas de relation semi-empirique afin d'accéder à la valeur du coefficient de diffusion superficielle ( $D_s$ ). De ce fait, l'obtention de ce coefficient ne peut se faire que par simulation couplée à des expériences de cinétique.

Par conséquent, le travail expérimental met en œuvre une colonne différentielle discontinue (DCBR) sur laquelle les cinétiques d'adsorption du composé cible sont observées. Ce dispositif expérimental original permet d'une part de s'approcher au mieux du concept du RPA discontinu. D'autre part, ce dispositif permet de maîtriser efficacement l'étape de transfert de matière externe et de s'assurer ainsi que les manipulations sont conduites dans des conditions telles qu'un coefficient de diffusion superficielle peut effectivement être acquis.

Une première expérience est nécessaire en eau ultra pure (EUP) afin d'acquérir le coefficient de diffusion superficielle du pesticide ( $D_{s,p}$ ). Une seconde manipulation est réalisée en eau naturelle pour obtenir le coefficient de diffusion superficielle de la matière organique ( $D_{s,EBC}$ ).

(2) la théorie de la solution adsorbée idéale (IAST) pour modéliser la compétition et l'introduction d'un composé fictif.

Ce **composé fictif** (ou EBC pour Equivalent Background Compound) représente l'influence de la matière organique naturelle, contenue dans les eaux à potabiliser et qui entre en compétition avec le micropolluant cible.

Le travail expérimental consiste à réaliser des équilibres isothermes d'adsorption en eau ultra pure, en eau réelle et en eau réelle diluée par de l'eau ultra pure.

Dans le cas du pesticide en eau ultra pure, les résultats sont exploités sous la forme d'une relation de Freundlich (coefficients  $K_P$  et  $n_P$ ). Afin de déterminer les paramètres d'équilibre du composé fictif (coefficients  $K_{EBC}$  et  $n_{EBC}$ ), un calcul itératif permet de résoudre les équations de la **Théorie de la Solution Adsorbée Idéale** dans le cas de 2 composés (l'EBC et le pesticide) dès que de l'eau naturelle est utilisée.

(3) l'hydrodynamique des réacteurs concernés.

Le transfert du pesticide et son adsorption dépend non seulement des phénomènes précédemment décrits, mais également de l'écoulement du fluide à traiter.

Dans le cas du réacteur DCBR, développé afin d'acquérir les coefficients de diffusion superficielle  $D_s$  du pesticide puis de l'EBC, le bilan est celui d'un **réacteur discontinu parfaitement agité**. Le logiciel ADSORPA concerne la simulation au sein d'un tel réacteur.

Dans le cas du lit de CAG, qui correspond au traitement réel en usine de potabilisation devant être finalement simulé, le modèle **piston**-dispersion a été utilisé. Le programme ADSORBED est relatif à l'adsorption dans ce type de réacteur.

Différentes méthodes numériques ont été utilisées afin de résoudre le système algèbro-différentiel de notre modèle, notamment l'incorporation des collocations orthogonales intérieures pour traiter les équations différentielles partielles qui constituaient une des principales difficultés. Ces logiciels ont été validés numériquement à partir de nombreux résultats issus de la littérature, comme le montre la figure suivante.

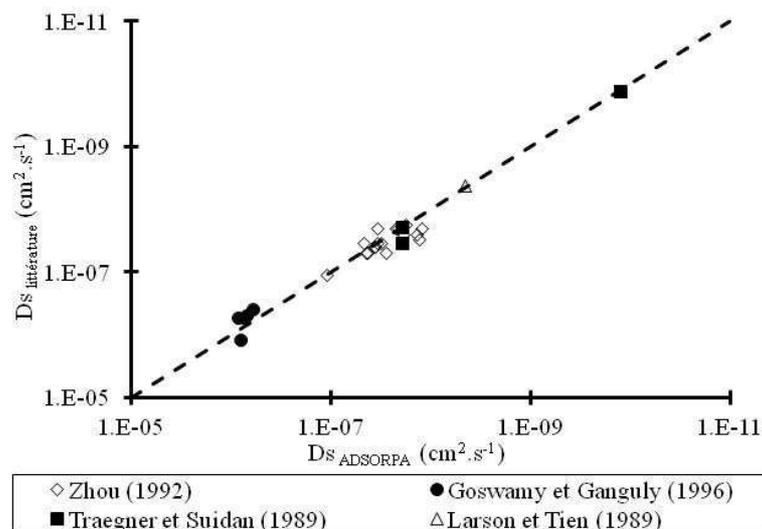


Figure n°1 : Validation du logiciel ADSORPA

Le schéma suivant résume les 8 étapes (5 expérimentales et 3 numériques) et les différents éléments du protocole de simulation.

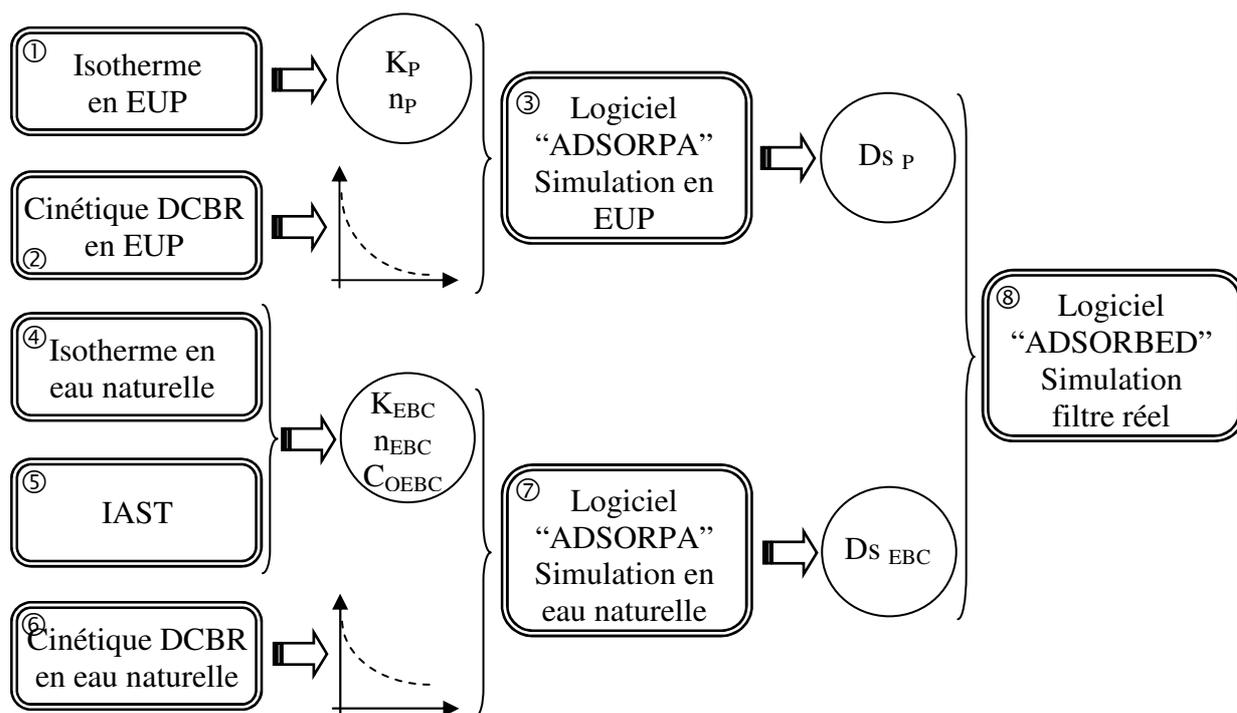


Figure n°2 : Protocole d'acquisition de coefficients cinétiques et de simulation

Pour une eau naturelle, ce protocole a été mis en œuvre sur trois pesticides (atrazine, bromoxynil et diuron) et deux charbons actifs en grain commerciaux (Chemviron Filtrasorb 400 et Pica Picactif TE60).

Les figures suivantes illustrent l'acquisition des coefficients de diffusion superficielle, que ce soit celui d'un pesticide dans le cas d'une cinétique menée en eau ultra-pure, ou celui du composé fictif dans le cas d'une cinétique effectuée en eau naturelle.

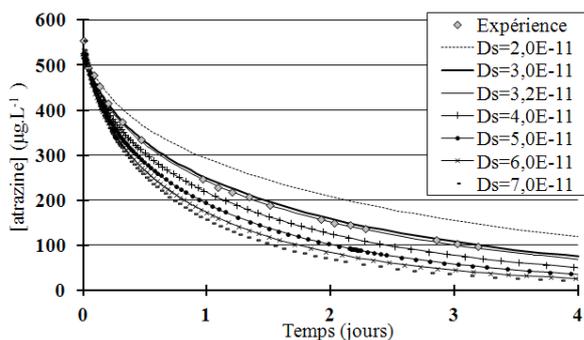


Figure n°3a : Acquisition de  $D_s$  de pesticide : étape 3

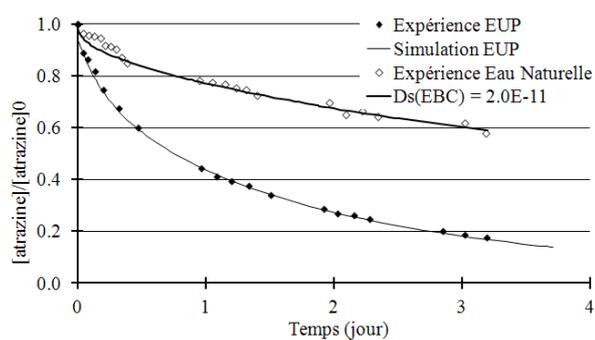


Figure n°3b : Acquisition de  $D_s$  de l'EBC : étape 7

Figure n°3 : Acquisition de coefficients cinétiques et de simulation (cas de l'atrazine sur le TE 60)

Il est ainsi possible de définir des conditions de choix et d'utilisation de filtres de CAG. Ce protocole permet d'obtenir un ensemble d'informations utiles à la conception et au dimensionnement des filtres, telles que :

- le temps de percée d'un filtre à la géométrie définie,
- le comportement de filtres de hauteurs inférieures à celle prise pour le calcul,
- la hauteur de charbon minimale pour ne pas avoir une percée au temps initial.

Les résultats autres que numériques permettent de souligner que la "qualité" d'un charbon actif ne se définit pas uniquement en termes de coefficients d'équilibre, obtenus classiquement par un simple isotherme en eau ultra-pure. De nombreuses autres propriétés sont éludées lors de la description d'un charbon actif par cette seule approche, notamment

- le comportement vis-à-vis de la compétition,
- la cinétique vis-à-vis du pesticide,
- la cinétique vis-à-vis de la MON.

A titre d'exemple, pour les deux charbons actifs étudiés, la molécule dont l'adsorption est la plus lente est le diuron. En ne considérant que les coefficients d'équilibre du diuron, supérieurs à ceux des autres pesticides, ce pesticide apparaissait pourtant comme la molécule la plus apte à être adsorbée. Cela reste vrai pour une pollution chronique relativement modérée, mais nécessitera une hauteur minimale évitant la fuite plus importante. Par contre, dans le cas d'un pic de pollution, son coefficient de diffusion plus faible impliquera une adsorption plus lente, défavorisée par rapport à celle des autres pesticides.

Enfin, l'utilisation du concept du composé fictif et l'acquisition de ses coefficients d'équilibre et de cinétique ont permis de souligner quelques tendances.

- Concernant l'équilibre, pour un même pesticide, les coefficients de Freundlich de l'EBC varient selon le charbon actif employé. De plus, les  $C_{EBC,0}$  sont supérieures aux valeurs des concentrations initiales en pesticide et ces valeurs varient, du fait de l'hétérogénéité de la matière organique naturelle. En effet, selon le couple charbon actif / pesticide considéré, ce sont des fractions différentes de la MON qui entrent en compétition.

- Du point de vue cinétique, les diffusivités superficielles obtenues pour l'EBC sont inférieures à celles obtenues pour les pesticides. Cela est probablement dû à la taille, relativement importante, des molécules qui composent la matière organique naturelle. Néanmoins, au contraire des coefficients d'équilibre, les valeurs des  $D_s$  de l'EBC varient peu. On peut donc s'interroger sur l'utilisation d'une même valeur de  $D_s$  pour une même eau naturelle, quel que soit le pesticide en compétition.

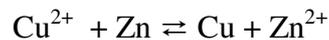
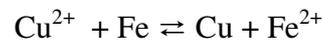
**Publication relatives à ces travaux de recherches :** PICL1 ; PICL2 ; CN1 ; CN2

10 APPORT DE CHAMPS ELECTROMAGNETIQUES POUR UNE MEILLEURE MISE EN ŒUVRE DE LA CEMENTATION : DOCTORAT DE FABRICE GROS

*Récupération intensifiée de cuivre en solution : cémentation électrochimique sur lits fixe et fluidisé, mono ou bicomposant, sous champ électromagnétique*

*ou comment améliorer la cémentation en imposant un champ électromagnétique externe.*

Dans le cadre d'une double problématique (dépollution d'effluents contenant des ions métalliques pour une valorisation des déchets / production primaire au sein d'installations hydrométallurgiques), la cémentation s'avère être une technique de choix dans la récupération d'ions métalliques en solution. La cémentation est une réaction électrochimique qui met en présence les ions d'une espèce noble et/ou toxique ( $\text{Cu}^{2+}$  par exemple) et un métal sacrificiel (fer ou zinc par exemple). Les ions de l'espèce noble sont alors réduits spontanément et le métal oxydé, selon les équations suivantes dans le cadre de cette recherche :



Ainsi, cette étude était consacrée à la **cémentation** des ions cuivre (II) en solution. Par ailleurs, cette réaction chimique a été mise en place sur **lits fixes** ou sur **lits fluidisés** de métal sacrificiel, constitué de billes d'acier et/ou de zinc, afin d'être dans une configuration hydrodynamique favorable. En outre, une des originalités de ce travail a été l'imposition d'un **champ électromagnétique** transverse à l'écoulement, afin d'intensifier cette configuration.

Pour cela, une unité pilote a été conçue et développée à cette occasion. Ce prototype était constitué d'un réacteur de cémentation parallélépipédique avec un système d'injection du liquide innovant, incluant deux entrées opposées en forme de cône, suivi d'une chambre de tranquillisation puis d'un convergent. Le sens d'écoulement ascendant du liquide au sein du réacteur permettait l'étude des régimes de filtration et de fluidisation. Ce pilote est présenté sur la figure suivante.

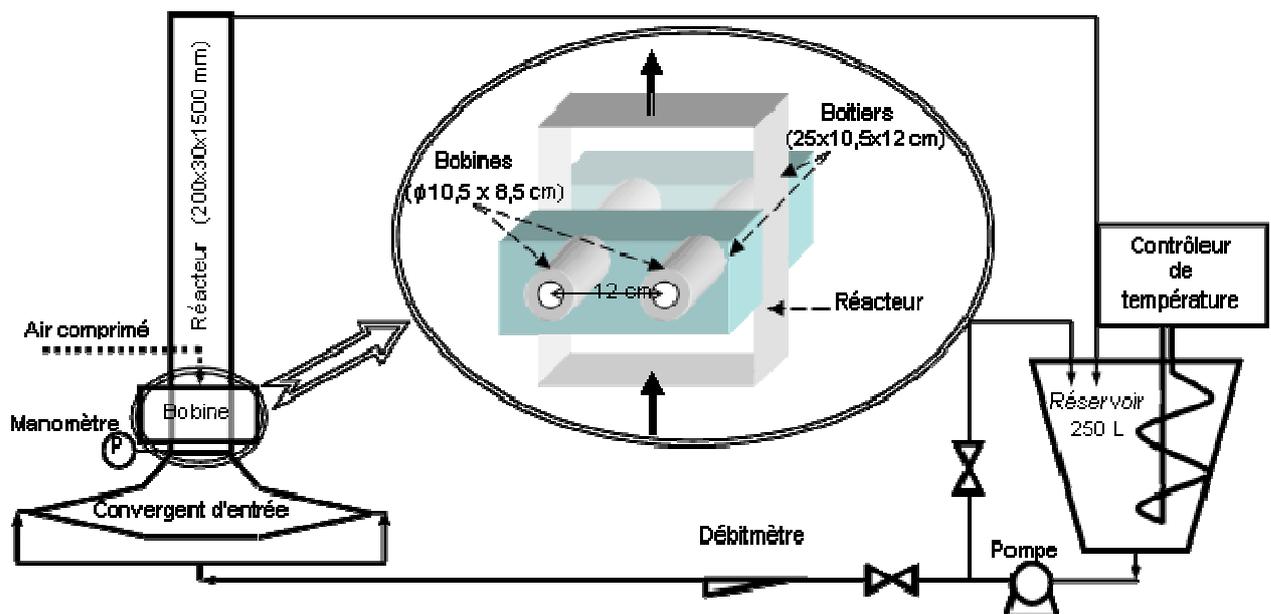


Figure n°4 : Schéma général de l'unité pilote de cémentation

Deux étapes principales se sont successivement dégagées. Tout d'abord, il s'est agit de caractériser l'hydrodynamique de cette installation, d'une part via l'étude des pertes de charge engendrées lors de l'écoulement à travers le lit de métal sacrificiel et d'autre part par l'utilisation de la technique de la distribution des temps de séjour. Dans un second temps, la cémentation électrochimique a été mise en jeu sur cette unité pilote, et étudiée au travers de l'influence des paramètres opératoires sur les cinétiques de récupération du cuivre.

## 10.1 Caractérisation hydrodynamique de l'unité pilote

La caractérisation hydrodynamique du pilote s'est orientée selon deux axes de travail. Leurs objectifs respectifs étaient d'une part la détermination des **conditions optimales de fonctionnement** du pilote et d'autre part **l'acquisition des coefficients de transfert** de matière.

La première de ces phases a consisté en la caractérisation du comportement d'un milieu fragmenté dans le réacteur, grâce au suivi des pertes de charge engendrées et de sa hauteur. D'abord concentré sur des lits monocomposants (grenailles d'acier ou particules de zinc), ce travail s'est étendu sur lits bicomposants (mélanges à proportion variable de ces deux constituants) pour différentes conditions opératoires, en absence de champ électromagnétique. L'évolution des pertes de charge en fonction du débit obtenue expérimentalement était bien celle attendue, à savoir une augmentation caractéristique de la filtration suivie d'un plateau correspondant au régime de fluidisation (voir courbe en trait plein de la *figure 5*). Le débit minimal de fluidisation (noté  $Q_{mf H=0}$  en absence de champ électromagnétique) est une des caractéristiques du comportement du lit de métal sacrificiel.

Cette tâche préliminaire a servi de base à l'étude de la fluidisation sous champ électromagnétique. Nous avons eu recours à deux modes de fonctionnement différents des champs électromagnétiques.

Le premier mode met en œuvre un champ électromagnétique alterné dans l'espace et le temps afin d'obtenir une promotion d'agitation supplémentaire au sein du milieu poreux. Cependant, les résultats obtenus ne mettent pas en évidence la génération d'une agitation supplémentaire (connue sous le nom d'effet Magnetically Stirred Reactor, MSR) au sein du lit. En outre, les pertes de charge engendrées suivent la même évolution qu'en absence de champs électromagnétiques.

Le second mode de fonctionnement, dans lequel le champ électromagnétique est stationnaire, semble le plus intéressant en terme de comportement hydrodynamique du milieu poreux. Ainsi, sous l'effet de ce champ électromagnétique stationnaire transverse, il a été montré que le lit présente un comportement différent dont un état particulier dans lequel il est à la fois **expansé** et **stabilisé magnétiquement (Magnetically Stabilised Fluidized Bed, MFSB)** et les pertes de charges présentent une évolution différente par rapport aux configurations précédemment décrites. En effet, au-delà du débit minimal de fluidisation à champ électromagnétique nul, le lit conserve sa stabilité initiale, puis s'expande à partir d'un débit noté  $Q_e$ . Le lit expansé conserve ensuite sa stabilité jusqu'à un débit noté  $Q_{max}$ . Ainsi, entre  $Q_e$  et  $Q_{max}$ , le lit est dit expansé stabilisé magnétiquement, la cohésion du milieu fragmenté étant renforcée par l'action des forces d'origine électromagnétique. Puis, au-delà de  $Q_{max}$ , le lit présente de nombreux passages préférentiels, ce qui correspond à une chute brutale des pertes de charge.

Un exemple d'évolution des pertes de charge en fonction du débit en présence d'un champ électromagnétique stationnaire est présenté à la figure suivante, faisant mention des débits caractéristiques précédemment présentés, à savoir  $Q_{mf H=0}$ ,  $Q_e$  et  $Q_{max}$ .

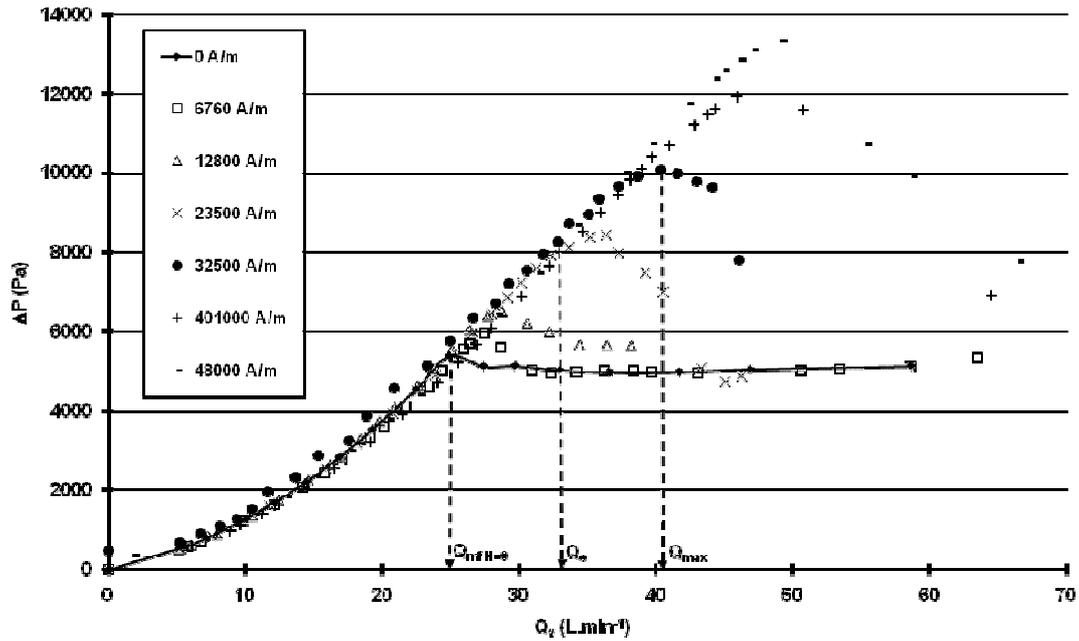


Figure n°5 : Evolution des pertes de charge d'un lit de billes de fer en fonction du débit pour différentes intensités dans le cas d'un champ électromagnétique stationnaire transverse.

Ces résultats ont été confirmés pour plusieurs valeurs de champs électromagnétiques, compris entre 0 et  $48000 \text{ A.m}^{-1}$  (soit de 0 à 60 mT) pour 4 diamètres différents de billes de fer (de 1,56 à 2,56 mm), ainsi que pour différentes proportions de mélange de billes de fer et de particules de zinc (de 100 à 10 % en fer).

Ces résultats sont synthétisés par des diagrammes d'état, exhibant trois zones distinctes (lit fixe, lit partiellement stabilisé, lit expansé stabilisé magnétiquement MSFB). Ces diagrammes d'état constituent un outil prédictif, qui permet d'anticiper sur l'état du lit réactionnel en connaissant la vitesse en fût vide et la valeur du champ électromagnétique. Un exemple de ces diagrammes d'état est fourni à la figure suivante.

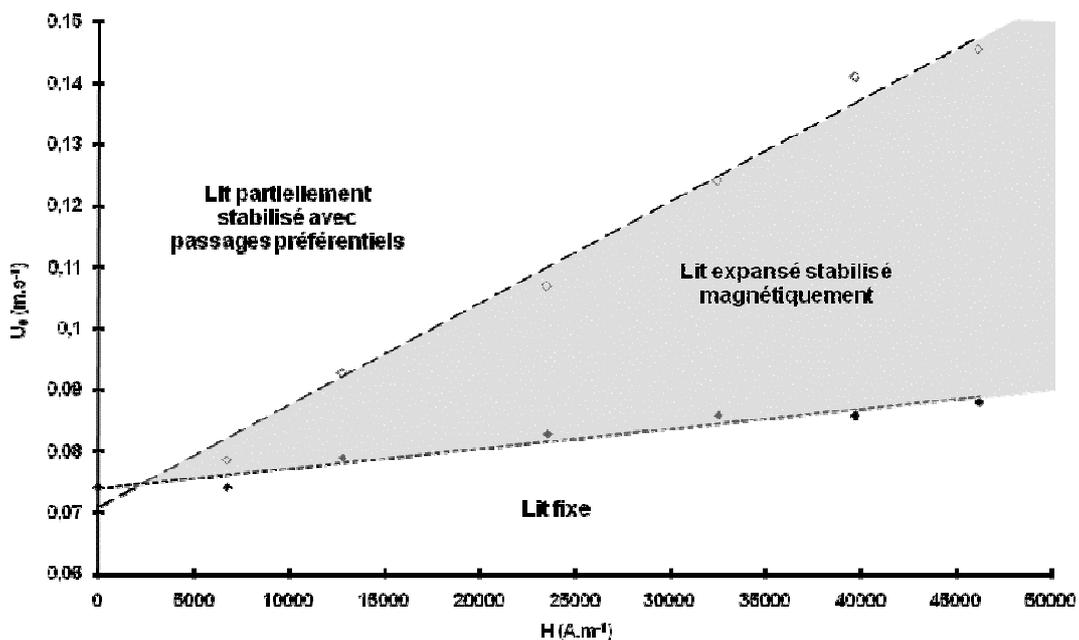


Figure n°6 : Diagramme d'état d'un lit de billes de fer (75%) et de zinc (25%) sous champ électromagnétiques.

La seconde étape de cette étude hydrodynamique est relative à l'étude de la distribution des temps de séjour (DTS) au sein de l'unité pilote. Cette technique consiste à caractériser l'hydrodynamique d'un réacteur à partir de la déformation (observée en sortie du réacteur) du signal d'un traceur (injecté en entrée du réacteur). L'objectif final est de modéliser l'unité pilote de cémentation en un enchaînement de réacteurs idéaux modèles : le réacteur parfaitement agité continu (RPAC ou CSTR pour Continuous Stirred Tank Reactor) et le réacteur à écoulement piston (REP ou PFR pour Plug-Flow Reactor). Ces réacteurs idéaux ont pour avantage d'avoir une DTS bien maîtrisée.

Aussi, il a été procédé à l'injection d'un traceur salin sous forme d'une impulsion (5 mL d'une solution de KCl à  $3 \text{ mol.L}^{-1}$ ) et à l'enregistrement de la conductivité en sortie de réacteur. Finalement, l'écoulement dans notre unité pilote a été caractérisé selon le modèle compartimenté suivant.

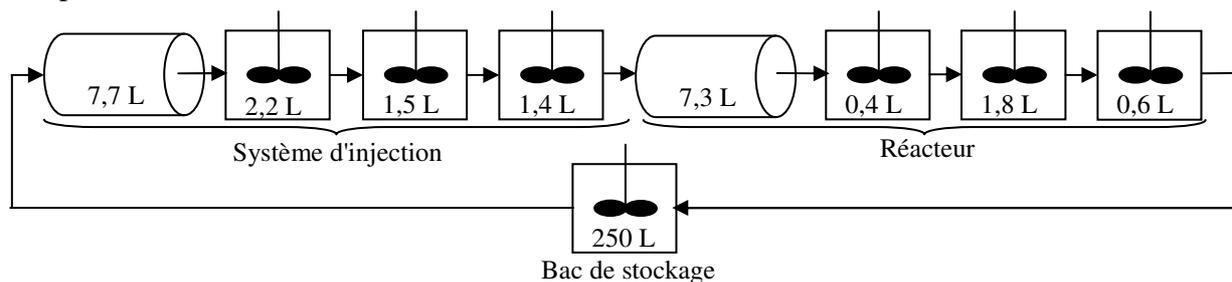


Figure n°7 : Schématisation de l'écoulement (  symbolisant les CSTR et  symbolisant les PFR).

## 10.2 Etude des cinétiques de récupération du cuivre en solution

Ces caractérisations préliminaires ont été directement mises à profit pour l'étude des réactions de cémentation au sein de l'unité pilote et pour l'acquisition des coefficients de transfert de matière propres à chaque expérience de cémentation, via la modélisation du procédé.

Dans un premier temps, les cinétiques de la cémentation sur lit de grenailles d'acier et/ou de particules de zinc ont été étudiées grâce au suivi de la concentration des ions cuivre en solution. L'étude exhaustive des paramètres opératoires a notamment porté sur l'influence du débit, de la température, du pH, de la concentration initiale en cuivre, de la hauteur initiale du lit, de la granulométrie des billes de métal de fer et de la proportion de zinc dans la composition du lit. L'étude de ces paramètres a permis de mettre l'accent sur les aspects suivants :

- La limitation de ces réactions par le transport de matière. Ce contrôle par diffusion-convection est confirmé par les évolutions des coefficients de transfert de matière en fonction du débit, ainsi que par les évaluations des énergies d'activation des systèmes étudiés.

- L'importance de la morphologie du ciment permet très souvent de justifier les différences observées entre les cinétiques des différentes expériences mises en œuvre. De forme dendritique, il permet une augmentation de la turbulence locale et conduit ainsi à une accélération des cinétiques.

- L'utilisation de lits mixtes fer/zinc s'accompagne d'une diminution du taux de transformation et de la quantité de fer consommé. La protection complète du fer par couplage galvanique avec le zinc n'est cependant pas effective. De plus, une augmentation du nombre de moles total de métal sacrificiel consommé apparaît lors de l'introduction de zinc. Elle

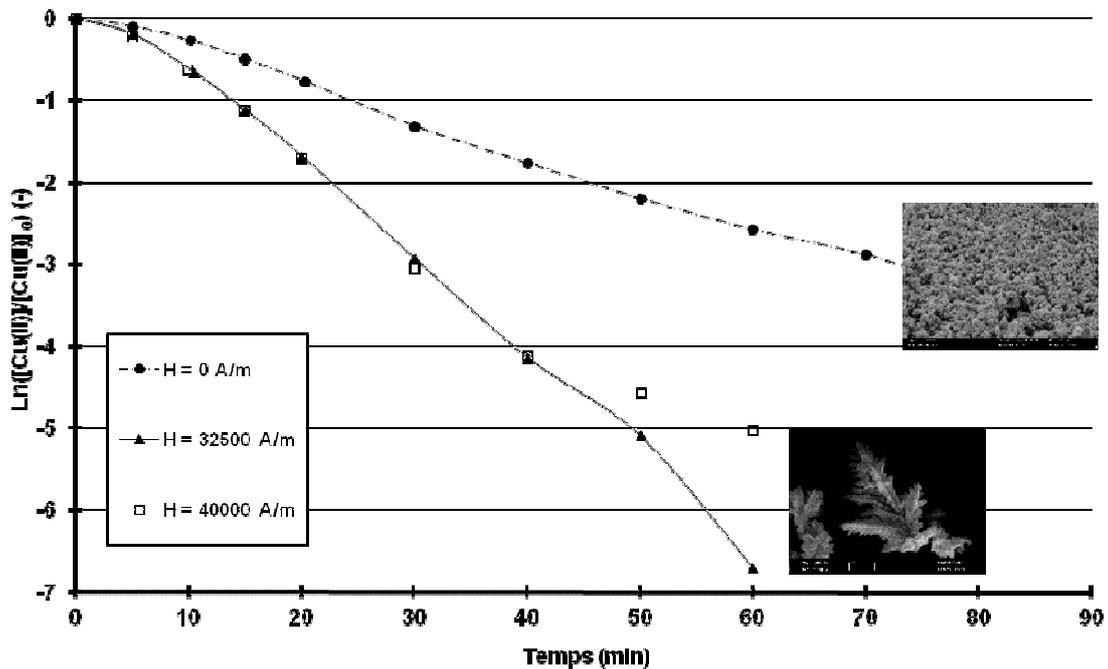
résulte d'une attaque acide très importante de ce métal. Cependant, la présence du zinc est utile pour la diminution de la quantité de matériel ferromagnétique relargué. Ainsi préservées, les grenailles pourront jouer leur rôle stabilisateur sur le lit pendant une durée d'opération plus grande.

Par ailleurs, l'influence du champ électromagnétique a montré que l'utilisation d'un champ électromagnétique variable n'intensifiait pas la réaction, comme en témoigne les valeurs des coefficients apparents de transfert de matière, consignées dans le tableau 2.

*Tableau 2 : Coefficients de transfert de matière (exprimé en  $m.s^{-1}$ ) en fonction de l'intensité et du caractère stationnaire du champ électromagnétique.*

Intensité du champ ( $A.m^{-1}$ )	0	32500	40000	48000
Champ variable	$9,8.10^{-5}$	$10.8 \text{ à } 13.8.10^{-5}$		
Champ stationnaire		$22,3.10^{-5}$	$22,8.10^{-5}$	

A contrario, lorsque le lit est expansé et stabilisé magnétiquement (MSFB) sous l'effet d'un champ électromagnétique stationnaire, le procédé est nettement intensifié. Ceci est attesté non seulement par les cinétiques plus rapides, telles que décrites à la figure suivante, mais également par les coefficients de transfert de matière, qui sont presque doublés (Tableau 2). De plus, les observations de ciment permettent de mettre à nouveau en exergue le rôle de sa morphologie, qui est dendritique lorsque le lit est stabilisé magnétiquement au contraire de son aspect bulbeux lors d'une simple fluidisation sans champ magnétique imposé.



*Figure n°8 : Cinétiques de cémentation selon l'intensité du champ électromagnétique stationnaire. ( $T = 20^{\circ}C$ ,  $[Cu(II)]_0 = 250 \text{ ppm}$ ,  $pH = 2,5$ ,  $L_0 = 20 \text{ cm}$ ,  $Q_V = 35 \text{ L.min}^{-1}$ )*

Cette étude a été réalisée en collaboration avec la société Propension (Ville la Grand, 74) et l'entreprise ELSA Métal (Genève, Suisse)

**Publication relatives à ces travaux de recherches :** PICL3 ; PICL4 ; PICL10 ; PICL11 ; PNCL1 ; PNCL2 ; CI1 ; CI2 ; CN3 ; CN4 ; CN5.

## **11 APPORT DE MELANGEURS STATIQUES POUR UNE MEILLEURE MISE EN ŒUVRE DE LA BIODEGRADATION : DOCTORAT DE ARWA ABDELHAY**

### ***Conception et développement d'un bioréacteur diphasique type TPPB (Two-Phase Partitioning Bioreactor) pour la dégradation du phénanthrène par *Mycobacterium* sp. 6PY1***

*ou comment améliorer la biodégradation en imposant une oxygénation par des mélangeurs statiques.*

Les Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) constituent une famille de composés organiques importants d'un point de vue environnemental, du fait de leur présence dans différents compartiments (liquide et solide), de leur hydrophobicité et de la forte toxicité de certains d'entre eux. Classés en tant que Polluants Organiques Persistants (POP), ces composés ont une persistance telle que la recherche de méthodes viables de traitement est indispensable. De nombreuses recherches s'inscrivent dans le cadre de l'intensification de procédés par couplage de procédés biologiques et physico-chimiques pour la dépollution de supports solides contaminés par les HAP. Ainsi, la **bioremédiation en système biphasique** s'avère être une solution intéressante afin de dégrader ce type de micropolluants.

Dans ce cadre, nous nous sommes intéressés à la biodégradation du phénanthrène, qui fait partie des 16 HAP considérés comme polluants prioritaires par l'USEPA. Aussi, la dégradation de cette molécule cible par la bactérie *Mycobacterium* a été optimisée selon 2 approches. Tout d'abord, l'application de la méthodologie des plans d'expériences a permis de mettre en évidence les paramètres les plus adaptés à sa biodégradation. Par la suite, la dégradation biologique a été mise en place sur un pilote de traitement à plus grande échelle. Ce procédé biologique a été intensifié par le biais des mélangeurs statiques, favorisant l'oxygénation du milieu et la dispersion du support organique (huile de silicone) au sein du milieu de culture.

#### **11.1 Adaptation, optimisation et modélisation de la biodégradation du phénanthrène par *Mycobacterium* sp 6PY1.**

La première étape a été consacrée à l'adaptation physiologique de la souche *Mycobacterium* 6PY1, qui a fait l'objet de cultures séquentielles dans des milieux biphasiques contenant du phénanthrène. Les cinétiques d'élimination du polluant ont mis en évidence la dégradation totale du phénanthrène à partir de la 4<sup>ème</sup> sous-culture, dans le cadre de nos conditions expérimentales. Cela a été corroboré par la diminution du temps de latence, comme mentionné sur la légende de la figure suivante.

L'analyse des intermédiaires de dégradation a montré que cette meilleure efficacité à partir de la 4<sup>ème</sup> sous-culture ne provient pas d'un changement de voie métabolique. En effet, les intermédiaires (acide phtalique, acide diphénique et 2-carboxybenzaldéhyde notamment) sont les mêmes quel que soit le niveau de la culture.

Par contre, la production de biosurfactant et la formation de biofilm ont été identifiées comme les mécanismes d'adaptation utilisés par *Mycobacterium* sp. 6PY1. Ces mécanismes se manifestent par la sécrétion de biosurfactant, visible sous forme d'une émulsion, qui s'avère entièrement développée à l'interface huile de silicone / eau à partir de la 4<sup>ème</sup> sous-culture. Ce biosurfactant favorise ainsi la disponibilité du substrat.

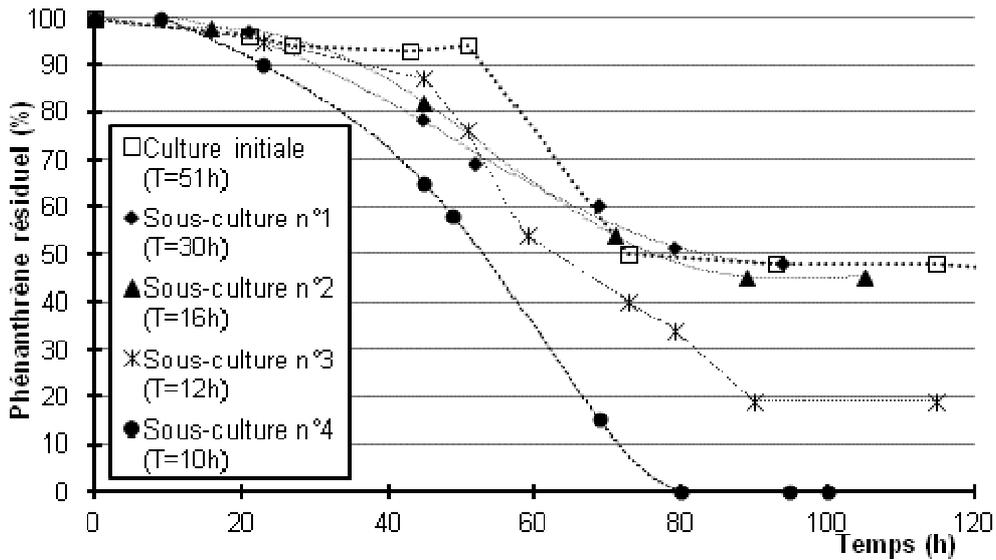


Figure n°9 : Cinétiques de biodégradation du phénanthrène lors des cultures séquentielles et temps de latence respectifs (T).

Cette adaptation effectuée, l'optimisation des conditions opératoires a été entreprise, par l'intermédiaire d'un plan d'expériences bien défini (Central Composite Design et Design Expert). Les paramètres opératoires étudiés via ce plan d'expériences ont été choisis comme étant :

- la température (°C), variant entre 20 et 30°C ;
- le ratio volumique huile de silicone / milieu de culture, allant de 0.1 à 0.4 ;
- la concentration initiale en cellule ( $\mu\text{g}_{\text{protéines}} \cdot \text{mL}^{-1}$ ), entre 0,06 et 9  $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ .

Les indicateurs utilisés en tant que réponses expérimentales ont été la vitesse spécifique de biodégradation du phénanthrène ( $\text{mg} \cdot \text{h}^{-1}$ ), la vitesse volumique de biodégradation ( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ) ainsi que le temps pour lequel 90% du phénanthrène initial ont été consommés (h).

Suite aux expérimentations, les relations mathématiques traduisant l'influence directe et mutuelle des paramètres opératoires sur les réponses ont été calculées. Ces relations ont été corroborées par différents tests statistiques.

En outre, les graphes 3D représentant les influences mutuelles des paramètres opératoires ont été utilisés. L'exemple de l'évolution de la vitesse volumique de biodégradation est présenté ci-dessous.

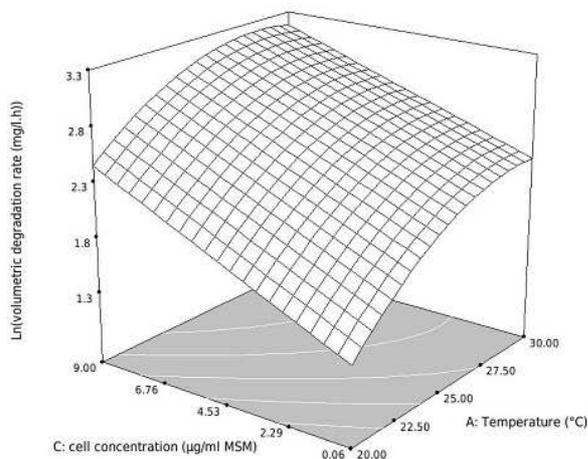


Figure n°10a : ratio huile/milieu de culture = 0.1

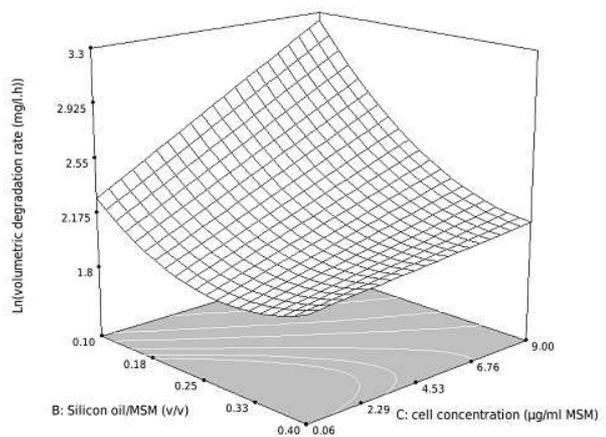


Figure n°10b : température = 30 °C

Figure n°10 : Surface de réponse de la vitesse volumique de dégradation selon les paramètres opératoires.

De cet ensemble d'expériences, il ressort que la biodégradation du phénanthrène en milieu biphasique par la souche *Mycobacterium* 6PY1 est optimale pour une température de 30°C et une concentration initiale en bactéries de 9  $\mu\text{g}_{\text{protéines}}\cdot\text{mL}^{-1}$ . Par ailleurs, la vitesse spécifique de biodégradation du phénanthrène est maximale (0,17  $\text{mg}\cdot\text{h}^{-1}$ ) pour le ratio volumique huile de silicone / milieu de culture de niveau le plus élevé du plan d'expériences (0,4). A contrario, la vitesse volumique de biodégradation maximale (22  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$ ) a été atteinte pour un ratio volumique huile de silicone / milieu de culture de niveau le plus bas du plan d'expériences (0,1). Ceci s'explique car, à concentration initiale constante en bactérie, la capacité de faire une émulsion est plus élevée à faible volume réactionnel. Il est donc préférable de travailler à un ratio volumique huile de silicone / milieu de culture de 0,1, ce qui est conforté par l'aspect économique.

Les résultats fondamentaux acquis au cours de ces étapes préliminaires ont été par la suite appliqués à la dégradation de phénanthrène dans un bioréacteur diphasique combiné avec un système d'aération basé sur des mélangeurs statiques.

## 11.2 Biodégradation du phénanthrène par *Mycobacterium* sp 6PY1 et transfert de dioxygène dans un bioréacteur diphasique (TPPB)

Cette partie est dévolue d'une part à l'optimisation et à l'intensification du bioprocédé en intégrant un système d'oxygénation dans un bioréacteur diphasique et, d'autre part, à la modélisation du transfert gaz (oxygène) / liquide (milieu de culture) dans ce bioréacteur. Le pilote utilisé contient 4,4 litres de milieu de culture. Une double enveloppe permet le contrôle de la température. Ce bioréacteur est muni d'une boucle externe d'aération, constituée d'un tube pyrex dans lequel deux mélangeurs statiques Sulzer SMV(longueur 2 cm et diamètre 2 cm) ont été montés. Une colonne de verre (40 cm) est utilisée pour assurer le contact entre l'air et la recirculation de liquide avant réintroduction dans le milieu de culture. Une pompe volumétrique assure le débit, dont la valeur est mesurée par le biais d'un débitmètre à ailettes. Une acquisition en continu du dioxygène dissous dans le milieu est effectuée grâce à une électrode spécifique à membrane. Le schéma de principe du dispositif est le suivant.

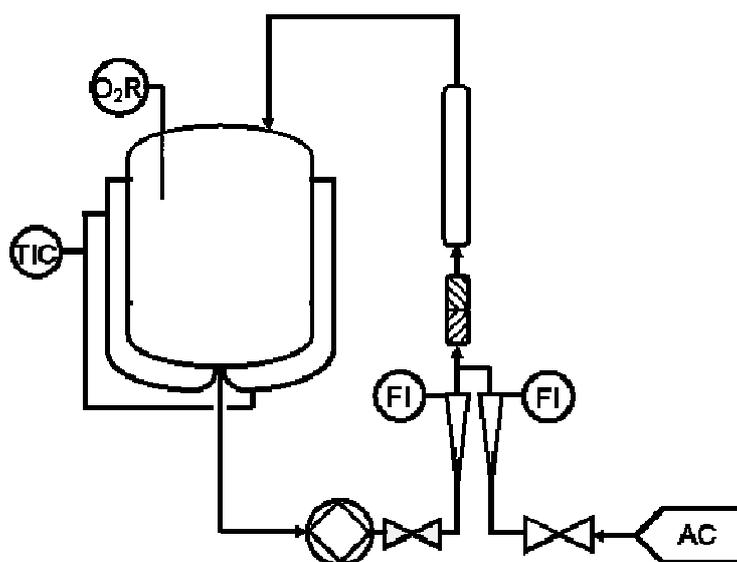


Figure n°11 : Schéma du bioréacteur diphasique utilisé pour la dégradation du phénanthrène

Les performances des mélangeurs statiques sur le transfert de dioxygène ont tout d'abord été évaluées. Pour ce faire, en partant d'un milieu préalablement désoxygéné, un suivi de la cinétique de réoxygénation a été effectué, soit avec le dispositif d'aération avec mélangeurs statiques, soit avec la boucle d'aération classique. Comme en atteste la figure 12, les mélangeurs statiques permettent une oxygénation nettement plus rapide.

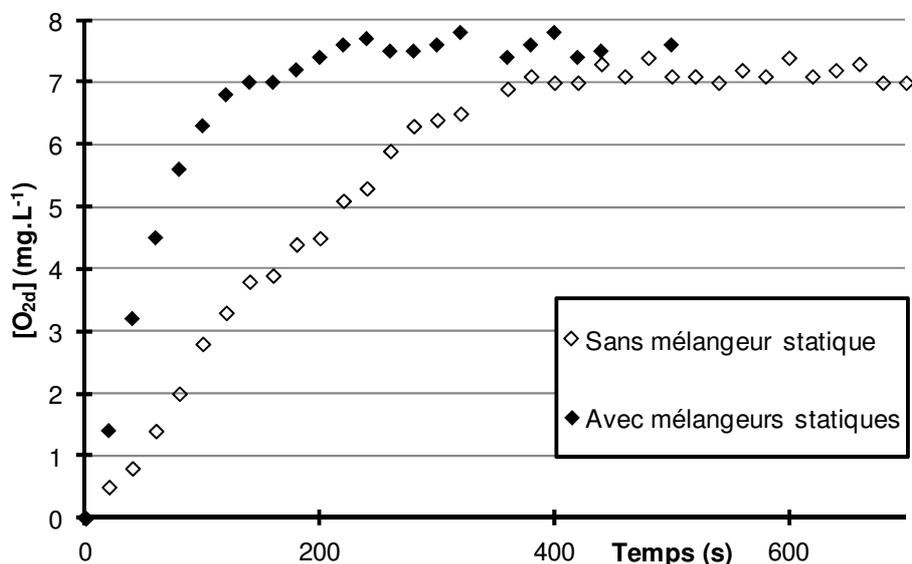


Figure n°12 : Effet des mélangeurs statiques sur la cinétique de réoxygénation du réacteur

Cet effet est principalement dû à la capacité de ces dispositifs à augmenter l'aire spécifique du gaz, qui a une influence directe sur le transfert de matière. Ainsi, quel que soit le débit d'air comprimé entre 3 et 12 L.min<sup>-1</sup>, le coefficient volumique de transfert de matière ( $k_L.a$ ) est augmenté de 66% quand on utilise des mélangeurs statiques, pour un milieu d'étude ayant un ratio volumique huile de silicone / milieu de culture de 10%.

L'influence de différents paramètres opératoires a alors été étudiée, afin de définir les conditions hydrauliques optimales du pilote : débit de recirculation et débit d'air comprimé. En ce qui concerne le débit de recirculation, cette étude a montré une valeur optimale du  $k_L.a$  pour un débit de 20 L.min<sup>-1</sup>. Par ailleurs, le choix s'est porté sur un débit de la phase gazeuse de 6 L.min<sup>-1</sup>. En effet, des débits gazeux ayant des valeurs plus élevées n'améliorent pas significativement le  $k_L.a$  alors qu'ils augmentent les coûts de fonctionnement.

Par la suite, des essais de biodégradation du phénanthrène ont été réalisés au sein du bioréacteur biphasique. Un exemple de cinétique est présenté à la figure 13. On peut en déduire que les mélangeurs statiques ont permis d'intensifier la biodégradation du phénanthrène. Toutefois, cet effet est plus prononcé à haute concentration qu'à faible concentration initiale en substrat. Cela est corroboré par les valeurs des  $k_L.a$  obtenues (cf tableau 3).

Tableau 3 : Caractérisation de la biodégradation du phénanthrène avec et sans mélangeur statique.

	sans mélangeur statique		avec mélangeurs statiques	
[phénanthrène] <sub>0</sub> (mg.L <sup>-1</sup> )	500	2500	500	2500
vitesse volumique de biodégradation (mg. L <sup>-1</sup> . h <sup>-1</sup> )	9.6	59	11	69
$k_L.a$ (s <sup>-1</sup> )	0,0015	0,0015	0,0030	0,0030

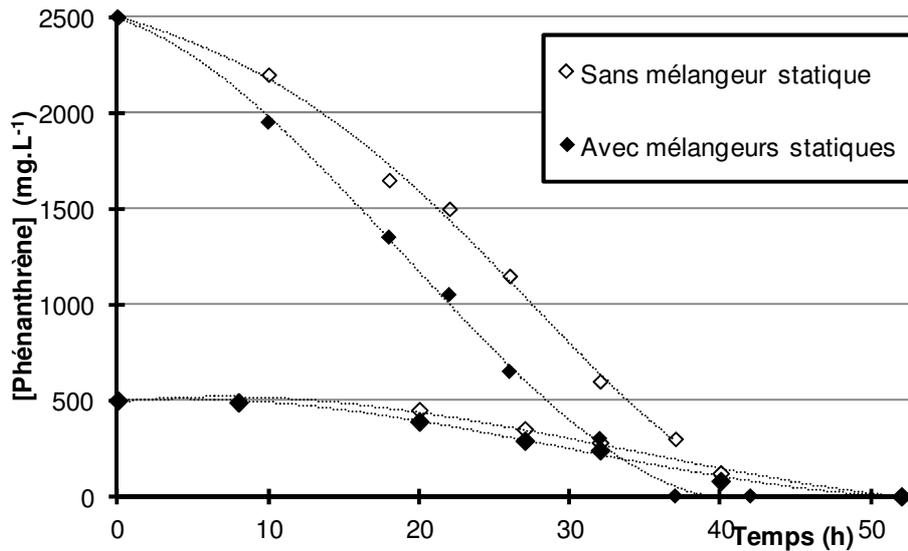


Figure n°13 : Effet des mélangeurs statiques sur la biodégradation du phénanthrène.

Les mélangeurs statiques semblent non seulement améliorer le transfert de dioxygène dans le milieu de culture, mais également disperser la phase organique en augmentant la surface de contact huile/eau. Pour étayer ce dernier point, des essais ont été effectués sans apport extérieur en dioxygène, avec ou sans mélangeurs statiques. Il en résulte que les mélangeurs statiques accélèrent la vitesse de biodégradation du phénanthrène (figure 14). Par conséquent, l'intensification du procédé se fait également en améliorant la dispersion de l'huile de silicone dans le milieu de culture, ce qui favorise la disponibilité du substrat.

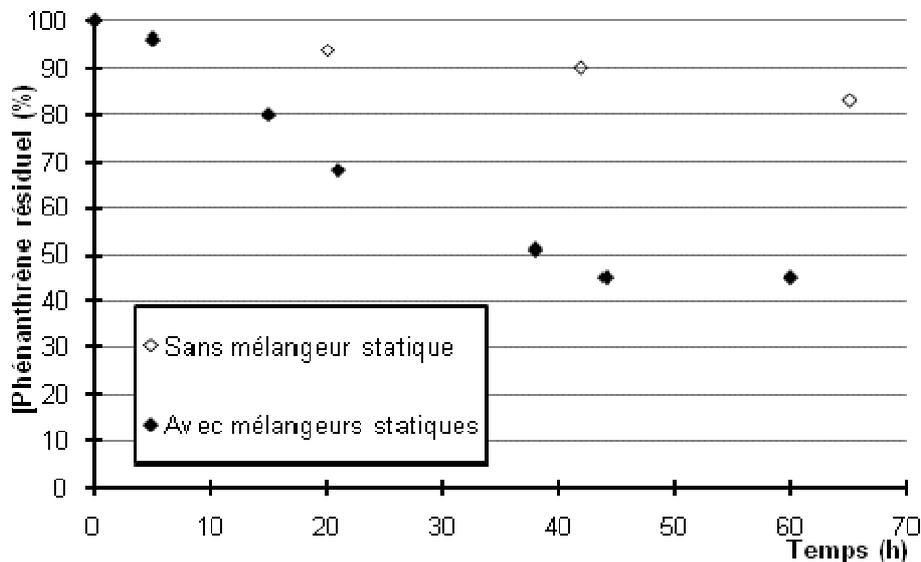


Figure n°14 : Biodégradation du phénanthrène, sans apport en dioxygène, avec ou sans mélangeurs statiques

Finalement, il a été constaté que ce type de bioréacteur diphasique est performant pour la dégradation du phénanthrène par *Mycobacterium* sp 6PY1. En outre, l'intégration des mélangeurs statiques dans le système diphasique améliore à la fois le transfert de dioxygène au milieu de culture et la dispersion du milieu organique, ce qui a pour conséquence une hausse de la vitesse de biodégradation (+15%) et la production de biomasse (+ 21%).

Publication relatives à ces travaux de recherches : PICL5 ; PICL6 ; PICL12

## 12 PERSPECTIVES ET PROJET DE RECHERCHE

### *Apport des ondes ultrasonores pour l'intensification de procédés : effet sur l'ultrafiltration, l'oxydation de micropolluants, les pertes de charge*

*ou comment améliorer l'ultrafiltration ou l'oxydation de micropolluants organiques et diminuer les pertes de charges en imposant un champ ultrasonore.*

Progressivement, de par la présence initiale dans l'équipe GP2E du LEPMI d'enseignants-chercheurs ayant une activité dans le domaine des ultrasons, puis du fait de l'arrivée du professeur Christian Pétrier au sein de cette même équipe de recherche, j'ai été amené à m'intéresser à cette thématique. Aussi, ces années de recherche ont été pour moi l'occasion de me familiariser avec les ultrasons, tant sur le plan fondamental que technologique, de leurs applications et du génie des procédés ultrasonores.

Plusieurs axes de travail auxquels j'ai participé ont été développés, notamment la dégradation de micropolluants organiques en présence d'ultrasons de haute fréquence. Dans ce contexte, j'ai notamment été amené à participer à l'encadrement de deux stages longs de recherche.

Le premier de ces stages concernait M Chiha Mahdi, enseignant à l'Université de Annaba (Algérie), en collaboration avec Christian Pétrier et Oualid Hamdaoui (Annaba). L'objectif de ces travaux était d'envisager la faisabilité de l'oxydation de polluant émergent par les ultrasons à 280 kHz, plus particulièrement dans une matrice minérale (bicarbonate) ou dans une matrice organique (glucose). Le polluant cible retenu pour cette étude était le 4-isopropylphénol, résidu de dégradation du bisphénol-A et perturbateur endocrinien.

La figure 15 illustre les résultats obtenus en présence de bicarbonates, en se basant sur l'étude de la vitesse initiale d'oxydation. Ainsi, un ajout croissant de bicarbonates sur l'oxydation d'une faible concentration initiale de 4-isopropylphénol entraîne une élévation significative de la vitesse initiale d'oxydation. Cela s'explique par la formation de radicaux carbonates, issus de la réaction des ions correspondant avec les radicaux hydroxyles à l'interface liquide/bulle de cavitation. Contrairement aux  $\text{OH}^\circ$ ,  $\text{HCO}_3^\circ$  est susceptible de diffuser vers le cœur de la solution où la dégradation du composé cible, non volatil et hydrophile, peut avoir lieu.

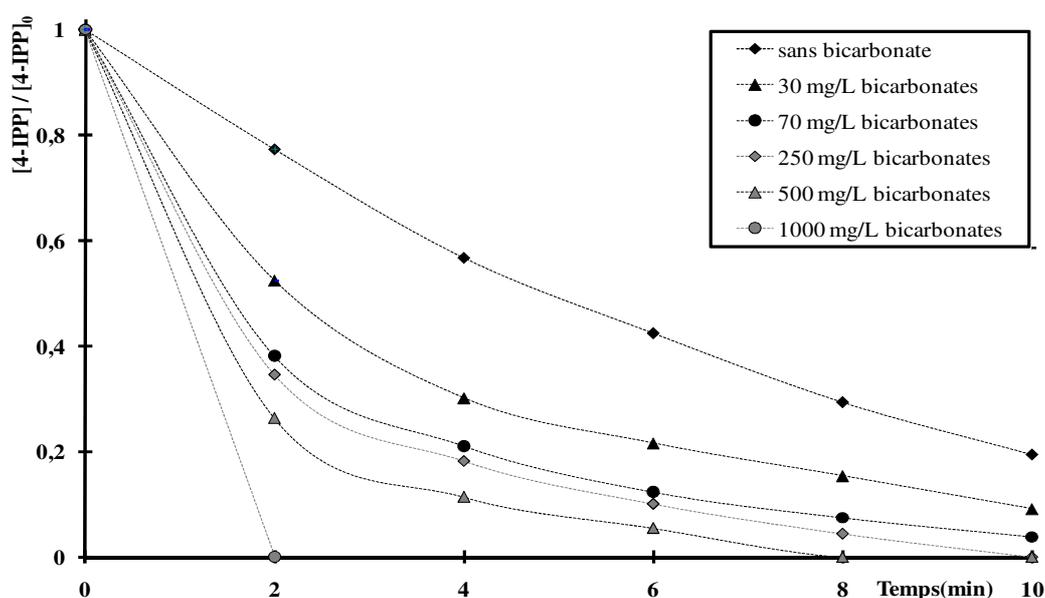
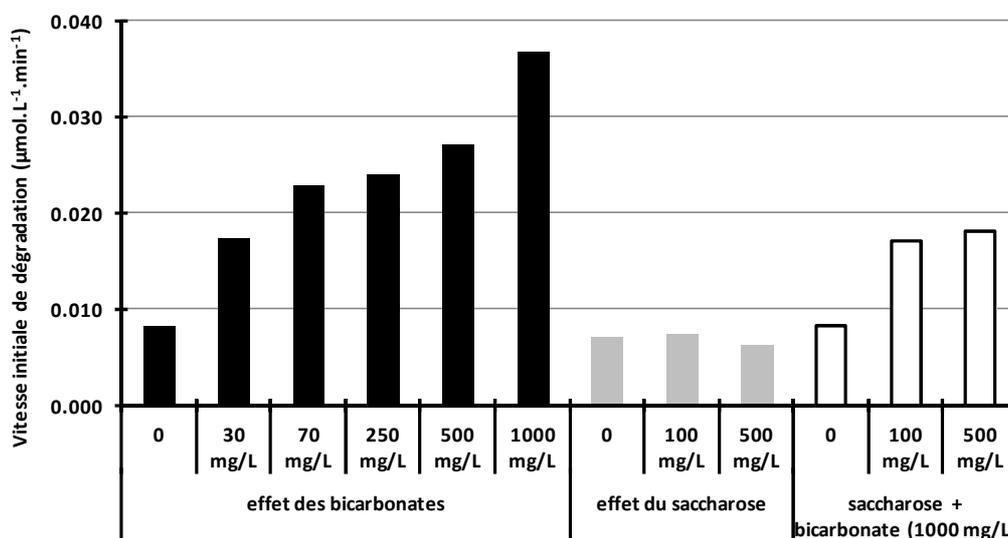


Figure n°15 : Effet des bicarbonates sur la vitesse initiale d'oxydation du 4-isopropylphénol ( $[4\text{-IPP}]_0 = 10 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  ;  $F = 280 \text{ kHz}$  ;  $V = 300 \text{ mL}$  ;  $P = 80 \text{ W}$  ;  $T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

En ce qui concerne la matrice organique, contrairement aux bicarbonates, la vitesse initiale de dégradation du *p*-IPP est similaire en absence ou en présence de saccharose. En outre, comme l'atteste la figure 16, en présence simultanée de saccharose et de bicarbonate (1000 mg.L<sup>-1</sup>), l'effet positif de l'ajout de bicarbonate demeure, même s'il est atténué. Cela est vraisemblablement dû à des modifications de tension superficielle, à même de diminuer la migration des radicaux bicarbonates.



*Figure n°16 : Effet d'une matrice minérale (effet des bicarbonates) ou d'une matrice organique (effet du sucrose) sur la vitesse initiale d'oxydation du 4-isopropylphénol ([4-IPP]<sub>0</sub> = 10 μg.L<sup>-1</sup> ; F = 280 kHz ; V = 300 mL ; P = 80 W ; T = 20 °C).*

Par conséquent, il a donc été possible d'intensifier la sonodégradation d'un micropolluant organique en présence d'une matrice organique par ajout d'ions bicarbonate.

Le second stage long de recherche était relatif aux travaux de M Salim Bekkouche, enseignant à l'Université de Mentouri (Algérie), en collaboration avec Christian Pétrier et Mohamed Bouhellasa (Mentouri). Ces travaux avaient pour but d'étudier la dégradation du phénol par photocatalyse sur TiO<sub>2</sub>, notamment en présence d'une matrice minérale. Plusieurs travaux de recherche ayant établi que l'étape d'adsorption du micropolluant sur le matériau est une étape importante dans le processus de photooxydation, ce travail a été dédié à l'étude de l'adsorption sur TiO<sub>2</sub> du phénol (choisi comme molécule modèle de pollution organique) et de quatre ions métalliques Cu (II), Zn (II), Cd (II) et Fe (II), (choisis en tant que métaux lourds représentatifs de pollution minérale).

La première étape concernait l'adsorption en corps pur, qui a été caractérisée par le biais de différentes relations (Freundlich, Langmuir, Temkin, Kiselev, Elovich et Dubinin-Raduskhevich). Par ailleurs, il a été montré que les capacités maximales d'adsorption des cations sont inversement proportionnelles à la taille des atomes de fer, cuivre et zinc et cadmium. Cela peut s'expliquer car l'adsorption des métaux sur TiO<sub>2</sub> procède classiquement par échange de cations ou par formation d'un complexe à la surface avec les groupes hydroxyles.

Nous nous sommes ensuite intéressés à l'adsorption compétitive du phénol en présence de chaque cation métallique. Cette co-adsorption du phénol et de chacun des ions métalliques se traduit systématiquement par une diminution relative de chacun des adsorbats,

comme en atteste la figure 17, qui présente le cas du phénol. Bien que l'adsorption du phénol et des métaux lourds soit due à des mécanismes différents, les deux types de polluants nécessitent des sites d'adsorption sur la surface du  $\text{TiO}_2$ .

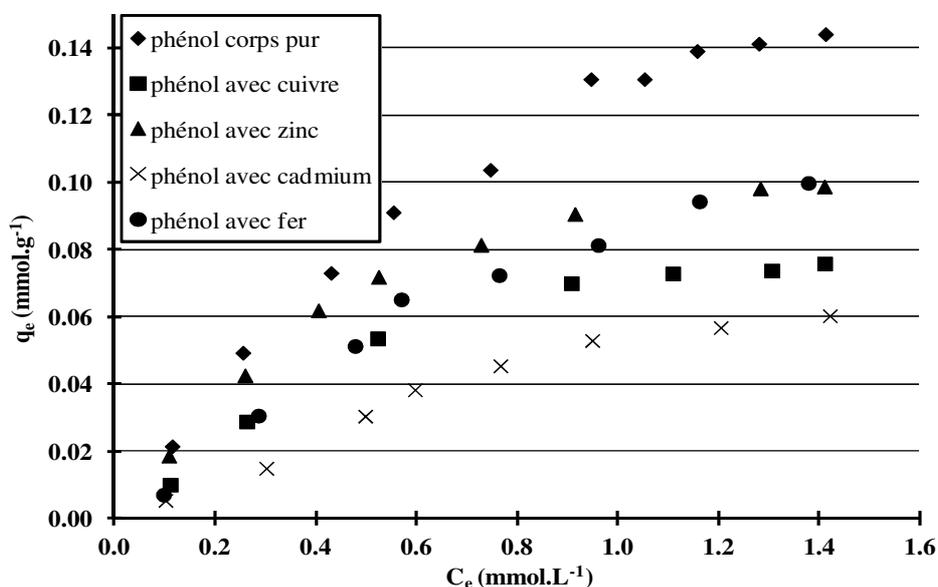


Figure n°17 : Effet de la co-adsorption phénol-cations par rapport à l'adsorption du phénol en corps pur. (dose de  $\text{TiO}_2$  :  $1\text{g. L}^{-1}$  ; concentration initiales variant de 10 à 140 ppm ; pH = 6 ;  $25^\circ\text{C}$  ).

La modélisation de cette co-adsorption a été réalisée en utilisant le modèle élaboré par Shindorf-Rebuhn-Sheintuch (SRS), qui correspond à une adaptation du modèle de Freundlich à l'adsorption compétitive. Cette relation fait intervenir des coefficients d'interaction exprimant l'effet de la compétition, dont les valeurs sont d'autant plus élevées que l'effet de la compétition est important. A partir de ces coefficients, les simulations peuvent être tracées et conduisent, dans le cas du couple phénol/cadmium par exemple, à la figure 18.

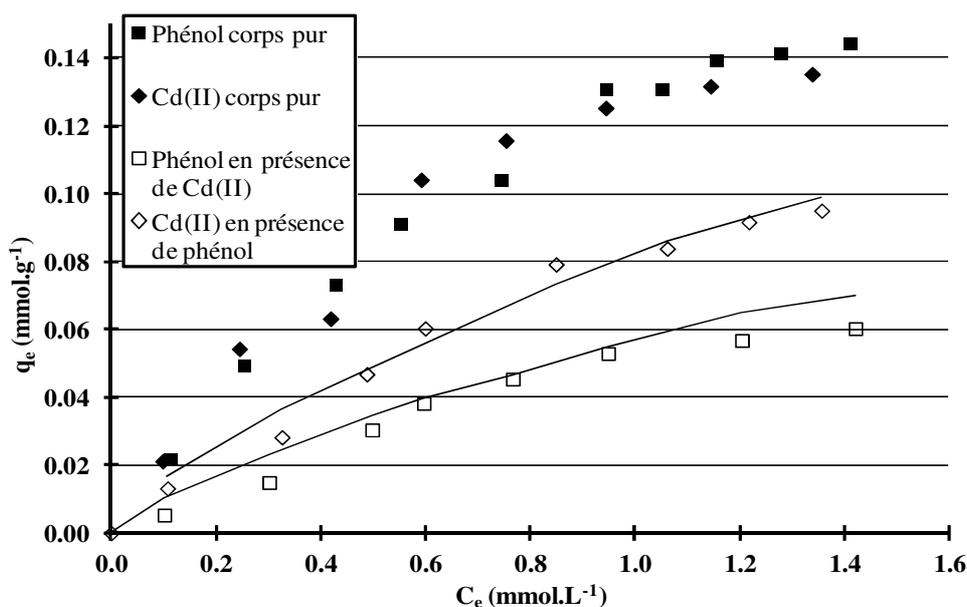
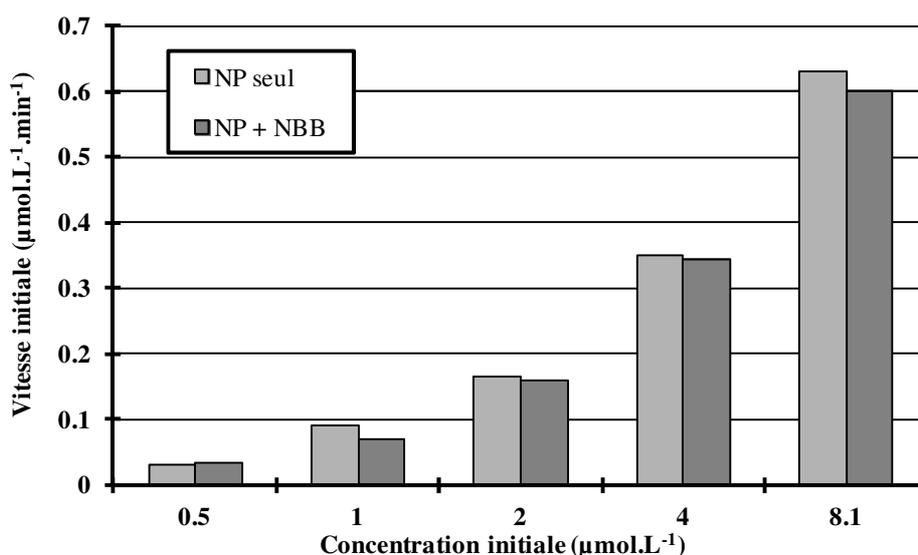


Figure n°18 : Isotherme d'adsorption du phénol et du cadmium, expérimentaux en corps pur (symboles pleins) et en compétition (symboles évidés) et modélisés en compétition (lignes continues).

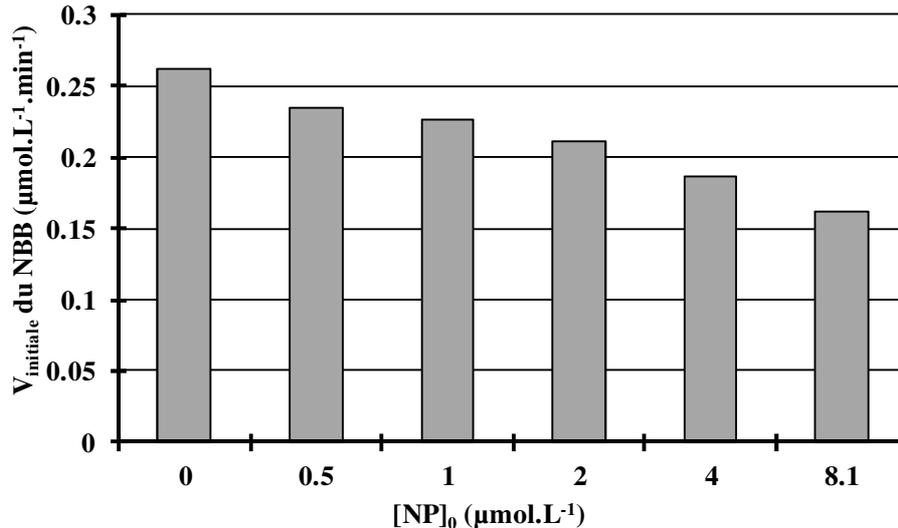
Par ailleurs, je participe actuellement à l'encadrement de Sadou Dalhatou, étudiant en doctorat en cotutelle entre l'Université de Grenoble et l'Université de Yaoundé, du Laboratoire de Chimie Minérale sous la direction de M Samuel Laminsi. Son thème de recherche est relatif à l'*Application des techniques d'oxydation avancées pour la dépollution des effluents organiques dans les eaux de rejets industriels : cas des savonneries*. L'objectif de cette étude est d'envisager plusieurs voies d'oxydation du nonylphénol (NP), composé fortement apprécié en tant que tensioactif de faible coût et utilisé comme agent d'unisson de colorant, dispersant et nettoyant. Plusieurs travaux de recherche ont mis en évidence son activité oestrogénique et son fort potentiel toxicologique. Malgré la réduction de son utilisation, il reste très dispersé dans l'environnement. Un des objectifs est d'envisager sa sonodégradation, seule ou en compétition avec un colorant cible, qui est le naphthol blue black (NBB).

Un des premiers résultats concernant cette compétition concerne la vitesse initiale de dégradation du NP qui est peu influencée par la présence du NBB (figure 19). Cela s'explique par le fait que le tensioactif et le colorant sont dégradés dans des sites bien différents, respectivement interface bulle de cavitation / solution et solution. En effet, le NP, hydrophobe et volatil, se décompose à l'interface bulle-solution tandis que le NBB, peu volatil et hydrophile, se dégrade par attaque radicalaire des radicaux hydroxyles dans la solution.



*Figure n°19 : Vitesse initiale du nonylphénol (NP) seul ou en compétition avec le naphthol blue black (NBB). (F = 280 kHz ; V = 400 mL ; P = 100 W ; T = 20 °C).*

A l'inverse, pour apprécier l'influence du NP sur la décoloration par ultrasons du NBB, des cinétiques de dégradation du colorant ont été menées en présence d'une concentration initiale variable de tensioactif (figure 20). Il en ressort qu'une augmentation de la concentration initiale du NP défavorise la décoloration du NBB. Cela est dû au nombre croissant de molécules de tensioactif, qui investissent l'interface bulle-solution, où elles sont dégradées par pyrolyse, mais consomment également des radicaux hydroxyles. Par conséquent, ces radicaux  $\text{OH}^\circ$  sont moins disponibles pour dégrader le NBB, d'où la diminution de sa vitesse initiale.



*Figure n°20 : Vitesse initiale du naphthol blue black (NBB) en compétition avec le nonylphénol (NP).  
( $F = 280$  kHz ;  $V = 400$  mL ;  $P = 100$  W ;  $T = 20$  °C).*

**Publication relatives à ces travaux de recherches :** PICL7 ; PICL8 ; PICL9 ; PICL13 ; PICL14 ; CI3 ; CI4 ; CI5 ; CN6 ; CN7.

Suite à cette période de familiarisation, trois principales perspectives de recherche m'apparaissent pertinentes et se sont progressivement engagées. Dans un souci de continuité, l'objectif est de poursuivre une activité de recherche dans le cadre de l'intensification des procédés et de la réactivité, tout en s'adaptant à mon nouvel environnement de recherche du fait de mon affectation au sein d'une nouvelle unité de recherche, le laboratoire Rhéologie et Procédés, depuis le 1<sup>er</sup> Janvier 2011.

De nouvelles techniques, de nouvelles approches en découlent. Il s'agit plus particulièrement d'établir davantage de lien entre l'étude appliquée d'un procédé et ses aspects fondamentaux. Ainsi, cela se traduit par le développement d'expérimentations à l'échelle du pilote doublée d'une caractérisation à petite échelle.

C'est dans ce cadre que les thématiques suivantes ont été pensées ou d'ores et déjà initiées. Il s'agit d'une part d'intensifier le procédé d'ultrafiltration en imposant un champ ultrasonore, d'autre part d'améliorer la sonodégradation de micropolluants organiques en présence de matière particulaire et également d'étudier l'influence des ultrasons sur les pertes de charge lors d'un écoulement. Ces axes de recherche sont soutenus non seulement par le génie des procédés ultrasonore, mais également par la nécessité de la compréhension des phénomènes aux échelles locales, avant d'envisager un changement d'échelle permettant le développement de ces procédés.

## 12.1 Procédés de séparation membranaire de colloïdes : caractérisation des mécanismes aux échelles nanométriques et intensification par ultrasons : co-encadrement du Doctorat de M Yao JIN (2011-2014)

La séparation membranaire est utilisée à grande échelle dans le secteur de l'ingénierie de l'environnement pour la purification des eaux ou des effluents ou encore dans de nombreuses applications agro-alimentaires (industrie laitière, production de jus de fruit, etc...). Pour toutes ces applications, malgré les avantages et le potentiel que présente cette opération de séparation membranaire, il existe actuellement une limitation à son développement qui réside dans le colmatage et dans la création d'une couche de polarisation de concentration. En effet, l'augmentation de la concentration en macromolécules ou en particules colloïdales à la surface de la membrane peut entraîner la formation de gels concentrés. La formation de dépôts réduit alors fortement les performances du procédé et conduit à des opérations de nettoyage coûteuses, en temps et en énergie.

L'utilisation des ultrasons en filtration peut se révéler intéressante afin de limiter la polarisation de concentration et le colmatage, responsables de la diminution des flux transmembranaires, que ce soit dans l'industrie laitière [1-3], des effluents papetiers [4], le traitement des boues couplé avec un digesteur anaérobie [5-6] ou des dextrans [7-8] comme illustré à la figure 21. En effet, les ondes ultrasonores provoquent des successions de compression et de dépression au sein de la solution. Il en résulte une agitation qui permet de modifier l'agrégation des particules entraînant une augmentation du flux de perméation. Ces études sont menées à faible fréquence (entre 20 et 30 kHz).

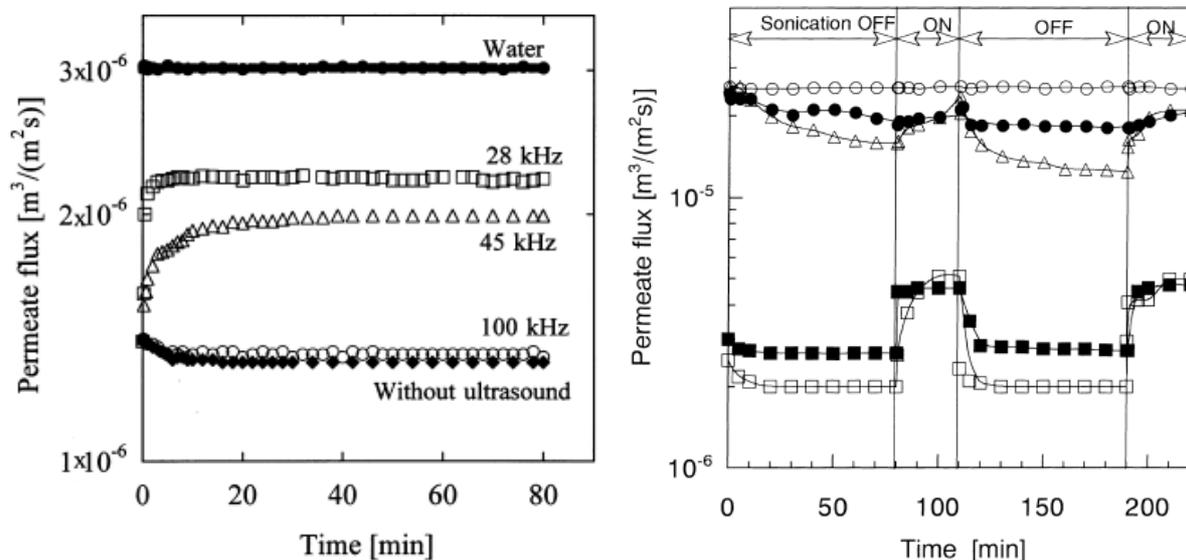


Figure n°21a : effet de la fréquence [8]

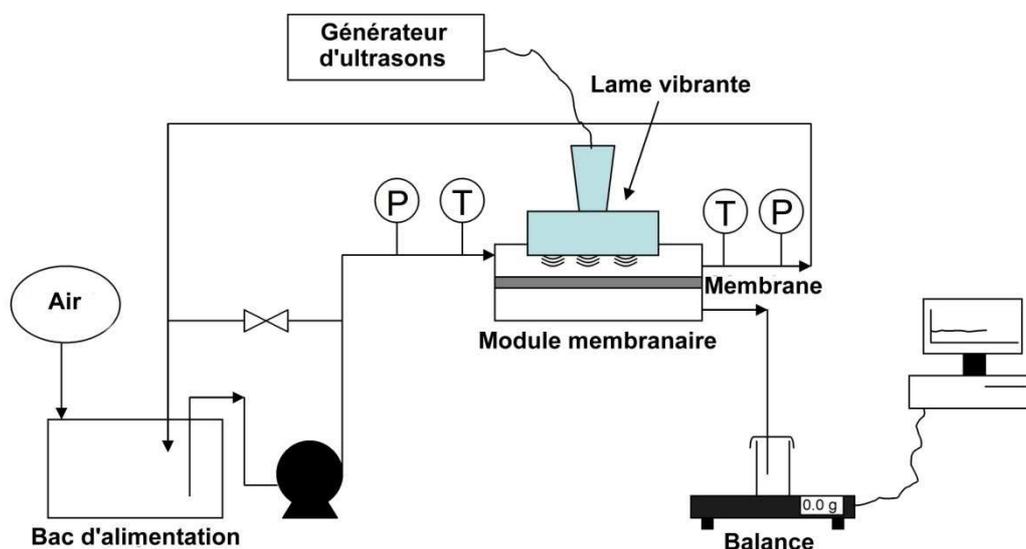
Figure n°21b : effet de la masse moléculaire des dextrans (●10<sup>4</sup> ; △7.10<sup>4</sup> ; ■5.10<sup>5</sup> ; □2.10<sup>6</sup> dalton) [7]

Figure n°21 : Influence des ultrasons sur le flux de perméat de l'ultrafiltration de dextrans.

Néanmoins, on peut regretter que la plupart de ces recherches aient utilisé comme dispositif expérimental de simples bacs à ultrasons. La bibliographie relative aux dispositifs intégrant directement une sonde face à la membrane est moins abondante [9-11] avec des procédés de filtration frontale. Le système le moins bien documenté reste la filtration tangentielle intensifiée directement par le biais d'une sonde ultrasonore.

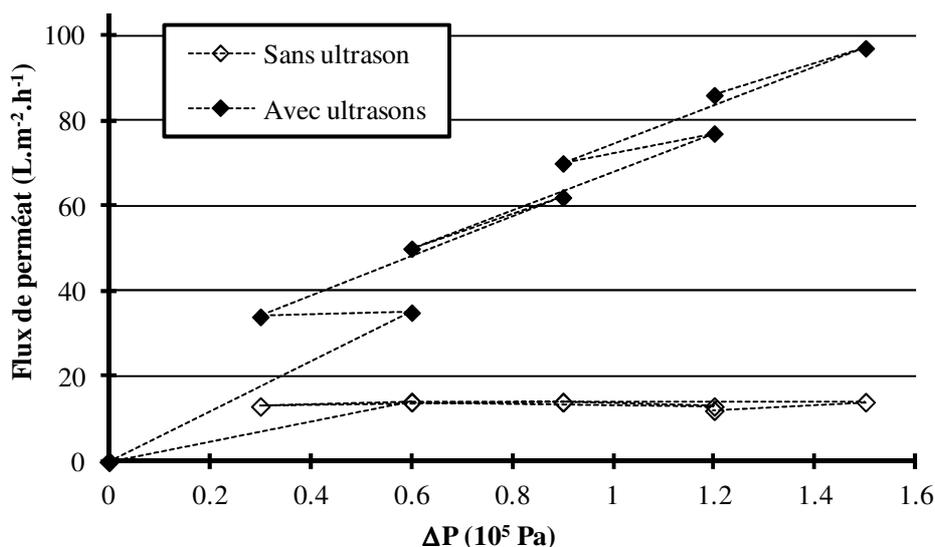
Dans ce cadre, le financement du travail d'un doctorant, Yao Jin, a été obtenu, coencadré par Frédéric Pignon, Nicolas Hengl et moi-même. L'objectif de ce travail de recherche est double et permettra ainsi de lever des verrous scientifiques majeurs dans le domaine.

Dans un premier temps, il s'agit **d'intensifier le procédé d'ultrafiltration par l'application d'ondes ultrasonores**, autorisant ainsi un contrôle de l'organisation de la matière accumulée près des membranes qui se traduirait par des performances de séparation accrues. Expérimentalement, il s'agit de mettre en place un procédé couplant l'ultrafiltration tangentielle et un système ultrasonore *in-situ* pour l'intensification des transferts de matière. L'objectif est ainsi une application des ondes ultrasonores directement au voisinage de la membrane afin d'engendrer une déstabilisation des couches de polarisation. La figure 22 présente le dispositif expérimental mis en place au laboratoire. Les ultrasons de 20 kHz de fréquence sont appliqués à 5 mm de la membrane (4 mm sur 11 cm). Le réglage de la pression se fait grâce à l'ajout d'air comprimé dans le bac d'alimentation. Le flux de perméat est enregistré en continu.



*Figure n°22 : Dispositif expérimental d'ultrafiltration tangentielle sous ultrasons*

Des premiers essais d'ultrafiltration sur membrane polyéthersulfone 100 kD (Koch) ont été effectués sur une dispersion d'argile de montmorillonite Wyoming-Na (T3) constitué de plaquettes de 1 nm d'épaisseur et de 75 nm de taille latérale [12]. Ces essais ont montré un apport notable des ondes ultrasonores, comme en atteste la figure 23 qui présente l'évolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire. Ainsi, dans notre gamme de pression, le flux limite, caractéristique de la polarisation, n'apparaît pas en présence d'ultrasons alors qu'il est présent en absence d'ultrasons. Aussi, sous une pression transmembranaire de  $1,5 \cdot 10^5$  Pa, le flux de perméat a été multiplié par 7.



*Figure n°23 : Effet des ultrasons sur l'évolution du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire lors de l'ultrafiltration d'une solution de montmorillonite Wyoming-Na T3. ( $Q = 0,45 L \cdot min^{-1}$  ;  $T = 25 ^\circ C$  ; membrane polysulfone 100 kD ;  $F = 20 kHz$ ).*

Dans un second temps, il s'agit de caractériser et d'identifier les principaux mécanismes d'écoulements et de déstructuration engendrés par les ondes ultrasonores au voisinage de la membrane, **aux échelles nanométriques**, des couches de polarisation de concentration en relation avec les conditions opératoires de filtration.

En effet, aux échelles nanométriques, des méthodologies originales de caractérisation des couches de polarisation de concentration in-situ par diffusion de rayons X aux petits angles, ont déjà été mises en œuvre par Frédéric Pignon, directeur de thèse de Yao Jin [13,14]. Ces méthodologies ont été utilisées en collaboration avec l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), sur des systèmes bien maîtrisés de dispersions aqueuses de nanoparticules modèles : des argiles telles que des disques de Laponite (1 nm x 30 nm) ou des plaquettes de Montmorillonite (2 nm x 500 nm) ou encore des nanocristaux de polysaccharides (10 nm x 100 nm). Elles permettront d'accéder aux évolutions temporelles et spatiales (50 micromètres) des structures formées de quelques nanomètres à la centaine de nanomètres, lors de la filtration sous champs ultrasonores. Par conséquent, des cellules d'ultrafiltration sous ultrasons devront être développées avec comme contrainte supplémentaire d'être adaptable rapidement aux lignes d'études de l'ESRF.

En résumé, les résultats attendus de cette étude sont :

- i) la maîtrise des performances de la séparation grâce à une désagrégation et re-dispersion des objets filtrés par les ondes ultrasonores et l'optimisation des conditions opératoires ;
- ii) l'identification des paramètres structuraux issus des expériences de caractérisation par diffusion dans les couches de polarisation de concentration (gradient de concentration, organisation spatiale) ;
- iii) l'optimisation des performances de la séparation par la mise en relation des données structurales avec les caractéristiques macroscopiques de la filtration ;
- iv) à plus long terme, l'obtention d'informations structurales pour le développement de la modélisation de la séparation membranaire et le dimensionnement des installations industrielles.

**Publication relatives à ces travaux de recherches : CI6 ; CN8 ; CN9.**

- [1] Muthukumar S., Yang K., Seuren A., Kentish S., Ashokkumar M., Stevens G. W., Grieser F., (2004) The use of ultrasonic cleaning for ultrafiltration membranes in the dairy industry. *Separation and Purification Technology*, 39(1-2), 99-107.
- [2]. Muthukumarana S., Kentish S., Lalchandani S., Ashokkumar M., Mawson R., Stevens G.W., Grieser F. (2005) The optimisation of ultrasonic cleaning procedures for dairy fouled ultrafiltration membranes. *Ultrasonics Sonochemistry*, 12(1-2), 29-35.
- [3] Kobayashi T., Kobayashi T., Hosaka Y., Fujii N., (2003) Ultrasound-enhanced membrane-cleaning processes applied water treatments: influence of sonic frequency on filtration treatments. *Ultrasonics Sonochemistry*, 41(3), 185-190.
- [4] Li J., Sanderson R.D., Jacobs E.P. (2002) Ultrasonic cleaning of nylon microfiltration membranes fouled by Kraft paper mill effluent. *Journal of Science Membrane*, 205(1-2), 247-257.
- [5] Sui P. Z., Wen X. H., Huang X. (2008) Feasibility of employing ultrasound for on-line membrane fouling control in an anaerobic membrane bioreactor. *Desalination*, 219(1-3), 203-213.
- [6] Xu M., Wena X., Yu Z., Li Y., Huang X. (2001) A hybrid anaerobic membrane bioreactor coupled with online ultrasonic equipment for digestion of waste activated sludge. *Bioresource Technology*, 102(10), 5617-5625.
- [7] Chai X., Kobayashi T., Fujii N. (1998) Ultrasound effect on cross-flow filtration of polyacrylonitrile ultrafiltration membranes. *Journal of Science Membrane*, 148(1), 129-135.
- [8] Kobayashi T., Chai X., Fujii N. (1999) Ultrasound enhanced cross-flow membrane filtration. *Separation and Purification Technology*, 17(1), 31-40.
- [9] Cai M., Wang S., Zheng Y., Liang H., (2009) Effects of ultrasound on ultrafiltration of Radix astragalus extract and cleaning of fouled membrane, *Separation and Purification Technology*, 68(3), 351-356.
- [10] Simon A., Gondrexon N., Taha S., Cabon J., Dorange G., (2000) Low-Frequency Ultrasound to Improve Dead-End Ultrafiltration Performance, *Separation Science and Technology*, 35(16), 2619 - 2637.
- [11] Simon A., Penpenic L., Gondrexon N., Taha S., Dorange G., (2000) A comparative study between classical stirred and ultrasonically assisted dead-end ultrafiltration, *Ultrasonics Sonochemistry*, 7(4), 183-186.
- [12] Michot L.J., Bihannic I., Porsch K., Maddi S., Mougél J., Baravian C. and Levitz P., (2004), Phase Diagrams of Wyoming Na-Montmorillonite Clay. Influence of Particle Anisotropy, *Langmuir*, 20(25), 10829-10837.
- [13] Pignon F., Belina G., Narayanan T., Paubel X., Magnin A. and Gésan-Guiziou G., (2004) Structure and rheological behavior of casein micelle suspensions during ultrafiltration process, *The Journal of Chemical Physics*, 121(16), 8138-8146.
- [14] David C., Pignon F., Narayanan T., Sztucki M., Gésan-Guiziou G. and Magnin A., (2008) Spatial and temporal in-situ evolution of concentration profile during casein micelle ultrafiltration probed by SAXS, *Langmuir*, 24(9), 4523-4529.

## 12.2 Sonodégradation de micropolluants en présence de matière particulaire

De nombreuses publications ont montré les effets des ultrasons dans le domaine environnemental, en tant qu'oxydants de micropolluants organiques en solution. Dans ce contexte, l'effet de la fréquence a été mis en exergue [1-2] et les nombreux travaux publiés ensuite faisaient état de la sono-oxydation des micropolluants à haute fréquence [3-4]. C'est notamment dans cette thématique initiale que les travaux présentés précédemment, relatifs au stage long de recherche de M Mahdi Chiha (Université de Annaba, Algérie) et au doctorat en cotutelle de M Dalhatou Sadou (Université de Yaoundé, Cameroun) se sont tenus.

Plus récemment, certaines équipes de recherche, initialement dans la perspective de traiter des sédiments pollués par des micropolluants organiques, ont mis en évidence la sonodégradation de micropolluants en utilisant des ultrasons de basses fréquences. Les travaux portaient aussi bien sur le traitement de sables pollués par des minéraux [5-6] que par des pesticides [7-8] ou des hydrocarbures [9] que sur le traitement de sols ou de sédiments contaminés par des métaux [10] ou des hydrocarbures tels que du diesel et du naphthalène [11], de l'hexachlorobenzène et du phénanthrène [12] ou des pesticides et des composés polyaromatiques halogénés [13]. D'autres auteurs ont essayé de mettre à profit une combinaison entre l'effet des ultrasons et la photocatalyse sur  $\text{TiO}_2$  [14]. L'amélioration de la dégradation des différents polluants a été mise en évidence, comme en témoigne la figure 24 [9]. Tous ces travaux ont été effectués avec une imposition d'ultrasons pour des fréquences comprises entre 20 et 30 kHz.

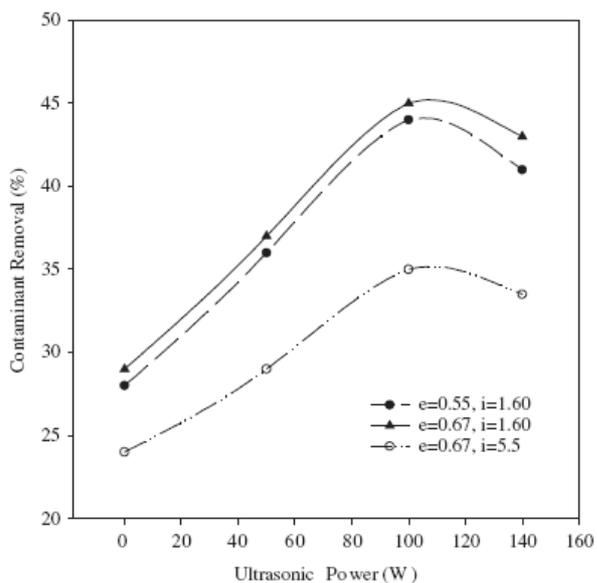


Figure n°24a : effet de la puissance

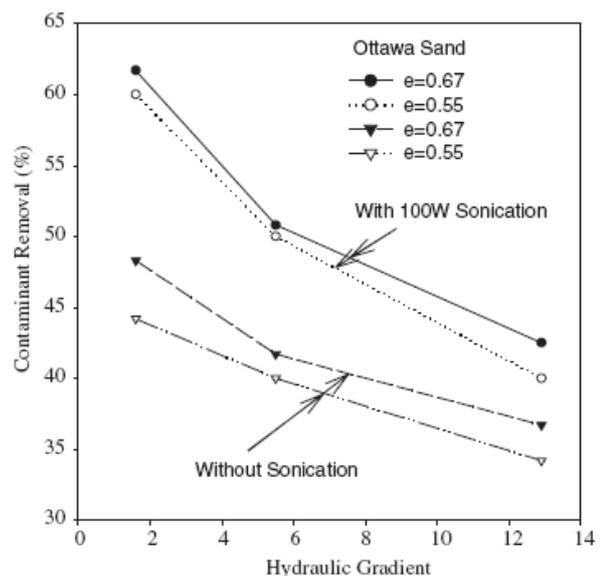


Figure n°24b : effet du débit

Figure n°24 : Traitement de divers sables contaminés par des hydrocarbures [9].

Par conséquent, en présence de particules solides, il a été suggéré que la dégradation ne s'effectue pas par la voie habituelle, c'est-à-dire par l'intermédiaire des radicaux hydroxyles comme à haute fréquence. Au contraire, les radicaux semblent jouer un rôle mineur et la pyrolyse directe du micropolluant sur le matériau est le phénomène majoritaire, qui ne crée pas d'intermédiaire réactionnel [13].

Progressivement, l'objectif a été de traiter des solutions polluées par un micropolluant organique en irradiant à basse fréquence et en présence d'une matière particulaire (billes de verre, briques tamisées, argile naturelle, sable, ...).

L'objectif de ce volet de recherche est donc d'effectuer un suivi des cinétiques de sonodégradation à basse fréquence (20 kHz) et en présence de matière particulaire. Le choix

des caractéristiques des molécules cibles sera important (hydrophobicité notamment), de même que les caractéristiques des supports particuliers (sable), voire colloïdaux (bentonite). Il sera important de procéder à 2 essais de référence. La première référence sera relative à une manipulation en présence de matière solide sans ultrasons afin d'envisager une éventuelle adsorption du micropolluant. La seconde référence correspondra à une sonolyse du micropolluant en absence de matière solide, afin de pouvoir établir l'effet bénéfique ou non lorsque le support solide sera ajouté.

En parallèle du suivi de la concentration de l'espèce initiale, l'identification des sous-produits de dégradation devra être menée, au moins sur une expérience de dégradation de référence. En parallèle, des analyses de paramètres globaux de pollution (COT notamment) seront indispensables afin d'évaluer la minéralisation des polluants initiaux.

Ces travaux de recherche sont envisagés dans le cadre d'une collaboration avec Mme Arwa Abdelhay, enseignant-chercheur à l'Université Germano-Jordanienne de Amman (Jordanie), lors d'un prochain stage de recherche.

- [1] Pétrier, C, Lamy, M., Francony, A., Benahcene, A., David, B., Renaudin, V., Gondrexon, N. (1994) Sonochemical degradation of phenol in dilute aqueous solutions: comparison of the reaction rates at 20 and 487 kHz. *Journal of Physical Chemistry*, 98(41), 10514-10520.
- [2] Berlan J., Trabelski F., Delmas H., Wilhelm A.-M., Pettrignani J.-F., Oxidative-degradation of phenol in aqueous-media using ultrasound (1994) *Ultrasonics Sonochemistry*, 1(2) 97-102.
- [3] Matouq M. A., Al-Anber Z. A. Tagawa T., Aljbour S., Al-Shannag M. (2008) Degradation of dissolved diazinon pesticide in water using the high frequency of ultrasound wave, *Ultrasonics Sonochemistry*, 15(5), 869-874.
- [4] Guzman-Duque F., Pétrier C., Pulgarin C., Penuela G., Torres-Palma R.A. (2011) Effects of sonochemical parameters and inorganic ions during the sonochemical degradation of crystal violet in water, *Ultrasonics Sonochemistry*, 18(1), 440-446.
- [5] Farmer, A. D., Collings, A. F., Jameson, G. J. (2000). Effect of ultrasound on surface cleaning of silica particles. *International Journal of Mineral Processing*, 60(2), 101-113.
- [6] Farmer, A. D., Collings, A. F., & Jameson, G. J. (2000). The application of power ultrasound to the surface cleaning of silica and heavy mineral sands. *Ultrasonics Sonochemistry*, 7(4), 243-247.
- [7] Mason T.J., Collings A. , Sumel A. (2004). Sonic and ultrasonic removal of chemical contaminants from soil in the laboratory and on a large scale. *Ultrasonics Sonochemistry*, 11(3), 205-201.
- [8] Collings A. F., Gwan P. B. (2010). Ultrasonic destruction of pesticide contaminants in slurries. *Ultrasonics Sonochemistry*, 17(1), 1-3.
- [9] Kim YU, Wang MC (2003). Effect of ultrasound on oil removal from soils. *Ultrasonics* 41(7), 539-542.
- [10] Kyllönen H., Pirkonen P., Hintikka V., Parvinen P., Grönroos A., Sekki H. (2004). Ultrasonically aided mineral processing technique for remediation of soil contaminated by heavy metals. *Ultrasonics Sonochemistry*, 11(3-4), 211-216.
- [11] Na S., Park Y., Hwang A., Ha J., Kim Y., Khim J. (2007). Effect of ultrasound on surfactant-aided soil washing. *Japanese Journal of Applied Physics*, 46(7B), 4775-4778.
- [12] Shrestha R., Pham T., Sillanpää M. (2009) Effect of ultrasound on removal of persistent organic pollutants (POPs) from different types of soils. *Journal of Hazardous Materials*, 170(2-3), 871-875.
- [13] Collings A. F., Farmer A. D., Gwan P. B., Pintos A. P. S., Leo C. J. (2006). Processing contaminated soils and sediments by high power ultrasound. *Minerals Engineering*, 19(5), 450-453.
- [14] Enterazi M. H., Heshmati A., Sarafraz-yazdi A. (2005). A combination of ultrasound and inorganic catalyst: removal of 2-chlorophenol from aqueous solution. *Ultrasonics Sonochemistry*, 12(1-2), 137-141.

### 12.3 Pertes de charge lors d'un écoulement sous ultrasons

Si, comme nous l'avons abordé précédemment, l'emploi des ultrasons pour l'amélioration de la réactivité de certains systèmes est bien connu, leur utilisation dans les procédés limités par une étape de transfert (chaleur et/ou matière) est plus récente.

En ce qui concerne l'utilisation des ondes ultrasonores dans les procédés d'échange de chaleur, les publications afférentes convergent toutes vers un apport bénéfique des ultrasons dans les systèmes étudiés (échange de chaleur avec changement de phase, convection naturelle, convection forcée, ...), qui sont généralement des dispositifs expérimentaux "académiques" [1]. Plus rares sont les recherches relatives à l'utilisation d'un champ acoustique au sein même d'un échangeur de chaleur fluide - fluide [2, 3]. Ainsi, au sein d'un échangeur de chaleur de type faisceau de tubes-calandre dont la calandre est mise en vibration au moyen d'un émetteur ultrasonore, l'amélioration systématique des flux échangés et du coefficient global d'échange a été mise en exergue [4].

Selon ces études, il est mis en évidence que les ultrasons permettent de conférer à un dispositif d'échange dont l'écoulement est laminaire les performances de transfert d'un même dispositif relevant d'un régime turbulent [4].

Néanmoins, la question qui se pose est de savoir quelles modifications la présence des ultrasons induit sur l'écoulement du fluide. Quelques études, peu fréquentes, se sont intéressées à l'écoulement sous ultrasons, comme l'illustre la figure 25 [3].

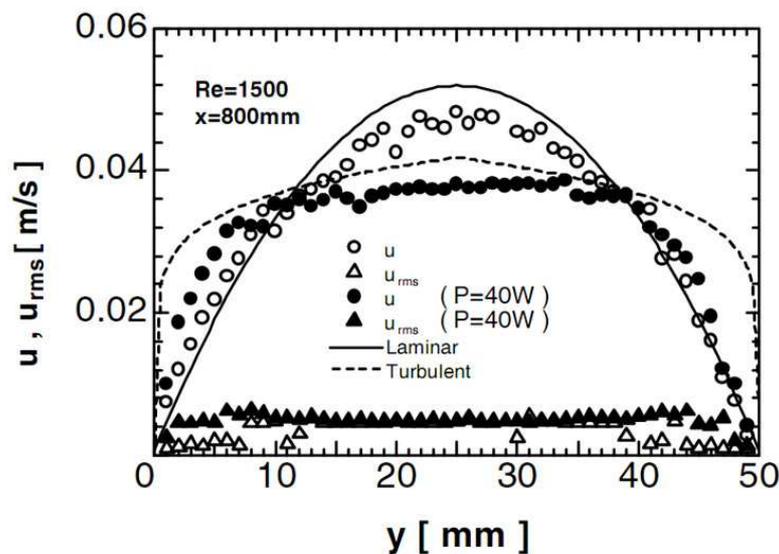


Figure n°25 : Effet des ultrasons (25 kHz) sur l'évolution du profil de vitesse au sein d'un tube (symboles ouverts : sans ultrason ; symboles fermés : avec ultrasons) [3].

En effet, dans une approche globale du procédé, il convient de savoir si l'apport des ultrasons n'implique pas une dépense énergétique supplémentaire nécessaire au déplacement du fluide, en particulier liée à une modification des pertes de charge. Cette question a rarement été traitée. La figure 26 illustre les résultats obtenus par une équipe de chercheurs dans le cadre de l'industrie pétrolière [5].

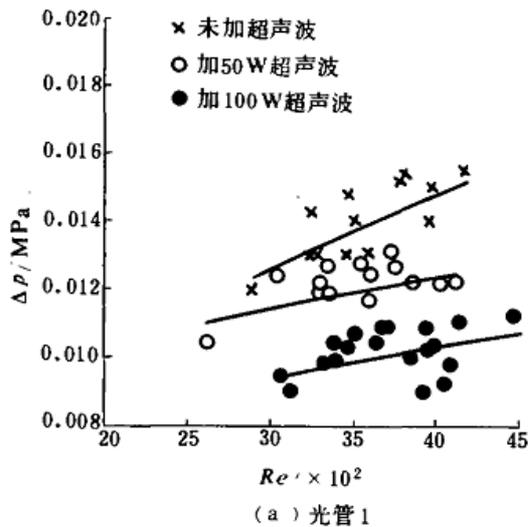


Figure n°26a : tube lisse

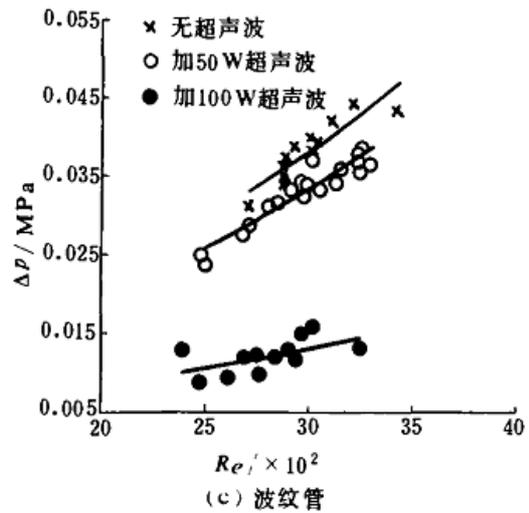


Figure n°26c : tube rugueux

Figure n°26 : Effet des ultrasons sur l'évolution des pertes de charge en fonction du débit appliqué (x sans ultrasons ; o avec ultrasons 50 W ; ● avec ultrasons 100 W) [5].

Par conséquent, ce projet de recherche vise à étudier, à travers une approche préliminaire simplifiée, les pertes de charge induites par l'écoulement d'un fluide soumis aux ultrasons. Deux phases consécutives seront mises en œuvre.

La première phase correspond à la conception et à la réalisation d'un banc d'essais instrumenté, comportant notamment un dispositif de mise en vibration d'un tube au sein duquel l'écoulement du fluide sera étudié. Les caractéristiques du tube (diamètre, longueur, ...) seront définies de façon à garantir une mesure significative et suffisamment précise des pertes de charge, tout en tenant compte des contraintes liées à sa mise en vibration. L'instrumentation spécifique du banc d'essais sera également réfléchi afin de prendre en compte l'ensemble des paramètres influents (débitmètre massique, température fluide, mesure de pression en amont et en aval, pompe volumétrique, éventuelle fenêtre d'observation, mesure du profil de vitesse le cas échéant, ...). Cette phase se terminera par la réalisation du montage et la validation du protocole expérimental retenu.

La seconde phase est relative à la réalisation des essais proprement dits, visant à couvrir l'ensemble des régimes hydrodynamiques. Cette approche sera déclinée en conditions silencieuses et reproduite en présence d'ultrasons dans des situations similaires. Une comparaison des pertes de charge sera alors effectuée. En cas de résultats intéressants, la démarche sera étendue à d'autres fluides newtoniens que l'eau afin de mieux cerner l'influence de la viscosité, puis à des fluides ayant des comportements rhéologiques non newtoniens.

[1] Legay, M., Gondrexon, N., Leperson, S., Boldo, P., Bontemps, A., (2011) Enhancement of heat transfer by ultrasound: review and recent advances, *International Journal of Chemical Engineering*, 11, .

[2] Melkumov, U. and Kurbanov, K., (2003) Use of ultrasound for intensification of heat transfer process in heat exchangers, Proc. International congress of Refrigeration, Washington, DC, 4, 1-5.

[3] Nomura S., Murakami K., Kawada M., (2002), Effect of turbulence by ultrasonic vibration on fluid flow in a rectangular channel, *Japanese Journal of Applied Physics*, 41(11A), 6601-6605.

[4] Gondrexon, N., Legay, M., Rousselet, Y., Boldo, P., Leperson, S., Bontemps, A., 2010, Intensification of heat transfer process: Improvement of shell-and-tube heat exchanger performances by means of ultrasound, *Chemical Engineering and Processing*, 49, 936-942.

[5] Duan, X. L., Wang, X. Y., Wang, G., Chen, Y. Z. and Qiu, X. Q., (2004), Experimental study on the influence of ultrasonic vibration on heat transfer and pressure drop in heat exchanger tubes, *Petro-Chemical Equipment*, 33(1), 1-4.

## CONCLUSION GENERALE

La procédure du diplôme d'Habilitation à Diriger les Recherches a été pour moi l'occasion de faire un bilan au terme d'une dizaine d'années de carrière dans l'enseignement supérieur et la recherche, en tant que maître de conférences. Elle m'a ainsi permis de me replonger dans mes activités passées, d'en faire une synthèse et de réfléchir à de futures perspectives. Ma formation initiale a été progressivement enrichie par d'autres compétences telles que les procédés biologiques et électrochimiques, ou les ultrasons. Toutes ces activités ont été le corollaire de nombreuses rencontres professionnelles, qu'il s'agisse de collègues, de techniciens, de doctorants ou de stagiaires. Qu'ils soient ici remerciés car ce rapport existe aussi et surtout grâce à eux.

Comme souligné dans ce document, mes activités de recherche peuvent être globalisées via la caractérisation ou l'intensification de procédés sous l'effet d'une contribution externe, qu'il s'agisse d'un champ électromagnétique ou d'un champ ultrasonore, ou d'un dispositif tel que les mélangeurs statiques ou la colonne différentielle d'adsorption, dans le domaine du génie des procédés appliqué à l'environnement.

Progressivement, mes expériences de recherche se sont majoritairement orientées vers le développement des ultrasons, comme les perspectives de recherches présentées en fin du présent rapport en attestent. Celles-ci se mettront en place via le doctorat de Yao Jin (ultrafiltration de colloïdes et caractérisation aux échelles nanométriques), une collaboration internationale avec Arwa Abdelhay (sonodégradation de micropolluants en présence de matière particulaire) ou d'éventuels stages de Licence ou Master (pertes de charge lors de l'écoulement sous ultrasons). Ces futures recherches auront pour cadre mon nouveau laboratoire d'affectation depuis le 1<sup>er</sup> janvier 2011, le laboratoire Rhéologie et Procédés.

En parallèle à mes activités de recherche, je n'oublie pas l'enseignement, très majoritairement au sein de la filière "Génie des Procédés" de l'UFR Chimie. Outre l'apprentissage de certaines bases du génie des procédés à différents niveaux d'études, j'ai la chance de pouvoir enseigner le traitement des eaux, que ce soit en cours ou en travaux pratiques, à des étudiants de master, futurs cadres dans le domaine de l'environnement, sur un programme que j'ai majoritairement monté et que je coordonne également en collaboration avec des intervenants extérieurs. L'ensemble représente deux Unités d'Enseignement, de quatre-vingt dix heures de cours environ, complétées par 2 cycles de travaux pratiques.

Par ailleurs, je participe activement à la vie de la structure d'enseignement, que ce soit comme membre de l'équipe pédagogique avec les tâches qui en découlent (encadrement de stagiaires, représentation de la formation, ...) ou en tant que responsable pédagogique de l'année du L3 "Chimie et Procédés" spécialité "Génie des Procédés".

A l'issue de ces années, force est de constater que les activités d'enseignement et les responsabilités pédagogiques dans lesquelles je suis impliqué sont fortement consommatrices de

temps et d'énergie. Néanmoins, cette vision restrictive élude d'une part qu'un enseignement doit être régulièrement actualisé, ce qui me permet de me tenir au courant des dernières innovations dans le domaine de l'eau, et d'autre part que les interactions sont nombreuses entre les enseignements que je dispense et mon domaine de recherche. Sans compter la satisfaction personnelle que peut apporter un enseignement bien mené, le bon taux d'insertion professionnelle de la filière à laquelle je participe et la reconnaissance des étudiants, actuels et anciens.

A l'heure de conclure, même si le bilan de recherche, d'enseignement mais aussi humain est positif, certaines difficultés subsistent néanmoins, notamment quant à ma situation future au sein de mes structures de rattachement. A l'instar de ma formation initiale, oscillant entre les applications de la chimie aux traitements des fluides et le génie des procédés appliqué à l'environnement, il semble que ma place semble difficile à trouver entre la future UFR "Chimie et Biologie" à laquelle ma filière d'enseignement sera prochainement rattachée (printemps 2012) et mon nouveau laboratoire d'affectation "Rhéologie et Procédés" au sein de l'UFR "Physique, Ingénierie, Terre, Environnement, Mécanique" (janvier 2011). Nul doute que je saurai m'adapter à ces divers environnements.

Par ailleurs, au-delà de mon cas personnel, la dispersion du génie des procédés appliqué à l'environnement sur la place grenobloise reste bien réelle. Au regard du contexte actuel, il m'apparaît logique que les interactions entre les différents acteurs de recherche, mais aussi d'enseignement, soient renforcées, afin de tendre vers une réelle coopération. La récente mise en place d'une équipe dédiée à cette thématique au sein du laboratoire Rhéologie et Procédés a pour objectif d'être un maillon du Pôle Environnement Développement Durable. Au delà, je souhaite que le laboratoire Rhéologie et Procédés devienne à terme la structure de recherche à même d'intégrer l'ensemble des enseignants-chercheurs en génie des procédés de l'UJF actuellement dispersés sur le site grenoblois. Ce projet global, auquel je souhaite prendre une part active à travers une participation sur l'aspect formation (mutualisation d'enseignements, plateforme de travaux pratiques mise en commun, organisation de journées thématiques, ...) ainsi que via le développement d'un pôle de recherche fédérateur des différentes sensibilités grenobloises, aurait pour objectif de faire vivre et de concentrer le génie des procédés à Grenoble.