

**LAGEP**



**LAB** TAU



Dpt  Mécanique

Université Claude Bernard  Lyon 1



# 7<sup>ème</sup> Journées Scientifiques Ultrasons et Procédés ( JSUP 2023 )

Lyon, 6 et 7 décembre 2023

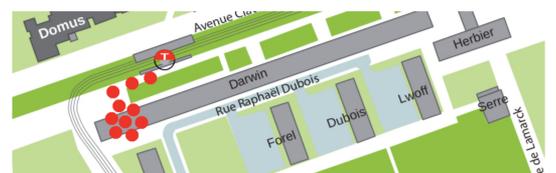
## Programme et résumés



Site : <https://jsup2023.sciencesconf.org/>  
Courriel : [jsup2023@sciencesconf.org](mailto:jsup2023@sciencesconf.org)



Amphithéâtre Depéret ; salle Darwin D 82  
Bâtiment Darwin-D  
Tram T1 et T4 : arrêt « Université Lyon 1 »

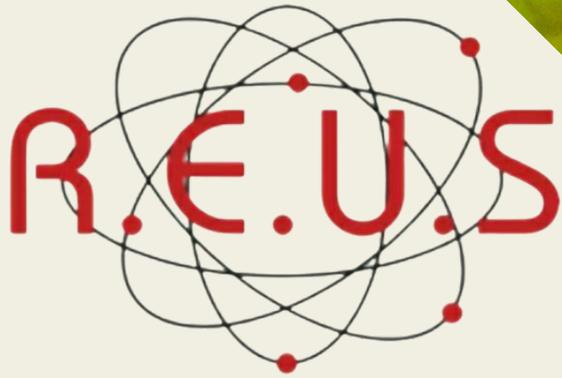


	<b>Mercredi 6 Décembre, matin</b>	
8h30	<b>Accueil - Enregistrement</b>	
8h55	<b>Introduction</b>	
9h00	<b>Présentation de l'Institut Carnot</b>	
9h10	<b>Ultrasons, réactivité et matériaux.</b>	
	<b>Invité :</b> <b>Ecoulements induits par ultrasons.</b> <u>Valery Botton</u>	LMFA, UMR 5509 , Lyon
9h50	<b>Comportement de nanoparticules de PuO<sub>2</sub> sous irradiation ultrasonore en solution aqueuse ;</b> <u>J. Margate</u> , M. Virto, S. Nikitenko	ICSM, CEA, DES, ISEC, DMRC, ENSCM, Marcoule -- Université de Montpellier
10h10	<b>Synthèse ultrasonique des précurseurs hydroxalcite Ni-Co-Mg-Al-La appliqués à la production d'hydrogène par le reformage à sec du méthane</b> <u>H. Kalawoun</u> , C. Gennequin, F. Delattre	UCEIV, Univ du Littoral Côte d'Opale, Dunkeque
10h30	<b>Synthesis of zeolite A under sonohydrothermal conditions and investigation of its conversion into sodalite</b> <u>W. Nzodom</u> , T. Chave, S. Nikitenko, S. Valange	ICSM UMR CNRS 5257, ENSCM, Bagnols/Cèze ; IC2MP,UMR CNRS 7285, université de Poitiers
10h50	<b>Pause - Affiches - Exposants</b>	
11h15	<b>Métrologie &amp; moyens de mesure</b>	
	<b>Invitées</b> <b>Moyens métrologiques : bilan, applications et perspectives</b> <u>Magali Barthès &amp; Audrey Mandroyan</u>	Institut FEMTO-ST, Institut UTINAM CNRS, Université de Franche-Comté, Besançon.
11h55	<b>Suivi de la cavitation à 575 kHz dans des milieux aqueux à viscosité variable ,</b> V. Avramovic, L. Hallez, <u>J-Y Hihn</u>	Institut UTINAM CNRS, UMR 6213, Université de Franche-Comté, Besançon.
12h15	<b>Présentations des Exposants :</b> <b>REUS et SINAPTEC</b>	REUS, Drap (Nice, Alpes-maritimes) ; SYNAPTEC, Lezennes (Lille-Villeneuve d'Ascq, Nord)
12h35	<b>repas - exposants - affiches</b>	

	<b>Mercredi 6 Décembre, après midi</b>	
14h20	<b>Système FPGA compact pour la génération et le contrôle d'ultrasons de puissance focalisés haute fréquence</b> <u>A. Baudouard, P. Tierce, B. Lulier</u>	SINAPTEC, Lezennes (Lille - Villeneuve d'Ascq)
14h40	<b>Hommage à Farid CHEMAT</b> <u>Giancarlo Cravotto &amp; Grégory Chatel</u>	Dipartimento di Scienza e Tecnologia del Farmaco, università di Torino, Univeristé Chambéry, Savoie Mont Blanc
15h20	<b>Le changement, c'est maintenant : la transition du GDR CAVITATION au RT CAVITATION,</b> <u>Sergueï Nikitenko, Tony Chave</u>	ICSM, Univ. Montpellier, CNRS, ENSCM, Marcoule, France
14h40	<b>Pause - Affiche - Exposants</b>	
16h30	<b>Cavitation dans les applications médicales</b>	
	invité : <b>Ultrasound and microbubbles for anticancer drug delivery: from physics to clinics</b> <u>Ayache Bouakaz</u>	Inserm U1253 Imagerie & Cerveau, université de Tours
17h10	<b>Ultrasound-activatable perfluorocarbon nanodroplets and resulting formulations: Potential for brain drug delivery ;</b> <u>C. Contino-Pepin</u>	SAFE (UPRI), Université d'Avignon.
17h30	<b>Identification de microbulles par la théorie de la décision pour l'imagerie par localisation ultrasonore</b> <u>P. Mauleki-Seva</u>	Creatis INSA, Université Lyon1, INSERM, CNRS, .
17h50	<b>Acoustic droplet vaporization of perfluorohexane emulsions is induced by heterogeneous nucleation at an ultrasonic frequency of 1.1 MHz</b> <u>N. Taulier</u>	LIB, Sorbonne Université
à partir de 19h40 (présent à 20h00)	<b>Dîner , restaurant "les Adrets", 30, rue du Bœuf, Lyon 5ème,</b>	Dans le sud du quartier Saint Jean, vieux Lyon, au pied de la colline.

	<b>Jeudi 7 Décembre,</b>	
<b>8h40</b>	<b>Accueil - Enregistrement</b>	
<b>9h00</b>	<b>Cavitation : théorie, dynamique et fondamentaux</b>	
	<b>Invité :</b> <b>Cavitation hydrodynamique dans les microcanaux</b> <u>Frédéric Ayela</u>	LEGI UMR5519, université Grenoble Alpes
<b>9h40</b>	<b>Suivi lagrangien par holographie numérique en ligne de bulles piégées par un champ ultrasonore</b> <u>C. Mauger</u> , A. Lotton, E. Meziani, N. Grosjean, A.A. Doinikov, P. Blanc-Benon, L. Mees, C. Inserra	LMFA UMR5509, Lyon
<b>10h00</b>	<b>Vibration de bulles en cage ,</b> <u>P. Marmottant</u> , O. Stephan, B. Dollet, C. Quilliet, E. Bossy	LIPHY, Université Grenoble Alpes
<b>10h20</b>	<b>Caractérisation expérimentale de l'écoulement tridimensionnel induit par un transducteur focalisé</b> <u>E. Meziani</u> , C. Inserra, N. Grosjean, P. Blanc-Benon, C. Mauger	LabTAU UMR1032 Lyon
<b>10h40</b>	<b>Pause - poster - exposants</b>	
	<b>Valorisation de produits naturels par cavitation</b>	
<b>11h10</b>	<b>Prétraitement de fibres de lin par des ultrasons basse fréquence en vue de traitements enzymatiques d'affinage</b> <u>T. Peyrache</u> , A. Gainvors-Claisse, B. Chabbert, V. Aguié-Beghin, F. Delattre, B. Kurek	Univ Reims Champagne Ardennes
<b>11h30</b>	<b>Fractionnement et conversion chimique simultanée de déchets ligno-cellulosiques sous ultrasons, hautes pression et température</b> <u>J.M. Leveque</u> , S. Baup, K. Lappalainen, S. Kälkäjä	LRP, UMR 5520, Université Grenoble Alpes
<b>11h50</b>	<b>Influence de la fréquence et de la puissance ultrasonore sur le niveau de destruction cellulaire et l'extraction de métabolites de la microalgue <i>Tetraselmis suecica</i></b> <u>L. Barthe</u> , P. Delran, J. Peydecastaing, P-Y. Pontalier, F. Guiheneuf, C. Frances	LGC, LGA, Université de Toulouse, INP, SAS Inalve, Villefranche/mer (Nice).
<b>12h10</b>	<b>Etude de la fréquence d'irradiation ultrasonique sur le prétraitement des anas de lin</b> S. Watin, H. Kalawoun, Q. Dellys, M. Vanrechem, <u>F. Delattre</u>	UCEIV, Université du Littoral Côte d'Opale, Dunkerque.
<b>12h30</b>	<b>repas - exposants - affiches</b>	
<b>14h10</b>	<b>intensification des procédés</b>	
	<b>invité</b> <b>Apport des ultrasons dans l'intensification des procédés, des transferts et de la réactivité dans un contexte environnemental</b> <u>Stéphane Baup et al.</u>	LRP UMR 5520, CERMAV, fondation INP, Grenoble Alpes ; Sichuan university, Chengdu, Chine; Université de Maroua, Cameroun.
<b>14h50</b>	<b>Remediation of model soils by washing assisted with ultrasound</b> <u>R. Salameh</u> , A. Leybros, R. Pflieger	CEA Marcoule
<b>15h10</b>	<b>Similitude de l'effet de l'énergie volumique ultrasonore sur les transferts thermiques et de matière</b> <u>R. Vanoorenberghe</u> , E. Aubert, H. Bussard et al.	LEGI, Grenoble, HEI Junia Hauts de France, Lille, INRAE UMET-PIHM, Villeneuve d'Ascq. IMT nord europe, Lille.
<b>15h30</b>	discussion et mot de fin	
<b>16h00</b>	fin	

jeudi 6 et mercredi 7 décembre		
Communications par affiche, Salle D82 (Darwin D)		
1	<b>Détermination des inventaires labiles des combustibles nucléaires usés dans le cas de leur stockage direct : approche sonochimique ,</b> <u>B. Russo</u> , M. Virot, Sarah Mougnaudb, S. Peugot, S.I. Nikitenko	ICSM, CEA, DES, ISEC, DMRC, ENSCM, Marcoule -- Université de Montpellier
2	<b>Cellule microfluidique de filtration assistée par ultrasons pour le contrôle du colmatage des milieux poreux</b> <u>J. Jambert</u> , X. Jacob, O. Liot, N. Hengl	Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse (IMFT)
3	<b>Organisation orthotrope typique du cartilage articulaire révélée sur des nanocristaux de cellulose par l'action combinée de l'ultrafiltration frontale et des ultrasons : caractérisation multi-échelle par saxs et sals in situ.</b> <u>F. Bosson</u> , S. Mandin, L. Metilli, W. Chèvrement, N. Hengl, <i>et al.</i>	LRP, Université Grenoble-Alpes, ESRF, The European Synchrotron, Grenoble, France INSERM Regenerative Medecine and Skeleton RMeS, Univ. Nantes,
4	<b>Ré-interprétation de la distribution en taille des bulles dans une onde, en cavitation de basse intensité.</b> <u>S. Labouret</u> , J. Frohly	IEMN-OAE, Unv. Valenciennes (UVHC), Institut Meurice-CERIA, Bruxelles, Belgique, LAGEPP, université Lyon 1
5	<b>Introduction d'une équation d'état expérimentale d'un gaz par énergies de Helmholtz dans Rayleigh-Plesset,</b> <u>S. Labouret</u>	LAGEPP, Université Lyon 1
6	<b>La conversion sonochimique de UO<sub>2</sub> en peroxydes d'uranyles révèle des morphologies intrigantes.</b> <u>Julien Margate</u> , M. Virot a, M. Cot-Auriol, T. Chave, T. Dumas, S. I. Nikitenko	ICSM, CEA, DES, ISEC, DMRC, ENSCM, Marcoule -- Université de Montpellier
7	<b>Préparation de nanoparticules colloïdales de UO<sub>2+x</sub> par voie sonochimique</b> M. Cot-Auriol, <u>M. Virot</u> , T. Dumas, P. Moisy, S. I. Nikitenko	ICSM, CEA, DES, ISEC, DMRC, ENSCM, Marcoule -- Université de Montpellier



# REALISATION ÉQUIPEMENT ULTRA SONS

Nos **sonicateurs à ultrasons**, avec des générateurs et des transducteurs **entièrement fabriqués en interne**, sont le **meilleur choix pour obtenir des extraits** à usage alimentaire, cosmétique ou pharmaceutique, dans un souci constant d'amélioration.

**Faible consommation** d'énergie, haute efficacité d'extraction, **haute réparabilité** de l'équipement sont les aspects de **valeur écologique** des extracteurs Reus.



Meccredi 6 décembre 9h10

Axe ultrasons, réactivité et matériaux

## Agir loin avec un faisceau d'ultrasons : écoulement de streaming dans le cœur d'un fluide homogène.

**Valéry BOTTON, Nouhayla EL GHANI, Bjarne VINCENT, Sophie MIRALLES, Daniel HENRY**

Laboratoire de Mécanique des Fluides et d'Acoustique, UMR5509, Univ Lyon, INSA Lyon, CNRS, Ecole Centrale de Lyon, Univ Claude Bernard Lyon 1, 69621, Villeurbanne

**Mots-clés:** Acoustic streaming, Eckart, acoustic stirring.

Le mot clef acousto-fluidique regroupe depuis quelques années sous une même bannière une grande diversité de configurations dans lesquelles on agit dans les fluides avec des ultrasons. On pense notamment à des configurations de micro-fluidique avec une action à très petite échelle. Les ultrasons focalisés de haute intensité (HIFU) permettent quant à eux d'intervenir de manière localisée, à distance, depuis l'extérieur du corps humain ou d'un organe. L'utilisation de sonotrodes de relativement basse fréquence et forte puissance – plusieurs centaines de Watts à des kHz ou des centaines de kHz – améliore/intensifie des procédés dans divers domaines (sonochimie, métallurgie, etc.).

Mais finalement assez peu d'études mettent à profit la capacité particulière des ultrasons à se propager sur de longues distances sous forme de faisceau directionnel et cohérent. Dans l'eau, un faisceau de fréquence 1MHz a en effet une longueur d'atténuation d'environ 20 mètres ! Nous nous intéressons depuis une quinzaine d'années [1] à l'écoulement généré par un faisceau d'ultrasons se propageant dans un liquide homogène. En se plaçant dans un régime haute fréquence et faible intensité, on évite la cavitation et l'on peut donc agir loin de la source et profiter de la quantité de mouvement accumulée le long du faisceau.

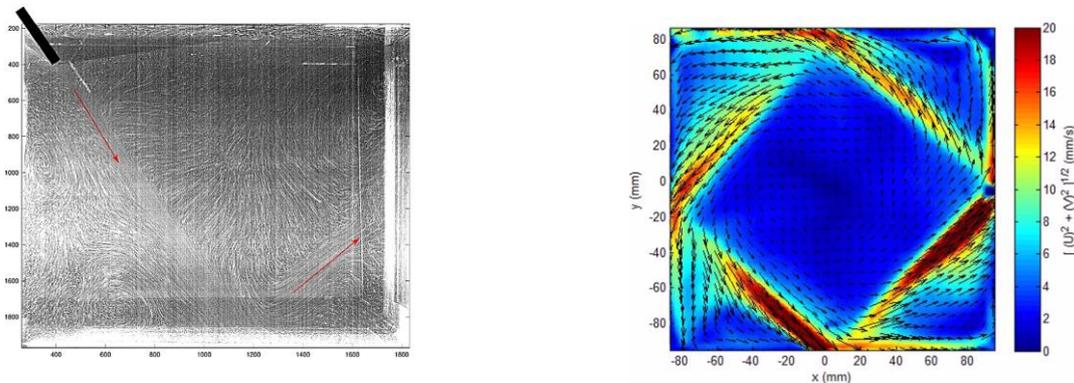


Figure 1. Deux exemples d'écoulements générés par des ultrasons dans l'eau à des échelles décimétriques. A gauche : visualisation d'écoulement généré par un faisceau à 4 MHz [3]. Mesures de vitesses générées par un faisceau à 2 MHz avec trois réflexions [4].

Bien que les observations expérimentales que nous montrerons ne concernent que des expériences en eau, les procédés auxquels nous nous sommes d'abord intéressés sont ceux de l'élaboration de lingots de silicium photovoltaïque dans un creuset parallélépipédique. L'extension spatiale du domaine est alors limitée par des parois et il devient intéressant d'utiliser les réflexions du faisceau sur ces parois. Les transferts de chaleur et de masse entre le liquide et la paroi sont localement améliorés, ce que nous avons étudié par méthode électrochimique [2].

- [1] B. Moudjed, V. Botton, D. Henry, H. Ben Hadid, J.-P. Garandet, 2014, *Physics of Fluids*, 26, 093602.
- [2] N. El Ghani, S. Miralles, V. Botton, D. Henry, H. Ben Hadid, B. Ter-Ovanesian, S. Marcelin, 2021, *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 172
- [3] S. Miralles, M. Albaric, V. Brizé, P. Guy, B. Vincent, J.-P. Garandet, J.-C. Willemetz, D. Henry, V. Botton, 2023 *Journal of Crystal Growth*. 621, 127362.
- [4] T. Cambonie, B. Moudjed, V. Botton, D. Henry, H. Ben Hadid, 2017, *Physical Review Fluids*, 2, 123901.

Mercredi 6 décembre 11h15

*Axe : métrologie, moyens de mesures et caractérisation de réacteur*

## **Moyens métrologiques : bilan, applications et perspectives**

**Magali BARTHES<sup>a</sup> et Audrey MANDROYAN<sup>b</sup>**

<sup>a</sup> Institut FEMTO-ST, CNRS, Université de Franche-Comté, F-25030 Besançon Cedex, France

<sup>b</sup> Institut UTINAM, CNRS, Université de Franche-Comté, F-25030 Besançon Cedex, France

**Mots-clés:** Métrologie, procédés, capteurs

Dans le cadre du GDR Cavitation, et plus particulièrement de l'axe « Métrologie, moyens de mesure et de caractérisation de réacteurs », il était nécessaire de définir les besoins de métrologie et de caractérisation de l'ensemble des membres du GDR. Une enquête a été effectuée sous la forme d'un sondage pour recenser les différentes techniques de mesures utilisées, les informations recherchées par les équipes, les difficultés de mise en œuvre des mesures. Le résultat de l'enquête a montré que la majorité des répondants utilisaient les mêmes méthodes de caractérisation. Cependant, il est ressorti que des difficultés de mise en œuvre de ces moyens métrologiques ne permettaient pas une comparaison objective des résultats entre les différentes équipes.

A partir de la synthèse des résultats du sondage, les techniques majoritairement utilisées (telles que par exemple les mesures de température, dosimétrie, vitesse...) seront présentées. Les possibilités et limitations de ces différents moyens métrologiques seront discutées. Nous présenterons ainsi des méthodes optiques, pour certaines encore peu utilisées, et qui peuvent permettre la mise en évidence de phénomènes autrement pas, ou difficilement, observables. De même, différents capteurs physiques, dont certains développés grâce à des procédés de micro-fabrication en salle blanche, seront présentés. L'application de certains moyens métrologiques au génie des procédés sera illustrée au travers de quelques exemples récents.

Mercredi 6 décembre 16h30

*Axe : cavitation dans les applications médicales*

**Ultrasound and microbubbles for anticancer drug delivery:  
from physics to clinics**

Ayache Bouakaz

*Distinguished lecturer of the IEEE UFFC society*

Inserm U1253 Imagerie & Cerveau, université de Tours

Ultrasound, in conjunction with microbubbles, offers a promising drug delivery method. This approach, known as sonoporation, enables targeted drug delivery by temporarily permeating biological barriers (e.g., cell membrane, vessel wall) under ultrasound insonation. It shows potential for a wide range of therapeutic agents, including chemotherapeutics, nucleic acids, peptides, and antibodies. While preclinical studies have demonstrated promise, several challenges must be addressed for clinical translation. These include standardizing ultrasound parameters, selecting suitable microbubbles, identifying optimal clinical applications, and resolving questions about administration methods and treatment schedules. Additionally, the type and concentration of microbubbles, as well as their response to ultrasound activation, play critical roles. The ultimate goal is to facilitate the adoption of this technology in clinical settings, and ongoing and future trials aim to further advance drug delivery through sonoporation.

Axe : Valorisation de produits naturels assistée par ultrasons ; Hommage à Farid Chemat

## Cavitation techniques in plant extraction, food and beverages processing

(Expériences et projets transfrontaliers)

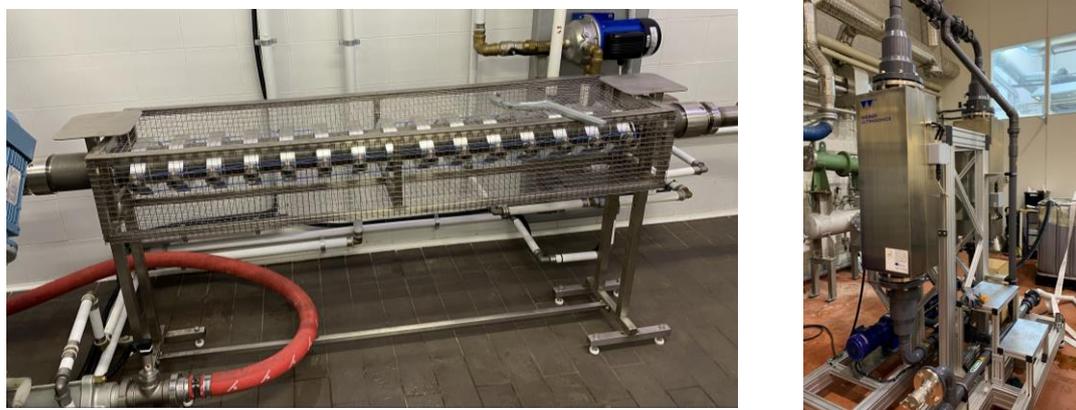
**Giancarlo Cravotto**

Dipartimento di Scienza e Tecnologia del Farmaco, University of Turin, via Pietro Giuria 9, 10125 Turin (Italy)

**Mots-clés:** Green Extraction, Process Intensification, Flow-through Processes.

In my career, I have had the honour and pleasure of sharing ideas, fundamental studies, projects and research activities with one of the more eclectic scientist in the field of enabling technologies for solid/liquid extraction and food processing: Prof. Farid Chemat (Avignon Université). The common goals of efficiency, sustainability and scalability led to new successful protocols, especially in the field of ultrasound and hydrodynamic cavitation. We have found great opportunities in the valorisation of agricultural and food waste and industrial by-products such as kiwi seeds [1], carrot residues [2] grape seeds [3] and cocoa bean shells [4]. Acoustic and hydrodynamic processes have been compared with other technologies to identify the advantages and disadvantages [5]. Due to the demand for industrial applications and the need for scale-up, we have developed one of the first multi-horn ultrasonic flow reactors for the extraction of clove buds [6]. A new paradigm in green extraction assisted by ultrasound or hydrodynamic cavitation [7] was proposed and applied industrially as depicted in the figure. A cold pasteurisation approach using hybrid reactors that combine cavitation with pulsed electric fields or cold plasma has been successfully applied in the treatment of water [8], milk [9] and fruit juices.

Figure 1. Example of industrial flow-through ultrasonic reactors



The impressive work and results achieved by Prof. Chemat will inspire all new generations of scientists committed to green processing and sustainable development.

- [1]. Cravotto G., Bicchi, C., Mantegna, S., Binello, A., Tomao, V., Chemat, F.; *Nat. Prod. Res.* 2011, 25 (10), 974-981.
- [2]. Li Y., Fabiano-Tixier A.S., Tomao V., Cravotto G., Chemat F.; *Ultrason. Sonochem.* 2013, 20, 12-18.
- [3]. Chemat F., Tomao V., Issartier S., Guyot F., Cravotto G.; *Food Anal. Methods* 2014, 7, 459-464.
- [4]. Grillo G., Boffa L., Binello B., Mantegna S., Cravotto G., Chemat F., et al. *Food Res. Int.* 2019, 115, 200-208.
- [5]. Périno-Issartier S., Ginies C., Cravotto G., Chemat F.; *J. Chromatogr. A* 2013, 1305, 41-47.
- [6]. Alexandru L., Cravotto G., Giordana L., Binello A., Chemat F.; *Innov. Food Sci. Emerging Technol.* 2013, 20, 167-172.
- [7]. Wu Z., Ferreira D.F., Crudo D., Bosco V., Stevanato L., Costale A., Cravotto, G.; *Processes* 2019, 7(12), 965.
- [8]. Pereira T.C., Flores E., Abramova A., Verdini F., Calcio Gaudino E., Cravotto G.; *Ultrason. Sonochem.* 2023, 95, 106388.
- [9]. Crudo D., Bosco V., Cavaglia G., Mantegna S., Cravotto G. *AgroFOOD industry high-tech* 2014, 25(1),55-59.

Jeudi 7 décembre 9h00

Axe théorie, dynamique et fondamentaux

## Récents progrès et nouvelles perspectives apportés par la cavitation hydrodynamique 'sur puce'

Frédéric Ayela<sup>a1</sup>

<sup>a</sup>Laboratoire des Écoulements Géophysiques et Industriels, Univ. Grenoble Alpes, G-INP, C.N.R.S., 38000 Grenoble Cedex

**Mots-clés:** cavitation hydrodynamique, microsystèmes

La cavitation hydrodynamique résulte du principe de Bernoulli, quand un écoulement liquide est brusquement accéléré et que sa pression statique chute sous sa valeur saturante. En aval de la zone où cette accélération s'est produite et lorsque la vitesse de l'écoulement recouvre sa valeur initiale, les poches de vapeur créées se condensent brutalement. Contrairement à la cavitation acoustique où ce phénomène de changements de phases est piloté à une fréquence déterminée, l'implosion de différents profils de bulles de cavitation hydrodynamique est unique. La cavitation hydrodynamique a été essentiellement étudiée à l'échelle macroscopique dans le domaine de l'ingénierie, en raison des problèmes d'érosion de surface causés par l'onde de choc de l'implosion des bulles. L'exploitation de la cavitation hydrodynamique pour le traitement des eaux usées a donné lieu à une nombreuse somme de résultats particuliers sans qu'un modèle scientifique fiable ait pu être élaboré.

La cavitation hydrodynamique 'sur puce', c'est à dire au cœur de microsystèmes fluidiques spécialement élaborés [1-2], a permis d'aborder des questions plus fondamentales grâce au développement d'expériences inenvisageables jusqu'alors. On citera par exemple la mise en évidence des effets thermodynamiques sur l'eau [3], la cavitation en régime d'écoulement laminaire [4] et plus récemment les premières mesures quantitatives de production de radicaux hydroxyles [5,6]. Par ailleurs, les petites dimensions des réacteurs leur permettent d'intégrer les systèmes de mesures spectroscopiques utilisés en sonochimie et ouvrent la possibilité à des mesures couplées. Enfin, nous avons commencé à étudier les effets de la force magnétique issue du produit d'un champ intense par son gradient, sur le déclenchement et la disparition de la cavitation hydrodynamique. Cette force est susceptible d'agir sur l'interface liquide – vapeur ainsi que sur le plasma créé en fin d'implosion, et de modifier ainsi ses conséquences sur l'érosion et sur la diffusion des radicaux dans le liquide.

[1] Medrano M., Zermatten P.J., Pellone C., Franc J.P. et F. Ayela, 2011, *Physics of Fluids*, **23**, 127103.

[2] Medrano M., Pellone C., Zermatten P.J. et F. Ayela, 2012, *Physics of Fluids*, **24**, 047101.

[3] Ayela F., Medrano M., Amans D., Dujardin C., Brichtart T., Martini M., Tillement O. et G. Ledoux, 2013, *Phys. Rev. E*, **88**, 043016.

[4] Mossaz S., Colombet D., et F. Ayela, 2017, *Exp. Therm. Fluid Sci.*, **80**, 337-347.

[5] Podbevsek D., Colombet D., Ayela F. et G. Ledoux, 2021, *Ultrasonics – Sonochemistry* **71**, 105370.

[6] Nöpel J.-A. et F. Ayela, 2023, *Comptes Rendus Chimie*, **26**, 157-166.

Jeu 7 décembre 14h10

Axe : intensification des procédés

## Apport des ultrasons dans l'intensification des procédés, des transferts et de la réactivité dans un contexte environnemental

**Baup S.<sup>a1</sup>, Molina-Boisseau S.<sup>b</sup>, Jin Y.<sup>a,c</sup>, Rey C.<sup>a,d</sup>, Lalengo D.<sup>a</sup>, Hengl N.<sup>a</sup>, Pignon F.<sup>a</sup>, Dalhatou S.<sup>e</sup>, Pétrier C.<sup>a</sup>, Lévêque J.-M.<sup>a</sup>, Barchouchi A.<sup>a,b</sup>, Gondrexon N.<sup>a</sup>**

<sup>a</sup>Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble-INP, LRP, F-38000 Grenoble, France

<sup>b</sup>Univ. Grenoble Alpes, CNRS, CERMAV, F-38000 Grenoble, France

<sup>c</sup>Sichuan Univ., Coll Biomass Sci & Engn, Chengdu 610065, Peoples R China

<sup>d</sup>Fondation Grenoble-INP, Chaire Cellulose Valley, F-38000 Grenoble, France

<sup>e</sup>Univ. Maroua, Fac Sci, Dept Chem, Lab Chem, Photocatalysis Team, Maroua, Cameroun

**Mots-clés :** Intensification, Procédés, Environnement.

L'objectif de cette présentation est d'illustrer l'intérêt de la technologie ultrasonore afin d'intensifier les procédés, les transferts et la réactivité, dans un contexte global d'applications environnementales. Différents exemples, issus d'études menées au sein du Laboratoire Rhéologie et Procédés et en collaboration avec d'autres équipes de recherches, seront détaillés.

Les premiers exemples aborderont l'intensification de la réactivité chimique par ultrasons de haute fréquence, essentiellement dans un contexte environnemental. Il s'agit notamment de la sonodégradation de micropolluants organiques ou de polluants émergents [1], tels que des composés phénolés ou des colorants, seul ou en présence d'une matrice minérale et/ou organique.

Dans la continuité de ces actions de recherches à visée environnementale, un autre aspect concernera le couplage d'ultrasons de basse et de haute fréquence dans le but d'avoir une meilleure réactivité en milieu hétérogène. C'est ainsi que des premiers résultats ont été obtenus dans le cadre du traitement de microfibrilles de cellulose, afin de limiter les temps de réaction et de diminuer les quantités de réactifs chimiques ajoutés [2].

Cette étude, très appliquée, a mis en lumière l'absence de données sur la caractérisation de réacteur ultrasonore opérant en milieu hétérogène solide-liquide, quelle que soit la fréquence. Voilà pourquoi des études de caractérisation systématique, chimique et physique, d'un réacteur identique en basse ou en haute fréquence, en présence de solides divisés (billes de verre) seront ensuite présentées [3].

Enfin, dans un contexte d'intensification du transfert de matière, un dernier focus sera effectué sur l'apport des ultrasons sur les procédés membranaires que sont la microfiltration et l'ultrafiltration. De nombreux essais, en basse fréquence, ont été menés sur différents solutés, configurations de membranes et tailles de modules. Ils font état d'une intensification des performances de la filtration, les observations à l'échelle locale (couche de polarisation par exemple) corroborant les résultats à l'échelle globale (taux de rétention et flux spécifique de solvant par exemple) [4,5].

[1]. Dalhatou S., C. Pétrier, S. Laminsi and S. Baup, 2019, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, **7**(1), 102819.

[2]. Barchouchi A., N. Gondrexon, J.-L. Putaux, L. Heux, S. Molina-Boisseau and S. Baup, 2018, *16th ESS Congress*.

[3]. Barchouchi A., S. Molina-Boisseau, N. Gondrexon and S. Baup, 2021, *Ultrasonic Sonochemistry*, **72**, 105407.

[4]. Jin Y., N Hengl, S. Baup, F. Pignon, N. Gondrexon, A. Magnin, M. Sztucki, T. Narayanan, L. Michot and B. Cabane, 2014, *Journal of Membrane Sciences*, **453**(1), 625-635.

[5]. Rey C., N Hengl, S. Baup, Karrouch, E. Gicquel, A. Dufresne, H. Djeridi, R. Dattani, Y. Jin and F. Pignon, 2019, *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, **7**(12), 10679-10689.

<sup>1</sup> Auteur à qui la correspondance devra être adressée : [stephane.baup@univ-grenoble-alpes.fr](mailto:stephane.baup@univ-grenoble-alpes.fr)

## Comportement de nanoparticules de PuO<sub>2</sub> sous irradiation ultrasonore en solution aqueuse

Julien Margate<sup>a</sup>, Matthieu Virot<sup>a</sup>, Thomas Dumas<sup>b</sup>, Laura Bonato<sup>a</sup> et Sergey I. Nikitenko<sup>a</sup>

<sup>a</sup>ICSM, Univ Montpellier, CEA, CNRS, ENSCM, Marcoule, France

<sup>b</sup>CEA, DES, ISEC, DMRC, Univ Montpellier, Marcoule, France

**Mots-clés:** Dissolution, Oxyde d'actinide, Nanoparticules

L'oxyde de plutonium (PuO<sub>2</sub>) joue un rôle important dans le domaine de l'énergie nucléaire et une connaissance approfondie de ses propriétés lorsque ce dernier est réduit en taille à l'état « nano » présente un intérêt pour la compréhension des schémas de migration de la radioactivité en conditions environnementales mais aussi pour le développement de systèmes ou matériaux nucléaires avancés.[1] L'étude des réactions sonochimiques en présence d'actinides a mis en lumière une variété de phénomènes réactionnels et de comportements singuliers que ce soit en solution homogène ou dans les systèmes hétérogènes solide/liquide. En particulier, l'utilisation d'ultrasons de puissance en solution aqueuse a été décrite pour la synthèse en conditions douces de nanoparticules colloïdales à base d'uranium ou de plutonium.[2,3] Par ailleurs, il a été rapporté que la sonolyse de ThO<sub>2</sub> « nano » sous atmosphère d'Ar oxygéné en milieu sulfurique dilué permet la dissolution de ce dernier et sa conversion partielle en un autre composé, un peroxy sulfate de Th.[4] ThO<sub>2</sub> est un oxyde réfractaire à la dissolution souvent étudié comme analogue de PuO<sub>2</sub>; le comportement de ce dernier sous irradiation ultrasonore n'a jamais été rapporté.

Dans ce travail, le comportement sonochimique d'échantillons de PuO<sub>2</sub> « nano » a été étudié à 20 et 205 kHz en solution aqueuse acide sous atmosphère d'Ar/(20%)O<sub>2</sub>. Deux lots d'échantillons ont été considérés : (i) un échantillon pulvérulent de PuO<sub>2</sub> a été préparé par conversion thermique de précurseurs précipités à l'ammoniaque en présence d'un polymère (polyéthylène glycol) ; (ii) une suspension colloïdale de nanoparticules de PuO<sub>2</sub> a été préparée par hydrolyse contrôlée d'une solution de Pu(IV) préalablement stabilisée en milieu nitrique. Les effets de la cavitation acoustique sur ces matériaux solides et sur le milieu de dispersion ont été évalués à l'aide de techniques de spectroscopie (absorption Vis-NIR, Raman, EXAFS), microscopie (MEB), diffraction (DRX) et diffusion (SAXS). L'influence sonochimique s'avère être significative sur les deux types d'oxydes comme en atteste la Fig. 1.

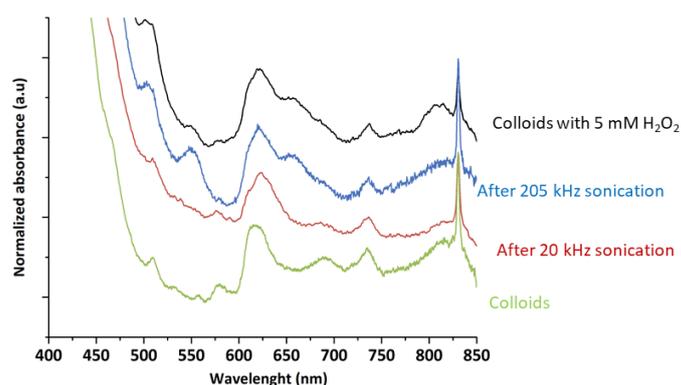


Figure 2. Spectres d'absorption Vis-NIR de la suspension colloïdale de Pu (1mM) avant et après sonolyse (20-205 kHz, Ar/20%O<sub>2</sub>, 20°C)

- [1]. Virot M. et al. 2022, *Nanoscale Advances*, **4**, 4915-4971.  
 [2]. Nikitenko S. I. et al. 2023, *Radiochimica Acta*, **110**, 453-470.  
 [3]. Cot-Auriol M. et al. 2021, *Dalton Transactions*, **50**, 11498-11511.  
 [4]. Bonato L. et al. 2020, *Ultrasonics Sonochemistry*, **69**, 65235

Oral, mercredi 6 décembre 10h10

## Synthèse ultrasonique des précurseurs hydrotalcite Ni-Co-Mg-Al-La appliqués à la production d'hydrogène par le reformage à sec du méthane

**Hamed Kalawoun<sup>a1</sup>, Cédric Gennequin<sup>a</sup>, François Delattre<sup>a</sup>**

<sup>a</sup> Unité de Chimie Environnementale et Interactions sur le Vivant (UR 4492 UCEIV), Université du Littoral Côte d'Opale, 145 Avenue Maurice-Schumann, 59140, Dunkerque, France.

**Mots-clés:** Ultrasons, Hydrotalcite, Reformage à sec.

Dans le cadre de la réduction des gaz à effet de serre et d'une production d'énergie non fossile, le processus de reformage à sec du méthane (RSM) attire l'attention car il présente l'avantage de transformer deux principaux gaz à effet de serre (CH<sub>4</sub> et CO<sub>2</sub>) en un mélange équimolaire de gaz de synthèse (H<sub>2</sub> et CO). Ce mélange est une source d'hydrogène qui est considéré comme le vecteur d'énergie du futur dû principalement à sa capacité calorifique élevée. La réaction de RSM étant endothermique, elle nécessite des températures élevées (950 °C) pour atteindre de degrés de conversion élevés raison pour laquelle l'introduction de catalyseurs est une solution pour permettre de diminuer l'énergie d'activation et ainsi d'opérer à des températures plus basses (650-800 °C). Dans ce contexte, les oxydes mixtes issues de la calcination des précurseurs hydrotalcite (HDL) contenant des métaux de transition (Ni, Co) ont montré de bonnes performances [1] même si le dépôt de carbone reste le facteur limitant l'application de ces matériaux à l'échelle industrielle. Dans le contexte d'améliorer les propriétés structurales, texturales et morphologiques de ces matériaux, l'application d'irradiations ultrasoniques dans la synthèse de HDL a déjà montré des effets bénéfiques sur les propriétés de ces matériaux [2-3].

Dans ce travail, un protocole de synthèse ultrasonique (22 KHz) des précurseurs HDL a été développé. Ces matériaux ont été synthétisés également par la méthode classique de co-précipitation afin de comparer les performances de catalyseurs obtenus par ces deux voies de synthèse. L'optimisation de différents paramètres ultrasoniques (puissance, durée d'irradiation, mode de fonctionnement) a conduit des matériaux présentant de meilleures propriétés structurales et texturales pour une durée totale de synthèse ramenée à 45 minutes comparée aux 20 heures via la méthode conventionnelle. Les résultats obtenus par différentes techniques de caractérisation (DRX, ATD/ATG, N<sub>2</sub> adsorption/désorption, H<sub>2</sub>-RTP, MEB, XPS) montrent la formation d'une structure hydrotalcite pure sous irradiation ultrasonique ainsi qu'une augmentation de 25% de la surface spécifique et une dispersion homogène des éléments tel le lanthane. Les tests catalytiques montrent une augmentation de 4,7% en conversion du CH<sub>4</sub> et de 5,5% de CO<sub>2</sub> en présence des catalyseurs préparés par l'assistance d'ultrasons. Par ailleurs, la caractérisation après test montre une diminution significative de 50% de la quantité du carbone déposé par rapport aux catalyseurs issues de précurseurs HDL préparés par la voie conventionnelle.

Sur la base de ces résultats, il est envisagé de produire de nouveaux catalyseurs sur un réacteur semi-pilote équipé de transducteurs de 100 KHz pour une montée en échelle et leur utilisation dans des applications industrielles.

- [1]. Tanios T., S. Bsaibes, C. Gennequin, M. Labaki, F. Cazier, S. Billet, H.L. Tidahy, B. Nsouli, A. Aboukaïs et E. Abi-Aad, 2017, *International Journal of Hydrogen Energy*, **17** (42), 12818-12828.  
[2]. Muñoz M., S. Moreno, et R. Molina, 2017, *International Journal of Hydrogen Energy*, **17** (42), 12284-12828.  
[3]. Xie L., Y. Zhong, R. Xiang, G. Fu, Y Xu, Y. Cheng, Z. Liu, T. Wen, Y. Zhao, et X. Liu, 2017, *Chemical Engineering Journal*, (328), 574-584.

---

<sup>1</sup> [hamedkalawoun@gmail.com](mailto:hamedkalawoun@gmail.com)

Oral, mercredi 6 décembre 10h30

## Synthesis of zeolite A under sonohydrothermal conditions and investigation of its conversion into sodalite

William's Nzodom<sup>1</sup>, Tony I. Chave<sup>1</sup>, Sabine I. Valange<sup>2</sup>, Sergey I. Nikitenko<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ISCM, UMR-5257CEA, CNRS, ENSCM, Bagnols sur Cèze, France

<sup>2</sup> IC2MP, UMR CNRS 7285, Université de Poitiers, ENSI Poitiers, Poitiers, France

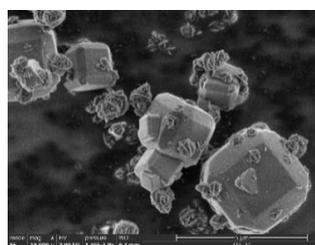
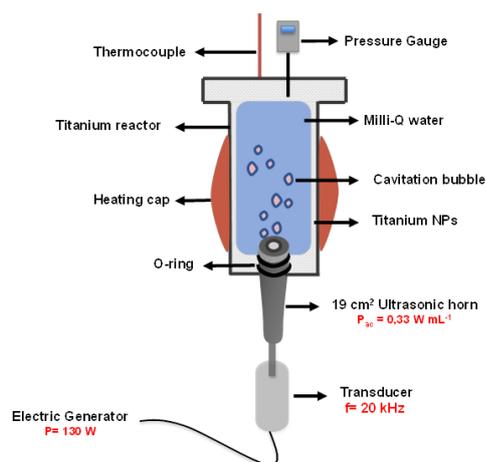
David-william's.nzodomdjozing@cea.fr

**Keywords:** Sonohydrothermal; Zeolite A, Sodalite

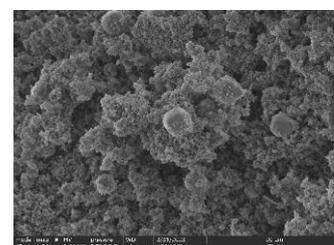
### Summary:

Ultrasound is more and more used in many fields and in particular for the synthesis of nanomaterials. But for the moment only few stbeen conducted to understand the processes involved during the synthesis of nanomaterials in hydrothermal water under ultrasound, hence the novelty of the subject of study. We are interested in the synthesis of zeolite A and its conversion into sodalite under simultaneous action of hydrothermal conditions and 20 kHz ultrasound (SHT). To determine the impact of ultrasound on the kinetics of conversion of zeolite A into sodalite, different experiments were conducted starting from dissolved silica and sodium aluminate. First, the syntheses were carried out in conventional autoclave at 150 °C during 12 hours only conditions under which sodalite forms. Other syntheses were performed in the SHT reactor at 100°C for 30 minutes

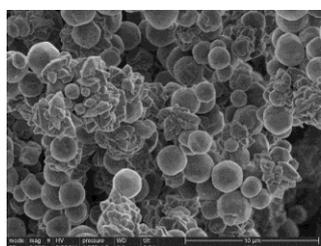
After studying the impact of synthesis time and synthesis temperature on the conversion of LTA to sodalite in the SHT reactor and in hydrothermal synthesis, we investigated the influence of other parameters in the conversion of LTA into sodalite, such as the viscosity of the medium and the ratio Si/Na and Si/Al, the density and sound power absorbed in the reactor in the SHT reactor, the pressure in the Parr bomb reactor. After a precipitation under silent conditions, the samples were processed at 100 °C from 1 hour to 3 hours in the SHT reactor and 12 h at 150°C in the HT reactor respectively. The characterization of the products by scanning electron microscopy and by powder XRD revealed the impact of SHT treatment on the size and morphology of the crystalline products and also on the conversion kinetics of the amorphous gel into LTA and sodalite.



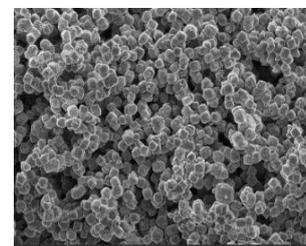
SHT(100°C/1H) 70% reactor filling rate



SHT(100°C/1H) 100% reactor filling rate



HT(150°C/12H) 70% bomb filling rate



SHT(100°C/3H) low densité

Figure\_1 : Sonohydrothermal reactor scheme

Oral, mercredi 6 décembre 11h55

## Suivi de la cavitation à 575 kHz dans des milieux aqueux à viscosité variable

V. Avramovic, L. Hallez, Co-J-Y Hihn<sup>1</sup>

<sup>a</sup> Université de Franche-Comté, CNRS, Institut UTINAM UMR 6213 F-25000 Besançon, France

**Mots-clés:** cavitation – milieu visqueux - dosimétrie

Le suivi de la cavitation dans des milieux aqueux de viscosité variables (de 1 à 30 mPa.s) est suivi avec un hydrophone et par différentes techniques de mesures de l'activité acoustique en solution (calorimétrie, dosimétrie). Les solutions sont préalablement caractérisées (capacité thermique spécifique et viscosité), puis plusieurs méthodologies de traitement des signaux ont été testées et seront comparées. Les signaux sont analysés à des fréquences élevées ( $F = 575$  kHz) car les longueurs d'onde sont petites, avec une incidence directe sur la taille des bulles. Ce travail vient compléter les études réalisées à 20 ou 40kHz. [1-3]

Après avoir testé différents hydrophones, différents paramètres extraits des spectres de mesures sont relevés et tracés en fonction de la puissance transmise mesurée par calorimétrie pour les différentes viscosités. Les seuils détectés dans les modifications (apparitions de sous-harmoniques, bruit large bande...) sont comparés aux résultats obtenus par dosimétrie.

Des photographies de luminescence seront également présentées pour chaque cas d'étude.

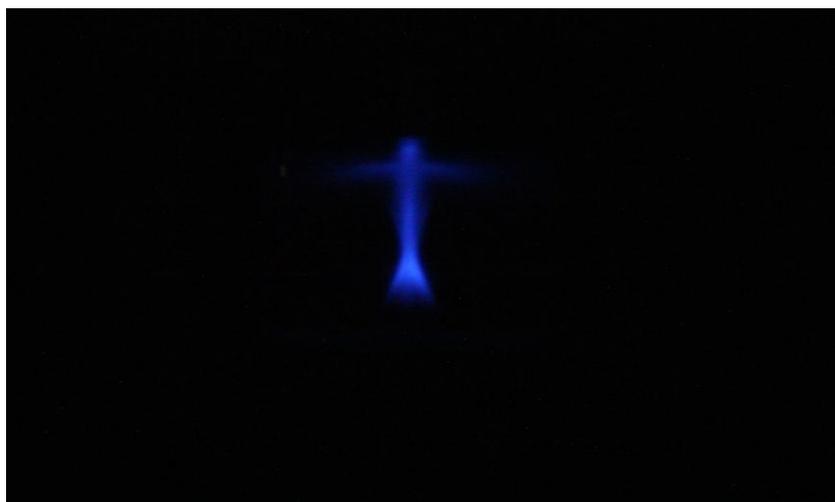


Figure 1. image de sonoluminescence dans un fluide visqueux à 575 kHz

- [1]. Sabraoui A., Inserra C. Gilles B. Béra J-C Mestas J-L, 2011, *Ultrasonics Sonochemistry*, 18(2), 589-594
- [2]. Bampouli A., Goris Q., Van Omen J., Solmaz S., Noorul Hussain M., Stefanidis G.D., Van Gerven T., 2023, *Ultrasonics Sonochemistry*, 97, 106444
- [3]. Iiyichev V.I., Koretz V.L., Melnikov N.P., 1989, *Ultrasonics*, 27, 357

<sup>1</sup>

Auteur à qui la correspondance devra être adressée : [jean-yves.hihn@univ-fcomte.fr](mailto:jean-yves.hihn@univ-fcomte.fr)

Oral, mercredi 6 décembre 14h20

## Système FPGA compact pour la génération et le contrôle d'ultrasons de puissance focalisés haute fréquence

**Baudouard A<sup>a1</sup>, Tierce P<sup>a</sup>, Laulier B<sup>a</sup>**

<sup>a</sup> SinapTec Ultrasonic Technology, 7 Av. Pierre et Marie Curie, 59260 Lezennes, France

**Mots-clés:** Générateur, Contrôle, Haute fréquence

La production d'ultrasons de puissance haute fréquence repose classiquement sur des techniques électroniques issues d'amplificateurs linéaires radiofréquences. Leurs principaux inconvénients sont le rendement, l'encombrement, le poids et une faible capacité à s'adapter à une charge constituée de transducteurs piézoélectriques. Ces amplificateurs ne permettent pas de contrôler la puissance délivrée dans le transducteur ni de s'adapter à son comportement en fonction de l'évolution des paramètres de l'environnement (température, pression, milieu, etc.).

La nouvelle génération d'amplificateur numérique développée offre une solution efficace aux limites précédentes. S'appuyant sur l'intégration de la technologie FPGA qui permet de générer des ultrasons jusqu'à 5 MHz et d'acquérir parallèlement les données en temps réel, le système peut mesurer en interne la puissance active, la puissance réactive, la tension et le courant aux bornes du ou des transducteur(s). Par conséquent, il devient possible de garantir un contrôle optimal des conditions de fonctionnement du système amplificateur et transducteur (régulation en fréquence, puissance, etc.).

Le système SinapTec a notamment prouvé son intérêt dans une application HIFU (*High Intensity Focused Ultrasound*) à la fréquence nominale de 1 MHz. L'application consiste à contrôler le faisceau d'émission sur un transducteur 8 éléments dans l'objectif de créer une très forte pression au point focal, créant assurément de la cavitation. Le générateur a été testé dans un bassin d'eau pour observer le phénomène au cours de plusieurs séquences avec des durées, des amplitudes et des positions focales différentes. Pour chaque séquence, des mesures internes indépendantes sont effectuées sur toutes les voies pour évaluer la puissance électrique totale transmise aux éléments piézoélectriques.

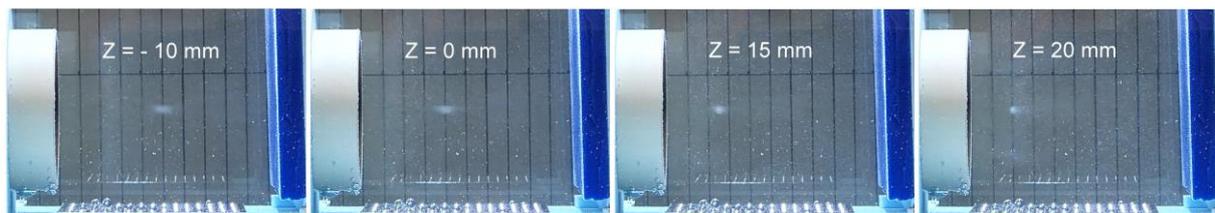


Figure 1. Test de tirs ultrasonores pour différentes positions focales (Impulsion de 200 ms ; 50 % d'amplitude)

Des impulsions d'une durée variant de 10  $\mu$ s à 500 ms avec un rapport cyclique de 2% ont été générées pour une puissance efficace maximale de 300 Watts par voie, soit 2400 Watts électrique au total. Une mesure de poussée permet d'évaluer la puissance acoustique maximale à 1700 Watts, soit une efficacité de 80 % par rapport à la puissance électrique transmise.

Le système mis en œuvre apporte de nouvelles perspectives aux solutions de génération ultrasonore multicanaux dans les processus médicaux et industriels nécessitant des niveaux d'énergie élevés, un contrôle temps réel et une forte adaptabilité au processus ainsi qu'aux dérives liées à l'environnement.

<sup>1</sup> [abaudouard@sinaptec.com](mailto:abaudouard@sinaptec.com)

Oral, mercredi 6 décembre 15h20

## **Le changement, c'est maintenant : la transition du GDR CAVITATION au RT CAVITATION**

**Sergueï Nikitenko, Tony Chave**

ICSM, Univ. Montpellier, CNRS, ENSCM, Marcoule, France

**Mots-clés:** Cavitation, GDR, Réseau Thématique

Nous allons présenter le bilan d'activité du GDR CAVITATION et les grandes lignes du prochain RT CAVITATION sollicité par l'INC du CNRS.

Oral, mercredi 6 décembre 17h10

## Ultrasound-activatable perfluorocarbon nanodroplets and resulting formulations: Potential for brain drug delivery

**Christine Contino-Pépin<sup>a</sup>**, Stéphane Desgranges<sup>a</sup>, Charlotte Berard<sup>b</sup>, Noé Dumas<sup>b</sup>, Anthony Novell<sup>c</sup>,  
Benoit Larrat<sup>d</sup>, Florian Correard<sup>b</sup>, Nicolas Taulier<sup>e</sup>, Marie-Anne Estève<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Equipe SAFE, Avignon Université, Avignon, France

<sup>b</sup> Institut de NeuroPhysiopathologie (INP), CNRS UMR7051, AMU, Marseille, France

<sup>c</sup> BioMaps, CEA, CNRS, Inserm, Université Paris-Saclay, Orsay, France

<sup>d</sup> NeuroSpin / BAOBAB, CEA, CNRS, Université Paris Saclay, Gif-sur-Yvette, France

<sup>e</sup> Equipe LIB, CNRS UMR 7371 – INSERM U1146, Sorbonne Université, Paris, France

**Mots-clés:** Perfluorocarbon, nanoemulsion, surfactants.

Besides their well-known and wide use in diagnostics, the therapeutic use of ultrasounds has recently emerged.<sup>1</sup> In this field, perfluorocarbon (PFC) emulsion nanoparticles are increasingly investigated as ultrasound (US) contrast agents and ultrasonically enhanced drug delivery vehicles. Within this framework, our team has been working for several years on the production of stable perfluorocarbon droplets optimized for both early detection of tumor development and controlled therapy. These "theranostic tools" consist of perfluorooctyl bromide (PFOB) droplets stabilized and dispersed in water thanks to a shell resulting from the self-assembling of tailor-made fluorinated surfactants called "F-TAC"<sup>2</sup> and "Dendri-TAC".<sup>3</sup> Due to the fluorophilic property of perfluorocarbons, it is not possible to encapsulate any drug, even hydrophobic, within the droplet core. To do so, we used a mixture of PFOB/biocompatible oil in different ratios to prepare our nanoemulsions (NEs). Playing on several parameters we produced nanodroplets with an interesting mean diameter ( $D_0 < 80$  nm) for medicinal applications. We also succeeded in limiting the nanodroplets growth by a freeze-drying step, affording dry formulations of PFOB.<sup>3</sup> Once optimized, a fluorescent dye was encapsulated onto the PFC/oil nanodroplets in order to allow their *in vitro* monitoring and visualization of tumor accumulation after intravenous injection in mice. In a recent project (*BubDrop4Glio project*, Inca Plan Cancer) we have demonstrated the ability of these nanoformulations to cross the Blood-Brain Barrier (BBB) after ultrasound-assisted opening (Fig.1).<sup>4</sup> This presentation will cover all the NEs optimization, drug or dye encapsulation and biological validation (*in vitro* and *in vivo* studies) of these new ultrasound-sensitive nanodroplets and their potential for brain drug delivery.

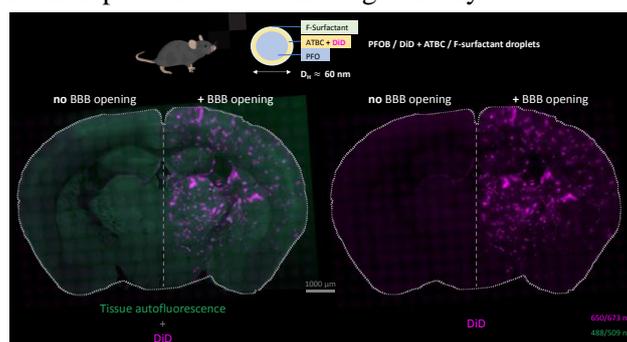


Figure 1. Fluorescence microscopy of mouse brain after *i.v.* injection of DiD-labelled droplets

[1] J. Escoffre, A. Bouakaz, Therapeutic Ultrasound, *Advances in Experimental Medicine and Biology*, 880, (2016)

[2] K. Astafyeva, L. Somaglino, S. Desgranges, R. Berti, C. Patinote, D. Langevin, R. Salomir, A. Polidori, C. Contino-Pépin, W. Urbach, and N. Taulier, *J. Mater. Chem. B* 3, 2892-2907 (2015)

[3] C. Contino-Pépin et al WO 2016/185425 A1, «DendriTAC and their use as theranostics»

[4] C. Bérard, S. Desgranges, N. Dumas, A. Novell, B. Larrat, M. Hamimed, N. Taulier, M.A. Estève, F. Correard and C. Contino-Pépin, *Pharmaceutics*, 14, 1498-1523 (2022)

Oral, mercredi 6 décembre 17h30

## Identification de microbulles par la théorie de la décision pour l'imagerie par localisation ultrasonore

**Alexandre Corazza<sup>a</sup>, Pauline Muleki-Seya<sup>a1</sup>, Adrian Basarab<sup>a</sup>, Barbara Nicolas<sup>a</sup>**

<sup>a</sup>Univ Lyon, INSA-Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, Inserm, CREATIS UMR 5220, U1294, F-6621, Villeurbanne, France

**Mots-clés:** imagerie par localisation ultrasonore, formation de voie, théorie de la décision

La microscopie par localisation ultrasonore (ULM pour Ultrasound Localization Microscopy) permet de remonter à des cartographies de la microvascularisation avec une résolution supérieure à la limite de diffraction [1]. Cette technique consiste à détecter des microbulles (agents de contraste ultrasonores) individuelles dans le flux sanguin puis à suivre leur déplacement durant des acquisitions ultrasonores ultra-rapides. L'ULM se décompose en plusieurs étapes : des émissions ultrasonores en présence de microbulles, la formation des images ultrasonores, le filtrage faire disparaître le tissu, la détection des microbulles individuelles, leur localisation précise et leur suivi au cours des différentes images. Il est ensuite possible de reconstruire des cartographies de la microvascularisation ainsi que des cartes de vitesses de flux.

Les méthodes d'indentification des microbulles en ULM sont basées sur la définition d'un seuil d'intensité ou sur l'intercorrélacion avec une forme de PSF donnée. Ces méthodes ne permettent pas de détecter des microbulles d'intensités aussi faible que le bruit ou peuvent être mis en défaut en cas de déformation de la PSF. Nous avons proposé une méthode de détection basée sur la théorie de la décision et permettant de définir un seuil adaptatif de détection du passage d'une microbulle sur chaque pixel basé sur la théorie de la décision avec le critère de Neyman-Pearson. Cette nouvelle méthode de détection a été évaluée sur des données simulées et *in vivo* (<https://zenodo.org/record/4343435>) de la toolbox PALA [2].

Sur les simulations (après ajout de speckle pour être plus réaliste), cette nouvelle méthode a permis de diminuer le nombre de fausse détections. *In vivo*, sur des acquisitions de cerveau de rat, elle permet de détecter des microbulles avec un intensité plus faible que le bruit moyen, d'obtenir une cartographie des vaisseaux plus homogène et complète et d'améliorer la résolution de l'image finale (Figure 1) [3].

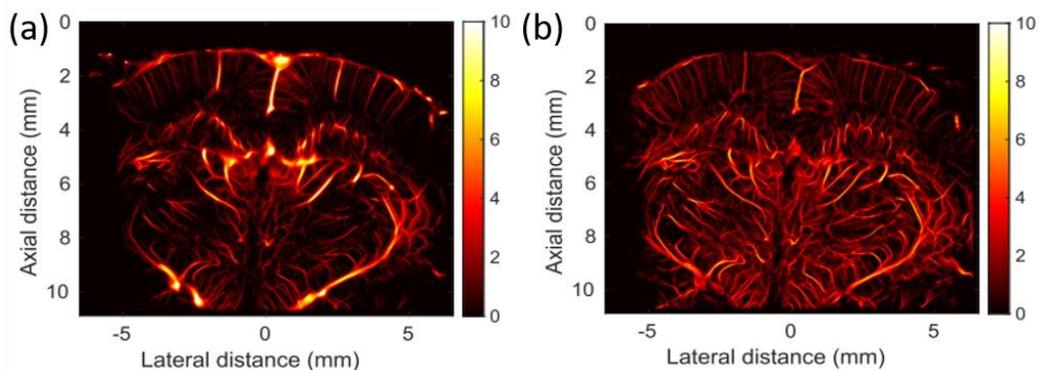


Figure 1. Exemple d'image ULM d'un cerveau de rat avec la détection basée sur l'intensité (a) et sur la théorie de la décision (b).

- [1] Couture O, Hingot V, Heiles B, Muleki-Seya P, Tanter M. Ultrasound Localization Microscopy and Super-Resolution: A State of the Art. *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control* 2018;65:1304–20.
- [2] Heiles B, Chavignon A, Hingot V, Lopez P, Teston E, Couture O. Performance benchmarking of microbubble-localization algorithms for ultrasound localization microscopy. *Nat Biomed Eng* 2022;6:605–16.
- [3] Corazza A, Muleki-Seya P, Basarab A, Nicolas B. Microbubble Identification Based on Decision Theory for Ultrasound Localization Microscopy. *IEEE Open Journal of Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control* 2023;3:41–55.

Oral, mercredi 6 décembre, 17h50

## Acoustic droplet vaporization of perfluorohexane emulsions is induced by heterogeneous nucleation at an ultrasonic frequency of 1.1 MHz

R. Ramesh<sup>ab</sup>, C. Thimonier<sup>abc</sup>, S. Desgranges<sup>d</sup>, V. Faugeras<sup>b</sup>, F. Coulovrat<sup>e</sup>, J. Laurent, G. Marrelec<sup>a</sup>, C. Contino-Pépin<sup>d</sup>, W. Urbach<sup>ab</sup>, C. Tribet<sup>e</sup>, N. Taulier<sup>a1</sup>

<sup>a</sup> Sorbonne Université, CNRS, INSERM, Laboratoire d'Imagerie Biomédicale, LIB, F-75006 Paris, France.

<sup>b</sup> Laboratoire de Physique de l'École Normale Supérieure, ENS, Université PSL, CNRS, Sorbonne Université, Université de Paris Cité, F-75005 Paris, France.

<sup>c</sup> Département de Chimie, P.A.S.T.E.U.R., École Normale Supérieure, Université PSL, Sorbonne Université, CNRS, Paris 75005, Paris, France.

<sup>d</sup> Avignon Université, Équipe Systèmes Amphiphiles bioactifs et Formulations Eco-compatibles, UPRI, 84000 Avignon, France.

<sup>e</sup> Institut Jean le Rond d'Alembert, CNRS, 4 place Jussieu, 75005 Paris France.

<sup>f</sup> PMMH, ESPCI, Université PSL, CNRS, Sorbonne Université, Université de Paris Cité, 75005 Paris France.

**Mots-clés:** vaporization, droplet, ultrasound.

Droplets made of liquid perfluorocarbon undergo a phase transition and transform into microbubbles when triggered by ultrasound of intensity beyond a critical threshold: this mechanism is called acoustic droplet vaporization (ADV). If the intensity of the signal coming from high ultrasonic harmonics are sufficiently high, it has been shown that superharmonics focusing is the mechanism leading to ADV for large droplets ( $> 3 \mu\text{m}$ ) and high frequencies ( $> 1.5 \text{ MHz}$ ). In such a scenario, ADV is initiated due to a nucleus occurring at a specific location inside the droplet volume. But the question on what induces ADV in the case of nanometer-sized droplets and/or at low ultrasonic frequencies ( $< 1.5 \text{ MHz}$ ) still remains. We investigated ADV of perfluorohexane (PFH) nano and microdroplets at a frequency of 1.1 MHz, at conditions where there is no superharmonic focusing. Three types of droplets produced by microfluidics were studied: plain PFH droplets, PFH droplets containing many nanometer-sized water droplets and droplets made of a PFH corona encapsulating a single micron-sized water droplet. The probability to observe a vaporization event was measured as a function of acoustic pressure. As our experiments were performed on droplet suspensions containing a population of monodisperse droplets, we developed a statistical model to extrapolate, from our experimental curves, the ADV pressure thresholds in the case where only one droplet would be insonified. We observed that the value of ADV pressure threshold decreases as the radius of a plain PFH droplet increases. This value was further reduced when a PFH droplet encapsulates a micron-sized water droplet, while the encapsulation of many nanometer-sized water droplets did not modify the threshold. These results can not be explained by a model of homogeneous nucleation. However, we developed a heterogeneous nucleation model, where the nucleus appears at the surface in contact with PFH, that successfully predicts our experimental ADV results.

---

<sup>1</sup> Auteur à qui la correspondance devra être adressée : [nicolas.taulier@sorbonne-universite.fr](mailto:nicolas.taulier@sorbonne-universite.fr)

## Suivi lagrangien par holographie numérique en ligne de bulles piégées par un champ ultrasonore

**Cyril Mauger<sup>a1</sup>, Antoine Lotton<sup>a,b</sup>, Estelle Meziani<sup>a,b</sup>, Nathalie Grosjean<sup>a</sup>, Alexander A. Doinikov<sup>a,b</sup>, Philippe Blanc-Benon<sup>a</sup>, Loïc Mées<sup>a</sup>, Claude Inserra<sup>b</sup>**

<sup>a</sup> Univ Lyon, INSA Lyon, CNRS, École Centrale de Lyon, Univ Claude Bernard Lyon 1, Laboratoire de Mécanique des Fluides et d'Acoustique (LMFA), UMR5509, France

<sup>b</sup> Univ Lyon, Univ Claude Bernard Lyon 1, Centre Léon Bérard, INSERM, Laboratoire des applications Thérapeutiques des Ultrasons (LabTAU), UMR1032, France

**Mots-clé :** bulles, forces de radiation acoustique, holographie

Lorsque des bulles sont soumises à un champ ultrasonore, ces dernières peuvent se mettre à osciller. Si ces oscillations restent linéaires, il est possible de prédire l'évolution temporelle de leur rayon [1-2]. D'autre part, les bulles se déplacent sous l'action d'une force de radiation acoustique induite par le champ ultrasonore, menant à leur piégeage sur des ventres ou des nœuds de pression [3-4]. En présence d'autres bulles, chaque bulle oscillante exerce sur ses voisines une force de radiation dite secondaire [3-4]. Enfin, les bulles sont aussi soumises à des forces hydrodynamiques telles que la flottabilité ou la traînée. La compétition entre ces différentes forces conduit à un déplacement tridimensionnel des bulles.

Une chambre à lévitation acoustique a spécialement été conçue pour étudier la trajectoire de bulles au sein d'un champ ultrasonore d'amplitude modérée [5]. Elle a été dimensionnée en tenant compte de la fréquence du transducteur afin d'obtenir une onde stationnaire. Les bulles, produites en focalisant un laser pulsé, se déplacent sous l'effet combiné de la flottabilité, de la traînée et des forces de radiation jusqu'à une position de piégeage. Leur trajectoire est reconstruite grâce à un dispositif d'holographie numérique en ligne qui permet de mesurer la position ( $x$ ,  $y$  et  $z$ ) ainsi que la taille des bulles  $R$  au cours du temps. Les hologrammes sont reconstruits par une approche de type « problème inverse » [6]. L'objectif de ces mesures est de comparer les trajectoires obtenues à un modèle de dynamique de bulles intégrant les différentes forces à laquelle elles sont soumises.

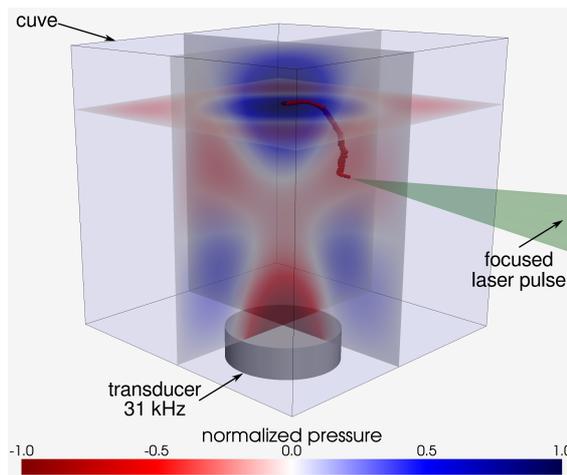


Figure 1. Trajectoire d'une bulle (points rouge) générée par focalisation laser et piégée au ventre d'un champ ultrasonore. Le champ de pression est calculé (COMSOL Multiphysics®) et normalisé.

- [1] Rayleigh, L. (1917). *The London, Edinburgh and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, 34(200), 94-98.
- [2] Plesset, M. S. (1949). The dynamics of cavitation bubbles.
- [3] Bjerknes, V. (1906). *Fields of force: supplementary lectures...* Columbia University Press.
- [4] Crum, L. A. (1975). *The Journal of the Acoustical Society of America*, 57(6), 1363-1370.
- [5] Cleve, S., Guédra, M., Mauger, C., Inserra, C., & Blanc-Benon, P. (2019). *Journal of fluid mechanics*, 875, 597-621.
- [6] Soulez, F., Denis, L., Fournier, C., Thiébaud, É., & Goepfert, C. (2007). *JOSA A*, 24(4), 1164-1171.

<sup>1</sup>Auteur à qui la correspondance devra être adressée : [cyril.mauger@insa-lyon.fr](mailto:cyril.mauger@insa-lyon.fr)

Oral, jeudi 7 décembre 10h00

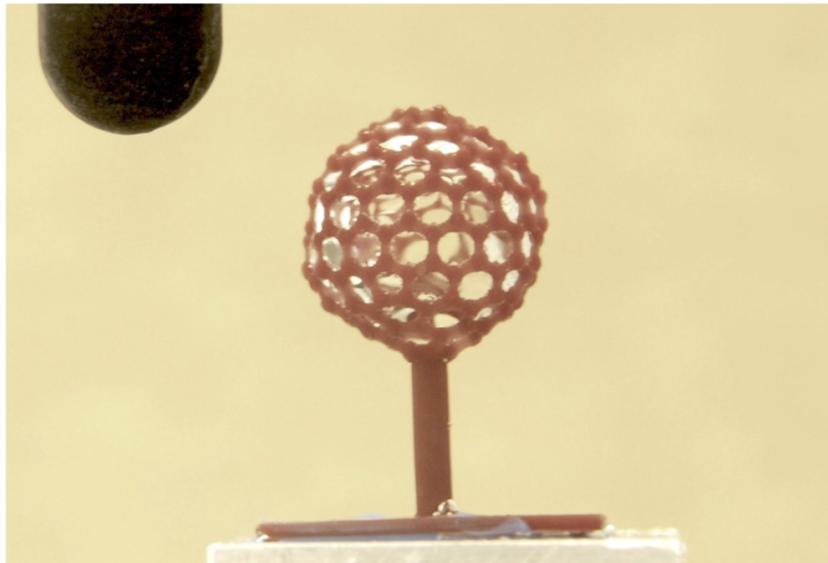
## Vibration de bulles en cage

**Philippe Marmottant<sup>a1</sup>, Olivier Stephan<sup>a</sup>, Benjamin Dollet<sup>a</sup>, Catherine Quillet<sup>a</sup>, Emmanuel Bossy<sup>a</sup>,  
Mohammad Alloul<sup>a</sup>, Mariem Boughzala<sup>a</sup> et Aurélien Caumont<sup>a</sup>**

<sup>a</sup>Laboratoire Interdisciplinaire de Physique, CNRS et Université Grenoble Alpes, 140 rue de la Physique, 38400 Saint Martin d'Hères

**Mots-clés:** bulles, fabrication 3D, couplage

Les bulles sphériques immergées sont de très bons résonateurs acoustiques, mais elles sont notoirement difficiles à fixer dans l'espace. De plus, leur volume évolue avec le temps. Ici, pour contourner ces obstacles, nous avons piégé des bulles dans des cadres ouverts millimétriques fabriqués en 3D par stéréolithographie. Ces cadres de forme polyédrique — une fois plongés sous l'eau — donnent des "bulles polyédriques", dont les interfaces liquide/gaz sont libres d'osciller [1]. Pour des raisons de simplicité, nous avons tout d'abord choisi pour la forme de ces cadres les cinq solides de Platon à faces identiques (4 à 20 faces). Nous avons mesuré la vibration acoustique des bulles sous forçage, et nous observons que leur fréquence de résonance obéit à une formule simple malgré la complexité de la forme. Nous évoquerons la vibration de bulles polyédriques à grand nombre de faces, prenant des formes plus complexes : fullerènes, sphéroïdes allongés/compressés et tores [2]. Nous terminerons en présentant comment plusieurs bulles interagissent entre elles, et comment pour former un assemblage de bulles couplées de type Tokamak acoustique [3].



**Figure 1** Bulle polyédrique dans une structure de fullerène. Un hydrophone (à gauche) vient écouter sa vibration en réponse à une onde acoustique.

[1] Boughzala M., O. Stephan, E. Bossy, B. Dollet, and P. Marmottant 2021, Polyhedral bubble vibrations, *Physical Review Letters* 126, 054502

[2] Alloul M., B. Dollet, O. Stephan, E. Bossy, C. Quillet, and P. Marmottant 2022, Acoustic resonance frequencies of underwater toroidal bubbles *Physical Review Letters* 129, 134501

[3] Caumont A., O. Stephan, E. Bossy, B. Dollet, C. Quillet, and P. Marmottant 2023, Acoustic tokamak with strongly coupled toroidal bubbles *Phys. Rev. E* 108, 045105

Oral, jeudi 7 décembre 10h20

## Caractérisation expérimentale de l'écoulement tridimensionnel induit par un transducteur focalisé

**Estelle Meziani<sup>ab1</sup>, Claude Inserra<sup>a</sup>, Nathalie Grosjean<sup>b</sup>, Philippe Blanc-Benon<sup>b</sup>, Cyril Mauger<sup>b</sup>**

<sup>a</sup>Univ Lyon, Univ Claude Bernard Lyon 1, Centre Léon Bérard, INSERM, Laboratoire des applications Thérapeutiques des Ultrasons (LabTAU), UMR1032, France

<sup>b</sup>Univ Lyon, INSA Lyon, CNRS, École Centrale de Lyon, Univ Claude Bernard Lyon 1, Laboratoire de Mécanique des Fluides et d'Acoustique (LMFA), UMR5509, France

**Mots-clés :** streaming acoustique, cavitation, PTV-4D

Les ultrasons focalisés de haute intensité (*HIFU*) sont couramment utilisés dans les applications thérapeutiques. Au cours d'une irradiation, différents effets mécaniques sont induits : le dépôt d'énergie thermique sur des tissus, la nucléation et la mise en oscillation de bulles de gaz (cavitation ultrasonore) et la génération d'un écoulement par atténuation d'ondes ultrasonores (*streaming* acoustique). Ces mécanismes peuvent être utilisés pour l'ablation thermique de tumeurs cancéreuses [1], la destruction de calculs rénaux (lithotripsie) [2] ou la dissolution de caillots sanguins (sonothrombolyse) [3]. Comprendre la physique de ces phénomènes est essentiel pour assurer leur maîtrise et améliorer l'efficacité des traitements. Les écoulements induits par des ultrasons focalisés sont généralement considéré comme axisymétriques et sont étudiés avec une technique de PIV 2D (*Particle Image Velocimetry*) [4]. Cependant, au-delà d'une pression acoustique seuil, des bulles de cavitation, dont la distribution spatiale est complexe, sont générées et perturbent alors l'écoulement induit qui n'est plus axisymétrique.

Au cours de cette étude, un écoulement tridimensionnel induit par un transducteur focalisé en mode pulsé est caractérisé avec une technique de mesure PTV-4D (*Particle Tracking Velocimetry*). Cette technique permet de déterminer, pour un échantillonnage temporel donné, un instantané du champ de vitesse dans un volume entourant le point focal. La distribution spatiale des vitesses eulériennes, les signatures de l'écoulement pulsé ainsi que l'influence de la cavitation ultrasonore seront discutées.

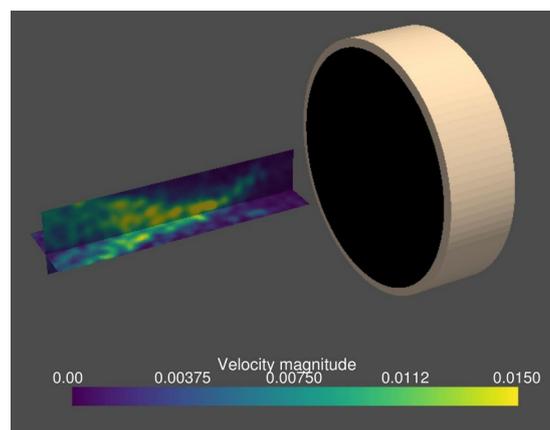


Figure 1. Reconstruction du champ de vitesse de l'écoulement induit par un transducteur focalisé mesuré dans deux plans orthogonaux ayant pour intersection l'axe de propagation acoustique

- [1]. Maloney E., J.H. Hwang, 2015, *International Journal of Hypothermia*, **31**, 302-309.
- [2]. Ideka T., S. Yoshizawa, Y. Matsumoto, 2016, *The Journal of Acoustical Society of America*, **140**-(4), 3308-3308.
- [3]. Hölcher T., et. Al., 2013, *Journal of Therapeutic Ultrasound*, **1**-(18).
- [4]. Ben Haj Slama R., B. Gilles, M. Ben Chiekh, J.C. Bera, 2019, *Experimental Thermal and Fluid Science*, **101**, 37-47.

<sup>1</sup>

Auteur à qui la correspondance devra être adressée : [estelle.meziani@inserm.fr](mailto:estelle.meziani@inserm.fr)

## Prétraitement de fibres de lin par des ultrasons basse fréquence en vue de traitements enzymatiques d'affinage

**Thomas Peyrache<sup>a1</sup>, Angélique Gainvors-Claisse<sup>a</sup>, Brigitte Chabbert<sup>a</sup>, Véronique Aguié-Béghin<sup>a</sup>, François Delattre<sup>b</sup> et Bernard Kurek<sup>a</sup>**

<sup>a</sup> Université de Reims Champagne-Ardenne, INRAE, UMR FARE A 614, AFERE, Reims, France

<sup>b</sup> Unité de Chimie Environnementale et Interactions sur le Vivant (UR 4492 UCEIV), Université du Littoral Côte d'Opale, Dunkerque, France

**Mots-clés:** Fibres de lin, Morphologie, Pectinases

Les fibres de lin représentent une ressource naturelle utilisée dans de nombreuses applications, telles que les textiles et les matériaux, notamment grâce à leurs propriétés mécaniques. L'extraction des fibres comporte une première étape au champ après l'arrachage de la plante, impliquant des phénomènes biologiques et pédoclimatiques (rouissage) suivi d'un traitement mécanique des pailles (teillage). Combiné avec les facteurs génétiques et agricoles liés à la production du lin, ce processus complexe entraîne une variabilité dans la qualité des fibres, rendant plus difficile leur utilisation à l'échelle industrielle [1]. La principale cause de variabilité des propriétés mécaniques est associée à une forte hétérogénéité de morphologie des fibres retrouvées sous différentes formes à l'issue du processus d'extraction : fibres élémentaires, faisceaux de fibres (fibres techniques) et assemblages de fibres techniques [2]. Des traitements mécaniques de cardage ou de peignage sont généralement appliqués afin d'homogénéiser et d'affiner les fibres, mais sont susceptibles de générer des défauts mécaniques [3].

L'objectif de cette étude a été de réduire l'hétérogénéité morphologique des fibres de lin tout en minimisant l'apport de défauts. Pour ce faire, des ultrasons de basse fréquence (22 kHz) ont été utilisés afin d'apporter des effets mécaniques élevés, en amont de l'action d'enzymes (pectinases) agissant sur la matrice pectique responsable de la cohésion des fibres en faisceaux. Des analyses spectroscopiques, morphologiques et mécaniques ont été réalisées afin d'observer l'effet des différents traitements. L'action mécanique de la cavitation acoustique a permis une attrition des faisceaux de fibres sans utilisation d'intrants chimiques (Figure 1).

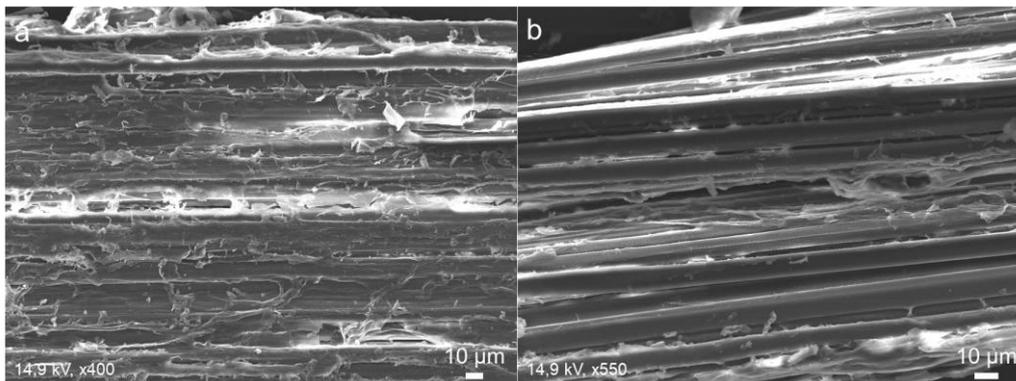


Figure 1. Images MEB a) Fibres brutes, b) Fibres traitées aux ultrasons.

Les résultats obtenus ont également mis en lumière l'intérêt des ultrasons dans l'affinage des fibres avant l'addition de pectinases. Ce prétraitement faciliterait l'action des enzymes en améliorant l'accessibilité de la matrice pectique. L'état de surface et la finesse des fibres sont des caractéristiques importantes pour leur valorisation. La combinaison de traitements ultrasonique et enzymatique pourrait constituer une piste d'amélioration de la qualité des fibres de lin.

[1]. C. Baley, M. Gomina, J. Breard, A. Bourmaud, P. Davies, 2020, *Industrial Crops and Products*, **145**, 111984

[2]. A. Barbulée, J-P. Jernot, J. Breard, M. Gomina, 2014, *Composites: Part A*, **64**, 107-114

[3]. L. Kozlova, A. Petrova, A. Chernyad'ev, V. Salnikov, T. Gorshkova, 2022, *Industrial Crops and Products*, **176**, 114382

<sup>1</sup> Auteur à qui la correspondance devra être adressée : [thomas.peyrache@univ-reims.fr](mailto:thomas.peyrache@univ-reims.fr)

Oral, jeudi 7 décembre 11h30

## Fractionnement et conversion chimique simultanée de déchets ligno-cellulosiques sous ultrasons, hautes pression et température.

**Jean-Marc Lévêque<sup>a1</sup>, Stéphane Baup<sup>a</sup>, Salla Kälkäjä<sup>b</sup>, Katja Lappalainen<sup>b</sup>**

<sup>a</sup> Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LRP, 38000 Grenoble, France

<sup>b</sup> Research Unit of Sustainable Chemistry, University of Oulu, P.O. Box 4300, FIN-90014, Oulu, Finland

**Mots-clés :** Biomasse, Conversion, Pression, Température, Ultrasons

L'usage de plus en plus fréquent de molécules issues de la biomasse dans le développement de matériaux éco-compatibles est une des réponses pour contrer le tout pétrole du XX<sup>ème</sup> siècle. La biomasse au sens large du terme est majoritairement constituée de cellulose, d'hémicellulose et de lignine, trois polymères naturels qui peuvent être transformés de multiples façons en molécules plateformes, à hauteur valeur ajoutée-[1,2]. Alors que des ressources alimentaires ont été détournées à des fins énergétiques, l'usage de tous types de déchets issus de la biomasse semble une réponse envisageable à ce problème mondial.

Cependant, pour pleinement profiter de cette source de molécules organiques quasi-infinie, quelques obstacles demeurent. Alors que la cellulose et l'hémicellulose présentent des structures similaires autorisant des transformations chimiques communes ou non, la lignine se présente comme un polymère poly-aromatique très différent, requérant une séparation préalable de ses constituants préalable à toute transformation ultérieure. Cette séparation-celluloses-lignine, se fait généralement par fractionnement physique préalable des matériaux sélectionnés qui sont issus de nombreuses matrices complexes contenant potentiellement des lipides, des phosphates ainsi que d'autres molécules organiques en moindres proportions [3]. Les ultrasons de basse fréquence, de par leurs effets mécaniques intenses, ont rapidement été considérés comme une technologie de choix pour prétraiter ces matériaux bruts en vue de leur transformation ultérieure, en particulier le fractionnement de la matière ligno-cellulosique- [4-6]. Le prétraitement suivi de la transformation chimique requiert 2 étapes distinctes avec des conditions expérimentales différentes alors qu'un procédé tout-en-un, fractionnement et transformation chimique conjoints, serait une réponse encore plus durable. Dans ce contexte, notre étude démontre l'adéquation des ultrasons de basse fréquence sous pression (jusqu'à 12 bars) et température (jusqu'à 190-200°C) pour un fractionnement et une séparation, rapides et simultanés, des constituants de déchets de sciure de bouleau issus de l'industrie du bois finlandaise. A noter qu'un tel système basse fréquence, pressurisé avec contrôle de la température n'a jamais été exploité à notre connaissance en fractionnement et transformation chimique de la biomasse [7].

[1]. Zheng B., Yu S., Chen Z. and Huo Y.X., 2022, *Front. Microbiol.*, 13, 933882-933902

[2]. Prasad B.R., Padhi R.K. and Ghosh G., 2023, *International journal of Environmental Science and Technology*, 20, 6929-6944.

[3]. Rodionova M.V., Bozieva A. M., Zharmukhamedov S.K., Leong Y. K., Lan J. C-W, Veziroglu A., Veziroglu T. N., Tomo T., Chang J-S, Allakhverdiev, 2022, *Energy*, 47(3), 1481-1498.

[4]. Bussemaker M.J., Zhang D., 2013, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 52, 3563-3580.

[5]. Flores E.M.M., Cravotto G., Bizzi C.A., Santos D., Iop G.D., 2021, *Ultrasonics Sonochemistry*, 72, 105455-105467.

[6]. Zhang N., Tian C., Fu P., Yuan Q., Zhang Y., Li Z. and Yi W., 2022, *Energies*, 15, 2616-2631.

[7]. Chen G., Fang C., Chen X., Wang Z., Liu M., Kan J., 2019, *Industrial Crops & Products*, 130, 273-284.

<sup>1</sup>

Auteur à qui la correspondance devra être adressée : [jean-marc.leveque@univ-grenoble-alpes.fr](mailto:jean-marc.leveque@univ-grenoble-alpes.fr)

Oral, jeudi 7 décembre 11h50

## Influence de la fréquence et de la puissance ultrasonore sur le niveau de destruction cellulaire et l'extraction de métabolites de la microalgue *Tetraselmis suecica*

**Laurie BARTHE<sup>a1</sup>, Pauline DELRAN<sup>abc</sup>, Jérôme PEYDECASTAING<sup>b</sup>, Pierre Yves PONTALIER<sup>b</sup>, Freddy GUIHENEUF<sup>c</sup>, Christine FRANCES<sup>a</sup>**

<sup>a</sup> Laboratoire de Génie Chimique (LGC), Université de Toulouse, Toulouse, France

<sup>b</sup> Laboratoire de Chimie Agro-industrielle (LCA), Université de Toulouse, Toulouse, France

<sup>c</sup> SAS inalve, Nice / Villefranche-sur-Mer, France

**Mots-clés:** Lyse cellulaire, Cavitation acoustique, Bioraffinerie.

Les microalgues sont des organismes unicellulaires intéressants pour un large éventail d'applications comme les biocarburants, l'alimentation humaine ou animale. Parmi elles, *Tetraselmis suecica* est une microalgue marine verte recouverte d'une paroi cellulaire relativement résistante contenant 35-38% en masse de protéines DW [1]. Pour produire ces protéines et d'autres molécules d'intérêt à l'échelle industrielle, un procédé de bioraffinage, constitué de plusieurs opérations unitaires allant de la culture des microalgues à la purification finale des produits désirés, doit être conçu. L'une de ces étapes, la destruction des cellules, est considérée comme particulièrement critique car elle induit les coûts les plus élevés du procédé [2]. Elle peut être mise en œuvre par des méthodes mécaniques, telles que les ultrasons, particulièrement intéressantes pour éviter l'utilisation de solvants organiques nocifs [3].

Dans cette étude, l'efficacité des ultrasons à basse fréquence (20 kHz) et à fréquence intermédiaire (100 kHz) a été investiguée en terme de destruction des cellules et d'extraction des métabolites de la microalgue *T. suecica*. Les essais de sonication ont été réalisés sur des algues fraîches en mode batch dans un réacteur agité thermostaté de 2 L. La suspension algale a été irradiée à différentes puissances ultrasonores (50, 100 et 200 W) lors d'une émission en mode continu ou pulsé. Le niveau de désintégration des cellules et la récupération des protéines ont été quantifiés en combinant quatre méthodes analytiques : l'analyse élémentaire, la granulométrie par diffraction laser, la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage.

Les ultrasons à basse fréquence, 20 kHz, se sont révélés très efficaces pour la destruction des cellules de la microalgue *T. suecica*. Ce procédé a permis d'extraire 90 % des protéines totales et 70 % des hydrates de carbone. L'utilisation de trois puissances ultrasonores a permis de mettre en évidence différents niveaux de lyse cellulaire. Des phénomènes de perforation cellulaire ont été observés à faible puissance pour des temps de traitement courts, ouvrant la perspective du milking, et d'enroulement des membranes à forte puissance. L'utilisation du mode pulsé a montré une diminution significative de la consommation d'énergie tout en gardant une efficacité similaire au mode continu. La fréquence intermédiaire (100 kHz) a entraîné des rendements d'extraction plus faibles. Seulement 25% des protéines totales sont extraites à cette fréquence intermédiaire pour la même densité de puissance qu'à basse fréquence. Cependant, cette fréquence a révélé un mécanisme de lyse cellulaire intéressant, avec des cellules dégonflées sans perforation visible. Ce phénomène pourrait être intéressant pour extraire d'autres types de métabolites comme les exopolysaccharides.

[1] Pereira, H., Silva, J., Santos, T., Gangadhar, K.N., Raposo, A., Nunes, C., Coimbra, M.A., Gouveia, L., Barreira, L. et Varela J., 2019, *Molecules*, **24**(17), 3192-3209.

[2] 't Lam, G.P., Vermuë, M.H., Eppink, M.H.M., Wijffels, R.H. et van den Berg, C., 2018, *Trends in Biotechnology*, **36**, 216–227.

[3] Vernès, L., Abert-Vian, M., El Maâtaoui, M., Tao, Y., Bornard, I. et Chemat, F., 2019, *Ultrasonic Sonochemistry*, **54**, 48–60.

---

<sup>1</sup> Auteur à qui la correspondance devra être adressée : [laurie.barthe@ensiacet.fr](mailto:laurie.barthe@ensiacet.fr)

## Etude de la fréquence d'irradiation ultrasonique sur le prétraitement des anas de lin

Stéphanie Watin, Hamed Kalawoun, Quentin Dellys, Martin Vanrechem, François Delattre<sup>1</sup>

Unité de Chimie Environnementale et Interactions sur le Vivant (UR 4492 UCEIV), Université du Littoral Côte d'Opale, 145 Avenue Maurice-Schumann, 59140, Dunkerque, France.

**Mots-clés:** Ultrasons, prétraitement, biomasse, Anas de lin

La substitution des ressources fossiles par des matières renouvelables sera au cœur des défis climatique et économique des prochaines années. Que ce soit pour la production d'énergie ou de produits manufacturés, les milliards de tonnes de pétrole extraits chaque année devront être remplacés par l'exploitation à grande échelle de la biomasse. Aujourd'hui, les objectifs de l'élargissement du potentiel de valorisation de la biomasse regroupent une multitude d'applications pour l'industrie chimique (bioraffinage, molécules plateformes), les biomatériaux pour la construction, les biocarburants et la bioénergie de deuxième génération. La conversion du matériel lignocellulosique nécessite une étape de prétraitement consistant à fractionner la biomasse dans le but d'améliorer sa digestibilité. Ces procédés de traitements mécaniques et/ou chimiques répondant souvent peu ou prou aux exigences environnementales (coût énergétique, pollution...) [1]. La cavitation acoustique a montré, comme procédé alternatif, des résultats probants (rendements d'extraction relativement élevés, réduction des intrants chimiques, temps réduits,...) pour la délignification de différents matériaux ligno-cellulosiques.

Parmi les volumes supplémentaires disponibles (VSD) de biomasse ligno-cellulosique, le lin offre des possibilités de développement non négligeables. Des co-produits issus du teillage des fibres, les anas de lin représentent environ 50% du tonnage annuel (contre 30% de fibres) soit une production de 400 kT par an. Les substances extractibles des anas (lipides, glucides et composés phénoliques) offrent un potentiel industriel de 40 kT de lignine susceptible d'être intégrés dans des processus de bioraffinage [2]. Par ailleurs, les anas prétraités sont des candidats potentiels pour la mise en œuvre de procédés de biométhanisation de seconde génération.

Dans ce contexte, nous avons établi un plan d'expérience de prétraitement des anas de lin assistée par les ultrasons à des fréquences de 22 kHz et 100 kHz. Les différentes expériences ont été effectuées avec ou sans traitements chimiques (alcalin, réaction de Fenton, peroxyde d'hydrogène) dans des conditions douces puis comparées avec les expériences effectuées dans des conditions identiques sous ultrasons. Dans ce dernier cas, deux appareils ultrasoniques ont été utilisés ; d'une part une canalisation de 22 KHz et d'autre part une cuve multi-fréquences semi-pilote équipée notamment de transducteurs de 100 KHz. Dans cette optique, plusieurs paramètres ont été étudiés comme la concentration en NaOH, en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ainsi que le rapport F<sub>e</sub><sup>2+</sup>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> afin d'en déterminer les conditions optimales. L'efficacité de ces prétraitements a été évaluée *via* des dosages de phénols par la méthode de Folin-Ciocalteu ainsi que par diverses caractérisations (FTIR, MEB, DRX) en comparaison avec des anas non prétraités.

Les résultats ont montré une influence non négligeable de la fréquence d'irradiation à faible puissance sur l'extraction des composés phénoliques et la dégradation des anas de lin laissant envisager un développement à plus grande échelle du procédé.

[1] Sindhu R., Binod P. et Pandey A., 2016, *Bioresource Technology*, 199, 76-82.

[2] Ross K, Massa G., 2010 *Int. J. Mol. sci*, 4035-4050

<sup>1</sup> delattre@univ-littoral.fr

## Remediation of model soils by washing assisted with ultrasound

R. SALAMEH<sup>a1</sup>, A. LEYBROS<sup>b</sup>, R. PFLIEGER<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Institut de Chimie Séparative de Marcoule (ICSM), CEA, Univ Montpellier, CNRS, ENSCM,  
<sup>b</sup>CEA/DES/ISEC/DMRC, Département de Recherche sur les Procédés pour la Mine et le Recyclage du  
Combustible,

Site de Marcoule, BP 17171, F-30207 Bagnols-sur-Cèze Cedex, France

**Keywords:** soil, ultrasound, heavy metals.

With the development of anthropological activities (agriculture, mining, industry) the number of polluted soil contaminated with heavy metals is constantly increasing and has become a global environmental problem. When heavy metals are present in the soil at too values, they disrupt the ecosystem and pose serious problems, which ultimately affect the health of both humans and animals. Conventional heavy metals remediation methods are based on physical, chemical, and biological approaches that can be applied directly in-situ or ex-situ (after excavation) but most of them are constrained by processing duration, high expenses, or secondary waste production.

A new remediation method based on the combination of soil washing with the application of ultrasound has been developed recently [1]. This method was shown to improve extraction yields [2]. It may allow to operate in milder conditions [3].

This study aims to decontaminate a soil artificially contaminated with three different heavy metals (copper, nickel and zinc) by leaching coupled with ultrasound, with a view to improving extraction yields and kinetics. The soil is first fully characterized and adsorption isotherms are measured. Decontamination is performed at 350 kHz with mechanical stirring (Fig. 1) and compared to silent conditions. Four different leaching agents have been tested: water, hydrochloric acid, citric acid and humic acid.

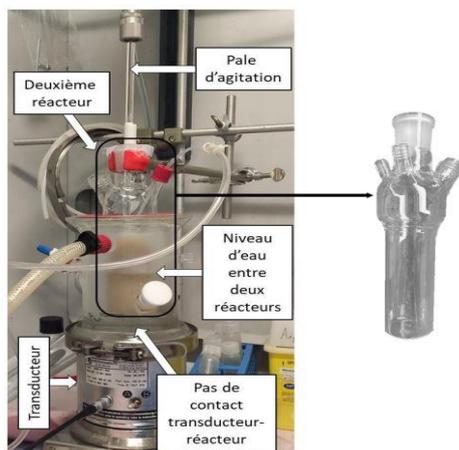


Figure 1 : sonolysis setup at 350 kHz without direct contact.

- [1] L. Liu, W. Li, W. Song, et M. Guo, « Remediation techniques for heavy metal-contaminated soils: Principles and applicability », *Sci. Total Environ.*, vol. 633, p. 206-219, août 2018, doi: 10.1016/j.scitotenv.2018.03.161.
- [2] S. Kim, W. Lee, et Y. Son, « Ultrasonic and mechanical soil washing processes for the remediation of heavy-metal-contaminated soil », *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 55, n° 7S1, p. 07KE04, juill. 2016, doi: 10.7567/JJAP.55.07KE04.
- [3] S. Herr, A. Leybros, Y. Barre, S. Nikitenko, et R. Pflieger, « Desorption of Cs from vermiculite by ultrasound assisted ion exchange », *Chemosphere*, vol. 303, p. 135175, sept. 2022, doi: 10.1016/j.chemosphere.2022.135175.

<sup>1</sup> [ritasalameh@cea.fr](mailto:ritasalameh@cea.fr)

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

R. Vanoorenberghe<sup>a1</sup>, Emmanuel Aubert<sup>a</sup>, Hugo Bussard<sup>a</sup>, C. Poncet<sup>a</sup>, L. Ahouré<sup>b,c,d</sup>, O. Bulliard-Sauret<sup>a</sup>, S.A. Bahrani<sup>d</sup>, C. André<sup>b,c</sup>, S. Ferrouillat<sup>a</sup>, J. Bergrasser<sup>f</sup>, M. Gaudeau<sup>f</sup>, L. Vignal<sup>a</sup>, N. Gondrexon<sup>e</sup>

<sup>a</sup>Laboratoire des Ecoulements Géophysiques et Industriels, Université Grenoble-Alpes, CNRS, Grenoble INP, LEGI, 38000 Grenoble, France

<sup>b</sup>HEI Junia Hauts de France, 13 Rue de Toul, 59014 Lille Cedex, France

<sup>c</sup>INRAE - UMET PIHM, 369 Rue Jules Guesde, 59650 Villeneuve-d'Ascq, France

<sup>d</sup>IMT Nord Europe, Institut Mines Télécom, Univ. Lille, Center for Energy and Environment, F-59000 Lille, France

<sup>e</sup>Laboratoire Rhéologie et Procédés, Université Grenoble-Alpes, CNRS, Grenoble INP, LRP, 38000 Grenoble, France

<sup>f</sup>MINAKEM Recherche, 145 Chem. des Lilas, 59310 Beuvry-la-Forêt, France

**Mots-clés :** Energie volumique ultrasonore, Transfert thermique, Transfert de matière

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

Dans des conditions de convection forcée, sous l'influence d'un générateur ultrasonore plan de 25 kHz positionné en face d'une plaque plane chauffée à flux imposé, l'intensification du transfert thermique sur cette plaque plane a été quantifiée par un facteur d'amélioration (HTEF) intégrant le nombre de Nusselt [1,2] et défini par :  $HTEF = (Nu_{avec\ US} - Nu_{sans\ US}) / Nu_{sans\ US} \times 100$ .

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

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

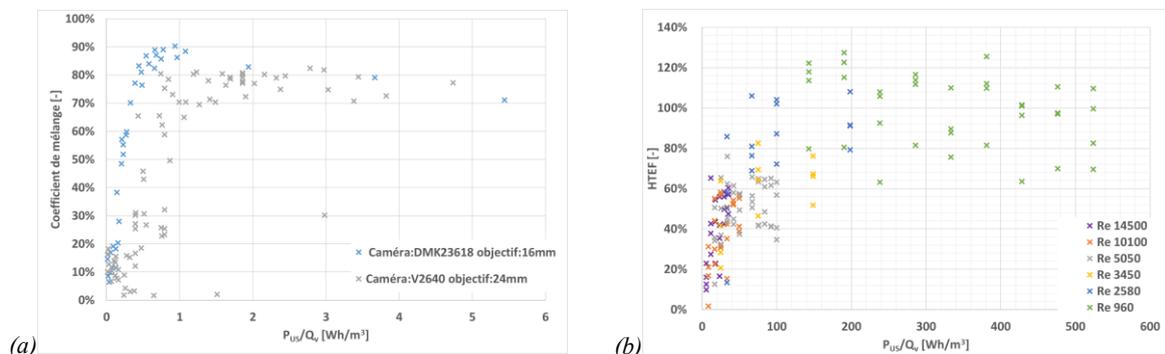


Figure 1. Evolution du coefficient de mélange sous ultrasons de 30 kHz (a) et du facteur d'intensification thermique sous ultrasons de 25 kHz (b) en fonction de l'énergie volumique ultrasonore

Ces résultats illustrent que les effets induits par les ultrasons de basse fréquence sont en capacité de générer de la turbulence et du mélange au sein de l'écoulement à l'origine d'une amélioration des transferts de masse et de chaleur. De plus, ils mettent en lumière une similitude dans la capacité des ultrasons à améliorer ces transferts. En effet, on observe dans les deux cas, une asymptote horizontale qui traduit une limite de l'intensification des effets à partir d'une certaine valeur d'énergie volumique ultrasonore (différente suivant le cas étudié), information d'importance dans un objectif d'optimisation de la puissance ultrasonore au sein d'un procédé industriel.

[1]. Bulliard-Sauret et al., Exp. Therm. Fluid Sci, 2019, [10.1016/j.expthermflusci.2019.03.003](https://doi.org/10.1016/j.expthermflusci.2019.03.003)

[2] Poncet et al., Appl. Therm. Eng., 2022, [10.1016/j.applthermaleng.2022.119069](https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2022.119069)

[3] Ahoure et al., Chem. Eng. Proc. 2023, [10.1016/j.cep.2022.109212](https://doi.org/10.1016/j.cep.2022.109212).

## Détermination des inventaires labiles des combustibles nucléaires usés dans le cas de leur stockage direct : approche sonochimique

**Baptiste Russo<sup>a&b1</sup>, Matthieu Viot<sup>a</sup>, Sarah Mougnaud<sup>b</sup>, Sylvain Peugeot<sup>b</sup>, Sergey I. Nikitenko<sup>a</sup>**

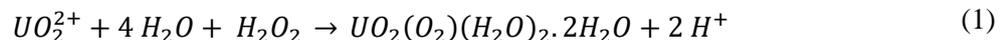
<sup>a</sup> ICSM, Univ Montpellier, CEA, CNRS, ENSCM, Marcoule, France.

<sup>b</sup> CEA, DES, ISEC, DPME, Univ Montpellier, Marcoule, France

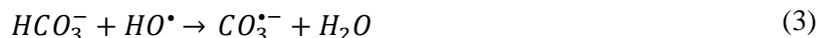
**Mots-clés:** Combustible, inventaire labile, sonofragmentation.

Dans le cadre de l'étude du scénario de stockage direct du combustible nucléaire MOX usé, une attention particulière est portée au comportement de ce dernier en cas de contact avec les eaux souterraines. En effet, il est primordial de connaître avec précision les éléments qui seront immédiatement relâchés et transportés au contact de l'eau afin d'anticiper et définir les mesures préventives adéquates. Actuellement, un modèle de calcul opérationnel est appliqué pour déterminer ces relâchements. En l'absence de données expérimentales, ce modèle reste toutefois extrêmement pénalisant car il considère un relâchement de la totalité des éléments labiles de certaines zones. Afin de définir des valeurs de relâchement au contact de l'eau plus réalistes, des expérimentations avec du combustible usé réel sont menées. De plus, une étape préalable de fragmentation apparaît indispensable afin d'accéder à la porosité fermée du combustible qui pourrait également inclure une fraction des éléments labiles.

Ainsi, le but de cette étude consiste à fragmenter un combustible MOX usé sous irradiation ultrasonore afin de connaître son inventaire labile. Il est connu que la sonolyse de solutions aqueuses peut donner lieu à des effets chimiques avec notamment la formation d'espèces radicalaires, et des effets physiques responsables, entre autres, de l'érosion des surfaces et la fragmentation des particules. Bien que les effets physiques soient recherchés dans le cas de notre étude, l'accumulation en solution de peroxyde d'hydrogène par recombinaison des espèces radicalaires issues de la rupture homolytique de molécules d'eau peut être pénalisante. En effet, la précipitation de peroxyde d'uranyle ((meta-)studtite) peut être observée en accord avec la réaction (1) en cas d'interaction entre H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> et l'uranium, élément principal du combustible usé, et nuire à la quantification précise de la fraction labile<sup>[1]</sup>.



La présence de carbonates en solution, complexants forts de l'uranium, possède le double avantage de stabiliser l'uranium en solution selon la réaction (2)<sup>[2]</sup> et de piéger une partie des HO• responsables de la formation d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (réactions (3) et (4))<sup>[3]</sup>.



Dans le cadre de ce travail, la manipulation contraignante du combustible nucléaire usé, fortement irradiant, sera réalisée en caisson blindé. Au préalable, une étude paramétrique sera réalisée avec des échantillons d'UO<sub>2</sub> non-irradié (uranium naturel manipulé en sorbonne) dans le but de définir les paramètres sonochimiques et comprendre leur effet sur le combustible. En particulier, les effets du milieu de dispersion (présence de carbonates) et de l'atmosphère saturante (Ar, Ar/(10%)CO, CO<sub>2</sub>) seront étudiés au regard de la fragmentation de UO<sub>2</sub> et du relâchement d'uranium en solution<sup>[4,5]</sup>.

[1] Kubatko, K.-A. H., *et al.*, 2003, *Science*, **302**(5648), 1191-1193.

[2] Odorowski, M., *et al.*, 2016, *Journal of Nuclear Materials*, **468**, 17-25.

[3] Merouani, S., *et al.*, 2010, *Journal of Hazardous Materials* **175**(1-3), 593-599.

[4] Nikitenko, S. I., *et al.*, 2009, *Angewandte Chemie International Edition*, **48**(50), 9529-9532.

[5] Dehane, A., *et al.*, 2022, *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, **179**(109075).

<sup>1</sup> Auteur à qui la correspondance devra être adressée : [baptiste.russo@cea.fr](mailto:baptiste.russo@cea.fr)

## Cellule microfluidique de filtration assistée par ultrasons pour le contrôle du colmatage des milieux poreux

Jambert Julie<sup>a</sup>, Jacob Xavier<sup>a</sup>, Liot Olivier<sup>a</sup>, Hengl Nicolas<sup>a1</sup>,

<sup>a</sup> Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse (IMFT, 2 allée Camille Soula, 31400 Toulouse, France)

**Mots-clés** : Microfluidique, filtration, ultrasons, colmatage

Dans des travaux antérieurs [1,2], il a été mis en évidence que l'utilisation d'**ultrasons de basse fréquence** permet de contrôler l'accumulation de matière à la surface des membranes d'ultrafiltration dans une cellule de laboratoire. Cependant, aucune interprétation physique de l'effet des ultrasons sur le dépôt (force de radiation, micro-streaming, cavitation [3]) n'a pu être à ce jour identifiée clairement faute d'observation des phénomènes qui ont lieu à l'échelle microscopique. **L'objectif principal** de ce travail est **d'identifier et de comprendre les mécanismes locaux induits par les ultrasons sur l'accumulation de particules provoquant le blocage d'une constriction** à l'aide d'une approche originale couplant un **dispositif de filtration microfluidique [5]** et des **ultrasons de basse fréquence**.

**Des cellules microfluidiques en PDMS** ont été développées pour permettre des **observations locales** par microscopie **du suivi du colmatage** au cours de la **filtration (figure 1 a)**. Une **suspension de particules fluorescentes de 5 µm en polystyrène** est injectée dans ce modèle de membrane pour être filtrée sous une **pression transmembranaire de 30 mbar**. Pour imposer des ultrasons au voisinage du milieu poreux où se développe le colmatage, **une lame vibrante, couplée à un émetteur ultrasonore de 60 kHz**, est **enserrée dans la puce**. Les **propriétés de vibration** ont été mesurées par **vibrométrie laser in situ** durant la filtration.

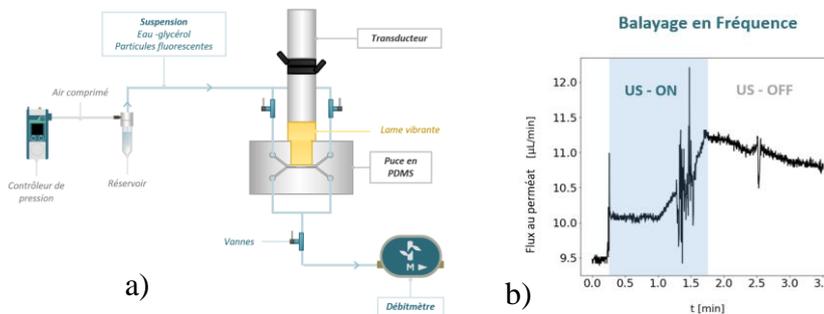


Figure 1. a) boucle de filtration intégrant la puce PDMS et le dispositif ultrasonore, b) Variation du flux de perméation au cours du temps avec et sans ultrasons ( $\Delta P=30$  mbar, température ambiante, balayage en fréquence = 68-74 kHz, amplitude du signal = 150 mV RMS)

Les résultats montrent qu'en présence d'ultrasons une augmentation du flux de perméation de filtration est observée lorsque la fréquence de résonance est atteinte au cours du balayage en fréquence (figure 1 b)). Cette augmentation des performances de filtration a pu être reliée à la remise en suspension des bouchons de particules accumulés au niveau des pores.

- [1] Jin Y., Hengl N., Baup N., Pignon F., Gondrexon N., Sztucki M., Gésan-Guiziou G., Magnin A., Abyan, 2014, *Journal of Membrane Science*,  
 [2] Rey C., Hengl N., Baup S., Karrouch M., Dufresne A., Djeridi H., Dattani R., Pignon F., 2019, *Journal of membrane science*, **578**, 69-84  
 [3] Leighton, T.G., 2007, *Prog. Biophys. Mol. Biol.*, **93**, 3-83.  
 [4] Mokrane M. L., Desclaux T., Morris J. F., Joseph P., Liot O., 2020, *Soft Matter*, **16**, 9726-9737

## ORGANISATION ORTHOTROPE TYPIQUE DU CARTILAGE ARTICULAIRE REVELEE SUR DES SUSPENSIONS DE NANOCRISTAUX DE CELLULOSE PAR L'ACTION COMBINEE DE L'ULTRAFILTRATION FRONTALE ET DES ULTRASONS : CARACTERISATION MULTI-ECHELLE PAR SAXS ET SALS IN-SITU

**Bosson F<sup>a1</sup>, Mandin S.<sup>a</sup>, Metilli L.<sup>a</sup>, Chèvrement W.<sup>b</sup>, Hengl N.<sup>a</sup>, Delplace V.<sup>c</sup> and Pignon F.<sup>a</sup>**

<sup>a</sup>Laboratoire de Rhéologie et Procédés, Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Grenoble, France

<sup>b</sup>ESRF, The European Synchrotron, F-38043 Grenoble, France

<sup>c</sup>INSERM Regenerative Medecine and Skeleton RMeS, Univ. Nantes, Nantes, France

**Mots-clés:** Ultrasons, filtration, nanocristaux de cellulose

La dégénérescence du cartilage articulaire est à l'origine de nombreuses maladies telles que l'arthrose et la polyarthrite rhumatoïde, en raison notamment de sa faible capacité de réparation spontanée. Les techniques actuellement utilisées pour pallier ces maladies ne permettent pas de réparer efficacement et à long terme le cartilage. Les chercheurs se sont alors tournés vers l'ingénierie tissulaire, une technique associant des cellules à des biomatériaux.

L'objectif de ce travail est de développer un biomatériau possédant la même structure orthotrope (Figure 1a) que le cartilage articulaire [1,2]. Pour cela, l'ultrafiltration frontale et des ondes ultrasonores (US) ont été combinées et appliquées à une suspension de nanocristaux de cellulose (NCC). Une cellule d'ultrafiltration frontale couplée à une lame vibrante générant des ultrasons à la fréquence de 20 KHz a été développée, autorisant la caractérisation aux échelles nanométriques par diffusion de rayonnement X aux petits angles (SAXS) sur la ligne de lumière ID02 de l'ESRF et aux échelles micrométriques par diffusion de lumière aux petits angles (SALS) au LRP. L'influence de la puissance ultrasonore (de 0 à 100 %) et de la concentration C en NCC (6 wt% et 10.6 wt%) sur l'organisation structurale des NCC, a été étudiée. Les expériences ont permis de caractériser l'organisation des NCC en fonction de la distance depuis la membrane jusqu'à la lame vibrante (Figure 1b) et notamment de mettre en évidence que la structure orthotrope est conservée depuis l'échelle nanométrique (SAXS) jusqu'à l'échelle micrométrique (SALS). Il a aussi été montré que l'épaisseur de chacune des couches (superficielle, intermédiaire et profonde), varie en fonction de la puissance ultrasonore et de la concentration en NCC.

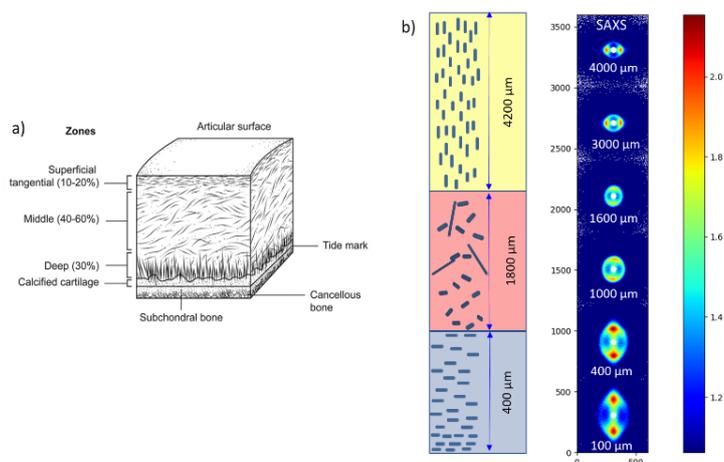


Figure 1 – a) Répartition des différentes zones du cartilage articulaire <sup>1</sup> et b) Spectres de SAXS 2D d'une suspension de NCC, enregistrés in-situ depuis la membrane jusqu'à la lame ultrasonore et schéma de l'orientation des NCC correspondant. C = 6 wt%  $\Delta P = 1,2 \times 10^5$  Pa, puissance US = 80 %.

[1] Brody, L. T. Knee Osteoarthritis: clinical Connections to Articular Cartilage Structure and Function. *Phys. Ther. Sport* **2015**, *16* (4), 301–316. <https://doi.org/10.1016/j.ptsp.2014.12.001>.

[2] Camarero-Espinosa S. and Cooper-White J. Tailoring biomaterial scaffolds for osteochondral repair. *Int. J.Pharm.* **2017**, *523*(2), 476–489.

<sup>1</sup>

[fanny.bosson@univ-grenoble-alpes.fr](mailto:fanny.bosson@univ-grenoble-alpes.fr)

## Ré-interprétation de la distribution en taille des bulles de cavitation dans une onde stationnaire plane à 349 kHz, dans un régime de basse intensité.

**S. Labouret**<sup>abc</sup>, **J. Frohly**<sup>c</sup>

<sup>a</sup> LAGEPP, université Lyon1, 43 Boulevard du 18 novembre 1918, 69622 Villeurbanne Cedex

<sup>b</sup> Institut Meurice, Campus CERIA, av. E. Gryzon 1, B-1070 Bruxelles, Belgique.

<sup>c</sup> IEMN-OAE, université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, le mont Houy, 59300 Valenciennes.

**Mots-clés:** ultrasons, bulles, distribution en tailles.

Les distributions en tailles de bulles de cavitation ultrasonore obtenues il y a une quinzaine d'années [1] dans une onde plane stationnaire (fréquence 349 kHz) en régime de cavitation de faible intensité (régime A) sont réinterprétées à partir d'un modèle qui, d'abord a été corrigé d'une erreur significative sur le coefficient de diffusion thermique de l'eau, et qui dans lequel une description directe du transfert thermique entre le gaz de la bulle et le liquide a été substitué à la transformation polytropique du gaz de la bulle [2] ; un critère de stabilité plus avancé a également été utilisé [3]. Le modèle du nuage de bulles repose sur l'hypothèse de bulles sphériques qui ne sont pas, ou peu, couplées acoustiquement entre elles.

Si l'atténuation de l'onde acoustique par le nuage de bulles est encore pris en compte pour expliquer la présence de bulles de certaines tailles dans les distributions en tailles, on constate également que la description directe du transfert thermique est nécessaire pour rendre compte de la formation de ces bulles avec le nouveau critère de stabilité.

Cette description directe du transfert thermique permet en outre de calculer la puissance acoustique que dissipe chaque bulle [4] et d'en déduire, grâce aux distributions en taille, une estimation de la pression acoustique des ventres de pression, supposée égale pour tous, au fil de l'irradiation.

En parallèle, une analyse directe de l'évolution des distributions en tailles avec le modèle confirme en partie la présence des pressions acoustiques estimées précédemment dans des ventres de pression, avec après plus d'une seconde d'irradiation des valeurs de l'ordre de 20 kPa, contre 135 kPa au-début de l'irradiation ; la moitié de cette pression initiale est perdue dès 0,1 s d'irradiation. Finalement, le modèle de formation d'un nuage de bulles sphérique non acoustiquement couplées entre elles, et qui se multiplient selon un cycle récurrent gonflage-fragmentation rend compte de l'évolution des distributions en tailles de manière satisfaisante.

[1] S. Labouret, J. Frohly, Congrès de la société française d'acoustique, 2010, Lyon (<https://hal.science/hal-00551151>).

[2] R. Toegel *et al.*, Does water prevent upscaling sonoluminescence ? 2000, Phys. Rev. Letter, 85 (15), (doi : 10.1103/PhysRevLett.85.3165)

[3] H. Lin, B.D. Storey and A. J. Szeri, Rayleigh-Taylor instability of violently collapsing bubbles; 2002, Physics of Fluids, 14 (8), (doi: 10.1063/1.1490138)

[4] O. Louisnard, Nonlinear attenuation of sound waves by inertial cavitation bubbles, 2010, Physics Procedia, 3, (<https://doi.org/10.1016/j.phpro.2010.01.093>)

## Introduction d'une équation d'état expérimentale d'un gaz, décrite par les énergies de Helmholtz dans un modèle de bulle utilisant une équation de type Rayleigh-Plesset

**S. Labouret**

LAGEPP, université Lyon1, 43 Boulevard du 18 novembre 1918, 69622 Villeurbanne Cedex

**Mots-clés:** gaz, équation d'état, cavitation.

En raison des pressions importantes prédites pour le gaz à l'intérieur d'une bulle en fin de contractions inertielle, une équation d'état de type Van der Waals est couramment utilisée. Cependant, lorsque la pression atteint quelques centaines de MPa, une différence apparaît entre cette dernière et les mesures expérimentales ; pour  $T$  et  $\rho$  croissants, le gaz de Van der Waals atteint des pressions plus élevées : la bulle de cavitation qui implose durcirait prématurément et arrêterait son implosion avec un rayon plus grand qu'avec de l'azote réel.

Récemment, plusieurs auteurs ont introduit dans des modèles numériques plus [1,2] ou moins [3] sophistiqués de bulles, des équations d'état plus précises que celle de Van der Waals, de type cubique, Peng-Robinson (PR) [2,3] et Redlich-Kwong Peng-Robinson (RKPR) (2), ou décrite par une corrélation fondée sur les énergies de Helmholtz (EH) [2] ; pour une simple contraction de bulle [2], sans phase d'expansion, l'équation d'état RKPR donne les résultats considérés comme les meilleurs jusqu'à 28 GPa et 5000K ; l'équation d'état par EH [4] donne des résultats similaires jusqu'à 2 GPa, puis les extrapolations sont moins fiables.

Nous proposons d'introduire une équation d'état décrite par les énergies de Helmholtz [5], valable selon les auteurs jusqu'à 25 GPa et 5000k dans un modèle de bulle utilisant une équation de type Rayleigh-Plesset et une description directe de l'échange thermique entre le gaz et le liquide [6]. La température et la pression dans le gaz sont déduites à travers l'équation d'état à partir du suivi de l'énergie interne du gaz et de sa concentration. L'évaporation de la vapeur d'eau n'est pas considérée dans un premier temps, ce qui correspond à une bulle de cavitation dans de l'eau à température inférieure à 0°C. Le principe de la modélisation sera détaillé, et les résultats des premiers calculs seront présentés.

[1] N. Kyriazis, P. Koukouvinis, M. Gavaises, Numerical investigation of bubble dynamics using tabulated data, *International Journal of Multiphase Flow*, Volume 93, 2017, Pages 158-177

[2] S. Bidi, P. Koukouvinis, A. Papoutsakis, A. Shams et M. Gavaises ; Numerical study of real gas effects during bubble collapse using ede desequilibrium multiphase model.; *Ultrasonics Sonochemistry*, 2022, vol 90.

[3] D. Qin, S. Lei, B. Chen, Z. Li, W. Wang, Xiaojuan Ji. ; Numerical investigation on acoustic cavitation characteristics of an air-vapor bubble ; Effects of equation of state for interior gases.

[4] E.W. Lemmon, R.T. Jacobsen, S.G. Penoncello, D.G. Friend, Thermodynamic properties of air and mixtures of nitrogen, argon, and oxygen from 60 to 2000 K at pressures to 2000 MPa, *Journal of physical and chemical reference data* 29 (3) (2000) 331–385, <https://doi.org/10.1063/1.1285884>.

[5] R. Span E.W. Lemmon, R.T. Jacobs, W. Wagner; A reference quality Equation of state for nitrogen ; *International Journal of Thermophysics*, 1998, vol. 19 (4).

[6] R. Toegel, B. Gompf, R. Pecha, D. Lohse ; Does Water Vapor Prevent Upscaling Sonoluminescence? *Phys. Rev. Lett.*, 2000, vol. 85 (15) 3165-3168, ; doi = {10.1103/PhysRevLett.85.3165},

## La conversion sonochimique de $\text{UO}_2$ en peroxydes d'uranyles révèle des morphologies intrigantes

Julien Margate<sup>a</sup>, M. Virot<sup>a</sup>, M. Cot-Auriol<sup>a</sup>, T. Chave<sup>a</sup>, T. Dumas<sup>b</sup>, S. I. Nikitenko<sup>a</sup>

<sup>a</sup>ICSM, Univ Montpellier, CEA, CNRS, ENSCM, Marcoule, France

<sup>b</sup>CEA, DES, ISEC, DMRC, Univ Montpellier, Marcoule, France

**Mots-clés:** Morphologie, Ultrasons, peroxyde

La toxicité chimique et la radioactivité du combustible nucléaire usé suscitent des préoccupations quant à la prédiction du comportement des radionucléides dans la géosphère et le stockage souterrain profond. Comprendre la spéciation des espèces de radionucléides formées lors de l'interaction de l'eau avec les matériaux à base d'actinides est crucial. Le peroxyde d'hydrogène ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), produit clé de la radiolyse de l'eau, contribue à la corrosion des matrices à base de  $\text{UO}_2$ , formant des précipités de peroxyde d'uranyle tels que la studtite et la métastudtite. Ces espèces facilitent la dissolution des radionucléides et leur libération dans l'environnement. [1-3]

La sonochimie, exploitant l'impact des ultrasons sur les réactions chimiques, présente des similitudes avec la radiolyse, générant du peroxyde d'hydrogène in-situ. Cependant, la littérature sur la sonochimie des actinides reste limitée. Pourtant, des paramètres sonochimiques optimisés montrent une augmentation substantielle de la production de  $\text{H}_2\text{O}_2$  avec des effets physiques supplémentaires. [4]

Cette étude explore la sonolyse de  $\text{UO}_2$  en poudre dans de l'eau et des conditions légèrement acides sous une atmosphère oxygénée. Les observations ont révélé la formation de (méta-)studtite [ $(\text{UO}_2(\text{O}_2)(\text{H}_2\text{O})_2) \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ] lors de l'exposition aux ultrasons. [5] Les analyses des aliquotes de solution (spectroscopie d'absorption UV-Vis, ICP-OES) et des résidus solides (MEB, XRD, FTIR) ont attribué ce comportement au  $\text{H}_2\text{O}_2$  généré par sonochimie. De manière intéressante, une conversion complète de  $\text{UO}_2$  en (méta-) studtite s'est produite tout en préservant la morphologie (Figure 1.b). De manière surprenante, des conditions sonochimiques spécifiques ont conduit à la formation reproductible de trous au centre des plaquettes (Figure 1.c).

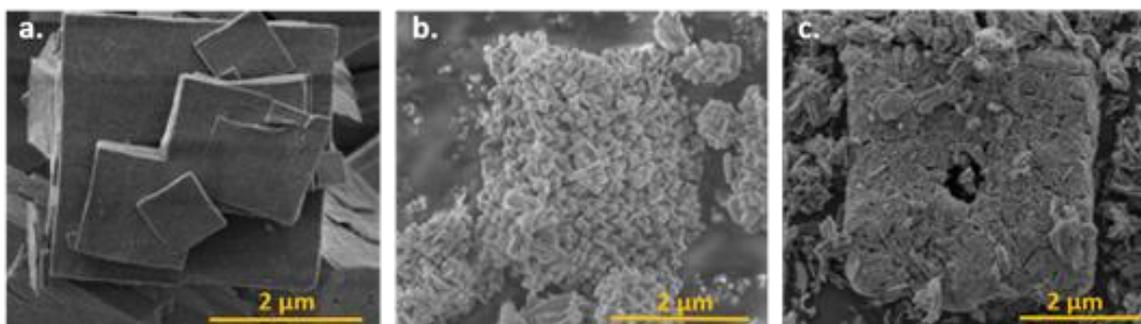


Figure 1 : a) Image MEB des plaquettes de  $\text{UO}_2$  synthétisées à partir de la route de l'oxalate. b) et c) Image MEB du peroxyde d'uranyle observé après la sonolyse de  $\text{UO}_2$  dans  $\text{H}_2\text{SO}_4$  à  $5.10^{-4}$  M à 346 kHz (20 W.mL<sup>-1</sup>, 20°C, Ar/O<sub>2</sub> et 6h)

[1] C. Corkhill and N. Hyatt, Waste management, IOPScience, 2018.

[2] M. Amme, Radiochimica Acta, 2002, 90, 399-406.

[3] P.C. Burns, R.C. Ewing, A. Navrotsky, Science, 2012, 335, 1184-1188

[4] R. Pflieger, T. Chave, G. Vite, L. Jouve, S.I. Nikitenko, Ultrasonics Sonochemistry, 2015, 26, 169-175.

[5] Peter C. Burns and Karrie-Ann Hughes, American Mineralogist, 2003, 88(7):1165-1168

## Préparation de nanoparticules colloïdales de $\text{UO}_{2+x}$ par voie sonochimique

M. Cot-Auriol<sup>a</sup>, M. Viro<sup>a,\*</sup>, T. Dumas<sup>b</sup>, P. Moisy<sup>b</sup>, S. I. Nikitenko<sup>a</sup>

<sup>a</sup> ICSM, Univ Montpellier, CEA, CNRS, ENSCM, Marcoule, France.

<sup>b</sup> CEA, DES, ISEC, DMRC, Univ Montpellier, Marcoule, France.

\* [matthieu.virot@cea.fr](mailto:matthieu.virot@cea.fr)

**Mots-clés:** uranium, colloïdes, hydrolyse

L'uranium (IV) est le constituant principal du combustible nucléaire mais également la forme réduite prédominante en conditions environnementales, en particulier dans les milieux anoxiques et réducteurs des eaux naturelles profondes.[1-3] La spécification de l'uranium dans ces conditions est complexe, et la formation potentielle de colloïdes résultant de l'hydrolyse de l'U(IV) (dits « colloïdes intrinsèques ») est peu documentée dans la littérature. Cependant, des études ont démontré que les phases colloïdales peuvent jouer un rôle important dans la migration de la radioactivité dans la géosphère.[4-6]

Ce poster décrit la synthèse et la caractérisation de colloïdes intrinsèques d'U(IV), préparés par hydrolyse (65 °C, Ar) ou sous irradiation ultrasonore (20 kHz, 65 °C, Ar/10%CO) à partir d'une solution d'U(IV) stabilisée en milieu chlorhydrique. L'utilisation d'ultrasons en présence de monoxyde de carbone, afin d'inhiber la formation de peroxyde d'hydrogène et ainsi prévenir l'oxydation d'U(IV), a permis la préparation de suspensions colloïdales d'uranium en solution aqueuse. La caractérisation de ces suspensions par SAXS, MET-HR et DRX (Fig. 1) a révélé qu'elles sont constituées de nanoparticules quasi-sphériques présentant une structure cristalline similaire à celle d' $\text{UO}_{2+x}$ , mesurant  $18.0 \pm 0.1$  nm et  $7.8 \pm 0.1$  nm après sonolyse et hydrolyse, respectivement. L'utilisation d'ultrasons de puissance se profile comme une méthode de synthèse originale et pertinente pour la préparation de nanoparticules d'oxydes d'actinides dotées de propriétés de taille et de cristallinité contrôlées.

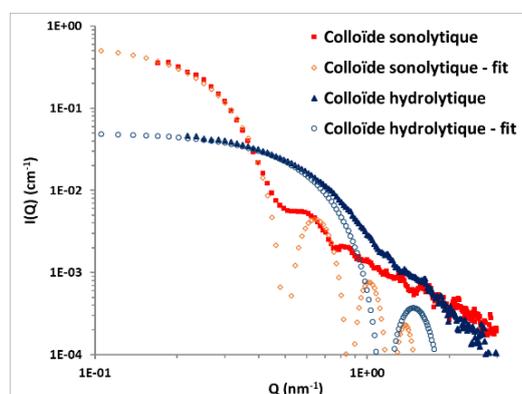


Figure 2. Diagrammes SAXS normalisés obtenus sur les suspensions colloïdales d'U(IV) après 2 h de traitement (avec ou sans ultrasons). Les ajustements des données (cercles vides) sont basés sur un modèle de sphère.

- [1] Cha, W., Kim, H.K., Cho, H., Cho, H.R., Jung, E.C., Lee, S.Y., *RSC Advances*, **2020**, *10*, 36723-36733.
- [2] Ewing, R.C., *Nature Materials*, **2015**, *14*, 252-257.
- [3] Romanchuk, A.Y., Vlasova, I.E., Kalmykov, S.N., *Frontiers in Chemistry*, **2020**, *8*, 630.
- [4] Zänker, H., Hennig, C. *Journal of Contaminant Hydrology*, **2014**, *157*, 87-105.
- [5] Priyadarshini, N., Sampath, M., Kumar, S. Mudali, U.K., Natarajan, R., *Journal of Nuclear Chemistry*, **2014**, *2014*, 1-10.
- [6] Walther, C., Denecke, M.A., *Chemical Reviews*, **2013**, *113*, 995-1015.