

programme et résumés

V 1.2

MemPro

Intégration des membranes dans les procédés

Montpellier, 15-17 juin 2022



ULTRAFILTRATION - LE FABRICANT FRANÇAIS DE MEMBRANES POUR LE TRAITEMENT DE L'EAU
pour des installations performantes et économiques



Eau potable



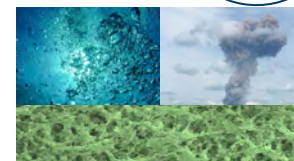
Eau de procédé



Traitement et Réutilisation des eaux usées



Prétraitement avant dessalement / déminéralisation

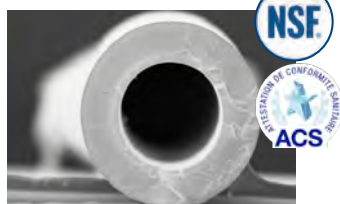
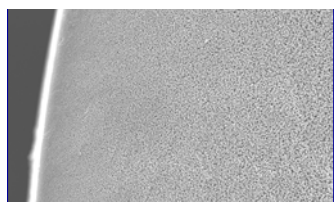


Purification et Séparation de gaz / Transfert liquide-gaz

FIBRES CREUSES NEOPHIL®



La nouvelle génération de fibres creuses durablement hydrophiles et résistantes aux oxydants
Rétention bactéries, virus, microplastiques
Sans BPA ni BPS



MODULES D'ULTRAFILTRATION GIGAMEM®

Pour des usines compactes et économiques; les seuls modules à faisceaux membranaires amovibles et carters fixes



REPLACEMENTS TOUTES MARQUES AVEC MEMBRANES NEOPHIL® EN MODULES GIGAMEM® & IMMEM

SYSTEMES MEMBRANAIRES

AQUAMEM®
AQUAMEM® EXPRESS MOBILE

ULTRAFILTRATION - OSMOSE INVERSE
Des usines simples aux coûts d'investissement et d'exploitation réduits



MEMBRANES POUR BRM IMMEM®

Nouvelles membranes supportées **NEOPHIL®** en **cassettes IMMEM** pour bioréacteurs à membranes.
Remplacements de modules BRM fibres creuses toutes marques.



Les autres gammes à découvrir sur notre site internet :

- Gamme Housemem pour applications domestiques
- Gamme Polymem Inside pour nos produits à façon
- Gamme de racks et skids sur mesure d'Ultrafiltration et Osmose Inverse

www.polymem.fr

3 Rue de L'industrie - Zone de VIC
31320 Castanet Tolosan - France
05 61 31 78 66
contact@polymem.fr

suivez nous sur

Bienvenue à MemPro 7

De par sa définition, une communauté est un groupe dont les membres sont unis par un lien social. Notre communauté, du fait de la pandémie n'a plus eu l'occasion de se retrouver et le lien que constitue MEMPRO a été plusieurs fois repoussé. Cela fait déjà 5 ans que nous étions à Saint Malo, et je suis sûr qu'en lisant ces quelques lignes, vous vous en souvenez très précisément. Avec cette 7^{ème} édition à Montpellier, MEMPRO 7 sera l'occasion de repartir, de se retrouver, enfin, et de pouvoir échanger de nouveau. C'est bien évidemment important pour les industriels, les académiques mais surtout, important pour nos doctorants qui n'ont pas forcément pu sortir des laboratoires pour présenter leurs travaux ou simplement échanger avec d'autres chercheurs durant ces deux dernières années. L'esprit des « MEMPRO » qui anime ce congrès depuis plusieurs éditions fera sans l'ombre d'un doute la réussite de cet évènement.

MEMPRO 7 aura lieu les 15, 16 et 17 juin 2022 à Montpellier sur le site de l'école de chimie ENSCM. Au cours de ces 3 jours, une trentaine de conférences et plus d'une cinquantaine d'affiches seront présentées. Si l'initiative de ces colloques MEMPRO revient au Club Français des Membranes (CFM), à l'Ecole Nationale Supérieure des Industries Chimiques (ENSIC), à l'Ecole Supérieure de Chimie Physique Electronique de Lyon (CPE) et à la Société Française de Génie des Procédés (SFGP), la pérennité des MEMPRO revient à l'ensemble de la communauté membrane francophone. C'est l'Institut Européen des Membranes (IEM) qui porte cette 7^{ème} édition et qui a subi les reports successifs. Cet édito est l'occasion de les remercier de ne pas avoir baissé les bras et de nous accueillir les 15, 16 et 17 juin 2022 à Montpellier. MEMPRO 7 sera l'occasion pour les industriels et le monde académique de présenter les réalisations industrielles récentes qui ont su tirer parti d'une ou de plusieurs séparations membranaires pour améliorer un procédé, résoudre un problème industriel ou ouvrir un nouveau marché. Le comité scientifique managé par son emblématique Président Eric Favre a structuré ce colloque autour de plusieurs sessions successives qui balayent l'ensemble des domaines d'applications des technologies membranaires.

Pour cette édition, on retrouve les sessions Agroalimentaire, Eau et environnement, Bio et santé et Chimie et énergie. L'introduction est notamment dédiée à deux exposés sur l'histoire des membranes, de la genèse aux membranes d'aujourd'hui et à leur application dans le domaine de l'eau. Il ne pouvait en être autrement, au vu de l'évolution climatique et de la demande en eau de plus en plus importante.

Après évaluation par un comité scientifique, managé par Denis Roizard, le Club Français des Membranes sera très heureux de remettre lors de MEMPRO 7 les prix de thèse du CFM 2020 et 2021, Prix Jean Christophe Rouch, en présentiel. Ce sera l'occasion pour le Président du CFM d'immortaliser ces moments par des photos avec les lauréats, ce qu'il n'avait pas pu faire avec la pandémie pour les prix 2017-2018-2019 remis en distanciel.

Au plaisir de se retrouver lors de cette 7^{ème} édition.

Les membres fondateurs

Comités d'organisation

Comité fondateur



Comité local d'organisation

Institut Européen des Membranes

ENSCM / Univ Montpellier / CNRS UMR5635



Marc HERAN (Polytech), **président de MemPro7**

Claire ANTONELLI (IUT)

Mikhael BECHELANY (CNRS)

Fabienne BIONDI (Univ Montpellier)

Christelle FLOUTIER (UM)

Loubna KARFANE ATFANE (ENSCM)

Geoffroy LESAGE (IUT)

Julie MENDRET (Polytech)

Céline POCHAT (Polytech)

Matthieu RIVALLIN (ENSCM)

Vincent ROUESSAC (CNRS)

Catherine SCOGNAMIGLIO (CNRS)

François ZAVISKA (Polytech)

QualiSud

CIRAD / Institut Agro / Univ Montpellier / Avignon Univ / IRD / Univ Réunion



Manuel DORNIER (Institut Agro Montpellier)

Christelle WISNIEWSKI (Université de Montpellier)

Comité scientifique

Violaine ATHES (INRA, Paris)
Laurent BAZINET (LTAPEM, Laval, Canada)
Mikhael BECHELANY (IEM, Montpellier)
Marie-Pierre BELLEVILLE (IEM, Montpellier)
Christel CAUSSERAND (LGC, Toulouse)
Christophe CASTEL (LRGP, Nancy)
Clémence COETSIER (LGC, Toulouse)
Nicolas COMBERNOUX (CEA, Cadarache)
Estelle COUALLIER (GEPEA, Saint Nazaire)
Pascal DHULSTER (ProBioGEM, Lille)
Manuel DORNIER (Institut Agro Montpellier)
Martin DROBEK (IEM, Montpellier)
Barbara ERNST (DSA, Strasbourg)
Eric FAVRE (LRGP, Nancy), *président*
Geneviève GESAN-GUIZIOU (INRA, Rennes)
Remy GHIDOSI (ISVV, Bordeaux)
Marc HERAN (IEM, Montpellier)
Céline JACQUIN (EAWAG, Zurich, Suisse)
Romain KAPEL (LRGP, Nancy)
Geoffroy LESAGE (IEM, Montpellier)
Patrick LOULERGUE (ISCR, Rennes)
Anthony MASSE (GCh-GP, Nantes)
Julie MENDRET (IEM, Montpellier)
Mathias MONNOT (M2P2, Marseille)
Philippe MOULIN (M2P2, Marseille)
Céline POCHAT (IEM, Montpellier)
Hélène ROUX DE BALMANN (LGC, Toulouse)
Alessandro SIRIA (ENS, Paris)
Benoit TEYCHENE (IC2MP, Poitiers)
Christelle WISNIEWSKI (Qualisud, Montpellier)



Advanced ceramic filtration

INNOVATIVE TUBULAR CERAMIC MEMBRANES

Advantages

-  > 90 bars
-  < 350°C
-  pH 0-14
-  Extended working life
-  Solvent resistant
-  Environment friendly



Fine Ultrafiltration,
Ultrafiltration
& Microfiltration
Cut off : From 1.4 μm
to 1 Kg/mol

ISOFLUX™

 INSIDE CéRAM™

 INSIDE DisRAM™

filltanium

TAMI Industries S.A.S.

26111 Nyons Cedex - France

T. +33 (0) 4 75 26 47 69

tami-info@tami-industries.com

Discover the products of TAMI INDUSTRIES on www.tami-industries.com



Table des matières

Programme

Résumés des conférences

Concours étudiant

Résumés des posters

Liste des participants



WATER TECHNOLOGIES

Des solutions innovantes pour l'eau

Grâce à ses solutions innovantes, Veolia Water Technologies permet aux industriels, aux collectivités locales et aux citoyens d'optimiser l'utilisation des ressources pour des résultats plus efficaces, plus respectueux de l'environnement et plus responsables socialement.

Nous connaissons la valeur de l'eau, nos technologies et services associés ont pour seuls objectifs de fournir une eau de haute qualité, en traitant et en réutilisant les eaux usées, en produisant et/ou en récupérant de l'énergie, en extrayant des matières premières et en capitalisant sur des sous-produits à forte valeur ajoutée.

www.veoliawatertechnologies.fr

Ressourcer le monde



programme

SESSION INTRODUCTIVE : Mercredi 15 Juin

09h00 – 09h30	Accueil Pause café
09h30 – 10h00	Présentation des membres fondateurs et des membres organisateurs Le mot de l'université : J. MERCIER Le mot du CFM et du Comité d'organisation : G. GESAN-GUIZIOU, M. HERAN Le mot du directeur de l'IEM : .D. CORNU
10h00 – 10h15	Discours introductif : A. GRASMICK
10h15 – 11h00	Membrane et procédés membranaires à Montpellier : de la genèse aux membranes d'aujourd'hui G. RIOS
11h00 – 11h45	Procédés à Membranes et Traitement de l'Eau: Applications et innovations H. BUISSON (VEOLIA), M. HERAN (IEM)

DEJEUNER

Visite des stands



Mercredi 15 Juin 2022

SESSION AGROALIMENTAIRE : Chair F. LUTIN et M. DORNIER

14h00 – 14h30	Membranes céramiques éco-efficientes. J. ANQUETIL (TAMI Industries)
14h30 – 15h00	Développement d'un outil d'optimisation multi-objectif d'un procédé de microfiltration tangentielle pour la séparation des protéines laitières. L. AGABRIEL (BOCCARD), G. GESAN-GUIZIOU (STLO)
15h00 – 15h30	Nouvelles techniques de production d'eau déminéralisée par procédés membranaires (UF, RO, CM, EDI). Intérêt pour l'eau de process et la production de vapeur. S. PEREZ (CHEMDOC)
	FLASH POSTER
15h30 – 15h34	New approach for the identification of suspended solids interactions during orange juice microfiltration: rheology and particles size fractionation. Camille DEMOULIN
15h34 – 15h38	Procédés membranaires en milieu CO ₂ Sc pour des procédés supercritiques économes. Dilia CHABNI
15h38 – 15h42	Concentration des caroténoïdes de concentrés d'agrumes par microfiltration tangentielle couplée à une pré-liquéfaction enzymatique : évaluation des performances du procédé et de la qualité vitaminique des produits. Sophie DI CORCIA
15h38 – 15h42	Récupération des phospholipides du lactosérum par couplage de procédés membranaires. Mélanie FAUCHER
15h38 – 15h42	Microfiltration tangentielle de lait écrémé : Etude des performances des membranes à gradient de perméabilité. Nadine LECONTE
	Pause café
16h15 – 16h45	Utilisation de membranes en carbure de silicium dans l'industrie agroalimentaire. A. RUBIO, M. TREVISAN (SAINT GOBAIN)
16h45 – 17h15	Dispositif de décolmatage dynamique des membranes appliqué au traitement des vinasses de distillation. O. COUPAYE (TIA)

COKTAIL DE BIENVENUE : Domaine Haut-Lirou
34270 ST JEAN DE CUCULLES
Départ Bus 17h40

POSTER AGROALIMENTAIRE

A01	New approach for the identification of suspended solids interactions during orange juice microfiltration: rheology and particles size fractionation. Camille DEMOULIN , Michèle DELALONDE, Layal DAHDOUH, Julien RICCI, Christelle WISNIEWSKI
A02	Procédés membranaires en milieu CO ₂ Sc pour des procédés supercritiques économes. Dihia CHABNI , Séverine CAMY, Jean-Stéphane CONDORET, Jean-François LAHITTE, Jean-Christophe REMIGY
A03	Concentration des caroténoïdes de concentrés d'agrumes par microfiltration tangentielle couplée à une pré-liquéfaction enzymatique : évaluation des performances du procédé et de la qualité vitaminique des produits. Sophie DI CORCIA , Claudie DHUIQUE-MAYER, Manuel DORNIER
A05	Couplage des procédés de micro et nanofiltration tangentielles pour la concentration des composés d'arômes d'un extrait hydroalcoolique de Framboise. Adrien SERVENT, Guillaume JOBARD, Lumley HECTOR, Marc LEBRUN, Manuel DORNIER
A06	Fractionnement de peptides bioactifs de levure résiduelle de bière Gabriela VOLLET MARSON, Stella LACOUR, Miriam Dupas HUBINGER, MariePierre BELLEVILLE
A07	Innovation de rupture dans le domaine des membranes céramiques: fabrication additive et promoteurs de turbulence. Jérôme ANQUETIL, Laurent GROSPÉLLE, Philippe LESOCHE
A08	Ultrafiltration tangentielle de suspensions de nanocristaux de cellulose assistée par ultrasons : Approche multi-échelle (SAXS, MicroPIV) Challamel M., Avalos Robertti M. V., Baup S., Hengl N., Djeridi H., Pignon F., Manneville S., Gibaud T., Sztucki M.
A09	Récupération des phospholipides du lactosérum par couplage de procédés membranaires Mélanie FAUCHER, Jacinthe THIBODEAU, Ozan Nazim CIFTCI, Sami GAALOUL, Laurent BAZINET
A10	Méthodologie prédictive pour une purification en protéines et un enrichissement simultané en peptides bioactifs d'un hydrolysate de protéines de colza par ultrafiltration. Nastassia KAUGARENIA, Sophie BEAUBIER, Xavier FRAMBOISIER, François LESAGE, Romain KAPEL
A11	Mise au point d'un protocole original de purification des protéines de tournesol par procédé membranaire. Sara ALBE SLABI, Odile MESIERES, Xavier FRAMBOISIER, Arnaud AYMES, Olivier GALET, Romain KAPEL
A12	Microfiltration tangentielle de lait écrémé : Etude des performances des membranes à gradient de perméabilité. Nadine LECONTE, Gaspard FOUILLARD-MAIRESSE, Fabienne LAMBROUIN, Geneviève GESAN-GUIZIOU
A13	Enrichissement optimal d'un peptide antimicrobien d'hydrolysats d'hémoglobine bovine par prédiction des performances de séparation d'ultrafiltration Sophie BEAUBIER, Rémi PRZYBYLSKI, Alice BODIN, Naïma NEDJAR, Pascal DHULSTER et Romain KAPEL
A14	Desalcolisation des boissons (mélanges eau-éthanol) avec la distillation membranaire Elsie ZUROB, Jean-Pierre MERICQ, José SANCHEZ-MARCANO, Marie-Pierre BELLEVILLE

Jeudi 16 Juin 2022

SESSION BIO-SANTE : Chair E. CARRETIER

09h00 – 09h30	Déminéralisation de sérum par technologies membranaires : une innovation porteuse pour le secteur de l'alimentation infantile. M. Van AUDENHAEGE (SODIAAL)
09h30 – 10h00	Intégration de l'UF dans les procédés industriels de purification de produits pharmaceutiques E. DARNON (Technip Energies) et S. JABY (LFB)
10h00 – 10h30	La pervaporation : possibilité de régénération de nouveaux solvants pour l'industrie pharmaceutique. M. LE HIR (SANOFI)
	FLASH POSTER
10h30 – 10h34	Récupération de catalyseurs par ultrafiltration. Adrien MAGNE
10h34 – 10h38	Procédé continu et intensifié de cristallisation membranaire : Contrôle de la qualité d'un principe actif pharmaceutique. Carla KALAKECH
10h38 – 10h42	Membranes à surface fonctionnalisée pour la séparation des protéines sanguines. Charaf MERZOUGUI
10h42 – 10h46	Production semi-industrielle par électrodialyse avec membranes d'ultrafiltration d'une fraction peptidique démontrant des activités inhibitrices de la DPP-IV et de l'ACE à partir d'un hydrolysate de concentré de protéines du lactosérum. Mélanie FAUCHER
10h46 – 10h50	Non-destructive characterization of UF virus cartridges to estimate the molecular weight cut-off (MWCO) by using Liquid-Liquid Displacement Porosimetry. R. PEINADOR-DAVILA
	Pause café
11h15 – 11h45	Impact du seuil de coupure des membranes dans les filières de traitement des effluents hospitaliers : retour d'expérience pleine échelle, prise en compte de l'antibio-résistance. E. TROUVE (NEREUS)
11h45 – 12h15	L'osmose inverse pour le traitement des eaux de Mourenx et la valorisation d'API. M. LE HIR (SANOFI)

DEJEUNER

Visite des stands



Jeudi 16 Juin 2022

POSTER BIO-SANTE

B01	Récupération de catalyseurs par ultrafiltration. Adrien MAGNE , Morgane LE HIR, Thomas CLAIR, Emilie CARRETIER, Philippe MOULIN.
B02	Procédé continu et intensifié de cristallisation membranaire : Contrôle de la qualité d'un principe actif pharmaceutique. Carla KALAKECH , Catherine CHARCOSSET, Mathias MONNOT, Elodie CHABANON.
B03	Membranes à surface fonctionnalisée pour la séparation des protéines sanguines. Charaf Merzougui, Pierre Roblin, Pierre Aimar, Patrice Bacchin, Christel Causserand
B04	Caractérisation par microscopie électronique de membranes de filtration PAN et PES. Hélène ROBERGE, Philippe MOREAU, Estelle COUALLIER, Patricia ABELLAN
B05	Valorisation des protéines végétales par procédés membranaires : rôle des interactions Protéines-Polyphénol-Matériau. J. TEYCHENE, S. TELA, M. CERTIAT, J. JOLIBOIS, S. LABORIE, C. GUIGUI
B06	Interactions polyphénols – polyéthersulfone, impact des ions sur l'adsorption sur des membranes polymères d'ultrafiltration Marie CERTIAT, Johanne TEYCHENE, Christelle GUIGUI, Stéphanie LABORIE, Franck JOLIBOIS
B07	Production semi-industrielle par électrodialyse avec membranes d'ultrafiltration d'une fraction peptidique démontrant des activités inhibitrices de la DPP-IV et de l'ACE à partir d'un hydrolysate de concentré de protéines du lactosérum Mélanie FAUCHER, Thibaud R. GEOFFROY, Jacinthe THIBODEAU, Sami GAALOUL, Laurent BAZINET
B08	Extraction liquide-liquide en contacteur membranaire pour l'intensification de la bioproduction du 2-phenyléthanol par Kluyveromyces marxianus Ana Karen SANCHEZ-CASTANEDA, Sarrah GHORBAL, Violaine ATHES, Catherine BEAL, Claire SAULOU-BERION & Marwen MOUSSA
B09	Mise au point d'un système intégré pour la culture de la diatomée Haslea ostrearia et l'extraction en continue de la marennine extracellulaire Nesrine GARGOUCH, Raphaëlle TOUCHARD, Hélène MAREC, Jean-Luc MOUGET, Jérémy PRUVOST, Anthony MASSE
B10	Non-destructive characterization of UF virus cartridges to estimate the molecular weight cut-off (MWCO) by using Liquid-Liquid Displacement Porosimetry R. PEINADOR-DAVILA
B11	Retrait des acides organiques du jus de canneberge par électrodialyse avec membranes bipolaires : Impact sur le microbiote intestinal Valentine RENAUD, Vanessa P. HOUDE, Geneviève PILON, Thibault V. VARIN, Cyril ROBLET, André MARETTE, Yvan BOUTIN and Laurent BAZINET

Jeudi 16 Juin 2022

SESSION CHIMIE ENERGIE : Chair P.E. GOUTORBE, M. BECHELANY

14h00 – 14h20	Applications des contacteurs membranaires gaz-liquide pour l'industrie électrique. T. NEVEUX (EDF)
14h20 – 14h40	Séparation de l'hydrogène par des membranes métalliques PdAg. N. COMBERNOUX (CEA)
14h40 – 15h00	Technologies électro-membranaires appliquées à la purification des sels de lithium. L. GRIFFON (EURODIA)
	FLASH POSTER
15h00 – 180 s	Modélisation d'un procédé d'extraction en ligne par contacteurs membranaires pour la production d'acides organiques. Pedro ARANA-AGUDELO
180 s	Mass transfer of volatile fatty acids through nanofiltration membranes: relationship between feed and permeate proportions. Sylvain GALIER
180 s	Integration of nanofiltration in the production of furfural from lignocellulosic biomass. Sylvain GALIER, Sylvain GALIER
	Pause café
16h00 – 16h20	Le rôle de la perméation gazeuse dans l'épuration de biogaz de décharge : défis et retour d'expérience A. TRUEBA (WAGA)
16h20 – 16h40	Traitement pollution intérieure, élimination COV. F. GERARDIN (INRS)
16h40 – 17h00	Emerging use of membrane contactors for gas transfer from/to liquids - new concepts for CH ₄ and NH ₃ . M. ULBRICHT (3M)

Photo de groupe
DINER DE GALA : Carré Mer
Départ des bus : 17h40

PRIX DE THESE DU CFM

Remises des prix : Thèses CFM2020 et 2021, prix Jean Christophe Rouch
Champagne offert par le CFM

Jeudi 16 Juin 2022

POSTER CHIMIE ENERGIE

C01	Modélisation d'un procédé d'extraction en ligne par contacteurs membranaires pour la production d'acides organiques. Pedro ARANA-AGUDELO , Violaine ATHES, Marwen MOUSSA, Kevin LACHIN, Ioan-Cristian TRELEA
C02	Mesures d'émission acoustique : un nouvel outil de diagnostic en ligne pour les membranes céramiques poreuses soumises à un flux de gaz. A. JULBE, M. BAH, E.D. MANGA, M. DROBEK, P. DA COSTA, A. AYRAL, G. DESPAUX, E. LE CLEZIO, B. COASNE
C04	Réacteurs membranaires à base de nanoparticules catalytiques pour la mise en œuvre de réactions d'hydrogénation en chimie fine. J.-F. Lahitte, M. Lopez Viveros, Y. Gu, I. Favier, M. Gómez, J.-C. Remigy
C05	Méthodologie de sélection et de qualification d'un procédé membranaire pour le traitement de boues résiduaires. Lucas LIOTAUD, Jérémy MASCARADE, Denis ODE, Eric CANTREL, Fabrice BOUCHET, Natacha MICHEL-BECHET, Agnès GRANDJEAN
C06	Bio-hydroxylation du méthane : optimisation de la durée de production en méthanol. Louis CORNETTE DE SAINT CYR, Azariel RUIZ-VALENCIA, Marie-Pierre BELLEVILLE, José SANCHEZ-MARCANO, D. PAOLUCCI, Laurence SOUSSAN
C07	Mass transfer of volatile fatty acids through nanofiltration membranes: relationship between feed and permeate proportions. Sylvain GALIER, Yin ZHU, Hélène ROUX-de BALMANN
C08	Integration of nanofiltration in the production of furfural from lignocellulosic biomass. Sylvain GALIER, Kritsana NAMHEAD, Hélène ROUX-de BALMANN
C09	Biogas recovery from anaerobic membrane bioreactor permeate; fouling and long-term stability analysis. Qazi SOHAIB, Jean-Pierre MERICQ, Geoffroy LESAGE, Marc HERAN

Photo de groupe

DINER DE GALA : Carré Mer

Plage de Maguelone, 34750 Villeneuve-lès-Maguelone

Départ des bus : 17h40

PRIX DE THESE DU CFM

Remises des prix : Thèses CFM2020 et 2021, prix Jean Christophe Rouch
Champagne offert par le CFM

Vendredi 17 Juin 2022

SESSION EAU ENVIRONNEMENT : G. LESAGE, S. PEREZ

08h00 – 08h30	Accueil des participants
08h30 – 09h00	L'ultrafiltration dans la production d'eau potable : Retour sur 10 années d'exploitation par toujours faciles. L. MOULIN (Eau de PARIS)
09h00 – 09h30	Traitement du 1,4 dioxane par membrane NF-OI en production d'eau potable. J. KUNTZ (SUEZ)
09h30 – 10h00	L'ultrafiltration au service de l'aquaculture. A. MOUILLERON (Caviar de Neuvic) , P. MOULIN (AMU)
10h00 – 180 s	FLASH POSTER EAU ENVIRONNEMENT
180 s	Traitement d'effluents industriels par couplage de procédés membranaires et oxydation en voie humide : étude de performances. Emilie GOUT
180 s	Performances de l'ultrafiltration et de l'osmose inverse basse pression pour la production d'eau destinée à la consommation humaine. Hugo TALIGROT
180 s	Utilisation des membranes minérales pour le traitement des eaux de lavage des gaz d'échappement de la marine marchande. Maryse DROUIN
180 s	Limitation du colmatage dans les bioréacteurs à membranes à l'échelle industrielle: modélisation et caractérisation de l'hydrodynamique. Elodie SUARD
180 s	Modèle à base de connaissances intégré pour un bioréacteur à membrane de très grande taille : un outil vers l'optimisation et le contrôle du procédé. Kashif NADEEM
180 s	Evaluation de l'effet d'un rétrolavage essoré sur le colmatage d'une membrane UF pour le traitement de l'eau de mer et l'eau municipale par un pilote semi-industriel. Tarik ELJADDI
180 s	Traitement des eaux usées domestiques à énergie positive par Bioréacteur à Membrane Anaérobie Granulaire. Lucie SANCHEZ
180 s	Fabrication durable de membranes : vers des membranes intégralement biosourcées. Patrick LOULERGUE
180 s	FORWARD-FACTORY : Mise en œuvre de l'osmose directe pour transformer le traitement des eaux usées urbaines en usine de récupération des ressources. G. Blandin
	Pause café
10h45 – 11h15	La réutilisation des eaux usées en région paca : Etude de cas L. ERCOLEI (Société des Eaux de Marseille) , M. MONNOT (AMU)
11h15 – 11h45	Neophil®, la nouvelle génération de matériau membranaire pour l'ultrafiltration de l'eau. O. LORRAIN (POLYMEM)
11h45 – 12h15	La station bioréacteur à membrane de Seine Aval, un terrain d'études du projet MOCOPEE. C. BLIN (SIAAP)

SESSION DE CLOTURE

12h15	Remises des prix : concours étudiant Bilan de MEMPRO7 et conclusions Distribution des repas à emporter
-------	--

Vendredi 17 Juin 2022

POSTER EAU ENVIRONNEMENT	
E 01	Ceramic membrane fractionation of digestates for nutrient recovery by dynamic nanofiltration. Aldo BETANCOURT , Mathieu SPERANDIO, Christelle GUIGUI, Emmanuel TROUVE, Guillaume NOURRIT
E 02	Traitement d'effluents industriels par couplage de procédés membranaires et oxydation en voie humide : étude de performances. Emilie GOUT , Fatimatou-Toure LO, Mathias MONNOT, Pierre VANLOOT, Olivier BOUTIN, Philippe MOULIN
E 03	Performances de l'ultrafiltration et de l'osmose inverse basse pression pour la production d'eau destinée à la consommation humaine. Hugo TALIGROT, N. Jacquet, S. Wurtzer, M. Monnot, L. Moulin, P. Moulin
E 04	Utilisation des membranes minérales pour le traitement des eaux de lavage des gaz d'échappement de la marine marchande. Maryse DROUIN , Giulia PARRAVICINI, Samy NASSER, Philippe MOULIN
E 05	Flow electrode capacitive deionization: Optimizing desalination performance and flowing properties of activated carbon flow electrodes. Myriam TAUK , Francois Zaviska, Marc Cretin, Mikhael Bechelany, Philippe Sibat
E 06	Amélioration de la filière de traitement des lixiviats issus des déchets ménagers et assimilés. Zineb BOUABDALLAH , Geoffroy Lesage, Houria Hamitouche, Julie Mendret, Mohamed Wahib Naceur, Marc Heran
E 07	Culture de microalgues en eau ultrafiltrée : de l'étude de faisabilité au développement industriel. Clémence Cordier, Christophe Stavrakakis, Adeline Lange, Frédéric Chenier, Philippe Moulin
E 08	Modification des propriétés interfaciales de membranes fibres creuses par l'incorporation d'oxyde de graphène (GO). Danae Gonzalez-Ortiz, Jeanne CASETTA, Mikhael Bechelany, Philippe Miele, Céline Pochat-Bohatier
E 09	Limitation du colmatage dans les bioréacteurs à membranes à l'échelle industrielle : modélisation et caractérisation de l'hydrodynamique. Elodie SUARD, Y. Fayolle, C. Albasi, S. Guérin, V. Rocher, S. Gillot, M. Alliet
E 10	CaTiO ₃ -Cu based composites combined with 2D graphene oxide nanosheets as photocatalyst to enhance the degradation of paracetamol via peroxymonosulfate activation. Fida TANOS, Antonio RAZZOUK, Marc CRETIN, Geoffroy LESAGE, Mikhael BECHELANY
E 11	Traitement de condensat par ultrafiltration en vue de leur réutilisation dans des chaudières Grégory CANO, Maddie QUARTARARO, Philippe MOULIN
E 12	Fabrication de membranes polymériques fibres creuses : étapes, procédé et méthodes. Jeanne Casetta, Danae Gonzalez-Ortiz, Morgan Nouxet, Céline PochatBohatier, Mikhael Bechelany, Philippe Miele
E 13	Mise en œuvre du Quorum Quenching pour limiter la communication bactérienne intervenant dans les bioréacteurs à membrane. J. Teychene, E. Mideksa, A. Tourette Diallo, N. Dietrich, C. Guigui
E 14	Modèle à base de connaissances intégré pour un bioréacteur à membrane de très grande taille : un outil vers l'optimisation et le contrôle du procédé. Kashif NADEEM, Queralt PLANA, Claire ALBASI, Jean BERNIER, Sam AZIMI, Vincent ROCHER, Marion ALLIET
E 16	Tunable TiO ₂ -BN-Pd nanofibers by combining electrospinning and atomic layer deposition to enhance photodegradation of acetaminophen. Syreina ALSAYEGH, Francois ZAVISKA, Geoffroy LESAGE, Mikhael BECHELANY

Vendredi 17 Juin 2022

POSTER EAU ENVIRONNEMENT

E 17	Evaluation de l'effet d'un rétrolavage essoré sur le colmatage d'une membrane UF pour le traitement de l'eau de mer et l'eau municipale par un pilote semi-industriel. Tarik ELJADDI, Jiaqi YANG, Clémence Cordier, Mathias MONNOT, Christophe Stavrakakis, Philippe Moulin
E 18	Traitement des eaux usées domestiques à énergie positive par Bioréacteur à Membrane Anaérobie Granulaire. Lucie SANCHEZ , Marc HERAN, Geoffroy LESAGE
E 19	Bleach Production With a New Method Based on a Zero Gap Electrolysis Cell. Rihab BELHADJ AMMAR, Takoua OUNISSI, Christian LACHET, Lasâad DAMMAK, Arthur MOFAKHAMI, Emna SELMANE BELHADJ HMIDA
E 20	Fabrication durable de membranes : vers des membranes intégralement biosourcées. Patrick LOULERGUE, Pacôme TOMIETTO, Lydie PAUGAM, Francesca RUSSO, Francesco GALIANO, Alberto FIGOLI, Jean-Luc AUDIC
E 21	Rétention de neuf micropolluants aux propriétés physico-chimiques variées par des membranes fibres creuses chargées négativement. Manon GRANGER-DELACROIX, Claire ALBASI, Laure LATAPIE, Anaïs VANDENBOSSCHE, Guillaume NOURRIT, Christel CAUSSERAND
E 22	FORWARD-FACTORY : Mise en œuvre de l'osmose directe pour transformer le traitement des eaux usées urbaines en usine de récupération des ressources. G. Blandin, J. Comas, G. Lesage, M. Héran, I. Rodriguez-Roda
E 23	Potentialités d'une méthode optique non destructive pour étudier le mouillage in operando en distillation membranaire. Tarik ELJADDI, Tianyi ZHANG, Stéphanie LABORIE, Corinne CABASSUD

Les exposants :



alting



3M

sanofi

résumés des conférences

Membranes céramiques éco-efficientes

¹ Jérôme Anquetil – Directeur Scientifique et Technologique

² Laurent Gropelly – Directeur Général

³ Philippe Lescoche – Président & CEO

TAMI Industries, ZA Les Laurons – CS 65, 26111 Nyons Cedex

janquetil@tami-industries.com

La décision d'achat d'une installation industrielle est avant tout le résultat d'un compromis entre d'une part un produit à traiter aux caractéristiques physico-chimiques données et d'autre part un dimensionnement qui, basé sur un objectif de productivité, est souvent révisé ou ajusté au vu du montant de l'investissement et/ou du coût annuel d'exploitation et notamment de sa consommation électrique.

Pour satisfaire ce compromis TAMI Industries a imaginé, a conçu et fabrique aujourd'hui par technologie additive des membranes céramiques constituées de canaux non-rectilignes de formes innovantes qui, en générant des turbulences et autres vortex, réduisent leur colmatage et permettent soit une réduction, à performance égale, de la puissance énergétique mise en œuvre pour la circulation du produit à traiter, soit une augmentation, à puissance énergétique égale, de leur performance.

Ces nouvelles membranes autorisent de surcroît un spectre d'utilisations plus large que les gammes existantes.

Développement d'un outil d'optimisation multi-objectif d'un procédé de microfiltration tangentielle pour la séparation des protéines laitières

Louis AGABRIEL^{1,*}, Maëllis BELNA^{1,2,3}, Anne-Laure MARIE¹, Franck SFILIGOI-TAILLANDIER⁴, Amadou NDIAYE² et Geneviève GESAN-GUIZIOU³

¹ **Boccard**, Développement technologique, 35360, Montauban-de-Bretagne, France

² I2M, INRAE, Université de Bordeaux, 33405, Talence, France

³ STLO, INRAE, Agrocampus Ouest, 35000, Rennes, France

⁴ RECOVER, INRAE, Aix-Marseille Université, 13080, Aix-en-Provence, France

* lagabriel@boccard.fr

La modélisation et l'optimisation des procédés agroalimentaires est une tâche difficile dû à la complexité des produits agroalimentaires, le manque de connaissances sur les mécanismes limitant les performances [1] et l'hétérogénéité des variables impliquées. C'est le cas pour la microfiltration tangentielle 0.1 μm de lait écrémé (MF 0.1 μm). Cette opération est généralement utilisée dans l'industrie laitière pour séparer les protéines : micelles de caséines natives (rétentat) utilisées dans les fromages et les protéines de lactosérum (perméat) principalement utilisées dans les formulations alimentaires à destination des populations spécifiques (personnes âgées, nourrissons, sportifs). En dépit du fort intérêt porté à la MF 0.1 μm dans le secteur de l'industrie agroalimentaire, ce procédé de transformation n'a pas été intégralement optimisé au regard des objectifs des utilisateurs. Les choix de conception, dimensionnement et conditions opératoires sont principalement basées sur le savoir-faire des équipementiers et des connaissances expertes disponibles. Dans la littérature, l'optimisation de la MF 0.1 μm de lait écrémé est abordée en mono-objectif sur un problème posé empiriquement [2] ou sur l'influence spécifique d'une variable d'intérêt sur un groupe de variables choisies [3]. Ce travail vise à optimiser la microfiltration tangentielle 0.1 μm de lait écrémé depuis la conception jusqu'aux performances des produits avec des objectifs d'optimisation contradictoires en intégrant des connaissances expertes et scientifiques dans la formulation d'un problème multiobjectif. La méthodologie, basée sur « l'intégration des connaissances » se compose de quatre étapes : 1) l'acquisition de connaissances scientifiques et expertes sur les objectifs à optimiser ; 2) la modélisation des objectifs sous forme de fonctions calculables ; 3) la résolution du problème multiobjectif en utilisant un algorithme d'optimisation métaheuristique adapté ; 4) l'aide à la décision multicritère. Les objectifs considérés sont de maximiser la composition des fractions rétentat et perméat, de maximiser le rendement de récupération des protéines dans la fraction perméat et de minimiser les coûts économiques. Environ 1000 solutions Pareto-optimales ont été trouvées, dont des solutions proches de celles utilisées dans l'industrie et à moindre coût. L'optimisation multiobjectif de la MF a ouvert de nouvelles réflexions sur la conception des installations et les combinaisons de conditions opératoires en améliorant les caractéristiques du produit tout en maintenant constants les coûts d'investissement et de production. Le résultat de l'optimisation est une preuve de concept dont la faisabilité et la viabilité à l'échelle industrielle doivent être validées. Ces travaux ouvrent de nouvelles perspectives pour l'optimisation multiobjectif des procédés alimentaires.

-
- [1] Trystam, G. (2012) Modelling of food and food processes, *Journal of Food Engineering* 110 :269-277, <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.05.001>
- [2] Jørgensen, C.E., Abrahamsen, R.K., Rukke, E.-O., Johansen, A.-G., Schüller, R.B., Skeie, S.B., 2016. Optimization of protein fractionation by skim milk microfiltration: Choice of ceramic membrane pore size and filtration temperature. *Journal of Dairy Science*. <https://doi.org/10.3168/jds.2016-11090>
- [3] Gésan-Guiziou, G., Boyaval, E., Daufin, G., 1999. Critical stability conditions in crossflow microfiltration of skimmed milk: transition to irreversible deposition. *Journal of Membrane Science* 158, 211–222. [https://doi.org/10.1016/s0376-7388\(99\)00017-4](https://doi.org/10.1016/s0376-7388(99)00017-4)

Dispositif de décolmatage dynamique des membranes appliqué au traitement des vinasses de distillation

Olivier COUPAYE

T I A – Techniques Industrielles Appliquées – rue Robert Schumann – CS 30012 – 84501 Bollène cedex

tia@tia.fr

Mots clé : Décolmatage dynamique, Centrifiltre®, Vinasses de distillation

Fruits des travaux de recherche qui ont été menés par le docteur Roger Bouzezar, au sein de l'équipe CNRS UMR 6600, dans les locaux et avec les moyens du laboratoire de biologie et mécanique de l'U.T.C (Université Technologie de Compiègne), le procédé de filtration membranaire avec décolmatage dynamique permanent a démontré un potentiel important et aboutit au dépôt de 2 brevets (Brevet n° 9610450 et Brevet n° 0109487).

Le système, dénommé Centrifiltre®, est constitué d'un rotor représenté par un disque ou une hélice et d'un stator représenté par la membrane céramique poreuse.

La rotation du disque au dessus de la membrane provoque un écoulement tridimensionnel fortement instable qui permet de créer une vitesse tangentielle importante à la surface de la membrane.

Le Centrifiltre® permet :

- De traiter des produits visqueux, épais ou chargés avec les avantages des applications de séparation membranaire,
- D'atteindre un fort facteur de concentration volumique,
- De réaliser des gains significatifs de consommation énergétique par rapport aux procédés classiques,

Cette communication a pour objectif de présenter le dispositif Centrifiltre®.

Nous aborderons ensuite les récents essais réalisés avec ce dispositif dans le traitement des vinasses de distillation, qui constituent un sous-produit important aux multiples enjeux dans les filières de la distillation en France (la distillation d'un hectolitre d'alcool pur conduit à générer environ neuf hectolitres de vinasses). Enfin, nous décrirons les usages possibles des perméats et rétentats issus de l'étape de filtration membranaire réalisée avec le Centrifiltre® sur les vinasses de distillation.

Déminéralisation de sérum par technologies membranaires : une innovation porteuse pour le secteur de l'alimentation infantile.

E. Lepvrier, F. Le Goff, C. Grassin, M. Lemaire, [M. Van Audenhaege*](#)

Sodiaal International, Centre Recherche & Innovation, Rennes, France

* Marieke.VANAUDENHAEGE@Sodiaal.fr

Mots-clés : sérum déminéralisé, formule infantile, protéines, éco-conception

La production de formules infantiles d'origine biologique reste une activité en plein essor, malgré la baisse de la natalité dans les pays asiatiques, car elle est génératrice de valeurs. Mais les volumes restent limités par la quantité de lactosérum déminéralisé disponible car la transformation fromagère en Europe génère de très faibles volumes de lactosérum biologique. Un procédé innovant basé sur les technologies membranaires a donc été développé et breveté ⁽¹⁾, à partir de lait biologique. Il fournit un sérum déminéralisé à hauteur de 90 % et compatible avec les exigences règlementaires de l'infantile et de la production biologique. La spécificité du procédé est l'utilisation d'étapes de filtration (ultrafiltration et nanofiltration) en amont de l'électrodialyse pour diminuer le ratio minéraux / protéines sériques en entrée d'électrodialyse. Ceci permet d'atteindre une teneur en cendres inférieure à 1% de l'extrait sec sans utilisation de résines d'échange d'ions. Le profil en minéraux est ainsi cohérent avec les exigences de la formulation infantile, tout en maintenant une plus grande fraction du calcium laitier naturellement présent dans la matière première de départ. Les caractéristiques physicochimiques de l'ingrédient innovant ont été comparées avec celles des lactosérums déminéralisés disponibles sur le marché et issus d'une déminéralisation combinant électrodialyse et échange d'ions. Il ressort de l'étude que cet ingrédient innovant présente une teneur en protéines d'intérêt nutritionnel et immunitaire supérieure à celle des sérums déminéralisés standards. Outre les bénéfices apportés au profil en acides aminés via la composition protéique, le procédé permet également de préserver les protéines d'une dénaturation et/ou agrégation. Ces bénéfices se retrouvent également lors de l'analyse des formules infantiles contenant cet ingrédient innovant. Les premiers éléments issus d'une étude clinique sur des nourrissons de 0 à 6 mois sont également encourageants : la préparation infantile comportant ce sérum déminéralisé innovant est bien tolérée et la courbe de croissance est en accord avec celle du groupe témoin d'enfants allaités ⁽²⁾. Cette innovation permet également d'avoir une empreinte carbone réduite pour la production des formules infantiles.

⁽¹⁾ Van Audenhaege, M., Fairise, J.F., 2015. Procédé de fabrication d'une composition protéique laitière déminéralisée, adapté notamment à la filière biologique, et composition protéique laitière déminéralisée. EP3313190.

⁽²⁾ Berthier et al, 2021. Une préparation pour nourrissons BIO contenant un lactosérum issu d'un nouveau procédé d'extraction et de déminéralisation permet une croissance normale et bien tolérée de 0 à 6 mois. Journées Francophones de Nutrition, JFN2021-ABS-263.

Intégration de l'UF dans les procédés industriels de purification de produits pharmaceutiques

Estelle DARNON^{1*}, Stéphanie JABY^{2**}

¹ **Technip Energies** France, 2126 Boulevard de la Défense, 92741 Nanterre Cedex, France

² **LFB**, 3 avenue des Tropiques, BP 40 305, 91 958 Courtaboeuf Cedex, France

* estelle.darnon@technipenergies.com

** nakachest@lfb.fr

L'industrie pharmaceutique est une industrie très réglementée. Le développement et la validation des procédés (validation initiale, validation continue, validation après transfert ou modification) doivent en particulier être orientés sur la qualité des produits pour garantir *in fine* la sécurité des patients. Le QRM (Quality Risk Management) est dans ce cadre un outil précieux et documenté (ICH – International Council for Harmonisation, FDA- Food and Drug Administration, Eu GMP – European Good Manufacturing Practice...) pour minimiser les risques procédé et produit.

La présentation introduira ce contexte réglementaire pharmaceutique et sa déclinaison industrielle appliquée à l'ultrafiltration dans les procédés de purification de protéines plasmatisées. Des exemples de développement, de transferts et de validations industrielles d'étapes d'ultrafiltration intégrant ce cadre réglementaire pharmaceutique seront présentés pour illustrer le propos.

Séparation de mélanges dihydrogène / gaz neutre par des membranes métalliques PdAg

Nicolas COMBERNOUX ^{1*}, Christophe CASTEL ², Eric FAVRE ²

¹ **CEA/DAM**, Centre de Valduc, F-21120 Is sur Tille, France

² LRGP-CNRS Université de Lorraine, 1 rue Grandville, 54001 Nancy, France

* nicolas.combernoux@cea.fr

La purification de l'hydrogène par des membranes denses métalliques, telles que les membranes à base d'alliage de palladium, est un procédé éprouvé. Ces membranes ont la particularité de présenter une sélectivité au dihydrogène très élevée. Les applications de ces membranes concernent, par exemple, la production d'hydrogène ultra pur [1].

La mise en œuvre de ces procédés de séparation membranaire au stade industriel se fait depuis de nombreuses années au CEA pour la séparation de mélanges binaires dihydrogène gaz neutre (He, N₂). Le sujet sera abordé sous l'angle expérimental et modélisation/simulation. Les essais expérimentaux ont été effectués sur un pilote mettant en œuvre des membranes fibres creuses d'une surface d'environ 1 m². La démarche de modélisation a été conduite afin de simuler le comportement de ces membranes, puis comparer avec les résultats expérimentaux.

Cette présentation montrera les performances et les particularités de ces types de membranes (mécanisme de séparation, fonctionnement) ainsi que l'effet des principaux paramètres opératoires. La compréhension des phénomènes physico-chimiques mis en jeu sera également abordée. Il s'agira aussi de présenter les inconvénients et les limites de ces membranes, en particulier le phénomène de polarisation de concentration, ainsi que les optimisations possibles.

[1] Peters, T., Caravella, A., Pd-based membranes : Overview and Perspectives., MDPI (2018)

Le rôle de la perméation gazeuse dans l'épuration de biogaz de décharge : défis et retour d'expérience

Antonio TRUEBA

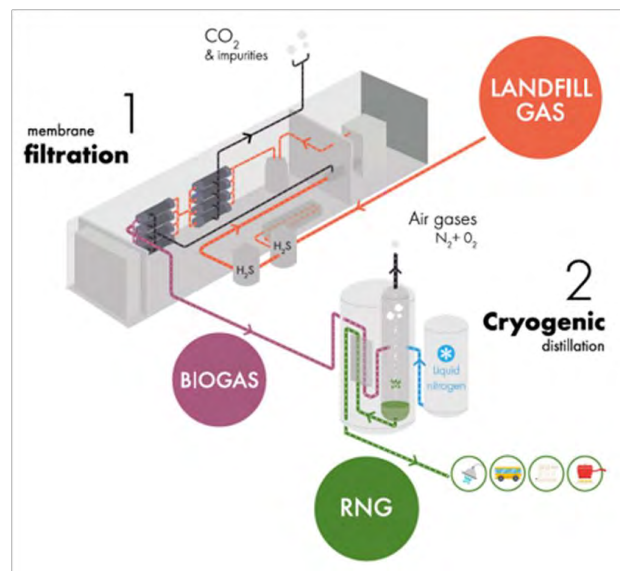
Waga Energy, 2 Chemin du Vieux Chêne, 38240 Meylan

Antonio.trueba@waga-energy.com

La concentration de méthane dans l'atmosphère est à son plus haut niveau depuis 800 000 ans et ne cessent d'augmenter avec les activités anthropiques. Les sites de stockage de déchets sont une source majeure d'émissions, mais également de gaz disponible immédiatement. Récupérer ce gaz est un défi industriel majeur qui a été levé par Waga Energy et sa technologie : la Wagabox®.

Avec le couplage d'une perméation membranaire et une distillation cryogénique, la WAGABOX® permet de récupérer jusqu'à 90% du méthane généré dans les ISDND. En complément de ces deux étapes, le biogaz brut doit être traité en amont afin de rendre le gaz compatible avec la spécification du réseau de gaz naturel, mais également pour protéger les équipements mis à l'œuvre lors de l'épuration du biogaz.

Ces unités, conçues pour une durée de 15 ans, doivent donc être surveillées en permanence. L'état de santé de membranes est donc un sujet majeur pour pouvoir garantir une opération optimale et une disponibilité maximale de l'unité. La compréhension de phénomènes qui conduisent à une dégradation de la performance de l'unité membranaire a fait l'objet d'une étude approfondie pour aboutir à des indicateurs de « santé » qui permettent de réaliser des opérations de maintenance préventives sur le procédé afin de préserver les équipements.



Procédé membranaire photo-contrôlé : Une solution originale et performante pour l'élimination des COV faiblement concentrés dans l'air

Fabien Gérardin^{1*}, Julien Simard¹, Éric Favre²

¹ Institut National de Recherche et de Sécurité, Rue du Morvan, CS60027, 54519 Vandœuvre Cedex, France

² Laboratoire Réactions et Génie des Procédés, UMR 7274 CNRS Université de Lorraine, 1 rue Grandville BP20451, 54001 Nancy Cedex, France

* fabien.gerardin@inrs.fr

L'élimination des COV de l'air est une préoccupation sanitaire majeure aussi bien dans un contexte professionnel que domestique. L'adsorption est généralement considérée comme la meilleure technique disponible pour l'élimination des COV. Elle présente néanmoins des inconvénients non négligeables. En effet, son efficacité peut être réduite en présence d'une forte concentration d'eau et nécessite une étape de régénération lorsque le médium adsorbant est saturé. L'oxydation photocatalytique (PCO) est également présentée comme adaptée à l'élimination des COV faiblement concentrés. Cependant, la PCO a fait l'objet de nombreuses études montrant que la décomposition des composés d'intérêt peut conduire à la production de sous-produits potentiellement toxiques [1,2]. La littérature indique par exemple, que la PCO du toluène conduit à la formation de benzaldéhyde, de formaldéhyde, d'acétaldéhyde et de benzène, mais également à la désactivation du photocatalyseur [3,4]. Les procédés membranaires sont souvent considérés comme inadaptés pour l'élimination des COV peu concentrés, principalement en raison d'une force motrice trop faible entraînant des coûts énergétiques élevés.

L'objectif du travail présenté ici était d'étudier la combinaison originale d'un procédé de séparation de COV de l'air par une membrane dense et d'un procédé d'oxydation photocatalytique mis en œuvre dans le compartiment perméat du système [5]. La réaction qui se produit dans ce compartiment conduit à la réduction de la concentration du composé d'intérêt et à la formation d'une force motrice de part et d'autre de la membrane avec des conditions de pression voisines de la pression atmosphérique. Une modélisation inédite de ce procédé hybride complétée par une étude expérimentale robuste intégrant les principaux paramètres de fonctionnement (débits, pressions, matériaux membranaires, masse de catalyseur, concentration, irradiation lumineuse) est proposée dans ce travail. Cette étude démontre que pour trois composés, le n-hexane, le toluène et le dichlorométhane, ce couplage de procédés conduit à une intensification significative de la séparation d'un COV même à faible concentration (i.e. 1 à 25ppm) et avec un faible coût énergétique. La modélisation des différents processus permet de concevoir des systèmes plus élaborés tels qu'un module hybride fonctionnant en mode piston/piston équipé d'une membrane en polydiméthylsiloxane. La mise en œuvre d'un gaz de balayage dans le compartiment du perméat peut être également envisagée. Cette configuration se montre particulièrement pertinente pour la séparation des COV et limite fortement la présence de sous-produits potentiels dans l'effluent traité. D'un point de vue réactionnel, ce procédé hybride conduit à une oxydation photocatalytique des COV avantageusement augmentée par rapport à un simple réacteur photocatalytique à écoulement piston, en particulier pour de faibles irradiations lumineuses (3 W m^{-2}). Plus généralement, les résultats prometteurs de cette étude suggèrent d'étendre le concept aux systèmes membranaires intégrés fonctionnant avec une source de lumière solaire directe ou indirecte. Les applications de ces systèmes combinés de séparation / réaction sont nombreuses, que ce soit pour le traitement de l'air intérieur ou pour la purification de gaz industriels ou médicaux.

-
- [1] O. Debono, V. Hequet, L. Le Coq, N. Locoge, F. Thevenet, *VOC ternary mixture effect on ppb level photocatalytic oxidation: Removal kinetic, reaction intermediates and mineralization*, Appl. Catal. B Environ. **218** (2017) 359–369. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2017.06.070>.
- [2] A.H. Mamaghani, F. Haghghat, C.-S. Lee, *Photocatalytic degradation of VOCs on various commercial titanium dioxides: Impact of operating parameters on removal efficiency and by-products generation*, Build. Environ. **138** (2018) 275–282.
- [3] C.A. Korologos, C.J. Philippopoulos, S.G. Pouloupoulos, *The effect of water presence on the photocatalytic oxidation of benzene, toluene, ethylbenzene and m-xylene in the gas-phase*, Atmos. Environ. **45** (2011) 7089–7095. <https://doi.org/10.1016/j.atmosenv.2011.09.038>.
- [4] M. Le Behec, N. Kinadjian, D. Ollis, R. Backov, S. Lacombe, *Comparison of kinetics of acetone, heptane and toluene photocatalytic mineralization over TiO₂ microfibers and Quartzel® mats*, Appl. Catal. B Environ. **179** (2015) 78–87. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2015.05.015>.
- [5] F. Gérardin, A. Cloteaux, J. Simard, É. Favre, *A photodriven energy efficient membrane process for trace VOC removal from air: First step to a smart approach*, Chem. Eng. J. **419** (2021) 129566. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.129566>.

Utilisation émergente des contacteurs membranaires pour le transfert de gaz depuis/vers des liquides – nouveaux concepts pour le CH₄ et le NH₃

Martin Ulbricht*, Norbert Selzer

3M Deutschland GmbH, Separation and Purification Sciences Division

* martin.ulbricht@mmm.com

Le dégazage membranaire, soit l'élimination des composants gazeux de l'eau au moyen de contacteurs membranaires, est passé au cours des dernières décennies d'une application de niche, en particulier pour la préparation de l'eau ultrapure en microélectronique, à un procédé bien établi dans les unités de traitement de l'eau pour une grande variété d'industries. Dans de nombreux cas, les principaux moteurs sont le haut niveau de performance atteignable, la protection contre les impuretés offertes par les membranes par rapport aux dispositifs d'échange de gaz conventionnels (colonnes à garnissage, colonnes à bulles, etc.), et le gain d'espace permis par les technologies membranaires. En raison du découplage de la pression du liquide et du gaz (vide), et de la perte charge plus faible, le côté liquide peut souvent être dispensé d'une pompe de circulation propre. L'élimination des gaz par voie physique conduit à minimiser l'utilisation de produits chimiques, qui sont traditionnellement utilisés pour la neutralisation de l'acide carbonique libre (CO₂) ou comme agent réducteur pour l'oxygène (O₂), également corrosif.

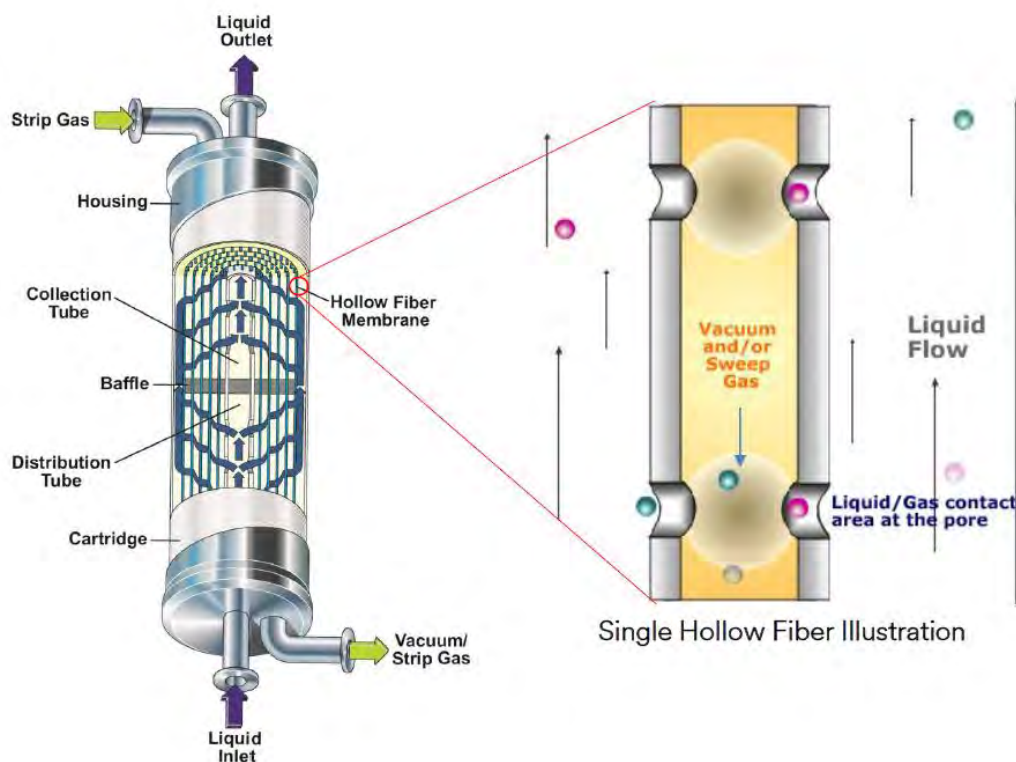


Fig. 1 – Représentation schématique d'un contacteur membranaire 3M™ Liqui-Cel™ [1]

Les modules à fibres creuses sont généralement utilisés pour le dégazage membranaire en raison de leur grande surface d'échange disponible et de la configuration d'écoulement très ordonnée et régulière. Le matériau membranaire utilisé est si hydrophobe et la taille des pores si petite que les pores ne sont pas mouillés par la pression de l'eau et restent remplis

de gaz. Une représentation schématique de ces contacteurs membranaires est montrée en **figure 1**. Ici, le liquide se situe dans l'espace autour des fibres creuses. À l'intérieur (lumen) des fibres creuses, un gradient de concentration qui agit comme force motrice pour l'échange gazeux entre la phase gazeuse et la phase liquide est obtenu en appliquant un vide et / ou en faisant circuler un gaz de balayage (p. ex. air, azote ou CO₂) d'une composition différente du gaz dissous dans le liquide. Selon la loi de Henry, la concentration d'un gaz dissous dans un liquide est proportionnelle à la pression partielle du gaz en contact avec le liquide. Le facteur de proportionnalité est appelé constante de Henry. Elle est spécifique au gaz concerné et varie avec la température.

Des développements récents visent à réduire la teneur en méthane (CH₄) et en ammoniac (NH₃) dans différents flux d'eau et d'eaux usées. L'objectif n'est pas seulement de capturer ces composés aussi efficacement que possible à partir du flux primaire, mais aussi d'atteindre les concentrations les plus élevées possibles du côté secondaire pour permettre une utilisation plus économe de l'énergie ou du matériel. Cette présentation rendra compte de différents projets de démonstration ainsi que des premières applications commerciales.

Le méthane est dissous en tant que produit de la dégradation microbienne à la fois dans certaines eaux de forage et dans les effluents des stations de traitement des eaux usées par voie anaérobie, à des concentrations dépendantes de la température et de la pression. Par une utilisation adaptée et innovante des contacteurs membranaires, il est possible de réduire la concentration de méthane dans l'eau de >20 mg/L à moins de 0,2 mg/L, ainsi que d'obtenir environ 90% du gaz dans une concentration permettant sa valorisation en énergie. Étant donné que l'effet néfaste du méthane sur le climat est environ 25 fois supérieur à celui du dioxyde de carbone (CO₂), la valorisation du méthane par combustion améliore également l'équilibre climatique en plus des avantages énergétiques. [2]

L'ammoniac est une matière première largement utilisée dans de nombreux domaines de notre vie économique. En raison des effets négatifs sur les écosystèmes aquatiques, l'apport d'ammoniac (NH₃) dissous sous forme d'ammonium (NH₄⁺) dans l'eau est légiféré. Dans les usines à boues activées conventionnelles, la dégradation en azote moléculaire (N₂) nécessite un effort énergétique accru. Ces dernières années, des procédés biologiques spéciaux ont été installés pour les rejets particulièrement chargés, qui nécessitent moins d'énergie pour le traitement de l'ammoniac. Cependant, cela peut entraîner une libération accrue de protoxyde d'azote (N₂O). L'effet nocif du N₂O sur le climat est évalué à environ 300 fois celui du CO₂.

De manière alternative, des procédés physico-chimiques peuvent être utilisés pour la récupération de l'ammoniac. Dans une combinaison classique de colonnes de strippage et de lavage, l'azote est récupéré sous forme de solution concentrée de sel d'ammonium, qui peut être utilisée directement comme engrais ou transformée ultérieurement. Cette récupération de l'ammoniac peut également être réalisée avec un contacteur membranaire par un procédé nommé de TransMembrane ChemiSorption (TMCS), mais avec une consommation d'énergie et un appareillage nettement réduits. [3]

[1] https://www.3m.com/3M/en_US/liquicel-us/

[2] A.R. Heinsbroek, P. Sjoerdsma: Dissolved Methane Removal and Recovery From Groundwater Using Vacuum And Sweep Gas In Hollow-Fibre Membrane Contactors, Vitens NV, DGMT Poster Day, Essen, 2020.

[3] M.Pürro, F.Gindroz: STEP d'Yverdon-Les-Bains: Recherche de Solutions pour l'environnement, Aqua&Gas N°1, p.26-29, 2018.

L'ultrafiltration dans la production d'eau potable : Retour sur 10 années d'exploitation par toujours faciles.

L. Moulin¹

¹ Eau de Paris, Direction de la Recherche du Développement et de la Qualité de l'Eau, 33 avenue Jean Jaurès, 94200 Ivry-Sur-Seine, France

Eau de Paris (EDP) est un établissement public à caractère industriel et commercial (EPIC) en charge de la production et de la distribution d'eau potable pour la ville de Paris. Eau de Paris distribue en moyenne 450 000 m³ par jour à 3 millions de consommateurs. La ville de Paris est alimentée par plusieurs vecteurs utilisant des eaux superficielles (Seine et Marne) et des eaux souterraines (3 aqueducs alimentés par plus de 100 point de captages). Ces eaux brutes sont ensuite traitées en amont de Paris, ou aux portes de Paris, avant d'être stockées dans des réservoirs et distribuées aux usagers.

Les eaux souterraines sont principalement traitées par des usines couplant l'utilisation du CAP et des membranes d'ultrafiltration. Ces traitements membranaires, et en particulier l'ultrafiltration (UF) sont, depuis de nombreuses années, largement utilisés pour la production d'eau potable. Si l'efficacité des membranes neuves vis-à-vis des polluants à traiter est primordiale, l'effet du vieillissement membranaire sur la rétention est également un sujet d'étude important. Parmi les différentes causes de vieillissement, l'exposition des membranes au chlore lors des nettoyages chimiques, entraîne des modifications des propriétés du matériau membranaire.

C'est pour mieux maîtriser ces traitements qu'au sein d'EDP, la Direction de la Recherche, du Développement et de la Qualité de l'Eau (DRDQE) et notamment l'équipe R&D collabore avec plusieurs équipes de recherche (EPM, univ. Aix Marseille, IC2MP, Univ. de Poitiers...) pour décrire ces différents mécanismes et faciliter l'exploitation de ces procédés.

Les premiers projets se sont orientés vers la prévention du colmatage et la recherche d'indicateurs physicochimiques permettant de mieux prévoir les épisodes colmatant que les usines subissent parfois.

Un second aspect des travaux a été focalisé sur le colmatage et le vieillissement des membranes induits par des fréquences de lavage importants. En effet, plusieurs auteurs ont pu mettre en évidence après exposition au chlore une dégradation des agents porogènes hydrophiles du matériau [1, 2] des membranes, ainsi qu'une augmentation de la taille des pores. L'évolution structurelle du matériau membranaire et le suivi de la perméabilité des membranes sont des indicateurs directs du vieillissement des membranes [3].

Enfin le dernier axe de recherche concerne l'influence du vieillissement membranaire sur l'efficacité vis-à-vis des pathogènes. Bien que les modifications du matériau membranaire aient été mis en évidence, les éventuelles modifications de performances, et donc des capacités de rétention des membranes vieilles vis-à-vis des composés à retenir restent encore peu étudiées. L'évolution de l'efficacité de rétention de membranes d'UF en Polyethersulfone (PES) utilisée en production d'eau potable vis-à-vis de trois virus types différents ont été étudiés : le coxsackievirus B5 (CV-B5) et le bactériophage MS2, (30 nm), ainsi que l'adénovirus 41 (AdV41) de taille plus importante (90 nm). Le bactériophage MS2 est souvent utilisé par les producteurs et fournisseurs de membranes comme l'indicateur de référence de la rétention virale [4, 5], tandis que les virus CV-B5 et AdV41 sont des virus pathogènes entériques humains. Enfin, afin de faciliter la détection des éventuelles ruptures d'intégrité de

la membrane, des nanoparticules (NPs) ont été testées. Les NPs utilisées sont des NPs de silice fluorescente de diamètre 30 nm, proche de la taille des virus.

Après exposition au chlore des membranes on observe une augmentation de la perméabilité (L_p), par rapport à la perméabilité initiale (LP_0), indicatrice d'une dégradation des agents hydrophiles de la membrane, cohérents avec la littérature. Cependant, la rétention des NPs est constante jusqu'à une exposition au chlore de 50 000 ppm.h. Cela suggère une conservation des capacités initiales de rétention de la membrane, malgré l'impact du chlore sur la perméabilité. Il est à noter que la taille des NPs est proche de celle des pores de la membrane (distribution de la taille des pores centrée sur 20 nm). Ces résultats sont également vrais sur les virus, et l'efficacité reste constante sur les membranes vieillies artificiellement ou naturellement.

Néanmoins, un effet intéressant a été observé, les capacités de rétention mesurées sur les membranes vis-à-vis des virus sont dépendantes des concentrations virales initiales (voir figure 1). Cet effet n'est observable qu'en utilisant des méthodes de mesure virales très sensibles (biologie moléculaire couplée à des tests d'intégrité de la capside).

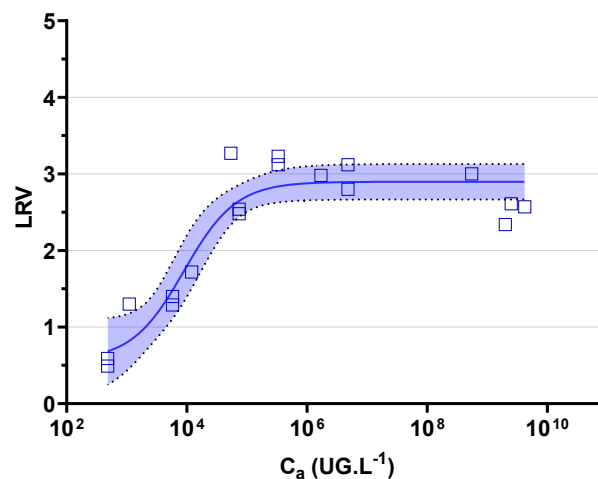


Figure 1 : exemple de l'évolution de la rétention virale sur des coxakievirus B5 (~30 nm) d'une membrane d'UF en fonction de la concentration d'alimentation.

On peut postuler que l'effet d'agrégation virale, qui survient lors de fortes concentrations virales entraîne une surestimation de l'efficacité de la membrane.

Tous ces résultats permettent de mieux comprendre les paramètres de l'exploitation de ses usines de traitement d'Ultrafiltration.

[1] C. Causserand, B. Pellegrin, J-C Rouch, 2015. Effects of sodium hypochlorite exposure mode on PES/PVP ultrafiltration membrane degradation, *Water Research* 85, 316-326.

[2] M.T. Tsehaye, S. Velizarov, B. Van der Bruggen 2018. Stability of polyetgersulfone membranes to oxidative agents : a review, *Polymer Degradation and Stability* 157, 13-33

[3] S. Robinson, P.R. Bérubé, 2020. Membrane ageing in full scale water treatment plants, *Water Research* 169, 115212.

[4] O. Ferrer, S. Casas, C. Galvan, F. Lucena, A. Bosch, B. Galofré, J. Mesa, J. Jofre, X. Bernat, 2015. Direct ultrafiltration performance and membrane integrity monitoring by microbiological analysis, *Water Research* 83, 121-131.

[5] A.M. ElHadidy, S. Peldszus, M.I. Van Dyke, 2013. An evaluation of virus removal mechanisms by ultrafiltration membranes using MS2 and uX174 bacteriophage, *Separation and Purification Technology* 120, 215–223.

Traitement du 1,4-dioxane par membrane NF-OI en production d'eau potable

Jonathan KUNTZ ^{1*}, Roxane GISLETTE ², Emmanuelle FILLOUX ¹, Naïke NOYON ¹, Lydia DECHAUX ¹ et Anne BREHANT ¹

¹ SUEZ - CIRSEE, 38 rue du Président Wilson, 78230 Le Pecq, France

² SUEZ Eau France, Tour CB21, 16 place de l'Iris, 92040 Paris La Défense, France

* jonathan.kuntz@suez.com

Introduction :

Au fur et à mesure que la recherche progresse, les composés contenus dans les ressources en eau sont identifiés et réglementés en vue de leur élimination au cours de la chaîne de traitement pour la production d'eau potable. Ceci est étroitement lié à l'évolution des techniques analytiques qui permettent de détecter et de quantifier ces molécules à des concentrations toujours plus faibles.

Le 1,4-dioxane est un produit chimique utilisé comme solvant dans l'industrie et classé comme potentiellement cancérigène pour l'homme. En raison de ses propriétés physico-chimiques, le 1,4-dioxane est difficile à éliminer par les procédés de traitement conventionnels. L'US-EPA a calculé qu'une concentration de 0,35 µg/l dans l'eau potable correspondant à un risque supplémentaire de cancer de 10⁻⁶. Cette valeur de concentration pourrait être envisagée pour une ou plusieurs réglementations futures et pourrait remplacer la valeur conservatrice de 50 µg/l établie par l'Organisation Mondiale de la Santé en 2005.

Dans cette étude, des essais à l'échelle du laboratoire ont été réalisés afin d'anticiper un futur changement de la réglementation : (i) en évaluant plusieurs membranes de nanofiltration (NF) ou d'osmose inverse (OI) comme solution de traitement pour éliminer le 1,4-dioxane et (ii) en essayant d'identifier les paramètres qui influencent significativement la réjection.

Matériel et méthodes :

Cinq membranes NF/OI (cf. **Fig. 1**) ont été évaluées en utilisant une unité de laboratoire avec des coupons de membrane de 222 cm². Les essais ont été réalisés avec de l'eau synthétique dopée et de l'eau souterraine contaminée, dans des conditions standard de salinité, de pression, de pH, de température et de vitesse de balayage.

Membrane	A	B	C	D	E
Type de membrane	NF	OIBP	OIBP	OI	OI
Obtention de l'ACS	Oui	Non	Oui	Non	Non
Surface filtrante (m ²)	37,1	37,1	37,1	41,0	37,1
Pression de test fournisseur (bar)	4,8	7,0	6,9	10,3	15,5
Réjection en sels minimum (%)	98,7 *	99,0	99,0	99,1	99,3
Angle de contact (°)	65	52	57	50	62
Potentiel Zeta à pH 7 (mV)	-47	-44	-43	-57	-41

* Réjection en sels minimum mesurée avec du MgSO₄ et non du NaCl comme les autres membranes

Fig. 1 – Caractéristiques des membranes testées

Des tests supplémentaires au travers d'un plan d'expérience fractionné ont été effectués autour des conditions standard sur la meilleure membrane et celle ayant la plus faible réjection. L'objectif était d'identifier les paramètres ayant une influence significative sur la réjection du 1,4-dioxane.

Résultats et discussions :

Les essais montrent que les membranes NF/OI seraient une alternative pour l'élimination du 1,4-dioxane lors de la production d'eau potable. En effet, des réjections de 74% à 98% ont été obtenues pour les cinq membranes testées avec une concentration en 1,4-dioxane dans l'eau d'alimentation de 2,5 à 57 µg/l. Les données sont représentées sur la **Fig. 2**.

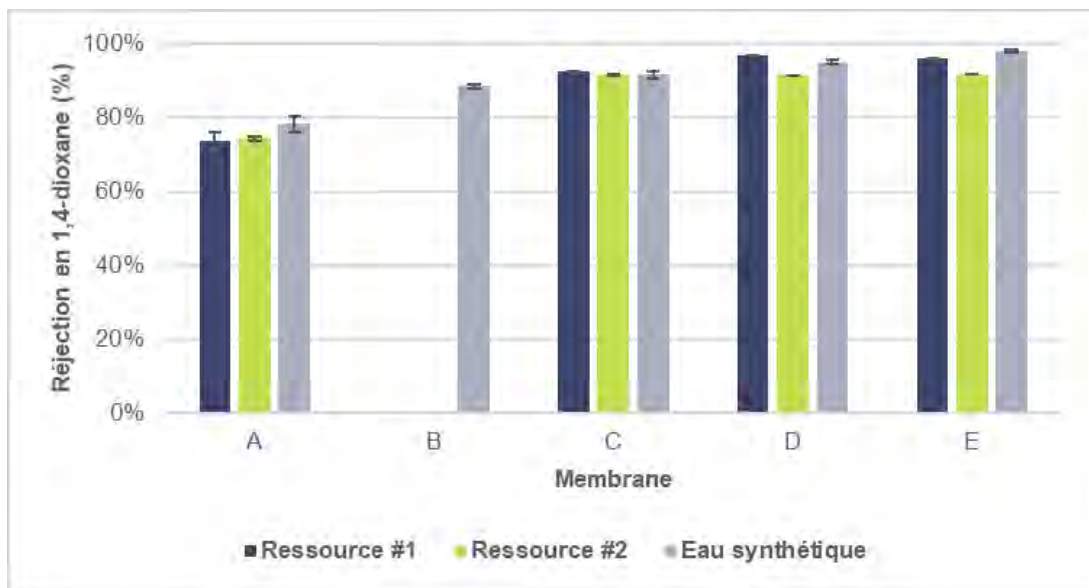


Fig. 2 – Résultats pour chaque membrane (la membrane B n'a été testée que sur eau synthétique)

Le plan d'expérience fractionné a permis d'identifier que la pression est un paramètre permettant d'améliorer le rejet de 78% à 96% pour la membrane ayant la plus faible réjection (considérée comme la plus lâche). Pour la meilleure membrane (considérée comme la plus sélective), aucune amélioration significative n'est observée en modifiant les conditions opératoires.

Sur la base de ces résultats, les simulations démontrent que les membranes NF/OI seraient capables de traiter des ressources avec une large gamme de teneur en 1,4-dioxane. Une concentration inférieure à 0,35 µg/l pourrait être atteinte en fonction de la membrane utilisée et de la conception du système NF/OI.

Bioréacteur à membrane de la station de Seine Aval : un terrain d'études du projet MOCOPEE

Capucine BLIN ¹, Marcos OLIVEIRA ² et Vincent ROCHER ²

¹ Laboratoire de Génie Chimique, Université de Toulouse, CNRS, INPT, UPS, Toulouse, France

² SIAAP – Direction Innovation, 82 avenue Kleber 92700 Colombes, France

* capucine.blin@siaap.fr

Le Service Public de l'Assainissement Francilien (SIAAP) a été créé en 1970 et a pour mission de transporter et dépolluer les eaux usées domestiques, pluviales et industrielles de 9 millions de franciliens. Le SIAAP se compose de 6 usines d'épurations dans 4 départements différents et a un territoire de collecte de 1800 km². L'usine Seine Aval (SAV), située dans les Yvelines, a une capacité de traitement de 1,5 millions de m³ par jour ce qui correspond à 70% des eaux usées de l'agglomération parisienne. De plus, 33% du traitement se fait par ultrafiltration membranaire avec 462 000 m² de membranes ce qui représente le deuxième plus grand bioréacteur à membranes d'Europe.

Afin de répondre aux enjeux industriels et environnementaux, le SIAAP a instauré en 2020 une démarche innEAUvation qui se divise en quatre volets : (i) la construction et la programmation scientifique, (ii) l'utilisation des connaissances scientifiques et techniques et d'outils innovants pour les expertises, (iii) le déploiement des solutions innovantes vers les acteurs opérationnels et enfin, (iv) la diffusion des informations et des connaissances. L'enjeu de cette démarche est de faire percoler et déployer l'innovation au-delà de la sphère scientifique vers la sphère opérationnelle.

Depuis sa création, la démarche innEAUvation représente plus de 65 actions de recherche engagées, 35 centres de recherche et 160 articles scientifiques et techniques. Elle se développe notamment grâce à des partenariats académiques et opérateurs mais également grâce à ses programmes de recherche pluriannuels : MeSeine et MOCOPEE (Modélisation, Contrôle et Optimisation des Procédés d'Épuration des Eaux).

Le programme MOCOPEE est un pilier central au sein du programme innEAUvation et il se divise en trois grands objectifs : accroître la maîtrise et le niveau d'optimisation des filières de traitement en construisant l'usine dite « intelligente », progresser sur les questions relatives au vieillissement des ouvrages et, accompagner le changement de rôle de la STEP (aujourd'hui pôle de dépollution, demain pôle de transformation pour la valorisation de matière).

Deux actions de recherche dans le programme portent l'intérêt sur les bioréacteurs à membranes :

- Action 1 : Construction d'un modèle phénoménologique simulant le fonctionnement d'un bioréacteur à membranes immergées (SimMem) dans le but de proposer des modes d'exploitation optimisés.
- Action 2 : Caractérisation des processus de vieillissement des membranes dans les bioréacteurs à membranes immergées. Concrètement l'objectif est de proposer des outils de diagnostic et de prédiction de leur évolution.

Grâce à ces études, le SIAAP, à travers sa Direction Innovation, a construit une plateforme dédiée à l'étude des membranes. Cette plateforme permet de faire des études de prédiction de la filtration à partir des modèles développés et caractériser plusieurs paramètres d'intégrité

des membranes pour : (i) suivre leur vieillissement et estimer leur durée de vie ; (ii) tester les protocoles de nettoyages et (iii) Cerner les mécanismes de vieillissement et de colmatage des membranes en vue de définir les conditions d'exploitation propices à leur préservation.

Ainsi, à travers le programme MOCOPEE, la direction innovation du SIAAP arrive à s'emparer du sujet des bioréacteurs à membranes afin de réaliser plusieurs études de recherche qui permettent d'optimiser ce procédé.

**concours étudiant
de la meilleure présentation
d'affiche**

12 participants au concours étudiant

F = présentation flash 180s; CE = concours étudiant

Les résumés sont dans la section Résumés des affiches

Agroalimentaire

Procédés membranaires en milieu CO₂Sc pour des procédés supercritiques économes

Dhia CHABNI, Séverine CAMY, Jean-Stéphane CONDORET, Jean-François LAHITTE, Jean-Christophe REMIGY

CE
3^{ème} prix

New approach for the identification of suspended solids interactions during orange juice microfiltration: rheology and particles size fractionation

Camille DEMOULIN, Michèle DELALONDE, Layal DAHDOUH, Julien RICCI, Christelle WISNIEWSKI

F-CE

Concentration des caroténoïdes de concentrés d'agrumes par microfiltration tangentielle couplée à une pré-liquéfaction enzymatique : évaluation des performances du procédé et de la qualité vitaminique des produits

Sophie DI CORCIA, Claudie DHUIQUE-MAYER, Manuel DORNIER

F-CE

Bio santé

Récupération de catalyseurs par ultrafiltration

Adrien MAGNE, Morgane LE HIR, Thomas CLAIR, Emilie CARRETIER, Philippe MOULIN

F-CE

Procédé continu et intensifié de cristallisation membranaire : Contrôle de la qualité d'un principe actif pharmaceutique

Carla KALAKECH, Catherine CHARCOSSET, Mathias MONNOT, Elodie CHABANON

F-CE

Chimie Energie

Modélisation d'un procédé d'extraction en ligne par contacteurs membranaires pour la production d'acides organiques

Pedro ARANA-AGUDELO, Violaine ATHES, Marwen MOUSSA, Kevin LACHIN, Ioan-Cristian TRELEA

F-CE

Environnement

Ceramic membrane fractionation of digestates for nutrient recovery by dynamic nanofiltration

Aldo BETANCOURT, Mathieu SPERANDIO, Christelle GUIGUI, Emmanuel TROUVE, Guillaume NOURRIT

CE

Traitement d'effluents industriels par couplage de procédés membranaires et oxydation en voie humide : étude de performances

Emilie GOUT, Fatimatou-Toure LO, Mathias MONNOT, Pierre VANLOOT, Olivier BOUTIN, Philippe MOULIN

F-CE
2^{ème} prix

Utilisation des membranes minérales pour le traitement des eaux de lavage des gaz d'échappement de la marine marchande

Maryse DROUIN, Giulia PARRAVICINI, Samy NASSER, Philippe MOULIN

F-CE

Flow electrode capacitive deionization: Optimizing desalination performance and flowing properties of activated carbon flow electrodes

Myriam TAUK, Francois Zaviska, Marc Cretin, Mikhael Bechelany, Philippe Sostat

CE

Amélioration de la filière de traitement des lixiviats issus des déchets ménagers et assimilés

Zineb Bouabdallah, Geoffroy Lesage, Houria Hamitouche, Julie Mendret, Mohamed Wahib Naceur, Marc Heran

CE

Traitement des eaux usées domestiques à énergie positive par Bioréacteur à Membrane Anaérobie Granulaire

Lucie SANCHEZ, Marc HERAN, Geoffroy LESAGE

F-CE
1^{er} prix

résumés des affiches

55 affiches

F = présentation flash 180s; CE = concours étudiant

Cliquez sur le numéro à droite pour aller au résumé.

Agroalimentaire

New approach for the identification of suspended solids interactions during orange juice microfiltration: rheology and particles size fractionation

Camille DEMOULIN, Michèle DELALONDE, Loyal DAHDOUH, Julien RICCI, Christelle WISNIEWSKI

A01

F-CE

Procédés membranaires en milieu CO₂Sc pour des procédés supercritiques économes

Dihia CHABNI, Séverine CAMY, Jean-Stéphane CONDORET, Jean-François LAHITTE, Jean-Christophe REMIGY

A02

Concentration des caroténoïdes de concentrés d'agrumes par microfiltration tangentielle couplée à une pré-liquéfaction enzymatique : évaluation des performances du procédé et de la qualité vitaminique des produits

Sophie DI CORCIA, Claudie DHUIQUE-MAYER, Manuel DORNIER

A03

F-CE

Couplage des procédés de micro et nanofiltration tangentielles pour la concentration des composés d'arômes d'un extrait hydroalcoolique de framboise

Adrien SERVENT, Guillaume JOBARD, Lumley HECTOR, Marc LEBRUN, Manuel DORNIER

A05

Fractionnement de peptides bioactifs de levure résiduelle de bière

Gabriela VOLLET MARSON, Stella LACOUR, Miriam Dupas HUBINGER, Marie-Pierre BELLEVILLE

A06

Innovation de rupture dans le domaine des membranes céramiques: fabrication additive et promoteurs de turbulence

Jérôme ANQUETIL, Laurent GROSPELLY, Philippe LESOCHE

A07

Ultrafiltration tangentielle de suspensions de nanocristaux de cellulose assistée par ultrasons : Approche multi-échelle (SAXS, MicroPIV)

Challamel M., Avalos Robertti M. V., Baup S., Hengl N., Djeridi H., Pignon F., Manneville S., Gibaud T., Sztucki M.

A08

Récupération des phospholipides du lactosérum par couplage de procédés membranaires

Mélanie FAUCHER, Jacinthe THIBODEAU, Ozan Nazim CIFTCI, Sami GAALOUL, Laurent BAZINET

A09

F

Méthodologie prédictive pour une purification en protéines et un enrichissement simultané en peptides bioactifs d'un hydrolysate de protéines de colza par ultrafiltration

Nastassia KAUGARENIA, Sophie BEAUBIER, Xavier FRAMBOISIER, François LESAGE, Romain KAPEL

A10

Mise au point d'un protocole original de purification des protéines de tournesol par procédé membranaire

Sara ALBE SLABI, Odile MESIERES, Xavier FRAMBOISIER, Arnaud AYMES, Olivier GALET, Romain KAPEL

A11

Microfiltration tangentielle de lait écrémé : Etude des performances des membranes à gradient de perméabilité

Nadine LECONTE, Gaspard FOUILLARD-MAIRESSE, Fabienne LAMBROUIN, Geneviève GESAN-GUIZIOU

A12

F

Enrichissement optimal d'un peptide antimicrobien d'hydrolysats d'hémoglobine bovine par prédiction des performances de séparation d'ultrafiltration

Sophie BEAUBIER, Rémi PRZYBYLSKI, Alice BODIN, Naïma NEDJAR, Pascal DHULSTER et Romain KAPEL

A13

Desalcolisation des boissons (mélanges eau-éthanol) avec la distillation membranaire

Elsie ZUROB, Jean-Pierre MERICQ, José SANCHEZ-MARCANO, Marie-Pierre BELLEVILLE

A14

Bio santé

Récupération de catalyseurs par ultrafiltration

Adrien MAGNE, Morgane LE HIR, Thomas CLAIR, Emilie CARRETIER, Philippe MOULIN

B01

F-CE

Procédé continu et intensifié de cristallisation membranaire : Contrôle de la qualité d'un principe actif pharmaceutique

Carla KALAKECH, Catherine CHARCOSSET, Mathias MONNOT, Elodie CHABANON

B02

F-CE

Membranes à surface fonctionnalisée pour la séparation des protéines sanguines

Charaf Merzougui, Pierre Roblin, Pierre Aimar, Patrice Bacchin, Christel Causserand

B03

F

Caractérisation par microscopie électronique de membranes de filtration PAN et PES.

Hélène ROBERGE, Philippe MOREAU, Estelle COUALLIER, Patricia ABELLAN

B04

Valorisation des protéines végétales par procédés membranaires : rôle des interactions Protéines-Polyphénol-Matériau

J. Teychene, S. Tela, M. Certiat, J. Jolibois, S. Laborie, C. Guigui

B05

Interactions polyphénols – polyéthersulfone, impact des ions sur l'adsorption sur des membranes polymères d'ultrafiltration

Marie CERTIAT, Johanne TEYCHENE, Christelle GUIGUI, Stéphanie LABORIE, Franck JOLIBOIS

B06

Production semi-industrielle par électrodialyse avec membranes d'ultrafiltration d'une fraction peptidique démontrant des activités inhibitrices de la DPP-IV et de l'ACE à partir d'un hydrolysate de concentré de protéines du lactosérum

Mélanie FAUCHER, Thibaud R. GEOFFROY, Jacinthe THIBODEAU, Sami GAALOUL, Laurent BAZINET

B07

F

Extraction liquide-liquide en contacteur membranaire pour l'intensification de la bioproduction du 2-phenyléthanol par *Kluyveromyces marxianus*

Ana Karen SANCHEZ-CASTANEDA, Sarrah GHORBAL, Violaine ATHES, Catherine BEAL, Claire SAULOU-BERION & Marwen MOUSSA

B08

Mise au point d'un système intégré pour la culture de la diatomée *Haslea ostrearia* et l'extraction en continue de la marennine extracellulaire

Nesrine GARGOUCH, Raphaëlle TOUCHARD, Hélène MAREC, Jean-Luc MOUGET, Jérémy PRUVOST, Anthony MASSE

B09

Non-destructive characterization of UF virus cartridges to estimate the molecular weight cut-off (MWCO) by using Liquid-Liquid Displacement Porosimetry

R. PEINADOR-DAVILA

B10

F

Retrait des acides organiques du jus de canneberge par électrodialyse avec membranes bipolaires : Impact sur le microbiote intestinal

Valentine RENAUD, Vanessa P. HOUDE, Geneviève PILON, Thibault V. VARIN, Cyril ROBLET, André MARETTE, Yvan BOUTIN and Laurent BAZINET

B11

F

Chimie Energie

Modélisation d'un procédé d'extraction en ligne par contacteurs membranaires pour la production d'acides organiques

Pedro ARANA-AGUDELO, Violaine ATHES, Marwen MOUSSA, Kevin LACHIN, Ioan-Cristian TRELEA

C1

F-CE

Mesures d'émission acoustique : un nouvel outil de diagnostic en ligne pour les membranes céramiques poreuses soumises à un flux de gaz

A. JULBE, M. BAH, E.D. MANGA, M. DROBEK, P. DA COSTA, A. AYRAL, G. DESPAUX, E. LE CLEZIO, B. COASNE

C2

Réacteurs membranaires à base de nanoparticules catalytiques pour la mise en œuvre de réactions d'hydrogénation en chimie fine.

J.-F. Lahitte, M. Lopez Viveros, Y. Gu, I. Favier, M. Gómez, J.-C. Remigy

C3

Méthodologie de sélection et de qualification d'un procédé membranaire pour le traitement de boues résiduaires

Lucas LIOTAUD, Jérémy MASCARADE, Denis ODE, Eric CANTREL, Fabrice BOUCHET, Natacha MICHEL-BECHET, Agnès GRANDJEAN

C4

Bio-hydroxylation du méthane : optimisation de la durée de production en méthanol

Louis CORNETTE DE SAINT CYR, Azariel RUIZ-VALENCIA, Marie-Pierre BELLEVILLE, José SANCHEZ-MARCANO, D. PAOLUCCI, Laurence SOUSSAN

C5

Mass transfer of volatile fatty acids through nanofiltration membranes: relationship between feed and permeate proportions

Sylvain GALIER, Yin ZHU, Hélène ROUX-de BALMANN

C6

F

Integration of nanofiltration in the production of furfural from lignocellulosic biomass

Sylvain GALIER, Kritsana NAMHEAD, Hélène ROUX-de BALMANN

C7

F

Biogas recovery from anaerobic membrane bioreactor permeate; fouling and long-term stability analysis

Qazi SOHAIB, Jean-Pierre MERICQ, Geoffroy LESAGE, Marc HERAN

C8

Environnement

Ceramic membrane fractionation of digestates for nutrient recovery by dynamic nanofiltration

Aldo BETANCOURT, Mathieu SPERANDIO, Christelle GUIGUI, Emmanuel TROUVE, Guillaume NOURRIT

E01

CE

Traitement d'effluents industriels par couplage de procédés membranaires et oxydation en voie humide : étude de performances

Emilie GOUT, Fatimatou-Toure LO, Mathias MONNOT, Pierre VANLOOT, Olivier BOUTIN, Philippe MOULIN

E02

F-CE

Performances de l'ultrafiltration et de l'osmose inverse basse pression pour la production d'eau destinée à la consommation humaine

Hugo TALIGROT, N. Jacquet, S. Wurtzer, M. Monnot, L. Moulin, P. Moulin

E03

F

Utilisation des membranes minérales pour le traitement des eaux de lavage des gaz d'échappement de la marine marchande

Maryse DROUIN, Giulia PARRAVICINI, Samy NASSER, Philippe MOULIN

E04

F-CE

Flow electrode capacitive deionization: Optimizing desalination performance and flowing properties of activated carbon flow electrodes

Myriam TAUK, Francois Zaviska, Marc Cretin, Mikhael Bechelany, Philippe Sostat

E05

CE

Amélioration de la filière de traitement des lixiviats issus des déchets ménagers et assimilés

Zineb Bouabdallah, Geoffroy Lesage, Houria Hamitouche, Julie Mendret, Mohamed Wahib Naceur, Marc Heran

E06

CE

Culture de microalgues en eau ultrafiltrée : de l'étude de faisabilité au développement industriel

Clémence Cordier, Christophe Stavrakakis, Adeline Lange, Frédéric Chenier, Philippe Moulin

E07

Modification des propriétés interfaciales de membranes fibres creuses par l'incorporation d'oxyde de graphène (GO)

Danae Gonzalez-Ortiz, Jeanne CASSETTA, Mikhael Bechelany, Philippe Miele, Céline Pochat-Bohatier

E08

Limitation du colmatage dans les bioréacteurs à membranes à l'échelle industrielle : modélisation et caractérisation de l'hydrodynamique.

Elodie SUARD, Y. Fayolle, C. Albasi, S. Guérin, V. Rocher, S. Gillot, M. Alliet

E09

F

CaTiO₃-Cu based composites combined with 2D graphene oxide nanosheets as photocatalyst to enhance the degradation of paracetamol via peroxymonosulfate activation

Fida TANOS, Antonio RAZZOUK, Marc CRETIN, Geoffroy LESAGE, Mikhael BECHELANY

E10

Traitement de condensat par ultrafiltration en vue de leur réutilisation dans des chaudières

Grégory CANO, Maddie QUARTARARO, Philippe MOULIN

E11

Fabrication de membranes polymériques fibres creuses : étapes, procédé et méthodes

Jeanne Casetta*, Danae Gonzalez-Ortiz, Morgan Nouxet, Céline Pochat-Bohatier, Mikhael Bechelany, Philippe Miele

E12

Mise en œuvre du Quorum Quenching pour limiter la communication bactérienne intervenant dans les bioréacteurs à membrane.

J. Teychene, E. Mideksa, A. Tourette Diallo, N. Dietrich, C. Guigui

E13

Modèle à base de connaissances intégré pour un bioréacteur à membrane de très grande taille : un outil vers l'optimisation et le contrôle du procédé

Kashif NADEEM, Queralt PLANA, Claire ALBASI, Jean BERNIER, Sam AZIMI, Vincent ROCHER, Marion ALLIET

E14

F

Tunable TiO₂-BN-Pd nanofibers by combining electrospinning and atomic layer deposition to enhance photodegradation of acetaminophen

Syreina ALSAYEGH, Francois ZAVISKA, Geoffroy LESAGE, Mikhael BECHELANY

E16

Evaluation de l'effet d'un rétrolavage essoré sur le colmatage d'une membrane UF pour le traitement de l'eau de mer et l'eau municipale par un pilote semi-industriel

Tarik ELJADDI, Jiaqi YANG, Clémence Cordier, Mathias MONNOT, Christophe Stavrakakis, Philippe Moulin

E17

F

Traitement des eaux usées domestiques à énergie positive par Bioréacteur à Membrane Anaérobie Granulaire

Lucie SANCHEZ, Marc HERAN, Geoffroy LESAGE

E18

F-CE

Bleach Production With a New Method Based on a Zero Gap Electrolysis Cell

Rihab BELHADJ AMMAR, Takoua OUNISSI, Christian LACHET, Lasâad DAMMAK, Arthur MOFAKHAMI, Emna SELMANE BELHADJ HMIDA

E19

Fabrication durable de membranes : vers des membranes intégralement biosourcées.

Patrick LOULERGUE, Pacôme TOMIETTO, Lydie PAUGAM, Francesca RUSSO, Francesco GALIANO, Alberto FIGOLI, Jean-Luc AUDIC

E20
F

Rétention de neuf micropolluants aux propriétés physico-chimiques variées par des membranes fibres creuses chargées négativement

Manon GRANGER-DELACROIX, Claire ALBASI, Laure LATAPIE, Anaïs VANDENBOSSCHE, Guillaume NOURRIT, Christel CAUSSERAND

E21

FORWARD-FACTORY : Mise en œuvre de l'osmose directe pour transformer le traitement des eaux usées urbaines en usine de récupération des ressources

G. Blandin, J. Comas, G. Lesage, M. Héran, I. Rodriguez-Roda

E22
F

Potentialités d'une méthode optique non destructive pour étudier le mouillage *in operando* en distillation membranaire

Tarik ELJADDI, Tianyi ZHANG, Stéphanie LABORIE, Corinne CABASSUD

E23

Modifications de surface de membranes PES, différentes approches pour limiter l'adhésion et le développement du biofilm

Clémence COETSIER, Nadège DURBAN, Pritam DAS, Clémentine LAMO, Vincent BOUVIER, Sandrine DESCLAUX, Sandra BEAUFORT, Jean-François LAHITTE, Elisabeth GIRBAL-NEUHAUSER, Christel CAUSSERAND, Jean-Christophe REMIGY

E24

New approach for the identification of suspended solids interactions during orange juice microfiltration: rheology and particles size fractionation

Camille DEMOULIN^{1*}, Michèle DELALONDE², Loyal DAHDOUN¹, Julien RICCI¹, Christelle WISNIEWSKI²

¹ CIRAD, UMR Qualisud, F-34398 Montpellier, France.

² Qualisud, Univ Montpellier, CIRAD, Montpellier SupAgro, Univ d'Avignon, Univ de La Réunion, Montpellier, France.

* camille.demoulin@cirad.fr

Microfiltration is used during fruit processing to ensure the stabilization, concentration or clarification of fruit juices [1]. However, the performance of this technique is greatly hampered by membrane fouling leading to significant decay of the filtration performance. The evaluation of the filtration performance is generally done through long and expensive pilot scale experiments. Indeed, few predicting tools are proposed to evaluate adequately fruit juices filterability and subsequently anticipate filtration performance [2]. During microfiltration of fruit juices, suspended solids are concentrated in the membrane vicinity due to various interactions between juice particles and membrane surface [3]. The interactions between juice suspended solids close to the membrane are not yet well identified and studied. New approaches have to be developed to provide new knowledge and tools to anticipate membrane fouling during fruit juices microfiltration.

The objective of this study was to propose a rheological approach for a better comprehension of the interactions between different size-classes of particles probably involved in membrane fouling during orange juice microfiltration.

Methodologies of fractioning and mixing specific size-classes of orange juice particles were proposed, notably by using a mixture design. Rheological measurements (oscillatory tests) were performed to evaluate the viscoelastic properties of the different size-classes of particles. Meanwhile, the fouling propensity of each size-class of particles was estimated through an original methodology. The fouling resistance of cakes containing particles with specific sizes was evaluated in pressurized filtration cell (25°C, 1.5 bar). To do so, mixtures of particles with specific sizes were used as fouling layers spread on an organic membrane (PES, pore diameter 0.1µm) to evaluate the fouling resistance of these layers (water fluxes).

Results showed that the particles network strength and juice viscoelastic behaviour are due to complex interactions between all juice particles. Moreover, interactions between different size-classes of particles had a significant role in the solid-like behaviour and the fouling resistance of suspended solids. For example, the presence of large particles enhanced the solid-like behaviour of suspended solids while reducing their fouling propensity. This knowledge could be useful in predicting and controlling membrane fouling during fruit juices microfiltration process.

[1] F. Y. Ushikubo, A. P. Watanabe, et L. A. Viotto, « Microfiltration of umbu (*Spondias tuberosa* Arr. Cam.) juice », *J. Membr. Sci.*, vol. 288, n° 1, p. 61-66, févr. 2007, doi: 10.1016/j.memsci.2006.11.003.

[2] L. Dahdouh, C. Wisniewski, A. Kapitan-Gnimdu, A. Servent, M. Dornier, et M. Delalonde, « Identification of relevant physicochemical characteristics for predicting fruit juices filterability », *Sep. Purif. Technol.*, vol. 141, p. 59-67, févr. 2015, doi: 10.1016/j.seppur.2014.11.030.

[3] L. Dahdouh, C. Wisniewski, J. Ricci, L. Vachoud, M. Dornier, et M. Delalonde, « Rheological study of orange juices for a better knowledge of their suspended solids interactions at low and high concentration », *J. Food Eng.*, vol. 174, p. 15-20, avr. 2016, doi: 10.1016/j.jfoodeng.2015.11.008.

Procédés membranaires en milieu CO₂Sc pour des procédés supercritiques économes

Dihia CHABNI, Séverine CAMY, Jean-Stéphane CONDORET, Jean-François LAHITTE, Jean-Christophe REMIGY*

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

* remigy@chimie.ups-tlse.fr

Du fait de ses propriétés de transport modulables (densité, viscosité, diffusivité, ...) et son bon pouvoir solvant vis-à-vis des substances non polaires ou faiblement polaires, le CO₂ aux conditions critiques (CO₂Sc, P > 74 bar et T >31°C) est utilisé dans plusieurs domaines à l'échelle industrielle et de la recherche, comme solvant d'extraction [1], pour la mise en œuvre des réactions catalytiques [2], ou encore le traitement et la synthèse des matériaux [3]. C'est un solvant vert, non toxique, ininflammable, inerte chimiquement et surtout disponible et pas cher.

L'utilisation du CO₂ pour des opérations d'extraction d'huiles nécessite l'utilisation d'une pression élevée (généralement 100-300 bars). La récupération des molécules se fait par décompression jusqu'à la pression atmosphérique, induisant des coûts de recompression importants pour le recyclage du solvant. Ainsi, réaliser une extraction à une pression de 120 bars et une température de 40°C, nécessite une énergie de l'ordre de 160kj/kg de CO₂. Cette énergie est perdue en totalité lors de la récupération des molécules extraites et engendre ainsi un coût énergétique qui freine son développement à l'échelle industrielle.

Le projet MemScCO₂ présente une stratégie visant à réduire ces coûts énergétiques en utilisant des membranes sélectives d'osmose inverse et/ou de nanofiltration. L'objectif est de recycler du CO₂ purifié à haute pression et de récupérer les produits extraits (huiles essentielles et comestibles). La réduction de la consommation énergétique est estimée à 80% selon l'efficacité des membranes d'osmose inverse et de nanofiltration et leurs comportements au contact du CO₂Sc.

Les membranes utilisées sont des membranes composites commerciales en polyamides de nanofiltration (membranes HL, NF200, NF270, DL et BW30) et/ou d'osmose inverse (membranes AG, SE). Le vieillissement physique de ces membranes est réalisé par des cycles de compression et de décompression au contact du CO₂Sc (5 cycles de 2 heures chacun) à une température de 40°C et une pression variante entre 50 et 150 bars, sans filtration. Les membranes sont caractérisées par la mesure de leurs propriétés de transfert (perméabilité à l'eau ultrapure et rétention aux sels) et l'analyse de leurs propriétés de surface (angle de contact, spectres ATR-IRTF).

Les résultats montrent une réduction de la perméabilité (fig.1-(a) Membrane HL) pour toutes les membranes (entre 42 et 87 %) due probablement à la plastification par le CO₂Sc de la couche sélective de la membrane.

L'analyse des spectres ATR-IRTF (fig.1-(b) Membrane HL) ne montre aucun changement dans la composition chimique des membranes. Seules les membranes DL, NF270 et SE montrent une disparition d'un pic entre 1700-1800 cm⁻¹ correspondant probablement à l'extraction d'une petite molécule présente dans la membrane.

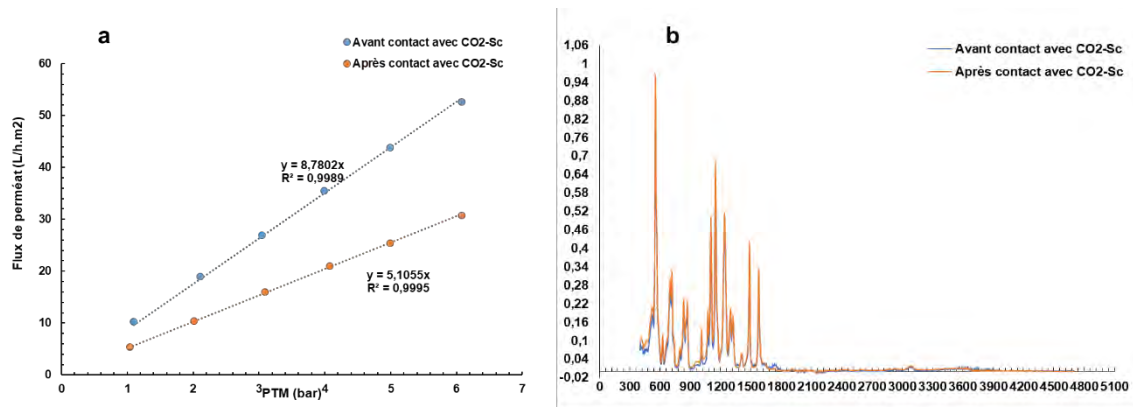


Fig. 1 – (a) Flux à l'eau ultrapure et (b) Spectre ATR- IRTF de la membrane HL avant et après le contact avec le CO₂Sc (10 heures à T=40°C et P=50,100 et 150 bars).

Les caractérisations montrent une bonne tenue des membranes commerciales permettant d'en sélectionner certaines pour leur utilisation lors des filtrations de mélanges huiles / CO₂Sc en conditions réelles de température et de pression. Ces essais permettront de quantifier, lors du couplage des procédés membranaires et de l'extraction au CO₂Sc, les gains énergétiques possibles et les limitations induites.

-
- [1] M. M. R. De Melo, A. J. D. Silvestre, and C. M. Silva, "Supercritical fluid extraction of vegetable matrices: Applications, trends and future perspectives of a convincing green technology," *J. Supercrit. Fluids*, **92** (2014) 176.
 - [2] Z. Gang, J. Huan-Feng, and C. Ming-Cai, "Chemical reactions in supercritical carbon dioxide," *Arkivoc*, **2003** (2003) 191.
 - [3] X. Zhang, S. Heinonen, and E. Levänen, "Applications of supercritical carbon dioxide in materials processing and synthesis," *RSC Adv*, **4** (2014) 61137.

Concentration des caroténoïdes de concentrés d'agrumes par microfiltration tangentielle couplée à une pré-liquéfaction enzymatique : évaluation des performances du procédé et de la qualité vitaminique des produits

Sophie DI CORCIA ^{1*}, Claudie DHUIQUE-MAYER ², Manuel DORNIER ¹

¹ Qualisud, Univ. Montpellier, Cirad, Montpellier SupAgro, Univ. Avignon, Univ. La Réunion, Montpellier, France

² CIRAD, UMR Qualisud, F-34398 Montpellier, France

* sophiedicorcia@gmail.com

Les jus d'agrumes représentent des sources en caroténoïdes pro-vitaminiques A, tels que le β -carotène et la β -cryptoxanthine aux propriétés intéressantes pour la santé. Ces micronutriments étant insolubles, ils peuvent être concentrés par microfiltration tangentielle à température ambiante avec un coût énergétique très faible [1]. Pour obtenir des densités de flux de perméat compatibles avec une utilisation industrielle, le couplage du procédé avec une pré-liquéfaction enzymatique est fréquemment mise en œuvre. En choisissant des enzymes pectino- et cellulo-lytiques adaptées, ce traitement permet en effet de diminuer la viscosité et de limiter le colmatage des membranes. Elle peut néanmoins altérer la qualité vitaminique des jus d'agrumes en modifiant la bioaccessibilité des caroténoïdes. Dans ce contexte, l'objectif du travail est d'évaluer l'impact des conditions opératoires à la fois sur les performances et sur la qualité vitaminique des produits obtenus.

Pour obtenir un profil caroténoïdique équilibré, un jus clémentine/pomélo 60/40 est choisi. Le procédé utilisé combine un traitement enzymatique (Ultrazym ou PME, 50-300 ppm, 45-90 min, 30-50 °C) et une microfiltration tangentielle à 30 °C (1,8-3,5 bar, 5 m. s⁻¹). Quatre membranes tubulaires inorganiques avec un diamètre moyen de pores de 0,2 à 0,6 μ m sont comparées (Pall, Orelis, Tami, Saint-Gobain). Les performances de l'opération sont quantifiées via les densités de flux de perméat Jp. La qualité vitaminique des produits est exprimée en équivalent d'activité rétinol RAE, mesure qui intègre à la fois la concentration et la bioaccessibilité des caroténoïdes pro-vitaminiques A. Le profil granulométrique des suspensions et leur viscosité sont obtenus par diffraction Laser et mesures rhéologiques classiques.

A facteur de réduction massique constant (FRM = 1), la pré-liquéfaction enzymatique avec Ultrazym à 300 ppm permet d'augmenter les densités de flux de 20 à 50 %. Pour les 4 membranes, la densité de flux augmente avec la pression transmembranaire. Les meilleures performances sont obtenues avec la membrane Tami quelle que soit la pression transmembranaire. A 2,6 bar, la densité de flux moyen atteint 200 kg.h⁻¹.m⁻². Le traitement enzymatique permet de diviser le diamètre volumique moyen des particules par 8 et la viscosité par 1,5. Ces modifications de la suspension expliquent l'augmentation des densités de flux de perméat. En utilisant le couple membrane/pression optimal et en l'associant avec une pré-liquéfaction avec Ultrazym 300 ppm, une densité de flux de perméat de 80 kg.h⁻¹.m⁻² a pu être obtenue à FRM = 4. Ces performances sont très encourageantes en vue d'une utilisation industrielle. Toutefois la qualité vitaminique du concentré est significativement altérée par la pré-liquéfaction enzymatique.

Les conditions de pré-liquéfaction doivent donc être modulées afin de trouver un compromis acceptable entre les performances du procédé et la qualité vitaminique du concentré obtenu. Pour ce, 2 voies ont été explorées : diminuer la dose d'Ultrazym ou tester une autre enzyme, la PME. En diminuant la dose d'Ultrazym à 50 ppm, la densité de flux est maintenue élevée (80 kg.h⁻¹.m⁻²) et la qualité vitaminique n'est pas significativement affectée. La viscosité diminue 3,5 fois mais la taille des particules n'est pas modifiée. La pré-liquéfaction

enzymatique avec PME (50 ppm) ne conduit pas à une augmentation de la densité de flux ($40 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$) mais la qualité vitaminique des concentrés est améliorée de 34 %. Le traitement avec PME augmente la viscosité et diminue la taille des particules. Notons qu'aucune corrélation entre viscosité, granulométrie des concentrés et qualité vitaminique n'a été mise en évidence. Au final, le couplage de la microfiltration avec une pré-liquéfaction enzymatique avec l'enzyme PME à 50 ppm permet d'obtenir un concentré dont le RAE est 5,6 fois plus élevé que celui du jus initial. En privilégiant la qualité vitaminique, un traitement préalable avec l'enzyme PME à 50 ppm est donc préférable même s'il n'est pas optimal en termes de performances.

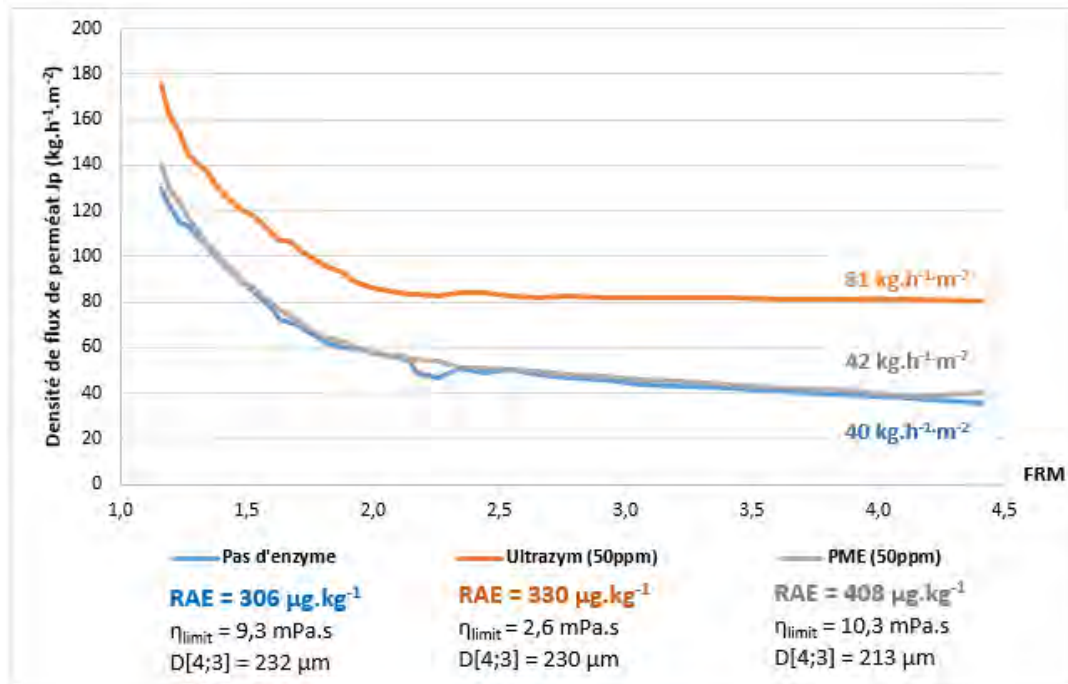


Fig. 1 – Effet du traitement enzymatique sur les performances de la filtration (J_p) à différents facteurs de réduction massique (FRM), sur la qualité vitaminique A (RAE) et les caractéristiques structurales des concentrés d'agrumes (D[4;3] diamètre volumique moyen des particules en suspension, η_{limit} viscosité dynamique limite).

[1] J. Polidori, C. Dhuique-Mayer, M. Dornier. « Crossflow microfiltration coupled with diafiltration to concentrate and purify carotenoids and flavonoids from citrus juices », *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, **45** (2018) 320-329.

Couplage des procédés de micro et nanofiltration tangentielle pour la concentration des composés d'arômes d'un extrait hydroalcoolique de framboise

Adrien SERVENT^{1,2*}, Guillaume JOBARD³, Lumley HECTOR¹, Marc LEBRUN^{1,2}, Manuel DORNIER¹

¹ QualiSud, Univ Montpellier, CIRAD, Montpellier SupAgro, Univ Avignon, Univ Réunion, Montpellier, France

² CIRAD, UMR QualiSud, F-34093 Montpellier, France

³ ARCADIE, Méjanne Les Alès, France

* adrien.servent@cirad.fr

Les extraits aromatiques naturels sont des mélanges complexes et fragiles dont les constituants sont souvent thermosensibles et donc difficiles à concentrer ou stabiliser par les voies technologiques conventionnelles. Ces procédés, majoritairement des traitements thermiques, aboutissent souvent à d'importantes altérations du profil aromatique et sont associés à des coûts de production importants. Actuellement, peu de travaux s'intéressent à l'application des procédés membranaires pour le fractionnement des composés d'arôme. Ces procédés physiques sont pourtant athermiques et leur coût d'utilisation est modéré (faible consommation d'énergie). Le couplage de la microfiltration tangentielle, pour obtenir un perméat clarifié et stérilisé, avec la nanofiltration tangentielle pour la concentration des constituants aromatiques de tels extraits présente donc un fort intérêt. La macération alcoolique est un procédé permettant d'extraire simplement et à moindre coût les composés d'arôme du fruit, tout en permettant une conservation à température ambiante. Toutefois, le manque de puissance aromatique est souvent reproché à ce type de produit. Dans ce contexte, l'objectif du travail est d'évaluer la capacité des procédés membranaires à concentrer les composés d'arômes d'un extrait hydroalcoolique (10 %vol) de framboise.

L'extrait hydroalcoolique a été obtenu par macération et pressurage industriel (Arcadie, France) à partir de framboises produites localement. Afin de réduire l'impact du colmatage lié aux constituants pariétaux et de diminuer sa viscosité, l'extrait a tout d'abord subi un traitement enzymatique (Pectinex, Sigma-Aldrich) à 55 °C pendant 1 h. Il a ensuite été clarifié par microfiltration tangentielle sur des membranes tubulaires en céramique de 0,2 µm de diamètre moyen de pores (55 cm², 30 °C, 1,6-4 bar, 5 m·s⁻¹, FRV 5). Le perméat obtenu a alimenté le procédé de nanofiltration tangentielle. Cinq membranes présentant des seuils de coupure de 200 à 300 kDa (150 cm², 30 °C, 15-35 bar, 1 m·s⁻¹, FRV 1) ont été comparées. Les densités de flux (J_p), les taux de rétentions des composés d'arômes (dynamic headspace – GC MS) et des autres solutés présents (matière sèche totale, sucres, polyphénols) ont été mesurés et utilisés comme indicateurs pour évaluer l'impact sur la composition de chaque couple membrane/pression.

Les densités de flux obtenus pour la clarification sont augmentées d'au minimum 40 % après macération enzymatique, sans impact sur le profil aromatique, prouvant l'intérêt de cette étape même en milieu hydroalcoolique. Le flux de perméat diminuant avec l'augmentation de la pression, il est préconisé de clarifier le produit à une pression transmembranaire (PTM) voisine de 2 bar. La microfiltration a peu d'impact sur le profil aromatique de l'extrait. Sur les 54 composés aromatiques identifiés, seuls 2 composés de structures similaires ont été retenus à environs 60 % (D-limonène, o-cymène). Les mesures de turbidité confirment une forte rétention de la matière insoluble en suspension (99 %). Concernant l'étape de nanofiltration, les J_p s'échelonnent entre 2 et 19 kg·h⁻¹·m⁻². Pour toutes les membranes testées, les rétentions des anthocyanes, de la matière sèche, de la turbidité résiduelle, ainsi que des polyphénols sont supérieures à 80 %. Ces rétentions augmentent avec la pression. Les rétentions des composés d'arôme, ainsi que de l'éthanol, sont plus nuancées et tributaires du couple

membrane/pression. La membrane MPF-34 (Koch, USA) à une PTM ≥ 25 bar est bien adaptée pour la concentration des composés d'arômes avec des rétentions de plus de 83 % (excepté pour le nonanal qui n'est pas retenu) mais conduit à de faibles J_p ($\leq 3 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$). La membrane Trisep-50 (Microdyn Nadir, Allemagne) permet quant à elle d'atteindre des J_p plus élevées ($\geq 14 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}$) mais avec des rétentions de composés d'arômes plus faibles. L'éthanol semble jouer un rôle important dans les mécanismes de transfert des composés d'arôme, notamment les plus hydrophobes. Il peut être partiellement retenu pour certains couples membrane/pression.

Ce travail exploratoire montre que la nanofiltration présente un potentiel pour la concentration voire le fractionnement des composés aromatiques à partir de ce type d'extraits naturels. Réalisé en milieu hydroalcoolique, il confirme que la présence d'éthanol influence la sélectivité et les performances de la séparation. La maîtrise des phénomènes mis en jeu reste à approfondir afin d'être capable de proposer des solutions fiables pour la production d'un extrait concentré à moindre coût, avec un faible impact environnemental.

Fractionnement de peptides bioactifs de levure résiduelle de bière

Gabriela VOLLET MARSON¹², Stella LACOUR¹, Miriam Dupas HUBINGER², Marie-Pierre BELLEVILLE^{1*}

¹ Institut Européen des Membranes, IEM – UMR 5635, CNRS, ENSCM, Univ Montpellier, Montpellier, France.

² Département d'Ingénierie des Aliments, Ecole d'Ingénierie des Aliments, UNICAMP, Brésil.

* marie-pierre.belleville@umontpellier.fr

La levure résiduelle de bière est un sous-produit important de l'industrie brassicole riche en protéines et vitamines. En dépit de l'importance croissante accordée à l'utilisation et à la gestion durable des ressources naturelles, ce sous-produit est habituellement sous-utilisé ; sa valeur commerciale est faible, voire nulle alors que l'élimination appropriée de ce déchet représente un coût réel pour les brasseries. Or la levure résiduelle de bière possède une valeur nutritionnelle élevée et représente une source potentielle de peptides bioactifs. Ce travail a pour objectif de proposer une voie de valorisation de ce sous-produit en vue de la production de molécules bioactives.

Le procédé envisagé (cf Fig. 1) comprend un traitement thermique initial, une étape d'hydrolyse et enfin le fractionnement de l'hydrolysate par filtration sur membranes. Les essais de séparation ont été réalisés dans un module de filtration pseudo-tangentielle équipé de membranes céramiques planes (membranes INSIDEDisRAMTM à base de ZrO₂ et TiO₂, TAMI Industries). Trois étapes d'ultrafiltration successives (cf Figure 2 (a)) ont été mises en œuvre afin d'obtenir différentes fractions d'intérêt sur la base de leur profil peptidique (taille) et de leurs activités biologiques *in-vitro*. A l'issue de chacune des étapes d'UF, la pureté en protéines a été augmentée respectivement de 2,2 et 3,5 fois, confirmant l'efficacité de l'UF pour séparer les peptides des ARN présents dans l'hydrolysate. La mise en œuvre successive de membranes d'UF de seuil de coupures différents (15, 8 et 1 kg mol⁻¹) a permis de récupérer des fractions présentant des distributions de taille différentes (cf Figure 2 (b)) vraisemblablement à l'origine des différences de propriétés fonctionnelles observées (cf Figure 2 (c)). Les rétentats 1 et 2, plus riches en peptides de haut poids moléculaires (entre 1 et 7 kg mol⁻¹) présentent des activités antioxydantes plus importantes que le rétentat 3 et le perméat 3. En contrepartie, les fractions plus riches en composés de faibles masses moléculaires présentent des activités anti-diabétique (inhibition de l' α -amilase et de l' α -glucosidase) et anti-Alzheimer (inhibition de l'acetyl-cholinesterase) plus importantes. Les concentrations de protéines nécessaires pour causer une inhibition de 50% de l' α -amilase (IC_{50, α -amil}) sont respectivement égales à 0,058, 0,051, 0,023 et 0,018 g L⁻¹ pour les rétentats 1, 2, 3 et le perméat 3. L'impact de ces différentes fractions sur l' α -glucosidase est moindre mais plus marqué avec les rétentats 2 et 3. Le perméat 3 est la fraction présentant l'activité anti-Alzheimer la plus élevée (3 et 5 fois moins de perméat 3 sont nécessaires comparés aux rétentats 2 et 3 d'une part et au rétentat 1 d'autre part pour causer l'inhibition de 50% de l'acetyl-cholinesterase).

La stratégie de valorisation de la levure résiduelle brassicole, associant à une étape d'hydrolyse une cascade d'étapes de séparation membranaire semble donc être une solution économiquement viable (production de fractions à haute valeur ajoutée) et durable (réduction des déchets).

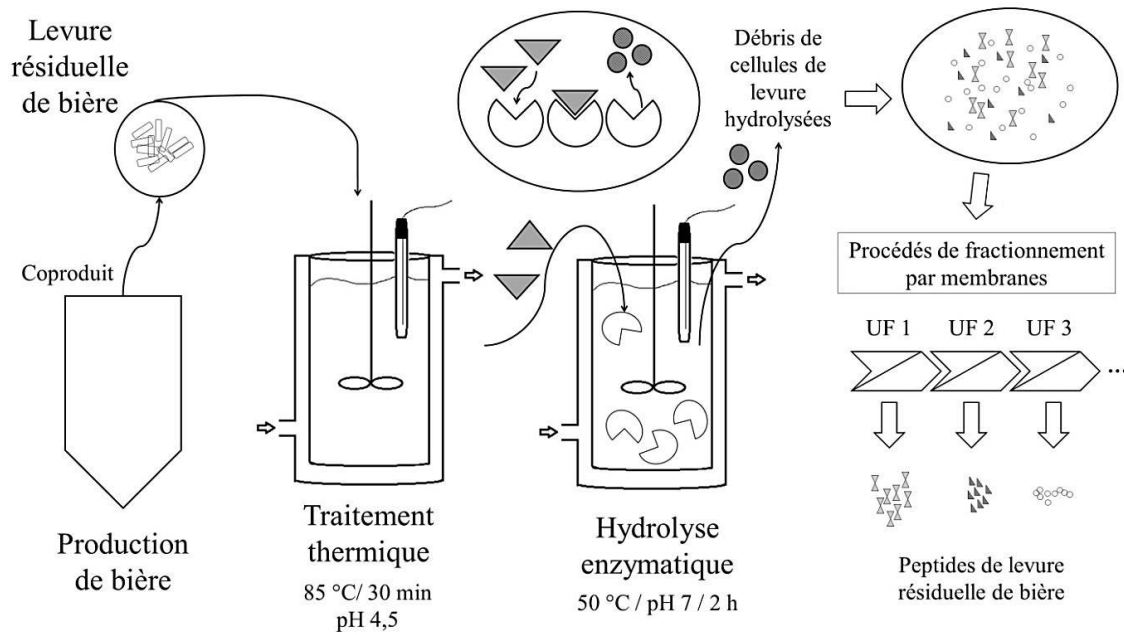


Fig. 1 - Schéma expérimental de production de peptides à partir de la levure résiduelle de bière.

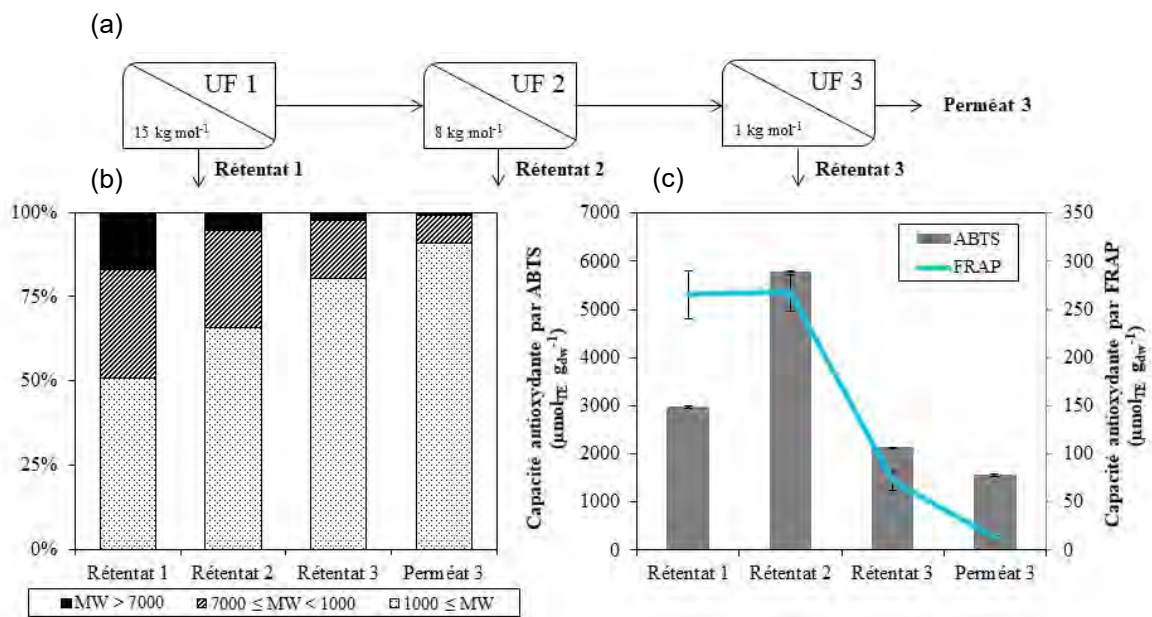


Fig. 2 – Séquence de fractionnement 15-8-1 (a), distribution de taille (b) et propriétés antioxydantes par les méthodes FRAP (réduction du fer) et ABTS (piégeage du radical ABTS) (c) des peptides des 4 fractions obtenues pour cette séquence.

Innovation de rupture dans le domaine des membranes céramiques : fabrication additive et promoteurs de turbulence

Jérôme Anquetil – Directeur Scientifique et Technologique

Laurent Gropelly – Directeur Général

Philippe Lescoche – Président & CEO

TAMI Industries, ZA Les Laurons – CS 65, 26111 Nyons Cedex

janquetil@tami-industries.com

Le principe de la filtration tangentielle des liquides par membranes tubulaires réside dans une circulation continue et maîtrisée du fluide à traiter (le rétentat) à l'intérieur de canaux rectilignes dans des conditions de vitesse et de pression qui agissent sur le colmatage de la membrane. La vitesse de déplacement du rétentat génère à la paroi de la membrane une contrainte de cisaillement T_w , ralentissant ou éliminant le colmatage, entraînant une augmentation du débit du filtrat (du perméat). C'est ainsi que plus la vitesse est élevée, plus la valeur de la contrainte pariétale T_w est élevée et plus le décolmatage est efficace. En revanche, l'augmentation de la vitesse et donc de la contrainte pariétale entraîne une augmentation disproportionnée de la consommation énergétique et donc une réduction significative de l'efficacité énergétique du procédé.

Dans l'objectif de proposer des solutions toujours plus performantes, TAMI Industries a imaginé utiliser des techniques dites additives pour produire des membranes céramiques contenant des canaux non-rectilignes de formes innovantes afin de réduire leur colmatage, en générant des turbulences et autres vortex, tout en augmentant significativement l'efficacité énergétique.

Ultrafiltration tangentielle de suspensions de nanocristaux de cellulose assistée par ultrasons : Approche multi-échelle (SAXS, MicroPIV)

Challamel M.^a, Avalos Robertti M. V.^a, Baup S.^a, Hengl N.^{a*}, Djeridi H.^b, Pignon F.^{a*}, Manneville S.^c, Gibaud T.^c, Sztucki M.^d

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

^b LEGI, 38000 Grenoble, France

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

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

(* Institute of Engineering Univ. Grenoble Alpes

* nicolas.hengl@univ-grenoble-alpes.fr, frederic.pignon@univ-grenoble-alpes.fr

Dans le domaine de la bioraffinerie, les techniques d'ultra- et de microfiltration peuvent s'avérer indispensables pour la valorisation des produits à base de bois à haute valeur ajoutée. En ce qui concerne les nanocristaux de cellulose (NCC), les différentes méthodes de production conduisent à l'obtention de mélanges hétérogènes en taille, contenant à la fois des NCC et des particules micrométriques. Dans ce contexte, la séparation membranaire permettrait de résoudre ce problème en isolant les NCC des particules plus grosses. Toutefois, ce processus est limité par l'accumulation de particules à la surface de la membrane (phénomènes de colmatage et de polarisation de concentration) [1]. La stratégie choisie dans cette étude consiste à contrôler le colmatage et à améliorer le transfert de masse, par un couplage de champs ultrasonores et des champs d'écoulement de cisaillement et de pressions agissant lors de l'ultrafiltration tangentielle [2].

Les objectifs de ce travail sont d'apporter une compréhension des mécanismes impliqués dans la formation des couches de polarisation de concentration avec/sans ultrasons en utilisant une approche multi-échelle combinant, i) la diffusion de rayons X aux petits angles (SAXS) et ii) les mesures de vélocimétrie par image de particules "*in situ*" (micro-PIV) au cours de l'ultrafiltration tangentielle. Les mesures de SAXS permettent de déterminer des profils de concentration à l'échelle nanométrique [3] tandis que la micro-PIV, donne des informations sur les champs de vitesse au voisinage de la surface de la membrane et lors de la filtration sur des échelles de quelques centaines de micromètres [4]. Une cellule de filtration tangentielle couplée aux ultrasons a été développée pour, d'une part, appliquer les ondes ultrasonores près de la membrane plane, et d'autre part, pour accéder à une caractérisation "*in situ*" de l'organisation colloïdale et des profils de concentration dans la couche de polarisation.

Grâce à cette cellule, les profils de concentration et l'organisation structurelle (orientation, agrégation/désagrégation) des suspensions de NCC ont été mesurés simultanément en fonction de la distance z à la surface de la membrane avec une précision de 20 μm et à une température contrôlée de $T = 25^\circ\text{C}$.

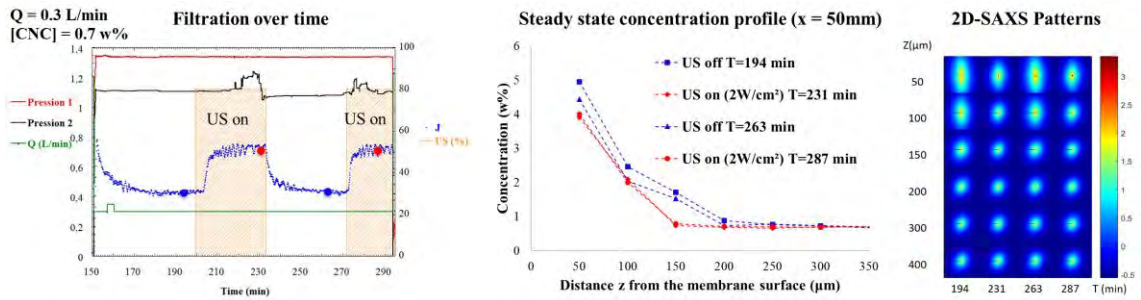


Fig. 1 – Etude de l'effet des ultrasons sur la structure et la concentration atteinte dans couche de polarisation en liens avec les modifications des flux de perméation induits lors de l'ultrafiltration assistée par US de suspensions de NCC.

Les résultats présentés dans la Figure 1 montrent que les ultrasons induisent une diminution de l'épaisseur de la couche de polarisation, associée à une réduction de la concentration dans la couche ainsi qu'une modification de l'organisation anisotrope au plus proche voisinage de la membrane. L'ensemble de ces modifications de la couche de polarisation de concentration induit une augmentation du flux de perméation et donc une amélioration des performances de filtration. Ils révèlent un équilibre entre le comportement rhéologique de la suspension à la surface de la membrane et différentes forces externes telles que la pression, le flux de cisaillement et l'agitation locale induite par les ondes ultrasonores.

-
- [1] Romdhane A., Arousseau M., Guillet A., Mauret E., « Cross flow microfiltration of starch nanocrystal suspensions », *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, **93** (2015) 412-418.
- [2] Hengl N., Jin, Y., Pignon, F., Baup, S., Mollard, S., Gondrexon, N., Magnin, A., Michot, L., Paineau, E., « A new way to apply ultrasound in cross-flow ultrafiltration: application to colloidal suspensions », *Ultrasonics Sonochemistry*, **21** (2014) 1018-1025.
- [3] Jin Y., Hengl N., Baup S., Pignon F., Gondrexon N., Sztucki M., Romdhane A., Guillet A., Arousseau M., « Ultrasonic assisted cross-flow ultrafiltration of starch and cellulose nanocrystals suspensions: Characterization at multi-scales », *Carbohydrate Polymers*, **124** (2015) 66-76.
- [4] Rey C., Hengl N., Baup S., Karrouch M., Gicquel E., Dufresne A., Djeridi H., Dattani R., Jin Y., Pignon F., "Structure, Rheological Behavior and in-situ Local Flow Fields of Cellulose Nanocrystal Dispersions During Cross-flow Ultrafiltration", *ACS Sustainable Chem. Eng.* **7** (2019) 10679.

Récupération des phospholipides du lactosérum par couplage de procédés membranaires

Mélanie FAUCHER¹, Jacinthe THIBODEAU¹, Ozan Nazim CIFTCI², Sami GAALOUL³, Laurent BAZINET^{1*}

¹ Institut sur la Nutrition et les Aliments Fonctionnels (INAF), Centre de Recherche en Sciences et Technologie du lait (STELA), Laboratoire de Transformation Alimentaire et Procédés électromembranaires (LTAPEM), Département de Sciences des Aliments, Pavillon Paul-Comtois, Université Laval, Québec, Qc, Canada, G1V 0A6

² Food Science and Technology Department, University of Nebraska-Lincoln, Lincoln, NE, USA

³ Lactalis Canada, Victoriaville, Québec, Qc, Canada, G6P 9V7

* Laurent.Bazinet@fsaa.ulaval.ca

Les phospholipides (PLs) sont des lipides amphiphiles présentant des propriétés résultant de leurs parties polaires et non polaires, responsables de leurs fonctions et propriétés intéressantes [1]. Le lactosérum doux, coproduit de la fabrication du fromage, contient des PLs, dans de petits globules gras qui peuvent rester en suspension ou dans des fragments de MFGM [2]. Cependant, le lactosérum doux industriel est souvent écrémé, ce qui ne permet pas de récupérer les fragments de MFGM car ils sont très stables. Ainsi, dans ce cas, les PLs sont considérés comme des lipides résiduels. La présence de ces lipides résiduels dans le lactosérum doux peut être problématique car ils sont associés à des défauts organoleptiques [3] et à des problèmes technologiques, tout particulièrement si le lactosérum est concentré pour produire du concentré de protéines de lactosérum (WPC), car ils peuvent alors avoir un impact négatif sur les propriétés fonctionnelles du WPC ou générer une turbidité indésirable lorsqu'ils sont solubilisés [4]. D'autre part, même si le lactosérum doux est une source modeste de PLs, leur présence est intéressante en raison de leurs bénéfices potentiels pour la santé (prévention du développement du cancer du côlon, impacts positifs sur la croissance et le développement des cellules, ainsi que des impacts bénéfiques sur le cerveau, vieillissement et maladies neurodégénératives) [5]. Ainsi, il pourrait être avantageux de récupérer les PLs du lactosérum doux pour limiter leurs impacts négatifs et produire une fraction plus riche en PLs qui pourrait ainsi mettre en évidence leurs potentiels effets positifs sur la santé. Des méthodes ont été développées pour récupérer les PLs à partir du lactosérum doux et d'autres produits et coproduits laitiers (précipitation thermocalcique, extraction par solvant, dioxyde de carbone supercritique, etc.) [6] et parmi elles, l'électrodialyse à membrane bipolaire (EDBM) semble particulièrement prometteuse. L'EDBM est innovante et respectueuse de l'environnement. Elle présente aussi l'avantage qu'aucun solvant ni produit chimique ne doit être utilisé pour le processus lui-même. L'EDBM peut être utilisée pour récupérer les PLs car elle diminue simultanément le pH et la force ionique favorisant la formation de complexes lipoprotéiques [2]. Ainsi, le but général de ce travail était d'optimiser le délipidation et la récupération des PLs à partir de lactosérum doux en utilisant l'EDBM et en développant un procédé qui pourrait être industriellement viable. Par conséquent, les objectifs étaient : 1) de traiter le lactosérum doux par EDBM, 2) de tester différents traitements (ED, dilution et diafiltration) après EDBM pour diminuer la teneur en minéraux/force ionique et 3) d'évaluer les impacts de ces traitements sur la composition et les caractéristiques physico-chimiques des fractions produites. À la lumière des résultats obtenus à la suite de ce travail, le procédé le plus prometteur était celui qui combinait EDBM et ED. En effet, la combinaison avec la déminéralisation par ED permettait d'atteindre un taux de délipidation de $76,6 \pm 6,2$ %, ce qui est 1,5 à 3,0 X plus élevés que les taux observés pour la dilution ou la diafiltration (Fig. 1). De plus, pour cette condition, une

fraction ayant une teneur de $24,4 \pm 0,5$ g de PLs/100 g de poudre sèche était produite et pour laquelle les principales classes de PLs présentes étaient la phosphatidylsérine et la phosphatidyléthanolamine. La combinaison ÉDMB et ÉD a aussi permis de générer un haut rendement phospholipidique ($25,9 \pm 2,0$ g/100 L de lactosérum doux). En outre, dans le cadre de ce travail, il a été démontré que plusieurs phénomènes physico-chimiques distincts avaient lieu lors des traitements appliqués après le procédé d'ÉDMB (ÉD, dilution ou diafiltration) et que ceux-ci engendraient des différences quant à la force ionique, la teneur et la composition en minéraux affectant ainsi la récupération et la pureté de la fraction phospholipidique produite. Ceci a aussi permis de mettre en évidence que la formation des complexes de lipoprotéines ne serait pas seulement due à la réduction de la force ionique, mais aussi au retrait plus important des cations divalents.

	Masse de précipité (en g)	Teneur protéique (en g/100 g sec)	Taux de délipidation (en %)
ÉDBM + ÉD	0.78 ± 0.06^a	55.0 ± 0.3^a	76.6 ± 6.2^a
ÉDBM + Dilution	0.40 ± 0.02^b	45.8 ± 1.4^b	54.2 ± 3.1^b
ÉDBM + Diafiltration	0.32 ± 0.05^c	$50.4 \pm 1.8^{a,b}$	23.0 ± 3.0^c

Fig. 1 – Masse de précipité, teneur en protéine du précipité et taux de délipidation obtenu en fonction des différents couplage de procédés.

-
- [1] G. Contarini, M. Povolo, «Phospholipids in Milk Fat : Composition , Biological and Technological Significance , and Analytical Strategies», *Int. J. Mol. Sci.* **14** (2013) 2808.
 - [2] F. Lin Teng Shee, P. Angers, L. Bazinet, «Precipitation of cheddar cheese whey lipids by electrochemical acidification», *J. Agric. Food Chem.* **53** (2005) 5635.
 - [3] C.V. Morr, E.Y.W. Ha, «Off-flavors of Whey Protein Concentrates : A Literature Review», *Int Dairy J.* **1** (1991) 1.
 - [4] D. Karleskind, I. Laye, F.I. Mei, C.V. Morr, «Chemical pretreatment and microfiltration for making», *J. Food Sci.* **60** (1995) 221.
 - [5] K.M. Barry, T.G. Dinan, P.M. Kelly, «Preparation and Applications of Polar Milk Lipids/MFGM», in: T. Truong, C. Lopez, B. Bhandari, S. Prakash (Eds.), *Dairy Fat Prod. Funct.*, Springer, 2020: pp. 67–90.
 - [6] N. Price, Z. Wan, T. Fei, S. Clark, T. Wang, «Development of Industrially Scalable Method for Phospholipids and Branch-Chain Fatty Acids of Dairy by-Product», *J. Am. Oil Chem. Soc.* **93** (2020) 1043.

Méthodologie prédictive pour une purification en protéines et un enrichissement simultané en peptides bioactifs d'un hydrolysats de protéines de colza par ultrafiltration

Nastassia KAUGARENIA^{1*}, Sophie BEAUBIER¹, Xavier FRAMBOISIER¹, François LESAGE¹, Romain KAPEL¹

¹ LRGP, UMR CNRS 7274, 13, rue du bois de la champelle, F-54500 Vandœuvre-lès-Nancy

* nastassia.kaugarenia@univ-lorraine.fr

Les hydrolysats de protéines, produits de la protéolyse enzymatique, sont des mélanges très complexes qui peuvent être composés de protéines intactes résiduelles, de peptides de tailles, concentrations et propriétés très variables, et d'acides aminés libres. Ils peuvent permettre d'améliorer des propriétés initiales des protéines (digestibilité, propriétés fonctionnelles), ou bien d'en libérer de nouvelles par la production de peptides bioactifs (activités antioxydantes ou antimicrobiennes, par exemple) [1],[2]. Toutefois, les propriétés d'un hydrolysats peuvent ne pas être optimales du fait de la spécificité de la propriété à une certaine fraction du mélange. Ainsi, les procédés membranaires, et notamment, l'ultrafiltration, sont généralement employés afin d'améliorer les propriétés d'un hydrolysats par enrichissement des mélanges en fractions spécifiques ciblées, contrôlé par les conditions opératoires appliquées au procédé [3].

Cette communication s'intéresse à un hydrolysats de protéines totales de tourteau de colza, co-produit de l'industrie agro-alimentaire. Les napines (albumine 2S) et les cruciférines (globulines 12S) sont les deux protéines majeures des graines de colza et sont présentées comme des alternatives aux protéines animales [4]. En plus de leurs propriétés nutritionnelles, les napines sont reconnues pour leur fort pouvoir moussant et émulsifiant, et leurs propriétés antimicrobiennes, dans leur forme intacte. Récemment, une étude a mis en avant la libération de peptides chélateurs de fer par hydrolyse enzymatique sélective des cruciférines d'un isolat de protéines totales de colza, avec la protéase Prollyve© [5]. De plus, cette hydrolyse sélective des protéines totales de colza a ainsi permis de maintenir intacte la fraction de napines. L'hydrolysats ainsi obtenu était donc un mélange de peptides issus des globulines, dont une fraction responsable d'une activité antioxydante, et de napines, qui présente un fort potentiel de valorisation dans le domaine alimentaire. Dans une démarche de double valorisation des napines intactes et des peptides issus des globulines, une étape d'ultrafiltration contrôlée doit être mise en œuvre.

Les procédés d'ultrafiltration ont longtemps été mis en œuvre de manière empirique, mais depuis quelques années des méthodologies ont été proposées pour rendre le processus plus rationnel afin de proposer des étapes de développement, d'optimisation et de production économiquement viables [6], [7]. Dans cette étude, une méthodologie semblable de simulation a été mise en œuvre afin de pouvoir prédire, d'une part la pureté en protéines et le rendement des napines dans le compartiment rétentat du procédé d'ultrafiltration, et, d'autres part, le rendement en peptides dans le compartiment perméat, en mode de fonctionnement à la fois « concentration discontinue » et en « diafiltration ».

Pour ce faire, la transmission des composés à travers des membranes de fibres creuses a été étudiée avec l'hydrolysats, composé de protéines de 50 à 14 kDa et de peptides de 2000 à 150 Da. Dans le but d'évaluer la faisabilité de la mise en place future d'un réacteur enzymatique à membrane, pour une production continue de l'hydrolysats, cette étude a été réalisée dans les conditions de l'hydrolyse de la Prollyve (pH 3, 55 °C). La calibration des membranes a été réalisée pour différents seuils de coupure (10-100 kDa), pressions transmembranaires (PTM, 1-2 bar) et taux de cisaillement (3000-6000 s⁻¹), afin de déterminer les valeurs du taux de rétention (R, supposé constant tout au long du processus) de chaque composé du mélange et permettre ainsi de caractériser la sélectivité pour chaque jeu de paramètres. La taille et la quantification des différents composés ont été déterminées par chromatographie d'exclusion stérique (SEC), selon la méthode développée par Bodin *et al.*

[8]. Enfin, un bilan de matière de l'ultrafiltration a été appliqué pour prédire les performances du fractionnement des deux côtés de la membrane, en mode concentration jusqu'à un facteur de réduction volumique (FRV) de 10, ou en diafiltration jusqu'à 10 diavolumes.

Les prédictions de séparation les plus optimales ont ensuite été validées expérimentalement, caractérisées par une rétention proche de 1 pour les protéines et une transmission effective des peptides, avec un débit de perméat élevé. Ainsi, un seuil de coupure de 50 kDa, une PTM de 2 bars et un taux de cisaillement de 3000 s^{-1} ont été choisis et mis en œuvre en concentration discontinue jusqu'à un FRV de 10. Du côté rétentat, une pureté en protéines de 63,5 % et un rendement en napines de 1,2 ont été obtenus expérimentalement, au FRV 10, soit une différence moyenne de 8,5 % et 20 %, respectivement avec les valeurs simulées. Du côté perméat, un rendement en peptides totaux expérimental au FRV 10 de 0,46 a été évalué, correspondant à un écart de 8,5 % avec la prédiction. En diafiltration, la comparaison des valeurs expérimentales aux simulations étaient également bonnes pour le côté rétentat avec un écart plus important (36,6 %) pour le rendement en peptides totaux. La transmission des peptides totaux dans le perméat semblait stabilisée pour les peptides inférieurs à 500 Da au-delà du 4^{ème} diavolume, alors que ces peptides étaient toujours présents dans le rétentat. Concernant les autres fractions peptidiques, une surévaluation de la transmission par la simulation a été observée, avec une transmission moins effective expérimentalement.

D'autres investigations sont nécessaires pour pouvoir comprendre les différences et affiner au mieux les modèles prédictifs afin d'obtenir un fractionnement optimal de ce mélange complexe à plusieurs fractions d'intérêt. Par ailleurs, l'obtention de ces données sont très intéressantes et pourraient être implémentées dans une simulation de mise en œuvre d'un réacteur enzymatique à membrane. Enfin, ces résultats restent prometteurs dans une démarche de double valorisation d'un co-produit industriel dans le domaine de la sécurité alimentaire.

[1] D. Kitts et K. Weiler, « Bioactive Proteins and Peptides from Food Sources. Applications of Bioprocesses used in Isolation and Recovery », *Curr. Pharm. Des.*, vol. 9, n° 16, p. 1309-1323, juin 2003.

[2] J. Adler-Nissen et H. S. Olsen, « The Influence of Peptide Chain Length on Taste and Functional Properties of Enzymatically Modified Soy Protein », in *Functionality and Protein Structure*, vol. 92, A. Pour-Ei, Éd. WASHINGTON, D. C.: AMERICAN CHEMICAL SOCIETY, 1979, p. 125-146.

[3] C. Muro, F. Riera, et A. Fernandez, « Advancements in the Fractionation of Milk Biopeptides by Means of Membrane Processes », in *Bioactive Food Peptides in Health and Disease*, B. Hernandez-Ledesma, Éd. InTech, 2013.

[4] J. P. D. Wanasundara, T. C. McIntosh, S. P. Perera, T. S. Withana-Gamage, et P. Mitra, « Canola/rapeseed protein-functionality and nutrition », *OCL*, vol. 23, n° 4, Art. n° 4, juill. 2016.

[5] E. Durand, S. Beaubier, F. Fine, P. Villeneuve, et R. Kapel, « High Metal Chelating Properties from Rapeseed Meal Proteins to Counteract Lipid Oxidation in Foods: Controlled Proteolysis and Characterization », *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, vol. 123, n° 6, p. 2000380, 2021.

[6] R. Kapel, F. Klingenberg, X. Framboisier, P. Dhulster, et I. Marc, « An original use of size exclusion-HPLC for predicting the performances of batch ultrafiltration implemented to enrich a complex protein hydrolysate in a targeted bioactive peptide », *J. Membr. Sci.*, vol. 383, p. 26-34, nov. 2011.

[7] S. Beaubier, R. Przybylski, A. Bodin, N. Nedjar, P. Dhulster, et R. Kapel, « Ultrafiltration Fractionation of Bovine Hemoglobin Hydrolysates: Prediction of Separation Performances for Optimal Enrichment in Antimicrobial Peptide », *Membranes*, vol. 11, n° 2, p. 73, janv. 2021.

[8] A. Bodin, X. Framboisier, D. Alonso, I. Marc, et R. Kapel, « Size-exclusion HPLC as a sensitive and calibrationless method for complex peptide mixtures quantification », *J. Chromatogr. B*, vol. 1006, p. 71-79, déc. 2015.

Mise au point d'un protocole original de purification des protéines de tournesol par procédé membranaire

Sara ALBE SLABI^{1*}, Odile MESIERES², Xavier FRAMBOISIER², Arnaud AYMES², Olivier GALET¹, Romain KAPEL²

¹ Avril SCA, 11/13 rue Monceau, 75008 Paris

² Laboratoire Réactions et Génie des Procédés CNRS UMR 7274, 1 rue Grandville, 54000 Nancy

* sara.albe-slabi@groupeavril.com

Depuis plusieurs années, le marché mondial des isolats protéiques végétales est en forte croissance. Le tourteau de tournesol, coproduit du procédé d'extraction d'huile, est une source importante de protéines (30–50 % de la matière sèche). Ces protéines sont composées de deux fractions principales: les globulines (hélianthinines) et les albumines (SFA). Grâce à un profil équilibré en acides aminés et de bonnes propriétés fonctionnelles, elles présentent un fort potentiel d'utilisation comme isolat pour l'alimentation humaine [1, 2].

La production d'isolat protéique à partir d'agro-ressources solides est classiquement divisée en deux opérations unitaires principales. La première est une extraction solide/liquide qui vise à solubiliser les protéines de la matrice végétale dans une phase aqueuse. La deuxième étape consiste en une purification des protéines de l'extrait afin d'éliminer des microsolutés hydrosolubles (composés phénoliques) et d'atteindre le grade d'isolat (pureté supérieure à 90 % de la matière sèche).

La littérature montre de nombreuses de verrous scientifiques quant à la production d'isolats de protéines de tournesol. Le verrou majeur est lié à la purification des protéines de l'extrait aqueux. A l'heure actuelle, la méthode de purification principalement employée dans la littérature est une précipitation acide sélective des protéines. Cette technologie conduit à la production d'isolats de protéines peu fonctionnelles et avec une perte importante en albumines [3] Les faibles niveaux de propriétés fonctionnelles sont dus à une dénaturation des hélianthinines au pH de précipitation et probablement à l'appauvrissement de la fraction protéique en albumines qui permet d'améliorer la solubilité globale des protéines.

L'objectif de ces travaux a été donc de mettre au point un protocole alternatif de purification des protéines de tournesol par procédé membranaire. Pour cela, les rétentions de protéines et de composés phénoliques (représentant de microsolutés) par des membranes de différents seuils de coupure (3, 5, 10 et 30 kDa) ont été comparées. Puis, l'évolution du flux et la stabilité des protéines dans le système en fonction du pH et de la concentration en NaCl dans le rétentat ont été étudiées. Enfin, la dernière étape a eu pour objectif de déterminer le nombre de diavolumes nécessaires pour une purification efficace à partir des bilans de matière en protéines et en composés phénoliques. Les propriétés fonctionnelles des protéines purifiées par ultrafiltration ont été évaluées et comparées à celles des protéines précipitées.

En résultats, la membrane de 3 kDa a permis une rétention totale des hélianthinines et des albumines. Afin de maintenir la stabilité du système et la solubilité des protéines dans le rétentat la nécessité de l'utilisation d'une solution à 0,5 mol.L⁻¹ pour réaliser la diafiltration a été démontrée. Cette solution a conduit à un flux constant et une élimination efficace des composés phénoliques (abattement supérieur à 96 % après six diavolumes). La dernière étape a consisté à un dessalage du rétentat pendant 4 diavolumes avec l'eau deionisée. Ce protocole a abouti à un produit au grade d'isolat avec une pureté en protéines de 96,0 % de la matière sèche et un rendement de purification de 70,4 %. En outre, les propriétés moussantes et émulsifiantes des protéines ainsi purifiées des ont aussi été comparables à celles des protéines de référence (soja). En ce qui concerne la solubilité dans la solution aqueuse, les

protéines purifiées par ultrafiltration ont présenté une solubilité bien supérieure (40-90 % à pH 4-8) à celle des protéines purifiées par précipitation acide (5-20 % à pH 4-8) [4].

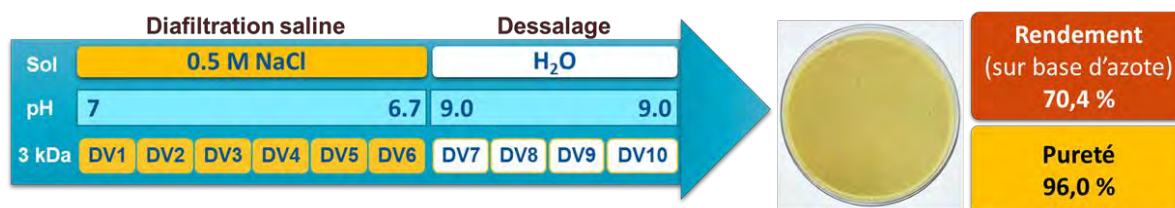


Fig. 1 – Protocole de purification des protéines de tournesol par ultrafiltration.

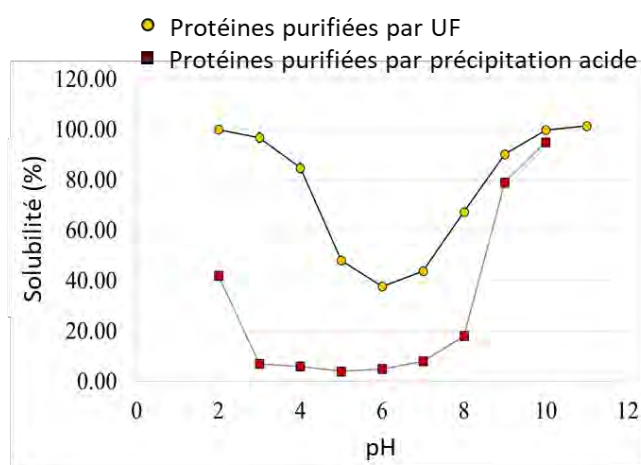


Fig. 2 – Solubilité des protéines de tournesol purifiées par ultrafiltration (UF) et par précipitation acide en fonction du pH (0-11).

-
- [1] S. Gonzalez-Perez, J. M. Vereijken, « Sunflower proteins: overview of their physicochemical, structural and functional properties », *Journal of the Science of Food and Agriculture* **87** (2007) 2173-2191.
- [2] S. Albe Slabi, C. Mahé, M. Basselin, F. Fournier, A., Aymes, M. Bianeis, O. Galet, R. Kapel « Optimization of sunflower albumin extraction from oleaginous meal and characterization of their structure and properties », *Food Hydrocolloids* **99** (2020) 105335.
- [3] P. Pickardt, T. Hager, P. Eisner, R. Carle, D. R. Kammerer « Isoelectric protein precipitation from mild-acidic extracts of de-oiled sunflower (*Helianthus annuus* L.) press cake », *European Food Research and Technology* **233** (2011) 31-44.
- [4] S. Albe Slabi, C. Mathe, M. Basselin, X. Framboisier, M. Ndiaye, O. Galet, R. Kapel « Multi-objective optimization of solid/liquid extraction of total sunflower proteins from cold press meal », *Food Chemistry* (2020) 126423.

Microfiltration tangentielle de lait écrémé: Etude des performances des membranes à gradient de perméabilité

Nadine LECONTE , Gaspard FOUILLARD-MAIRESSE, Fabienne LAMBROUIN, Geneviève GESAN-GUIZIOU

UMR 1253 STLO Science et Technologie du Lait et de l'œuf, INRAE Institut Agro Rennes, France.

nadine.leconte@inrae.fr

La microfiltration tangentielle de lait écrémé, MF 0.1 μm , équipée de membranes céramiques, est apparue à l'échelle industrielle au milieu des années 90s pour la séparation des micelles de caséines (CN) et des protéines sériques (PS). Face aux enjeux grandissants des ingrédients laitiers et l'importance que revêt la MF 0.1 μm dans la production de ces ingrédients, notamment en nutrition infantile, il devient important d'optimiser la MF 0.1 μm de lait écrémé, que ce soit au niveau de la conception de l'installation que de sa conduite.

Le développement industriel a été rendu possible grâce à la mise en œuvre du système Uniform Transmembrane Pressure (UTP) qui permet de limiter l'accumulation de la matière à la membrane et donc de maintenir de très bonnes performances en termes de flux de perméation et de transmission de protéines sériques au cours du temps de production [1]. Néanmoins, les coûts énergétiques et économiques (investissement et maintenance) de cette opération sont très élevés puisque la mise en circulation du perméat à co-courant du rétentat nécessite une pompe supplémentaire côté perméat.

Au début des années 2000, le concept à Gradient de Perméabilité (GP) a été proposé par Pall pour rendre la MF 0.1 μm plus économiquement attractive. Ce concept offre des propriétés de perméabilité (et de résistance hydraulique) du support macroporeux variables entre l'entrée et la sortie de la membrane, de manière à compenser les gradients de pression transmembranaire et ainsi offrir des performances acceptables sans ajout de pompe côté perméat et avec une couche filtrante de 0.1 μm identique à la membrane UTP.

A l'heure actuelle, les membranes UTP et GP cohabitent industriellement pour la mise en œuvre de la MF 0.1 μm . Pour des raisons principalement économiques, la membrane GP remplace peu à peu la membrane UTP. Elle est proposée depuis une quinzaine d'années par les équipementiers qui se basent principalement sur leur expérience, savoir-faire et connaissances empiriques pour proposer le dimensionnement et les modes de conduites de ces installations.

Pourtant peu d'études sont publiées sur les performances de la membrane GP (une dizaine d'articles seulement dont [2]) et l'analyse de ces articles montre le manque de connaissances sur les performances de cette membrane. La conception des installations est donc réalisée sans une réelle analyse comparative critique.

L'objectif de ce travail est d'apporter des connaissances sur les performances de la membrane GP 0.1 μm pour la séparation CN-PS de lait écrémé thermisé de vache à 50°C et de comparer ces performances à celles de la membrane UTP, qui fait référence.

Les performances des membranes Pall 0.1 μm UTP et GP ont été étudiées à 3 niveaux de Facteur de Réduction Volumique (FRV1 ; 2 ; 3).

La membrane GP a été mise en œuvre dans les conditions d'écoulement tangentiel pour lesquelles elle est conçue, c'est à dire une Perte de Charge Rétentat (PCR) de 2 bar, conduisant à des vitesses d'écoulement tangentiel de l'ordre de 7.0 m/s. Pour chaque facteur de réduction volumique (FRV), les membranes GP et UTP ont été comparées à la même perte de charge (2 bar). Pour la membrane GP, les plages de pression transmembranaire (PTM)

préconisées sont supérieures à 1.0 bar pour éviter la rétroperméation. Pour la membrane UTP, les plages de PTM préconisées sont inférieures à 0.6 bar pour limiter le colmatage.

D'un point de vue hydrodynamique, le flux de perméation J_p (l/h/m²) a été suivi en fonction de la PTM appliquée par palier de 15 à 30 min à des valeurs comprises entre 0.4 et 0.8 bar pour la membrane UTP et entre 0.8 et 2.0 bar pour la membrane GP.

D'un point de vue sélectivité, la transmission des PS (Tr_{PS}) a été calculée à partir des concentrations en protéines sériques des fractions rétentat (Cr_{PS}) et perméat (Cp_{PS}) déterminées par la méthode Kjeldahl. $Tr_{PS} (\%) = (Cp_{PS} / Cr_{PS}) \times 100$. Les fuites de micelles de caséines dans les perméats ont été évaluées par mesure de turbidité.

✓ Pour chaque FRV, les valeurs de J_p limite sont similaires pour les 2 membranes : 180 l/h/m² à FRV1 ; 110 l/h/m² à FRV2 (Fig 1a). A FRV1, J_p limite est atteint à une PTM respectivement de 2.0 bar pour la membrane GP et 0.4 bar pour la membrane UTP.

✓ Pour la membrane UTP, $Tr_{PS} (\%)$ diminue de 80 à 68 % sur la plage de PTM de 0.4 à 0.8 bar, et cela indifféremment pour FRV 1 et 2. En revanche, pour la membrane GP, Tr_{PS} est stable et élevée (80%) de 0.8 à 1.8 bar à FRV 1 mais elle est faible et diminue de 65% à 55% sur la même plage de PTM, à FRV 2 (Fig 1b).

✓ A la différence des perméats obtenus avec la membrane UTP qui sont limpides (turbidité = 0 NTU), les perméats obtenus avec la membrane GP sont troubles (turbidité ≈ 100 NTU) et indiquent des fuites de micelles de caséines estimées à 0.2 g/kg de caséine.

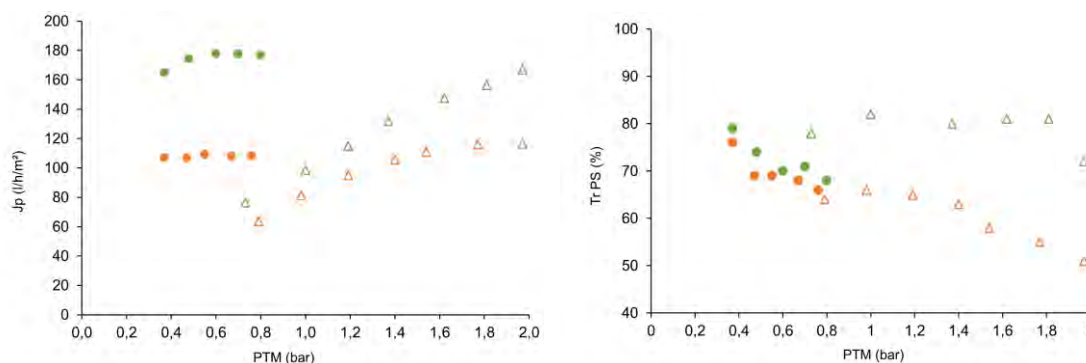


Fig 1 - Performances des membranes GP (triangle) et UTP (rond) en fonction de la pression transmembranaire (PTM) à FRV1 (en vert) et FRV2 (en orange) pour une PCR 2 bar, à 50°C
Fig1a : Flux de perméation J_p ; Fig1b : Transmission de protéines sériques, Tr_{PS}

Ces résultats montrent que le choix de la membrane GP (et de son mode de conduite à PCR = 2bar) a un impact sur les performances de la séparation CN-PS. A FRV élevé comme recherché industriellement (FRV 2), les flux sont plus élevés avec la membrane UTP dans les conditions de PTM préconisées (1.0 +/-0.2 bar pour GP et 0.6 +/-0.2 bar pour UTP). Les performances en termes de transmission de PS sont semblables (68±5 %) à FRV 2, mais la fuite de micelles est plus élevée, ce qui pénalise la valorisation du perméat. Ces différences s'expliquent par la conception même de la membrane GP.

Ces connaissances permettent d'apporter des informations indispensables pour envisager la conception raisonnée et optimisée des installations de MF mettant en œuvre des membranes céramiques [3].

[1] L.V. Saboya, J.L. Maubois. "Current developments of microfiltration technology in the dairy industry ", *Lait* **80** 2000, pp.541-553

[2] J. Zulewska, M. Newbold, D. M. Barbano. « Efficiency of serum protein removal from skim milk with ceramic and polymeric membranes at 50°C », *J. Dairy Sci.* **92** :1361–1377

[3] M. Belna, A. Ndiaye, F. Taillandier, C. Fernandez, L Agabriel, G. Gésan-Guiziu, "Multiobjective optimization of skim milk microfiltration based on expert knowledge" *Expert Systems with Applications*, 2022 (accepté).

Enrichissement optimal d'un peptide antimicrobien d'hydrolysats d'hémoglobine bovine par prédiction des performances de séparation d'ultrafiltration

Sophie BEAUBIER^{1,*}, Rémi PRZYBYLSKI², Alice BODIN¹, Naïma NEDJAR², Pascal DHULSTER² et Romain KAPEL¹

¹ LRGP, UMR CNRS 7274, 13, rue du bois de la champelle, F-54500 Vandœuvre-lès-Nancy

² Univ. Lille, INRA, ISA, Univ. Artois, Univ. Littoral Côte d'Opale, EA 7394 – ICV – Charles Viollette Institute, F-59000 Lille, France

* sophie.beaubier@univ-lorraine.fr

Dans les industries agro-alimentaires, le sang bovin est un co-produit incontournable de la production de viande et pose un problème environnemental dû à sa non-exploitation. L'hydrolyse de l'hémoglobine bovine, une protéine contenue dans ce co-produit industriel, libère un peptide antimicrobien naturel (le peptide α 137-141, également appelé néokyotorphine ou NKT) qui pourrait présenter un intérêt majeur en sécurité alimentaire [1].

L'ultrafiltration tangentielle est souvent appliquée pour enrichir des mélanges en peptides bioactifs et donc améliorer un large spectre de bio-activités d'hydrolysats. Cependant, les conditions d'ultrafiltration sont principalement mises en œuvre de manière empirique après de nombreuses manipulations impliquant des procédures fastidieuses pour l'évaluation de la bio-activité ciblée. Certains auteurs ont montré que le rendement et l'enrichissement de fractions peptidiques pouvaient être suivis pendant l'ultrafiltration par chromatographie d'exclusion stérique [2-3]. Une méthode de simulation originale a ensuite été publiée pour prédire le rendement et l'enrichissement d'un peptide bioactif ciblé dans le compartiment perméat d'ultrafiltration [4]. La méthode de simulation est basée sur les équations de bilan de matière des solutés et ne nécessite qu'un chromatogramme d'exclusion stérique et l'aminogramme de la protéine initiale.

La communication présente l'application de la méthode de simulation pour prédire le taux d'enrichissement, le rendement d'extraction et la pureté du peptide antimicrobien NKT dans divers hydrolysats d'hémoglobine bovine au cours de l'ultrafiltration. Les performances d'ultrafiltration ont été étudiées pour des hydrolysats d'hémoglobine bovine décolorés (élimination de l'hème) à différents degrés d'hydrolyse (DH ; 3 %, 5 %, 10 % et 18 %) et des hydrolysats colorés (à DH 3 % et 5 %) avec des membranes en cellulose régénérée de 1 et 3 kg.mol⁻¹.

Il a été mis en évidence que l'enrichissement en NKT diminuait lorsque le DH de l'hydrolysat augmentait. D'après les résultats obtenus par la méthode de simulation (Fig. 1), l'hydrolysat le plus prometteur, en termes d'enrichissement en NKT, de rendement et de productivité, a été identifié comme étant l'hydrolysat coloré à un DH de 3 %.

Les conditions expérimentales d'ultrafiltration permettant une récupération optimale du peptide antimicrobien ont également été identifiées (un facteur de réduction volumétrique de 5 et de 3 avec les membranes de 1 et 3 kg.mol⁻¹, respectivement), puis mises en œuvre. Un facteur d'enrichissement maximal d'environ 29 et une pureté en NKT très élevée d'environ 70 % dans le perméat ont ainsi pu être obtenus. Ces résultats sont remarquables et très intéressants pour un procédé d'ultrafiltration tangentielle d'un mélange aussi complexe.

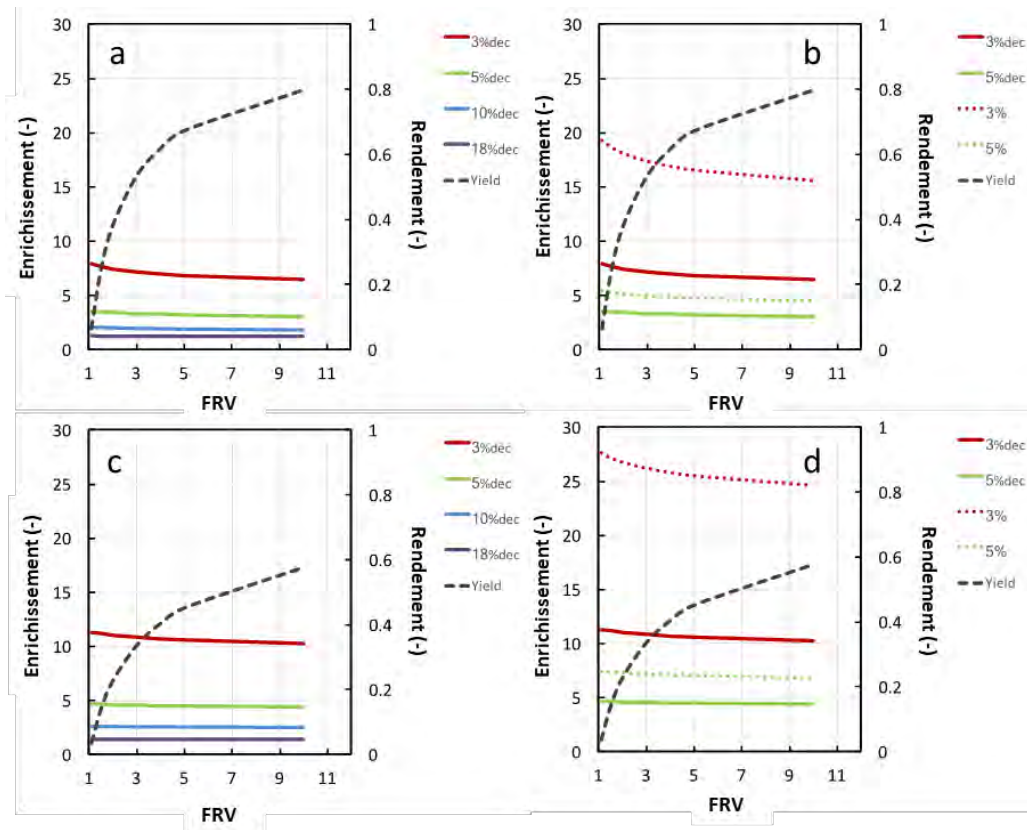


Fig. 1 – Simulation de l'évolution du rendement et de l'enrichissement en NKT dans le compartiment perméat d'ultrafiltration pour les hydrolysats (a et c) et colorés (b et d) avec les membranes de 3 kg.mol⁻¹ (a et b) et 1 kg.mol⁻¹ (c et d)

Le perméat ainsi obtenu a par ailleurs montré d'excellentes activités antimicrobiennes proches du standard de NKT, démontrant un potentiel d'application très prometteur dans le domaine de la sécurité alimentaire. Enfin, la comparaison des données expérimentales et simulées a validé la méthodologie de simulation avec un autre cas d'étude. Cette méthode de prédiction des performances d'ultrafiltration pour enrichir des mélanges en peptides d'intérêt ciblés peut ainsi s'inscrire aisément dans une démarche globale de valorisation rationnelle de ressources protéiques issues de différents co-produits industriels.

[1] R. Przybylski, L. Firdaous, G. Châtaigné, P. Dhulster, & N. Nedjar, „Production of an antimicrobial peptide derived from slaughterhouse by-product and its potential application on meat as preservative“. *Food Chemistry*, **211** (2016), 306-313.

[2] P. Bourseau, L. Vandanjon, P. Jaouen, M. Chaplain-Derouiniot, A. Masse, F. Guérard,... & J.P. Berge, « Fractionation of fish protein hydrolysates by ultrafiltration and nanofiltration : impact on peptidic populations ». *Desalination*, **244** (2009), 303-320.

[3] A. Chabeaud, L. Vandanjon, P. Bourseau, P. Jaouen, M. Chaplain-Derouiniot & F. Guérard, “Performances of ultrafiltration membranes for fractionating a fish protein hydrolysate: Application to the refining of bioactive peptidic fractions”. *Separation and Purification Technology*, **66** (2009), 463-471.

[4] R. Kapel, F. Klingenberg, X. Framboisier, P. Dhulster & I. Marc, “An original use of size exclusion-HPLC for predicting the performances of batch ultrafiltration implemented to enrich a complex protein hydrolysate in a targeted bioactive peptide”. *Journal of Membrane Science*, **383** (2011), 26-34.

Desalcolisation des boissons (mélanges eau-éthanol) avec la distillation membranaire

Elsie ZUROB^{1,2}, Jean-Pierre MERICQ¹, José SANCHEZ-MARCANO¹,
Marie-Pierre BELLEVILLE¹

¹ Institut Européen des Membranes, IEM – UMR 5635, CNRS, ENSCM, Univ Montpellier, Montpellier, France.

² Laboratory of Membrane Separation Processes (LabProSeM), Department of Chemical Engineering, U. of Santiago de Chile, Chile.

jean-pierre.mericq@umontpellier.fr

Au cours des dernières décennies, une augmentation de la teneur moyenne en alcool des vins a été observée dans de nombreuses régions viticoles (+ 1,1° en moyenne au niveau mondial entre 1992 et 2007). Ce phénomène est dû en partie à l'évolution des techniques agronomiques qui visent à améliorer la qualité du vin mais aussi au réchauffement climatique. En raison des préoccupations sanitaires et sociales concernant les risques liés à la consommation d'alcool (politiques de santé publique et de sécurité routière), la consommation de vin a fortement chuté au cours des dernières années notamment chez les jeunes.

Pour attirer un public plus large et maintenir la consommation, les producteurs viticoles sont à la recherche de procédés permettant de réduire la teneur en alcool du vin sans altération de sa qualité. L'utilisation de contacteur membranaire gaz-liquide, déjà utilisé dans de nombreuses autres applications (notamment pour le contrôle des gaz dissous...) pourrait être une alternative intéressante. En effet, l'utilisation de membranes fibres creuses hydrophobes permet de séparer physiquement les phases liquide aqueuse et gazeuse qui s'écoulent de part et d'autre et du fait de la différence de potentiel chimique existant entre les deux compartiments, les composés volatiles de la phase aqueuse vont traverser la membrane pour être éliminés par entraînement par la phase gaz. En outre, ce procédé d'évaporation membranaire peut être mis en œuvre à faibles températures ce qui évite la dénaturation des composés thermosensibles présents dans le vin et limite la consommation d'énergie. De plus, la compacité du module et la très grande surface d'échange facilite la mise à l'échelle pour des applications industrielles.

Pour évaluer la faisabilité et les potentialités du procédé, des essais de désalcoolisation ont été réalisés sur solutions modèles (solutions hydro-alcooliques) dans un contacteur membranaire à fibres creuses hydrophobes (liquidCell®) en utilisant un air saturé en humidité comme phase d'extraction (cf Figure 1). Les essais ont été réalisés à différents taux d'humidité, différents débits de la phase gaz, différentes températures des phases liquide et gazeuse et à différentes concentrations initiales en éthanol afin d'étudier l'incidence des paramètres opératoires sur les flux évaporatoires d'eau et d'éthanol.

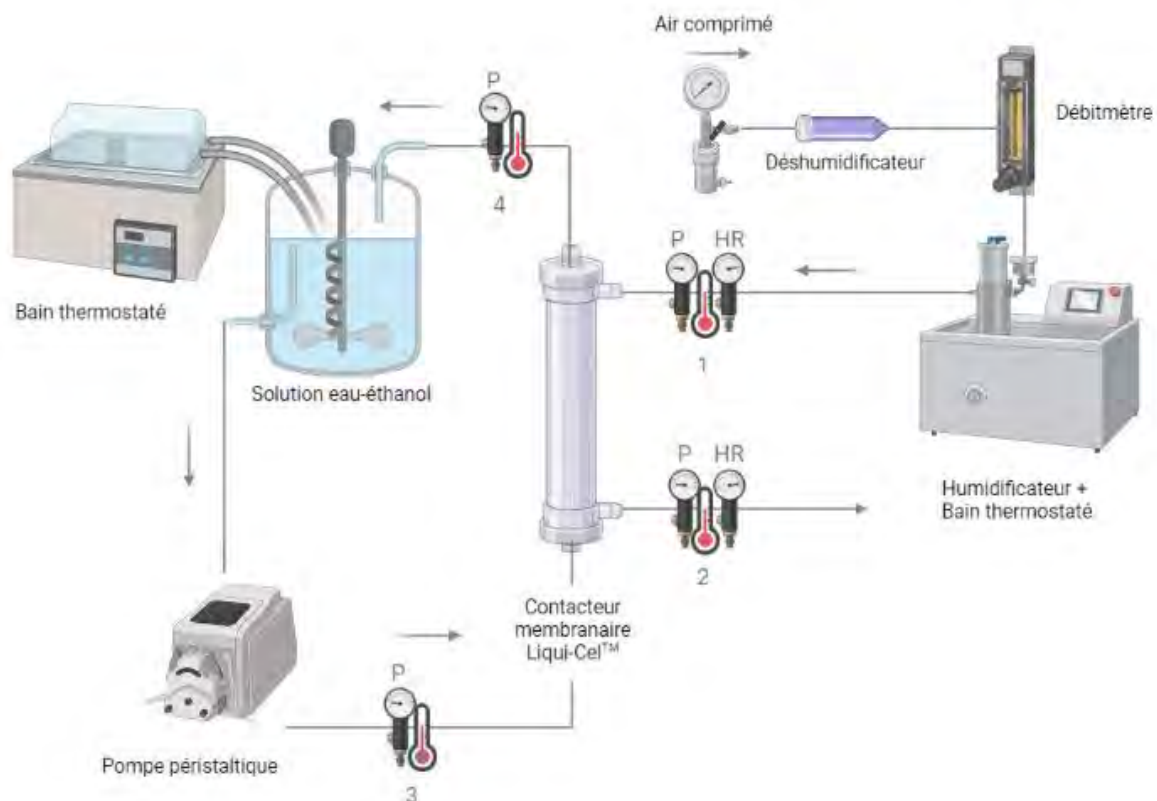


Fig. 1. Contacteur membranaire gaz-liquide pour la désalcoolisation. . (1) mesures de pression, température et humidité relative entrée côté gaz (2) mesures de pression, température et humidité relative sortie côté gaz ; (3) mesures de pression et température entrée côté liquide ; (4) mesures de pression et température sortie côté liquide

Cette étude a mis en évidence l'efficacité de l'humidification du flux d'air pour améliorer le flux évaporatoire d'éthanol tout en limitant l'évaporation de l'eau.

Les résultats obtenus ont montré qu'il était possible de désalcooliser partiellement des solutions de hydroalcooliques modèles (réduction 1% à 2% (V/V) pour des concentrations en éthanol comprises entre 8 et 12% (V/V). Cependant, des études doivent être réalisées sur solution réelles (vin) afin d'évaluer l'impact de la présence des autres constituants sur le transfert de l'éthanol d'une part et d'autre part l'impact du procédé lui-même sur la qualité du produit final.

Récupération de catalyseurs par ultrafiltration

Adrien MAGNE^{1,2}, Morgane LE HIR², Thomas CLAIR², Emilie CARRETIER¹, Philippe MOULIN^{1*}

¹ Aix-Marseille Univ., Laboratoire de Mécanique, Modélisation et Procédés Propres (M2P2-CNRS-UMR 7340-EPM), Europôle de l'Arbois, BP 80, Bat. Laennec, Hall C, 13545 Aix-en-Provence cedex 04, France

² Sanofi Chimie, Laboratoire Génie des Procédés 1, Process Engineering, Global Chemistry Manufacturing & Control (CMC), 45 chemin de Mételine, 04200 Sisteron, France

* philippe-moulin@univ-amu.fr

Les catalyseurs sont des outils indispensables dans de nombreuses synthèses chimiques. Ils permettent de mettre en place une chimie de pointe pour aller au plus vite à la molécule cible en limitant au maximum les sous-produits et donc les étapes de purification nécessaires en aval. Le groupe pharmaceutique SANOFI utilise un catalyseur à base de palladium – un métal rare et coûteux – dans la synthèse d'une molécule à très haute valeur ajoutée.

A l'heure actuelle, la purification de la molécule d'intérêt vis-à-vis du catalyseur et des sous-produits de la synthèse chimique est longue et complexe : une filtration sur toile, six lavages successifs, et un traitement sur silice. De plus, cette purification entraîne la désactivation du catalyseur pour une partie en le chélatant volontairement, pour une autre en le laissant se dégrader avec le temps en l'absence de réactifs. Sa réutilisation est donc compromise, ce qui nécessite de l'envoyer vers une entreprise tierce extérieure pour son recyclage.

Le projet de recherche envisagé s'articule autour de la récupération de ce catalyseur à base de palladium en minimisant sa désactivation afin de pouvoir le réutiliser dans de nouveaux cycles chimiques, ce qui permettra de réduire les coûts globaux de la synthèse et de simplifier toute la chaîne de traitement, à SANOFI comme en externe. Les enjeux sont donc à la fois économiques et environnementaux. De plus, la récupération et réutilisation des catalyseurs dans les industries pharmaceutiques pourraient ouvrir l'accès à des voies de synthèse qui sont actuellement abandonnées au stade de « *early development* » pour des raisons économiques, les catalyseurs les plus efficaces étant le plus souvent les plus chers.

Cette étude constitue l'objet d'une thèse collaborative entre le laboratoire de Mécanique, Modélisation et Procédés Propres (M2P2) de Aix-Marseille Université et un laboratoire du service *Process Engineering* du site de SANOFI Sisteron.

La sensibilité à la fois du catalyseur et de la molécule SANOFI amène à mettre en place un traitement physique afin d'éviter au maximum les interactions chimiques et dégradations qui peuvent suivre. Ainsi, la séparation de ces deux constituants est envisagée via des membranes céramiques poreuses, la céramique offrant l'avantage d'être résistante aux solvants organiques et d'être adaptée à des utilisations à l'échelle industrielle. De plus, un tel procédé membranaire pourrait être directement mis en place en fin de synthèse chimique afin d'accéder rapidement au catalyseur isolé pour le réutiliser immédiatement en minimisant sa désactivation.

La rétention de catalyseurs par procédés membranaires a déjà été employée auparavant. ORMEROD [1] a utilisé en 2016 des membranes céramiques afin de séparer des catalyseurs au palladium de produits de synthèse d'une réaction de Suzuki, en milieu organique. Ces travaux sont encourageants mais restent préliminaires avec un écart important entre l'échelle laboratoire et l'industrialisation d'un procédé, ce qui est l'objectif final de cette étude. De plus, le sujet se confronte à des verrous scientifiques, en particulier le fait que les deux composés, produit de synthèse et catalyseur, ont des poids moléculaires similaires ce qui rend impossible l'utilisation directe d'une membrane classique.

Pour que cette séparation soit réalisable, deux pistes sont envisagées dans cette étude. La première consiste à modifier le catalyseur. KERAANI [2] a étudié en 2009 la

récupération par nanofiltration de catalyseurs dont les masses molaires ont été modifiées (augmentées graduellement de 627 g mol⁻¹ à 2195 g mol⁻¹) puis leur recyclage sur une synthèse chimique. Il obtient un taux de récupération de 92% pour l'un de ces catalyseurs alourdis, qui est ensuite engagé avec succès sur cinq cycles consécutifs avant d'observer une baisse significative de l'activité catalytique.

En s'inspirant de cette approche, deux catalyseurs de substitution ont été sélectionnés car ils présentent des propriétés catalytiques similaires à celles de celui actuellement utilisé, mais pourraient être plus facilement séparables de la molécule à haute valeur ajoutée. L'un d'eux est un catalyseur avec un poids moléculaire atteignant les 1000 g.mol⁻¹ et pouvant théoriquement être retenu par une membrane céramique de faible seuil de coupure. Ce catalyseur simple a été synthétisé en laboratoire en vue des futurs essais de rétention membranaire. Le second catalyseur est un composé avec un encombrement stérique beaucoup plus élevé mais un poids moléculaire similaire à la molécule à haute valeur ajoutée. Il pourrait donc également être retenu par la même membrane céramique et offre ainsi une alternative si les résultats de rétention sont positifs.

La seconde piste envisagée pour permettre la séparation du catalyseur et de la molécule à haute valeur ajoutée consiste à modifier cette fois-ci la membrane. Il existe déjà des cas de membranes modifiées par l'ajout de revêtements variés. Le laboratoire M2P2 d'AMU développe actuellement un revêtement spécifique capable de piéger des métaux tels que le palladium. Il serait donc possible d'utiliser des membranes céramiques modifiées par cette technologie pour capter le catalyseur actuel à la surface des pores.

Ces deux pistes sont étudiées en parallèle à l'échelle laboratoire dans un premier temps sur des filtrations frontales pour évaluer la faisabilité des différentes possibilités. Il sera ensuite envisagé une montée d'échelle avec une filtration tangentielle qui sera mieux adaptée au procédé industriel. Si les nouveaux catalyseurs proposés sont retenus, des études complémentaires seront réalisées pour vérifier l'efficacité catalytique sur la synthèse de la molécule à haute valeur ajoutée.

-
- [1] P. D. Ormerod, N. Lefevre, M. Dorbec, I. Eyskens, P. Vloemans, K. Duysens, V. Diez de la Torre, N. Kaval, E. merkul, S. Sergeye, B.U.W. Maes, « Potential of Homogeneous Pd Catalyst Separation by Ceramic Membranes. Application to Downstream and Continuous Flow Process. », *Org. Process Res. Dev.* **20** (2016) 911
- [2] A. Keraani, T. Renouard, C. Fischmeister, M. Rabiller-Baudry, « Recyclage de catalyseurs volumineux par nanofiltration : synergie entre un procédé de séparation « vert » et une ingénierie moléculaire. », *SFGP* **98** (2009)

Procédé continu et intensifié de cristallisation membranaire : Contrôle de la qualité d'un principe actif pharmaceutique

Carla KALAKECH^{1*}, Catherine CHARCOSSET¹, Mathias MONNOT², Elodie CHABANON¹

¹ Université Claude Bernard Lyon 1, LAGEP, Villeurbanne, France

² Aix Marseille Université, CNRS, Centrale Marseille, M2P2, EPM, Marseille, France

* carla.kalakech@univ-lyon1.fr

La cristallisation en solution est une technologie de séparation solide-liquide largement utilisée dans les industries pharmaceutique, chimique, alimentaire et électronique pour séparer, purifier et fabriquer des composés ou des produits. Elle repose sur l'obtention d'une phase solide à partir d'une phase liquide au moyen d'un changement d'état. L'apparition de la phase solide est possible dès lors que la concentration du soluté à cristalliser dépasse sa solubilité ; la solution est alors dite sursaturée.

La sursaturation est le moteur de la cristallisation et peut être obtenue par différents moyens tels que la modification du pH de la solution, l'ajout d'un antisolvant, l'évaporation du solvant et/ou le refroidissement de la solution [1]. Ainsi, le contrôle du transfert de matière et/ou de chaleur est un défi crucial pour toutes les technologies de cristallisation afin de produire des composés présentant des caractéristiques souhaitées (taille, distribution de taille, polymorphisme, faciès, surface spécifique, densité, pureté et stabilité) [2].

Le polymorphisme est une contrainte majeure pour les molécules actives dans l'industrie pharmaceutique. Ce phénomène intervient lorsque les composés à cristalliser adoptent une conformation structurale différente du réseau cristallin tout en étant identiques au niveau moléculaire. Ceci conduit à des composés avec des propriétés physico-chimiques différentes qui peuvent influencer non seulement leur biodisponibilité et leur stabilité mais aussi leur filtration, leur séchage et leur mise en forme finale.

A cet égard, ce projet cherche à développer un procédé continu robuste et facilement évolutif, permettant un contrôle fin de la sursaturation, tout en minimisant les risques industriels et l'empreinte environnementale, notamment en réduisant les quantités de solvant utilisées.

Pour atteindre cet objectif, cette étude propose de développer un procédé de cristallisation membranaire, continu, facilement extrapolable et entièrement modulable utilisant des modules membranaires. Les procédés membranaires permettent, en raison de leur surface d'échange importante, un contrôle local fin du transfert de matière et de chaleur, et par conséquent un contrôle de la sursaturation.

Deux procédés seront étudiés mettant en jeu des méthodes de sursaturation différentes : l'ajout contrôlé d'un antisolvant et l'évaporation sélective du solvant.

La 1^{ère} partie de ce projet se concentre sur la deuxième méthode, le bon solvant est extrait d'un mélange saturé soluté/solvant/antisolvant par évaporation sélective à travers une membrane dense par pervaporation. Cette technologie offre une flexibilité en termes de température, une forte sélectivité et une non-sensibilité au mouillage [5]. Les performances seront évaluées, en particulier en termes de colmatage, de gonflement de la membrane et de polarisation de concentration [4].

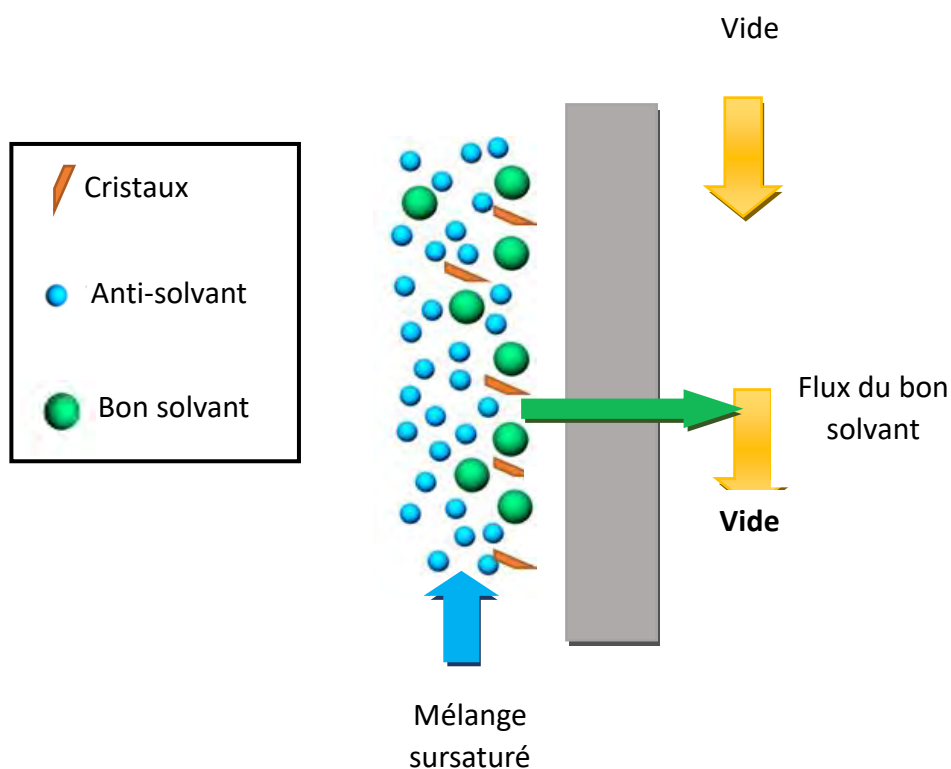


Fig. 1 – Principe de fonctionnement de la pervaporation

Remerciements

Ce projet MEMCRYST est financé par l'Agence National de la Recherche sous la référence ANR-21-CE04-0008

[1] M. Brito Martínez, N. Jullok, Z. Rodríguez Negrín, B. Van der Bruggen, et P. Luis, « Membrane crystallization for the recovery of a pharmaceutical compound from waste streams », *Chem. Eng. Res. Des.*, vol. 92, n° 2, p. 264-272, février 2014.

[2] M.-C. Sparenberg, S. Chergaoui, V. Sang Sefidi, et P. Luis, « Crystallization control via membrane distillation-crystallization: A review », *Desalination*, vol. 519, p. 115315, décembre 2021.

[3] D. M. Zarkadas et K. K. Sirkar, « Antisolvent crystallization in porous hollow fiber devices », *Chem. Eng. Sci.*, vol. 61, n° 15, p. 5030-5048, août 2006.

[4] S. Claes, P. Vandezande, S. Mullens, K. De Sitter, R. Peeters, et M. K. Van Bael, « Preparation and benchmarking of thin film supported PTMSP-silica pervaporation membranes », *J. Membr. Sci.*, vol. 389, p. 265-271, février 2012.

[5] E. Chabanon, D. Roizard, et E. Favre, « Membrane Contactors for Postcombustion Carbon Dioxide Capture: A Comparative Study of Wetting Resistance on Long Time Scales », ACS Publications, 3 juin 2011.

Membranes à surface fonctionnalisée pour la séparation des protéines sanguines

Charaf Merzougui, Pierre Roblin, Pierre Aimar, Patrice Bacchin, Christel Causserand

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

* merzougui@chimie.ups-tlse.fr

L'interaction des protéines avec les matériaux polymères est un phénomène clé pour comprendre et contrôler les réponses des fluides corporels et des tissus aux dispositifs médicaux. Ces interactions peuvent être soit non désirées, soit souhaitées pour améliorer une affinité spécifique. Pour cela, la bio-interface de la membrane est souvent personnalisée à l'échelle nanométrique en y greffant des groupements fonctionnels tels que le poly(acrylique acide) PAA.

Dans le but de concevoir un système membranaire permettant la concentration des facteurs de croissance contenus à l'intérieur des plaquettes et exprimés après leur activation, nous avons revêtu une membrane PVDF avec différents copolymères (PS-PAA, PS-PEG). Cependant, une étude préliminaire des interactions en solution entre ces polymères et les protéines les plus abondantes du plasma telles que l'Albumine Sérique Humaine (HSA) a révélé une affinité spécifique entre PAA et HSA. En effet, la diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS) a montré la formation de complexes HSA-PAA dans certaines conditions physico-chimiques spécifiques de pH et de force ionique (Fig. 1) [1]. Par conséquent, une maîtrise fine des interactions entre les parties greffées et les biomolécules comme l'HSA est une condition préalable pour obtenir le meilleur rendement de la modification de surface.

Ensuite, l'adsorption des protéines sanguines comme l'HSA sur les membranes modifiées, que ce soit en mode statique ou pendant la filtration, a été étudiée en utilisant l'ATR-FTIR. Ainsi, les résultats de la cartographie ont montré que l'adsorption statique de l'HSA sur les membranes revêtues de PS-PAA était effectivement corrélée au pH et à la force ionique (Fig. 1), comme c'était le cas pour la complexation HSA-PAA en solution. De plus, le dépôt de HSA s'est avéré être à nouveau lié aux mêmes paramètres après la filtration de la solution de HSA à travers la membrane revêtue de PS-PAA.

Ces résultats permettent non seulement de comprendre mais aussi d'imaginer de contrôler les interactions entre certains groupements fonctionnels (copolymères) utilisés pour la modification de la surface des membranes et certains composants sanguins majeurs en ajustant les conditions physico-chimiques comme le pH et la force ionique.

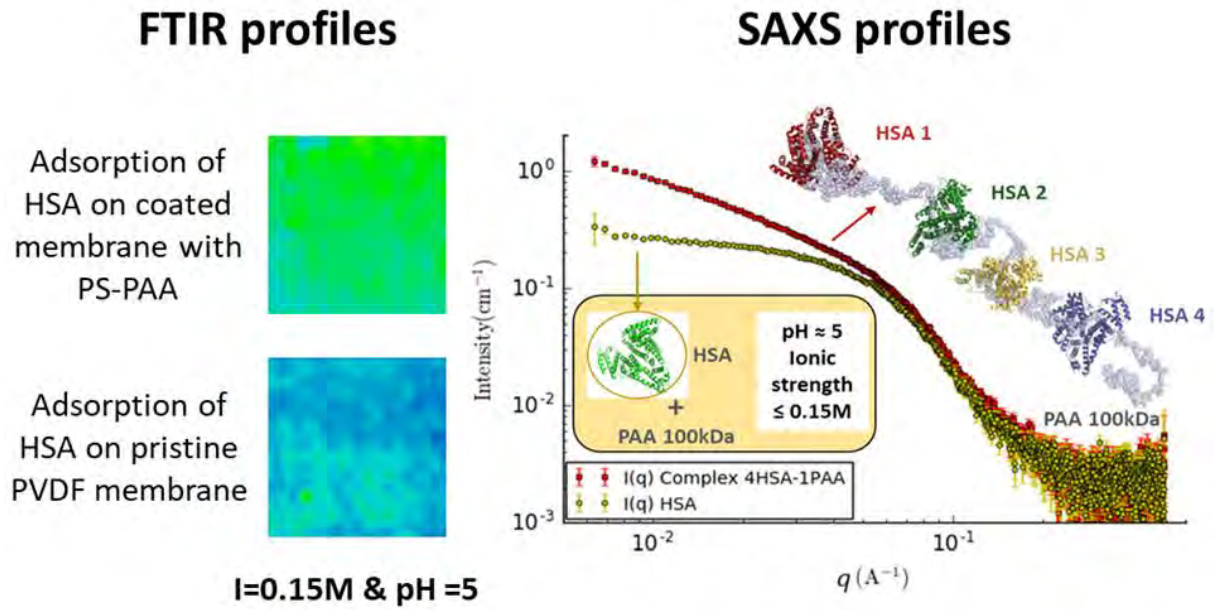


Fig. 1 - L'interaction HSA-PAA montrée par les expériences SAXS en solution et par la cartographie FTIR sur une membrane PVDF recouverte de PS-PAA.

- [1] C.Merzougui, P.Roblin, P.Aimar, A.Venault, Y.Chang, C.Causserand, P.Bacchin. Article. Pearl-Necklace Assembly of Human Serum Albumin with the Poly(Acrylic Acid) Polyelectrolyte Investigated Using Small Angle X-Ray Scattering (SAXS). *Soft Matter* 2020, 16, 9964–9974.

Caractérisation par microscopie électronique de membranes de filtration PAN et PES.

Hélène ROBERGE^{1,2*}, Philippe MOREAU¹, Estelle COUALLIER², Patricia ABELLAN¹

¹ Institut des Matériaux Jean Rouxel (IMN), Université de Nantes, CNRS, 2 rue de la Houssinière, 44322 Nantes cedex 3

² GEPEA, CNRS, Université de Nantes, 37 boulevard de l'Université - BP 406 - 44602 Saint Nazaire Cedex

* Helene.Roberge@cnrs-imn.fr

La filtration membranaire est très utilisée dans les domaines de traitement de l'eau et de l'industrie agroalimentaire et fait l'objet d'une attention plus récente pour la valorisation des microalgues. En effet, les microalgues peuvent produire des lipides, des protéines ou des polysaccharides qui peuvent être utilisés dans un grand nombre de domaines de la santé, tels que l'industrie pharmaceutique (antibiotiques), les cosmétiques (antioxydants) ou encore la production de compléments alimentaires (protéines riches en plusieurs acides aminés). Des membranes polymères sont utilisées pour l'ultrafiltration et la microfiltration de mélanges complexes issus de microalgues. L'obstruction des pores des membranes et l'accumulation des biomolécules sur la surface et dans le milieu poreux, appelé colmatage, constitue un défi opérationnel majeur. La prévention du colmatage nécessite une caractérisation détaillée de la structure des membranes de filtration.

Deux types de membranes organiques ont été testées au laboratoire GEPEA pour le fractionnement de biomolécules issues des microalgues : les membranes de filtration PAN (polyacrylonitrile, 30 nm, Orelis) et PES (polyethersulfone 0,1 µm, Koch) [1] [2]. Elles ont une structure poreuse complexe qui s'étend sur différentes échelles (du µm au nm). Elles sont constituées d'une couche active très fine (pores à la surface d'environ 30 nm pour la PAN et 100 nm pour la PES), d'une couche de macropore et d'un support fibreux. L'objectif du projet commun GEPEA-IMN est d'utiliser les techniques les plus récentes de microscopie électronique pour caractériser ces membranes organiques neuves puis colmatées, afin de mieux comprendre la structure des membranes et du colmatage.

La microscopie électronique est utilisée dans la caractérisation des membranes de filtration car elle permet de les observer et de les caractériser à différentes échelles. Le microscope électronique à balayage (MEB) permet de caractériser la surface des membranes, il donne des images de haute qualité (des images avec un champ de vision de plusieurs dizaines de micromètres et avec une taille de pixel de quelques nanomètres sont possibles) pour des temps d'acquisition courts et une préparation d'échantillon rapide. Classiquement, cette technique est utilisée pour caractériser les pores à la surface mais également à l'intérieur de la membrane en réalisant une section transversale (cassure de la membrane après congélation dans l'azote liquide) [3]. Le MEB couplé à un faisceau d'ions focalisés ou FIB (focused ion beam) permet une caractérisation 3D du milieu poreux. En effet, le faisceau d'ions érafle la surface de l'échantillon qui peut être imagé. On peut alors réaliser une pile d'images de la membrane (stack) et faire une reconstruction en 3D de celle-ci [4]. Si l'on souhaite aller aux détails nanométriques, la microscopie électronique en transmission (MET) et le STEM (Scanning transmission electron microscopy) peuvent atteindre de hautes résolutions nécessaires pour caractériser les pores de la couche active (où le contraste du STEM fournit également des informations chimiques sur l'échantillon). La préparation rigoureuse des échantillons de membranes est un processus clé pour atteindre ces résolutions en (S)TEM. Il est important de noter que ce sont des échantillons qui présentent peu de contraste et une grande sensibilité au faisceau d'électrons. Enfin il est maintenant possible de faire toutes ces techniques en faible dose pour réduire l'impact du faisceau sur les membranes.

Toutes ces techniques de microscopie et spectroscopie sont disponibles à l'IMN et seront explorées pour caractériser la morphologie et la chimie des membranes PAN et PES d'ultra et de microfiltration. Dans ce poster, des membranes neuves sont étudiées. La préparation des membranes pour la microscopie électronique, l'observation de coupes transversales en TEM et STEM seront présentées (la figure 1 montre une coupe transversale de membrane PAN enrésinée, coupée et imagée en STEM-HAADF (high-angle annular dark-field)). Les résultats les plus récents pour l'acquisition d'un volume 3D de la couche supérieure des membranes à l'aide du FIB seront décrits (la figure 2 montre une cross section de la membrane PAN réalisée avec le FIB). La caractérisation nanométrique des pores de la couche sélective des membranes de filtration PAN et PES seront discutées. [5]

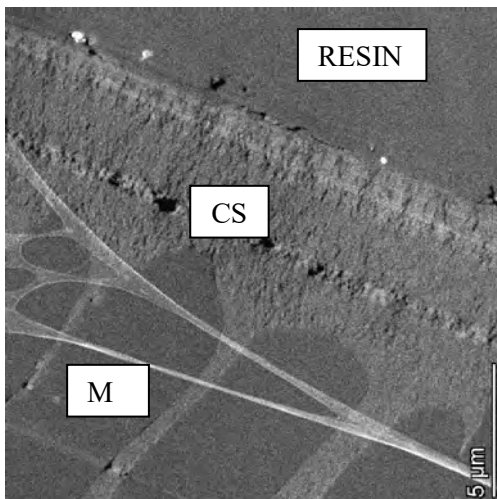


Figure 1: coupe de membrane PAN enrésinée en STEM-HAADF. On peut observer la couche supérieure (CS) ainsi que la couche de macropore (MP).

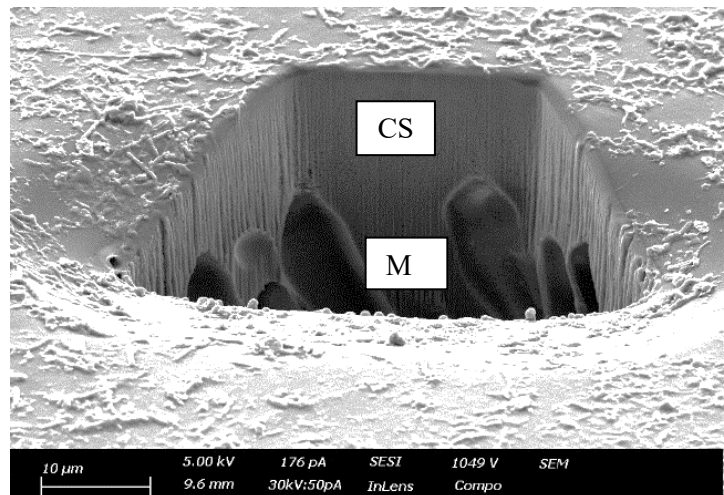


Figure 2 : Vue transversale de la membrane PAN après avoir réalisé une cross section avec le FIB. On peut observer la couche supérieure (CS) ainsi que la couche de macropore (MP).

[1] Clavijo Rivera, Erika, Liliana Villafaña-López, Shuli Liu, R. Vinoth Kumar, Michèle Viau, Patrick Bourseau, Cécile Monteux, Matthieu Frappart, et Estelle Couallier. « Cross-Flow Filtration for the Recovery of Lipids from Microalgae Aqueous Extracts: Membrane Selection and Performances ». *Process Biochemistry* 89 (1 février 2020): 199-207. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2019.10.016>.

[2] Villafaña-López, Liliana, Erika Clavijo Rivera, Shuli Liu, Estelle Couallier, et Matthieu Frappart. « Shear-Enhanced Membrane Filtration of Model and Real Microalgae Extracts for Lipids Recovery in Biorefinery Context ». *Bioresour. Technol.* 288 (1 septembre 2019): 121539. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.121539>.

[3] Rahimpour, A., et S. S. Madaeni. « Polyethersulfone (PES)/Cellulose Acetate Phthalate (CAP) Blend Ultrafiltration Membranes: Preparation, Morphology, Performance and Antifouling Properties ». *Journal of Membrane Science* 305, n° 1 (15 novembre 2007). <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2007.08.030>.

[4] Sundaramoorthi, Ganesh, Markus Hadwiger, Mohamed Ben-Romdhane, Ali R. Behzad, Poornima Madhavan, et Suzana P. Nunes. « 3D Membrane Imaging and Porosity Visualization ». *Industrial & Engineering Chemistry Research* 55, n° 12 (30 mars 2016). <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.6b00387>.

[5] Nous remercions le soutien financier piloté par NEXt à travers une aide de l'Etat gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du Programme d'investissements d'Avenir (portant la référence ANR-16-IDEX-0007), le projet bénéficie d'un soutien financier de la Région Pays de la Loire et de Nantes Métropole.

Valorisation des protéines végétales par procédés membranaires : rôle des interactions Protéines-Polyphénol-Matériau

J. Teychene^{1*}, S. Tela¹, M. Certiat^{1,2}, J. Jolibois², S. Laborie¹, C. Guigui¹

¹ TBI, INSA CNRS UMR 5504, INRA UMR 792, Université de Toulouse, 31077 Toulouse.

² LPCNO, Université Fédérale de Toulouse Midi-Pyrénées, UMR5215, INSA-CNRS-UPS, 135 avenue de Rangueil, 31077 Cedex 4 Toulouse, France

* joanne.teychene@insa-toulouse.fr

Une alternative aux méthodes classiquement utilisées est l'utilisation des procédés membranaires pour la récupération, le fractionnement et la concentration des composés d'intérêt contenus dans les jus verts. Une des originalités de ce travail est ainsi de s'intéresser à la valorisation des protéines et polyphénols issus de la biomasse verte en utilisant un procédé de séparation membranaire.

Le challenge scientifique associé à la filtration membranaire pour la purification des polyphénols et des fractions protéiques, extraits de la biomasse verte, réside dans la compréhension des mécanismes d'interactions entre les composés présents dans le milieu, au voisinage de l'interface polymérique poreuse. En effet, les interactions en solution et avec la surface membranaire sont susceptibles d'impacter la productivité de la membrane et la sélectivité de la membrane vis-à-vis des protéines et polyphénols. Il convient donc d'orienter le choix de la membrane et des conditions de travail (pH, salinité). Pour atteindre cet objectif, les interactions doivent être identifiées, quantifiées et contrôlées lors de la filtration. Dans ce contexte, cette étude propose une démarche originale résidant dans la complémentarité et la pluridisciplinarité des approches, combinant des outils expérimentaux et théoriques de modélisation, afin d'obtenir une caractérisation des interactions.

A l'heure actuelle, les approches de modélisation les plus couramment utilisées en filtration membranaire reposent sur l'utilisation de paramètres empiriques ou semi-empiriques, obtenus par des mesures expérimentales. Toutefois, dans de nombreux cas, cette approche s'est révélée incapable de fournir une description qualitative correcte du comportement des protéines et polyphénols en solution, en interaction avec le matériau membranaire. Dans le cas particulier de l'ultrafiltration de protéines, différentes études ont montré que les interactions intermoléculaires non covalentes régissent l'adsorption et le tassement des macromolécules sur la surface de la membrane [1,2]. La distribution des charges électrostatiques sur la surface des protéines représente alors l'une des caractéristiques les plus importantes, qui doit être évaluée avec soin. Ainsi, afin de décrire correctement la filtration membranaire, tout modèle nécessite, comme point de départ, un calcul précis, sans utiliser de paramètre réglable, de la distribution des charges électrostatiques à la surface des molécules. Dans le cas de la filtration de milieux complexes issus d'agro-ressources, la formulation d'une stratégie de modélisation multi-échelle efficace, qui part de la connaissance de la structure moléculaire des molécules et aboutirait à la prédiction du comportement à l'échelle de l'opération unitaire de séparation, est cruciale, pour parvenir à une connaissance plus approfondie des phénomènes impliqués dans la séparation membranaire. Ainsi, afin de décrire tous les aspects impliqués dans le procédé de séparation membranaire, des méthodologies de modélisation plus efficaces et innovantes, basées sur une description physique plus fine et plus précise des phénomènes et des interactions, doivent être développées.

Le travail proposé dans le cadre de ce projet consistera ainsi à développer des outils de simulation adaptés permettant d'étudier les interactions entre les solutés et le polymère constitutif de la membrane. La confrontation des résultats de modélisation avec des résultats

issus de méthodes de caractérisation locale des interactions composés/membrane permettra de valider l'approche théorique développée.

Compte tenu de la dimension des systèmes macromoléculaires à étudier et de la complexité des milieux, des systèmes de complexités croissantes seront abordés. Dans un premier temps, une membrane en polyéthersulfone sera modélisée et décrite par des champs de forces classiques comme Amber, Charmm,...(Figure 1-a). Dans un second temps, l'étude se fera sur des des systèmes polyphénols /membrane /sels, en augmentant leur quantité au sein du système. La protéine, dans le cas des systèmes protéine /membrane /sels, sera représentée par des fragments judicieusement sélectionnés au cours d'une étude préalable de sa structure 3D. Enfin les interactions seront analysées dans des systèmes « complets » contenant à la fois une protéine, des polyphénols et la membrane au sein d'une solution électrolytique.

Les structures théoriques et les données énergétiques issues des dynamiques moléculaires seront confrontées à des données expérimentales de type AFM, isotherme d'adsorption, techniques spectroscopiques (Figure 1-b) ..., ce qui permettra de valider la robustesse des approches et stratégies théoriques utilisées. Finalement, les résultats des différentes approches théoriques et expérimentales locales seront associés aux données de transfert obtenus en filtration membranaire afin d'établir, dans la mesure du possible, des relations entre les paramètres caractéristiques des solutés, des membranes polymériques d'ultrafiltration, et ceux représentatifs de l'efficacité de la séparation membranaire (sélectivité et flux transmembranaires). Les résultats obtenus devraient permettre d'orienter la mise en œuvre de la filtration membranaire sur un milieu réel issu du passage de la biomasse, et de développer des procédés innovants et respectueux de l'environnement.

Figures :

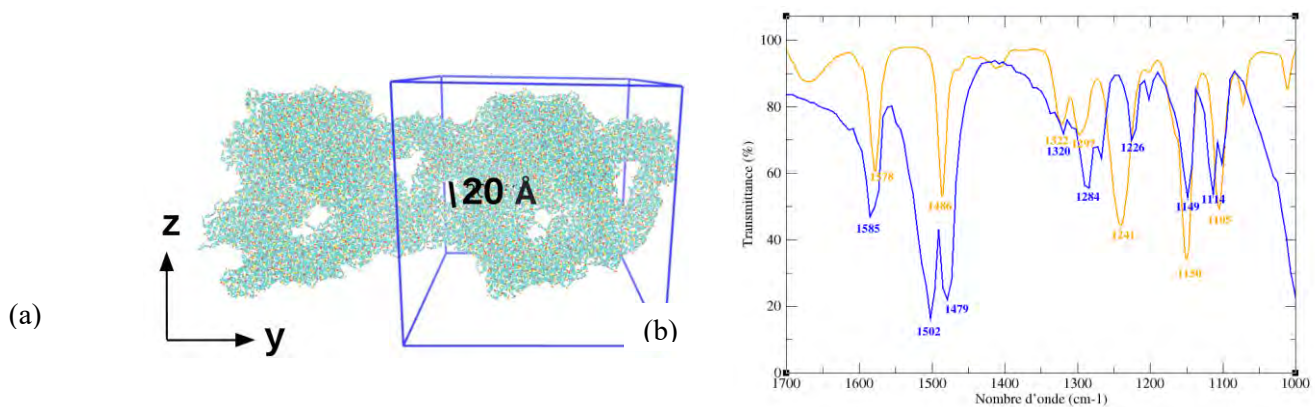


Fig. 1 – (a) Modélisation de la membrane en polyéthersulfone (PES) (b) Spectre FTIR de la membrane en PES (théorique en bleu, expérimental en orange)

[1] M. Lund, B. Jonsson, A mesoscopic model for protein–protein interactions in solution, *Biophys. J.* 85 (2003) 2940–2947.

[2] M. Elimelech, J. Gregory, X. Jia, R.A Williams, *Particle Deposition and Aggregation, Measurement, Modeling and Simulation*, Butterworth Heine-mann, Woburn USA, 2013.

Interactions polyphénols – polyéthersulfone, impact des ions sur l'adsorption sur des membranes polymères d'ultrafiltration

Marie CERTIAT^{1,2*}, Johanne TEYCHENE², Christelle GUIGUI², Stéphanie LABORIE², Franck JOLIBOIS¹

¹LPCNO, Université Fédérale de Toulouse Midi-Pyrénées, UMR5215, INSA-CNRS-UPS, 135 avenue de Rangueil, 31077 Cedex 4 Toulouse, France

²TBI, INSA CNRS UMR 5504, INRA UMR 792, Université de Toulouse, 31077 Toulouse.

* certiat@insa-toulouse.fr

Abondamment retrouvés dans les plantes, les polyphénols ont dernièrement reçu une attention grandissante. En effet, leurs propriétés antioxydantes et anti inflammatoires trouvent de nombreuses applications thérapeutiques, notamment dans le traitement et la prévention du cancer ou des maladies cardiovasculaires [1,2]. Les procédés membranaires d'ultrafiltration sont récemment apparus comme une alternative écologique et économique pour l'extraction des polyphénols contenus dans les jus verts issus du pressage de la biomasse. Toutefois, l'une des principales limitations à l'utilisation de ce procédé pour la récupération des polyphénols est le colmatage des membranes, qui entraîne une importante baisse de performance [3,4]. Diverses études ont montré qu'une augmentation de la concentration ionique en solution provoque un phénomène de colmatage plus sévère lors de la filtration de la matière organique. D'autre part, la présence de cations Ca^{2+} est également responsable d'un phénomène de colmatage plus important qu'en présence de Na^+ ou Mg^{2+} . Le mécanisme par lequel les cations favorisent le colmatage reste cependant encore mal compris [5,6]. La détermination et la compréhension des interactions présentes au voisinage de la membrane est donc primordiale à l'amélioration des conditions opératoires.

Pour avancer dans cet objectif à long terme, un système modèle contenant une membrane polymérique poreuse en polyéthersulfone (PES) et des polyphénols représentés par des molécules d'acide tannique (TA) ont été étudiés par des simulations de dynamique moléculaire (MD) à l'échelle atomique. Dans un premier temps, la mise en parallèle des spectres vibrationnels issus des MD et des spectres FTIR expérimentaux a permis de valider la modélisation de la membrane et des molécules de TA. Par la suite, des systèmes complets ont été modélisés, comprenant la membrane en PES et des molécules de TA, en présence de différents solvants (eau ; eau/NaCl ; eau/ CaCl_2).

L'analyse des fonctions de distribution radiale entre différents groupements caractéristiques du système met en évidence que des interactions de type liaisons hydrogènes sont à l'origine de l'adsorption des TA sur la membrane en PES, responsable du colmatage. Cette adsorption est également régit par des interactions hydrophobes de type π -stacking (Fig. 1). Ces mêmes types d'interactions sont à l'origine d'un phénomène d'agrégation des molécules de TA au sein des solvants, à l'origine de la baisse de sélectivité des membranes, en accord avec de récentes études effectuées à TBI qui démontrent la formation d'agrégats de TA de l'ordre de 200 nm. Les cations présents en solution sont associés à une augmentation de l'adsorption des TA sur la membrane, accompagnée d'une baisse de l'agrégation. L'analyse des fonctions de distributions radiales entre les ions et la membrane ou les TA, le temps de résidence des cations et l'évolution du nombre de ponts qu'un cation forme entre deux TA ont permis d'expliquer les différences d'adsorption et d'agrégation observées en présence de sels. En effet, les mêmes groupements sont impliqués dans les interactions TA/cation et TA/TA, qui entrent donc en compétition.

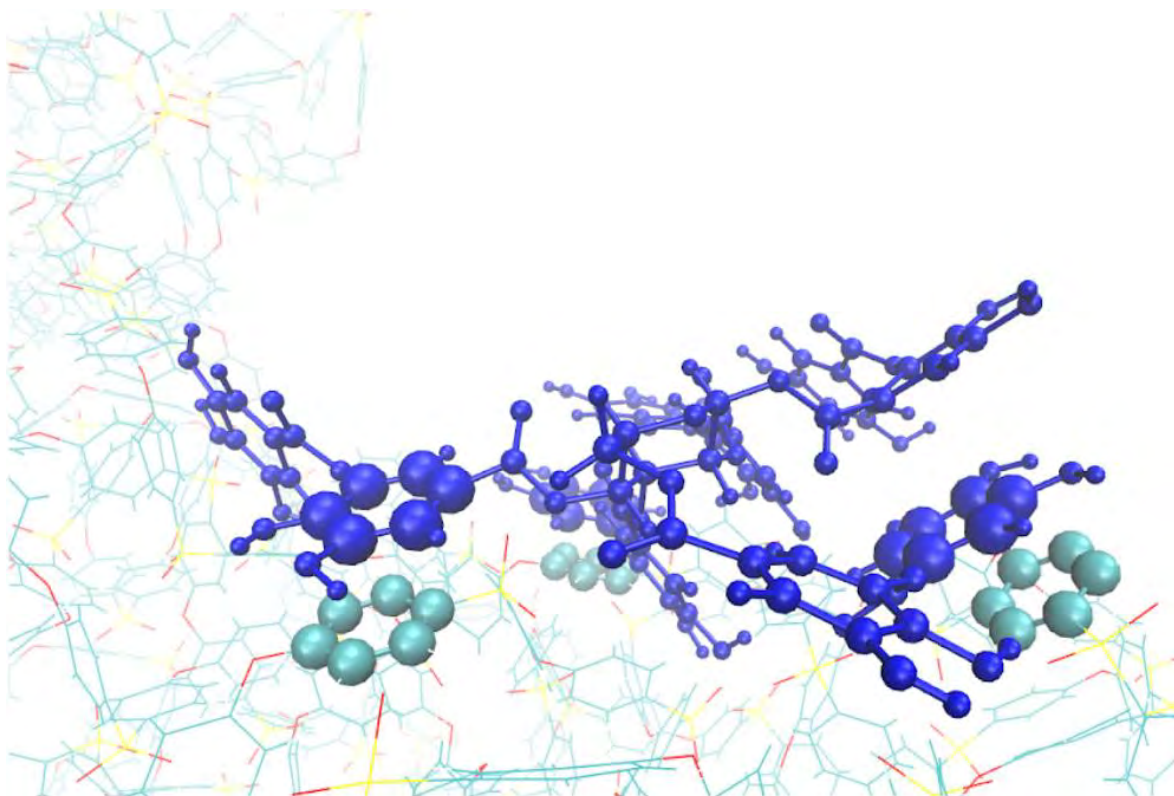


Fig. 1 – Acide tannique (bleu) adsorbé à la surface d'une membrane en PES (carbone et hydrogène : cyan / oxygène : rouge / soufre : jaune). Atomes impliqués dans une interaction de π -stacking mis en évidence par de larges sphères.

[1] F. F de Araújo, D. de Paulo Farias, I. A. Neri-Numa, G. M. Pastore, « Polyphenols and their applications : An approach in food chemistry and innovation potential.», *Food Chemistry* **338** (2021) 127535.

[2] I. Ignat, I. Volf, V. I. Popa, «A critical review of methods for characterisation of polyphenolic compounds in fruits and vegetables.», *Food Chemistry* **126(4)** (2011) 1821,

[3] C. M. Galanakis, E. Markouli, V. Gekas, «Recovery and fractionation of different phenolic classes from winery sludge using ultrafiltration.», *Separation and Purification Technology* **107** (2013) 245.

[4] S. Yammine, R. Rabagliato, X. Vitrac, M. Mietton Peuchot, R. Ghidossi, «Selecting ultrafiltration membranes for fractionation of high added value compounds from grape pomace extracts.», *OENO One* **53(3)** (2019).

[5] W. Y. Ahn, A. G. Kalinichev, M. M. Clark, «Effects of background cations on the fouling of polyethersulfone membranes by natural organic matter : Experimental and molecular modeling study.», *Journal of Membrane Science* **309(1-2)** (2008) 128,

[6] S. Hong, M. Elimelech, «Chemical and physical aspects of natural organic matter (NOM) fouling of nanofiltration membranes.», *Journal of Membrane Science* **132(2)** (1997) 159

Production semi-industrielle par électrodialyse avec membranes d'ultrafiltration d'une fraction peptidique démontrant des activités inhibitrices de la DPP-IV et de l'ACE à partir d'un hydrolysate de concentré de protéines du lactosérum

Mélanie FAUCHER^{1,2}, Thibaud R. GEOFFROY^{1,2}, Jacinthe THIBODEAU^{1,2}, Sami GAALOUL³, Laurent BAZINET^{1,2*}

¹ Institut de la Nutrition et des Aliments Fonctionnels (INAF) et Département des sciences des aliments, Pavillon Paul-Comtois, Université Laval. Québec, Qc, Canada, G1V 0A6

² Laboratoire de Transformation Alimentaire et Procédés Électro-membranaires (LTAPEM), Pavillon Paul-Comtois, Université Laval, Québec, Qc, Canada, G1V 0A6

³ Lactalis Canada, Victoriaville, Qc, Canada, G6P 9V7

* laurent.bazinet@fsaa.ulaval.ca

Les peptides bioactifs sont produits par hydrolyse de protéines et présentent des bioactivités qui les rendent intéressants pour la prévention de certaines maladies. Il peut néanmoins être avantageux de séparer un hydrolysate contenant différents peptides afin de produire une ou plusieurs fractions enrichies en peptides d'intérêt. Pour ce faire, l'électrodialyse avec membranes d'ultrafiltration (ÉDUF) semble particulièrement prometteuse [1-2]. En effet, ce procédé permet de réaliser des séparations non seulement en fonction de la charge des espèces, mais aussi en fonction de leur taille. Récemment, la faisabilité de ce procédé pour la séparation de peptides à l'échelle semi-industrielle a été démontrée, alors qu'un hydrolysate préparé avec un isolat de protéines de lactosérum et une enzyme pure a été fractionné pour produire une fraction ayant des bioactivités améliorées [3]. Ces résultats sont très prometteurs, mais il reste néanmoins important de continuer le développement de cette technologie à grande échelle, notamment avec des produits dont la complexité peut être variable, communément retrouvés en industrie ou encore plus adaptés à la production industrielle d'une fraction peptidique. Ainsi, dans le cadre de ce travail, un nouvel hydrolysate, produit à partir d'un concentré de protéines du lactosérum (CPL35) a été séparé par ÉDUF à l'échelle semi-industrielle. Les objectifs de ce travail sont donc : 1) d'étudier les impacts du procédé sur les paramètres électrodialytiques, 2) d'évaluer la migration des peptides bioactifs majoritaires et la sélectivité du procédé et 3) d'évaluer l'impact du procédé sur la bioactivité des fractions produites (activité antioxydante, activité inhibitrice de la dipeptidyl peptidase-IV (DPP-IV), activité inhibitrice de l'enzyme de conversion de l'angiotensine (ACE)). Pour ce faire, un hydrolysate de protéines du lactosérum a été préparé avec un concentré de protéines du lactosérum (CPL35) (solution à 3,5 % de protéines) et un mélange enzymatique commercial (trypsine et chymotrypsine). Cet hydrolysate a été séparé par ÉDUF, en utilisant une cellule EUR-6 (surface effective de 560 cm²), soit le plus petit pilote industriel disponible chez Eurodia. La configuration choisie favorisait la récupération des peptides chargés positivement (**Fig. 1**). À la fin des traitements, réalisés sur une durée de 6 heures et sous une intensité de courant constante de 1,2 A, il a été possible de récupérer l'hydrolysate final et une fraction de récupération peptidique. À la suite du traitement par ÉDUF, il a été possible de récupérer 9,19±1,19 g de peptides dans la fraction de récupération, ce qui correspond à un rendement peptidique de 5,46±0,56 %. Par ailleurs, le taux de migration peptidique est passé de 3,64±0,31 à 1,53±0,20 g/h. À partir d'environ 3,5 heures de traitement, les paramètres de migration ont atteint un plateau, dû à une diminution de la disponibilité des peptides pour la migration. En outre, la fraction de récupération peptidique produite était constituée de 18 composés majoritaires. Parmi les peptides récupérés, des peptides chargés positivement étaient présents (IVTQTMK, ALPMHIR+PMHIR, LIVTQTMK et TKIPAVF) et leur abondance relative dans la fraction de récupération a augmenté entre 1,23 X jusqu'à 7,55 X par rapport à celle de l'hydrolysate initial. Étonnamment, plusieurs peptides neutres ont été retrouvés dans la fraction de récupération, notamment les peptides VAGTWY, YLLF, IPAVF, dont l'abondance

relative a aussi augmenté. La présence de ces nombreux peptides neutres pourrait être due à la formation d'agrégats peptidiques chargés positivement pouvant migrer durant le traitement d'ÉDUF. En effet, l'hydrolysats produit a une force ionique élevée, ce qui favorise la formation d'interactions hydrophobes et électrostatiques entre les peptides neutres et les peptides chargés positivement. Néanmoins, la fraction de récupération a présenté des bioactivités intéressantes pour l'inhibition des enzymes DPP-IV et ACE (les valeurs IC_{50} sont réduites d'environ 2 X et 4 X respectivement par rapport à l'hydrolysats initial). Ces activités seraient dues à la présence de peptides qui ont des activités inhibitrices pour ces enzymes ou encore qui possèdent des caractéristiques structurales pouvant être reliées à leur inhibition. Il est à noter qu'il n'y a pas eu d'augmentation de l'activité antioxydante pour la fraction de récupération peptidique. La fraction de récupération cationique a montré également un impact positif sur la production d'insuline par les souris. Les résultats sur des rats hypertendus et le microbiote de souris sont actuellement en traitement. Ainsi, l'utilisation de ce nouvel hydrolysats offre une avenue intéressante pour la production à l'échelle semi-industrielle d'une fraction peptidique à haute valeur ajoutée. En outre, ce qui a été réalisé dans le cadre de ce travail se rapproche de ce qui pourrait être fait en industrie pour la production d'une fraction à partir de protéines du lactosérum (hydrolysats obtenu à partir d'un produit commun de l'industrie laitière avec une enzyme commerciale et séparé par un pilote industriel).

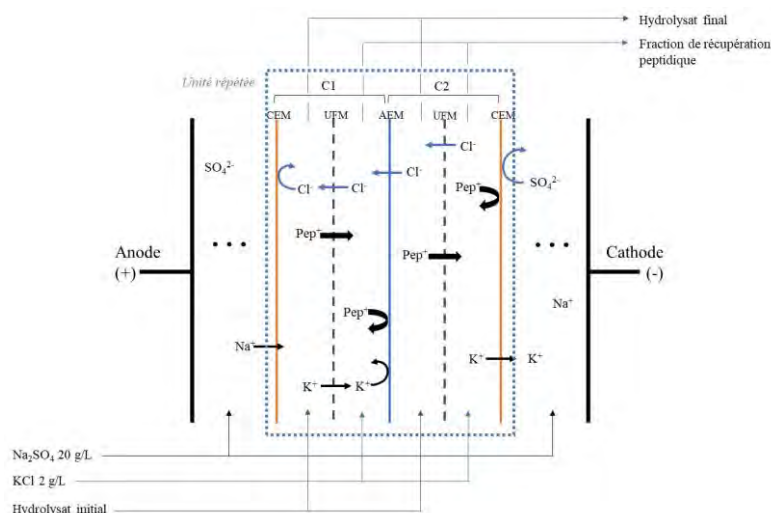


Fig. 1 – Configuration d'électrodialyse avec membrane d'ultrafiltration utilisée.

[1] L. Bazinet, T.R. Geoffroy, « Electrodialytic Processes : Market Overview , Membrane Phenomena , Recent Developments and Sustainable Strategies » *Membranes* **10** (2020).

[2] O. Dlask, N. Vaclavikova, « Electrodialysis with Ultrafiltration Membranes for Peptide Separation » *Chemical Papers* **72** (2018).

[3] T.R. Geoffroy, M.E. Bernier, J. Thibodeau, N. Francezon, L. Beaulieu, S. Mikhaylin, M.E. Langevin, F. Lutin, L. Bazinet, « Semi-Industrial Scale-up of EDUF Technology for the Electro-separation of Bioactive Cationic Peptides : Impact of Process Parameters and Cell », *Journal of Membrane Science* **641** (2022).

Extraction liquide-liquide en contacteur membranaire pour l'intensification de la bioproduction du 2-phényléthanol par *Kluyveromyces marxianus*

Ana Karen Sanchez-Castaneda, Sarrah Ghorbal, Violaine Athès, Catherine Béal, Claire Saulou-Bérion & Marwen Moussa*

Université Paris-Saclay, AgroParisTech, INRAE, UMR SayFood F-78850, Thiverval-Grignon, France

* marwen.moussa@agroparistech.fr

La production par voie biotechnologique de molécules biosourcées suscite une attention croissante dans un contexte de développement de la bio-économie. Le 2-phényléthanol (2-PE, CAS 60-12-8) est un composé d'arôme dont la production par voie biotechnologique constitue un intérêt majeur pour l'industrie de l'aromatique alimentaire et de la parfumerie, intégrant ainsi la classification des arômes naturels (European regulation EEC 1334/2008). La production mondiale de 2-PE a été évaluée à 10 000 tonnes/an en 2010 [1], avec une croissance prédite autour de 4-5% sur la période 2020-2026 [2]. Ce marché est essentiellement couvert par les procédés de synthèse chimique à partir de benzène et d'oxyde d'éthylène ou d'extraction à partir de plantes. La production par voie biotechnologique présente un réel intérêt économique par rapport aux voies conventionnelles. En effet, ce bioprocédé permet l'obtention sélective du 2-PE, alors que son extraction directe à partir de matières premières naturelles (huiles essentielles de rose, de géranium et de néroli) conduit à un ensemble de molécules d'arômes (bouquet).

Dans cette étude, nous nous intéressons à l'intensification de la production par voie microbienne du 2-PE, en intégrant l'extraction liquide-liquide en contacteur membranaire (Fig. 1). En effet, la bioproduction se heurte à un verrou récurrent lié à l'accumulation de substances inhibitrices (intermédiaires métaboliques, molécule finale 2-PE) qui diminuent les performances du bioprocédé. Une des stratégies pour pallier cette inhibition propose l'utilisation de techniques de récupération de molécules en ligne (ou de fermentation extractive), qui impliquent l'intégration des procédés de fermentation et de séparation. Cependant, la conception des étapes de séparation dépend de la complexité du milieu aqueux et doit prendre en compte les spécificités des phénomènes biologiques qui s'opèrent. La sélectivité et la biocompatibilité des processus de séparation sont des paramètres-clés qui déterminent les performances du procédé intégré.

La technologie des contacteurs membranaires permet de récupérer la molécule d'intérêt sans mélanger les phases aqueuse (de bioproduction) et organique (d'extraction) (Fig. 1), avec l'objectif de limiter la toxicité du solvant d'extraction vis-à-vis des cellules. En amont de la mise en œuvre du procédé couplé, nous avons tout d'abord étudié plusieurs solvants organiques afin de les classer au regard de leurs performances d'extraction (coefficient de partage et cinétique d'extraction) et de leur biocompatibilité vis-à-vis des micro-organismes (état cellulaire étudié par cytométrie en flux). Ensuite, nous avons mis en œuvre la fermentation extractive en bioréacteur afin de produire le 2-PE à partir de phénylalanine avec la levure *Kluyveromyces marxianus* CBS 600.

Deux solvants d'extraction ont été sélectionnés sur la base de leurs performances en extraction et de leur caractère biocompatible (intégrité des membranes cellulaires et activité enzymatique intracellulaire préservées après contact avec ces solvants). La mise en œuvre

de ces solvants en fermentation extractive, à l'aide du contacteur membranaire, a permis d'augmenter le titre en 2-PE dans le bioréacteur (+53%) par rapport à la conduite classique de la fermentation. L'étude de l'impact du cisaillement sur l'état des cellules lors de leur passage dans le circuit du contacteur a permis de mieux comprendre les mécanismes du stress physiologique subi.

Le couplage de l'extraction en ligne à l'aide de contacteur membranaire est une stratégie prometteuse pour l'intensification de la bioproduction du 2-phenyléthanol par *Kluyveromyces marxianus*. Des leviers d'action clés ont été identifiés pour optimiser la conduite de la fermentation extractive.

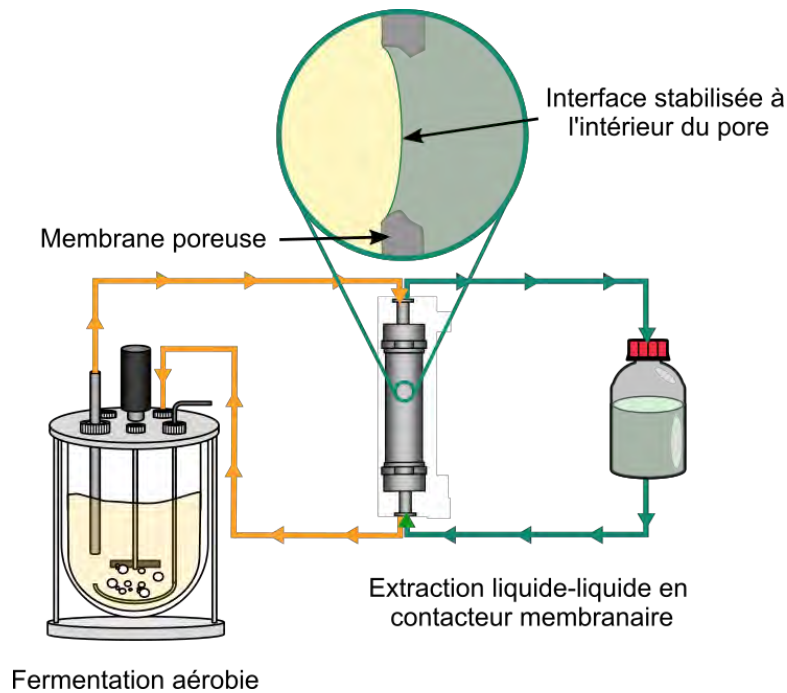


Fig. 1 – Procédé couplé de fermentation extractive

[1] Hua, Dongliang, Ping Xu. (2011). Recent Advances in Biotechnological Production of 2-Phenylethanol. *Biotechnology Advances*. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2011.05.001>

[2] Gen Consulting Company, (2020). Global 2-Phenylethanol (CAS 60-12-8) Market, 2020-2026. <https://www.marketresearch.com/Gen-Consulting-Company-v4078/Global-Phenylethanol-CAS-13232720/>

Mise au point d'un système intégré pour la culture de la diatomée *Haslea ostrearia* et l'extraction en continue de la marennine extracellulaire

Nesrine GARGOUCHE^a, Raphaëlle TOUCHARD^b, Hélène MAREC^a, Jean Luc MOUGET^c,
Jérémy PRUVOST^a, Anthony MASSE^{a*}

^a Université de Nantes, Oniris, CNRS, GEPEA, UMR 6144, F-44600 Saint-Nazaire, France

^b CAPACITÉS SAS, 26 Bd Vincent Gâche, 44200 Nantes, France

^c Mer-Molécules-Santé, MMS, FR CNRS 3473, IUML, Le Mans Université, 72000 Le Mans, France

* anthony.masse@univ-nantes.fr

Haslea ostrearia est une microalgue eucaryote diatomée de la classe des Bacillariophyceae. Elle produit et excrète un pigment bleu-vert « la marennine » responsable du phénomène de verdissement des huîtres. Il possède également des propriétés antibactériennes, antivirales et antitumorales [1]. Cette microalgue pousse naturellement dans l'eau de mer mais sa culture contrôlée, continue et intensifiée reste un défi. Dans ce contexte, des membranes de filtration ont été utilisées afin de pré-purifier la marennine extracellulaire (EMn) sans ajout de produits chimiques et dans des conditions opératoires douces. Les membranes ont été directement immergées dans la culture afin de cultiver simultanément et en continu *Haslea ostrearia* et extraire la marennine extracellulaire. La culture a été réalisée dans un photobioréacteur de technologie Ait-Lift (1L) (Fig 1). Le milieu de culture utilisé a été Provasoli ES 1/3 et les conditions de cultures ont été les suivantes : température de 22 °C, pH égal à 7,8 et intensité lumineuse fixée à 200 $\mu\text{mol photons m}^{-2} \text{s}^{-1}$ avec une photopériode de 14/10 (jour/nuit). Des membranes en PVDF (PolyVinylidène Fluorure) ont été choisies avec un diamètre moyen des pores égal à 0,05 μm et ayant une surface de filtration égale à 0,0373 m^2 . La filtration a été effectuée de l'extérieur vers l'intérieur de la fibre creuse. Le milieu de culture, contenant l'EMn, a été renouvelé à trois taux de dilution différents 0,1 j^{-1} , 0,3 j^{-1} et 0,5 j^{-1} et un volume équivalent de milieu nutritif a été ajouté. Le photobioréacteur à membrane immergée (MPBR) a été comparé à un photobioréacteur conventionnel (PBR) fonctionnant dans les mêmes conditions.

Les cellules microalgales ont été entièrement retenues par la membrane tandis que le milieu contenant l'EMn a été extrait en continu. Par rapport au PBR classique, le MPBR a permis d'éviter le lessivage cellulaire en maintenant des concentrations cellulaires élevées dans le bioréacteur ($555,1 \pm 25 \times 10^6 \text{ cellules L}^{-1}$ pour $D = 0,1 \text{ j}^{-1}$ et $399 \pm 11 \times 10^6 \text{ cellules L}^{-1}$ pour $D = 0,5 \text{ j}^{-1}$). Des concentrations et productivités en marennine extracellulaire encore jamais vues jusqu'à maintenant, ont été atteintes grâce au MPBR ($[\text{EMn}]_{\text{max}} = 36,00 \pm 0,02 \text{ mg L}^{-1}$ à $D = 0,1 \text{ j}^{-1}$, $P_v(\text{EMn}) = 7,2 \pm 0,01 \text{ mg L}^{-1} \text{ j}^{-1}$ à $D = 0,5 \text{ j}^{-1}$). Le système de culture sous agitation conventionnelle avec membrane immergée s'est avéré un procédé très prometteur.

Remerciement SATT Ouest Valorisation

Ce travail a été soutenu par le projet VALDEMAR de la société d'accélération du transfert de technologie SATT ouest-valorisation.

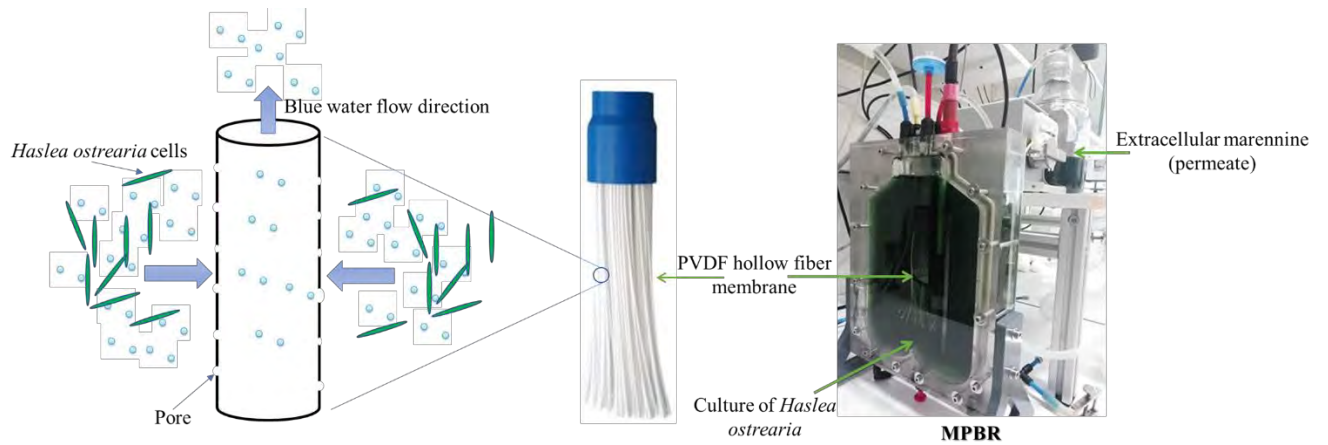


Fig. 1 - Airlift de 1 L avec membrane de filtration immergée pour la culture d'*Haslea ostrearia*

Référence:

- [1] R. Gastineau, J.-B. Pouvreau, C. Hellio, M. Moranc, P. Gaudin, N. Bourgougnon, J.-L. Mouget «Biological activities of purified marennine, the blue pigment responsible for the greening of oysters» Journal of Agricultural and Food Chemistry 60 (2012).

Non-destructive characterization of UF virus cartridges to estimate the molecular weight cut-off (MWCO) by using Liquid-Liquid Displacement Porosimetry

R. Peinador-Dàvila

Institut de la Filtration et des Techniques Séparatives (IFTS), Rue Marcel Pagnol, 47510 Foulayronnes, France

rene.peinador@ifts-sls.com

Characterization of membrane materials is a necessary knowledge to decide the appropriate application in which such membranes will be successfully applied. This characterization comprises determination of a number of parameters, among which can be included pore size, Molecular Weight Cut-Off (MWCO), fractional efficiency, porosity, thickness, permeability, hydrophobicity/hydrophilicity, adsorption, crystallization, tensile and mechanical properties, etc.

Mostly in UF applications, the key parameter to determine the applicability of a membrane is its selectivity towards one or several molecules, which based on their size, are retained or filtered. In that regard, it is very useful to label the membranes (and so usually does the UF market) in terms of molecular weight of the biggest molecules to be mostly retained. This corresponds to a well-defined and very frequently used parameter: Molecular Weight Cut-Off (MWCO) corresponding to the molecular weight of the molecules that are at least 90% retained by the membrane this definition, apart from being not so clear and precise, it is not particularly helpful either in order to be translated to a univocal and non-erroneous value.

Actually the results of retention tests cannot be really considered as a characteristic parameter of the membrane because they depend not only on the details of the operation factors during the test but also on the shape, flexibility and molecular weight distribution of the macromolecules used for retention tests. Also the interaction of the macromolecule with the membrane can play a crucial role through concentration polarization and fouling phenomena.

In this study parvovirus retentive membranes made from several polymers have been characterized by different techniques including dextran and phage retention. Results have been correlated with the pore size distributions of such membranes as obtained by liquid-liquid displacement porosimetry (LLDP) [2].

Concerning with that several degrees of virus removal have been reported for UF and even MF membranes or membrane absorbers. Viruses could be expected to be completely retained by tight UF membranes (with molecular weight cut-offs of 10–100 kDa), according to the molecular weight of the viruses. Nevertheless, it has been reported, that small viruses have penetrated membranes theoretically included in the NF.

The manufacturers of virus retentive membranes classify the virus clearance filters into two broad categories based on the removal needs of the biotechnological industry – filters that are capable of removing 50 nm or larger viruses (retroviruses) and filters that can remove both small (~20 nm parvoviruses) and large viruses.

In this sense virus retentive membranes typically exhibit a pore size gradient, where the pore size increases from the skin layer progressing towards a large pore microfiltration layer. The skin provides the selectivity needed to exclude viruses, while the thicker support layer provides mechanical support for the membrane. Obviously, the advantage of a thin retentive membrane skin consists in a large overall flux.

In this work, authors will try to examine different empirical correlations that can help to convert structural data, especially those coming derived from IFTS LLD Porometer which has been developed and adapted to characterize several commercial UF filters marketed for water filtration and virus retention where main advantage of the method is that no cartridge destruction is needed to analyze the Pore size distribution getting structural parameters. Equations [4] will be also used to estimate the cut-off values for this kind of samples.

Finally these estimations will be compared with nominal values as given by manufacturers. Then, we will be able to propose a method to accurately assess the membrane retention performance from simple, fast, non-destructive and cheap LLDP experiments.

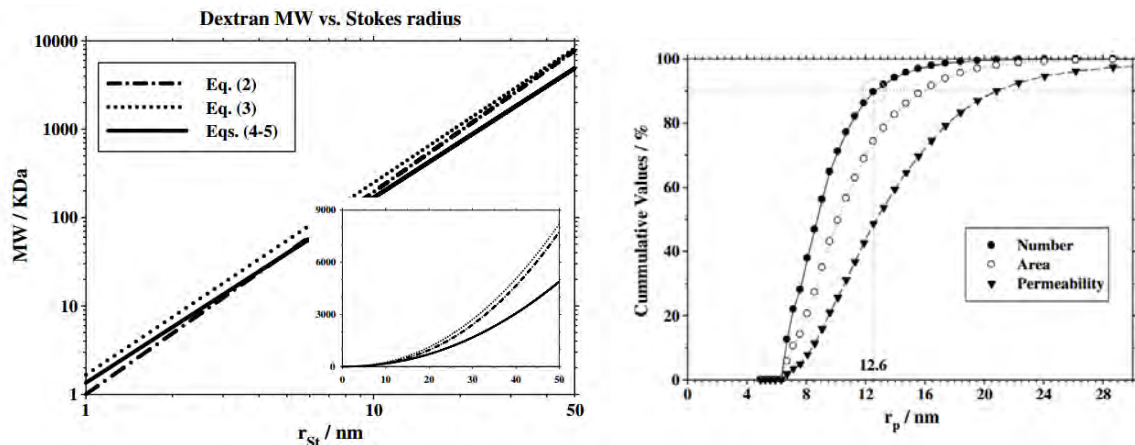


Fig. 1. Right- Comparison of MW of dextran molecules versus Stokes radius of the molecule using several theoretical equations and Left Accumulative distributions of permeability, pore number and pore area, showing the calculation of the Stokes radius used for cut 90% retention cut-off estimations.



Fig. 2. Adaptation and adjustments of water purification lab cartridges into IFTS LLDP porometer

[1] M. B. Tanis-Kanbur, R. I. Peinador, X. Hu, J. I. Calvo, and J. W. Chew, *Journal of Membrane Science*, vol. 586, pp. 248-258, 2019/09/15/ 2019.

[2] René Israel Peinador, José Ignacio Calvo, Khuong ToVinh, Volkmar Thom, Pedro Prádanos, Antonio Hernández, *Journal of Membrane Science*, Volume 372, Issues 1–2, 2011, Pages 366-372.

[3] R. Peinador, J.I. Calvo, P. Prádanos, L. Palacio, A. Hernández, *J. Membr. Sci.* 348 (2010) 238–244

[4] J.I. Calvo, R.I. Peinador, V. Thom, T. Schleuss, K. ToVinh, P. Prádanos, A. Hernández, *Microporous and Mesoporous Materials*, 250 (2017) 170-176.

[5] J.I. Calvo, R.I. Peinador, P. Prádanos, L. Palacio, A. Bottino, G. Capannelli, A. Hernandez, *Desalination* 268 (2011).

Retrait des acides organiques du jus de canneberge par électrodialyse avec membranes bipolaires : Impact sur le microbiote intestinal

Valentine RENAUD ^{1,2}, Vanessa P. HOUDE ^{1,3}, Geneviève PILON ^{1,3}, Thibault V. VARIN ^{1,3}, Cyril ROBLET ⁴, André MARETTE ^{1,3}, Yvan BOUTIN ^{1,5} and Laurent BAZINET ^{1,2,*}

¹ Institut sur la Nutrition et les Aliments Fonctionnels (INAF), Université Laval, Québec, QC G1V 0A6, Canada

² Laboratoire de Transformation Alimentaire et Procédés ÉlectroMembranaire (LTAPEM), Université Laval, Québec, QC G1V 0A6, Canada

³ Institut Universitaire de Cardiologie et de Pneumologie du Québec (IUCPQ), Université Laval, Québec, QC G1V 4G5, Canada

⁴ Fruit d'Or, Villeroy, QC G0S 3K0, Canada

⁵ TransBioTech, Lévis, QC G6V 6Z3, Canada

* laurent.bazinet@fsaa.ulaval.ca

Le jus de canneberge (JC) est largement reconnu pour ses effets bénéfiques sur la santé lorsqu'il est consommé régulièrement [1]. Il est principalement composé de polyphénols (anthocyanes et proanthocyanidines (PACs)) et de trois acides organiques majeurs, les acides quinique, citrique et malique [2, 3]. La littérature indique que ces deux grandes classes de molécules possèdent des effets différents sur la communauté bactérienne. En effet, les polyphénols modulent positivement le microbiote intestinal tandis que les acides organiques sont connus comme inhibiteurs de croissance bactérienne [4, 5]. L'objectif de cette étude était de produire des JCs appauvris en acides organiques à différents niveaux et d'étudier l'effet de la consommation quotidienne de tels jus sur la modulation de la composition et des fonctions du microbiote intestinal chez la souris. Pour cela, du JC (7°B) fourni par notre industriel Fruit d'Or, a été désacidifié par électrodialyse avec membranes bipolaires (EDMB) à différents niveaux (0, 40, 60 et 80%). Ce procédé vert et respectueux de l'environnement repose sur l'empilement de membranes anioniques et bipolaires (MBPs) dans une cellule d'électrodialyse. Sous l'effet du courant, les membranes bipolaires dissocient les molécules d'eau en ions H⁺ et OH⁻ induisant une migration drastique et sélective des acides organiques contenus dans le JC, à travers des membranes anioniques, vers un compartiment de récupération tout en conservant la teneur en polyphénols du jus [6, 7]. Soixante souris C57BL/6J ont ensuite été séparées en 5 groupes (n=12) de souris et ont été gavées quotidiennement avec de l'eau (contrôle) ou l'un des quatre jus désacidifiés (JCD) à raison de 200µL/25g de souris, pendant 4 semaines. Tous les groupes ont reçu une diète Chow et avaient accès à l'eau *ad libitum*. Afin de profiler le microbiote intestinal des animaux, des fèces ont été récoltées à deux temps de l'expérience : avant le début de la phase de gavage (T0) et avant le sacrifice (T4). Deux types de comparaisons ont été effectuées ; la première permettant d'analyser l'effet de la consommation régulière de JC sur la modulation du microbiote intestinal (eau vs JCDs 0, 40, 60 et 80%) et la seconde l'effet du retrait des acides organiques du JC, par EDMB, sur le microbiote intestinal (JCD 0% vs JCDs 40, 60 et 80%). Dans un premier temps, lorsque comparés au groupe contrôle, les résultats indiquent une augmentation de l'abondance des *Lachnospiraceae_NK4A136* (JCDs 0, 60 et 80%) et des *Coriobacteriales_Incertae_Sedis* (JCDs 0 et 60%). Ces deux familles possèdent un effet positif sur l'épithélium et l'augmentation de leur abondance serait liée à la concentration similaire et élevée en polyphénols des JCDs [8, 9]. De plus, l'administration des différents JCDs induit une augmentation de l'abondance des fonctions du microbiote intestinal qui serait en lien avec le niveau de désacidification du JC. L'augmentation de l'abondance de la famille des *Lachnospiraceae* serait corrélée avec ces résultats puisque l'abondance des fonctions calculée par PICRUST2 est directement reliée avec l'identification taxonomique du microbiote intestinal. Dans un second temps, lorsque

comparés au JCD 0%, les résultats indiquent une augmentation de l'abondance de divers genres bactériens appartenant à la famille des *Lachnospiraceae* (JCDs 60 et 80%) et autres que les *Lachnospiraceae_NK4A136*. Comme expliqué précédemment, l'augmentation de l'abondance de cette famille est corrélée à la forte teneur en polyphénols des JCDs, cependant similaire entre chaque JCDs. Ainsi, l'augmentation de la diversité de genres bactériens serait attribuée à la diminution de la concentration en acides organiques des JCDs. En effet, plus le niveau de désacidification est élevé, plus la diversité bactérienne augmente. Additionnellement, l'administration des JCDs 60 et 80% induit une augmentation de l'abondance de fonctions spécifiques lorsque comparé au JCD 0%. Un schéma des voies métaboliques résultant de l'analyse de ces fonctions a pu mettre en valeur l'effet bénéfique de la désacidification du JC par EDBM sur l'environnement intestinal. En effet, certaines voies métaboliques entraînent la production d'AGCCs mais également la production de peptidoglycanes, des éléments constitutifs majeurs de la membrane externe de certaines bactéries. Enfin, et comme précédemment, l'augmentation de l'abondance des fonctions serait attribuée à la diminution de la concentration en acides organiques des JCDs. Pour conclure, cette étude a permis d'étendre l'application de l'EDMB dans le domaine de la santé et a mené à des connaissances innovantes sur son effet sur le microbiote intestinal.

[1] Skrovankova, S.; Sumczynski, D.; Mlcek, J.; Jurikova, T.; Sochor, J. Bioactive Compounds and Antioxidant Activity in Different Types of Berries. *Int J Mol Sci*, **2015**, *16* (10), 24673–24706. <https://doi.org/10.3390/ijms161024673>.

[2] McKay, D. L.; Chen, C.-Y. O.; Zampariello, C. A.; Blumberg, J. B. Flavonoids and Phenolic Acids from Cranberry Juice Are Bioavailable and Bioactive in Healthy Older Adults. *Food Chemistry*, **2015**, *168*, 233–240. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.07.062>.

[3] Cunningham, D. G.; Vannozzi, S. A.; Turk, R.; Roderick, R.; O'Shea, E.; Brilliant, K. Cranberry Phytochemicals and Their Health Benefits. In *Nutraceutical Beverages*; Shahidi, F., Weerasinghe, D. K., Eds.; American Chemical Society: Washington, DC, 2003; Vol. 871, pp 35–51. <https://doi.org/10.1021/bk-2004-0871.ch004>.

[4] Anhe, F. F.; Varin, T. V.; Le Barz, M.; Pilon, G.; Dudonné, S.; Trottier, J.; St-Pierre, P.; Harris, C. S.; Lucas, M.; Lemire, M.; et al. Arctic Berry Extracts Target the Gut-Liver Axis to Alleviate Metabolic Endotoxaemia, Insulin Resistance and Hepatic Steatosis in Diet-Induced Obese Mice. *Diabetologia*, **2018**, *61* (4), 919–931. <https://doi.org/10.1007/s00125-017-4520-z>.

[5] Ullah, A.; Orij, R.; Brul, S.; Smits, G. J. Quantitative Analysis of the Modes of Growth Inhibition by Weak Organic Acids in *Saccharomyces Cerevisiae*. *Appl. Environ. Microbiol.*, **2012**, *78* (23), 8377–8387. <https://doi.org/10.1128/AEM.02126-12>.

[6] Serre, E.; Rozoy, E.; Pedneault, K.; Lacour, S.; Bazinet, L. Deacidification of Cranberry Juice by Electrodialysis: Impact of Membrane Types and Configurations on Acid Migration and Juice Physicochemical Characteristics. *Separation and Purification Technology*, **2016**, *163*, 228–237. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.02.044>.

[7] Rozoy, E.; Boudesocque, L.; Bazinet, L. Deacidification of Cranberry Juice by Electrodialysis with Bipolar Membranes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **2015**, *63* (2), 642–651. <https://doi.org/10.1021/jf502824f>.

[8] Anhe, F. F.; Nachbar, R. T.; Varin, T. V.; Vilela, V.; Dudonné, S.; Pilon, G.; Fournier, M.; Lecours, M.-A.; Desjardins, Y.; Roy, D.; et al. A Polyphenol-Rich Cranberry Extract Reverses Insulin Resistance and Hepatic Steatosis Independently of Body Weight Loss. *Mol Metab*, **2017**, *6* (12), 1563–1573. <https://doi.org/10.1016/j.molmet.2017.10.003>.

[9] Rodríguez-Daza, M.-C.; Daoust, L.; Boutkrabt, L.; Pilon, G.; Varin, T.; Dudonné, S.; Levy, É.; Marette, A.; Roy, D.; Desjardins, Y. Wild Blueberry Proanthocyanidins Shape Distinct Gut Microbiota Profile and Influence Glucose Homeostasis and Intestinal Phenotypes in High-Fat High-Sucrose Fed Mice. *Scientific Reports*, **2020**, *10* (1), 2217. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-58863-1>.

Modélisation d'un procédé d'extraction en ligne par contacteurs membranaires pour la production d'acides organiques

Pedro ARANA-AGUDELO ^{1*}, Violaine ATHES ¹, Marwen MOUSSA ¹, Kevin LACHIN ², Ioan-Cristian TRELEA ¹

¹ Université Paris-Saclay, INRAE, AgroParisTech, UMR SayFood, F-78850 Thiverval-Grignon

² Université Paris-Saclay, INRAE, AgroParisTech, UMR SayFood, F-91744 Massy

* pedro.arana-agudelo@inrae.fr

Introduction

Les acides organiques sont des molécules de grand intérêt industriel du fait de leurs applications dans de nombreux secteurs. La production d'acides organiques par des voies biotechnologiques prend de plus en plus d'ampleur dans un contexte de développement d'une économie basée sur des ressources renouvelables [1]. Bien qu'avantageuses d'un point de vue environnemental, les voies microbiennes présentent des limitations liées notamment aux phénomènes d'inhibition causés par l'accumulation d'acide et la baisse du pH. Des approches de récupération simultanée en ligne ou *in situ* (*in situ*/in stream product recovery (ISPR) en anglais) ont été proposées afin de faire face à ces limitations en extrayant de manière continue les produits inhibiteurs. L'extraction liquide-liquide réactive utilisant des amines tertiaires a été largement étudiée principalement pour sa sélectivité envers les acides organiques et sa faible consommation énergétique. L'effet toxique de la plupart des solvants sur les cellules reste cependant un frein important à l'implémentation de l'extraction liquide-liquide réactive. La mise en contact du milieu de culture avec la phase organique assistée par des contacteurs membranaires permet un contact non dispersif, réduisant ainsi les effets nocifs des solvants tout en intensifiant les transferts de matière [2]. La détermination des conditions d'opération des procédés d'extraction couplée à la production biologique constitue un défi étant donné leur complexité. C'est pour cela que la modélisation apparaît de plus en plus comme un outil d'intérêt précieux permettant d'explorer de façon rapide un grand nombre de scénarios.

L'objectif de ce travail a donc été de construire un modèle de l'extraction liquide-liquide réactive en ligne assistée par des contacteurs membranaires à fibres creuses, couplée à un modèle de production biologique d'un acide carboxylique. Cette approche a été appliquée à la production d'acide 3-hydroxypropionique (3-HP), une molécule plateforme à très haut potentiel pour la production notamment d'acide acrylique [3].

Méthodes

Un modèle dynamique de l'extraction liquide-liquide réactive d'acide 3-HP a été développé à partir d'un modèle proposé par Chemarin et al. [4]. Le modèle est basé sur la théorie du double-film, intégrant un modèle détaillé des mécanismes d'extraction de l'acide avec une amine tertiaire (Fig. 1a). Ce modèle a été couplé à un modèle de production de 3-HP par bioconversion fed-batch de 1,3-propanediol en utilisant des bactéries acétiques.

Le système d'équations différentielles ordinaires résultant a été résolu à l'aide de Matlab 2021b et sa validation a été effectuée au moyen de données expérimentales acquises sur un pilote comprenant un bioréacteur Infors HT Labfors 2,5 L couplé à un contacteur membranaire Liquicel™ EXF-2.5×8 équipé avec des fibres X50 en polypropylène. La phase organique a été choisie sur la base d'une étude précédente sur la biocompatibilité de différentes phases organiques avec des microorganismes producteurs de 3-HP [5]. La dés extraction en continu a été effectuée dans un contacteur de mêmes caractéristiques avec NaOH 0.5 M comme phase de dés extraction (Fig. 1b).

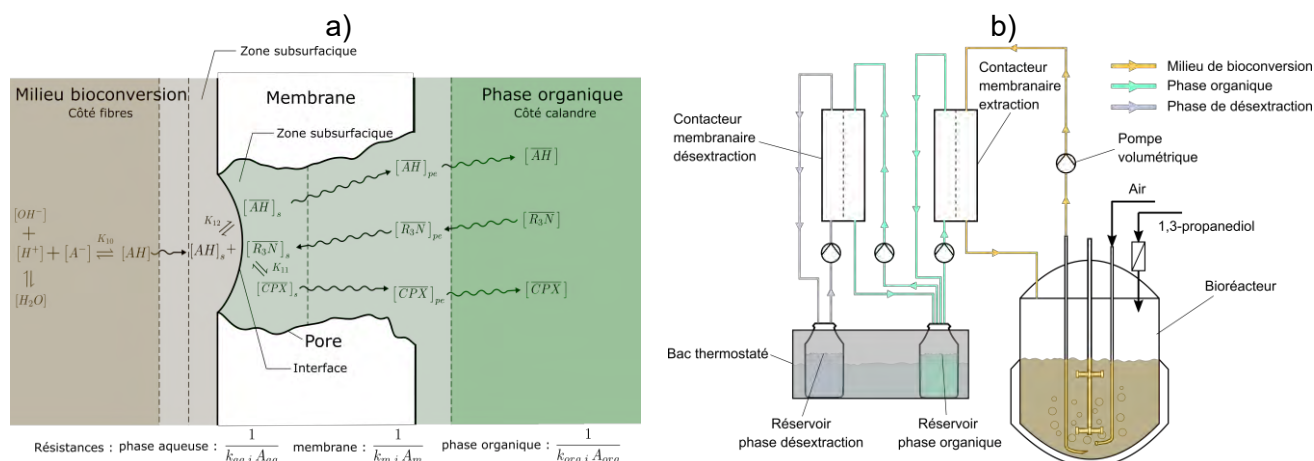


Fig. 1 – a) Phénomènes considérés dans le modèle, b) Schéma du procédé intégré

Résultats

Le modèle proposé décrit de manière satisfaisante l'évolution de la concentration d'acide dans les différentes phases intervenant dans le procédé. D'après les résultats obtenus, la production biologique de 3-HP est plus rapide que l'extraction proposée, qui s'est donc avérée être l'étape limitante du procédé.

Une analyse de sensibilité globale dynamique sur les principaux paramètres de l'extraction (porosité, constantes d'équilibre, géométrie, débits) a permis d'identifier les grandeurs ayant un effet significatif sur la performance de l'extraction.

Conclusions

La production extractive d'acide 3-HP a été explorée grâce à une approche de modélisation qui s'est révélée utile pour mieux comprendre les phénomènes complexes et leurs interactions. L'outil développé permet d'étudier différents scénarios en fonction du dimensionnement du procédé et des conditions opératoires, pour la conception d'un procédé optimisé. Cette méthodologie, ici appliquée à l'acide 3-HP, peut être transposée à la production d'autres acides carboxyliques obtenus par des voies biologiques extractives comme celle qui est présentée dans ce travail.

- [1] C. S. López-Garzón and A. J. J. Straathof, « Recovery of carboxylic acids produced by fermentation », *Biotechnol. Adv.*, **32**, no. 5 (2014), p. 873–904.
- [2] P. O. Saboe et al., « In situ recovery of bio-based carboxylic acids » *Green Chem.*, **20**, no. 8 (2018), p. 1791–1804.
- [3] T. Werpy and G. Petersen, « Top value added chemicals from biomass Volume I — Results of screening for potential candidates from sugars and synthesis gas top value added chemicals from biomass » (2004), p. 29-31
- [4] F. Chemarin et al., « Predictive modeling and experimental implementation of organic acids in stream recovery by reactive extraction in membrane contactors », *Chem. Eng. J.*, **431**, no. December 2021 (2022)
- [5] A. K. Sánchez-Castañeda et al., « Organic phase screening for in-stream reactive extraction of bio-based 3-hydroxypropionic acid: biocompatibility and extraction performances » *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, **95**, no. 4 (2019), p. 1046–1056.

Mesures d'émission acoustique : un nouvel outil de diagnostic en ligne pour les membranes céramiques poreuses soumises à un flux de gaz

A. JULBE ^{1*}, M. BAH ^{1,2}, E.D. MANGA ^{1,2}, M. DROBEK ¹, P. DA COSTA ¹, A. AYRAL ¹, G. DESPAUX ², E. LE CLEZIO ², B. COASNE ³

¹ Institut Européen des Membranes (IEM-UMR 5635, ENSCM, CNRS, UM), Université de Montpellier, Place Eugène Bataillon, 34095 Montpellier cedex 5, France

² Institut d'Electronique et des Systèmes (IES- UMR 5214, CNRS, UM), Univ. Montpellier, 34095 Montpellier, France

³ Laboratoire Interdisciplinaire de Physique, (LIPhy- UMR 5588 CNRS- Univ. Grenoble Alpes), 38402 Saint Martin d'Hères, France

* anne.julbe@umontpellier.fr

Afin d'intensifier le développement industriel des procédés de séparation membranaire, il est capital de pouvoir disposer d'outils efficaces de diagnostic *en ligne* garantissant la fiabilité des membranes et des procédés associés.

Dans ce cadre, l'Emission Acoustique (EA) apparaît comme une option pertinente qui mérite d'être explorée. Par exemple, dans le cas des membranes céramiques poreuses soumises à un flux de gaz, une étude détaillée des sources d'EA associées aux phénomènes de transport dans les pores et/ou à l'apparition de défauts est nécessaire si l'on souhaite contrôler la qualité des membranes initiales et suivre en ligne leur évolution dans des systèmes industriels intégrés exigeant un haut niveau de sûreté/sécurité.

Dans ce travail, un système permettant de réaliser des mesures simultanées d'EA et de perméation de gaz a été mis en place afin de caractériser des séries de membranes poreuses dans diverses conditions de fonctionnement. Les événements acoustiques résultant de différents mécanismes de transport de gaz à travers des séries de membranes poreuses ont été identifiés et classés grâce à un post-traitement statistique des signaux acoustiques enregistrés. Une relation étroite entre les caractéristiques des événements d'EA (amplitude, nombre, amplitude, énergie absolue), les propriétés physicochimiques des membranes poreuses et les mécanismes de transport de gaz associés a été établie [1].

Ces résultats constituent une étape clé dans le développement d'un outil innovant de diagnostic *en ligne* non invasif dédié à la caractérisation et au contrôle des membranes céramiques poreuses.

[1] M. Bah, E.D. Manga, H. Blasco, P. da Costa, M. Drobek, A. Ayral, G. Despaux, B. Coasne, E. Le Clezio, A. Julbe, "Acoustic emission monitoring during gas permeation: a new operando diagnostic tool for porous membranes" *J. Membr. Sci.* 555 (2018) 88

Réacteurs membranaires à base de nanoparticules catalytiques pour la mise en œuvre de réactions d'hydrogénation en chimie fine.

J.-F. Lahitte^{1*}, M. Lopez Viveros¹, Y. Gu¹, I. Favier², M. Gómez², J.-C. Remigy¹

¹ Laboratoire de Génie Chimique, Université de Toulouse, CNRS, INPT, UPS, Toulouse

² Laboratoire Hétérochimie Fondamentale et Appliquée, UMR CNRS 5069, Université Toulouse 3 – Paul Sabatier, 118 route de Narbonne, 31062 Toulouse cedex 9

* jean-francois.lahitte@univ-tlse3.fr

Les principes de la chimie verte énoncés par Anastas [1], appliqués à la chimie fine, se traduisent par le développement de procédés catalytiques continus intensifiés économes en atome, matière, énergie et en étapes de séparation. A ce titre, les nanoparticules métalliques catalytiques (Pt, Au, Pd, Cu, Ni...) sont particulièrement intéressantes car elles possèdent des réactivités élevées et spécifiques en raison de leur importante surface spécifique. Cependant, leur utilisation comme solides en suspension dans un réacteur présente différents inconvénients :

- il est nécessaire de les séparer des produits de la réaction pour les recycler et éliminer toutes traces de métal dans le produit final. Ce dernier point est particulièrement critique dans le cas de la production de médicaments.
- la stabilité de ces colloïdes métalliques est régit par les interactions de surface qui conduit à leur agrégation en l'absence de stabilisant. Cette agrégation induit une diminution de la surface catalytique accessible et donc, souvent une baisse d'activité et sélectivité.

L'immobilisation de nanoparticules métalliques dans un gel de polymère greffé à la surface d'une membrane permet de s'affranchir de ses limitations :

- les nanoparticules (d_{moyen} compris entre 2-5 nm) sont piégées, stabilisées et dispersées dans le gel (Fig. 1).
- un grand rapport local catalyseur/substrat est obtenu tout en limitant la quantité de catalyseur, conduisant à une activité élevée.
- une mise en œuvre en continu en filtration ou contacteur est possible.

Ainsi, la mise en œuvre de ces fibres creuses catalytiques permet d'intensifier les réactions de couplage C-C de type Suzuki-Miyaura d'un facteur 1000 et d'obtenir des capacités de production de l'ordre 10000 tonnes/(an.m³) [2] similaires aux microréacteurs.

Les hydrogénations catalytiques utilisant le dihydrogène sont des réactions limitées par la faible solubilité de celui dans les solvants organiques courants. Pour pallier cette limitation, elles sont habituellement mises en œuvre sous haute pression d'hydrogène. Les procédés membranaires permettent de proposer des solutions aux hydrogénations catalytiques utilisant des nanoparticules métalliques. Les contacteurs membranaires permettent une dissolution efficace tandis que les gels catalytiques permettent d'intensifier les réactions. Deux types de montages fonctionnant en continu ont été utilisés pour différents substrats [3]. Une première solution (Fig. 2.a) est de saturer la solution de réactif en hydrogène à l'aide d'un contacteur membranaire (membrane composite Teflon AF/PP [4]) puis de la filtrer sur la membrane catalytique où la réaction a lieu. La deuxième est d'utiliser la membrane catalytique comme contacteur permettant ainsi l'apport continu de dihydrogène. Les membranes catalytiques sont des membranes en PES (MicroPES[®] Membrana GMBH), photogreffées avec de l'acide polyacrylique, contenant des 0,07 mg de Pd/cm².

Pour la configuration 1 (Fig. 2.a), les substrats comportant différents groupes fonctionnels, tels que le nitrobenzène et le diphénylacétylène, ont été utilisés dans des conditions non optimisées. A 60 °C sous des pressions de dihydrogène de 1,4 ou 2,2 bar, des taux de conversion jusqu'à 100% sont obtenus pour des temps de réaction de l'ordre 10 à 40 s. Les taux de conversion sont liés à la nature des groupes fonctionnels des substrats. Pour la configuration 2 (Fig. 2.b), les résultats ont montré que la réduction du nitrophénol ou du 4-nitrobiphényl en leur formes aminées est possible sous des conditions douces : 20 °C et 1,4

bar de H₂. Pour des conditions non optimisées, des taux de conversion de ~23% sont obtenus en 1 à 2 minutes pour le contacteur catalytique (Fig. 2.b).

Cette étude montre qu'il est possible de réaliser des hydrogénations en continu à basse température et basse pression de dihydrogène en utilisant des procédés membranaires.

Figures :

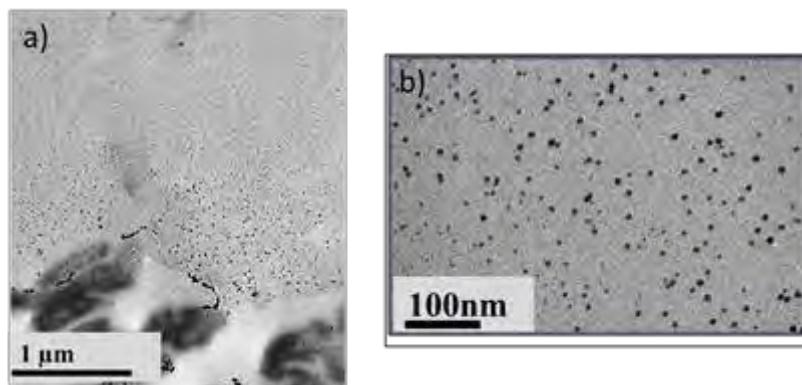


Fig. 1 – Images TEM : a) du gel greffé à la surface d'une membrane catalytique ; b) zoom dans le gel montrant les nanoparticules de palladium dispersées dans le gel.

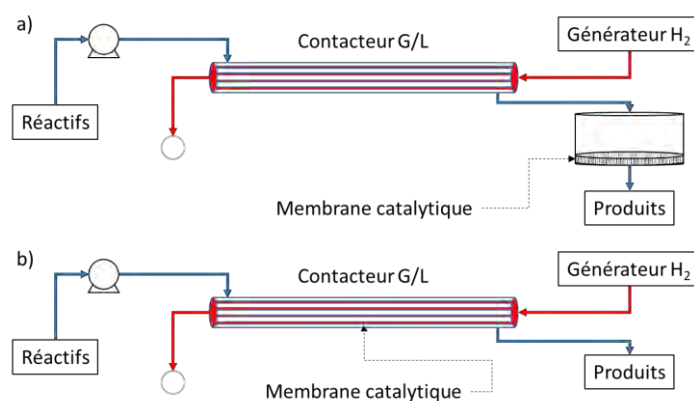


Fig. 2 – Schéma des procédés utilisés a) contacteur de dissolution suivi d'une filtration réactive ; b) contacteur catalytique assurant simultanément la dissolution de H₂ et la transformation catalytique.

-
- [1] P. T. Anastas and J. C. Warner, *Green Chemistry: Theory and Practice*, Oxford University Press: New York, **1998**.
- [2] Y. Gu, I. Favier, C. Pradel, D. L. Gin, J.-F. Lahitte, R. D. Noble, M. Gomez, et J.-C. Remigy. « High Catalytic Efficiency of Palladium Nanoparticles Immobilized in a Polymer Membrane Containing Poly(Ionic Liquid) in Suzuki-Miyaura Cross-Coupling Reaction ». *Journal of Membrane Science* 492 (2015) 331. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2015.05.051>.
- [3] M. Lopez Viveros, "Influence des propriétés d'un réseau polymère sur la synthèse in situ de nanoparticules de palladium : Application aux membranes catalytiques de grande efficacité en chimie fine.", thèse, Université Paul Sabatier (2018).
- [4] Lasseguette, Elsa, Jean-Christophe Rouch, et Jean-Christophe Remigy. « Hollow-Fiber Coating: Application to Preparation of Composite Hollow-Fiber Membrane for Gas Separation ». *Industrial & Engineering Chemistry Research* 52, n° 36 (11 septembre 2013): 13146-58. <https://doi.org/10.1021/ie401874m>.

Méthodologie de sélection et de qualification d'un procédé membranaire pour le traitement de boues résiduaire

Lucas LIOTAUD¹, Jérémy MASCARADE^{1*}, Denis ODE², Eric CANTREL³, Fabrice BOUCHET³, Natacha MICHEL-BECHET⁴, Agnès GRANDJEAN¹

¹ DEN/ISEC/DMRC/STDC/LPSD, Centre de Marcoule, 30207 Bagnols sur Cèze, France

² DEN/ISEC/DMRC/STDC/LRVE, Centre de Marcoule, 30207 Bagnols sur Cèze, France

³ DEN/DDCC/UADU/DIR, Centre de Marcoule, 30207 Bagnols sur Cèze, France

⁴ DEN/MAR/DUSN/DIR/NUCLAB, Centre de Marcoule, 30207 Bagnols sur Cèze, France

* jeremy.mascarade@cea.fr

En cours de démantèlement depuis 1997, les travaux de démantèlement de l'usine de retraitement des combustibles usés UP1, située sur le site de Marcoule, avancent, notamment sur les éléments de Moyenne Activité (MA) concernant les fonctions de purification, d'entreposage et d'expédition de l'uranium et du plutonium. Cependant, les enjeux technologiques principaux du démantèlement reposent sur la partie Haute Activité (HA) où les installations abritent une terme source significatif sous forme de dépôts solides irradiants. Ces dépôts représentent deux flux de dépôts de nature différente réparties sur neuf cuves pour un total de trois tonnes de matières sèches à traiter. Un scénario de reprise et de conditionnement de ces déchets envisage une remise en suspension par voie liquide, suivi d'un pompage et d'une filtration sur support. Des mesures de filtrabilité sur échantillons réels ont montré un produit difficilement filtrable. Il est commun d'utiliser des adjuvants de filtration pour améliorer la filtrabilité (perméabilité, compressibilité) de ce type de suspension.

L'objectif est alors de démontrer les solutions d'adjuvantation (précouche ou alluvionnage) à apporter à l'opération de filtration pour la reprise de dépôts en voie liquide en milieu confinés radioactifs en suivant une méthode multi-échelle, de l'expérience de paillasse au pilote de filtration (capacité 20 L, échelle 1:5). Dans un système avec une physico-chimie complexe et à concentration en matière en suspension variable, un nouveau paramètre a été défini afin d'évaluer les effets de l'adjuvantation sur la filtration et la résistance spécifique : le gain de filtration. Son inverse, représenté sur la Fig. 1, permet alors de calculer le facteur de correction à appliquer à la loi de Ruth [1] afin d'évaluer les temps de filtration et les cadencements nécessaires à la mise en œuvre d'un procédé de séparation solide/liquide par filtration frontale à pression constante.

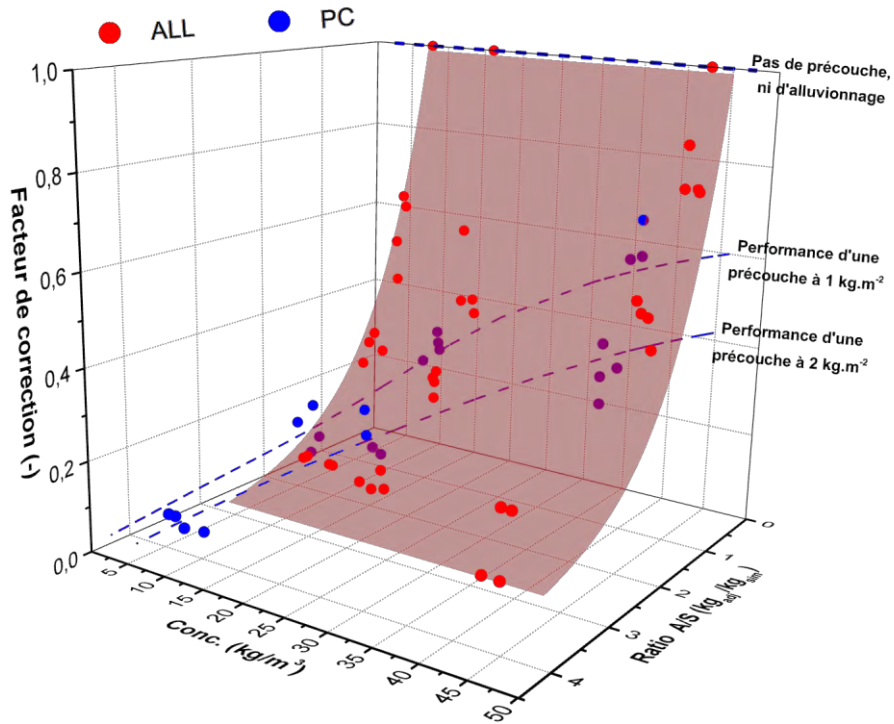


Fig. 1 – Facteur de correction à appliquer à la résistance spécifique d'un gâteau dans le cas d'une adjuvantation par mise en œuvre d'une précouche (PC) ou par alluvionnage (ALL) selon la concentration de la boue à traiter et des proportions d'adjuvant incorporées.

[1] B.F. Ruth, « Correlating filtration theory with industrial practice », *Industrial and Engineering Chemistry*, **Vol. 38, No. 6** (1946), 564-571

Bio-hydroxylation du méthane : optimisation de la durée de production en méthanol

Louis CORNETTE DE SAINT CYR, Azariel RUIZ-VALENCIA, Marie-Pierre BELLEVILLE, José SANCHEZ-MARCANO, D. PAOLUCCI, Laurence SOUSSAN*

Institut Européen des Membranes – IEM (UMR 5635 CNRS-ENSCM-UM) - Université de Montpellier, CC047 - Place Eugène Bataillon, 34095 Montpellier Cedex 5 - France

* Laurence.Soussan@umontpellier.fr

Le méthane (CH₄) est un gaz abondant utilisable comme source d'énergie mais aussi comme source de carbone pour la chimie de synthèse. A l'échelle industrielle, le CH₄ est notamment réformé en gaz de synthèse (mélanges H₂/CO/CO₂) qui sert à la production de méthanol, d'ammoniac et d'hydrocarbures. Le méthanol est très attractif car il est une molécule plateforme de l'industrie chimique, très employée pour la fabrication de matières plastiques. Néanmoins, le réformage du CH₄ est polluant (émissions de CO et CO₂) et énergivore car se produisant à pressions et températures élevées (15-100 bar et 250-1000°C). Depuis une quarantaine d'années, de nouveaux procédés alternatifs plus respectueux de l'environnement sont développés et étudiés pour la conversion directe du CH₄ en méthanol (ou hydroxylation). Mais, la majorité des technologies actuelles d'hydroxylation restent encore coûteuses et faiblement sélectives en raison de la grande stabilité des liaisons C-H [1]. L'une des voies de recherches les plus prometteuses est l'utilisation de bactéries méthanotrophes aérobies qui utilisent le CH₄ comme source de carbone et d'énergie. En effet, ces bactéries possèdent l'enzyme méthane Mono-Oxgénase (MMO) qui est capable, en présence d'oxygène, d'hydroxyler sélectivement le CH₄ en conditions physiologiques, ne générant que de l'eau comme sous-produit (Fig. 1).

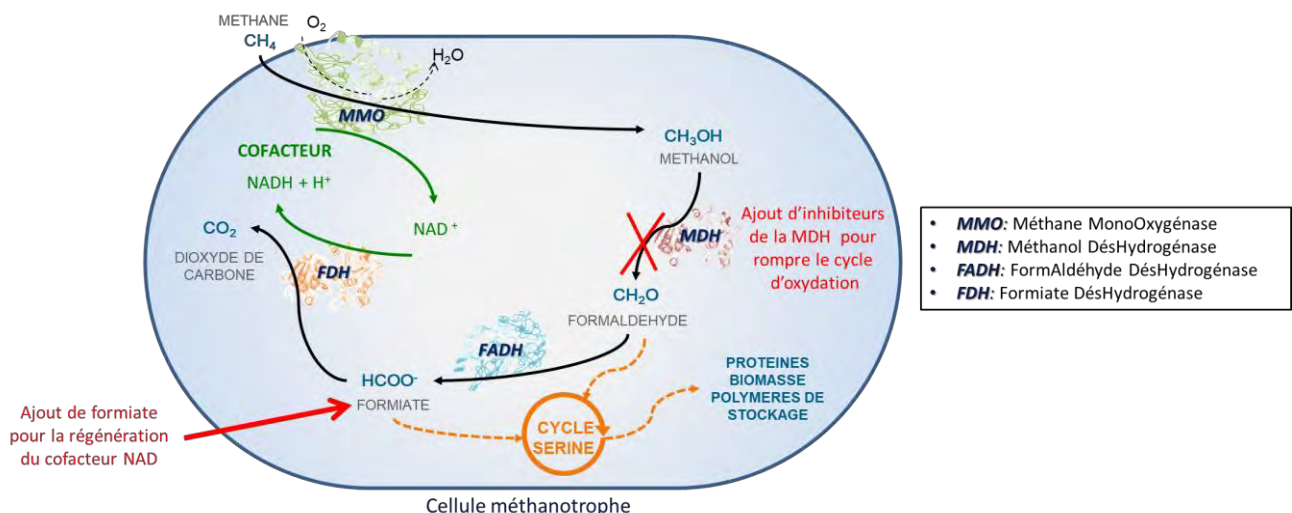


Fig. 1 – Voies d'assimilation du CH₄ par une bactérie méthanotrophe

Une idée pourrait être d'utiliser l'enzyme MMO seule mais cela nécessite l'ajout du cofacteur Nicotinamide Adénine Dinucléotide (NAD) en quantité stœchiométrique, ce qui n'est pas économiquement viable. C'est pourquoi la mise en œuvre d'une cellule méthanotrophe native est attractive car elle possède son propre stock de NAD. Pour éviter la suroxydation du méthanol par la cellule (Fig. 1), le cycle nécessite d'être stoppé en inhibant l'enzyme Méthanol DésHydrogénase (MDH); l'inhibition de la MDH peut être réalisée par l'addition au milieu de réaction de chlorure de sodium (NaCl) et d'Éthylène Diamine Tétra-Acétique (EDTA) [1]. Par

ailleurs, l'ajout de formiate de sodium permet la régénération du cofacteur NAD. La bactérie non-pathogène *Methylosinus trichosporium* OB3b a notamment été identifiée comme étant un catalyseur performant de cette réaction, et a été mise en œuvre au sein d'une nouvelle configuration de bioréacteur à membranes (BRM) développé à l'Institut Européen des Membranes (IEM) permettant d'optimiser la sécurité et le transfert de masse liés à cette opération [2]. Cependant, cette réaction cesse au bout de 6 h, ce qui limite son intérêt.

A l'IEM, des études préliminaires ont mis en évidence que l'arrêt de la réaction est dû à un arrêt de l'activité hydroxylante de l'enzyme MMO [3]. Au cours de ce travail, deux approches ont été testées pour relancer la production en méthanol après arrêt de la réaction : renouvellement du milieu de réaction (avec et sans lavages des bactéries) et régénération des cellules en conditions de culture. Pour la régénération cellulaire, les bactéries ont été mises 24 h en conditions de culture milieu de culture, puis resuspendues dans un milieu de réaction frais.

L'utilisation de $^{13}\text{CH}_4$ a permis d'établir que $0,5 \text{ g}_{\text{MS}} \text{ L}^{-1}$ de biomasse permettent de produire $234 \pm 22 \text{ mg L}^{-1}$ de ^{13}C -méthanol avant l'arrêt de la réaction. Seule la régénération a permis de relancer l'hydroxylation du CH_4 , permettant la production de $232 \pm 3 \text{ mg L}^{-1}$ de méthanol supplémentaires, portant la production totale à $467 \pm 25 \text{ mg L}^{-1}$. La productivité est de $78 \pm 7 \text{ mg g}_{\text{MS}}^{-1} \text{ h}^{-1}$, sans variation avant et après régénération. Cette étape de remise en culture permet aux bactéries de se régénérer au niveau intracellulaire, possiblement en synthétisant de nouvelles enzymes MMOs. Cette méthode pourra aisément être intégrée dans le BRM développé à l'IEM.

-
- [1] M. H. Mahyuddin, Y. Shiota, K. Yoshizawa, « Methane selective oxidation to methanol by metal-exchanged zeolites: A review of active sites and their reactivity », *Catalysis Science and Technology*, **9(8)** (2019) 1744–1768. <https://doi.org/10.1039/c8cy02414f>
- [2] N. Pen, L. Soussan, M.P. Belleville, J. Sanchez, C. Charmette, D. Paolucci-Jeanjean, D., « An innovative membrane bioreactor for methane biohydroxylation », *Bioresource Technology*, **174** (2014) 42–52. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.10.001>
- [3] N. Pen, L. Soussan, M.P. Belleville, J. Sanchez, D. Paolucci-Jeanjean, D., « Methane hydroxylation by *Methylosinus trichosporium* OB3b: monitoring the biocatalyst activity for methanol production optimization in an innovative membrane bioreactor », *Biotechnology and Bioprocess Engineering*, **21(2)** (2016) 283-294. <https://doi.org/10.1007/s12257-015-0762-0>

Mass transfer of volatile fatty acids through nanofiltration membranes: relationship between feed and permeate proportions

Sylvain GALIER^{1,2*}, Yin ZHU^{1,2}, H  l  ne ROUX-de BALMANN^{1,2}

¹ Universit   de Toulouse, INPT, UPS, Laboratoire de G  nie Chimique, F-31062 Toulouse cedex 09, France

² CNRS, Laboratoire de G  nie Chimique, F-31062 Toulouse cedex 09, France

* sylvain.galier@univ-tlse3.fr

Volatile Fatty Acids (VFAs), fatty acids having up to six carbon atoms, are recognized as promising chemical building blocks in the biorefinery concept [1]. There is a great interest in producing VFAs by fermentation of various biomass like household solid waste or waste streams such as waste water or waste activated sludge, with a double purpose of waste valorization and production of valuable compounds. Amongst VFAs, acetic, propionic, and butyric acids are the main components obtained in the fermentation broth. Nanofiltration is considered to have a great potential for purification of valuable products such as VFAs (Fig.1). However, it was also pointed out that the process performances vary significantly according to the environmental parameters, like the pH or the broth composition [2].

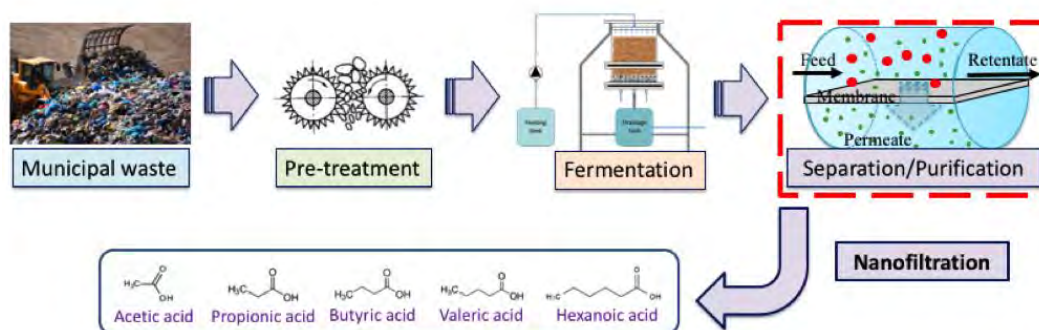


Fig. 1 – Integration of nanofiltration for the production and valorization of VFAs from solid waste

In this work, nanofiltration experiments were carried with different synthetic solutions with increasing complexities, single, binary and ternary solutions of VFAs, i.e., acetic (Ac), propionic (Pr), and butyric acid (Bu) at different compositions. Three total concentrations were investigated (100mM, 200mM and 500mM) and the proportion of VFAs was varied between 0 % to 100%. The pH of all the solutions was around 8, so both the membrane and the VFAs were negatively charged. Two NF membranes (NF 45 and XLE, Dow Filmtec) were used in dead-end filtration. The influence of ionic composition on the transfer of the solutes are discussed.

Although the retention of charged solutes can be significantly modified according to the composition of the solution, it is observed that for any condition the retention sequence follows the solutes molecular weight, $R_{Ac} < R_{Pr} < R_{Bu}$. In a mixed solution, the retention of the less retained solute decreases while that of the most retained one increases compared to single solutions, depending on the feed proportions and total concentration (Fig.2).

It is also observed that there is a filtration flux above which the solutes proportions in the permeate remain constant (Fig.3). These proportions do not depend on the total concentration but only on the solutes proportions in the feed. Finally, individual solute transfer is found to vary linearly with the total solute flux. Similar trends are observed with two NF membranes despite their different properties.

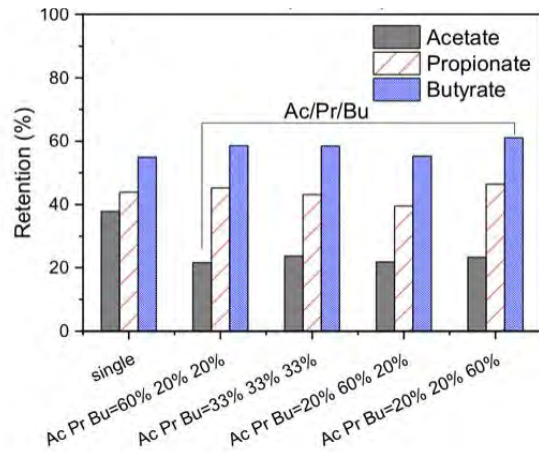


Fig. 2 - Comparison of Individual VFAs retentions in single and in ternary solutions with different proportions at a filtration flux $J_v = 2 \times 10^{-6} \text{ m.s}^{-1}$ – NF 45 membrane, pH 8, total concentration of 500 mM

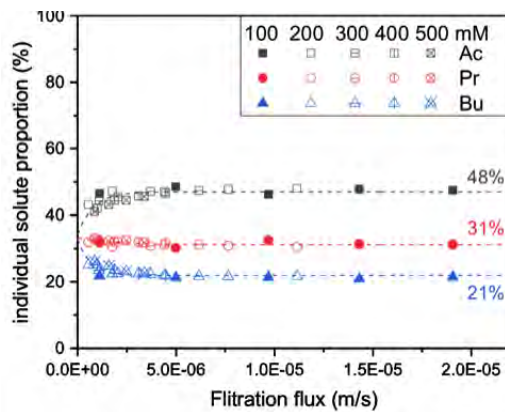


Fig. 3 - Individual VFAs proportions in the permeate in ternary solutions for various total concentrations vs. filtration flux – NF 45 membrane, pH 8, Ac:Pr:Bu:33%:33%:33%

-
- [1] M. Atasoy, I. Owusu-agyeman, E. Plaza, Z. Cetecioglu, « Bio-based volatile fatty acid production and recovery from waste streams: Current status and future challenges », *Bioresour. Technol.* **268** (2018) 773
- [2] C. Umpuch, S. Galier, S. Kanchanatawee, H. Roux-de Balman, « Nanofiltration as a purification step in production process of organic acids: Selectivity improvement by addition of an inorganic salt », *Process Biochem.* **45** (2010) 1763

Integration of nanofiltration in the production of furfural from lignocellulosic biomass

Sylvain GALIER^{1,2*}, Kritsana NAMHEAD^{1,2}, H el ene ROUX-de BALMANN^{1,2}

¹ Universit e de Toulouse, INPT, UPS, Laboratoire de G enie Chimique, F-31062 Toulouse cedex 09, France

² CNRS, Laboratoire de G enie Chimique, F-31062 Toulouse cedex 09, France

* sylvain.galier@univ-tlse3.fr

Lignocellulosic biomass is used more and more in production of chemicals and energy to face the decline in reserves of fossil fuel as well as climate change concerns [1], furfural being one of the most promising platform molecules. It is produced from hemicellulose by depolymerization of pentosans into xylose and consecutive acid catalyzed dehydration of xylose. The xylose/acid concentration ratio was found to be a critical factor for the efficiency of the furfural production [2]. Since the biomass composition is generally not in the optimum range, xylose/acid ratio between 2.7 and 4.0, a pretreatment before the dehydration step could be interesting. Since previous studies have reported that it can be used to modify the proportions of organic acids and sugars, nanofiltration can be an option (Fig.1).

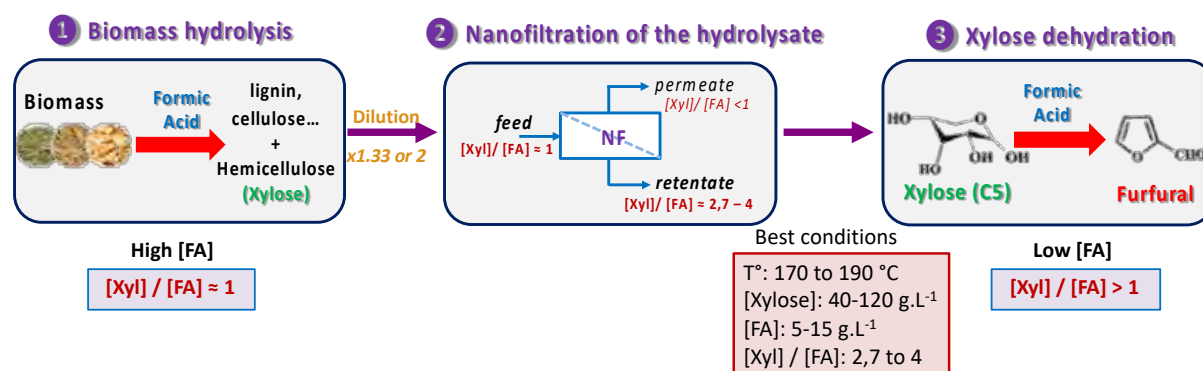


Fig. 1 – Integration of nanofiltration in the furfural production process

An experimental investigation was performed with two NF membranes (Desal 5DK from GE Osmonics and XLE from Dow Filmtec) in dead-end filtration in a concentration mode, with a volume reduction factor (VRF) up to 4.85. Synthetic solutions containing xylose and formic acid were used. Two different concentrations were used: solution A (15 g.L⁻¹ of xylose with 10 g.L⁻¹ of formic acid) and solution B (22.5 g.L⁻¹ of xylose with 15 g.L⁻¹ of formic acid). These concentrations corresponding to a dilution of hydrolysates produced from hydrolysis of corn cobs catalyzed by formic acid [1] by a factor of 2 and 1.33 respectively and were chosen for the concentration of formic acid to be within the optimum range for the furfural synthesis (Fig.1) [2]. Experimental variables such as applied pressure and xylose/formic acid feed concentration were studied. The yield, i.e. the recovery of xylose in the retentate, was also determined.

The variation of the xylose yield recovery versus xylose/formic acid concentration ratio obtained from two experimental runs with different feed concentrations at 20 bar show that the desired xylose/formic acid concentration ratio between 2.7 to 4.0 can be obtained with both feed concentrations (Fig.2). Moreover, the yield of xylose recovery in the retentate is high for the lower xylose/formic acid concentration ratio with the lowest feed concentration. This can be explained by the decrease of xylose retention during filtration resulting in xylose loss in permeate.

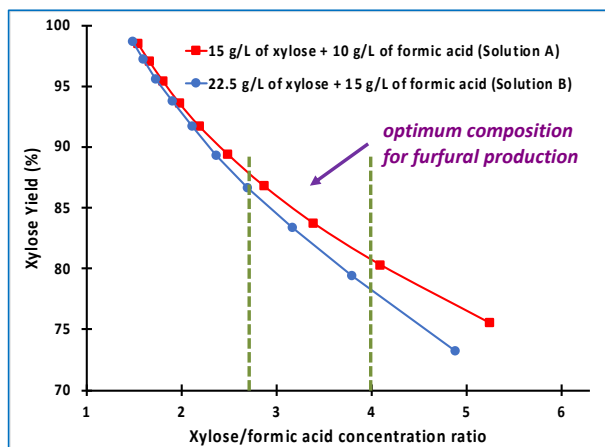


Fig. 2 - Variation of the xylose yield recovery as a function of xylose/formic acid concentration ratio (retentate): influence of the feed concentration. Op. Cond.: initial feed volumes $V_f = 500$ mL; applied pressure = 20 bar; VRF up to 4.85; Desal-5DK NF membrane

As expected, XLE membrane, which has a higher xylose retention compared to Desal 5DK membrane, generated a higher xylose yield in retentate (Fig.3). The desired xylose/formic acid concentration ratio between 2.7 to 4.0 with high xylose yield recovery about 99% can be achieved by XLE while average yield of 85% can be gained with Desal 5DK membrane for the same range concentration ratio. Even as xylose yield recovery attributed by Desal 5DK continuously decreases during filtration, only a slight decrease of yield is observed for XLE. Since XLE membrane exhibits high xylose retention even if lesser filtration flux, it can be also assumed that time requirement to reach the requested concentration ratio of xylose/formic acid is lesser than that with Desal-5DK NF. Therefore, XLE RO membrane is more suitable than Desal 5DK membrane for modifying xylose/formic acid ratio with high yield in hydrolysate of biomass.

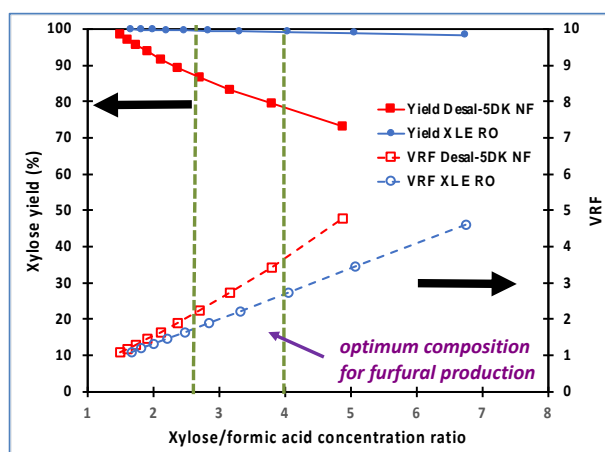


Fig. 3 - Variation of the xylose yield recovery and volume reduction factor versus xylose/formic acid concentration ratio (retentate): influence of membrane type. Op. Cond.: solution B ; initial feed volumes $V_f = 500$ mL; applied pressure = 20 bar; VRF up to 4.85

-
- [1] T. Zhu, P. Li, X. Wang, W. Yang, H. Chang, et S. Ma, « Optimization of formic acid hydrolysis of corn cob in xylose production », Korean J. Chem. Eng. **31** (2014) 1624
- [2] W. Yang, P. Li, D. Bo, et H. Chang, « The optimization of formic acid hydrolysis of xylose in furfural production », Carbohydr. Res. **357** (2012) 53

Biogas recovery from anaerobic membrane bioreactor permeate; fouling and long-term stability analysis

Qazi Sohaib *, Jean Pierre Mericq, Geoffroy Lesage, Marc Heran

Institut Européen des Membranes, IEM – UMR 5635, CNRS, ENSCM, Université de Montpellier, Montpellier, France

[*engrsohaib492@gmail.com](mailto:engrsohaib492@gmail.com), qazi.sohaib@umontpellier.fr

The dissolved biogas loss from the discharged anaerobic membrane bioreactor (AnMBR) permeate is critical as it amounts to a significant economic loss, safety concerns in the downstream processes, and environmental concerns due to the high global warming potential of both CH₄ and CO₂ [1]. The hollow fiber membrane contactor (HFMC) desorption process can provide a safe and efficient way to recover the dissolved biogas. HFMC performance loss due to fouling is also a major challenge while coupling AnMBR units and membrane degassing units.

The present work was focused on the long-term recovery of biogas from the ultrafiltration granular AnMBR (G-AnMBR) permeate using an HFMC. The study also investigated the fouling developed due to long-term operations. The discharged permeate from the outlet of the in-house granular G-AnMBR was fed to the HFMC for degassing. The G-AnMBR was operated at 25 °C, which produced ~12 L/day of the effluent. The membrane degassing operation was conducted in the long term, investigating performance loss due to fouling and recovery due to various cleaning techniques.

Initially (pristine membrane), the membrane degassing was able to achieve a very high CH₄ degassing efficiency of up to 95%, while 83 % of the total CH₄ was recovered by 3 hrs. of degassing. The performance loss due to membrane fouling was very significant as 312 hrs. of the operation caused a 55 % CH₄ efficiency loss, while the liquid side pressure drop was increased to 800 mbar from 10 mbar (initial for pristine membrane). Acid cleaning was very effective to recover the membrane performance, while water cleaning and basic cleanings were partially effective. Evidence of both inorganic and organic fouling and/or clogging was found during foulants characterization. Different types of fouling and its nature were analyzed and quantified.

Furthermore, an in-depth investigation is being performed under the current work to analyze and characterize the dense membrane fouling and its effect on membrane performance. Moreover, a rigorous 2-D modeling approach will also be used to extend the study and to make an approach toward possible scale-up.

Keywords: Biogas Recovery, Membrane Contactor, Membrane Fouling, Anaerobic Membrane Bioreactor

[1] G. S. M. D. P. Sethunga, H. E. Karahan, R. Wang, and T. H. Bae, "PDMS-coated porous PVDF hollow fiber membranes for efficient recovery of dissolved biomethane from anaerobic effluents," *J. Memb. Sci.*, 2019, doi: 10.1016/j.memsci.2019.05.016.

Ceramic membrane fractionation of digestates for nutrient recovery by dynamic nanofiltration

Aldo BETANCOURT ^{1,2*}, Mathieu SPERANDIO ¹, Christelle GUIGUI ¹, Emmanuel TROUVE ², Guillaume NOURRIT ²

¹ Toulouse Biotechnology Institute, 135 Avenue de Rangueil, 31400 Toulouse, France.

² Nereus, Parc d'activité, Dom. des Trois Fontaines, 34230 Le Pouget, France.

* aldo.betancourt@nereus-water.com

Digestates, liquid effluents and solid by-products, from methanization, are now most often considered as waste and managed as such through application/spreading plans. They contain organic and inorganic compounds which should be used in the best possible conditions. From an environmental point of view, it is important to use these nutrients (N, P, K) as substitutes for chemical fertilizers whose supply is costly and unsustainable. Valorisation can be improved by separating the water and the different organic and mineral fractions of the digestate, facilitating the storage and agronomic valorisation but also the extraction of molecules with higher added value.

In this context, membrane processes, such as nanofiltration, are good alternatives to achieve this value chain [1]. However, the implementation of these technologies must be subject to a design and operating conditions adaptable to the diversified typology of digestates, and to the fouling of membranes induced by their own retention, taking into account environmental and energy management constraints. Dynamic nanofiltration is characterized by an uncoupling of the transmembrane pressure (TMP) and the shear rate from the feeding flowrate. This is achieved by the use of devices to generate high shear forces at the membrane surface. The main advantages of this system are a decrease in fouling which leads to increased permeate flux and reduces membrane surface required, lower TMP applied, enhanced local shear rate and energy saving. On the other hand, the drawbacks are strongly linked to the complex mechanical configurations which may raise CAPEX and OPEX and the hydrodynamical limitations like the difficulty to calculate the internal flow pattern and local thermal increase [2].

In this thesis I will be mainly working with two different typologies of digestate : agricultural-based and biowaste-based. Their characterization is of utmost relevance as it would allow us to compare the presence or difference in concentration of certain molecules which could be related to different filtration behaviours or different efficiencies in a pre-treatment step. The key process is a rotating ceramic disk membrane filtration device which cut-off point is between ultra and nanofiltration standards, which allows in theory to remove all microbes and some large proteins and to retain small organic compounds as well as multivalent ions. However, an optimization must be made in order to increase filtrate volume which is still limited by fouling. It has been shown that soluble organic matter plays a more important role on the fouling dynamics of nanofiltration than particulate matter [3] consequently an effort to identify soluble organic particles before and after filtration should be made.

Concerning soluble organic matter characterization, methods such as High Pressure Liquid Size Exclusion Chromatography (HPLC-SEC) and 3-D Excitation-Emission Fluorescence (3D-FEEM) would be useful to determine the size profile and nature of the different molecules that could pass through the nanofiltration step and therefore be able to identify possible fouling molecules. It would also be of interest to see how different coagulants/flocculants (C/F) succeed or fail to capture this organic matter.

The literature is quite short regarding the use of HPLC-SEC to characterize digestates. There is one work [4] who used this technique to characterize the aqueous soluble organic matter contained in raw digestates of different origin. Their objective was to predict the impact of the soluble fraction in the biodegradability. The authors carried out the analysis under the principle that water soluble organic particles are classified into two main groups: the small molecules easily biodegradable and those of bigger size that need a previous hydrolysis. In this way they gathered the concentrations of all the particles lower than 6 KDa and on the other hand those higher than 6 KDa; the sum of these two fractions corresponded to 100% of DOM/. On the other hand, 3-D FEEM has been more widely used on digestates either to characterize different types of digestates [5] or to evaluate the maturity and stability of the matrix [6].

With respect to the pretreatment process, there has been some studies in how C/F with different properties (molecular weight, cationic charge, structure...) affect dewaterability of digestates [7,8] but they have not yet assessed how a coagulation/flocculation process would affect a purification membrane process.

The aim of the work will be thus to optimize this innovative fragmentation pathway based on a physical separation process step possibly coupled with a coagulation/flocculation process as a pre-treatment step. The advantage is to be able to adapt the operating parameters according to the quality of the incoming product in order to maintain the productivity of the operation while limiting fouling. The characterization and lab-scale experiments coming from this work and the literature would allow better decisions to be made when selecting the pre-treatment and membrane filtration operating conditions. The identification/quantification of the organic and inorganic compounds native to the digestate is important to be able to take measures to reduce fouling.

-
- [1] Drogg, B., Fuchs, W., Seadi, T. A., Madsen, M., & Linke, B. « Nutrient Recovery by Biogas Digestate Processing. » *IEA Bioenergy*. (2015).
- [2] Cheng, M., Xie, X., Schmitz, P., & Fillaudeau, L. « Extensive review about industrial and laboratory dynamic filtration modules : Scientific production, configurations and performances. » *Separation and Purification Technology*, **265** (2021), 118.
- [3] Carretier, S., Lesage, G., Grasmick, A., & Heran, M. « Water and nutrients recovering from livestock manure by membrane processes. » *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, **93** (2014), 225.
- [4] Tremier, A. M., Buffet, J., Picard, S., & Saint-Cast, P. «Caractérisation physico-chimique des digestats bruts solides et liquides et stabilité biologique résiduelle ». *Projet DIVA*. (2014).
- [5] Akhlar, A. « Characterization of liquid fraction of digestates after solid-liquid separation from anaerobic co-digestion plants » *phD Thesis* (2017).
- [6] Huang, J., Han, L., & Huang, G. « Characterization of digestate composting stability using fluorescence EEM spectroscopy combining with PARAFAC ». *Waste Management & Research: The Journal of the International Solid Wastes and Public Cleansing Association, ISWA*, **37** (2019), 486.
- [7] Heviánková, S., Souček, R., Kyncl, M., & Surovcová, N. « Contribution To The Study Of Flocculation Of Digestate ». *GeoScience Engineering*, **61**(2015), 37.
- [8] Dieude-Fauvel, E., Baudez, J.-C., & Girault, R. « Caractérisation physique des digestats bruts ». *Projet DIVA Livrable 3.2b* (2013).

Traitement d'effluents industriels par couplage de procédés membranaires et oxydation en voie humide : étude de performances

Emilie GOUT^{1*}, Fatimatou-Toure LO¹, Mathias MONNOT¹, Pierre VANLOOT², Olivier BOUTIN¹, Philippe MOULIN¹

¹ Aix Marseille Univ, CNRS, Centrale Marseille, M2P2, Marseille, France.

² Aix Marseille Univ, Avignon Université, CNRS, IRD, IMBE, Marseille, France

* emilie.gout@univ-amu.fr

La quantité et la qualité des eaux usées urbaines et industrielles sont très variées, en conséquence de l'activité industrielle et de l'évolution des modes de vie. Face à des contraintes réglementaires plus strictes et protectrices de l'environnement, le traitement efficace et pérenne de ces effluents est une nécessité [1]. La diversité des polluants, plus ou moins dangereux, réfractaires et nocifs, rend le traitement unique difficile. Le défi est de proposer une solution fiable, flexible et globale pour se conformer aux normes de rejet en vigueur. La filière de traitement développée dans cette étude a pour objectif de traiter des concentrats membranaires industriels stratégiques (issus des procédés d'ultrafiltration ou d'osmose inverse) par oxydation en voie humide (OVH) afin d'abattre la pollution réfractaire. La finalité de la filière est la gestion d'une sortie unique incluant le perméat et l'effluent traité par OVH pour atteindre la qualité nécessaire pour un rejet total à l'environnement. Les procédés membranaires sont des procédés de choix dans le traitement des eaux usées car ils ont l'avantage de réduire significativement le volume de pollution et générer de grands volumes de perméat, avec un coût énergétique relativement faible. Les concentrats, en faible volume, mais très concentrés en pollution, ne peuvent pas être rejetés à l'environnement.

Le procédé d'OVH, largement étudié pour le traitement de molécules toxiques réfractaires, se montre prometteur pour les effluents trop concentrés pour les procédés d'oxydation avancés ou pas assez concentrés pour l'incinération. C'est un procédé qui utilise de l'oxygène dissous provenant d'air ou de dioxygène dans des conditions de pressions et températures respectivement comprises entre 2 – 30 MPa et 150 – 325 °C. La gamme de concentration en demande chimique en oxygène (DCO) requise pour que l'OVH soit autosuffisante en énergie (autothermique) se situe entre 10 – 100 g·L⁻¹ [2]. De telles concentrations sont généralement atteintes dans les concentrats membranaires. C'est une filière qui allie les avantages et palie les inconvénients des deux procédés, à savoir la réduction du volume de pollution et l'augmentation de la DCO pour une OVH autothermique. Le potentiel de cette filière a précédemment été démontré dans une étude de faisabilité sur des effluents synthétiques de différentes natures, avec des abattements du carbone organique (COT) très encourageants. Des facteurs de concentrations élevés ont été obtenus (entre 17 et 40) avec une bonne régénération de la membrane. De plus, l'abattement du carbone organique total (COT) par l'OVH était supérieur à 80 % et les taux de rétention membranaire étaient au moins de 75 % [3]. De ce fait, des campagnes d'essais ont été menées sur des concentrats membranaires industriels réels dans ce travail.

L'OVH non-catalytique avec l'air comme oxydant se déroule dans un autoclave fermé discontinu (Fig. 1) à température, pression et agitation contrôlées. Elle est étudiée sur cinq effluents stratégiques : pharmaceutique, pétrochimique, laitier, rejet industriel complexe et lixiviats de centre de stockage de déchets. Le suivi de la minéralisation et de l'efficacité du procédé est possible grâce à des prélèvements ponctuels. Dans une configuration où l'oxygène est en excès stœchiométrique et que la vitesse d'agitation est optimale, l'efficacité du procédé est fonction de la pression, la température et la durée d'oxydation. La composition

de l'alimentation, définie par la DCO, est aussi un paramètre important pour la cinétique de l'oxydation.

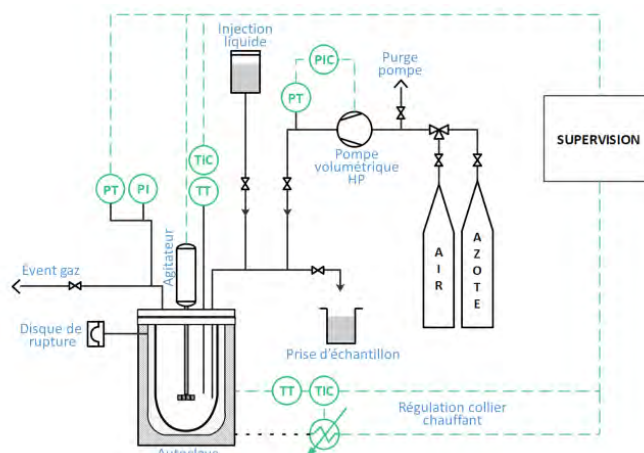


Fig. 1 – Autoclave pour la réaction d'oxydation en voie humide.

Un plan d'expérience de 18 expériences, construit avec le modèle multiplicatif, a permis de réaliser une étude approfondie du traitement des concentrats d'osmose inverse de lixiviats de centre de stockage de déchets par OVH. Les facteurs d'entrée du plan choisis sont quantitatifs : la pression, la température et qualitatifs : la saisonnalité des lixiviats, c'est-à-dire la DCO en fonction des périodes de prélèvement. La pression et la température sont respectivement comprises entre 18 – 21 MPa et 200 – 300 °C et la saisonnalité est représentée par les mois de janvier, mai et octobre. Des analyses de DCO, COT et spectroscopie en fluorescence ont permis de suivre l'efficacité de l'oxydation. Cette étude a mis en évidence l'importance de la température sur la cinétique de dégradation et la quantité de pollution minéralisée. Après 180 min d'OVH, des abattements de 79 % et 90 % ont été observés pour la DCO et le COT respectivement, à 300 °C. A contrario, aucun effet notable de la pression n'a été montré dans le domaine d'étude. Par ailleurs, les expériences sur les quatre autres effluents ont abouti à des abattements très prometteurs supérieurs à 90 % pour la DCO et le COT mettant ainsi en avant la fiabilité de la filière proposée. Ces essais serviront de base (i) à des essais réalisés dans une colonne à bulles et (ii) à des calculs de bilan économique sur la filière, pour tous les effluents étudiés.

Remerciements

Ce projet est financé par l'Agence Nationale de la Recherche (Projet TEMPO : ANR-19-CE04-0002-01).

[1] Directive 2000/60/CE du Parlement Européen et du Conseil établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau. Consulté le: 14 septembre 2020. [En ligne]. Disponible sur: <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/FR/TXT/HTML/?uri=CELEX:02000L0060-20141120&from=EN>

[2] S. Lefèvre, J.-H. Ferrasse, O. Boutin, M. Sergent, R. Faucherand, et A. Viand, « Process optimisation using the combination of simulation and experimental design approach: Application to wet air oxidation », *Chem. Eng. Res. Des.*, vol. **89**, n° 7 (2011) p. 1045

[3] C. Pinchai, M. Monnot, S. Lefèvre, O. Boutin, et P. Moulin, « Coupling membrane filtration and wet air oxidation for advanced wastewater treatment: Performance at the pilot scale and process intensification potential », *Can. J. Chem. Eng.*, vol. **98**, n° 4 (2019) p. 969

Performances de l'ultrafiltration et de l'osmose inverse basse pression pour la production d'eau destinée à la consommation humaine

Hugo TALIGROT^{1*}, N. Jacquet¹, S. Wurtzer², M. Monnot¹, L. Moulin², P. Moulin¹

¹ Aix Marseille Univ., CNRS, Centrale Marseille, M2P2, EPM, Marseille

² Eau de Paris, Ivry-Sur-Seine

* hugo.taligrot@univ-amu.fr

De nos jours, une grande partie des ressources en eau brutes se réduit et leur qualité se dégrade tandis que la demande en eau potable est croissante. Les filières de traitement des eaux doivent être optimisées afin de pallier cette problématique de quantité et qualité. Néanmoins, les réglementations sont de plus en plus restrictives, avec plus d'une cinquantaine de critères de qualité définis par l'Organisation Mondiale de la Santé [1] et une évolution de la réglementation européenne récente. Les procédés de traitement se doivent d'être performants [2]. Les microorganismes pathogènes comme les virus sont un critère de qualité primordial pour la production d'eau potable destinée à la consommation humaine. L'élimination de ces pathogènes est actuellement assurée par des procédés chimiques de désinfection par le chlore ou l'ozone pouvant être complétés par des procédés physiques, notamment les UV ou les procédés membranaires [3]. Les procédés membranaires sont une technologie innovante grandissante depuis plus d'une trentaine d'années, avec de nombreux champs d'application en particulier dans le domaine de l'eau, avec une progression annuelle du marché de 20% [4]. Grâce au phénomène d'exclusion stérique, les membranes d'ultrafiltration et d'osmose inverse pourraient être utilisées pour éliminer les pathogènes [5,6]. Le but de ce travail est d'évaluer les performances des procédés d'ultrafiltration et d'osmose inverse pour retenir les microorganismes pathogènes pour la production d'eau potable selon différents paramètres.

Dans ce projet, des expériences avec des membranes d'ultrafiltration ($J = 100 \text{ L.h}^{-1}.\text{m}^{-2}$) en polyéthersulfone ont été réalisées sur trois types de virus choisis comme modèle (virus entériques Adv 41 et CV-B5 et phages MS2) avec des concentrations d'alimentation variant de 10^2 à $10^{10} \text{ UG.L}^{-1}$. L'effet de la matrice a également été étudiée selon deux types d'eau (eau d'Evian et eau souterraine traitée au Charbon actif en Poudre).

Tableau 1 : Caractéristiques des membranes d'ultrafiltration

Fournisseur	Matériau	Seuil de coupure	Distribution de taille de pores	Perméabilité initiale	Surface active
SUEZ, Aquasource	Polyéthersulfone (PES)	200 kDa	Centrée autour de 20 nm	$900 \pm 100 \text{ L.h}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{bar}^{-1}$	$3,96 \times 10^{-3} \text{ m}^2$

Les résultats des phages MS2 (Figure 1.a) ont montré l'importance de la concentration en virus avec une augmentation de l'abattement logarithmique (LRV) global liée à l'augmentation de la concentration en virus d'alimentation. Les résultats sont identiques pour les deux autres virus entériques. Les trois courbes suivent une tendance similaire avec une rétention inférieure à 1 log pour les concentrations les plus faibles (10^2 à 10^3 UG.L^{-1}) puis une augmentation jusqu'à une rétention d'environ 3 log où elle semble ensuite se stabiliser. Ce mécanisme est probablement lié à des phénomènes d'agrégation virale. De plus, les résultats ont permis d'observer une légère augmentation de la rétention virale des membranes pour l'eau souterraine (Figure 1.b) par rapport à l'eau d'Evian. Cette augmentation peut s'expliquer ici par l'attachement des virus aux particules colloïdales présentes dans l'eau souterraine ou au charbon actif en poudre ayant servi au prétraitement. Dans un second temps, des études sont réalisées sur des membranes d'osmose inverse basse pression ($J = 20 \text{ L.h}^{-1}.\text{m}^{-2}$; taux de conversion = 90 %) sur une large plage de concentration en virus MS2 : de 1.10^3 UG.L^{-1} à

7.10^8 UG.L⁻¹. Les résultats (Figure 2) montrent une augmentation globale du LRV avec la concentration d'alimentation passant de 2,3 à 4,9 log sans pour autant obtenir une rétention totale à laquelle on pourrait s'attendre avec une membrane dense d'osmose inverse.

Cependant, il est difficile de comparer l'efficacité de deux procédés dans des conditions opératoires différentes. Ainsi, une étude plus approfondie du procédé d'osmose inverse basse pression selon différentes conditions opératoire sera réalisée pour évaluer le gain en termes de sécurité sanitaire mais aussi le taux de conversion en eau potable.

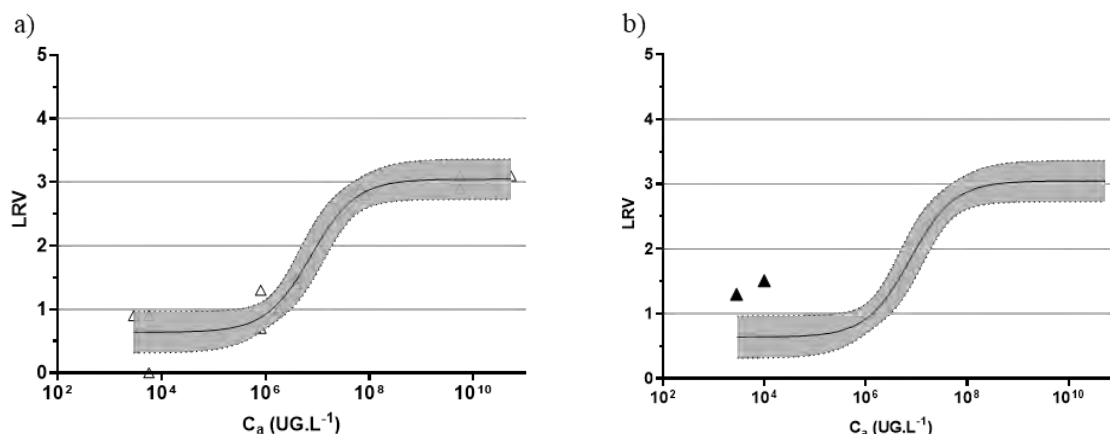


Figure 1 : Phages MS2 : Variation du LRV global en fonction de la concentration en virus d'alimentation a) pour l'eau d'Evian b) pour l'eau d'Evian (-) et pour une eau souterraine traitée au CAP (▲)

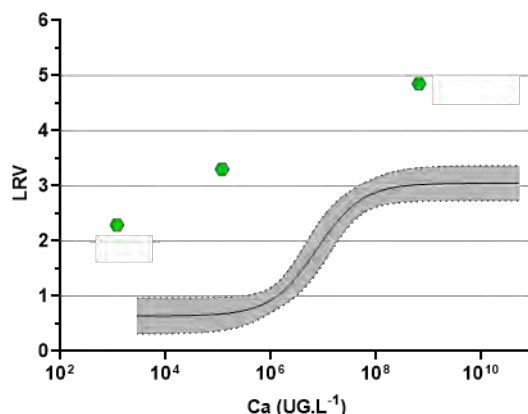


Figure 2 : Phages MS2 : Variation du LRV global en fonction de la concentration en virus d'alimentation par Ultrafiltration (-) et par Osmose Inverse (●)

[1] M. Mace, « Quelles normes de qualité pour l'eau potable ? » (2019).

[2] Ministère de la Transition écologique, « Assainissement » (2017).

[3] Ministère des solidarités et de la santé, « Contexte réglementaire national applicable à la mise sur le marché et à (...) » (2016).

[4] J.-M. Berland et C. Juery, « Les procédés membranaires pour le traitement de l'eau » (2002).

[5] J. G. Jacangelo, S. S. Adham, et J.-M. Laine, *American Water Works Association*, vol. 87 (1995), Art. n° 9.

[6] J. Ravereau, A. Fabre, A. Brehant, R. Bonnard, C. Sollogoub, et J. Verdu, *Journal of Membrane Science*, vol. 505 (2016), p. 174-184.

Utilisation des membranes minérales pour le traitement des eaux de lavage des gaz d'échappement de la marine marchande

Maryse DROUIN^{1*}, Giulia PARRAVICINI¹, Samy NASSER², Philippe MOULIN¹

¹Aix-Marseille Univ., Laboratoire de Mécanique, Modélisation et Procédés Propres (M2P2-CNRS-UMR 7340-EPM), Europôle de l'Arbois, BP 80, Bat. Laennec, Hall C, 13545 Aix-en-Provence cedex 04, France

²CMA CGM, Boulevard Jacques SAADE, 4 Quai d'Arenc 13235 Marseille Cedex 02 – France

* maryse.drouin@etu.univ-amu.fr

La voie maritime représente aujourd'hui l'un des moyens les plus efficaces pour le transport de marchandises à grande échelle et représente plus de 90% du commerce international. Bien qu'essentiel au développement de l'économie mondiale, le transport maritime est néfaste sur l'environnement, la santé humaine, l'écosystème marin. En effet, la combustion du fioul souvent de mauvaises qualités engendre l'émission de gaz toxiques ce qui participe à l'augmentation du réchauffement climatique global. Dans le but de réduire l'empreinte environnementale des bateaux au cours de leurs voyages, l'Organisation Maritime Internationale (OMI) impose des restrictions quant à la teneur en composés toxiques émise à l'atmosphère. En 2020, la concentration de SO_x tolérée dans les fumées d'échappement a été réduite à 0,5% au global. Des limitations plus strictes ayant déjà été mises en place dans les zones sensibles et contrôlées (zones portuaires ou proches des côtes) où la teneur en SO_x a été réduite à 0,1% depuis 2015 [1]. Pour faire face aux nouvelles réglementations et à la forte consommation de fioul liée à la navigation, les armateurs ont décidé d'installer des unités de traitement des gaz d'échappement sur certains de leurs navires déjà en service [2].

La désulfuration des gaz d'échappement et l'élimination des composés toxiques avant rejet à l'atmosphère sont réalisées dans une colonne d'absorption par simple contact entre le gaz à épurer et une phase aqueuse de nature alcaline (eau de mer) (Figure 2). L'unité de traitement est multifonctionnelle, elle est capable de fonctionner soit en « open loop » (simple passage de l'eau dans la colonne) soit en « closed loop » lorsque les réglementations locales imposent de plus strictes limitations notamment sur le rejet des eaux. Lors du fonctionnement « closed loop », la suspension de lavage circule en continu dans la colonne d'absorption. Ainsi au fur et à mesure, au contact du gaz, l'effluent liquide s'acidifie et se charge en polluants, entraînant la diminution des performances du procédé. Pour contrebalancer ces effets, une suspension au fort pouvoir alcalin tel que l'hydroxyde de magnésium (Mg(OH)₂) est ajoutée dans la cuve de circulation et dosée en continu [3]. L'eau de lavage chargée en matières en suspension et en sels est ensuite traitée en vue de sa réutilisation ou bien d'un rejet dans le milieu naturel. Ce traitement est réalisé par procédés membranaires ce qui offre de nombreux avantages notamment en termes de compacité et de propriété de rétention. La qualité de l'eau obtenue au perméat permet son rejet en mer. Le concentrat, quant à lui est récupéré dans un bac tampon en attendant un traitement plus complet après déchargement au port.

En janvier 2022, environ 45 bateaux de la flotte étudiés ont été équipés de cette technologie de traitement et environ 70% d'entre eux ont l'unité membranaire opérationnelle. Cependant, du fait de la récente implantation, une optimisation du fonctionnement des membranes est requise afin de satisfaire les contraintes de navigations, de s'adapter aux propriétés des fluides à traiter et d'anticiper les prochaines normes concernant le rejet des eaux.

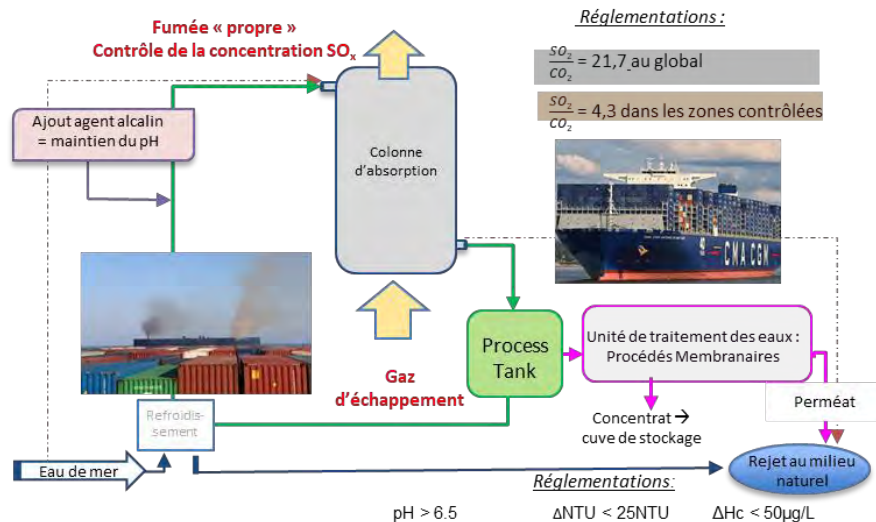


Figure 2: Schéma de principe de l'unité de traitement des fumées

Pour répondre aux besoins et définir des conditions opératoires viables et robustes pour les unités membranaires installées sur les bateaux, des tests de filtration ont été réalisés à l'échelle semi-industrielle sur différentes eaux réelles, directement prélevées dans la cuve de circulation (Process Tank). Un pilote de filtration automatisé a spécialement été dimensionné pour l'étude et les tests de filtration sont réalisés à flux constant sur des membranes minérales en Carbure de Silicium (SiC) [4]. Différents flux, fréquences et durées de BackWash (BW) sont appliqués à la membrane en fonction de la qualité des eaux à traiter. L'objectif de l'étude est de déterminer les paramètres opératoires permettant l'augmentation du taux de récupération en eau (R_w), le maintien des performances sur le long et la rétention de la majorité des composés toxiques (matières en suspension, métaux lourds, hydrocarbures, ...).

De manière générale, l'analyse des résultats met en avant la large variabilité du comportement de la membrane en fonction de la qualité d'eau d'alimentation. En effet, pour un fluide ayant un faible pouvoir colmatant, la perméabilité au cours de la filtration est maintenue à des valeurs supérieures à $400 \text{ L.h}^{-1}.\text{m}^2.\text{bar}^{-1}$ même pour de fortes conditions de filtration (fort flux : $J_p = 250 \text{ L.h}^{-1}.\text{m}^2$ et fort taux de récupération : $R_w = 92\%$). A contrario, pour une même durée de filtration, la perméabilité de travail est de l'ordre de $200 \text{ L.h}^{-1}.\text{m}^2.\text{bar}^{-1}$ pour des fluides plus colmatant avec des conditions de filtration plus faibles ($J_p = 60 \text{ L.h}^{-1}.\text{m}^2$, $R_w = 70\%$). Ainsi pour permettre de stabiliser les performances de filtration des fluides à traiter tout en réduisant le volume de concentrat produit, il est nécessaire de s'adapter au bateau sélectionné (puissance des moteurs, voie de navigation, etc.). Les conditions viables de filtration déterminées par les tests à l'échelle semi-industrielle seront testées en conditions réelles sur les unités déjà implantées à bords des navires.

[1] « IMO 2020 – cutting sulphur oxide emissions ». <https://www.imo.org/en/MediaCentre/HotTopics/Pages/Sulphur-2020.aspx> (consulté le 7 février 2022).

[2] S. Vedachalam, N. Baquerizo, A. K. Dalai, « Review on impacts of low sulfur regulations on marine fuels and compliance options », *Fuel*, vol.310 (2022), p.122243

[3] Y. Zhu *et al.*, « Shipboard trials of magnesium-based exhaust gas cleaning system », *Ocean Engineering*, vol.128 (2016), p.124.

[4] E. Eray *et al.*, « A roadmap for the development and applications of silicon carbide membranes for liquid filtration: Recent advancements, challenges, and perspectives », *Chemical Engineering Journal*, vol.414 (2021), p.128826.

Flow electrode capacitive deionization: Optimizing desalination performance and flowing properties of activated carbon flow electrodes

Myriam TAUK, Francois Zaviska*, Marc Cretin, Mikhael Bechelany, Philippe Sizat

Institut Européen des Membranes, Université de Montpellier, 300 Av. du Professeur Emile Jeanbrau, 34090 Montpellier

* myriam.tauk@umontpellier.fr; francois.Zaviska@umontpellier.fr

While freshwater scarcity has become a global problem, water desalination technologies catch great importance as one of the solutions providing freshwater to our growing population. Flow-electrode capacitive deionization (FCDI) is an innovative electrochemical water desalination technology, combining ion-exchange membranes and flow carbon electrodes. This updated form of conventional capacitive deionization (CDI) has been largely studied and developed over the last decade as an energy-efficient, sustainable, and green technology for fresh water production [1]. The desalination capacity of activated carbon (AC) flow electrodes used mainly in FCDI depends on factors such as the applied voltage, carbon loading, porosity, particle size, particle shape, viscosity etc. of the material in use. In this work, a new approach was adopted, it consists of reducing particle size of commercial AC used in FCDI flow electrodes by ball dry milling method. The reduction in particle size of commercial AC after grinding was confirmed by scanning electron micrographs (SEM) and particle analysis using dynamic light scattering (DLS) method. Formerly, the effect of particle size on the apparent viscosity and desalination efficiency of the different AC flow electrodes in FCDI was examined. Interestingly, desalination efficiency increased considerably by 40% with smaller AC particles, or so called fine AC (FAC), but this was at the expense of higher viscosity of FAC flow electrodes compared to AC flow electrodes [2]. Aiming to reduce the viscosity and improve the flowing properties of these FAC electrodes in our FCDI system, different electrodes were prepared from two populations of particles: low size range (0.65-0.92 μm) and large size range (1.5-2.3 μm). Monomodal and bimodal mixtures at different particle sizes ratios were chosen for the experiment. The results showed the influence of the big to fine particles ratio on the carbon electrode's apparent viscosity and desalination efficiency in FCDI. It was found that bimodal mixtures with 75:25 FAC:AC ratio provided the best desalination efficiency of 72% compared to 34% and 71% for pure AC and pure FAC flow electrodes respectively; this, with an acceptable rheological behavior in our FCDI system marked by a lower viscosity and better flowing properties to pure FAC flow electrode known for its flowing difficulties at high carbon loading.

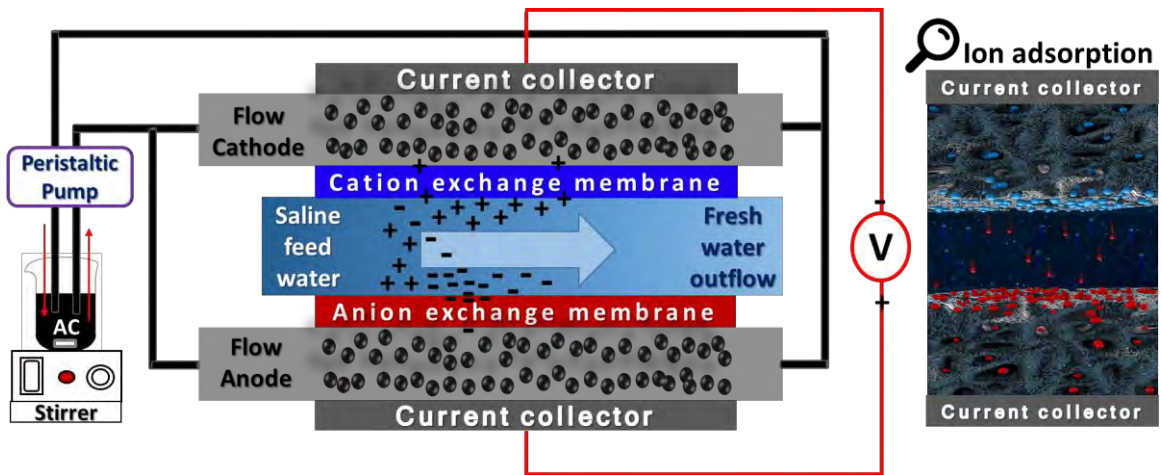


Fig. 1 – Operational representation of flow electrode capacitive deionization (FCDI) system

-
- [1] Flow Electrode Capacitive Deionization (FCDI): Recent Developments, Environmental Applications, and Future Perspectives - PubMed. <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/33724803/>.
 - [2] Folaranmi, G. et al. Investigation of fine activated carbon as a viable flow electrode in capacitive deionization. *Desalination* 525, 115500 (2022).

Amélioration de la filière de traitement des lixiviats issus des déchets ménagers et assimilés

Zineb Bouabdallah¹, Geoffroy Lesage², Houria Hamitouche¹, Julie Mendret², Mohamed Wahib Naceur¹, Marc Heran²

¹ Laboratoire: Eau, Environnement et Développement Durable, Université Saad Dahlab Blida 1, BP. Route de Soumaa, 09000 Blida, Algérie.

² IEM (Institut Européen des Membranes), Université de Montpellier, Place E. Bataillon, F-34095, Montpellier, France.

* zineb.bouabd@gmail.com

Les lixiviats issus des centres d'enfouissement techniques des déchets sont des effluents très complexes, particulièrement du fait de leur potentielle toxicité pour le milieu naturel [1], leur salinité élevée et une DCO dure (difficilement biodégradable) présente à de fortes concentrations comme de nombreux métaux toxiques [2, 3]. Le traitement des lixiviats est donc très difficile par les procédés conventionnels. A cet effet le bioréacteur à membranes (BRM) associé à une nanofiltration répond parfaitement à ce critère d'effluent chargé[4]. En revanche, son essor économique est fortement limité par le colmatage des membranes d'ultrafiltration et de nanofiltration qui est dû principalement à la matière organique dissoute [5, 6].

L'objectif premier de ce travail est le suivi en fonction du temps de la variation des paramètres globaux de la matière organique (DCO, COT, DBO₅) dans les lixiviats de la filière de traitement de l'EPIC-GECITALE de la wilaya d'Alger, composée d'un réacteur biologique membranaire (BRM) associé à une étape de nanofiltration. Dans un deuxième temps une oxydation /Précipitation pour renforcer l'étape de nanofiltration à la sortie de l'étape d'ultrafiltration (Perméat UF) a été envisagée. Les ferrates de sodium synthétisés in situ dans des conditions optimales ont servis à l'oxydation/précipitation/coagulation-floculation. A cet effet, la fluorescence 3D (3DEEM) a été utilisée pour identifier et suivre les fractions de la matière organique dissoute issus du BRM d'une station de traitement des lixiviats. Les résultats de cette étude ont montré que l'ajout des ferrates de sodium au niveau du perméat UF pour un pH variant entre 7 et 8 permet de réduire la concentration de molécules fluorescentes, du type acides humiques (AH), acides fulviques (AF) et les produits solubles microbiens (PSM). D'autre part une Précipitation/Oxydation à l'aide de ferrates de sodium synthétisés par un procédé électrolytique a permis un abattement de la DCO et le COT respectivement de 31% et 42%, ainsi qu'une élimination importante des espèces métalliques tel que le Cobalt, le Nickel, l'Arsenic et le Baryum.

Mot clés : Lixiviats, BRM, Matière organiques dissoute, Ferrate de sodium, Fluorescence 3D.

1. Reis, B.G., et al., *Organic compounds removal and toxicity reduction of landfill leachate by commercial bakers' yeast and conventional bacteria based membrane bioreactor integrated with nanofiltration*. Waste Management, 2017. **70**: p. 170-180.

2. Rikta, S., S.M. Tareq, and M.K. Uddin, *Toxic metals (Ni 2+, Pb 2+, Hg 2+) binding affinity of dissolved organic matter (DOM) derived from different ages municipal landfill leachate*. Applied water science, 2018. **8**(1): p. 5.
3. Rodriguez, J., et al., *Removal of non-biodegradable organic matter from landfill leachates by adsorption*. Water Research, 2004. **38**(14-15): p. 3297-3303.
4. Ahmed, F.N. and C.Q. Lan, *Treatment of landfill leachate using membrane bioreactors: A review*. Desalination, 2012. **287**: p. 41-54.
5. Christensen, M.L., et al., *Effects of relaxation time on fouling propensity in membrane bioreactors*. Journal of membrane science, 2016. **504**: p. 176-184.
6. Myat, D.T., et al., *Membrane fouling mechanism transition in relation to feed water composition*. Journal of membrane science, 2014. **471**: p. 265-273.

Culture de microalgues en eau ultrafiltrée : de l'étude de faisabilité au développement industriel

Clémence Cordier ^a, Christophe Stavrakakis ^b, Adeline Lange ^c, Frédéric Chenier ^c, Philippe Moulin ^{a*}

^a Laboratoire de Mécanique, Modélisation et Procédés Propres (M2P2-CNRS-UMR 7340), Aix-Marseille Université, Europôle de l'Arbois, BP 80, Bat. Laennec, Hall C, 13545 Aix-en-Provence cedex 04, France

^b Plateforme expérimentale Mollusques Marins, Station Ifremer de Bouin, Polder des Champs, 85230 Bouin, France

^c Vendée Naissain, Polder des Champs, 85230 Bouin, France

* philippe.moulin@univ-amu.fr

1. Introduction

La production de microalgues en éclosérie et nurserie conchylicole, est indispensable pour alimenter les coquillages. Afin de protéger le phytoplancton mais aussi les huîtres, l'eau utilisée pour ces cultures doit être traitée. L'ultrafiltration a déjà montré son intérêt dans des applications au sein d'écloséries et nurseries conchylicoles pour le traitement des eaux entrantes afin de protéger des élevages [1] mais aussi pour le traitement des effluents [2]. L'objectif de la présente étude est d'appliquer l'ultrafiltration pour la culture de microalgues fourrages à échelle industrielle et comparer la croissance obtenue avec une eau de mer traitée par les procédés conventionnels : une succession de préfiltration et filtrations combinées à une désinfection par UV.

2. Matériels et méthodes

Deux espèces de microalgues, *Isochrysis lutea* (T-iso) and *Tetraselmis suecica* (Tetra) dont les qualités nutritives et leur facilité de culture font d'elles les espèces majoritairement produites en conditions contrôlées [3], ont été cultivées sur des volumes de 300 L en eau de mer ultrafiltrée. Cette eau ultrafiltrée est produite par un pilote capable de produire $20 \text{ m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$, équipé de membranes fibres creuses Aquasource en PES avec une taille de pores de $0,02 \mu\text{m}$ (surface filtrante : 8 m^2) et dont les conditions de filtration ont été optimisées lors de précédentes études [1-2]. Pour comparaison, des cultures témoins ont été réalisées dans les mêmes conditions (température, bullage d'air et CO_2 , volume) mais alimentées par une eau ayant subi les traitements mis en place au sein de la plateforme Mollusque Marins de Bouin (PMMB) où ont été réalisés les essais. Cette chaîne de traitement consiste en une préfiltration, 2 désinfections UV et des filtrations fines de $1 \mu\text{m}$ et $0,22 \mu\text{m}$. Chaque jour, un volume (entre 50 et 150 L) est prélevé dans les 4 cultures pour alimenter les élevages d'huîtres de la plateforme puis celles-ci sont reconstituées à 300 L avec l'eau étudiée. Les paramètres physico-chimiques des cultures et des eaux ainsi que les concentrations en microalgues sont suivis quotidiennement. En complément, des observations au microscope ont été régulièrement réalisées.

3. Résultats et discussion

Dans le cas des cultures de T-iso, les résultats mettent en avant un impact de la qualité d'eau sur la concentration en microalgues obtenues puisque sur 3 des 4 cultures réalisées, un gain de 6 à 30 % en densité cellulaire est mesuré dans les cultures de microalgues en eau ultrafiltrée (Figure 1). Si ce constat n'est pas observé sur les cultures de Tetra, le procédé

d'ultrafiltration montre cependant avec cette espèce une meilleure protection des cultures vis-à-vis de parasites. Aucun prédateur n'est détecté dans les cultures alimentées en eau ultrafiltrée ce qui n'est pas le cas des 4 cultures réalisées en eau de mer désinfectée par UV (Figure 2).

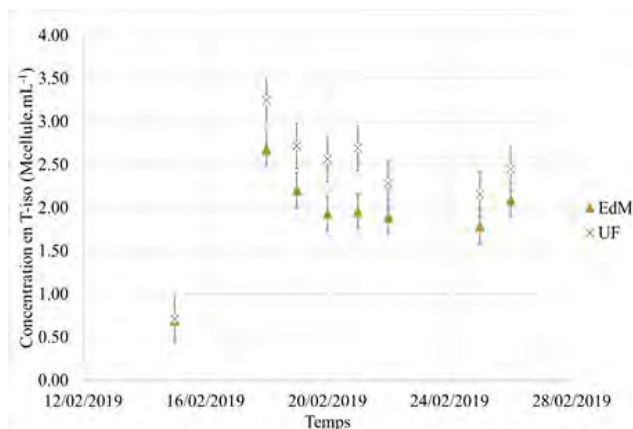


Figure 1 : Evolution des concentrations de T-iso en fonction du temps



Figure 2 : Cilié observé en eau de mer traitée par UV

4. Conclusion

Pour conclure, cette étude a démontré que (i) l'eau ultrafiltrée est adaptée à la culture de microalgues fourrages et (ii) que celle-ci apporte deux avantages : un gain sur la densité cellulaire obtenue et une meilleure protection des cultures qui sont alors plus prévisibles et contrôlables. Ces résultats ainsi que la facilité à produire l'eau ultrafiltrée comparée à la succession de traitements mis en place à la PMMB (réduction de 3 étapes), ont mené à un changement des méthodes de productions de cultures de microalgues au sein de cet établissement puisque l'ensemble des microalgues en grand volumes, *Tetraselmis*, *T-isochrysis* et *Thalossiera weissflogii*, sont cultivées en eau ultrafiltrée. Les retours sur plus d'un an de culture de ces 3 espèces en eau ultrafiltrée confirment les conclusions obtenues.

- [1] Cordier, C., A. Voulgaris, A. Bacchi, R. Trepos, M. Mege, P. Sauvade, F. Coelho, B. Morga, C. Stavrakakis, P. Moulin, Membrane to protect shellfish production toward ostreid herpes virus, Aquaculture America 2020, 9-12 February 2020, Honolulu, USA
- [2] Cordier, C., C. Stavrakakis, B. Dupuy, M. Papin, P. Sauvade, F. Coelho et P. Moulin, Ultrafiltration for environment safety in shellfish production: removal of oyster gametes in hatchery effluents, Aquaculture Engineering 84 (2019) 80-90.
- [3] Helm, M.M., 2004. The hatchery culture of bivalves: a practical manual (No. No. 639.2 F3 v. 471). FAO.

Modification des propriétés interfaciales de membranes fibres creuses par l'incorporation d'oxyde de graphène (GO)

Danae Gonzalez-Ortiz, Jeanne CASSETTA, Mikhael Bechelany, Philippe Miele, Céline Pochat-Bohatier*

Institut Européen des Membranes, IEM UMR 5635, Univ Montpellier, CNRS, ENSCM, Place E. Bataillon, F- 34095, Montpellier, France.

* celine.pochat@umontpellier.fr

La pollution de l'eau est l'un des problèmes les plus graves au monde. Aujourd'hui, la disponibilité d'eau propre devient un vrai défi dans certains pays [1]. Les chercheurs tentent de résoudre cette problématique en mettant au point des méthodes de purification de l'eau plus efficaces et moins coûteuses, tout en minimisant l'utilisation de produits chimiques. Les procédés membranaires sont devenus une technologie clé très importante pour le traitement de l'eau pour différentes applications (purification d'eau potable, dessalement d'eau de mer et traitement des eaux usées). En particulier, les Membranes en Fibres Creuses polymères (MFC), développées avec le polysulfone (PSU) ou le fluorure de poly(vinylidène) (PVDF), sont couramment utilisées industriellement en raison de leurs bonnes propriétés physicochimiques comme par exemple leur bonne résistance chimique, leur bonne stabilité thermique et une énergie de surface basse [2]. Par contre, leur performance en séparation est limitée par les phénomènes de colmatage qui réduisent leur durée de vie. Il est bien connu que la polyvinylpyrrolidone (PVP) est utilisée en tant qu'agent porogène lors de la fabrication des membranes par séparation de phase et qu'elle permet aussi d'améliorer l'hydrophilie de surface. L'introduction de ce polymère permet aussi de limiter le colmatage des membranes pendant leur utilisation. Les propriétés de surface des membranes peuvent aussi être améliorées par l'introduction de nanomatériaux hydrophiles au niveau des interfaces [3]. Ainsi, cette étude concerne l'incorporation de matériaux 2D hydrophiles au sein de la membrane, tels que l'oxyde de graphène (GO). Le composite formé pourrait présenter des propriétés avantageuses grâce à la formation de liaisons hydrogène intermoléculaires entre les groupements hydrophiles du GO et ceux de la PVP, augmentant l'hydrophilie de la membrane et améliorant ses propriétés mécaniques.

L'objet de cette étude est d'améliorer les propriétés mécaniques des MFC et de réduire les effets de colmatage. Pour cela, des MFC à base de PSU/PVP/GO ont été fabriquées par inversion de phase avec une fileuse. L'influence des différents paramètres de filage, tels que la vitesse de circulation du collodion et du liquide interne, a été étudiée. La morphologie des fibres a été observée par microscopie électronique à balayage (MEB) et la composition de surface a été examinée par spectroscopie infrarouge à Transformé de Fourier en mode réflectance totale atténuée (ATR-FTIR). L'effet de l'ajout de GO a été examiné par la mesure de la stabilité thermique, de la charge de surface et des propriétés mécaniques. Les propriétés de filtration à l'eau ont également été étudiées.

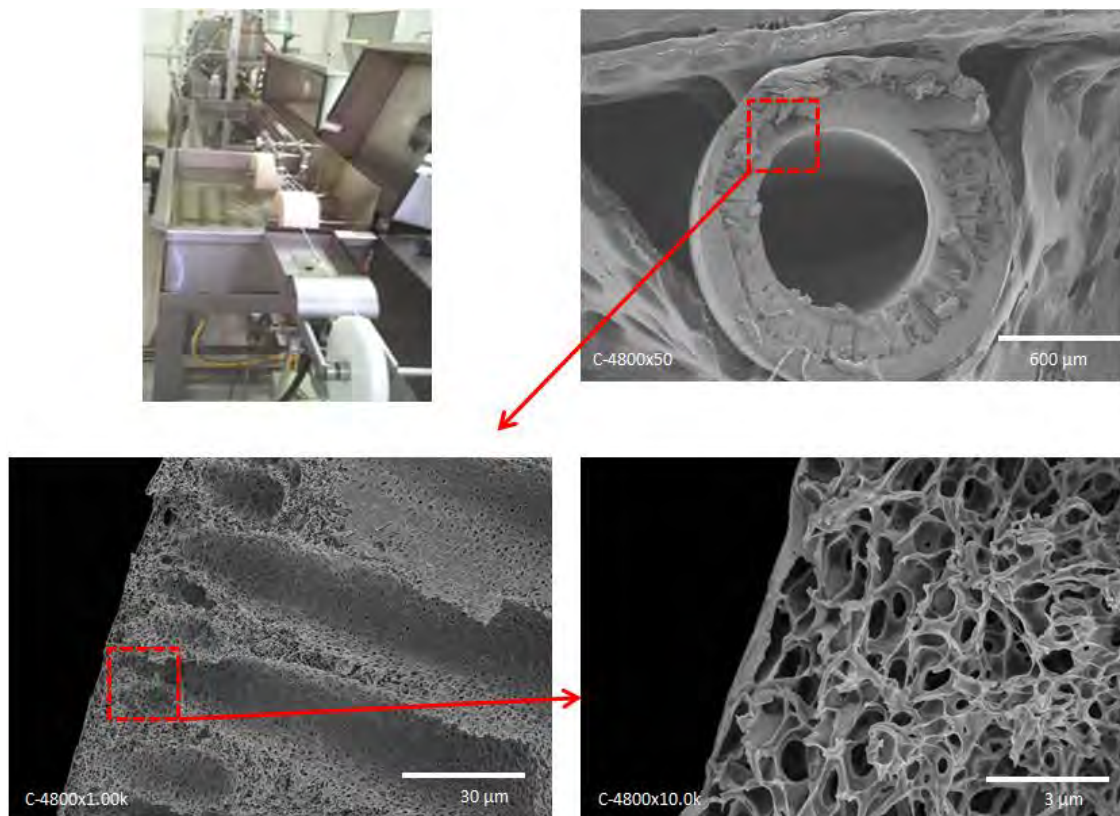


Figure 3. Production des fibres creuses PSU/PVP/GO

Remerciements

L'IEM a bénéficié d'une aide européenne "Fonds Européen de Développement Régional" - Programme Opérationnel FEDER-FSE Languedoc-Roussillon 2014-2020 pour la réalisation de ce projet.

-
1. Prüss-Üstün, A., et al. *Safer water, better health: costs, benefits and sustainability of interventions to protect and promote health*, World Health Organization, Geneva, 2008.
 2. N.M. Mokhtar et al. *Preparation and characterization of PVDF membranes incorporated with different additives for dyeing solution treatment using membrane distillation*, *Desalination and Water Treatment*, **56**, (2015), 1999.
 3. Ma, H., et al., *A facile approach to enhance performance of PVDF-matrix nanocomposite membrane via manipulating migration behavior of graphene oxide*, *Journal of Membrane Science* **590**, (2019), 117268.

Limitation du colmatage dans les bioréacteurs à membranes à l'échelle industrielle : modélisation et caractérisation de l'hydrodynamique.

Elodie SUARD^{1,3}, Y. Fayolle¹, C. Albasi^{3*}, S. Guérin², V. Rocher², S. Gillot⁴, M. Alliet³

¹ Université Paris-Saclay, INRAE, PROSE, F-92761 Antony Cedex, France

² SIAAP, Direction de l'innovation et de l'environnement, F-92700 Colombes, France

³ LGC, Université de Toulouse, CNRS, INPT, UPS, Toulouse, France

⁴ INRAE, UR REVERSAAL, F-69625 Villeurbanne Cedex, France

* claire.albasi@ensiacet.fr

Malgré leur fort développement en assainissement domestique urbain, les bioréacteurs à membranes (BaM) pâtissent de phénomènes de colmatage, induisant des coûts énergétiques et de maintenance importants. L'aération séquencée des membranes par des grosses bulles est l'une des stratégies pour limiter le colmatage ; son impact a fait l'objet de nombreuses études mais reste globalement mal compris, notamment du fait de la complexité de ces systèmes, multiphasiques et opaques. L'hydrodynamique des réacteurs reste mal caractérisée en présence de boues activées [1]. Ainsi, les paramètres de l'aération intermittente ou cyclique, les débits d'aération et les intervalles, devraient être optimisés en tenant compte des caractéristiques des boues, du colmatage et de l'élimination des nutriments.

Un pilote de filtration membranaire semi-industriel (2 m³, 3 sous modules fibres creuses Puron®) a été conçu, dimensionné et installé sur l'unité de traitement des jus (TDJ) de la station d'épuration Seine Aval (SIAAP), afin d'être alimenté en boues activées dans des conditions réelles de fonctionnement. Le suivi des paramètres opératoires du pilote et de ses performances de filtration sur une période de 4,5 mois avait un double objectif : (i) caractériser la dispersion du gaz pour différentes conditions de fonctionnement (paramètres de l'aération, concentration en boues dans le pilote), (ii) hiérarchiser les facteurs limitant le colmatage. Il s'agit *in fine* de proposer des stratégies d'aération pour limiter le colmatage.

Afin de caractériser la dispersion du gaz dans le réacteur, une méthodologie innovante basée sur la tomographie de résistivité électrique (ERT) a été adaptée au pilote. Les conditions d'utilisation de l'ERT (nombre d'électrodes de mesure, séquence de quadripôles) ont été sélectionnées à travers une étude numérique, de même que les paramètres d'inversion nécessaires pour reconstituer la cartographie des résistivités électriques à partir des mesures expérimentales. Cette étude, réalisée sous COMSOL, a permis de conclure à l'intérêt de la méthode pour représenter la distribution des phases. L'ERT a donc été appliquée au pilote alimenté en boues, pour différentes conditions d'aération (fig 1)

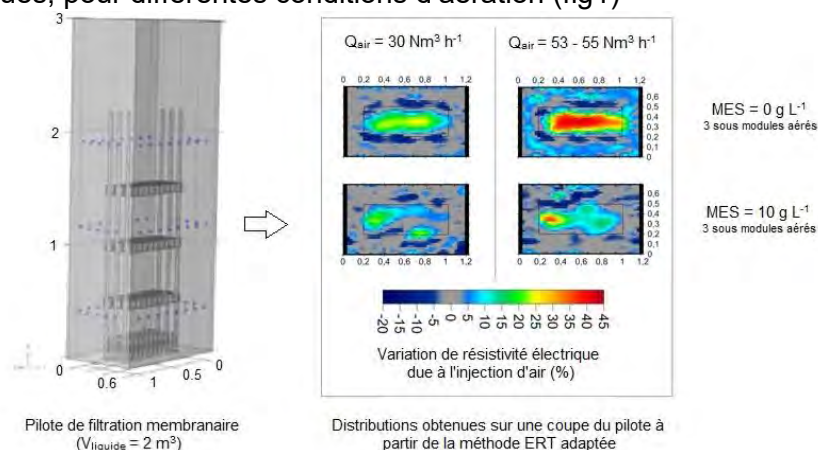


Figure 1 : pilote et distributions de résistivités électriques obtenues

Le jeu de données de filtration a par ailleurs été analysé par logique floue, à l'aide du logiciel FisPro [2]. Les arbres de décision obtenus, en analysant les résultats de manière globale et

en les regroupant par variation de paramètres opératoires (par exemple fig 2), ont mis en évidence l'impact prépondérant des variables suivantes sur la dérive de perméabilité observée (comprise entre - 9 et 2 LMH/bar) : la différence de DCO entre le surnageant des boues activées et le perméat (ΔDCO) traduisant une phase colloïdale complexe, et la concentration en matières en suspension (MES), ayant toutes deux un impact négatif sur les performances de filtration. Une augmentation du débit d'air conduirait à une limitation de la dérive de perméabilité, sauf lorsque la variable ΔDCO est élevée ($>$ à 500 mg/L), cette hypothèse restant cependant à vérifier sur une base de données plus conséquente. Le modèle ainsi obtenu par logique floue permet de mieux simuler les évolutions de perméabilité que les modèles obtenus par régression linéaire multivariée (erreurs de 0,61 et de 0,79 respectivement), et ce malgré une incertitude relative importante sur la mesure de perméabilité (jusqu'à 16 %).

Ces résultats sont cohérents avec la dispersion du gaz observée par ERT : son homogénéité dépend de la concentration en MES et du débit d'air injecté. A forte concentration en MES (6 – 10 g/L), des zones préférentielles de passage des bulles ont été observées, en particulier à faible débit d'air, expliquant ainsi un colmatage plus important.

L'utilisation nouvelle dans ce contexte de ces techniques, ERT et logique floue, donne des résultats qui confortent l'intérêt d'adapter l'aération (débit, séquençage) aux caractéristiques des boues notamment leur viscosité liée à la concentration en MES, et qui permettent d'envisager des stratégies de contrôle basées sur ces paramètres.

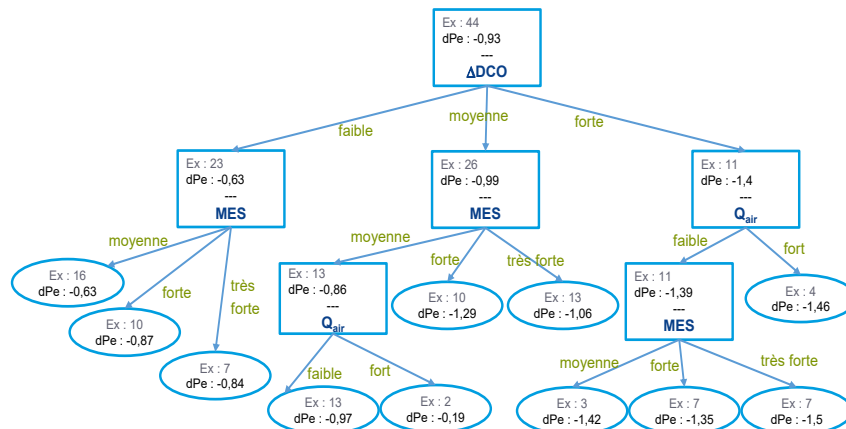


Figure 2 : Arbre de décision en considérant la variation du débit d'aération (dPe en $L \cdot m^{-2} \cdot h^{-1} \cdot bar^{-1}$)

[1] Meng, Fangang, Shaoqing Zhang, Yoontaek Oh, Zhongbo Zhou, Hang-Sik Shin, So-Ryong Chae. « Fouling in Membrane Bioreactors: An Updated Review ». *Water Research* **114** (mai 2017): 151-80. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.02.006>.

[2] https://www7.inra.fr/mia/M/fispro/fispro2013_fr.html

CaTiO₃-Cu based composites combined with 2D graphene oxide nanosheets as photocatalyst to enhance the degradation of paracetamol via peroxymonosulfate activation

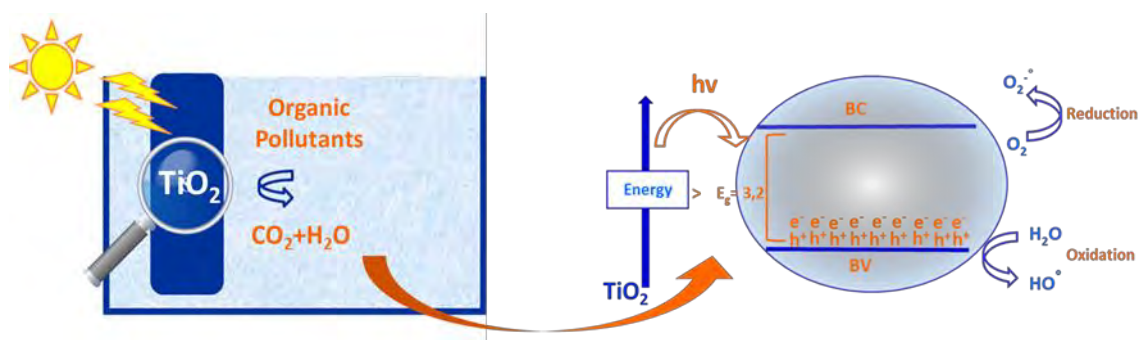
Fida TANOS^{1,2}, Antonio RAZZOUK², Marc CRETIN¹, Geoffroy LESAGE¹, Mikhael BECHELANY^{1*}

¹Institut Européen des Membranes, IEM, Univ Montpellier, CNRS, ENSCM, Montpellier, France

²Laboratoire des Analyses Chimiques, Faculté des Sciences 2, Université Libanaise, Fanar, Liban

* mikhael.bechelany@umontpellier.fr

Contamination of water bodies by emerging and persistent contaminants is a global challenge, which is impacting adversely the balance of environment and human health. Conventional wastewater treatment processes did not prove their efficiency toward the treatment of those organic substances and particularly for the pharmaceuticals pollutants. A promising environmentally friendly technique for a more efficient removal of these compounds is the photocatalysis (PC) which is a form of advanced oxidation processes (AOP)¹. A key point in the PC process is the ability to design high performance photocatalysts systems based on metal oxide–graphene–metal nanocomposites active under visible light to propose an efficient material for the treatment of wastewater. In this study, a heterojunction of calcium titanate (CTO) with copper metal based composites have been synthesized. Different amounts (x) of graphene oxide (GO) (x % = 1, 3, and 5%) were added to the CTO-Cu by one-step sintering process. The crystallinity and morphology of the materials were characterized with scanning electron microscopy (SEM), X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) and X-ray diffraction (XRD). In order to investigate the optical properties, UV-Vis diffuse reflectance and photoluminescence spectroscopies were used. Hence, the degradation efficiency of the different CTO-Cu-GO samples toward a synthetic effluent containing paracetamol was monitored using high performance liquid chromatography (HPLC) and TOC analysis. The degradation efficiency of paracetamol was enhanced with the introduction of peroxymonosulfate (PMS) as active component. Under visible light, CCTO-3GO (1 cm² surface pellet) could degrade 96% of 10 ppm paracetamol, with 0.5 mM PMS in 210 mL after 180 min. The excellent photocatalytic degradation could be attributed to the high amount of copper metal in this sample that was induced by the GO leading to a large absorption of solar irradiation and rapid separation of the photo excited electron-hole pairs. A good stability has shown after 5 cycles under visible light which confirm its reusability. This work reveals that CTO-Cu-3GO has a great potential for photocatalytic removal of pharmaceutical pollutants in wastewater treatment applications.



5

Fig. 1 – Photocatalytic process

-
- (1) Sayegh, S.; Tanos, F.; Nada, A.; Lesage, G.; Zaviska, F.; Petit, E.; Rouessac, V.; Iatsunskyi, I.; Coy, E.; Viter, R.; Damberg, D.; Weber, M.; Razzouk, A.; Stephan, J.; Bechelany, M. Tunable TiO₂-BN-Pd Nanofibers by Combining Electrospinning and Atomic Layer Deposition to Enhance Photodegradation of Acetaminophen. *Dalton Trans.* **2022**, 51 (7), 2674–2695. <https://doi.org/10.1039/D1DT03715C>.

Traitement de condensat par ultrafiltration en vue de leur réutilisation dans des chaudières

Grégory CANO ^{1*}, Maddie QUARTARARO ², Philippe MOULIN ¹

¹ Aix Marseille Univ, Centrale Marseille, CNRS, M2P2, Equipe Procédés Membranaires (EPM), Aix en Provence, France

² FORTIL, 8 Allée de Vilnius, 83500 La Seyne-sur-Mer, France

* gregorycano@gmail.com

1. Introduction

Dans le domaine de la pétrochimie, l'utilisation de chaudière de grande capacité est impérative pour faire fonctionner les différents procédés. Cette étude concerne le traitement de condensat contenant de la pollution hydrocarbonée afin de la réutiliser au sein d'une chaudière de grande capacité. La vapeur produite par la chaudière passe ainsi dans des échangeurs, des lignes de réchauffage, des turbines etc. La partie condensée après son usage est collectée sous forme de condensat. Le condensat qui est réinjecté dans les chaudières doit être exempt d'hydrocarbures (< 0,5 ppm) et présenter une faible turbidité pour éviter un éventuel endommagement. Les objectifs sont donc de (i) traiter la pollution chronique qui peut fluctuer entre 2 et 5 ppm d'hydrocarbures et (ii) traiter la pollution accidentelle, nettement supérieure, entre 50 et 100 ppm sur une période très courte. Un procédé d'ultrafiltration sera utilisé pour le traitement de ce type d'effluent particulier puisqu'il s'agit d'eau quasiment pure à très forte température (90-100°C) et fort débit (300 m³.h⁻¹).

2. Matériels et méthodes

Les premiers essais ont été réalisés sur un pilote d'ultrafiltration en laboratoire permettant de traiter un volume de 100L à température ambiante. L'objectif était de déterminer le seuil de coupure des membranes. Par la suite, un pilote semi industriel (Figure 1) équipé d'une cuve de travail de 250L, 3 thermo-résistances (80°C) et 2 membranes en série a été utilisé en laboratoire, puis directement sur le site afin de prendre en compte la fluctuation des effluents. Les membranes céramiques utilisées sur site présentent un seuil de coupure de 50 kDa (52 canaux) et une surface membranaire de 0.42 m².



Fig. 1 – Pilote d'ultrafiltration semi industriel

3. Résultats

Les essais effectués en laboratoire ont permis d'atteindre des valeurs de FCV (Facteur de Concentration Volumique) important avec une perméabilité de l'ordre de 200 et 170 $L \cdot h^{-1} \cdot m^2 \cdot bar^{-1}$ pour des seuils de coupure respectivement de 150 et 50 kDa (Figure 2). Le plus faible seuil de coupure permet de répondre aux attentes en termes de rétention en hydrocarbures. Pour les conditions opératoires utilisées (température, concentration, PTM...) les résultats indiquent ainsi un très bon abattement de la turbidité (< 0.5 NTU) et de la concentration en hydrocarbure (< 0.4 $mg \cdot L^{-1}$). Les essais in situ effectués avec des volumes plus importants (jusqu'à 1500 litres) permettent d'obtenir une concentration en hydrocarbure inférieure à 0.1 $mg \cdot L^{-1}$ dans le perméat pour des FCV = 50 (Figure 2).

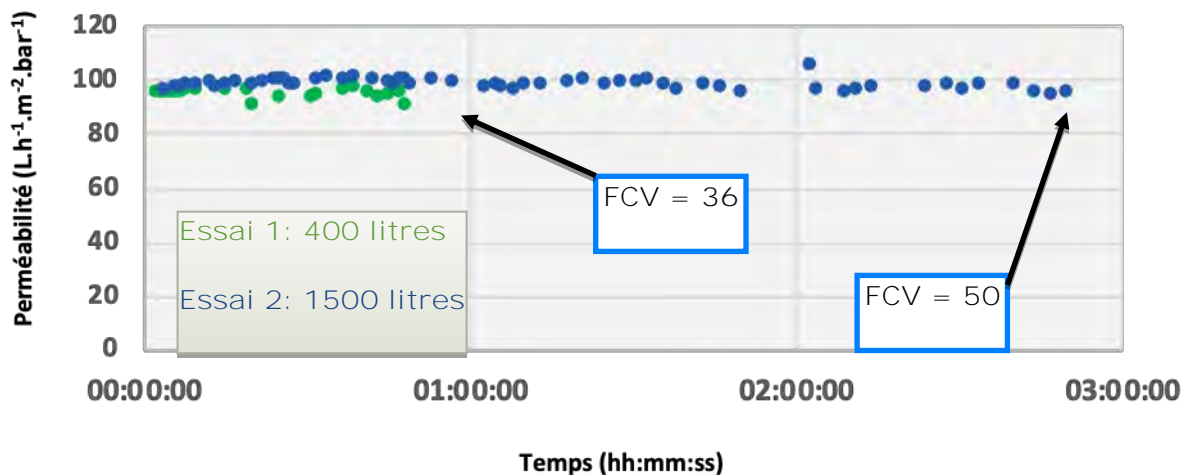


Fig. 2 – Evolution de la perméabilité en fonction du temps pendant l'étape de concentration

4. Conclusion

Dans le cadre très particulier du traitement de condensat à haute température, il apparaît, que ce soit à l'échelle laboratoire ou avec des essais sur site, que l'ultrafiltration permet un très fort abattement de la turbidité et de la concentration en hydrocarbure dans le perméat (< 0.5 ppm). La régénération des membranes est effective avec des nettoyages chimiques classiques (acide – base) et permet de dimensionner l'unité industrielle qui sera installée sur site.

Fabrication de membranes polymériques fibres creuses : étapes, procédé et méthodes

Jeanne Casetta*, Danae Gonzalez-Ortiz, Morgan Nouxet, Céline Pochat-Bohatier, Mikhael Bechelany, Philippe Miele

Institut Européen des Membranes, IEM UMR 5635, Univ Montpellier, CNRS, ENSCM, Place E. Bataillon, F- 34095, Montpellier, France.

* jeanne.casetta@umontpellier.fr

Au cours des dernières années, le développement industriel, la croissance démographique et le changement climatique ont fortement menacé l'environnement écologique et la santé humaine. Les eaux de surface et souterraines étant de plus en plus contaminées, la disponibilité et la sécurité de l'eau potable sont devenues un défi mondial permanent. Jusqu'à présent, de nombreux procédés de purification de l'eau ont été développés et les procédés membranaires sont devenus une technologie clé très importante pour différentes applications comme la purification d'eau potable, le dessalement d'eau de mer et le traitement des eaux usées. [1] En effet, grâce à leurs nombreux avantages tels qu'une efficacité de séparation élevée, une facilité d'utilisation, une faible consommation d'énergie et leur comportement respectueux de l'environnement [2], les membranes sont parmi les plus avancées. Les Membranes Fibres Creuses en polymères (MFC), composées de polysulfone (PSU) ou de fluorure de poly(vinylidène) (PVDF), sont les plus utilisées dans l'industrie pour le traitement de l'eau de par leurs propriétés physicochimiques avantageuses comme par exemple leur très bonne résistance chimique aux procédures de lavage, leur bonne stabilité thermique et une faible énergie de surface [3].

Notre laboratoire est équipé d'une chaîne de filage à l'échelle pilote capable de produire des MFC à partir d'une solution de polymères via le procédé d'inversion de phases (NIPS). Selon la tête de filage utilisée, des MFC par simple ou par double extrusion (ou co-extrusion) peuvent être fabriquées. L'objectif de nos travaux est de réaliser des modifications de surface in-situ ou hors ligne en étudiant l'influence des paramètres opératoires du procédé sur la morphologie membranaire et les fonctions des MFC obtenues. La co-extrusion permet d'apporter une modification de surface des membranes in-situ et en ligne, en leur conférant par exemple un caractère plus hydrophile. De nombreux paramètres comme la position de la tête de filage au-dessus du bain de coagulation ou bien les débits des solutions peuvent être adaptés afin d'obtenir des fibres avec des caractéristiques différentes. Les MFC subissent ensuite des post-traitements afin d'assurer la conservation de leurs propriétés au cours du temps. Enfin, un certain nombre de contrôles et de caractérisations sur les produits finis sont effectués via les techniques suivantes : Microscopie optique, Microscopie Electronique à Balayage (MEB), spectroscopie infrarouge (FTIR), perméabilité à l'eau, propriétés mécaniques, angle de contact et étude du colmatage.

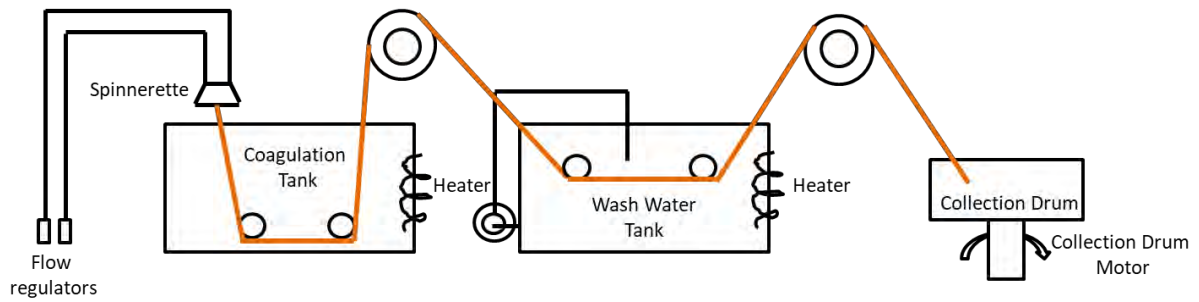


Figure 4: Schéma de la fileuse

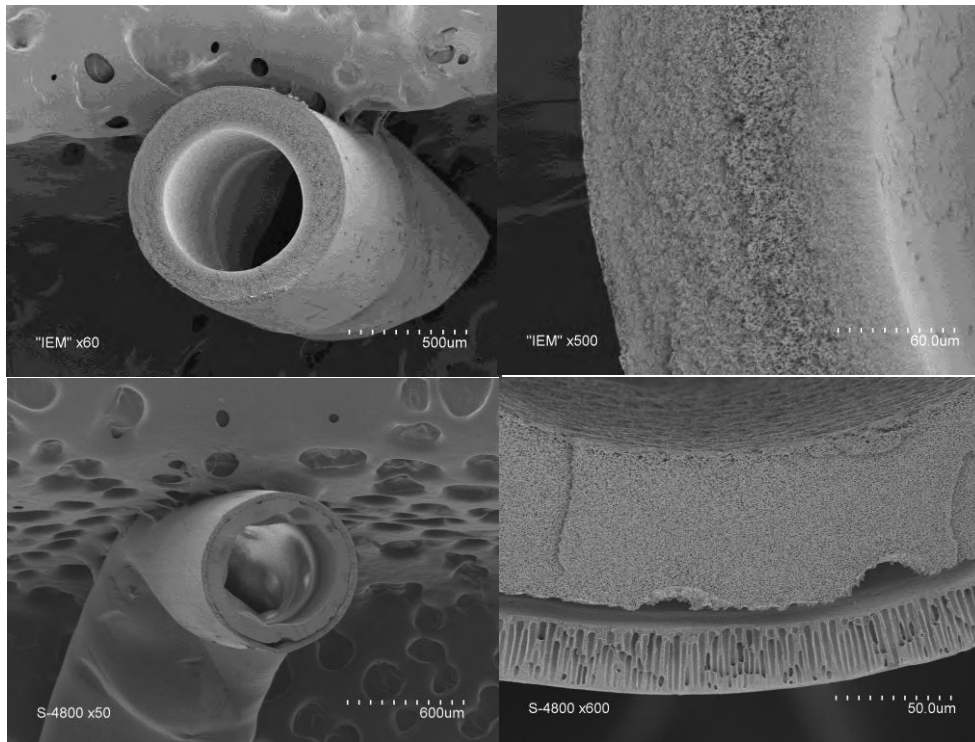


Figure 2 : Images MEB de fibres par simple extrusion (en haut) et double extrusion (en bas)

Remerciements

Ce projet fait partie d'INNOMEM et reçoit un financement du programme de recherche et d'innovation Horizon 2020 de l'Union européenne sous la convention de subvention N° 862330.

4. Prüss-Üstün, A., et al. *Safer water, better health: costs, benefits and sustainability of interventions to protect and promote health*, World Health Organization, Geneva, 2008.
5. S. Yang, Q. Zou, T. Wang, L. Zhang, *Journal of Membrane Science*, **2019**, 569, 48-59.
6. N.M. Mokhtar et al. *Preparation and characterization of PVDF membranes incorporated with different additives for dyeing solution treatment using membrane distillation*, *Desalination and Water Treatment*, **56**, (2015), 1999.

Mise en œuvre du Quorum Quenching pour limiter la communication bactérienne intervenant dans les bioréacteurs à membrane.

J. Teychene^{1*}, E. Mideksa^{1,2}, A. Tourette Diallo², N. Dietrich¹, C. Guigui¹

¹ TBI, INSA CNRS UMR 5504, INRA UMR 792, Université de Toulouse, 31077 Toulouse.

² CIRIMAT, CNRS UMR 5085, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 31062 Toulouse.

* johanne.teychene@insa-toulouse.fr

Ces dernières années, les coûts énergétiques des bioréacteurs à membrane (BAM) ont été considérablement réduits, notamment par l'optimisation de l'aération de type « grosse bulle » nécessaire à la limitation du colmatage membranaire (ensemble des phénomènes réduisant les flux transférés à travers la membrane). Aujourd'hui, la stratégie scientifique permettant de diminuer ce colmatage s'oriente vers le contrôle des phénomènes à l'interface membranaire, tout en maintenant des conditions hydrodynamiques efficaces mais peu énergivores.

Dans ce contexte, le Quorum Quenching (QQ) est récemment apparu comme une solution innovante de contrôle du colmatage en tant qu'outil de limitation de Quorum Sensing (QS) [1]. Le QS est basé sur la capacité des bactéries à produire, libérer, évaluer et répondre aux signaux chimiques appelés auto-inducteurs. Dans les BAM, il a été démontré que la communication bactérienne qui prévaut est assurée par les N-acyl-L-homosérine lactones (AHLs) [2]. Une récente méthode consiste ainsi à utiliser des particules solides poreuses permettant de piéger des bactéries ayant la capacité de perturber le signal QS via la production d'enzymes. Ces enzymes, en catalysant des réactions de dégradation des AHLs, vont permettre de limiter le développement du biofilm sur la membrane et donc réduire le colmatage (Figure 1). Ces objets, appelés « QQ-Mat », sont introduits dans le réacteur membranaire mettant en œuvre la biodégradation, créant ainsi des réacteurs type « triphasés » (biomasse pour la dégradation, bulles d'air pour limiter le colmatage et solide avec les QQ-Mat). Les premières études réalisées au laboratoire TBI ont permis de comprendre la fluidisation de ces objets dans le réacteur de filtration membranaire grosses bulles et l'hydrodynamique induite par la présence des grosses bulles et des QQ-Mat dans l'eau [3]. Des QQ-Mat de différentes formes (billes, cylindres creux, feuilletés) ont été étudiés (Figure 2).

L'objectif de la présente étude est maintenant d'optimiser l'élaboration des QQ-Mat en fonction des phénomènes impliqués dans le QQ appliqué au BAM. Pour cela, différentes formulations et conditions opératoires de gélification d'hydrogels composés de Calcium et d'Alginate ont été testées pour l'obtention et la mise en forme des QQ-Mat. La sélection des nouveaux QQ-Mat s'est faite en lien avec les propriétés de complexation, de gonflement, de dégradation, ainsi qu'avec la structure interne des supports. Différentes méthodes permettant de caractériser ces supports ont été mises en œuvre. Par exemple, la morphologie des QQ-Mat a été étudiée par microscopie et la porosité des QQ-Mat a été analysée par analyse BET, après séchage au CO₂ supercritique. La prochaine étape consiste à quantifier le transfert interne des molécules impliquées dans le QQ (AHLs), en lien avec les propriétés intrinsèques des nouveaux QQ-Mat et avec l'hydrodynamique du réacteur.

La potentialité des nouveaux QQ-Mat sera finalement évaluée vis-à-vis de la réduction du colmatage membranaire dans les BAM.

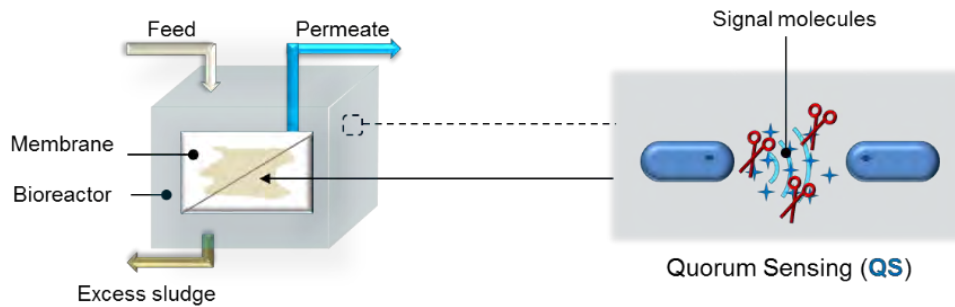


Figure 1 : Perturbation du signal QS par les enzymes [3].

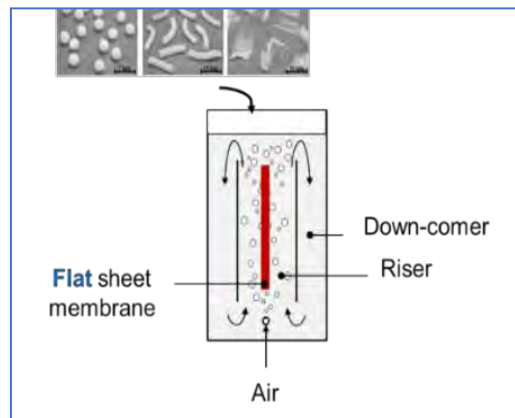


Figure 2 : Exemple de bioréacteur à membrane aéré en présence de « QQ Mat » [3].

[1] S.R. Kim et al., Biofouling control with bead-entrapped quorum quenching bacteria in membrane bioreactors: Physical and biological effects, *Environ. Sci. Technol.*, 2013, **47**, 836.

[2] H. Waheed, I. Hashmi, S. J. Khan, S.R. Kim, M. Arshad, H.Nasir, Microbial population dynamics and profiling of quorum sensing agents in membrane bioreactor. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 2015, **113**, 66.

[3] N. Bouayed, N. Dietrich, C. Lafforgue, C.H. Lee, C. Guigui, Process-Oriented Review of Bacterial Quorum Quenching for Membrane Biofouling Mitigation in Membrane Bioreactors (MBRs), *Membranes*, 2016, **6**, 52.

Modèle à base de connaissances intégré pour un bioréacteur à membrane de très grande taille : un outil vers l'optimisation et le contrôle du procédé

Kashif NADEEM¹, Queralt PLANA², Claire ALBASI¹, Jean BERNIER², Sam AZIMI², Vincent ROCHER², Marion ALLIET^{1*}

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

2 SIAAP, Direction Innovation, Colombes, France

* marion.alliet@ensiacet.fr

Les bioréacteurs à membrane (BàM) sont utilisés dans des stations de traitement des eaux usées à très grande échelle (> 100 000 m³/j) en raison de leurs nombreux avantages, dont la qualité excellente et constante de l'eau traitée. Toutefois, la perte de perméabilité des membranes causée par le colmatage entraîne des coûts d'exploitation élevés, principalement dus aux besoins d'aération et de nettoyage chimique [1]. Dans ce contexte, la modélisation mathématique permet de réduire ces coûts en proposant des outils d'aide à la décision. Des modèles intégrés, comprenant un modèle de développement des boues activées (ASM) et un modèle de filtration à résistances en série pour prendre en compte l'influence des processus biologiques sur les phénomènes de colmatage, ont été mis au point, principalement à petite échelle [2]. Des modèles ASM ont également été testés sur des stations industrielles (< 10 000 m³/j) de BàM [3-5]. S'agissant des BàM de très grande taille, la modélisation des interactions entre la biologie et la filtration reste un challenge.

Une station BàM de très grande taille, d'une capacité de traitement de 360 000 m³/jour (SIAAP, Seine aval), a été utilisée pour développer un modèle intégré. Les étapes de calibration et de validation du modèle ont été réalisées à l'aide des données d'exploitation de l'usine. Les caractéristiques de l'installation sont présentées dans le tableau 1. Le système comprend 6 bassins biologiques en parallèle avec équi-répartition des débits et alimentant 28 cuves membranaires. Les pressions transmembranaires (PTM), flux et débits d'eau, débit d'air et séquençage de l'aération grosses bulles (10/10-10/30) ont été enregistrés pour chaque cuve. Des expériences de respirométrie ont permis de déterminer les fractions de DCO, les concentrations d'autotrophes (X_{ANO}) et d'hétérotrophes (X_{OHO}) ainsi que leur taux de croissance. Les concentrations d'exopolymères (EPS) ont été quantifiées. Les mesures et données opératoires ont été traitées à l'aide de vérification de bon sens, de bilan matière et de méthodes statistiques. L'ensemble des données obtenues a été utilisé, pour partie pour initialiser le modèle et pour partie pour le valider.

Tableau 1: Caractéristiques de la station

Volume total du bioréacteur	m ³	125 362
Distribution volumique des zones	%	Pré-anoxie (1,8 %); Anaérobie (21,1 %); Anoxie (28,7 %); Aérobie (42,1 %); Cuves membranaires (6,3 %)
Surface membranaire	m ²	462 336
Recirculation		r1 (130%); r2 (240%); r3 (400%)
Membrane Material	-	Polyvinylidene fluoride (PVDF)
Taille des pores	µm	0,4
Type de membranes	-	Zenon, Fibres creuses, ZeeWeed D500

Un modèle intégré dynamique [2] a été élaboré et mis en œuvre dans l'environnement MATLAB. La partie biologique du modèle, EPS-ASM3-BioP [4], prend en compte l'activité stœchio-cinétique de la biomasse pour l'élimination du carbone, de l'azote et du phosphore,

l'aération biologique et la précipitation avec FeCl_3 . Le modèle de filtration par résistance en série couvre la dynamique de colmatage due à la filtration et à l'aération intermittentes et au rétrolavage. Les influences de la température, de la pression transmembranaire, des matières en suspension de la liqueur mixte et des concentrations d'EPS ont été prises en compte. Le modèle énergétique a été développé en considérant l'énergie consommée par le pompage de l'eau d'alimentation, du perméat et des recirculations, par le rétrolavage, les nettoyages chimiques, l'extraction des boues, l'agitation et les aérations « biologiques » et de limitation du colmatage des membranes.

La modélisation d'un tel système BÀM à grande échelle est complexe. Les données ont été traitées du point de vue de la cohérence, les mesures fausses détectées ont été réévaluées. Le modèle intégré a permis de simuler les processus biologiques, chimiques et physiques du BÀM à très grande échelle. Les résultats simulés correspondent aux données mesurées, avec des tendances similaires pour les 92 jours sans/avec ajout de FeCl_3 . Les résultats simulés pour l'élimination de la DCO sont corrects. La précision du modèle pour l'élimination du NH_4 , des NO_x (nitrates et nitrites), des MES et du PO_4 en termes de racine de l'erreur quadratique moyenne était respectivement de 0,80, 0,92, 1,10 et 0,85. La PTM a également été bien simulée avec une erreur moyenne de 8 % (figure 1). Ces résultats montrent que le modèle intégré est adapté à la simulation de l'ensemble des processus du BÀM de très grande taille : biologiques, physiques, et chimiques. Le bilan énergétique a également été réalisé avec précision sur l'ensemble de la station, soulignant que le processus contribuant principalement à la dépense énergétique est l'aération prévue pour la membrane (58 %).

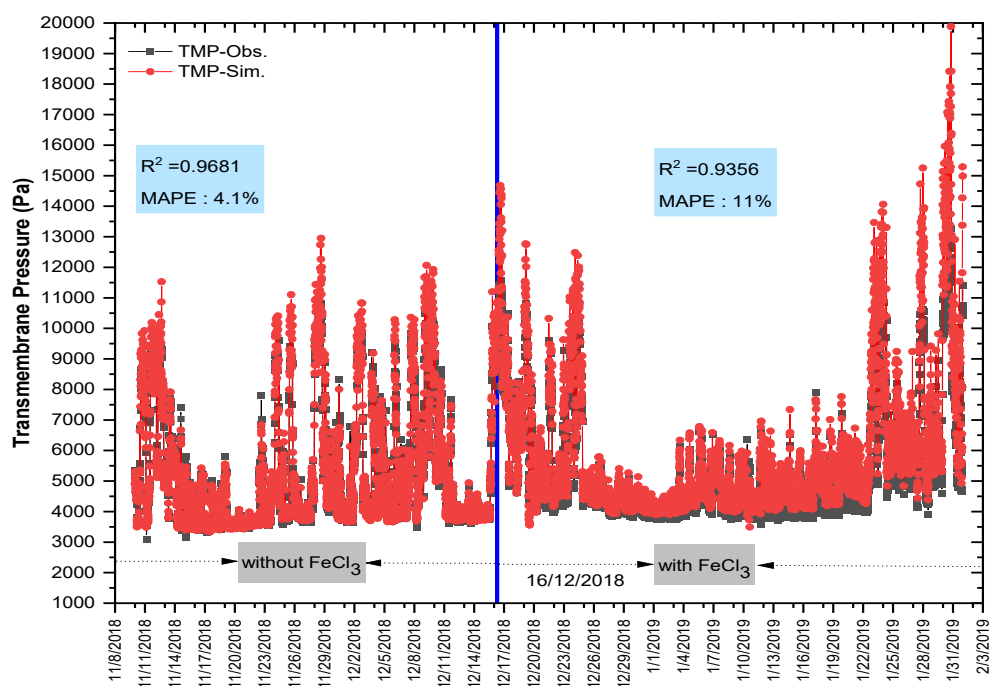


Figure 1 : Résultats mesurés et simulés pour la pression transmembranaire

Un travail considérable sur l'analyse et la structuration des données a permis la mise en place d'un modèle à base de connaissance pour une filière BÀM de très grande taille, et la simulation avec succès de son fonctionnement et la consommation d'énergie. L'objectif est maintenant d'utiliser ce modèle pour optimiser le fonctionnement de la station en termes de performances de dépollution et de coûts d'exploitation.

-
- [1] K. Xiao, S. Liang, X. Wang, C. Chen, et X. Huang. *Bioresource Technology* **271** (janvier 2019): 473-81.
 [2] A. Zarragoitia-González, S. Schetrite, M. Alliet, U. Jáuregui-Haza, et C. Albasi. *Journal of Membrane Science* **325**, no 2 (1 décembre 2008): 612-24.
 [3] S. Gabarrón, S., M. Dalmau, J. Porro, I. Rodriguez-Roda, et J. Comas. *Chemical Engineering Journal* **267**, n° 0 (1 mai 2015): 34-42..
 [4] Lu, S.G., T. Imai, M. Ukita, M. Sekine, T. Higuchi, et M. Fukagawa. 2001. *Water Research* 35(8), 2038-48.
 [5] J. Sun, P. Liang, X. Yan, K. Zuo, K. Xiao, J. Xia, Yong Qiu, et al. *Water Research* **93** (15 avril 2016): 205-13.

Tunable TiO₂-BN-Pd nanofibers by combining electrospinning and atomic layer deposition to enhance photodegradation of acetaminophen

Syreina ALSAYEGH, Francois ZAVISKA, Geoffroy LESAGE, Mikhael BECHELANY*

Institut Européen des Membranes, UMR 5635 ENSCM-UM-CNRS Université Montpellier, Place Eugene Bataillon, F-34095 Montpellier cedex 5, France

* mikhael.bechelany@umontpellier.fr

The demand for fresh and clean water sources is increasing globally, and there is a need to develop novel routes to eliminate micropollutants and other harmful species from water. Photocatalysis is a promising alternative green technology that has shown great performance in the degradation of persistent pollutants. Titanium dioxide is the most used catalyst owing to its attractive physico-chemical properties, but this semiconductor presents limitations in the photocatalysis process due to the high band gap and the fast recombination of the photogenerated carriers. Herein, a novel photocatalyst has been developed, based on titanium dioxide nanofibers (TiO₂ NFs) synthesized by electrospinning. The TiO₂ NFs were coated by atomic layer deposition (ALD) to grow boron nitride (BN) and palladium (Pd) on their surface. The UV-Vis spectroscopy measurements confirmed the increase of the band gap and the extension of the spectral response to the visible range. The obtained TiO₂/BN/Pd nanofibers were then tested for photocatalysis, and showed a drastic increase of acetaminophen (ACT) degradation (>90%), compared to only 20% degradation obtained with pure TiO₂ after 4 h of visible light irradiation. The high photocatalytic activity was attributed to the good dispersion of Pd NPs on TiO₂-BN nanofibers, leading to a higher transfer of photoexcited hole carriers and a decrease of photogenerated electron-charge recombination. To confirm its reusability, recycling tests on the hybrid photocatalyst TiO₂/BN/Pd have been performed, showing a good stability over 5 cycles under UV and visible light. In addition, toxicity tests as well as quenching tests were carried out to check the toxicity of the byproducts formed and to determine active species responsible for the degradation. The results presented in this work demonstrate the potential of TiO₂/BN/Pd nanomaterials, and open new prospects for the preparation of tunable photocatalysts [1].

Keywords: TiO₂-BN-Pd nanocomposites; nanofibers, electrospinning; atomic layer deposition; photocatalysis; acetaminophen

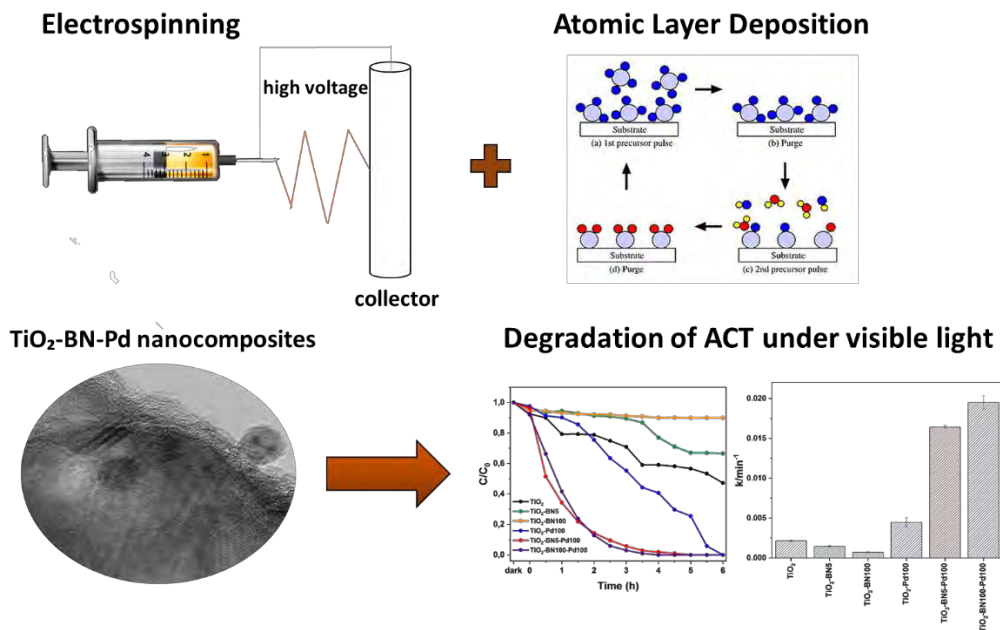


Fig. 1 – Preparation of TiO₂/BN/Pd nanocomposite by combining two techniques electrospinning and atomic layer deposition and evaluation of their photocatalytic activity for the degradation of acetaminophen.

- [1] S., Sayegh, F., Tanos, A., Nada, G., Lesage, F., Zaviska, E., Petit,... & M., Bechelany. «Tunable TiO₂-BN- Pd nanofibers by combining electrospinning and atomic layer deposition to enhance photodegradation of acetaminophen. » Dalton Trans., **51** (2022), 2674.

Evaluation de l'effet d'un rétrolavage essoré sur le colmatage d'une membrane UF pour le traitement de l'eau de mer et l'eau municipale par un pilote semi-industriel

Tarik ELJADDI ^{1*}, Jiaqi YANG ¹, Clémence Cordier ¹, Mathias MONNOT ¹, Christophe Stavrakakis ², Philippe Moulin ¹

¹ Aix Marseille Univ, CNRS, Centrale Marseille, M2P2-EPM (UMR 7340), Marseille, France

² Laboratoire Sécurisation des Productions en Conchyliculture, Station Ifremer de Bouin, Polder des Champs, 85230 Bouin

* eljaddi@gmail.com

L'ultrafiltration (UF) sur membrane présente plusieurs avantages comme un procédé de séparation et désinfection en une seule étape [1]. Avec une taille de pore voisine ou supérieure à 0.01 μm , elle peut bloquer tous les virus, les bactéries et la matière en suspension. En plus, ce procédé est propre, économe, compact et modulable selon la taille des applications. En revanche, comme les autres procédés membranaires, l'UF est affectée par le phénomène de colmatage dû à l'accumulation de la matière en suspension et organiques à la surface de la membrane [2]. Pour réduire l'effet du colmatage sur le flux et augmenter la durée de vie de la membrane, le rétro lavage (RL) est nécessaire. Il existe deux types de retro lavages : le retro lavage classique (RL) qui consiste à faire passer l'eau ultrafiltrée du coté perméat vers le coté alimentation et le retro lavage essoré (RL_{ess}) qui consiste à injecter de l'air avant ou pendant le RL classique [3]. L'objectif de cette étude est d'évaluer l'effet de RL_{ess}, l'air est injecté avant le RL pour deux matrices différentes : Eau de mer (Station de Ifremer, Bouin) et eau municipale (station d'épuration, Marseille). Pour réaliser cette étude, un pilote (Fig.1) semi industriel totalement automatique est utilisé. Le module membranaire contient des fibres creuses multicanaux en Polyethersulfone (PES) avec une perméabilité initiale de 1000 L.h⁻¹.m⁻².bar⁻¹ et un seuil de coupure de 200 kDa. L'évaluation des performances du procédé est basée sur le suivi de la perméabilité et de la qualité du perméat en fonction du temps pour des couples (flux de filtration ; durée de filtration) avec une fréquence de RL_{ess}/RL de 1/3 et 1/9. L'impact de la qualité de l'eau d'alimentation sur ces performances est aussi étudié. En plus, un modèle des résistances en sérié est utilisé pour évaluer l'effet de RL_{ess} sur les différentes résistances de colmatages. Globalement, Les résultats ont clairement montré que le RL_{ess} est plus efficace que le RL classique pour les deux matrices testées (eau de mer et eau municipale) avec une qualité d'eau inchangée. Cela signifie que les nettoyages chimiques seront moins fréquents engendrant une utilisation de moins de produits chimiques et par conséquent une amélioration de la durée de vie de la membrane. Toutefois la matrice d'eau filtrée impacte les performances des RL_{ess} et par conséquent celles du procédé.

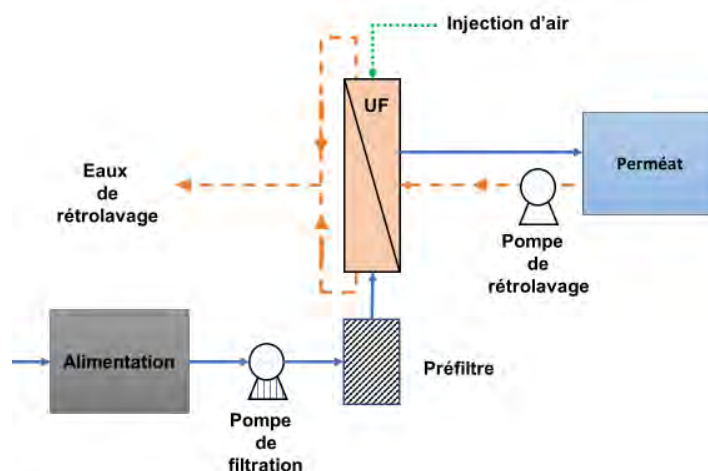


Fig. 1 – Schéma du pilote UF : circuit de filtration, de rétrolavage et d'injection d'air

- [1] X. Li, L. Jiang, H. Li, Application of Ultrafiltration Technology in Water Treatment, IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci. 186 (2018). doi:10.1088/1755-1315/186/3/012009.
- [2] X. Shi, G. Tal, N.P. Hankins, V. Gitis, Journal of Water Process Engineering Fouling and cleaning of ultrafiltration membranes: A review, J. Water Process Eng. 1 (2014) 121–138. doi:10.1016/j.jwpe.2014.04.003.
- [3] C. Clémence, C. Stavrakakis, P. Sauvade, F. Coelho, P. Moulin, Air Backwash Efficiency on Organic Fouling of UF Membranes Applied to Shellfish Hatchery Effluents, Membranes (Basel). 8 (2018) 48. doi:10.3390/membranes8030048.

Traitement des eaux usées domestiques à énergie positive par Bioréacteur à Membrane Anaérobie Granulaire

Lucie SANCHEZ¹, Marc HERAN¹, Geoffroy LESAGE^{1*}

¹ Institut Européen des Membranes, Université de Montpellier, France.

* geoffroy.lesage@umontpellier.fr

Le bioréacteur à membrane anaérobie à biomasse granulaire (G-AnMBR) est un bioprocédé qui combine le traitement biologique anaérobie à la biomasse granulaire et la séparation membranaire du type ultrafiltration. Si elle est bien exploitée, la synergie entre ces trois technologies permettrait au G-AnMBR d'être compétitif en termes de qualité de traitement, maîtrise du colmatage membranaire et rendement énergétique [1]. Le travail présenté se concentre sur l'appréciation, la compréhension et l'optimisation des performances d'un G-AnMBR à l'échelle laboratoire pour le traitement d'un effluent synthétique ($DCO_{\text{entrée}} \approx 400 \text{ mg/L}$) à température ambiante (25°C).

Le pilote G-AnMBR consiste en un réacteur de type UASB (*Upflow Anaerobic Sludge Blanket*) dans lequel une membrane plane d'ultrafiltration ($0,04 \mu\text{m}$; $0,34 \text{ m}^2$; PES ; Microdyn Nadir) est immergée. Un réacteur UASB a été exploité en parallèle, dans les mêmes conditions opératoires ($HRT = 13 \text{ h}$, $OLR = 0,8 \text{ kgDCO} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{d}^{-1}$, $T = 25^\circ\text{C}$, $DCO_{\text{entrée}} = 400 \text{ mg/L}$), en tant que réacteur témoin. Les deux réacteurs ont étéensemencés avec la même biomasse granulaire acclimatée progressivement pendant 12 mois au substrat utilisé et aux conditions opératoires appliquées. Les deux réacteurs ont été alimentés en continu par le bas du réacteur avec une alimentation synthétique complexe composée d'acides gras volatils (AGV – i.e. acétate et propionate), de composés solubles fermentables (i.e. glucose et acides aminées) et de substrats particuliers (i.e. peptone et amidon) dans les proportions de 1:3 chacun. Un cycle de filtration de 10 min, décomposé en 8min15s de filtration, 30s de relaxation, 45s de rétrolavage et 30s de relaxation a été appliqué, résultant en un flux net de filtration de $1,45 \pm 0,35 \text{ LMH}$. Le surnageant a été recirculé afin d'appliquer une vitesse ascensionnelle liquide de $2 \text{ m} \cdot \text{h}^{-1}$. Pendant 4 mois, les deux réacteurs ont été suivis en termes de (i) stabilité du procédé, (ii) qualité de l'effluent de sortie, (iii) production de biogaz et (iv) caractérisation de la biomasse granulaire. Pour cela, la pression transmembranaire (PTM), les AGV, le pH et le redox ont été suivis au cours du temps. Les performances de traitement ont été évaluées en termes d'élimination de la DCOt, de la DCOs, du COD, des nutriments (N et P) et des MES. Le débit et la composition du biogaz ont été suivi par compteurs de gaz à déplacement liquide (MGC, Ritter, Allemagne) et GC-TCD. La concentration en biogaz dissous a été mesurée par la méthode dite du *headspace* couplée à la GC-TCD [2]. Un bilan de matière sur la DCO a ainsi pu être réalisé. La biomasse granulaire a été caractérisée par la distribution de taille des particules, le potentiel zêta, l'indice de volume de Mohlman et le potentiel méthanogène spécifique.

Après 12 mois d'acclimatation de la biomasse et 4 mois d'exploitation des réacteurs en parallèle il a été démontré que :

- La stabilité et l'efficacité du G-AnMBR a été quasi immédiate tandis qu'une période transitoire d'un mois a été observée pour l'UASB (Figure 1).
- Le G-AnMBR a révélé de meilleures performances épuratoires sur les MES et la matière organique ($1 \text{ mg-MES/L}_{\text{effluent}}$ et un rendement de 93% sur la DCOt et 98% sur le COD) par rapport à l'UASB ($11 \text{ mg-MES/L}_{\text{effluent}}$, 79% DCOt et 86% COD) (Figure 1). Cette différence est attribuée à la membrane d'ultrafiltration qui retient les composés particuliers et colloïdaux ainsi que certaines macromolécules.
- La quantité de méthane moyenne produite dans le réacteur G-AnMBR s'est avérée plus importante que dans l'UASB (0,85 vs 0,57 NL-CH₄/j). Cela met en évidence le fait que les composés retenus par la membrane sont des composés ou sous-produits de

dégradation non-décantables et lentement biodégradables. Au lieu d'être entrainés dans le surnageant, comme c'est le cas dans l'UASB, ces composés sont convertis en biogaz grâce à un temps de contact plus long avec la biomasse.

- La présence de la filtration membranaire a permis de maintenir la distribution de taille des particules au sein du G-anMBR tandis que les granules de diamètre $d_p > 0,63$ mm sont devenus prédominants dans l'UASB.
- Une plus grande proportion de DCO est utilisée pour la croissance bactérienne au détriment de la production de méthane au sein de l'UASB. Cette accroissement est en compensation à la perte de biomasse dans le surnageant de l'UASB.

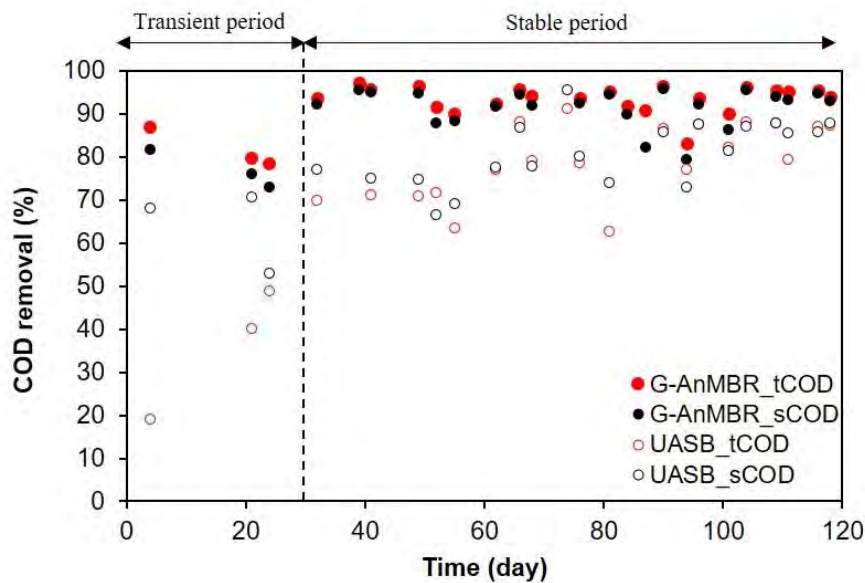


Fig. 1 – Rendement d'élimination de la DCO totale et soluble au sein des deux bioréacteurs (G-AnMBR et l'UASB) au cours des 120 jours de la campagne expérimentale

[1] A. L. Smith, L. B. Stadler, N. G. Love, S. J. Skerlos, and L. Raskin, 'Perspectives on anaerobic membrane bioreactor treatment of domestic wastewater: A critical review', *Bioresource Technology*, vol. 122, pp. 149–159, Oct. 2012

[2] J. B. Giménez, N. Martí, J. Ferrer, and A. Seco, 'Methane recovery efficiency in a submerged anaerobic membrane bioreactor (SAnMBR) treating sulphate-rich urban wastewater: Evaluation of methane losses with the effluent', *Bioresource Technology*, vol. 118, pp. 67–72, Aug. 2012

Bleach Production With a New Method Based on a Zero Gap Electrolysis Cell

Rihab BELHADJ AMMAR^{1, 2}, Takoua OUNISSI², Christian LACHET¹, Lasâad DAMMAK^{1,*}, Arthur MOFAKHAMI³, Emna SELMANE BELHADJ HMIDA²

¹ Université Paris-Est Créteil, CNRS, ICMPE, UMR 7182, 2 rue Henri Dunant, 94320 Thiais, France ; larchet@u-pec.fr, dammak@u-pec.fr

² Laboratoire de Chimie Analytique et d'Électrochimie, Département de chimie, Faculté des Sciences de Tunis, Campus Universitaire, 2092 Tunis El Manar, Tunisie; ounissi.takoua@gmail.com, belhadj.rihab25@gmail.com, emnaselmane@gmail.com

³ Gen-Hy, rue de la Soie, 94310 Orly, France ; amofakhami@gen-hy.com

* dammak@u-pec.fr

Commercial bleach (3.6% wt. active chlorine) is prepared by diluting highly concentrated industrial solutions of sodium hypochlorite (about 13% wt. active chlorine) obtained mainly by bubbling chlorine gas into dilute caustic soda. The chlorine and soda used are often obtained by electrolysis of sodium chloride in two-compartment cells (chlorine-soda processes). On a smaller scale, small units used for example for swimming pool water treatment allow the production of low concentration bleach (0.3 to 1 % wt. active chlorine) by direct electrolysis of sodium chloride brine. The oxidation and degradation reaction of hypochlorite ion (ClO^-) at the anode is the major limiting element of this two-compartment process.

In this study we have developed a new process to obtain higher levels of active chlorine up to 3.6%, or 12° chlorometric in France. For this purpose, we tested a device consisting of a zero-gap electrolysis cell, with 3 compartments separated by a pair of membranes that can be porous or ion-exchange. The idea is to generate in the anode compartment hypochlorous acid (HClO) at high levels by continuously adjusting its pH to a value between 4.5 and 5.5. In the cathodic compartment caustic soda is obtained, while the central compartment is supplied with brine. The hypochlorous acid solution is then neutralized with a concentrated solution of NaOH to obtain bleach. We studied several membrane couples that allowed us to optimize the operating conditions and to obtain bleach with contents close to 1.8 % wt.

Fabrication durable de membranes: vers des membranes intégralement biosourcées.

Patrick LOULERGUE ^{1*}, Pacôme TOMIETTO ¹, Lydie PAUGAM ¹, Francesca RUSSO ², Francesco GALIANO ², Alberto FIGOLI ², Jean-Luc AUDIC ¹

¹ Univ Rennes, Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes, CNRS, ISCR – UMR 6226, F-35000 Rennes, France.

² Institute on Membrane Technology, ITM-CNR, Rende, Italy.

* patrick.loulergue.1@univ-rennes1.fr

Les procédés d'inversion de phase couramment utilisés pour la fabrication de membranes peuvent être considérés comme impactant pour l'environnement pour plusieurs raisons : ils utilisent des polymères issus de ressources fossiles, aussi connu pour être la cause de pollutions environnementales, et requièrent des quantités importantes de solvants toxiques. A partir de ce constat, plusieurs études visant à valoriser l'utilisation de biopolymères et solvants verts pour la fabrication de membranes ont émergées [1-5]. Les travaux présentés ici ont pour objectif de démontrer le potentiel du poly(hydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate) (PHBHV) pour la synthèse de membranes. Il s'agit d'un biopolymère biodégradable produit par fermentation bactérienne, semi-cristallin et peu soluble dans les solvants traditionnellement utilisés pour la synthèse de membrane.

Afin d'obtenir de meilleures connaissances relatives à la mise en œuvre de ce biopolymère, différentes techniques et conditions d'inversion de phase ont été considérées (Fig. 1). Dans un premier temps, dans le but de démontrer le potentiel du PHBHV pour la synthèse de membranes, le cas simple d'une séparation de phase induite par évaporation (*evaporation induced phase separation, EIPS*), en utilisant le chloroforme (meilleur solvant connu du PHBHV) a été considéré. Ensuite, la séparation de phase induite par ajout d'un non-solvant (*non-solvent induced phase separation, NIPS*) a été développée en utilisant la N-méthyl-2-pyrrolidone (NMP) comme solvant, rendant le procédé plus proche des méthodes industriels. Enfin, le solvant a été remplacé par une alternative plus « verte », le Cyrene™, un solvant biosourcé, amenant à une technique de fabrication plus durable. Dans chaque cas, l'influence des paramètres du procédé de fabrication et de la composition du système sur la morphologie et les propriétés membranaire a été étudié. Les performances des membranes ont été évaluées aussi bien pour la filtration de l'eau que pour la pervaporation.

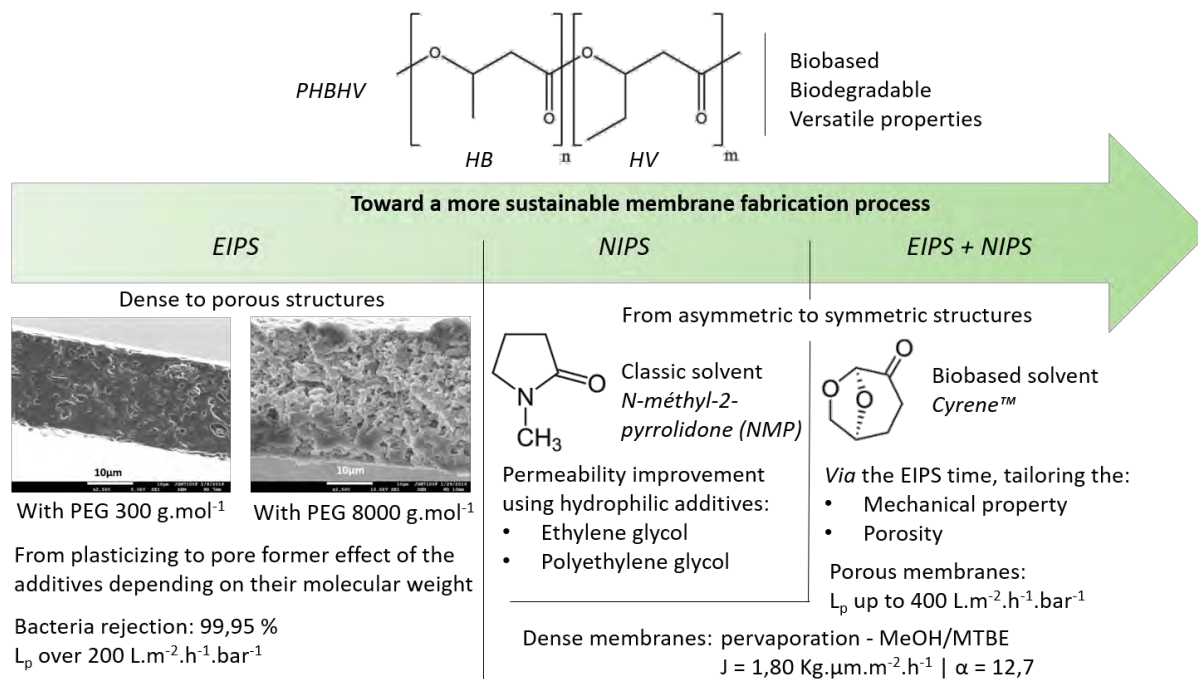


Fig. 5 – Vue d'ensemble du développement du procédé de fabrication des membranes, associé à quelques résultats de caractérisation. L_p: perméabilité à l'eau, J: flux total normalisé avec l'épaisseur, α: sélectivité au méthanol.

Différentes morphologies membranaires ont été obtenues au travers des trois méthodes d'inversion de phase. Les performances de séparation ont pu être grandement améliorées en présence d'additifs. Des membranes prometteuses destinées à la microfiltration ayant des perméabilités allant jusqu'à 400 L.m⁻².h⁻¹.bar⁻¹ et des taux de rejet de bactéries supérieurs à 99,9% ont été obtenues. Les résultats de pervaporation, à partir des membranes denses, ont révélé des sélectivités intéressantes allant jusqu'à 12,7 pour la séparation d'un mélange azéotropique MeOH/MTBE. Cette étude donne, pour la première fois, une compréhension générale sur la manière de mettre en œuvre ce nouveau biopolymère afin d'obtenir des membranes biosourcées aux applications et performances ciblées.

- [1] A. G. Livingston, G. Szekely, M. F. Jimenez-Solomon, P. Marchetti, and J. F. Kim, « Sustainability assessment of organic solvent nanofiltration: from fabrication to application », *Green Chem.* **16** (2014) 4440.
- [2] M. A. Rasool and I. F. J. Vankelecom, « Use of γ-valerolactone and glycerol derivatives as bio-based renewable solvents for membrane preparation », *Green Chem.* **21** (2019) 1054.
- [3] F. Galiano, K. Briceño, T. Marino, A. Molino, K. V. Christensen, and A. Figoli, « Advances in biopolymer-based membrane preparation and applications », *J. Memb. Sci.* **564** (2018) 562.
- [4] F. Prézéus, D. Chabni, L. Barna, C. Guigui, J.-C. Remigy, « A metrics-based approach to preparing sustainable membranes: application to ultrafiltration », *Green Chem.* **21** (2019) 4457.
- [5] P. Guenoun, H. Garate, A. Deratani, D. Quemener, C. Pochat-Bohatier, D. Bouyer, « Fabrication of novel porous membrane from biobased water-soluble polymer (hydroxypropylcellulose) », *J. Memb. Sci.* **526** (2017) 212.

Rétention de neuf micropolluants aux propriétés physico-chimiques variées par des membranes fibres creuses chargées négativement

Manon GRANGER-DELACROIX^{1*}, Claire ALBASI¹, Laure LATAPIE¹, Anaïs VANDENBOSSCHE¹, Guillaume NOURRIT², Christel CAUSSERAND¹

¹ Laboratoire de Génie Chimique, Université de Toulouse, CNRS, INPT, UPS, 31400 Toulouse, FR

² Département Innovation, NEREUS, 34230 Le Pouget, FR

* manon.grangerdelacroix@toulouse-inp.fr

Les micropolluants (MPs) sont des substances indésirables, en partie ou pleinement introduites dans l'environnement de manière anthropique. La toxicité, la persistance et/ ou la bioaccumulation des MPs représentent, même à faible concentration, un véritable danger pour l'environnement et pour la santé humaine. L'augmentation de leur quantité dans les masses d'eau constitue un problème majeur qui s'ajoute à l'inégale répartition des réserves d'eau douce sur le globe [1]. Aujourd'hui, les technologies classiquement appliquées en station d'épuration (STEP) se montrent très inefficaces concernant la rétention de la majorité des MPs. Il est donc nécessaire et urgent de redéfinir les opérations employées pour le traitement de nos effluents urbains. Depuis 2021, le projet SAVE (<https://filiere-save.com/>) s'est fixé comme objectifs de concevoir et d'étudier les performances d'une nouvelle cascade d'opérations unitaires incluant des réacteurs biologiques et des séparations membranaires.

Grâce à leur efficacité élevée à retenir les MPs, la communauté scientifique des secteurs public et privé accordent un intérêt grandissant à l'utilisation de l'osmose inverse (OI) et de la nanofiltration (NF) pour le traitement des eaux usées [2]. En particulier, la NF se positionne comme la solution la plus prometteuse car elle montre des taux de rétention en MPs proches de ceux obtenus par OI tout en présentant des performances hydrauliques et des coûts énergétiques plus avantageux [3], [4]. D'autre part, parmi les nombreuses géométries de membrane proposées sur le marché, les fibres creuses sont toutes indiquées pour le traitement des eaux usées grâce à leur capacité à maintenir de bonnes performances hydrauliques lors du traitement d'effluents fortement colmatants. Cependant, les membranes classiques de NF retiennent à la fois les MPs et les minéraux, ce qui conduit à des conditions non optimales pour une dégradation subséquente des MPs par voie biologique. Une faible rétention des minéraux peut être obtenue par l'emploi de membranes fonctionnalisées. En effet, des membranes dont la surface a été modifiée par assemblage couche-par-couche de polyélectrolytes de charges opposées (PEM) ont montrée leur efficacité à retenir des MPs tout en permettant le passage des minéraux [5].

La rétention des solutés par les membranes de NF est régie par trois mécanismes : l'exclusion stérique, les interactions électrostatiques et les interactions hydrophobes. De ce fait, les propriétés physico-chimiques des solutés, les propriétés des membranes ainsi que la composition de la matrice sont des paramètres clés relatifs à la rétention des MPs [6]. Toutefois, bien que l'impact et le poids de ces paramètres aient été abondamment étudiés sur les membranes classiques, il existe, du fait de leur développement récent, un manque crucial de données concernant la rétention par les membranes PEM de la plupart des MPs. De plus, l'adsorption de matière organique et/ou inorganique à la membrane impacte la rétention des MPs, mais les résultats contradictoires observés dans la littérature mettent en exergue la nécessité d'approfondir les recherches dans ce domaine.

Dans cette étude, les rétentions de neuf MPs par des membranes PEM de géométrie fibre creuse ont été déterminées pour diverses valeurs de facteur de réduction volumique, seuil de coupure de la membrane et potentiel colmatant de la matrice. Afin de déterminer l'impact des propriétés physico-chimiques des MPs sur leur rétention, un plan d'expérience a été utilisé. Trois facteurs ont été pris en considération : la charge à pH neutre, la taille (masse moléculaire, Mw), et l'hydrophilie ($\log K_{ow}$) des MPs. Pour chaque facteur, trois niveaux ont été établis, résumés dans le Tableau 2.

Tableau 2: Définition des niveaux de facteurs employés pour la sélection des micropolluants

	Charge	Hydrophilie	Taille
-	Negative	$\log K_{ow} > 2$	$Mw < 210 \text{ g.mol}^{-1}$
0	Neutral	$0.5 < \log K_{ow} < 2$	$230 < Mw < 280 \text{ g.mol}^{-1}$

+

Positive

Log $K_{ow} < 0.5$ Mw > 300 g.mol⁻¹

Le nombre de MPs nécessaires pour l'étude a été réduit à neuf par l'utilisation d'un plan carré Latin (Figure 6).

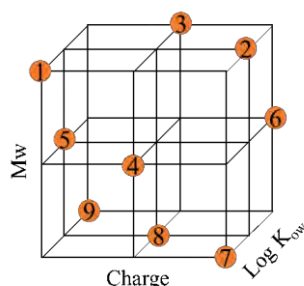


Figure 6: Schéma du carré Latin

Les neuf MPs sélectionnés pour cette étude correspondent à des composants médicamenteux (anti-inflammatoire, bêtabloquant, analgésique ou antibiotique) ou des polluants issus d'exploitations agricoles ou d'industries du secteur de la chimie.

Les essais de NF ont été réalisés sur des membranes possédant un seuil de coupure de 400 ou de 800 Da (dNF40 ou dNF80, PES modifié, 0,7 mm de diamètre interne de fibres, 0,05 m² de surface membranaire, NX Filtration, NL). Les membranes étaient chargées négativement à pH neutre. Les filtrations ont été réalisées pendant 24 h en mode batch à 20 °C, avec une vitesse d'écoulement tangentielle de 1 m.s⁻¹, une pression transmembranaire (PTM) de 3 bar et un facteur de réduction volumique (FRV) de 1, 3 ou 6. Les consignes de température et de PTM ont été maintenues constantes à l'aide d'un système d'automatisation. Les performances hydrauliques des filtrations ont été évaluées par suivi du flux de perméation. Trois matrices de demande chimique en oxygène variant de 0 à 50 mg.L⁻¹ ont été implémentées avec les neuf MPs (10 mg.L⁻¹ chacun) : soit de l'eau ultrapure contenant des électrolytes, soit de l'eau usée synthétique, soit un effluent réel. Des échantillons de rétentat, de perméat ainsi que la solution d'alimentation ont été prélevés avant et après concentration, à t = 0 et à t = 24 h. Les teneurs en minéraux et en ADG ont été mesurées par chromatographie ionique avec détection par conductimétrie. Afin de quantifier les MPs dans les diverses fractions, une méthode de quantification par chromatographie liquide en phase inverse avec détection UV a été développée avec un taux de récupération compris entre 81 et 114 % et une moyenne à 103 %. Pour palier aux effets de matrice, les quantifications ont été réalisées par ajouts dosés. Les essais de NF sont en cours de réalisation. Les résultats seront validés, analysés et synthétisés fin mai 2022.

- [1] N. K. Khanzada, M. U. Farid, J. A. Kharraz, J. Choi, C. Y. Tang, L. D. Nghiem, A. Jang et A. K. An, « Removal of organic micropollutants using advanced membrane-based water and wastewater treatment: A review », *Journal of Membrane Science*, vol. **598**, (2020), p. 117672, doi: 10.1016/j.memsci.2019.117672.
- [2] L. L. S. Silva, C. G. Moreira, B. A. Curzio, et F. V. da Fonseca, « Micropollutant Removal from Water by Membrane and Advanced Oxidation Processes—A Review », *Journal of Water Resource and Protection*, vol. **9**, n° 5, (2017), Art. n° 5, doi: 10.4236/jwarp.2017.95027.
- [3] V. Yangali-Quintanilla, S. K. Maeng, T. Fujioka, M. Kennedy, et G. Amy, « Proposing nanofiltration as acceptable barrier for organic contaminants in water reuse », *Journal of Membrane Science*, vol. **362**, n° 1, (2010), p. 334-345, doi: 10.1016/j.memsci.2010.06.058.
- [4] P. Cartagena, M. El Kaddouri, V. Cases, A. Trapote, et D. Prats, « Reduction of emerging micropollutants, organic matter, nutrients and salinity from real wastewater by combined MBR–NF/RO treatment », *Separation and Purification Technology*, vol. **110**, (2013), p. 132-143, doi: 10.1016/j.seppur.2013.03.024.
- [5] S. M. Abtahi, S. Ilyas, C. Joannis Cassan, C. Albasi, et W. M. de Vos, « Micropollutants removal from secondary-treated municipal wastewater using weak polyelectrolyte multilayer based nanofiltration membranes », *Journal of Membrane Science*, vol. **548**, (2018), p. 654-666, doi: 10.1016/j.memsci.2017.10.045.
- [6] C. Bellona, J. E. Drewes, P. Xu, et G. Amy, « Factors affecting the rejection of organic solutes during NF/RO treatment—a literature review », *Water Res*, vol. **38**, n° 12, (2004), p. 2795-2809, doi: 10.1016/j.watres.2004.03.034.

FORWARD-FACTORY: Mise en œuvre de l'osmose directe pour transformer le traitement des eaux usées urbaines en usine de récupération des ressources

G. Blandin^{1*}, J. Comas^{1,2}, G. Lesage³, M. Héran³, I. Rodriguez-Roda¹

¹ Laboratory of Chemical and Environmental Engineering (LEQUIA), University of Girona, Girona, Spain

² Catalan Institute for Water Research (ICRA), Girona, Spain

³ Institut Européen des Membranes, IEM, Univ Montpellier, CNRS, ENSCM, Montpellier, France

* gaetan.blandin@lequia.udg.cat

L'osmose directe (FO) et ses caractéristiques uniques (taux de rejet élevé, absence de pression hydraulique) ouvre la voie au traitement de liquides complexes avec le double intérêt de concentrer les composants du courant d'alimentation tout en permettant la perméation d'une eau de grande pureté. De telles fonctionnalités sont d'un grand intérêt pour le traitement des eaux usées (WW) dans le contexte de l'économie circulaire. Ce travail présente 5 années de recherche où la FO a été évaluée dans divers applications telles que : (1) bioréacteur à membrane osmotique, (2) en pré/post traitement de fermentation/digestion anaérobie, (3) concentration des eaux grises combinée à la fertirrigation et (4) en concentration de microalgues. Des conceptions FO immergées (SUB-FO) ont également été développées, les limitations de transfert de masse ont été étudiées. Le taux de concentration des eaux usées jusqu'à 30 fois a été atteint avec succès avec des rejets élevés de tous les composés testés, y compris des petits composés organiques (acides gras volatiles, microcontaminants...) confirmant FO comme une technologie de concentration prometteuse et une forte barrière aux polluants. Certain défis subsistent quant à son implementation tels que l'augmentation de la salinité dans l'effluent d'alimentation (et/ou le réacteur biologique), la sélectivité à certains composés (azotés notamment), la dégradation potentielle de matières organiques durant l'étape de concentration, l'encrassement et le colmatage des membranes qui doivent être résolus par une conception et un fonctionnement approprié.

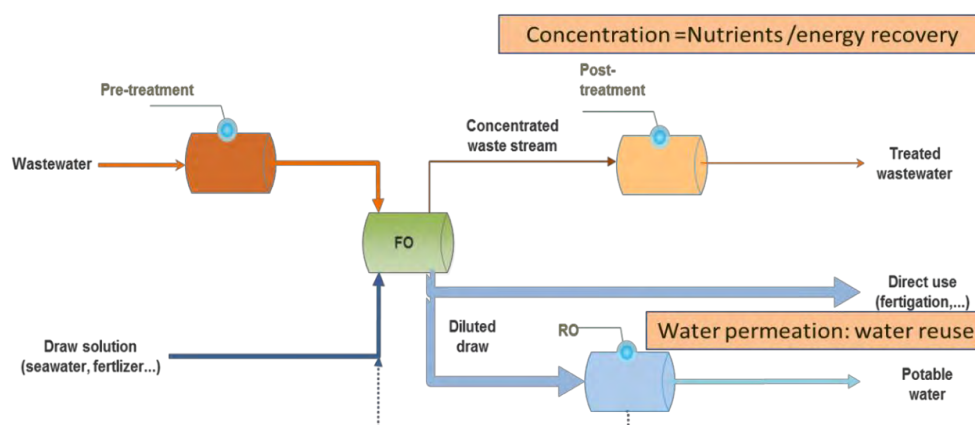


Figure 1. Implementation of FO as concentration step in WW treatment line.

Introduction

In the context of water scarcity, Forward Osmosis (FO) is a growing process which takes advantage of the osmotic difference in-between two streams to recycle high quality water from wastewater (WW) especially if a saline stream is available (seawater, fertilizer,...). In addition to the energetic interests and lower operational costs already reported, our approach was to assess the interests and challenges for FO to act as efficient concentration process so to

facilitate nutrients and energy recovery through several configurations along the WW treatment train (Figure 1). Our work involved the development of submerged forward osmosis (SUB-FO) where the membrane module is submerged in the solution to be treated allowing to operate with challenging streams that cannot be pumped through cross flow modules (i.e. raw wastewater, bioreactors...). This work presents key results obtained within the last 5 years where we conducted FO and SUB-FO evaluation for the following applications: (1) osmotic membrane bioreactor (OMBR), (2) concentration of raw WW before anaerobic digestion, (3) concentration of volatile fatty acids (VFA) after anaerobic digestion, (4) concentration of greywater combined with fertigation and (5) microalgae concentration.

Material and Methods

Tests were performed using various lab and small pilot FO setups, i.e. cross flow cell, commercial hollow fiber modules (HFF0.6, 0.6 m², Aquaporin) and home-made submerged FO plates and hollow fibers modules. Typical evaluation methodology was (1) assessment of the system using 35 g.L⁻¹ synthetic sea salts as draw solution and DI water as feed, then (2) flux, rejection and concentration obtained using feed solution to be treated (mixed liquor, real or synthetic WW, microalgae suspension) and (3) fouling/cleaning evaluation through successive batches.

Results and Conclusions

Concentration as high as 30 times was achieved using seawater brine as draw solution and even higher rate could be reached using fertilizers. Efficient concentration of organics will allow for implementation of anaerobic digestion in relatively diluted stream like urban WW for biogas production or VFA recovery¹. High water permeation fluxes (> 30 L.m⁻².h⁻¹) were reached in cross flow and submerged operation respectively using commercial membranes proving that the limitation of low permeation flux in FO no longer stands. High rejection (>90%) of all monitored feed compounds was achieved thanks to the high FO membrane selectivity and/or biological degradation (VFA, TrOCs, COD, NH₄⁺...). Still some challenges remain: VFA rejection sensitive to pH, TrOCs rejection depends on membrane surface interactions, ammonium rejection remains challenging¹⁻³. Biological degradation occurring during the filtration phase as a consequence of aeration (COD removal) or biofilm development (VFA degradation) may alter nutrients recovery. Submerged modules were successfully designed (hollow fibers and plate and frame). Clogging potential was avoided and allowed for successful operation of OMBR, membrane photo bioreactor or concentration of raw WW. Mass transfer limitations were studied, external concentration polarization proved to be a major limitation in SUB-FO but aeration (even a low rate) was efficient to tackle ECP^{4,5}. High final salinity was reached in all feed solutions after concentration, i.e. consequence of initial feed water salinity and reverse salt diffusion. Compatibility of high salinity with biological systems (bacteria, microalgae) and downstream usage requires further attention and may represent a limitation in term of achievable concentration.

-
1. Blandin, G. *et al.* Volatile fatty acids concentration in real wastewater by forward osmosis. *Journal of Membrane Science* **575**, 60–70 (2019).
 2. Blandin, G. *et al.* Retrofitting membrane bioreactor (MBR) into osmotic membrane bioreactor (OMBR): A pilot scale study. *Chemical Engineering Journal* **339**, 268–277 (2018).
 3. Ferrari, F., Pijuan, M., Rodriguez-Roda, I. & Blandin, G. Exploring Submerged Forward Osmosis for Water Recovery and Pre-Concentration of Wastewater before Anaerobic Digestion: A Pilot Scale Study. *Membranes* **9**, 97 (2019).
 4. Blandin, G. *et al.* Submerged osmotic processes: Design and operation of hollow fiber forward osmosis modules. *Desalination* **518**, 115281 (2021).
 5. Blandin, G., Rodriguez-Roda, I. & Comas, J. Submerged Osmotic Processes: Design and Operation to Mitigate Mass Transfer Limitations. *Membranes* **8**, 72 (2018).

Potentialités d'une méthode optique non destructive pour étudier le mouillage *in operando* en distillation membranaire

Tarik ELJADDI¹, Tianyi ZHANG¹, Stéphanie LABORIE^{1*}, Corinne CABASSUD^{1**}

¹ TBI, Université de Toulouse, CNRS, INRAE, INSA, Toulouse, France

* laborie@insa-toulouse.fr, ** cabassud@insa-toulouse.fr

Cette étude s'inscrit dans le cadre du projet européen EXTRASEA, portant sur l'économie circulaire dans le dessalement des eaux et dans lequel notre contribution vise à orienter le développement de nouvelles membranes de distillation membranaire (DM) en apportant des connaissances sur le mouillage de membranes de DM solaire en s'appuyant sur un outil dont la preuve de concept a été récemment élaborée dans notre équipe [1] : une méthode optique *in situ* et *in operando*.

La distillation membranaire (DM) est une technique prometteuse pour le dessalement ou la concentration des jus. Elle permet de traiter des solutions très concentrées car elle n'est pas limitée par la pression osmotique comme c'est le cas de l'osmose inverse. Ce procédé nécessite l'utilisation d'une membrane macroporeuse et hydrophobe qui assure le contact entre les deux phases liquide et vapeur. Sous l'effet de la différence de pression partielle entre les deux côtés de la membrane l'eau se vaporise idéalement à l'entrée des pores puis diffuse sous forme vapeur dans les pores avant d'être condensée. Cependant, le développement industriel des technologies de MD est limité par la crainte du phénomène de mouillage des membranes défini comme une intrusion d'eau sous forme liquide dans les pores de la membrane. Différentes formes de mouillage ont été définies (de surface, partiel, total), dont le plus facile à détecter est le plus problématique, le mouillage total. Ce phénomène apparaît dans certaines conditions opératoires et pour certaines membranes, et se traduit par une perte drastique des performances des membranes en termes de qualité du perméat [2]. Les propriétés des membranes jouent un rôle important dans le mouillage et la prévention du mouillage par un choix pertinent des membranes est un grand enjeu pour le développement industriel de la MD. L'objectif des travaux présentés ici est de montrer le principe de la méthode de détection du mouillage développée à TBI et des exemples d'informations qu'elle permet d'obtenir.

La méthode optique couple un procédé pilote de MD, une cellule membranaire plane et transparente permettant l'observation du perméat, un éclairage LED et une caméra RGB qui permet de détecter la lumière transmise au travers du module (Fig.1). A partir de l'intensité lumineuse obtenue au travers de 153 fenêtres d'observation dans le support de la membrane, on peut obtenir en continu deux types d'indicateurs optiques de mouillage : des indicateurs locaux (pour chaque fenêtre) et un indicateur global obtenu par moyenne.

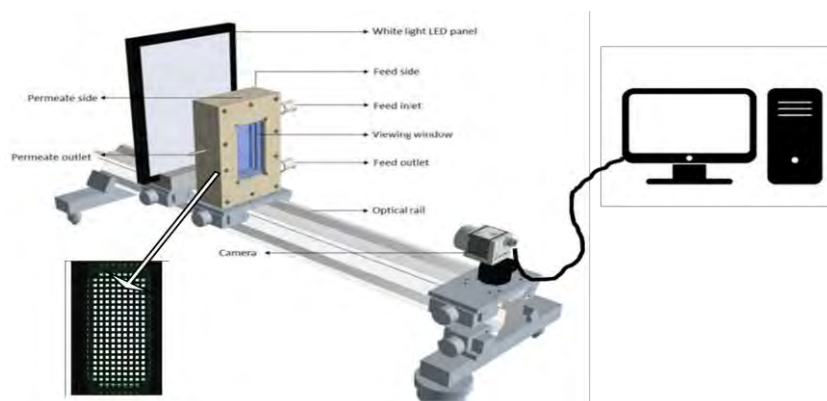


Fig. 1 – Principe de la méthode optique

Cette méthode a été validée par comparaison avec une méthode destructive et donc non utilisable *in situ*, la méthode DDTI [3]. Elle a aussi les avantages de fournir plus d'informations, plus rapidement et de pouvoir visualiser la dynamique du mouillage. Cependant, elle ne s'applique qu'à des membranes claires.

La méthode optique permet d'obtenir une cartographie du mouillage à la surface de la membrane à chaque instant (Fig.2) et de visualiser la dynamique du mouillage (Fig.3), d'identifier les zones susceptibles de poser un problème dans un module, de comparer des membranes entre-elles dans des conditions de référence, et enfin d'étudier l'influence des interactions avec la solution à traiter sur le mouillage et sur sa dynamique. Par exemple dans le cadre d'EXTRASEA nous avons comparé différentes membranes chargées en particules photoniques destinées à être utilisées en MD photothermique et montré que le mouillage est clairement lié à la charge en particules dans le polymère. Ceci nous a permis de donner des recommandations aux chercheurs et industriels en charge de développer ces membranes.

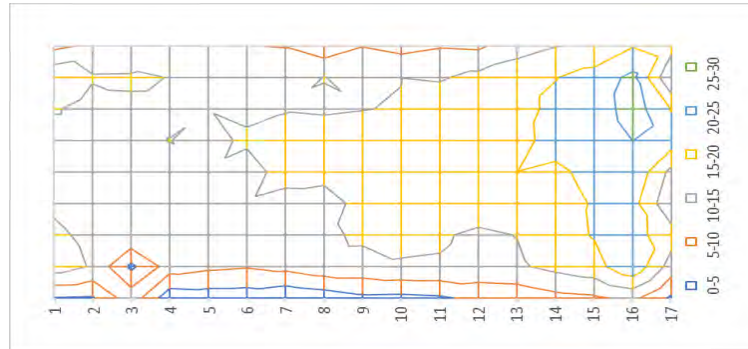


Fig.2 -Exemple de la cartographie du mouillage à la surface de la membrane (GVHP) dans des conditions de références

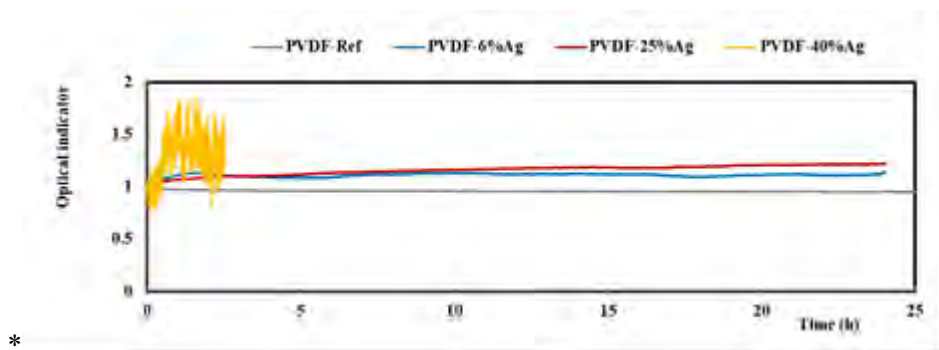


Fig. 3 -la dynamique de mouillage pour les membranes chargées en particules photoniques

Remerciement :

Les auteurs remercient l'Agence Nationale de la Recherche (ANR) pour le financement du projet ERANET-MED3-166 EXTRASEA.

Références

- [1] P. Jacob, B. Dejean, S. Laborie, C. Cabassud, An optical in-situ tool for visualizing and understanding wetting dynamics in membrane distillation, *J. Memb. Sci.* 595 (2020) 117587. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2019.117587>.
- [2] P. Jacob, T. Zhang, S. Laborie, C. Cabassud, Influence of operating conditions on wetting and wettability in membrane distillation using Detection of Dissolved Tracer Intrusion (DDTI), *Desalination*. 468 (2019) 114086. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2019.114086>.
- [3] P. Jacob, S. Laborie, C. Cabassud, Visualizing and evaluating wetting in membrane distillation : New methodology and indicators based on Detection of Dissolved Tracer Intrusion (DDTI), *Desalination*. 443 (2018) 307–322. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2018.06.006>.
- [3] T. Eljaddi, C. Cabassud, Wetting of photoplasmonic PVDF/silver membranes in photothermal membrane distillation : Identification of wetting mechanisms and comparison of wetting dynamics, *Desalination*. submitted (2022).

Modifications de surface de membranes PES, différentes approches pour limiter l'adhésion et le développement du biofilm

Clémence COETSIER^{1*}, Nadège DURBAN¹, Pritam DAS¹, Clémentine LAMO¹, Vincent BOUVIER¹, Sandrine DESCLAUX¹, Sandra BEAUFORT¹, Jean-François LAHITTE¹, Elisabeth GIRBAL-NEUHAUSER², Christel CAUSSERAND¹, Jean-Christophe REMIGY¹

¹ Laboratoire de Génie Chimique, Université de Toulouse, CNRS, INPT, UPS, Toulouse, France

² Laboratoire de Biotechnologies Agroalimentaire et Environnementale, UPS, IUT, Auch, France

* coetsier@chimie.ups-tlse.fr

Le colmatage des membranes demeure un problème grave à résoudre dans les procédés de traitement des eaux, notamment en étape de filtration tertiaire pour la réutilisation. Limiter la formation du biofilm par modification de surface en s'inspirant des mécanismes biologiques ouvre de nouvelles voies de développement de membranes associant plusieurs fonctions [1]. Dans des travaux antérieurs, l'utilisation de polyéthylène glycol (PEG), de par son caractère hydrophile et neutre, avait montré qu'il était possible de réduire l'adhésion de sérum albumine bovine (BSA) utilisée comme protéine modèle sur des membranes PVDF imprégnées [2]. Par ailleurs, le contrôle du développement du biofilm peut se faire par inhibition du Quorum Sensing (QS), système de communication bactérien, qui intervient à presque toutes les étapes de la formation du biofilm, telles que l'attachement de surface initial, la croissance bactérienne, la maturation et le détachement [3]. Récemment, certains composés naturels, tels que la vanilline, se sont avérés jouer le rôle d'inhibiteur du QS en limitant la production d'exopolysaccharides (EPS) qui participent au biocolmatage [4].

Dans cette étude, nous avons associé les modifications de propriétés de surface à une activité biologique en incorporant de la vanilline à une membrane en polyethersulfone. Différentes approches de modifications ont été évaluées, l'adsorption et le greffage de vanilline, ou de dérivés, sur membranes commerciales microPES, l'incorporation de vanilline dans le collodion polyethersulfone avant inversion de phase, le greffage d'une construction moléculaire à base de PEG et d'azobenzène, sensible à la lumière, permettant de lier de manière réversible la vanilline. Ainsi, nous attendons un effet synergique anti-biocolmatage entre les propriétés physico-chimiques que procurent la vanilline au matériau et son activité biochimique. Les membranes sont caractérisées à chaque étape du processus de modification. En particulier, l'hétérogénéité de distribution de la vanilline et la présence de biofilm à la surface de la membrane sont cartographiées par IR. Il permet de confirmer la relation entre la modification de surface et l'effet anti-biocolmatant. D'autres travaux sont consacrés à l'évaluation de la stabilité et de l'activité de la vanilline et dérivés par le biais de tests de diffusion et d'adhésion suivis en microscopie à épifluorescence.

Les résultats des tests d'adhésion sur les membranes PES modifiées par adsorption de vanilline (fig. 1) montrent que la vanilline diffuse dans la suspension bactérienne pendant l'essai. Toutefois, pour ces conditions de modification à faibles concentrations, la vanilline a un effet sur la croissance bactérienne et sur l'adhésion et le développement du biofilm sur les membranes PES. La figure 1 montre qu'il y a moins de bactéries libres dans la suspension et adhérentes sur les membranes PES modifiées. L'effet de diminution de l'activité bactérienne est plus marqué quand la quantité de vanilline adsorbée sur le filtre est plus grande.

Financement : ANR BIOCOCOM < ANR-17-CE04-0001 >

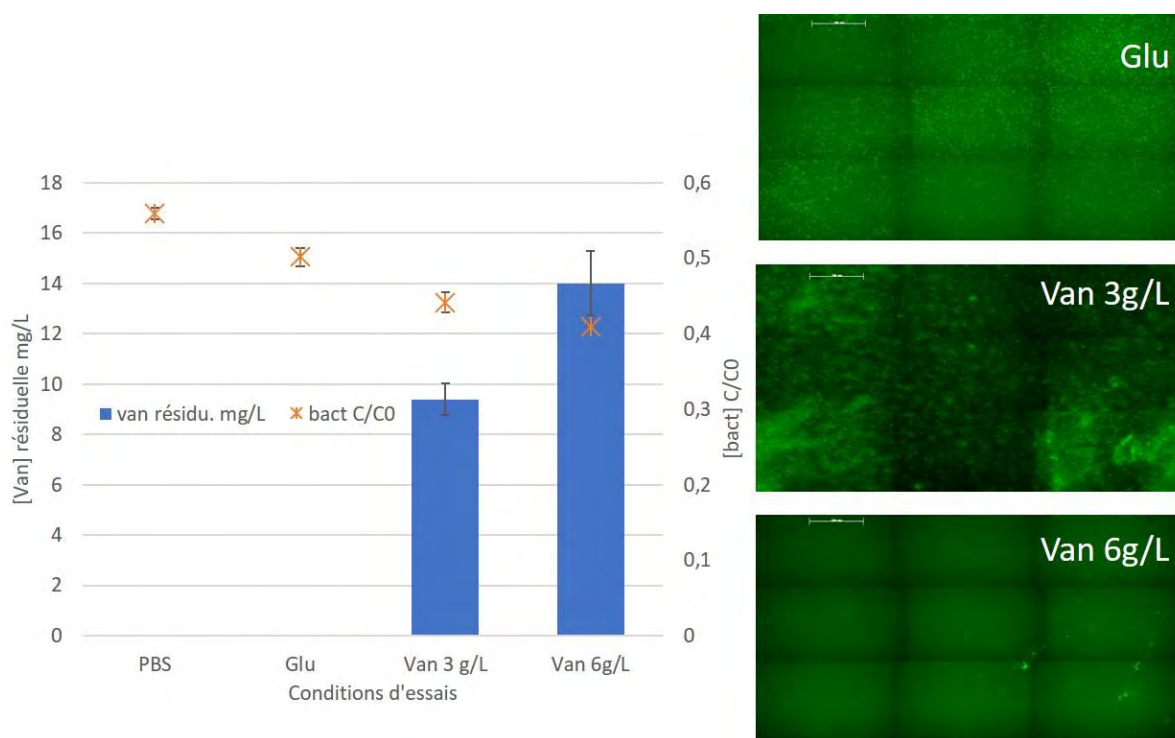


Fig. 1 - Concentrations résiduelles en vanilline et en bactéries dans la suspension après test d'adhésion et image en microscopie du biofilm (ADN marqué au Sybr-Green) adhérent sur les membranes PES selon les conditions (PBS ou Glucose uniquement ou après adsorption par filtration de 150 mL de vanilline à 3 ou 6 g/L)

-
- [1] Q. Yu, Y. Zhang, H. Wang, J. Brash, H. Chen, Anti-fouling bioactive surfaces, *Acta Biomater.* 7 (4) 1550–1557. doi:10.1016/j.actbio.2010.12.021.
- [2] L. Benavente, C. Coetsier, A. Venault, Y. Chang, C. Causserand, P. Bacchin, P. Aimar, FTIR mapping as a simple and powerful approach to study membrane coating and fouling, *J. Membr. Sci.* 520 (2016) 477–489. doi:10.1016/j.memsci.2016.07.061
- [3] M.R. Parsek, E.P. Greenberg, Sociomicrobiology: the connections between quorum sensing and biofilms, *Trends Microbiol.* 13 (2005) 27–33. doi:10.1016/j.tim.2004.11.007
- [4] K. Ponnusamy, S. Kappachery, M. Thekeettle, J.H. Song, J.H. Kweon, Anti-biofouling property of vanillin on *Aeromonas hydrophila* initial biofilm on various membrane surfaces, *World J. Microbiol. Biotechnol.* 29 (2013) 1695–1703. doi:10.1007/s11274-013-1332-2

liste des participants

Liste des participants

NOM	Prénom		courriel	Société, laboratoire, université	
1	AGABRIEL	Louis	oral	<i>lagabriel@boccard.fr</i>	BOCCARD
2	ALBASI	Claire	affiche	<i>claire.albasi@ensiacet.fr</i>	LGC, Toulouse
3	ALLIET	Marion	affiche	<i>marion.alliet@ensiacet.fr</i>	Univ Toulouse - inp - LGC UMR CNRS 5503
4	ALSAYEGH	Syreina	affiche	<i>syreina.sayegh@gmail.com</i>	IEM, Montpellier
5	ANQUETIL	Jérôme	oral	<i>janquetil@tami-industries.com</i>	TAMI Industries
6	ARANA-AGUDELO	Pedro	affiche	<i>pedro.arana-agudelo@inrae.fr</i>	Univ Paris-Saclay, INRAE, AgroParisTech
7	ATFANE	Loubna		<i>atfanel@hotmail.fr</i>	IEM, Montpellier
8	AYMES	Arnaud		<i>arnaud.aymes@univ-lorraine.fr</i>	LRGP, Nancy
9	BARGETON	Nicolas		<i>n.bargeton@gmail.com</i>	ceraneo
10	BEAUBIER	Sophie	affiche	<i>sophie.beaubier@univ-lorraine.fr</i>	LRGP, Nancy
11	BECHELANY	mikhael		<i>mikhael.bechelany@umontpellier.fr</i>	CNRS/IEM
12	BEGUIN	Lucie		<i>lucie.beguin@ifts-sls.com</i>	IFTS
13	BELHADJ AMMAR	Rihab		<i>belhadj.rihab25@gmail.com</i>	Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est
14	BELLEVILLE	Marie-Pierre	affiche	<i>marie-pierre.belleville@umontpellier.fr</i>	IEM - Université de Montpellier
15	BENAC	Stéphane		<i>stephane.benac@naval-group.com</i>	Naval Group
16	BETANCOURT	Aldo	affiche	<i>betancou@insa-toulouse.fr</i>	Nereus et Toulouse Biotechnology Institute
17	BIONDI	Fabienne		<i>fabienne.biondi@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
18	BLANDIN	Gaetan	affiche	<i>gaetan.blandin@lequia.udg.cat</i>	Universitat de Girona, España
19	BLIN	Capucine	oral	<i>capucine.blin@siaap.fr</i>	Université Paul Sabatier
20	BOIT	Baptiste		<i>baptiste.boit@roquette.com</i>	ROQUETTE
21	BOUABDALLAH	Zineb	affiche	<i>zineb.bouabd@gmail.com</i>	Université de Montpellier
22	BOUNACEUR	Roda		<i>roda.bounaceur@univ-lorraine.fr</i>	LRGP, Nancy
23	BOUYER	Denis		<i>denis.bouyer@umontpellier.fr</i>	Université de Montpellier
24	BROSILLON	STEPHAN		<i>Stephan.Brosillon@umontpellier.fr</i>	IEM, Univ Montpellier
25	BUISSON	Hervé	oral	<i>herve.buisson@veolia.com</i>	Veolia
26	CARRETIER	Émilie		<i>emilie.carretier@univ-amu.fr</i>	Aix-Marseille Université
27	CARTIER	Jim		<i>jim.cartier@umontpellier.fr</i>	IEM, Univ Montpellier
28	CASSETTA	Jeanne	affiche	<i>jeanne.casetta@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
29	CASTEL	Christophe		<i>Christophe.castel@univ-lorraine.fr</i>	LRGP, Nancy
30	CAUSSERAND	Christel		<i>christel.causserand-alexandrovitch@univ-tlse3.fr</i>	Université de Toulouse
31	CAVERIVIERE	Robin		<i>robin.caveriviere@toulouse-inp.fr</i>	LGC, Univ Toulouse, CNRS, INPT, UPS
32	CERTIAT	Marie	affiche	<i>certiat@insa-toulouse.fr</i>	INSA - LPCNO
33	CHABANON	Elodie		<i>elodie.chabanon@univ-lyon1.fr</i>	Université Lyon 1 - LAGEPP
34	CHAINE	François		<i>francois.chaine@chemdocwater.com</i>	CHEMDOC WATER TECHNOLOGIES
35	CHARCOSSET	Catherine		<i>catherine.charcosset@univ-lyon1.fr</i>	LAGEPP, Université Lyon 1
36	CHARMETTE	Christophe		<i>christophe.charmette@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
37	CLAUDE	Jean-Jérôme		<i>j.claude@tia.fr</i>	TIA

38	COETSIER	Clémence	affiche	<i>clemence.coetsier@univ-tlse3.fr</i>	LGC-UT3
39	COMBERNOUX	Nicolas	oral	<i>nicolas.combernoux@cea.fr</i>	CEA
40	CORNU	David		<i>david.cornu@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
41	COUALLIER	Estelle		<i>estelle.couallier@univ-nantes.fr</i>	CNRS GEPEA
42	COUPAYE	Olivier	oral	<i>olivier.coupaye@tia.fr</i>	T I A
43	DARNON	Estelle	oral	<i>estelle.darnon@technipenergies.com</i>	Technip Energies
44	DEBLEZA	Janney		<i>janney.debleza@univ-lorraine.fr</i>	LRGP, Nancy
45	DELALONDE	Michèle		<i>michele.delalonde@umontpellier.fr</i>	Université de Montpellier
46	DEMOULIN	Camille	affiche	<i>camille.demoulin@cirad.fr</i>	CIRAD
47	DI CORCIA	Sophie	affiche	<i>sophiedicorcia@gmail.com</i>	CIRAD Montpellier
48	DORNIER	Manuel		<i>dornier@cirad.fr</i>	Institut Agro - UMR QualiSud - CIRAD
49	DROUIN	Maryse	affiche	<i>maryse.drouin@etu.univ-amu.fr</i>	M2P2, Aix Marseille Université
50	ELJADDI	Tarik	affiche	<i>eljaddi@insa-toulouse.fr</i>	TBI Toulouse Biotechnology Institute
51	ERCOLEI	Lionel	oral	<i>lionel.ercolei@eauxdemarseille.fr</i>	Société des Eaux de Marseille
52	FAUCHER	Mélanie	affiche	<i>melanie.faucher.2@ulaval.ca</i>	Université Laval, Canada
53	FAUR	Catherine		<i>catherine.faur@umontpellier.fr</i>	IEM, Univ Montpellier
54	FAVRE	Eric		<i>eric.favre@univ-lorraine.fr</i>	LRGP, Nancy
55	FERRERI	Eglé		<i>egle.ferreri@univ-lorraine.fr</i>	CNRS LRGP UMR 7274
56	FLOUTIER	Christelle		<i>christelle.floutier@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
57	FRANCIS	Jérémy		<i>jfr@alting.fr</i>	Alting
58	GALIER	Sylvain	affiche	<i>galier@chimie.ups-tlse.fr</i>	LGC, Toulouse
59	GARGOUCH	Nesrine		<i>nesrinekarkouch@hotmail.fr</i>	GEPEA
60	GERARDIN	Fabien	oral	<i>fabien.gerardin@inrs.fr</i>	INRS
61	GESAN-GUIZIOU	Genevieve		<i>genevieve.gesan-quiziou@inrae.fr</i>	INRAE - UMR STLO 1253 Rennes
62	GONZALEZ ORTIZ	Danae		<i>danae.gonzales-ortiz@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
63	GOUT	Emilie	affiche	<i>emilie.gout@univ-amu.fr</i>	M2P2, Aix Marseille Université
64	GOUTORBE	Pierre-Emmanuel		<i>pe.goutorbe@alsys-group.com</i>	ORELIS ENVIRONNEMENT - GROUPE ALSYS
65	GRANGER-DELACROIX	Manon	affiche	<i>manon.grangerdelacroix@toulouse-inp.fr</i>	LGC Toulouse
66	GRASMICK	Alain	oral		Retraité
67	GRIFFON	Lucie	oral	<i>Lucie.griffon@eurodia.com</i>	EURODIA
68	GROSPALLY	Laurent		<i>lgrospally@tami-industries.com</i>	TAMI INDUSTRIES / SIVA
69	GUIGUI	Christelle		<i>guigui@insa-toulouse.fr</i>	INSA Toulouse- TBI
70	HENGL	Nicolas	affiche	<i>nicolas.hengl@univ-grenoble-alpes.fr</i>	Laboratoire rhéologie et procédés
71	HERAN	Marc	oral	<i>marc.heran@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
72	HULOT	Laurent		<i>lhulot@mmm.com</i>	3M
73	JABY	Stéphanie		<i>nakachest@lfb.fr</i>	LFB Biomédicaments
74	JULBE	Anne	affiche	<i>anne.julbe@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
75	KALAKECH	Carla	affiche	<i>carla_kalakech@outlook.com</i>	LAGEP
76	KAPEL	Romain		<i>romain.kapel@univ-lorraine.fr</i>	LRGP, Nancy
77	KAUGARENIA	Nastassia	affiche	<i>nastassia.kaugarenia@univ-lorraine.fr</i>	LRGP-Université de Lorraine
78	KIASS	Kaotar		<i>kaotar.kiass@ifpen.fr</i>	IFPEN
79	KUNTZ	Jonathan	oral	<i>jonathan.kuntz@suez.com</i>	SUEZ - CIRSEE
80	LABORIE	Stéphanie		<i>stephanie.laborie@insa-toulouse.fr</i>	INSA Toulouse - TBI
81	LE HIR	Morgane	oral	<i>morgane.lehir@sanofi.com</i>	Sanofi
82	LE SAUX	Didier		<i>lesauxdp@kochsep.com</i>	KOCH SEPARATION SOLUTIONS, Allemagne
83	LECONTE	Nadine	affiche	<i>nadine.leconte@inrae.fr</i>	INRAE STLO UMR 1253

84	LESAGE	Geoffroy		<i>geoffroy.lesage@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
85	LESCOICHE	Philippe			TAMI Industries
86	LO	Fatimatou Toure		<i>fatimatou-toure.LO@etu.univ-amu.fr</i>	M2P2, Aix Marseille Université
87	LOGETTE	Sébastien		<i>sebastien.logette@arkema.com</i>	ARKEMA
88	LOOT	Patrice		<i>p.loot@tia.fr</i>	TIA
89	LORAIN	Olivier	oral	<i>o.lorain@polymem.fr</i>	POLYMEM SAS
90	LOULERGUE	Patrick	affiche	<i>patrick.loulergue.1@univ-rennes1.fr</i>	ISCR - Univ Rennes
91	LUTIN	Florence		<i>Florence.lutin@eurodia.com</i>	EURODIA
92	MAGNE	Adrien	affiche	<i>maagnea@gmail.com</i>	M2P2, Aix Marseille Université
93	MARECHAL	William		<i>w.marechal@polymem.fr</i>	Polymem
94	MARTINEZ TRIANA	Alvaro		<i>alvaro.martinez-triana@univ-lorraine.fr</i>	CNRS/ LRGP UMR 7274
95	MASCARADE	Jérémy	affiche	<i>jeremy.mascarade@cea.fr</i>	CEA, Marcoule
96	MASSE	Anthony	affiche	<i>anthony.masse@univ-nantes.fr</i>	GEPEA UMR CNRS 6144 - Univ Nantes
97	MENDRET	Julie		<i>julie.mendret@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
98	MERICQ	Jean-Pierre	affiche	<i>jean-pierre.mericq@umontpellier.fr</i>	IEM, Univ Montpellier
99	MERZOUGUI	Charaf Eddine	affiche	<i>charafmerzougui@gmail.com</i>	LGC,UPS Toulouse
100	MESIERES	Odile		<i>odile.mesieres@univ-lorraine.fr</i>	LRGP, Nancy
101	MONNOT	Mathias	oral	<i>mathias.monnot@univ-amu.fr</i>	M2P2, Aix Marseille Université
102	MOUILLERON	Antoine		<i>antoine.mouilleron@caviardeneuvic.com</i>	HUSO SAS
103	MOULIN	Philippe	oral	<i>philippe.moulin@univ-amu.fr</i>	M2P2, Aix Marseille Université
104	MOULIN	Laurent	oral	<i>laurent.moulin@eaudeparis.fr</i>	Eau de Paris
105	MOUSSA	Marwen	affiche	<i>marwen.moussa@agroparistech.fr</i>	AgroParisTech-UMR SayFood
106	MYOTTE	Emmanuelle		<i>emmanuelle.myotte@univ-amu.fr</i>	M2P2, Aix Marseille Université
107	NAJIB	Amina		<i>amina.najib@univ-lorraine.fr</i>	Laboratoire Réactions et Génie des Procédés
108	NEVEUX	Thibaut	oral	<i>thibaut.neveux@edf.fr</i>	EDF
109	NOUXET	Morgan		<i>morgan.nouxet@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
110	PEINADOR DAVILA	René	affiche	<i>rene.peinador@ifts-sls.com</i>	IFTS
111	PEREZ	Salvador		<i>mail@chemdocwater.com</i>	CHEMDOC
112	POCHAT-BOHATIER	Céline	affiche	<i>celine.pochat@umontpellier.fr</i>	IEM - Université de Montpellier
113	POIRIER	Simon		<i>spo@alting.fr</i>	ALTING
114	PUYARENA	Jacques		<i>j.puyarena@lesaffre.com</i>	Lesaffre International
115	REMIGY	Jean-Christophe		<i>jean-christophe.remigy@univ-tlse3.fr</i>	Laboratoire de Génie Chimique
116	RENARD	Catherine		<i>catherine.renard@inrae.fr</i>	INRAE
117	RIOS	Gilbert	oral	<i>gilbert.rios@umontpellier.fr</i>	
118	RIVALLIN	Matthieu		<i>matthieu.rivallin@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
119	ROBERGE	Hélène	affiche	<i>helene.roberge@cnrs-immn.fr</i>	IMN Nantes
120	RODRIGUES	Fabiano		<i>fabiano.rodrigues@saint-gobain.com</i>	Saint-Gobain
121	ROUESSAC	Vincent		<i>vincent.rouessac@free.fr</i>	CNRS/IEM
122	ROUX-DE BALMANN	Hélène		<i>helene.roux-de-balmann@univ-tlse3.fr</i>	LGC, Univ Toulouse, CNRS, INPT, UPS
123	RUBIO	Alexandre	oral	<i>alexandre.t.rubio@gmail.com</i>	Saint-Gobain Research
124	RUIZ	Emilie		<i>emilie.ruiz@umontpellier.fr</i>	Université montpellier
125	SANCHEZ	Lucie	affiche	<i>lucie.sanchez@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
126	SANCHEZ-MARCANO	Jose		<i>jose.sanchez-marcano@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
127	SANZ	Elena		<i>elena.sanz@ifpen.fr</i>	IFPEN
128	SCHMITT	Alice		<i>alice.schmitt@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
129	SCOGNAMIGLIO	Catherine		<i>catherine.scognamiglio@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier

130	SERVENT	Adrien	affiche	<i>adrien.servent@cirad.fr</i>	CIRAD
131	SOHAIB	Qazi	affiche	<i>qazi.sohaib@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier
132	SZYMCZYK	Anthony		<i>anthony.szyczyk@univ-rennes1.fr</i>	Institut des Sciences Chimiques de Rennes
133	TANOS	Fida	affiche	<i>fidatanos@gmail.com</i>	Institut Européen des Membranes
134	TAUK	Myriam	affiche	<i>myriamtauk@outlook.com</i>	IEM, Univ Montpellier
135	TEYCHENE	Johanne	affiche	<i>rumpala@insa-toulouse.fr</i>	TBI Toulouse
136	TRIANA	Andres			
137	TROUVE	Emmanuel	oral	<i>emmanuel.trouve@nereus-water.com</i>	Nereus
138	TRUEBA	Antonio	oral	<i>antonio.trueba@waga-energy.com</i>	Waga
139	ULBRICHT	Martin	oral	<i>martin.ulbricht@mmm.com</i>	3M Deutschland GmbH
140	Van AUDENHAEGE	Marieke	oral	<i>marieke.vanaudenhaege@sodiaal.fr</i>	Sodiaal International
141	VIGUIER	Johan		<i>j.viguiier@silab.fr</i>	SILAB
142	VINCENT	Adrien		<i>adrien.vincent@saint-gobain.com</i>	Saint-Gobain Research Provence
143	WISNIEWSKI	Christelle		<i>christelle.wisniewski@umontpellier.fr</i>	Université de Montpellier
144	ZAVISKA	Francois		<i>francois.zaviska@umontpellier.fr</i>	IEM, Montpellier