



Laboratoire
d'automatique,
de génie des procédés
et de génie pharmaceutique

Offre de thèse, à partir de Septembre 2021/ PhD offer, from september 2021

**Développement du procédé de traitement de l'eau polluée par congélation/
Development of wastewater treatment process by freezing
ANR WATERSAFE**

Laboratoire/laboratory: LAGEPP (Laboratoire d'Automatique, de Génie des Procédés et de Génie Pharmaceutique). Equipes/teams : PRODIS/DYCOP. Université Claude Bernard Lyon 1.

Encadrants/supervisors: Pr. Melaz Tayakout, Dr. Claudia Cogné, Dr. Françoise Couenne, Dr. Aurélie Galfré.

Mots clefs/Keywords: dépollution de l'eau/ génie des procédés/modélisation/congélation ; wastewater treatment/chemical engineering/ modelisation/freezing

Start of the PhD: September/October 2021.

Funding: ANR WATERSAFE project (ANR-20-CE04-0002)

See English version below.

Version en français :

Contexte

La détérioration de l'environnement par la production d'effluents pollués nocifs pour la faune et la flore et la diminution des ressources en eau potable sont des préoccupations mondiales. Le traitement des effluents aqueux par des technologies de remédiation durables adaptées aux contextes locaux en maîtrisant l'impact environnemental de ces filières économiques est aujourd'hui un élément central de notre gestion environnementale. Le choix de ces technologies, s'appuie sur les critères suivants :

- Technologie permettant de minimiser la consommation énergétique, les rejets et l'usage de produits chimiques toxiques/dangereux
- Technologie nécessitant de faible investissement et maintenance.
- Technologie hautement sélective et productive.

La congélation est un des procédés entrant dans ces critères. Ce procédé consiste à produire par cristallisation de la glace à haute pureté sur une paroi froide à partir d'un effluent aqueux. Au fur et à mesure de la formation de la glace, l'effluent liquide se concentre en polluants. Ce procédé s'avère particulièrement adapté au traitement d'eaux contenant des polluants solubles à faibles concentrations et haute toxicité. Il est aujourd'hui peu développé à l'échelle industrielle car la pureté de la glace est hétérogène et le rendement de production de la glace reste faible.

Le projet ANR WATERSAFE a pour objectif d'améliorer les performances du procédé de congélation en réalisant une étude d'intensification de procédé.

Sujet de thèse

Deux outils seront développés dans le cadre de la thèse afin de réaliser l'étude d'intensification du procédé de congélation : un pilote de laboratoire de cristallisation; une modélisation de la croissance de la glace dans la phase liquide. Ces outils, développés en parallèle au cours de cette thèse, permettront d'avoir une meilleure compréhension des phénomènes de cristallisation et de l'impact des conditions expérimentales sur la production et la qualité de la glace.

La première étape du projet consistera à valider la pertinence du mélange modèle sélectionné (mélange eau/acide phosphorique). L'acide phosphorique est un polluant connu participant à l'eutrophisation de l'eau. Des essais de cristallisation seront réalisés afin de vérifier le diagramme liquide/solide du système et ses propriétés thermodynamiques. Des essais cinétiques seront réalisés pour mesurer l'impact des conditions expérimentales sur la vitesse de croissance de la glace (par Cryo microscopie). La seconde étape consistera à monter un nouveau pilote de congélation de taille laboratoire permettant d'observer la formation de la glace en dynamique à partir d'un effluent synthétique. Ce pilote pourra fonctionner en mode discontinu et en mode semi continu sur la phase liquide. Il sera équipé d'un microscope numérique portable permettant d'observer finement la morphologie de la couche de glace en fonction des conditions opératoires, ainsi que d'un système d'analyse en ligne de la phase liquide (conductimétrie). Des essais de cristallisation dans des conditions expérimentales sélectionnées sur le pilote de cristallisation seront ensuite réalisés au cours de la thèse. La troisième étape, réalisée en parallèle de l'étape deux, sera de développer un modèle en utilisant la méthode du champ de phase permettant de représenter la croissance dynamique non isotherme de la glace en présence d'un effluent aqueux. La méthode du champ de phase est particulièrement performante pour représenter la forme des interfaces et l'inclusion de poches de liquide impur dans la glace. Le travail ici consistera à développer le code de calculs sur un logiciel de simulation de type Matlab et à ajuster les paramètres du modèle en s'appuyant sur les essais expérimentaux.

Laboratoire d'Accueil / Encadrement

Le Laboratoire d'Automatique, de Génie des Procédés et de Génie Pharmaceutique (UMR CNRS 5007) est un laboratoire de recherche de l'université Claude Bernard Lyon 1. Il est multidisciplinaire et couvre les domaines du génie des procédés, du génie des produits, du génie pharmaceutique et de la physicochimie. Les activités de recherche s'orientent autour de deux grands thèmes scientifiques :

- Procédés et processus physicochimiques en milieux complexes dispersés et évolutifs (procédé d'élaboration de nanoparticules, cristallisation, lyophilisation).
- Modélisation dynamique.
- Programmation

Les travaux couvrent des aspects fondamentaux de compréhension et modélisation des phénomènes jusqu'au développement de produits dans les domaines pharmaceutique, cosmétique, énergie, alimentaire... Le LAGEPP est structuré en quatre équipes scientifiques qui regroupent les chercheurs et enseignants chercheurs spécialistes des trois domaines disciplinaires clés que sont l'automatique (pour les outils de simulation qui seront mis en œuvre), le génie des procédés et le génie pharmaceutique.

La personne recrutée rejoindra les équipes DYCOPI et PRODIS. Elle sera encadrée par des spécialistes en congélation/ modélisation dynamique/ thermodynamique. Son site d'accueil est sur le campus Lyon-Tech La Doua (Villeurbanne).

Compétences développées durant la thèse : le caractère multidisciplinaire du sujet (développement de procédé, expérimentation, caractérisation des phases du système, modélisation), l'utilisation de divers appareillages (pilote de congélation avec suivi en ligne innovant, Cryo microscope, ...) ainsi que le développement de codes de calculs permettront au candidat d'acquérir d'excellentes compétences dans le domaine du génie des procédés.

Profil du candidat/calendrier :

Le (la) candidat(e) aura une formation initiale en génie des procédés ou en physique. Une forte appétence pour la modélisation, le travail en équipe et l'expérimentation sont requises.

Date limite de candidature : 30/06/2021

Pour postuler : Curriculum vitae + lettre de motivations + bulletins de notes de Master 1 et 2 ou niveau équivalent.

Contact : Aurélie GALFRE (aurelie.galfre@univ-lyon1.fr).

English version:

<p style="text-align: center;">Wastewater purification by solidification: Simulation by phase field method ANR WATERSAFE</p>
--

Project details:

Context:

Clean water scarcity and the deterioration of the environment by releasing wastewater harmful to both flora and fauna are a worldwide concerning. The development of wastewater purification technologies is nowadays a technical worldwide challenge. Ice Layer Crystallisation on a cooling surface (ILC) is a melt crystallization process here considered for treating low concentrated and toxic soluble pollutants in aqueous liquid effluent. In this process, two products of separation are produced: i) a crystalline layer (ice) that can be poured in the environment according to its purity; ii) a concentrated liquid effluent which valorization depends on its composition. The process shows large limitations, which explains nowadays its low industrial development. Its deadlock status could however possibly be circumvented through: i) *performing a process intensification study in order to improve its global efficiency*; ii) *improving process issue that include batch to continuous approach (process efficiency and management)*.

PhD mission:

The project intends to develop two tools: a freezing lab-scale pilot unit; an innovative dynamic model based on the Phase Field Method [1] (PFM) to simulate the non-isothermal solidification of ice from a synthetic *wastewater*. These tools are relevant to carry out a comprehensive analysis of local phenomena of the ice crystallization explaining how, why, where and when impurities incorporation takes place in the ice and the ice growth rate in the relation of process parameters. The PhD steps are detailed below.

First step: The relevance of the synthetic chosen mixture (water/phosphoric acid) will be checked. Phosphorus is a sensitive resource and a well-known pollutant of urban and industrial wastewaters: it contributes to the increase of eutrophication problems. Several crystallization experiments will be here performed in order to i) check the thermodynamic data of the chosen system (liquid/solid diagram) ;ii) achieve data on ice growth to define the new lab scale-pilot operating conditions and design and feed the simulation. The last point will be done by Cryo microscopy.

Second step: The freezing lab-scale pilot unit will be designed and equipped with the relevant characterization methods and temperature probes to achieve experimental data. The reactor can operate on continuous and recycle modes on the liquid phase and on batch mode on the solid phase. The apparatus comprises the last generation camera including a high optical microscope to evidence on line crystallization phenomena (ice layer morphogenesis) and for example a conductivity probe to follow liquid evolution. The influence of several operating parameters (recycle ratio, feed concentration, cooling rate, subcooling, liquid flowrate, etc.) on the crystallisation behaviour will be determined by several experimental trials.

The third step will consist of developing an innovative dynamic model based on the Phase Field Method to simulate the non-isothermal solidification of ice issue from a synthetic wastewater. The phase field method is here relevant to represent the ice morphogenesis and the liquid pockets inclusion in ice. The works consists here of developing the calculation codes on a software like Matlab and adjusting the key parameters of the model from experiments data.

Laboratory/supervisors

The PhD fellow will join the LAGEPP (Laboratory of Automatic Control, Chemical and Pharmaceutical Engineering) of the University of Claude Bernard Lyon1. LAGEPP is a multidisciplinary laboratory that covers the fields of process engineering, engineering products, pharmaceutical engineering and physicochemistry. The research activities focus on two major scientific themes:

- Physicochemical processes and processes in dispersed and evolving complex media (nanoparticle production process, crystallization, lyophilization).
- Dynamic modelling.
- Programming

The PhD fellow will join the DYCOP and PRODIS teams. The supervisors are researchers and professors/assistant professors with expertise in process engineering, crystallization, dynamic modelling, and thermodynamics. The laboratory is located on the campus Lyon-Tech La Doua (Villeurbanne).

Skills developed along the PhD by the applicant

The multidisciplinary character of the subject (process development, experimental, characterisation of each phase by analytical tools, modelisation), the use of various equipment (freezing pilot with innovative online monitoring, Cryo microscope, etc.) as well as the development of calculation codes will allow the candidate to acquire excellent skills in the field of process engineering.

To apply: The applicant will have master degree in Chemical engineering or Physics. The position is suited for candidates with background in modelling, able to work in team and with experimental liking.

Application deadline : 30/06/2021

Application procedure: send a detailed CV (including rank and grade in your Master degree, if possible), motivation letter and Transcript of Records for Master and bachelor degrees.

Contact : Dr. Aurélie GALFRE (aurelie.galfre@univ-lyon1.fr).